

mgr inż. Wojciech Błotnicki

ZASTOSOWANIE ZNACZNIKOWEJ METODY CZASU
PRZEJŚCIA DLA POMIARÓW STRUMIENIA
OBJĘTOŚCI W UKŁADACH STEROWANIA

Promotor: dr hab. inż. Dariusz Choiński, prof. Politechniki Śląskiej

Praca przedłożona Radzie Dyscypliny Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika
Politechniki Śląskiej celem uzyskania stopnia naukowego doktora w dziedzinie
nauk inżyniersko-technicznych w dyscyplinie automatyka, elektronika
i elektrotechnika



**Politechnika
Śląska**

Gliwice 2022

Składam serdeczne podziękowania promotorowi dr hab. inż. Dariuszowi Choińskiemu, prof. Politechniki Śląskiej za poświęcony czas, cenne wskazówki oraz możliwość udziału w badaniach nad reaktorem sonochemicznym, a przede wszystkim za motywację do napisania tej pracy.

Dziękuję również poprzedniemu opiekunowi dr hab. inż. Stanisławowi Walusiowi, prof. Politechniki Śląskiej za wsparcie w pierwszej części pracy.

Szczególne podziękowania składam mojej rodzinie: Aleksandrze, Alicji i Filipowi za wiarę oraz za czas, który mogłem poświęcić na napisanie tej pracy.

Spis treści

Spis treści	5
Najważniejsze symbole i oznaczenia	9
Streszczenie	11
Summary	13
1 Wprowadzenie	15
1.1 Cel i zakres pracy	16
1.2 Analiza zagadnienia	16
1.3 Teza pracy	18
2 Porównanie znacznikowych metod pomiaru strumienia objętości	19
2.1 Definicja i rodzaje metod znacznikowych	19
2.2 Metoda czasu przejścia	20
2.3 Metoda rozcieńczania stałego strumienia wtrysku	24
2.4 Metoda rozcieńczania - integracyjna	26
2.5 Metody optyczne	28
2.6 Porównanie metod znacznikowych	29
3 Znacznikowa metoda czasu przejścia oraz jej modyfikacja	33
3.1 Parametry metody czasu przejścia	33
3.2 Dobór znacznika	35
3.3 Modyfikacja sposobu wyznaczania czasu przejścia	37
3.4 Współczynnik wzorcowania i profil prędkości strugi	40
3.5 Wyznaczanie powierzchni przepływowej	46
4 Stanowisko badawcze	49
4.1 Model kanału otwartego	49
4.2 Wzorcowy pomiar strumienia objętości	50
4.3 Układ do pomiaru stężenia znacznika	51
4.3.1 Koncepcja i projekt układu	51

4.3.2	Prototyp przetwornika konduktometrycznego i jego badania.....	54
4.3.3	Dwukanałowy przetwornik.....	58
4.3.4	Oprogramowanie	59
4.4	Stanowisko do pomiarów optycznych.....	61
5	Badania znacznikowej metody czasu przejścia.....	63
5.1	Wyznaczanie parametrów układu pomiarowego.....	63
5.1.1	Badania ze znacznikiem chemicznym	64
5.1.2	Badania ze znacznikiem barwnym	68
5.2	Wyznaczanie czasu przejścia.....	71
5.3	Wyznaczanie współczynnika wzorcowania	79
5.3.1	Badania ze znacznikiem chemicznym	80
5.3.2	Badania ze znacznikiem barwnym	83
5.4	Pomiar strumienia objętości metodą czasu przejścia.....	90
5.4.1	Pomiar oraz obliczenie wielkości mierzonej	90
5.4.2	Szacowanie niepewności pomiaru.....	94
6	Funkcja rozkładu czasu przebywania oraz jej zastosowanie.....	103
6.1	Momenty funkcji RTD	104
6.2	Funkcji RTD dla reaktorów idealnych.....	105
6.3	Modelowanie reaktorów nieidealnych.....	108
6.3.1	Nieidealny CSTR.....	108
6.3.2	Nieidealny PFR.....	109
6.3.3	Szeregowe połączenie reaktorów PFR/CSTR.....	110
6.3.4	Model TIS oraz n-CSTR.....	111
6.4	Zastosowanie RTD.....	114
7	Znacznikowe badania reaktora sonochemicznego	115
7.1	Problematyka sterowania reaktorem sonochemicznym.....	115
7.2	Stanowisko badawcze.....	116
7.3	Metodyka badań.....	117

7.4	Wyniki badań reaktora sonochemicznego.....	118
7.5	Wyniki badań płaszcza reaktora.....	125
8	Podsumowanie i wnioski.....	129
	Bibliografia	133
	Załącznik 4.1 – Wzorcowanie przepływomierzy wody.....	143
	Załącznik 4.2 – Badania przetwornika konduktometrycznego	151
	Załącznik 4.3 – Schemat przetwornika konduktometrycznego	159
	Załącznik 5.1 – Zestawienie wyników doświadczalnego wyznaczenia współczynnika wzorcowania	161
	Załącznik 5.2 – Wyznaczanie współczynnika wzorcowania k za pomocą znacznika barwnego – pełne wyniki badań	169
	Załącznik 5.3 – Szacowanie niepewności pomiaru – pełne obliczenia.....	177
	Z5.3.1. Oszacowanie niepewności pomiaru powierzchni przepływowej	177
	Z5.3.2. Oszacowanie niepewności pomiaru odległości między detektorami	178
	Z5.3.3. Oszacowanie niepewności pomiaru czasu przejścia	179
	Z5.3.4. Oszacowanie niepewności współczynnika wzorcowania k.....	179
	Z5.3.5. Niepewność złożona i jej budżet.....	187
	Z5.3.6. Niepewność rozszerzona oraz porównanie z wartością prawdziwą.....	188

Najważniejsze symbole i oznaczenia

A	amplituda
C	stężenie znacznika
C(t)	czasowy rozkład stężenia znacznika
CCD	(z ang. charge-coupled device) rodzaj czujnika, matrycy optycznej
CSTR	(z ang. continuous stirred tank reactor) reaktor przepływowy z doskonałym mieszaniem
E(t)	funkcja rozkładu czasu przebywania (RTD)
F	częstotliwość
F(t)	funkcja skumulowanego rozkładu czasu przebywania
h	wysokość piku
IR	(z ang. infrared radiation) promieniowanie podczerwone
k	współczynnik wzorcowania
L	odległość od miejsca wprowadzenia do miejsca detekcji znacznika lub odległość pomiędzy detektorami
l	długość przewodnika
LDA	(z ang. Laser Doppler Anemometry) laserowa anemometria dopplerowska
n	współczynnik kształtu reaktora
NaCl	chlorek sodu
PFR	(z ang. Plug-Flow Reactor) reaktor rurowy z przepływem tłokowym
PIV	(z ang. Particle Image Velocimetry) metoda pomiaru prędkości pola prędkości przepływu
PMG	(z ang. Polynomially Modified Gaussian) wielomianowa modyfikacja funkcji Gaussa
qv	wartość strumienia objętości
R	promień rurociągu lub koryta o przekroju okręжным
r	odległość danego punktu od środka kanału
R _s	Rezystancja sprzężenia zwrotnego wzmacniacza operacyjnego
RTD	(z ang. Resistance Time Distribution) rozkład czasu przebywania
S	pole przekroju strugi, pole powierzchni przepływowej
s	powierzchnia przekroju przewodnika
SKR	suma kwadratów różnicy
TIS	(z ang. Tank in Series) zbiorniki w szeregu

t_{in}	czas zatrzymania
t_0	opóźnienie transportowe w reaktorze
t_{max}	czas wystąpienia maksimum piku
U	napięcie (we – wejściowe do układu, wy – wyjściowe)
$u_C(x_i)$	niepewność złożona wielkości x_i
$u_A(x_i)$	standardowa niepewność typu A wielkości x_i
$u_B(x_i)$	standardowa niepewność typu B wielkości x_i
V	objętość reaktora
v	prędkość strugi, punktowa prędkość strugi
v_m	maksymalna prędkość strugi
v_s	prędkość średnia po przekroju strugi płynu w kanale otwartym (rurociągu)
w	szerokość piku
Z_c	impedancja czujnika konduktometrycznego
Z	odległość pierwszego punktu pomiarowego od miejsca iniekcji znacznika
Δt	czas od momentu wprowadzenia do momentu detekcji znacznika, lub czas pomiędzy detekcją sygnału w pierwszym i drugim detektorze
Θ	bezwymiarowa zmienna czasu
ρ	opór właściwy
u	strumień objętości przepływający przez reaktor
τ	czas zatrzymania, stała czasowa naczynia reakcyjnego

Streszczenie

Prace i badania opisane w przedmiotowej rozprawie doktorskiej można podzielić na dwie grupy: pierwszą związaną z zagadnieniem pomiaru strumienia objętości w kanale otwartym oraz drugą związaną z badaniami nad możliwością wykorzystania zarejestrowanych, czasowych przebiegów stężenia znacznika do celów określenia parametrów dynamicznych rozpatrywanych układów. Wspólną płaszczyzną obu zagadnień jest wykorzystanie chlorku sodu oraz analiza czasowych przebiegów jego stężenia w celu pozyskania informacji na temat obiektu, przez który przepływa badane medium.

Przyjęta przez autora teza rozprawy kierunkuje badania w niej zawarte na rozpoznanie możliwości poprawy właściwości metrologicznych znacznikowej metody czasu przejścia poprzez odpowiednią konstrukcję układu pomiarowego oraz zastosowanie odpowiednich metod analizy otrzymanych wyników pomiarów oraz weryfikacji możliwości określenia parametrów dynamicznych obiektu sterowania za pomocą metod znacznikowych.

W pierwszej części rozprawy zawarto dokładne studium znacznikowej metody czasu przejścia z wykorzystaniem znacznika w postaci chlorku sodu dla kanałów otwartych. Metoda ta, w literaturze opisywana głównie w kontekście pomiarów strumienia objętości w przewodach zamkniętych, została zastosowana przez autora do pomiaru strumienia objętości w kanałach otwartych. W trakcie przeprowadzonych prac starannie przeanalizowano wpływ wszystkich aspektów metody, w celu uzyskania jak najdokładniejszych wyników pomiarów. Ta część pracy kończy się weryfikacją postawionej tezy poprzez wykonanie pomiaru oraz oszacowanie jego niepewności. Ponadto, w ramach weryfikacji opracowanego przez autora algorytmu przetwarzania czasowych przebiegów stężenia, zastosowano go również do danych historycznych uzyskanych przez innych autorów. Wyniki pomiarów własnych jak i analiza danych historycznych zakończyły się zadowalającym rezultatem, tym samym potwierdzając przyjętą przez autora tezę pracy.

Druga część pracy została poświęcona zastosowaniu metod znacznikowych do analizy parametrów dynamicznych reaktora sonochemicznego. Autor pracy, dołączając do zespołu pracującego nad poznaniem właściwości oraz opracowaniem algorytmu sterowania reaktorem sonochemicznym, zastosował metody znacznikowe do określenia właściwości dynamicznych tego reaktora. Etap doświadczalno-badawczy tej części pracy polegał na zastosowaniu analizy rozkładu czasu przebywania do wyznaczenia parametrów mieszania dla reaktora sonochemicznego oraz porównanie uzyskanych wyników dla tego samego obiektu przy włączonej i wyłączonej sonifikacji. Przeprowadzone doświadczenia pozwoliły na określenie parametrów dynamicznych badanego reaktora, a także wykazały różnice zachowaniem reaktora

przy włączonej i wyłączonej sonifikacji. Przedstawiona metodyka znalazła zastosowanie w pracach zespołu, do którego autor dołączył, dotyczących sterowania procesami w badanym obiekcie. Uzyskane wyniki w postaci parametrów dynamicznych (stała czasowa oraz opóźnienie reaktora sonochemicznego) potwierdziły postawioną przez autora tezę, jakoby estymacja wartości parametrów kształtu funkcji rozkładu czasu przebywania znacznika umożliwia określenie opóźnienia oraz stałej czasowej badanego obiektu, także dla przypadku recyrkulacji wstecznej jaka wystąpiła w reaktorze sonochmicznym.

Summary

The works and research described in this doctoral dissertation can be divided into two groups: the first one related to the issue of the open channel flow measurement and the second one related to the research on the possibility of using recorded time courses of tracer concentration to determine dynamic parameters of the systems under consideration. The common plane of both issues is the use of sodium chloride and the analysis of the time courses of its concentration in order to obtain information on the object through which the examined medium flows.

The dissertation thesis adopted by the author directs the research contained therein to identify the possibility of improving the metrological properties of the tracer transit time flow measurement method through the appropriate design of the measuring system and the application of appropriate methods for the analysis of the measurement results and verifying the possibility of determining the dynamic parameters of the control object using tracer methods.

The first part of the thesis contains a detailed study of the tracer transit time flow measurement for open channels with the use of sodium chloride as a tracer. This method, mainly described in the literature in the context of flow measurements in closed ducts, was applied by the author to the flow measurement in open ducts. In the course of the work carried out, the influence of all aspects of the method was carefully analyzed in order to obtain the most accurate measurement results. This part of the work concludes with the verification of the thesis by performing the measurement and estimating its uncertainty. The algorithm developed by the author for processing concentration time courses was also applied to historical data obtained by other authors as part of the verification. The results of own measurements, as well as the analysis of historical data, have ended with a satisfactory result, thus confirming the thesis adopted by the author.

The second part of the work was focused to the application of tracer methods for analysis of dynamic parameters of a sonochemical reactor. The author joined a team working on the recognition of properties and development of a control algorithm for a sonochemical reactor and applied tracer methods to determine the dynamic properties of this reactor. The experimental and research stage of this part of the work consisted in the application of the analysis of the residence time distribution to determine the mixing parameters for the sonochemical reactor and the comparison of the results obtained for the same object with sonification on and off. The experiments conducted allowed determination of the dynamic parameters of the reactor under study, and also demonstrated differences in reactor behavior with sonication on and off. The presented methodology was applied in the works of the team the author joined. These works concerned the control of processes in the studied object. The

results obtained in the form of dynamic parameters (time constant and retardation of the sonochemical reactor) confirmed the thesis put forward by the author that estimation of the shape parameters of the tracer residence time distribution function would enable determination of the retardation and the time constant of the object under investigation, also for the case of back mixing which occurred in the sonochemical reactor.

1 Wprowadzenie

Pomiar strumienia objętości należy do jednego z najważniejszych i najczęściej wykonywanych pomiarów w przemyśle. Należy on również do jednego z najtrudniejszych zagadnień metrologicznych [Turkowski, 1987]. Jednocześnie obecny rozwój technologiczny i gospodarczy, w tym także zaawansowane układy sterowania wymagają, aby metoda pomiaru strumienia objętości była możliwie dokładna. Z uwagi na powyższe powstał szereg różnych rozwiązań metrologicznych zapewniających skuteczny i dokładny pomiar omawianej wielkości. Najczęściej zabudowa przepływomierza odpowiadającego warunkom danej aplikacji uwzględniana jest już na etapie projektu instalacji. Niemniej zdarzają się sytuacje np. pomiary weryfikacyjne, czy w celu identyfikacji parametrów obiektu na potrzeby sterowania, w których zachodzi konieczność wykonania pomiaru doraźnego bez znaczącej modyfikacji rozpatrywanej instalacji. W takich sytuacjach znajdują zastosowanie metody znacznikowe, które przy relatywnie niskich kosztach oraz przy braku konieczności znacznej ingerencji w obiekt, pozwalają na wykonanie pomiaru strumienia objętości. Metody znacznikowe mają także szerokie zastosowanie w inżynierii procesowej do oceny wydajności mieszania w reaktorach [Iller, 1992].

Z uwagi na często skomplikowaną metodologię przeprowadzenia eksperymentu pomiarowego oraz brak możliwości ciągłego wykonywania pomiaru, po metody znacznikowe sięga się w przypadku, gdy inne metody pomiaru strumienia objętości z różnych względów nie dają zadowalających rezultatów lub wręcz nie ma możliwości ich aplikacji. Szczególnym przypadkiem takiego pomiaru jest pomiar strumienia objętości w kanałach otwartych, gdzie ze względu na złożoność zagadnienia pomiarowego, w tym np. nieregularność przekroju pomiarowego i/lub niemożność zabudowania przepływomierza czy kanału pomiarowego stosuje się metody znacznikowe [Waluś, 2006].

Zagadnienie pomiaru strumienia objętości w kanałach otwartych jest w obszarze zainteresowań autora od początku jego pracy naukowej. Zagadnienie to w kontekście zastosowania przelewów mierniczych zostało szeroko opisane w dotychczasowych pracach autora [Błotnicki, 2008a; Błotnicki, 2008b; Błotnicki, 2009]. W pracy doktorskiej autor zdecydował się na rozpoznanie zagadnień związanych z wykorzystaniem metod znacznikowych do określenia wartości strumienia objętości w kanale otwartym. Rozważył on zastosowanie znacznika w postaci chlorku sodu jako powszechnie dostępnej substancji w znacznikowej metodzie czasu przejścia, zwanej też metodą zastrzyku. Badaniom poddano takie aspekty, jak określenie optymalnych parametrów stanowiska pomiarowego oraz przetwarzanie danych pomiarowych w celu poprawienia dokładności pomiaru. Ponadto w ramach prowadzonych prac wykonano prototyp szybkiego przetwornika konduktometrycznego, gdyż komercyjne rozwiązania cechowały się zbyt małą dynamiką, konieczną do rejestracji zmian stężenia znacznika w badanym przewodzie.

W trakcie prowadzonych prac w zakresie metod znacznikowych, autor rozpoznał również szersze możliwości ich zastosowania, tj. wykorzystanie do określenia modelu mieszania w oparciu o funkcje rozkładu czasu przebywania. Metodologia ta jest szeroko stosowana do określania parametrów reaktorów chemicznych [Fogler, 2005], [Iller, 1992]. Autor włączył się w prace prowadzone w Katedrze Automatyki i Robotyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach nad sterowaniem reaktorem sonochemicznym. Do jego zadań należało wyznaczenie modelu mieszania oraz określenie parametrów dynamicznych reaktora w oparciu o metody znacznikowe. Wielkości te w przypadku tak złożonego obiektu jakim jest reaktor sonochemiczny nie są stałe i zależą między innymi od mocy sonifikacji w reaktorze, co skutkuje trudnością w opracowaniu właściwego algorytmu sterowania takim obiektem.

1.1 Cel i zakres pracy

Metody znacznikowe znajdują bardzo szerokie zastosowanie w przemyśle, w tym jako metody pomiaru strumienia objętości, lecz także jako metody oceny mieszania w reaktorach chemicznych. Znacznikowa metoda czasu przejścia nie jest często stosowaną metodą pomiaru strumienia objętości, ale w niektórych przypadkach może znaleźć zastosowanie jako metoda doraźna. Z uwagi na konieczność dozowania do badanego medium substancji obcej (znacznika) metody te nie nadają się do ciągłego pomiaru, jednak mogą znaleźć zastosowanie w celu wykonania pomiarów weryfikujących [Andersson, 2004], a zarejestrowane przebiegi stężenia będą mogły być dalej wykorzystane do np. oceny jakości mieszania [Fogler, 2005].

Autor rozprawy postawił sobie za cel zbadanie zastosowania znacznikowych metod do pomiaru strumienia objętości, a także ich dalsze wykorzystanie w celu modelowania/identyfikacji parametrów obiektu pomiaru na potrzeby sterowania. Podjęto próbę zastosowania znacznikowej metody czasu przejścia do pomiaru strumienia objętości w kanale otwartym oraz optymalizacji jej parametrów w celu zwiększenia dokładności pomiaru. W dalszej części pracy rozpatrzono możliwość wykorzystania zarejestrowanych czasowych przebiegów stężenia znacznika do oceny jakości mieszania, a dalej określenia stosunku stałej czasowej do opóźnienia na potrzeby sterowania obiektem w postaci reaktora sonochemicznego.

1.2 Analiza zagadnienia

Przeprowadzone przez autora badania literaturowe, których wyniki zostały opisane w rozdziale 2 niniejszej pracy wykazały, że metody znacznikowe wykorzystywane do pomiaru strumienia objętości można podzielić na: metody rozcieńczania oraz metodę czasu przejścia. Pierwsza z wymienionych grup bazuje na bilansie stężenia znacznika i jej niewątpliwą zaletą jest brak konieczności uregulowania przewodności (uzyskanie stałego, znanego przekroju przepływowego), przez który przepływa mierzone medium. Stąd metody te znalazły szerokie zastosowanie

w hydrologicznych pomiarach w kanałach otwartych [Moore, 2003; Michalski, 2004]. Co więcej, metody te znalazły również zastosowanie do pomiaru prędkości przepływu wód podziemnych [Sreejani i Srinivasa, 2020; Yuping i inni, 2020] oraz stale są rozwijane [Richardson i inni, 2017; Sentlinger i inni, 2019]. Druga z wymienionych metod – czasu przejścia, z racji iż wymaga znajomości przekroju poprzecznego badanej strugi, znajduje zastosowanie do pomiarów w przewodach zamkniętych [Iler, 1992; Andersson, 2004], ale w szczególnych przypadkach może być ona zastosowania również do pomiarów w kanałach otwartych np. do pomiarów strumienia objętości w kopalniach [Oppelt, 2001]. Metoda ta była przedmiotem badań prowadzonych w Katedrze Pomiarów i Systemów Sterowania i na jej temat powstało wiele opracowań technicznych oraz prac dyplomowych [Waluś i Żelezik, 1994; Waluś, 2006; Woldon, 2006; Pyrz, 2008; Bogusz, 2010; Drozdowski, 2011]. W ww. pracach uwidocznił się problem zakłóceń w sygnałach wyjściowych z konduktometrów, będących detektorami znacznika. Zjawisko to bezpośrednio przekłada się na problemy z precyzyjnym określeniem czasu przejścia znacznika pomiędzy sekcjami pomiarowymi. Powyższe trudności skutkowały zwiększeniem niepewności pomiaru poprzez zwiększenie rozrzutu określanego czasu przejścia znacznika w kolejnych pomiarach. W rozpatrywanym przypadku ustandaryzowane metody [ISO2975/6] nie zawsze dawały oczekiwany rezultat, dlatego też w kolejnych opracowaniach [Pyrz, 2008; Woldon, 2006] pojawiały się próby zniwelowania wpływu zakłóceń z detektorów znacznika. W przytoczonych powyżej opracowaniach stosowano aproksymacje danych z konduktometrów do funkcji wielomianowej drugiego, trzeciego i czwartego stopnia oraz metodę filtracji wygładzania wielomianowego Savitzky'ego-Golay'a. Na podstawie analizy wyników zawartych w ww. pracach autor stwierdził, że istnieje możliwość poprawy uzyskiwanych wyników poprzez zastosowanie alternatywnego podejścia. Mianowicie, z uwagi na fakt, że czasowe przebiegi stężenia znacznika przypominają kształtem piki uzyskiwane w chromatografii, zaproponowano aby procedurę wyznaczania czasu przejścia znacznika rozpocząć od aproksymacji sygnałów z detektorów znacznika do modeli stosowanych w chromatografii. Aby określić wynik pomiaru przedmiotową metodą, poza wymienionym w nazwie czasem przejścia wymagane jest określenie pozostałych parametrów, takich jak: długość drogi mieszania znacznika, rozmieszczenie jego detektorów, a także współczynnik wzorcowania określający stosunek mierzonej prędkości w punkcie pomiarowym do średniej prędkości strugi. Zatem w celu zwiększenia dokładności badanej metody należy rozważyć ww. parametry oraz zbadać i ograniczyć ich wpływ na końcową niepewność pomiaru.

Prowadząc studium literatury w zakresie zastosowania metod znacznikowych autor zapoznał się z możliwościami, jakie oferuje analiza funkcji rozkładu czasu przebywania, którą można eksperymentalnie uzyskać przeprowadzając eksperyment pomiarowy bardzo zbliżony do tego, jaki wykonuje się w trakcie pomiaru strumienia objętości znacznikową metodą czasu przejścia.

Metodyka ta jest znana i powszechnie stosowana w inżynierii procesowej do oceny jakości mieszania w naczyniach reakcyjnych [Iller, 1992; Levenspiel, 1998, 2012; Fogler, 2005]. Korzystając z możliwości dołączenia do zespołu zajmującego się badaniem właściwości reaktorów sonochemicznych, autor bazując na zgromadzonej w tym zakresie wiedzy teoretycznej, opisanej w rozdziale 6 podjął próbę wyznaczenia parametrów dynamicznych tego reaktora. Przedstawiona w rozdziale 7.1 motywacja, która przyświecała podczas prowadzonych badań, jednoznacznie wskazuje na zalety tego typu reaktorów, a także pokazuje, jakie zagadnienia w tym zakresie pozostają do rozwiązania. Przyjęty przez zespół projektowy cel opracowania metody estymacji mocy ultradźwięków rozpraszanej do mieszaniny reaktantów na bieżąco (on-line) wymaga wyznaczenia parametrów reaktora oraz określenie jego modelu.

1.3 Teza pracy

Mając na uwadze przeprowadzone badania literaturowe w zakresie pomiaru strumienia objętości metodami znacznikowymi opisane w rozdziale 2, możliwości, które oferuje analiza rozkładu czasu przebywania opisane w rozdziale 6 oraz problematykę zagadnienia sterowaniem reaktorem sonochemicznym opisaną w rozdziale 7.1, a także opisaną w punkcie powyżej analizę tych zagadnień, jako cel niniejszej rozprawy doktorskiej autor postawił sobie udowodnienie następujących tez:

Synteza konstrukcji układu pomiarowego oraz metodyki pomiaru strumienia objętości z zastosowaniem znacznikowej metody czasu przejścia poprzez optymalizację parametrów metody i sposobu wyznaczania czasu przejścia chmury znacznika zapewni poprawę niepewności.

Estymowanie wartości parametru kształtu funkcji rozkładu czasu przebywania znacznika umożliwi określenie opóźnienia oraz stałej czasowej badanego obiektu także dla przypadku recyrkulacji wstecznej.

2 Porównanie znacznikowych metod pomiaru strumienia objętości

Zagadnienie pomiaru strumienia objętości od lat jest przedmiotem zainteresowania pracowników naukowych Wydziału Automatyki, Elektroniki i Informatyki wywodzących się z byłego Zakładu Systemów Pomiarowych. W tym zakresie, także z uwzględnieniem zagadnienia pomiarów z wykorzystaniem metod znacznikowych, opracowano wiele prac i publikacji naukowych, a wśród nich także dyplomowe prace magisterskie. Przy części z nich [Drozdowski, 2011; Pękała, 2011] autor pełnił funkcję konsultanta, będąc osobiście zaangażowanym w merytoryczny nadzór nad wykonywanymi w ich ramach zadaniami, z uwzględnieniem studium literaturowego.

W ramach niniejszego rozdziału dokonano podsumowania zgromadzonego w dotychczasowych opracowaniach pracowników Katedry Pomiarów i Systemów Sterowania materiału w zakresie znacznikowych metod pomiaru strumienia objętości, a także uzupełniono powyższe o wyniki własnego studium literatury w przedmiotowym zakresie. W trakcie własnych badań literatury autor uwzględnił najnowsze pozycje krajowe i zagraniczne.

2.1 Definicja i rodzaje metod znacznikowych

Drozdowski [Drozdowski, 2011] cytując normę [PN-EN 24006] określa metody znacznikowe jako metody wymagające „wtryskiwania i wykrywania znacznika (na przykład substancji chemicznej lub radioaktywnej) w przepływającym płynie. Mogą być one stosowane zarówno w przewodach zamkniętych jak i korytach otwartych, gdzie możliwe jest wprowadzenie roztworu znacznika.” Z kolei Woldon [Woldon, 2006], powołując się na wcześniejsze prace [Waluś i Źeleżnik, 1994; Iller 1992] definiuje metody znacznikowe jako metody polegające „na wprowadzeniu do mierzonego strumienia substancji o różniących się własnościach fizycznych i następnie w pewnej odległości od miejsca wprowadzenia dokonuje się detekcji stężenia, absorpcji, liczby cząstek promieniowania izotopowego lub na pomiarze parametrów przemieszczającego się obłoku wskaźnika.” Cechą wspólną powyższych definicji jest wprowadzenie obcej substancji do badanego medium oraz dalsza obserwacja jej zachowania w celu określenia wartości mierzonej - strumienia objętości badanego medium. Z tego też powodu podczas przeglądu literaturowego uwzględniono również metody optyczne wymagające wprowadzenia substancji obcej (np. posiewu) do badanego ciekłu.

W pracach [Woldon, 2006; Pyrz, 2008; Bogusz, 2010; Drozdowski, 2011] powołując się na [Iller, 1992; Iller i Thyn, 1994; Moore, 2003, 2004, 2005; Waluś i Źeleżnik, 1994; Waluś, 2006] wyszczególniono następujące metody znacznikowe: rozcieńczania wskaźnika (dilution methods) oraz czasu przejścia (transit time methods). Metodę rozcieńczania podzielono dalej różnicując sposób podania wskaźnika: metoda ciągłego podawania (constant-rate injection method)

i metoda impulsowego podawania zwana też metodą integracyjną (integration method). Należy przy tym zaznaczyć, iż metody te zostały omówione głównie w kontekście znacznika chemicznego oraz radioizotopowego. Woldon [Woldon, 2006] w swojej pracy, oprócz opisu ww. metod, przedstawił także podział metod ze względu na rodzaj zastosowanego znacznika wyszczególniając metody takie jak: optyczna, termiczna, chemiczna, radioizotopowa oraz kalorymetryczna.

Leibundgut [Leibundgut i inni, 2009] dokonując dogłębnego przeglądu technologii znacznikowych w badaniach hydrologicznych zaproponował podział metod znacznikowych ze względu na źródło pochodzenia znacznika. Wyszczególnił on metody z wykorzystaniem znacznika sztucznego, w tym: fluorescencyjnego, radioaktywnego czy znacznika w postaci soli oraz dryfujących cząstek, a także z wykorzystaniem znaczników środowiskowych w postaci np. stabilnych izotopów w wodzie czy wodach podziemnych. Jednakże grupa metod związanych ze znacznikami środowiskowymi nie wpisuje się w podaną we wstępie definicję metody znacznikowej określoną przez normę [PN-EN 24006].

2.2 Metoda czasu przejścia

Metoda czasu przejścia zwana również metodą zastrzyku może być stosowana zarówno do pomiaru strumienia objętości w przewodach zamkniętych jak i w kanałach otwartych [Woldon, 2006 za ILinskij, 1970; Oppelt, 2001]. Autor w swoich wcześniejszych pracach [Błotnicki i inni, 2010; Błotnicki i inni, 2013] metodę czasu przejścia opisuje jako opierającą się na pomiarze czasu przejścia znacznika między dwoma przekrojami poprzecznymi, na podstawie którego wylicza się prędkość strugi v , a dalej wartość strumienia objętości płynu q_v . Podkreślono tu jednocześnie, że prawidłowe wyznaczenie czasu przejścia jest jednym z podstawowych warunków otrzymania poprawnego wyniku pomiaru strumienia objętości. Czas ten oznaczany jest na podstawie zarejestrowanych czasowych przebiegów stężenia w punktach pomiarowych. Prędkość strugi wyznacza się ze wzoru (2.1):

$$v = \frac{L}{\Delta t}, \quad (2.1)$$

gdzie: L – odległość od miejsca wprowadzenia do miejsca detekcji znacznika lub odległość pomiędzy detektorami, Δt – czas od momentu wprowadzenia do momentu detekcji znacznika lub czas pomiędzy detekcją sygnału w pierwszym i drugim detektorze.

Znając czas przejścia Δt , strumień objętości oblicza się ze wzoru (2.2):

$$q_v = \frac{kLS}{\Delta t}, \quad (2.2)$$

gdzie: S – pole przekroju strugi, k – współczynnik zdefiniowany wzorem (2.3),

$$k = \frac{v_s}{v}, \quad (2.3)$$

gdzie: v_s – prędkość średnia po przekroju strugi płynu w kanale otwartym (rurociągu), v – punktowa prędkość strugi wody między detektorami ($L/\Delta t$).

Wartość strumienia objętości obliczonego za pomocą wzoru (2.2) zależy w dużym stopniu od poprawności wyznaczenia parametrów metody: współczynnika wzorcowania – k , czasu przejścia znacznika – Δt oraz pola przekroju powierzchni przepływowej – S . W ramach prowadzonych prac badawczych autor starał się dokładnie wyznaczyć wartość poszczególnych parametrów równania (2.2), aby jak najdokładniej wyliczyć wartość strumienia objętości na stanowisku badawczym.

W pracy dyplomowej Drozdowski [Drozdowski, 2011] dokonał podsumowania dotychczasowych badań oraz przeglądu literatury w zakresie metody czasu przejścia, odnosząc się do rozmieszczenia punktów pomiarowych względem miejsca wstrzyknięcia znacznika, długości drogi mieszania, sposobu określenia czasu przejścia znacznika, a także sposobów wyznaczania współczynnika wzorcowania k . Powołując się na normy [ISO 2975/1, ISO 2975/1] oraz [Iller, 1992; Waluś i Żelezik, 1994] Drozdowski ustalił, że odległości rozmieszczenia punktów pomiarowych względem siebie oraz względem miejsca iniekcji znacznika zależą między innymi od rodzaju zastosowanego znacznika oraz jego właściwości fizykochemicznych. Podkreśla on także, że długość do pierwszego punktu pomiarowego, zwana też długością drogi mieszania, jest krótsza niż w przypadku metod rozcieńczania. Podając różne źródła zestawia on dostępne w literaturze formuły na określenie tej wielkości: $Lm \geq 10D$ [Iller, 1992], $Lm \geq 5D$ [Waluś i Żelezik, 1994], a także z [ISO 2975/6]:

$$\frac{L}{D} = 4,25\rho(\rho + \sqrt{N}), \quad (2.4)$$

gdzie: N – stosunek odległości między miejscem wprowadzenia znacznika, a pierwszym detektorem do średnicy rurociągu D , ρ – stosunek czasów charakteryzujących sygnały odebrane z detektorów, definiowany wzorem (2.5):

$$\rho = \frac{2t_{sr}}{T_1 + T_2}, \quad (2.5)$$

gdzie: t_{sr} – średni czas przechodzenia impulsu znacznika między detektorami, T_1 , T_2 – czasy przechodzenia impulsów znacznika przez detektory 1 i 2 (odpowiadające przejściu 99,7% znacznika).

W dalszej części Drozdowski [Drozdowski, 2011] omawia także zagadnienia związane z maksymalną częstotliwością podawania znacznika oraz współczynnikiem wzorcowania k . Maksymalną częstotliwość podawania znacznika określono jako odwrotność czasu przejścia znacznika dla minimalnej prędkości strugi. Współczynnik k określa stosunek (wzór 2.3) prędkości średniej po przekroju strugi płynu do średniej prędkości strugi w punktach

pomiarowych. Na wielkość mierzoną, oprócz profilu rozkładu prędkości w kanale, będą miały wpływ [Drozdowski, 2011, za Waluś, 1994]: kształt/rozmiar zaburzenia („chmury” znacznika), długość drogi mieszania, początkowy kształt zaburzenia oraz sposób jego wprowadzenia, a także położenie detektorów znacznika i jego fizyczne właściwości. Autor niniejszej pracy przeprowadził w tym zakresie własne badania doświadczalne, które zostały udokumentowane w rozdziale 5.1.

Kolejnym z ważnych aspektów, na który należy zwrócić uwagę podczas przygotowania stanowiska pomiarowego, to sposób rozprzestrzeniania się chmury znacznika. O ile w płaszczyźnie prostopadłej do osi kanału zakres jest ograniczony przez ściany koryta oraz powierzchnie cieczy, to w płaszczyznach równoległych zazwyczaj nie ma ograniczeń i wraz z przemieszczaniem się chmury zwiększa ona swoją długość, jednocześnie zmniejszając stężenie znacznika. Znajomość tej wielkości jest przydatna do właściwego zaplanowania rozmieszczenia punktów pomiarowych. Drozdowski [Drozdowski, 2011] powołując się na pracę [Waluś i Żelezik, 1994; Kremlevskij, 1989] podaje zależność (2.6):

$$\frac{l_{ob}}{D} = 14,8 \sqrt{\frac{x}{D}} \sqrt{\frac{v_x}{v}}, \quad (2.6)$$

gdzie: x – długość drogi jaką przepływa obłok, v – prędkość przemieszczania się mierzonej substancji, v_x – prędkość zależna od współczynnika tarcia f określona wzorem (2.7):

$$v_x = v \sqrt{\frac{f}{8}}. \quad (2.7)$$

Po ustaleniu wszystkich parametrów metody wielkością mierzoną/wyznaczaną, która dalej jest przeliczana najpierw na prędkość strugi, a dalej na wartość strumienia objętości, jest czas przejścia znacznika pomiędzy przekrojami pomiarowymi. Z uwagi na fakt, iż sygnały z detektorów znacznika nie mają charakteru binarnego, a ich rozkład w dziedzinie czasu przypomina pik, opracowano wiele sposobów jego wyznaczania. Autorzy prac [Woldon, 2006; Pyrz, 2008; Bogusz, 2010; Drozdowski, 2011] jako podstawową metodologię wyznaczania czasu przejścia wskazują sposób oparty o różnicę pomiędzy czasami/punktami charakterystycznych na krzywych stężenia znacznika, który został opublikowany w serii norm ISO 2975. W standardzie tym podano cztery sposoby oznaczania czasów charakterystycznych na krzywych stężenia znacznika:

- a) środek ciężkości, gdzie czas charakterystyczny t_i określony wzorem:

$$t_i = \frac{\int_0^{\infty} c_i(t) \cdot t \, dt}{\int_0^{\infty} c_i(t) \, dt}, \quad (2.8)$$

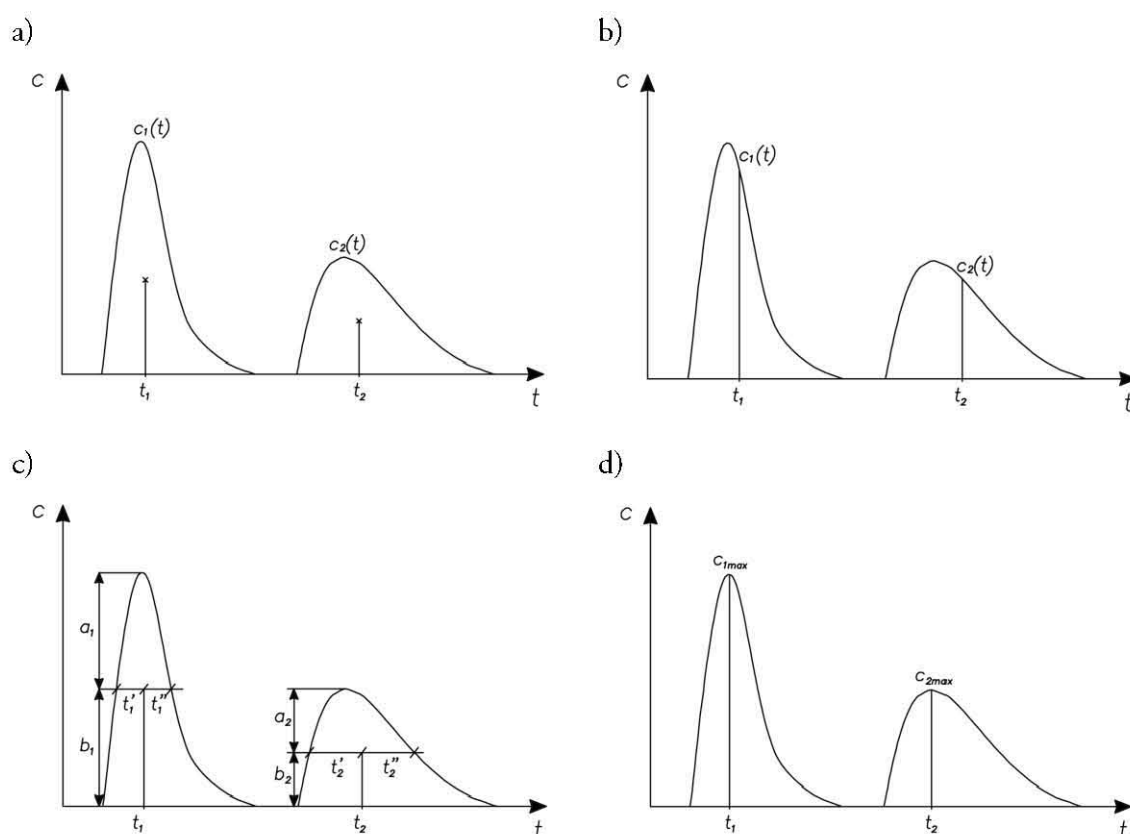
- b) połowa krzywej stężenia, gdzie czas charakterystyczny t_i określa się z zależności:

$$\frac{\int_0^{t_i} c_i(t) dt}{\int_0^{\infty} c_i(t) dt} = 0,5, \quad (2.9)$$

- c) połowa prostej równoległej do osi czasu, gdzie czas charakterystyczny t_i określa się jako środek odcinka równoległego do osi czasu t , zawierającego się w krzywej stężenia, na wysokości dzielącej maksymalne stężenie wg zależności $a=x(a+b)$, gdzie $\frac{1}{3} < x < \frac{2}{3}$,
d) czas odpowiadający maksimum stężenia.

Norma [ISO2975/6] wskazuje środek ciężkości oraz połowę krzywej stężenia jako teoretycznie najbardziej odpowiednie metody wyznaczania czasu przejścia znacznika.

Na poniższym rysunku (2.1) zobrazowano graficzne położenie czasów charakterystycznych t_i wyznaczonych wg powyższych metod.



Rys. 2.1. Graficzna ilustracja metod określania czasów charakterystycznych krzywych stężenia znacznika, a) środek ciężkości krzywej stężenia, b) połowa krzywej stężenia, c) połowa długości prostej równoległej do osi odciętych, d) maksimum stężenia znacznika [ISO 2975/6]

Modyfikację omawianej metody wykorzystano również w badaniach nad wykorzystaniem potrójnego znacznika (termicznego, chemicznego oraz barwnego) w pomiarach prędkości przepływu płytkich cieków [Abrantes i inni, 2018]. Do detekcji stężenia znacznika w postaci chlorku sodu wykorzystano jeden czujnik konduktometryczny, a czas przejścia wyznaczano jako

czas pomiędzy aplikacją znacznika, a jego dotarciem do punktu pomiarowego. Jako czas charakterystyczny przyjmowano środek ciężkości lub krawędź wiodącą chmury znacznika (początek piku). Podobne podejście zastosowano w przypadku znacznika barwnego rejestrowanego za pomocą kamery oraz znacznika termicznego rejestrowanego za pomocą kamery IR, gdzie czas przejścia był wyznaczany na podstawie analizy obrazów / obrazów IR wykonanych w znanych momentach czasu. Podobne podejście zastosował autor w swoich badaniach z wykorzystaniem znacznika barwnego, które szerzej opisał w rozdziałach 5.1.2 i 5.3.2 oraz publikacji [Błotnicki i Grychowski, 2014]. Inną modyfikację opisywanej metody podano w [Rossi, 1996], gdzie rolę detektorów pełnił układ optyczny wyposażony w dwa światłowody, a znacznikiem były pęcherzyki powietrza.

2.3 Metoda rozcieńczania stałego strumienia wtrysku

Drozdowski [Drozdowski, 2011], powołując się na Rózdzyńskiego [Rózdzyński, 1998] oraz normę [PN-EN 24006], metodę rozcieńczania ze stałym strumieniem iniekcji określa jako metodę polegającą na wprowadzeniu do badanego strumienia znacznika o znanym stężeniu ze znanym i stałym przepływem w danym przekroju poprzecznym, a następnie pomiarze stężenia znacznika w kolejnym(ch) przekroju(ach) po stronie odpływowej, gdzie występuje wysoki stopień wymieszania wskaźnika. Dalej, na podstawie bilansu stężenia wskaźnika (wzory 2.9 do 2.11), określa się wartość strumienia objętości na danym odcinku, przy czym odczytu stężenia wskaźnika należy dokonać w momencie nastania jego stanu ustalonego (tzw. *plato*).

$$q_0 C_0 + q_w C_w = (q_c + q_w) C, \quad (2.9)$$

gdzie: q_c – badany strumień objętości, q_w – strumień objętości dozowania znacznika, C_0 – stężenie znacznika w badanym cieku (tło), C_w – stężenie dozowanego znacznika, C – stężenie w punkcie pomiarowym.

Z powyższego bilansu wyznacza się zależność określającą wartość mierzonego strumienia objętości:

$$q_c = q_w \frac{C_w - C}{C - C_0}. \quad (2.10)$$

Przyjmując uproszczenia w postaci $C_0 = 0$ oraz $C \ll C_w$, wzór 2.10 przyjmuje postać:

$$q_c = q_w \frac{C_w}{C}, \quad (2.11)$$

Bogusz w swojej pracy [Bogusz, 2010], korzystając z liniowej zależności konduktywności cieczy od stężenia soli oraz wyżej podanych zależności, wyprowadził równanie opisujące badany strumień objętości w funkcji zmierzonej konduktywności wody w badanym cieku:

$$q_c = \frac{q_w}{j(\sigma_{ust} - \sigma_{tla})}, \quad (2.12)$$

gdzie: j – współczynnik nachylenia funkcji liniowej określającej zależność stężenia soli od przewodności wody, σ_{ust} – przewodność wody w stanie ustalonym, σ_{tla} – przewodność wody przed podaniem znacznika (konduktancja tła).

Jak wynika z wyżej wymienionych zależności oraz przywołanego powyżej opisu metody, wymaga ona znajomości oraz stałości strumienia objętości, z jaką podawany jest znacznik do badanego obiektu. Zależnie od warunków aplikacji danej metody, zapewnienie właściwych parametrów iniekcji znacznika może okazać się problematyczne. Bogusz w swej pracy dokonał przeglądu metod dozowania znacznika w literaturze, wyszczególniając takie sposoby jak: wykorzystanie układu dozującego z syfonem opisanego w [Johnstone, 1988], butelek Mariotte'a – proste urządzenie pozwalające na dozowanie substancji ze stałym przepływem czy pompy ze stałym wydatkiem, których przykładową aplikację opisano w [Elder i inni, 1991]. Informacje zgromadzone w powyższych opracowaniach potwierdzają, że właściwa iniekcja znacznika ma kluczowy wpływ na skuteczność opisywanej metody i może zostać ona zrealizowana na różne sposoby.

Dokładne studium metody stałego strumienia wtrysku z wykorzystaniem znacznika w postaci chlorku sodu przedstawiono w [Moore, 2004]. Autor wskazuje, że główne czynniki od których zależy dokładność pomiaru to: jednorodność oraz stałość parametrów podawanego znacznika, a także pełne wymieszanie znacznika z badanym strumieniem na drodze do punktu pomiarowego. Wskazuje on jeszcze inne źródła błędów, takie jak: niepewność pomiaru stężenia znacznika oraz zmienność poziomu „tła” znacznika w trakcie pomiaru. W publikacji podano, że pomiary z wykorzystaniem badanej metody wykonano dla stosunkowo niewielkich wartości strumienia objętości od 1 do 100 L/s, wskazując jednocześnie, że głównym ograniczeniem jest możliwość stałego podawania znacznika z odpowiednią szybkością (odpowiednio dużym strumieniem objętości). Jednocześnie wskazano, że ograniczenie to można obejść stosując bardziej wydajne metody podawania znacznika. Za przykład podano publikację [Johnstone, 1988], gdzie wykonano pomiary do 100 m³/s posiłkując się układem z syfonem.

Jak wskazano powyżej, w przedmiotowej metodzie można stosować znacznik chemiczny w postaci chlorku sodu, a także jak wynika z cytowanych wcześniej opracowań, stosuje się też inne, np.: znacznik fluorescencyjny czy radioizotopowy. Ponadto niewątpliwą zaletą tej metody jest niezależność pomiaru strumienia objętości od poprzecznego przekroju kanału, w którym jest medium transportowane. W związku z powyższym, metodą tą można z powodzeniem dokonywać pomiaru natężenia przepływu w kanałach, rurach i rurociągach o nieznanymi wymiarach.

2.4 Metoda rozcieńczania - integracyjna

Powołując się na zapisy normy [PN-EN 24006] oraz prace [Waluś, 2006; Woldon, 2006; Pyrz, 2008; Drozdowski, 2011] metodę integracyjną można zdefiniować jako „metoda pomiaru strumienia płynu, w której w krótkich przedziałach czasu jest wtryskiwana znana ilość znacznika w jednym przekroju poprzecznym przewodu, a jego rozcieńczenie jest mierzone w drugim przekroju poprzecznym, położonym dostatecznie daleko w kierunku odpływowym, tak aby powstał określony stopień rozcieńczania. Okres pomiarowy jest dostatecznie długi, aby umożliwić wszystkim znacznikom przejście przez pomiarowy przekrój poprzeczny, tak, że w czasie próbkowania możliwe jest określenie średniego stężenia znacznika”. Autorzy publikacji jw. podkreślają, że istotne jest, aby pomiaru stężenia dokonywać w takiej odległości, by zapewnić równomierne wymieszanie znacznika w całym przekroju przepływowym. Warto również zaznaczyć, iż podobnie jak w przypadku metody stałego strumienia wtrysku, nie ma konieczności określania przekroju poprzecznego przewodu, w którym dokonuje się pomiaru [Waluś, 2006].

Metoda sprowadza się do iniekcji ściśle określonej ilości znacznika o znanym stężeniu oraz rejestracji stężenia w funkcji czasu w odpowiednio oddalonym punkcie pomiarowym. Podobnie jak w przypadku metody czasu przejścia odpowiedź z czujnika ma charakter impulsowy (piku).

Zapisując równanie bilansu znacznika dla metody integracyjnej, otrzymuje się poniższą zależność:

$$q_v t_k c_0 + V_w c_w = \left(q_v + \frac{V_w}{t_k} \right) \int_0^{t_k} c(t) dt, \quad (2.13)$$

gdzie: q_v – badany strumień objętości, stężenie znacznika w badanym cieku (tło), $c(t)$ – stężenie znacznika w funkcji czasu w punkcie pomiarowym, V_w – objętość wstrzykniętej porcji znacznika, c_w – stężenie dozowanego znacznika, t_k – czas zapewniający pełne przejście znacznika przez przekrój pomiarowy.

Przekształcając powyższe równanie bilansu, można wyznaczyć zależność opisującą wartość strumienia objętości:

$$q_v = \frac{V_w c_w - \frac{V_w}{t_k} \int_0^{t_k} c(t) dt}{\int_0^{t_k} c(t) dt - t_k c_0}. \quad (2.14)$$

Wzorując się na opracowaniu [Moore, 2005], a także uwzględniając zależność konduktywności od stężenia chlorku sodu w wodzie, Bogusz [Bogusz, 2010] wyprowadził praktyczny wzór do wyznaczania strumienia objętości:

$$q_v = \frac{V}{j \Delta t \sum_n [\sigma(t) - \sigma_{tla}]} \quad (2.13)$$

gdzie: j – współczynnik nachylenia funkcji liniowej określającej zależność stężenia soli od przewodności wody, $\sigma(t)$ – przewodność mierzona w chwili t w punkcie pomiarowym, σ_{th} – przewodność wody przed podaniem znacznika (konduktancja tła), Δt – odstępy czasu pomiędzy kolejnymi pomiarami (okres próbkowania).

Jak podano w opracowaniach [Bogusz, 2010; Moore, 2005], dokładność opisywanej metody zależy w znaczącym zakresie od tego, jak duża zmiana przewodności została zarejestrowana w punkcie pomiarowym oraz od dokładności wykorzystanego czujnika konduktometrycznego. Z kolei zakres zmiany przewodności zależy od objętości wprowadzonego znacznika i jego stężenia, a także od tego w jakim stopniu doszło do wymieszania znacznika na drodze od jego iniekcji do punktu pomiarowego. W publikacji [Moore, 2005] przedstawiono zestawienie podanych przez różnych autorów objętości i stężeń (mas) soli wykorzystanych przez nich w trakcie badań przedmiotową metodą. Jak podaje autor tego opracowania [Moore, 2005], rozbieżność podanych wartości wynika przede wszystkim z różnic w ukształtowaniu badanych cieków oraz wartości strumienia objętości, które tam występowały.

Przy zachowaniu dużej staranności oraz dopracowaniu metody można uzyskać wyniki z niepewnością rzędu 5% [Day, 1976]. Jednakże, jak podają autorzy opracowań [Bogusz, 2010; Drozdowski, 2011; Waluś i Żelezik, 1994], niezbędne jest dokładne określenie: objętości wstrzykniętej porcji znacznika, stężenia wstrzykniętej porcji znacznika, pomiaru stężenia znacznika oraz zminimalizowanie błędów całkowania. Z drugiej strony Michalski [Michalski, 2004] podaje, że metoda integracyjna jest zazwyczaj mniej dokładna od metody rozcieńczania, wskazując mniejszą liczbę danych pomiarowych. Jednocześnie wskazuje on niepodważalne zalety tej metody, takie jak krótszy czas realizacji oraz mniejsze zużycie znacznika, a co za tym idzie również mniejsze zanieczyszczenie badanego strumienia.

Integracyjna metoda znacznikowa pomimo swojej prostoty wciąż jest wykorzystywana w przypadku, gdy inne bardziej rozbudowane metody pomiaru strumienia objętości, ze względu na warunki ich aplikacji, nie mogą zostać zastosowane. Przykładem może być pomiar prędkości przepływu wód podziemnych zrealizowany na terenie Uniwersytetu Andhra w Visakhapatnam (Indie) [Sreejani i Srinivasa, 2020], czy pomiaru strumienia objętości wypływających wód kopalnianych w rejonie Witwatersrand w Republice Południowej Afryki [Wolkersdorfer i von Hünefeld-Mugova, 2018], a także w zmodyfikowanej formie do pomiaru poziomego i pionowego przepływu wód gruntowych [Yuping i inni, 2020]. Co więcej pomimo tego, że metoda ta jest znana już przeszło 57 lat [Østrem, 1964] podlega ona modyfikacjom [Richardson i inni, 2017], a nawet próbom zautomatyzowania [Sentlinger i inni, 2019].

2.5 Metody optyczne

Z uwagi na dynamiczny rozwój tej dziedziny metrologii hydrologicznej oraz mnogość opracowań w tym zakresie, w niniejszej części pracy zawarto tylko krótki opis danych metod oraz przykładowe ich aplikacje, w celu wykazania zasady działania w odniesieniu do klasycznych metod znacznikowych, opisanych we wcześniejszych punktach.

Pękała [Pękała, 2011] i Szczudło [Szczudło, 2012] powołując się na monografię Michalskiego [Michalski, 2004], opisują grupę optycznych metod pomiaru strumienia objętości jako metody wykorzystujące związki pomiędzy strumieniem, a zjawiskami absorpcji, rozpraszania i odbijania naturalnego lub sztucznego strumienia światła, które występują w mierzonym strumieniu wody. Cechą wspólną przedmiotowej grupy jest wprowadzenie lub występowanie w badanym cieku tzw. posiewu, czyli cząstek odpowiedzialnych za ww. zjawiska falowe, które są przedmiotem obserwacji w trakcie pomiaru. Idea tej grupy metod zakłada, że prędkość z jaką poruszają się cząstki posiewu jest równa prędkości badanego medium w danym przekroju pomiarowym. Jak wskazano w powyższych publikacjach, generalnie metody optyczne można podzielić na: metody bazujące na śledzeniu ruchu cząstek stałych i zawiesin w badanym strumieniu oraz na metody anemometrii laserowej. Najpowszechniej stosowaną metodą z grupy pierwszej jest metoda PIV – Particle Image Velocimetry, podczas gdy za najczęściej stosowaną metodę w drugiej grupie uznaje się metodę LDA – Laser Doppler Anemometry.

Jak wskazuje Michalski [Michalski, 2004], metoda PIV wymaga wprowadzenia do strumienia zawiesiny rozpraszającej światło lasera, która nim naświetlona umożliwia rejestrację ruchu jej cząstek, a dalej wyznaczenie prędkości punktowej przepływu. Ruch cząstek wprowadzonego posiewu obserwowany jest zazwyczaj za pomocą kamery CCD w postaci smug na obrazie. Długość tych smug jest proporcjonalna do prędkości przemieszczania się cząstek.

Druga z wymienionych powyżej metod LDA, jak podaje Michalski [Michalski, 2004], wykorzystuje właściwości falowe przepuszczanego przez badany strumień światła lasera. Częstotliwość wiązki światła padającej na poruszającą się drobinę ulega zmianie (efekt Dopplera). Ze względu na wysokie częstotliwości fal świetlnych, w tym wypadku wykorzystywane jest zjawisko interferencji fal, tzn. w wyniku interferowania strumienia światła wysyłanego i odbitego od cząstki znajdującej się w badanym medium, powstaje fala zdudniona o znacznie mniejszej częstotliwości, która jest zależna od prędkości oddalającej się cząstki. Dokładny opis powyższych metod zawarto w opracowaniu [Michalski, 2004].

Postęp technologiczny, który odbył się na przełomie ostatniego dziesięciolecia oraz dostępność urządzeń do rejestracji obrazów wysokiej rozdzielczości przyczyniły się do spopularyzowania i rozwoju metod optycznych. Opracowane aplikacje z wykorzystaniem tych metod stają się coraz

bardziej doskonałe oraz znajdują nowe zastosowania. Przykładowo metodę PIV wykorzystano do analizy przepływów wtórnych w kanałach otwartych [Bai i inni, 2019] oraz do analizy turbulencji powstałych podczas przepływu badanego medium przez urządzenia filtrujące [Yao i inni, 2021], a nawet wpływu zmian natężenia przepływu na żywe organizmy [Bin Asad i inni, 2019]. Oprócz wielu zastosowań prowadzone są również prace nad modyfikacjami tej metody, choćby zmianie sposobu obliczania prędkości ruchu cząstek [Rząsa i inni, 2017]. Podobnie jak w przypadku metody PIV, metoda LDA również znajduje szereg nowych zastosowań oraz modyfikacji, w tym nawet w badaniu przepływów wokół prętów reaktora nuklearnego [Bertocchi i inni, 2018].

2.6 Porównanie metod znacznikowych

Naturalnym porównaniem metod znacznikowych jest porównanie ich przez pryzmat ich właściwości metrologicznych, w tym zakresu pomiarowego oraz niepewności pomiaru. Są to tzw. pierwszorzędne właściwości metrologiczne. Kolejnym aspektem porównania mogą być inne cechy tych metod takie jak: rodzaj mierzonego medium, oddziaływanie na przedmiot badania oraz koszt pomiaru.

Rozpatrując zakres pomiarowy należy wskazać, że ze względu na swoją specyfikę metody znacznikowe mogą być stosowane w bardzo szerokim zakresie mierzonych wartości strumienia objętości. Głównym czynnikiem mającym wpływ na zakres pomiarowy, a jednocześnie jego ograniczeniem jest ilość oraz jakość substancji mającej być wykorzystanej jako znacznik. Na podstawie przywołanych w niniejszym rozdziale publikacji oraz informacji w nich zawartych należy sądzić, że metodą o najszerszym zakresie będzie metoda integracyjna z uwagi na fakt, iż wymaga ona jednorazowej aplikacji porcji znacznika, podczas gdy metoda stałego strumienia wtrysku wymaga ciągłego jego podawania. Odnosząc się do metody czasu przejścia, która podobnie jak metoda integracyjna wymaga jednorazowego podania porcji znacznika, należy podkreślić, iż wymaga ona uregulowanego kształtu koryta o znanym profilu prędkości strugi i w takim wypadku pod względem zakresu może być porównywalna z metodą integracyjną. Powołując się na zestawienie ilości znacznika w postaci chlorku sodu w odniesieniu do mierzonego strumienia objętości, zaprezentowane w [Moore, 2005], można wskazać, że metody te mają zastosowanie dla cieków o strumieniu objętości do 100 m³/s.

Z kolei odnosząc się do możliwości metody stałego strumienia wtrysku należy przytoczyć wyniki uzyskiwane w publikacji [Moore, 2003], gdzie autor osiągał wyniki w granicach 1 do 100 l/s. Z drugiej strony należy się również odnieść do wyników zaprezentowanych w [Johnstone, 1988], gdzie autor dokonywał pomiarów z wynikami bliskimi wartości 100 m³/s, przy czym mając na

uwadze skomplikowany układ podawania znacznika wartości te są wartościami granicznymi metody.

Z opracowań [Michalski 2004; Moore, 2003, 2005; Sentlinger i inni 2019] wynika, że niepewność obu wersji metody rozcieńczenia jest podobna i przy optymalnych warunkach może być na poziomie 5% wartości względnej. Zautomatyzowanie metody integracyjnej pogorszyło jej parametry i w najlepszym wypadku uzyskano wyniki z niepewnością względną mniejszą niż 7% [Sentlinger i inni, 2019]. Przedstawione poziomy niepewności są bliskie wynikom uzyskanym przez autora pracy dla metody czasu przejścia. Niemniej jednak należy mieć na uwadze fakt, że wyniki te zostały uzyskane w warunkach laboratoryjnych i w przypadku aplikacji terenowej pomiar będą uzyskane z większą niepewnością.

Określenie parametrów metrologicznych metod optycznych ze względu na poziom ich skomplikowania jest trudne do realizacji i zależy od takich czynników jak: właściwości zastosowanego posiewu, długości fali świetlnej (w przypadku LDA) oraz rodzaju oświetlenia (w przypadku PIV), właściwości układu optycznego oraz właściwości detektora światła i układów rejestracji obrazu. Przytoczone w niniejszym rozdziale publikacje [Bai i inni, 2019; Bertocchi i inni, 2018; Rząsa i inni, 2017] opisywały prace wykonywane w warunkach laboratoryjnych i w związku z tym wartości strumienia objętości nie były znaczące, tzn. do 7 L/s. Co więcej należy zaznaczyć, że niepewność była szacowana w odniesieniu nie do całkowitego strumienia objętości, a do wyznaczonej prędkości strugi i jest szacowana na poziomie 2,5% w odniesieniu do prędkości średniej [Rząsa i inni 2017; Yao i inni, 2021]. Należy przy tym zaznaczyć, że metody optyczne dają znacznie więcej danych o badanym obiekcie aniżeli wartość przepływu, w tym rozkład prędkości w mierzonym profilu.

Porównując metody znacznikowe pod względem możliwości ich aplikacji oraz rodzaju mierzonego medium należy wskazać, że wszystkie klasyczne metody mogą być stosowane do pomiaru strumienia objętości zarówno cieczy i gazów. Kluczowym aspektem w tej kwestii będzie dobór znacznika tak, by posiadał on odpowiednie właściwości fizykochemiczne, tzn. aby był jak najbardziej zbliżony do badanego medium. Zwracając uwagę na ograniczenia w zakresie stosowania tych metod poza zakresem należy wskazać, że metoda czasu przejścia, w przeciwieństwie do metod rozcieńczania, wymaga uregulowanego, znanego kształtu koryta. Ponadto żadna z powyższych metod nie wymaga ingerencji w strukturę badanego kanału, za wyjątkiem umieszczenia detektorów znacznika w wyznaczonych jego przekrojach. Koszt metody znacznikowej będzie przede wszystkim zależał od wybranego znacznika oraz jego detektorów. Przy wyborze opisanego w niniejszej pracy znacznika w postaci chlorku sodu koszty metody są bardzo niskie. W świetle powyższych właściwości klasycznych metod znacznikowych, metody optyczne prezentują się zdecydowanie odmiennie. Zabudowa specjalistycznej aparatury

optyczno-pomiarowej oraz źródła światła sprawia, że metody te nie tylko wymagają dość znacznych modyfikacji kanału pomiarowego, ale także wymagają zaangażowania kosztownej aparatury pomiarowej. Pewne ograniczenia dotyczą również badanej substancji oraz dodawanego do niej posiewu. Podsumowując, na dużym stopniu ogólności można stwierdzić, że klasyczne metody znacznikowe są metodami o małym poziomie skomplikowania oraz nie wymagają znacznych nakładów finansowych, w przeciwieństwie do metod optycznych, które z kolei są bardziej kosztowne oraz wymagają większej ingerencji w badany obiekt, ale dostarczają więcej informacji, w tym o profilu prędkości oraz cechują się większą dokładnością.

3 Znacznikowa metoda czasu przejścia oraz jej modyfikacja

Przeprowadzony przegląd literatury pozwala twierdzić, że metoda czasu przejścia jest najmniej popularną spośród metod znacznikowych, zwłaszcza w zastosowaniu do kanałów otwartych, gdzie jej aplikacja wymaga uregulowanego i znanego kształtu koryta pomiarowego, podczas gdy pozostałe dwie metody znacznikowe – rozcieńczania wskaźnika tego nie wymagają. Niemniej jednak, pozostałe jej zalety takiej jak prostota, czy brak konieczności ingerencji w koryto pomiarowe (poza instalacją detektorów znacznika) sprawiają, że znajduje ona zastosowanie zwłaszcza w pracach laboratoryjnych, jak np. przy pomiarach z wykorzystaniem potrójnego znacznika [Abrantes i inni, 2018], czy w trudnych warunkach terenowych, np. W kopalniach [Oppelt, 2001].

Metoda ta jako jedna z wielu metod pomiaru strumienia objętości była przedmiotem badań w Zakładzie Systemów Pomiarowych, obecnie Katedra Pomiarów i Systemów Sterowania wydziału Automatyki, Elektroniki i Informatyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach. W związku z prowadzonymi badaniami powstało wiele opracowań na jej temat, w tym opracowania własne autora [Błotnicki i inni, 2010a; Błotnicki i inni, 2013] oraz prace dyplomowe [Woldon, 2006; Pyrz, 2008; Bogusz, 2010; Drozdowski, 2011].

Podstawy teoretyczne znacznikowej metody czasu przejścia zostały opisane w rozdziale 2.2. Wskazano tam również parametry metody takie jak: rozmieszczenie punktów pomiarowych względem miejsca wstrzyknięcia znacznika z uwzględnieniem długości drogi mieszania oraz poszczególne kroki obliczenia wartości mierzzonej, w tym sposoby wyznaczania czasu przejścia znacznika oraz współczynnika wzorcowania k .

3.1 Parametry metody czasu przejścia

Dokładnie analizując metodologię pomiaru z wykorzystaniem metody czasu przejścia należy dojść do wniosku, że na wynik pomiaru będzie miało wpływ wiele czynników, takich jak:

- wypełnienie kanału,
- stężenia i ilość wstrzykiwanego znacznika,
- sposób podania znacznika,
- rozmieszczenie punktów pomiarowych,
- rodzaj wykorzystanego znacznika oraz jego detektor.

Wypełnienie, inaczej poziom wody w sekcji pomiarowej, najczęściej jest niezależny od personelu dokonującego pomiar, lecz jego znajomość jest niezbędna do wyliczenia końcowej wartości strumienia objętości. Pozostałe aspekty to parametry metody, które powinny zostać właściwie dobrane, aby uzyskać wynik pomiaru z możliwie małą niepewnością.

Ilość oraz stężenie podawanego znacznika będą przede wszystkim zależeć od sposobu jego podania oraz możliwości technicznych układu dozującego. Niemniej jednak, należy tak wybrać sposób podawania, aby parametry podawanego znacznika były adekwatne do warunków w miejscu wykonywania znacznika z uwzględnieniem stężenia substancji znacznika w badanym cieku. Zbyt małe stężenie znacznika może spowodować, że umiejscowione w pewnej odległości od punktu podania detektory znacznika go nie zarejestrują lub zarejestrowany sygnał będzie niewystarczający do obliczenia czasu przejścia. Podobnie zbyt mała ilość znacznika będzie skutkować tym, że pomimo wysokiego stężenia dojdzie do jego istotnego wymieszania z badanym medium, co będzie skutkowało problemami jak w poprzednim przypadku. Z kolei zbyt duża ilość znacznika da efekt w postaci zniekształcenia sygnałów z detektorów (efekt nasycenia „plato”), co utrudni lub uniemożliwi wyznaczenie czasu przejścia. Powyższe zagadnienia związane są z właściwym rozmieszczeniem detektorów znacznika wzdłuż sekcji pomiarowej, a to z kolei jest ściśle powiązane z długością drogi mieszania znacznika.

W metodzie czasu przejścia długość drogi mieszania znacznika nie jest aż tak istotna, jak w przypadku metod rozcieńczania, gdzie wartość strumienia objętości wyznaczana jest na podstawie bilansów stężenia, niemniej jednak jak wskazano w akapicie powyżej, również ma wpływ na wynik pomiaru. Powyższe rozważania są zbieżne z wytycznymi dla przewodów zamkniętych, gdzie norma [ISO 2975/1] wskazuje, że długość drogi mieszania w przypadku metody czasu przejścia, nie musi być tak długa jak w przypadku metody rozcieńczania oraz podaje, że jej długość można uznać za wystarczającą, gdy stężenia znacznika w różnych punktach przekroju poprzecznego będą się od siebie różniły o wcześniej założoną małą wartość np. 5%. Kolejna część ww. normy [ISO 2975/6] oraz publikacje przywołane w pkt 2.2 [Iller, 1992; Waluś, 1994] wskazują konkretne formuły, podane w ww. rozdziale, na wyznaczenie minimalnej długości drogi mieszania, jednakże autor opracowania przeprowadził własne badania w tym zakresie, których wyniki opisano w rozdziale 5.1.

W przypadku zastosowania znacznika w postaci chlorku sodu wykrywanego przez czujniki konduktometryczne należy zadbać również o to, by odległość pomiędzy punktami pomiarowymi była tak dobrana, aby chmura znacznika nie obejmowała obu detektorów w jednym czasie, gdyż może to wpłynąć na wzajemne zakłócanie się konduktometrów [ISO 2975/6]. Gdy stosowany jest znacznik innego rodzaju lub gdy stosuje się wielokanałową akwizycję sygnałów z detektorów znacznika, taka sytuacja jest akceptowalna.

Ostatnim, a zarazem bardzo istotnym parametrem przedmiotowej metody jest rodzaj zastosowanego znacznika oraz sposób jego detekcji w badanej strudze.

3.2 Dobór znacznika

W swoich pracach Bogusz [Bogusz, 2010] i Drozdowski [Drozdowski, 2011] dokonali przeglądu wykorzystywanych znaczników, analizy ich właściwości oraz sposobów detekcji. Powołując się na normę [ISO 772] określono następującą definicję znacznika/wskaźnika: "Jon, związek lub cząstka promieniotwórcza wprowadzona do systemu przepływu w celu śledzenia zachowania pewnych składników tego systemu". Dalej, powołując się na opracowanie [Iller, 1992] wyszczególniono cztery cechy wymagane od substancji, która miałaby zostać wykorzystana w roli wskaźnika:

- posiadanie właściwości fizykochemicznych bardzo zbliżonych do badanej substancji (jeśli to osiągalne - identycznych),
- wysoka oznaczalność - brak konieczności dodawania dużej ilości substancji do badanego medium, co mogłoby zakłócić jego mierzone cechy,
- proporcjonalność stężenia do mierzonego sygnału,
- odporność na działania zjawisk adsorpcji i desorpcji, które mogłyby wpłynąć na ilość substancji w badanym układzie względem jej podanej porcji.

Z powyższego wynika, że znacznik powinien zachowywać się identycznie jak badana substancja oraz jednocześnie posiadać co najmniej jedną cechę odróżniającą go od niej, przy czym cechy te powinny być stabilne co najmniej przez czas przeprowadzania eksperymentu pomiarowego.

Dodatkowo Drozdowski [Drozdowski, 2011] wskazał, że norma [ISO 2975/1] w przypadku wykorzystywania danej substancji do badania przepływu wody narzuca następujące wymagania:

- dobra mieszalność z wodą,
- wprowadzenie substancji nie powinno wprowadzać istotnych zmian w przepływie,
- wykrywalność w stężeniach niższych, aniżeli stężenie mogące mieć negatywne skutki dla badanego obiektu np.: toksyczność, korozja itp.,
- niski koszt,
- niskie stężenie substancji znaczącej w badanym strumieniu.

Porównując wymienione powyżej oczekiwane właściwości dla substancji wykorzystywanej do określenia strumienia objętości wody stwierdza się, że są zbieżne z właściwościami ogólnymi wskazanymi we wcześniejszym akapicie.

Substancje znacznikowe można podzielić ze względu na ich właściwości oraz źródło pochodzenia. Bogusz [Bogusz, 2010] zaproponował podział substancji znacznikowych ze względu na sposób ich detekcji, wyszczególniając następujące metody: chemiczna, termiczna, optyczna oraz radioznicznikowa.

W przypadku metody chemicznej najczęściej stosuje się substancje zmieniające przewodność elektryczną medium np. chlorek sodu (NaCl) lub nadmanganian potasu (KMnO₄), które są powszechnie dostępne oraz łatwo się rozpuszczają w wodzie. Zaletą tego rozwiązania jest niska szkodowość substancji znacznikowej oraz stosunkowo prosta metoda ich detekcji. Pomiaru zmiany przewodności, konduktancji dokonuje się za pomocą konduktometru. Są to powszechnie dostępne urządzenia nie wymagające dużych nakładów finansowych. Miernik konduktometryczny współpracuje z czujnikiem – celką konduktometryczną, w której znajdują się elektrody pomiarowe, przez które płynie prąd zmienny o wysokiej częstotliwości. Konduktancja celki pomiarowej jest zależna od przewodności, roztworu który się w niej znajduje. Zaletą stosowania konduktometru jako detektora znacznika jest fakt, iż w niewielkim zakresie stężeń zależność konduktowości od stężenia roztworu znacznika jest liniowa. Przewodność elektryczna właściwa zależna jest od temperatury, dlatego większość komercyjnych rozwiązań posiada układy kompensujące wpływ temperatury. Nie jest to jednak problemem w metodzie czasu przejścia, gdyż sygnał z detektorów znacznika wykorzystuje się do wyznaczenia czasu przejścia znacznika, a nie jak w przypadku metod rozcieńczania jego stężenia. Natomiast pewnym ograniczeniem w przypadku gotowych rozwiązań jest częstotliwość próbkowania urządzenia. Z uwagi na konieczność wyznaczenia zależności czasowej, oczekiwana byłaby stosunkowo wysoka częstość rejestrowania pomiarów stężenia znacznika, a w komercyjnych rozwiązaniach zazwyczaj spotyka się częstotliwości nie wyższe niż 1 Hz. Wartość ta w przypadku układów o dużej dynamice (wysokich wartościach natężenia przepływu lub kanałach małej powierzchni przepływowej) może okazać się niewystarczająca. Z tego też powodu autor opracował własną konstrukcję przetwornika konduktometrycznego umożliwiającego rejestrację przewodności z częstotliwością do 100 Hz. Opis i badania przetwornika zawarto w rozdziale 4.3.

Drugą grupą substancji znaczących, wskazaną przez Bogusza [Bogusz, 2010], są znaczniki optyczne. Należy przy tym zaznaczyć, iż jest to inna metoda aniżeli opisane w rozdziale 2.5, gdyż polega ona na wykrywaniu znacznika barwnego za pomocą urządzeń fotoelektrycznych, a nie na rejestracji ruchu cząstek jak to ma miejsce w metodzie PIV. Jako znacznik wykorzystuje się substancje barwiące np. rodaminę lub fluoresceinę, które są widoczne nawet przy dużym rozcieńczeniu. Do detekcji znaczników barwnych wykorzystuje się np. kolorymetr.

Metodą termiczną określa się metodę, gdzie detekcji dokonuje się poprzez pomiar temperatury badanego medium. Rolę znacznika może pełnić badane medium podgrzane/schłodzone do temperatury innej niż w badanym przewodzie. Znacznik może zostać podany z zewnątrz tak jak w przypadku innych metod znacznikowych lub też może zostać wykonane zaburzenie termiczne przez umieszczony w badanym kanale grzejnik. Detekcji zaburzenia dokonuje się czujnikiem temperatury lub kamerą termowizyjną.

Ostatnią grupę metod znacznikowych, najbardziej zaawansowaną technicznie, stanowią metody radioznacznikowe wykorzystujące jako znacznik izotopy promieniotwórcze. Znaczniki promieniotwórcze wykorzystywane w badaniach można podzielić na dwie grupy. Pierwszą, gdzie jako znacznik wykorzystuje się tę samą substancję, ale o różnym składzie izotopowym, np. do wody podaje się jako znacznik wodę trytową ($^3\text{H}_2\text{O}$). W drugim wypadku znacznikiem są inne od medium radioaktywne substancje charakteryzujące się zbliżonymi właściwościami fizykochemicznymi. Istnieje kilka sposobów uzyskiwania radioznaczników. Najpopularniejszym i najtańszym jest aktywacja neutronowa polegająca na napromieniowaniu strumieniem elektronów próbki danej substancji. Dokładny opis tej reakcji oraz innych sposobów pozyskiwania znaczników izotopowych jest opisany w [Iler1994]. W swojej pracy Bogusz [Bogusz, 2010] przedstawił zestawienie najczęściej stosowanych radioznaczników porównując ich okres połowicznego zaniku, użyteczne promieniowanie, postać chemiczną oraz medium do jakiego mają zastosowanie. W zdecydowanej większości znaczniki te mają zastosowanie do roztworów wodnych lub do gazów. Jako detektor znaczników izotopowych wykorzystuje się liczniki Geigera-Mullera oraz liczniki scyntylacyjne. Oba typy mierników mogą być przystosowane do detekcji promieniowania α , β i γ . Metody radioznacznikowe posiadają wiele zalet takich jak: identyczne właściwości fizyko-chemiczne z badanym medium, łatwość detekcji oraz duża oznaczalność. Niemniej jednak wymagają one zastosowania kosztownych substancji oraz skomplikowanego wyposażenia, a także zaangażowania wykwalifikowanego personelu.

Rozważając opisane w niniejszym punkcie aspekty, w tym w szczególności właściwości i możliwości technicznego stanowiska pomiarowego będącego do dyspozycji autora, zdecydowano się na badania z wykorzystaniem chlorku sodu oraz jego detektora w postaci konduktometru. Wodny roztwór chlorku sodu ma właściwości zbliżone do czystej wody oraz jest powszechnie dostępny. Ponadto do dyspozycji autora był konduktometr z zestawem dwóch typów czujników pomiarowych (celek konduktometrycznych). W dalszej części pracy autor wykorzystał również znacznik barwny, między innymi w celu określenia długości drogi mieszania. Jako detektor znacznika barwnego wykorzystano aparat fotograficzny. Szczegółowy opis stanowiska laboratoryjnego został podany w rozdziale 4.4.

3.3 Modyfikacja sposobu wyznaczania czasu przejścia

Znormalizowany [ISO2975/6] sposób wyznaczania czasu przejścia w badanej metodzie opisano w rozdziale 2.2.. Uwzględnia on wyznaczenie czasów charakterystycznych czterema metodami: maksimum piku, środka ciężkości, połowy odcinka równoległego oraz połowy krzywej stężenia. Z badań własnych autora oraz pomiarów wykonanych w ramach prac [Pyrz, 2008] i [Woldon, 2006] wynika, że powyższe metody w przypadku znacznych zakłóceń sygnałów pochodzących z detektorów znacznika nie zawsze dają satysfakcjonujące wyniki. W powyżej wskazanych

pracach [Pyrz, 2008; Woldon, 2006] zaproponowano dwa różne podejścia poprawienia jakości sygnałów z detektorów. Woldon zaproponował aproksymację otrzymanych wyników do funkcji wielomianowej drugiego, trzeciego oraz czwartego stopnia, z kolei Pyrz stosuje metodę filtracji wygładzania wielomianowego Savitzky'ego-Golay'a. Oba rozwiązania posiadają pewne wady. Przebieg czasowy stężenia znacznika przechodzącego przez przekrój pomiarowy ma charakter impulsowy, kształtem przypomina pik. Z uwagi na ten fakt, trudno jest do takich danych dopasować wielomian aproksymujący. Błędy powstałe w wyniku aproksymacji do źle dobranej funkcji będą przekładały się na błąd czasu przejścia, a co zatem idzie błąd pomiaru strumienia objętości. Filtracja metodą Savitzky'ego-Golay'a wygładza przebieg, jednakże jednocześnie zmienia jego kształt, przez co wpływa na wielkości charakterystyczne piku takie jak np. czas maksimum.

W ramach prowadzonych prac nad metodą czasu przejścia, autor zaproponował rozwiązanie w postaci aproksymacji otrzymanych z konduktometrów przebiegów do modeli pików stosowanych w pomiarach chromatograficznych. Stosowane tam modele dobrze oddają jednostkową istotę zaburzenia oraz uwzględniają jego zmienność w odniesieniu do punktu pomiarowego – zjawisko rozcieńczania. Ponadto sygnały pochodzące z detektorów są asymetryczne, a jak podaje Ilewicz w swoim opracowaniu [Ilewicz, 2004] estymacja sygnałów chromatograficznych jest skomplikowana ze względu na szeroki zakres asymetrii, jaki mogą przyjmować piki chromatograficzne. Autor zaproponował następujące modele:

a) Funkcja Gaussa opisana wzorem

$$f(x) = h \cdot e^{\frac{-\log 256 \cdot (x-t_{max})^2}{2w^2}}, \quad (3.1)$$

gdzie: h – wysokość piku, t_{max} – czas maksimum piku, w – szerokość w połowie wysokości piku.

b) Wielomianowa modyfikacja funkcji Gaussa (stopnia 1-go) opisana wzorem

$$f(x) = h \cdot e^{\frac{-\log 256 \cdot (x-t_{max})^2}{2(w_1x+w_2)^2}}, \quad (3.2)$$

gdzie: h – wysokość piku, t_{max} – czas maksimum piku, w_1, w_2 – parametry opisujące szerokość piku.

c) Złożenie dwóch pików Gaussa opisane wzorem

$$f(x) = \begin{cases} h \cdot e^{\frac{-\log 256 \cdot (x-t_{max})^2}{2w_1^2}}, & x \leq t \\ h \cdot e^{\frac{-\log 256 \cdot (x-t_{max})^2}{2w_2^2}}, & x > t \end{cases}, \quad (3.3)$$

gdzie: h – wysokość piku, t_{max} – czas maksimum piku, w_1, w_2 – parametry opisujące szerokość piku.

Pierwszy z zaproponowanych modeli - funkcja Gaussa pomimo, iż nie jest ona asymetryczna oraz nie opisuje właściwie procesów zachodzących w kolumnie chromatografu, to jest to jeden

z najbardziej znanych modeli w chromatografii [Ilewicz, 2004]. Z tego też względu autor postanowił go uwzględnić w swoich rozważaniach. Kolejne dwa modele są pochodną funkcji Gaussa uwzględniającą asymetrię pików. Model będący złożeniem dwóch funkcji Gaussa, zwany również modelem bi-gaussowskim, ze względu na swoją prostotę jest często stosowany w praktyce, niemniej jednak wskazuje się, że trudno podać uzasadnienie teoretyczne skokowej zmiany wartości odchylenia standardowego [Ilewicz, 2004]. Ostatni z zaproponowanych przez autora modeli, to kolejna funkcja będąca modyfikacją modelu Gausowskiego ze zmiennym odchyleniem standardowym. Funkcja ta określana jest skrótem PMG (Polynomially Modified Gaussian) i umożliwi dopasowanie do różnych kształtów pików [Ilewicz, 2004].

Z uwagi na obiecujące wyniki, autor w swoich badaniach ograniczył się do wyżej wymienionych modeli, niemniej jednak również czynnie uczestniczył i pomagał w nadzorowaniu badań Drozdowskiego [Drozdowski, 2011], który oprócz wyżej wymienionych, przeanalizował w ramach swojej pracy możliwość wykorzystania następujących modeli:

a) Funkcja Lorentza opisana wzorem

$$f(x) = \frac{h}{1 + \left(2 \frac{x - t_{max}}{w}\right)^2}, \quad (3.4)$$

gdzie: h – wysokość pików, t_{max} – czas maksimum pików, w – szerokość w połowie wysokości pików.

b) Funkcja Studenta opisana wzorem

$$f(x) = \frac{h}{\left[1 + 1,657 \frac{(x - t_{max})^2}{w^2}\right]^2}, \quad (3.5)$$

gdzie: h – wysokość pików, t_{max} – czas maksimum pików, w – szerokość w połowie wysokości pików.

c) Wielomianowa modyfikacja funkcji Gaussa (stopnia 2-go) opisana wzorem

$$f(x) = h e^{\frac{-\ln 256 (x - t_{max})^2}{2(w_1 + r_1 x + r_2 x^2)^2}}, \quad (3.6)$$

gdzie: h – wysokość pików, t_{max} – czas maksimum pików, w_1 – szerokość w połowie wysokości, r_1, r_2 – współczynniki rozciągnięcia (r_1 podawane jako parametr startowy przyjmuje wartość 1).

d) Funkcja Poissona opisana wzorem

$$f(x) = h e^{-k(x - t_{max})} \left[1 + \frac{k}{n}(x - t_{max})\right]^n, \quad (3.7)$$

$$n = \left[\frac{A}{\ln\left(\frac{w_2}{w_1}\right)}\right]^2, \quad (3.8) \quad k = 2,24 \frac{\sqrt{n}}{w_1 + w_2}, \quad (3.9)$$

gdzie: h – wysokość pików, t_{max} – czas maksimum pików, k , n – parametry modelu Poissona, w_1 – szerokość w połowie wysokości liczona od początku pików do maksimum, w_2 – szerokość pików w połowie wysokości liczona od maksimum do końca pików. A – współczynnik zależny od współczynnika asymetrii w_2/w_1 , autor w przypadku pików chromatograficznych zaleca $A = 0,778$.

e) Funkcja w postaci wielomianu 4-go.

Wszystkie z wyżej wymienionych, za wyjątkiem wielomianu, są funkcjami stosowanymi w technikach chromatograficznych. Funkcje Lorentza, Studenta i Poissona są modelami symetrycznymi, podczas gdy PMG stopnia II-go, podobnie jak I-go stopnia jest funkcją asymetryczną, z tego też powodu będzie lepiej dopasowywać się do danych uzyskanych z detektora znacznika.

Autor niniejszej rozprawy do oceny zaproponowanych modeli wykorzystał trzy kryteria oceny dopasowania danych do zaproponowanych modeli: porównanie sum kwadratów różnic modelu i danych; analizę sygnału będącego różnicą danych pomiarowych oraz modelu, a także wpływ na powtarzalność wyników badań poprzez analizę odchylenia standardowego uzyskiwanych czasów przejścia. Natomiast Drozdowski [Drozdowski, 2011] w swoim opracowaniu podczas oceny wytypowanych modeli pików skupił się na aspekcie praktycznym tj. analizie otrzymanych danych pod kątem ich wpływu na niepewność końcową wyniku pomiaru. Do porównania uwzględnił wielkość odchylenia standardowego uzyskanych czasów przejścia oraz porównanie wartości przepływów otrzymanych metodą czasu przejścia znacznika i za pomocą przepływomierza elektromagnetycznego. Dodatkowo, podobnie jak autor, Drozdowski do oceny dopasowania modeli wykorzystał porównanie sum kwadratów różnic modelu i danych. Wynik analiz porównawczych zaproponowanych modeli wykonanych zarówno przez autora pracy jak podsumowanie prac Drozdowskiego przedstawiono w rozdziale 5.2, opisującym część doświadczalną przedmiotowej pracy.

3.4 Współczynnik wzorcowania i profil prędkości strugi

Jednym z kluczowych aspektów wykonywania pomiaru strumienia objętości metodą czasu przejścia jest określenie rozkładu prędkości strugi w kanale oraz wyznaczenie współczynnika wzorcowania. Współczynnik ten określa stosunek mierzonej prędkości w punkcie pomiarowym do średniej prędkości strugi, co przekłada się bezpośrednio na obliczoną na podstawie wzoru 2.2, wartość strumienia objętości. Wartość współczynnika wzorcowania może zostać wyznaczona na dwa sposoby: teoretyczny oraz doświadczalny.

Teoretyczne wyznaczenie współczynnika wzorcowania wymaga przyjęcia modelu rozkładu prędkości w rozważanym kanale, który z kolei jest ściśle powiązany z jego kształtem. W pracy [Drozdowski, 2011], prowadzonej między innymi pod nadzorem autora, przeprowadzono teoretyczne rozważania dla kanału o prostokątnym przekroju poprzecznym kanału o wysokości

H i szerokości $2B$. Dla tak zdefiniowanego koryta Drozdowski zaproponował dwa profile w płaszczyźnie poziomej:

- opisany wzorem Prandtla [Waluś i inni, 2008]:

$$v(b, h) = v_m(h) \left[1 - \frac{2b}{B(h)} \right]^{\frac{1}{n}}, \quad (3.10)$$

gdzie: $v_m(h)$ – prędkość maksymalna na głębokości h , $B(h)$ – szerokość kanału na głębokości h , $1/n$ – wykładnik we wzorze Prandtla,

- opisany wzorem podanym przez Walusia [Waluś i inni, 2008]:

$$v = v_m(h)(1 - \mathbf{H}) + v_m(h) \left[1 - \frac{2[b - b_0(h)]}{B(h) - 2b_0(h)} \right]^{\frac{1}{n}}, \quad (3.11)$$

gdzie: $v_m(h)$ – prędkość maksymalna na danej głębokości h , b – odległość bieżąca od płaszczyzny prostopadłej do poziomu cieczy i przechodzącej przez oś koryta, $B(h)$ – szerokość koryta, h – bieżąca głębokość, $b_0(h)$ - odległość od osi kanału, dla której prędkość można uznać za stałą i wynoszącą $v_m(h)$, $\mathbf{H} = H[b - b_0(h)]$ – funkcja jednostkowa.

oraz dwa profile w płaszczyźnie pionowej

- opisany wzorem Hagena [Waluś, 2003]:

$$v_m(h) = v_d + (v_m - v_d) \sqrt{1 - \frac{h}{H}}, \quad (3.12)$$

- opisany równaniem elipsy:

$$v_m(h) = v_d + a \sqrt{1 - \frac{h^2}{b^2}}, \quad (3.13)$$

gdzie: v_d – prędkość cieczy przy dnie koryta, v_m – maksymalna wartość prędkości, a , b – półosie elipsy, $b = H$, $v_d + a = v_m$.

W obliczeniach rozważono następujące kombinacje:

- profil określony wzorami Prandtla i Hagena,
- profil określony wzorami Walusia i Hagena,
- profil określony wzorem Prandtla i równaniem elipsy,
- profil określony wzorem Walusia i równaniem elipsy.

Dla założonych wartości parametrów powyższych kombinacji modeli oraz różnego ulokowania punktów pomiarowych wyznaczono teoretyczne wartości współczynnika wzorcowania. Dla osiowego umiejscowienia detektora znacznika, tzn. w środku kanału na połowie wysokości

uzyskano wartości współczynnika w zakresie od 0,79 do 0,98. Dla pozostałych przypadków wartość ta wahała się w granicach od 0,56 do 1,07.

Rozważania Drozdowskiego przeprowadzone na podstawie przytoczonych modeli rozkładu prędkości dla kanału o przekroju prostokątnym doprowadziły do następującego wniosku, że umiejscowienie detektora w kanale ma istotny wpływ na wartość współczynnika wzorcowania k , a przez to na końcowy wynik pomiaru strumienia objętości metodą czasu przejścia. Jak podaje autor opracowania [Drozdowski, 2011] wszystkie z modeli uwzględnionych w obliczeniach wskazywały na zmianę stosunku prędkości średniej do prędkości punktowej, w zależności od głębokości na jakiej znajdował się punkt pomiarowy, osiągając maksimum, równe w przybliżeniu 1, dla połowy wysokości koryta. Z przytoczonych wyników obliczeń można wnioskować, że prędkość lokalna w połowie maksymalnej wysokości równa jest w przybliżeniu prędkości średniej po przekroju strugi. Z drugiej strony współczynnik wzorcowania osiągał minimum wynoszące około 0,5 dla pomiarów wykonywanych na powierzchni cieczy. Drozdowski konkluduje, że zgadza się to z założeniami teoretycznymi, według których prędkość strugi na powierzchni odpowiada wartości maksymalnej w rozkładzie prędkości. Dalej wskazuje on, że optymalną wysokością na jakiej powinien znajdować się czujnik jest połowa głębokości w sekcji pomiarowej, argumentując to faktem, że czas przejścia znacznika wyznaczany na podstawie zaleceń zawartych w serii norm ISO2975 pozwala na obliczenie wartości estymatora prędkości średniej. Wskazuje również, że pomiar należy najlepiej wykonywać możliwie w osi koryta lub rurociągu czyli w połowie szerokości, co wynika z kształtu poziomego profilu prędkości, dla którego największe prawdopodobieństwo stałej wartości prędkości występuje właśnie w połowie szerokości przekroju.

Mając na uwadze fakt, że na stanowisku pomiarowym opisanym w rozdziale 4 zainstalowany jest kanał o przekroju kołowym, autor pracy skupił się na modelach rozkładu prędkości, które mogły by mieć zastosowanie do takiego kanału. W swoim podręczniku do hydromechaniki Trokoleński [Trokoleński, 1967] pisze, że rozkład prędkości w przekrojach poziomych kanału otwartego jest podobny do rozkładu prędkości w przewodach zamkniętych. Mając na uwadze powyższe, a także fakt, iż podczas wykonywania pomiarów na stanowisku dążono do zapełnienia koryta w połowie, podczas analizy teoretycznej wykorzystano modele przywołane przez Kriesera, który w swej rozprawie doktorskiej [Krieser, 2010] przeanalizował między innymi następujące modele matematyczne:

- teoretyczny wzór opisujący rozkład prędkości dla przepływu laminarnego:

$$v(r) = v_m \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right], \quad (3.14)$$

gdzie: v_m – prędkość maksymalna, R – promień rurociągu, koryta o przekroju okrężnym, r – odległość danego punktu od środka kanału,

- wzór uniwersalny:

$$v(r) = v_m \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^m \right], \quad (3.15)$$

gdzie: m – współczynnik potęgowy zależny od rodzaju przepływu,

- wzór potęgowy trójskładnikowy:

$$v(r) = v_m \left[1 - b \left(\frac{r}{R} \right)^2 - (1 - b) \left(\frac{r}{R} \right)^m \right], \quad (3.16)$$

gdzie: b , m – parametry, które wyznacza się dla konkretnego profilu prędkości,

- wzór potęgowy Prandtla:

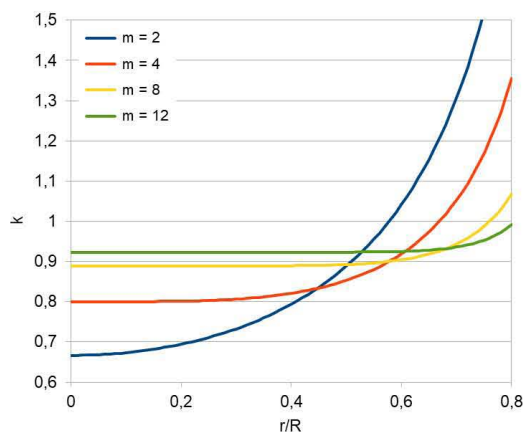
$$v(r) = v_m \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1}{n}} \right), \quad (3.17)$$

gdzie: $1/n$ – wykładnik potęgowy zależny od liczby Reynoldsa i chropowatości rurociągu.

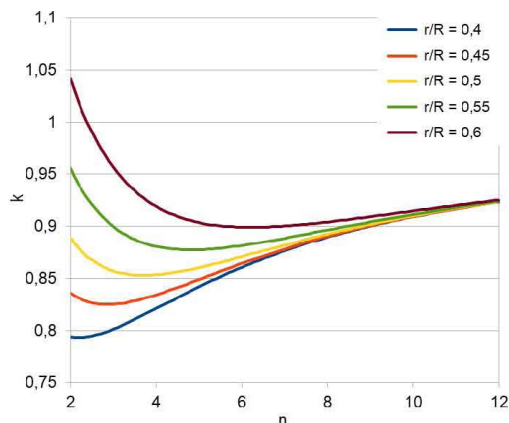
Aby móc skorzystać z przedstawionych powyżej modeli rozkładu prędkości przyjęto założenie, że kanał jest wypełniony do połowy, przez to rozkład profilu prędkości jest symetryczny osiowo (wokół środka okręgu, którego połowę stanowi obwód zwilżony), a także, że czujnik umiejscowiony jest w osi kanału (środku okręgu, jw.) oraz może być przesuwany na różną głębokość wzdłuż promienia półokręgu wyznaczonego przez ściany kanału.

Ze względu na fakt, iż wzór 3.14 ma zastosowanie tylko dla przepływu laminarnego zrezygnowano z jego wykorzystania w dalszych rozwiązaniach.

Zgodnie z informacjami zawartymi w opracowaniu [Krieser, 2010] wzór uniwersalny (3.15) dla $m = 2$ opisuje przepływ laminarny, natomiast gdy m wynosi kilkanaście, ma on zastosowanie dla przepływu turbulentnego, a gdy wartość m dąży do nieskończoności, to opisuje przepływ tłokowy o prostokątnym rozkładzie prędkości. Dla modelu określonego wzorem uniwersalnym wykreślono charakterystyki zależności współczynnika wzorcowania w funkcji umiejscowienia czujnika pomiarowego oraz w funkcji parametru m , przyjmując jego wartości w zakresie 2 do 12. Charakterystyki przedstawiono na rysunkach 3.1 i 3.2.



Rys. 3.1. Wzór uniwersalny - zależność współczynnika k od lokalizacji punktu pomiarowego (r/R)

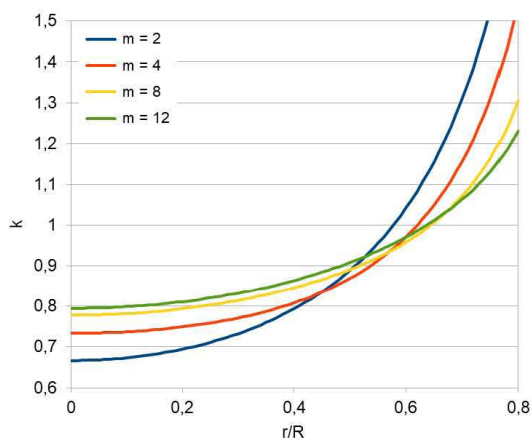


Rys. 3.2. Wzór uniwersalny - zależność współczynnika k od parametru m

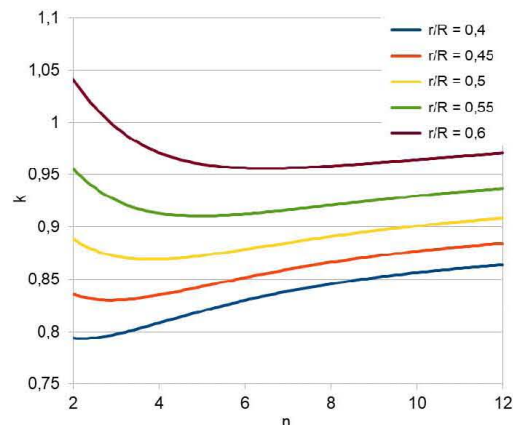
Na podstawie powyższych charakterystyk można wnioskować, że najlepszą lokalizacją punktu pomiarowego, przy założeniu rozkładu prędkości zgodnego z wzorem uniwersalnym jest około połowa głębokości ($r/R = 0,5$). Przy takim położeniu detektora jest najmniejszy rozrzut współczynnika wzorcowania i zawiera się on w przedziale $0,85 - 0,92$.

Kolejnym rozważanym modelem rozkładu prędkości jest model opisany wzorem trójskładnikowym (wzór 3.16). Model ten jest niejako rozszerzeniem wzoru uniwersalnego (wzór 3.15) o składnik właściwy dla przepływu laminarnego, który wprowadzany jest z wagą b . Dla wartości $b = 0$ otrzymuje się wzór (3.15), natomiast dla $b = 1$ wzór (3.14). Jak powiedziano na wstępie, model dla przepływu laminarnego (wzór 3.14) odrzucono, a kolejny model oparty na wzorze uniwersalnym (wzór 3.15) opisano powyżej, zdecydowano się na przyjęcie modelu pośredniego z parametrem b równym $0,5$. Dla tak sparametryzowanego modelu wykreślono charakterystyki jak dla wzoru uniwersalnego, które przedstawiono na rysunkach 3.3 i 3.4 poniżej.

Podobnie jak dla wzoru uniwersalnego i w tym przypadku najmniejszą zmienność współczynnika wzorcowania k zaobserwowano dla położenia detektora w połowie głębokości, która mieściła się w zakresie $0,86 - 0,91$. Natomiast model trójskładnikowy wykazał dużo większą wrażliwość na zmianę położenia detektora aniżeli model uniwersalny, co ma związek z wprowadzeniem składnika właściwego dla przepływu laminarnego.

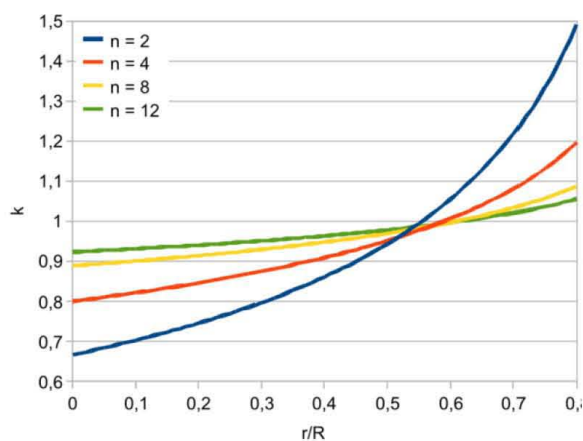


Rys. 3.3. Wzór trójściadnikowy - zależność współczynnika k od lokalizacji punktu pomiarowego (r/R)

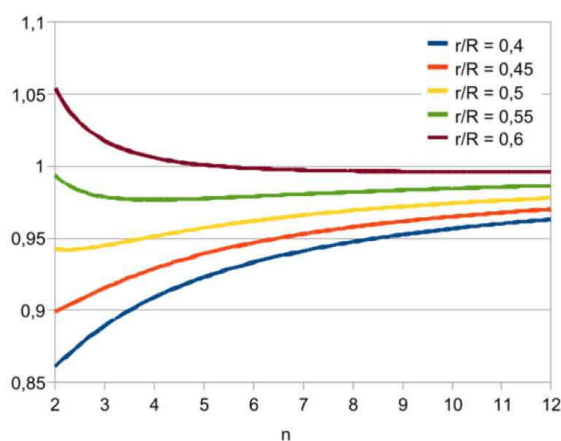


Rys. 3.4. Wzór trójściadnikowy - zależność współczynnika k od parametru m

Ostatnim z analizowanych modeli był model Prandtla, który jest jednym z częściej spotykanych w literaturze wzorem. We wzorze tym parametr wpływający na kształt profilu prędkości został umiejscowiony w mianowniku wykładnika potęgi i jest on zależny od charakteru przepływu. Z przeglądu literatury wykonanego w ramach pracy [Krieser, 2010] wynika, że w różnych opracowaniach podaje się, że odwrotność wykładnika potęgowego wzoru Prandtla może przyjmować wartości od 5,66 do 11,96, w zależności od liczby Reynoldsa charakteryzującej dany strumień. Do rozważań teoretycznych przyjęto szerszy zakres tego parametru od 2 do 12. Podobnie jak dla poprzednich, dla modelu określonego wzorem Prandtla wykreślono charakterystyki zależności współczynnika wzorcowania w funkcji umiejscowienia czujnika pomiarowego oraz w funkcji odwrotności wykładnika potęgowego (parametru n). Charakterystyki przedstawiono na rysunkach 3.5 i 3.6.



Rys. 3.5. Zależność współczynnika k od lokalizacji punktu pomiarowego (r/R)



Rys. 3.6. Zależność współczynnika k od odwrotności wykładnika n

Również w tym przypadku stwierdzono, że najkorzystniejsze jest umiejscowienie detektora w połowie wypełnienia kanału, gdzie współczynnik wzorcowania zawiera się w przedziale 0,95 – 0,98, co więcej wykreślone charakterystyki pokazują, że w tej lokalizacji współczynnik wykazuje najmniejszą zmienność w odniesieniu do zmian charakteru przepływu.

Przeprowadzone przez autora rozważania teoretyczne dla koryta o przekroju kołowym, dotyczące umiejscowienia detektora w kanale pomiarowym, dały zbliżone rezultaty jakie uzyskał [Drozdowski, 2011] dla kanału o prostokątnym przekroju. Wynika z nich, że optymalnym miejscem na instalację detektora jest środek kanału w połowie wysokości jego wypełnienia. Uzyskano również podobne wartości współczynnika wzorcowania, które zestawiono w poniższej tabeli.

Tabela 3.1 Porównanie wartości współczynnika wzorcowania dla czujnika umiejscowionego pośrodku kanału, zanurzonego na wysokość połowy głębokości ($r/R = 0,5$)

Wartość współ. wzorcowania k	Wzór			Dla kanału o przekroju prostokątnym*
	Wzór uniwersalny	trójskładnikowy	Wzór Prandtla	
Minimalna	0,85	0,86	0,95	0,79
Maksymalna	0,92	0,91	0,98	0,98

* wyniki uzyskane przez [Drozdowskiego, 2011]

Przeprowadzone rozważania teoretyczne pokazały, że dla ww. lokalizacji czujnika pomiarowego, niezależnie od przyjętego teoretycznego profilu prędkości, wartość współczynnika wzorcowania jest do siebie zbliżona. Co więcej, przy umiejscowieniu czujnika w teoretycznie najbardziej optymalnym miejscu (w osi kanału, w połowie wypełnienia kanału), wartości współczynnika k uzyskane dla koryta o przekroju okręgu były zbliżone do wartości współczynnika wyliczonego dla kanału o przekroju prostokątnym.

Niezależnie od wyliczeń teoretycznych autor wyznaczył wartość współczynnika doświadczalnie. Procedurę wyznaczania oraz wyniki przedstawiono w opisie części doświadczalnej pracy, tj. W rozdziale 5.3.

3.5 Wyznaczanie powierzchni przepływowej

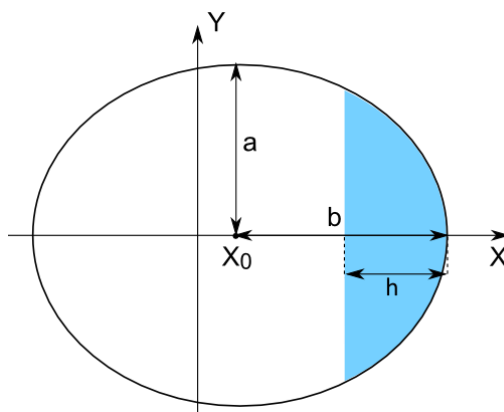
Kolejnym parametrem, niezbędnym do obliczenia wartości strumienia objętości metodą czasu przejścia, jest wartość pola poprzecznego strugi S – powierzchnię ograniczoną przez ściany koryta oraz lustro wody. O ile w przypadku kanałów o przekroju prostokątnym pole powierzchni przepływowej wyznacza się z prostej zależności: iloczynu szerokości kanału oraz poziomu wody w punkcie pomiarowym, to w przypadku rynny zainstalowanej na stanowisku powstaje problem wynikający z faktu, że rynna ma kształt zbliżony do półokręgu (rys. 3.7). W dotychczasowych opracowaniach [Woldon, 2006 i Pyrz, 2008] kształt koryta przybliżano równaniem okręgu.

Natomiast autor zaproponował przybliżenie kształtu również równaniem elipsy. Zatem w celu możliwie dokładnego oszacowania wartości powierzchni przepływowej dokonano pomiarów cięciw w różnych miejscach rynny, a następnie estymowano parametry do dwóch wyżej wymienionych modeli: kołowego, dla którego pole powierzchni przepływowej opisano wzorem (3.18) oraz eliptycznego opisanego wzorem (3.19).

$$S = 2 \int_{r+x_0-h}^{r+x_0} \sqrt{r^2 - (x - x_0)^2} dx, \quad (3.18)$$

$$S = 2 \int_{b+x_0-h}^{b+x_0} \sqrt{b^2 \left(1 - \frac{(x - x_0)^2}{a^2}\right)} dx. \quad (3.19)$$

Opis oraz znaczenie parametrów powyższych równań zilustrowano na rysunku 3.7.



Rys. 3.7. Eliptyczny model przekroju kanału przepływowego wypełniony do poziomu h ; w przypadku modelu opisanego równaniem okręgu półosie a i b są równe promieniowi r

Estymowane parametry obu modeli przedstawiono w tabeli 3.2, poniżej.

Tabela 3.2 Estymowane parametry modeli przekroju poprzecznego kanału

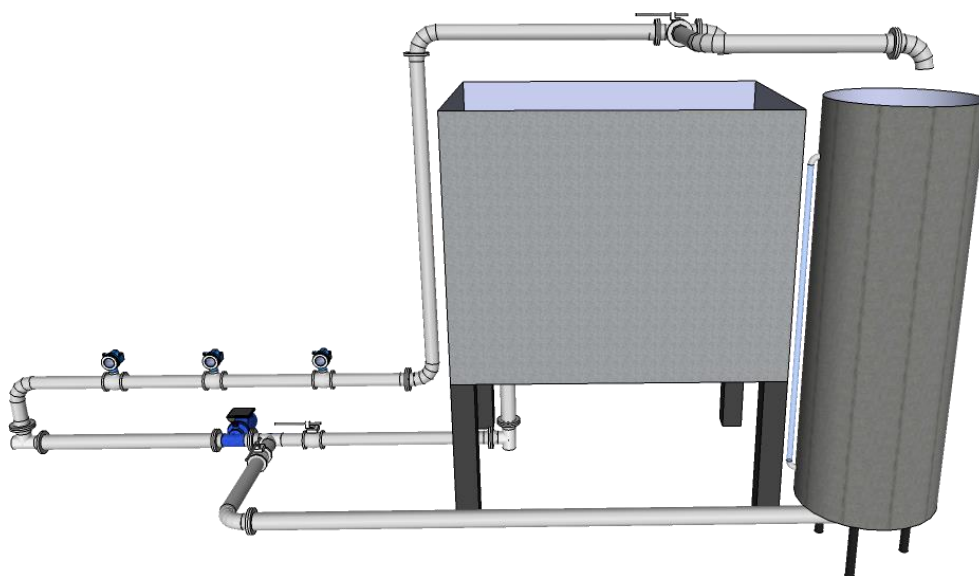
Model kołowy	Model eliptyczny
Promień $r = 70,7$ mm	Długość półosi $a = 73$ mm
Przesunięcie środka koła: $x_0 = 22,2$ mm	Długość półosi $b = 70,8$ mm
-	Przesunięcie środka elipsy $x_0 = 20$ mm

Na podstawie zebranych danych stwierdzono, że model eliptyczny lepiej dopasowuje się do kształtu kanału, dlatego też do obliczania pola powierzchni S (w mm^2) przepływowej wykorzystano wzór 3.19, który po podstawieniu wartości estymowanych parametrów oraz wykonaniu przekształceń matematycznych przyjmuje następującą postać:

$$\begin{aligned} S(h) = & 8067,7 - 13,733\sqrt{(3540h - 25h^2 + 7909)} \\ & + 0,1940L\sqrt{(3540h - 25h^2 + 7909)} \\ & + 5168,4\sin\left(0,9699 + \frac{1}{73h}\right). \end{aligned} \tag{3.20}$$

4 Stanowisko badawcze

W niniejszym rozdziale zostało omówione stanowisko laboratoryjne, na którym została przeprowadzona znaczna część badań wykonanych w ramach przedmiotowej pracy. Główną podstawę instalacji laboratoryjnej stanowiło stanowisko do wzorcowania przepływomierzy wody Wydziału Automatyki, Elektroniki i Informatyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Stanowisko to, przedstawione na rysunku 4.1, składa się z dwóch zbiorników (zbiornik wzorcowy, zbiornik zasilający), pompy wymuszającej obieg wody, rurociągu z zainstalowanymi przepływomierzami oraz zaworami (regulującymi oraz przełączającym). Dokładny opis stanowiska znajduje się w [Frączek i Waluś, 2002]. Powyższa instalacja, w zależności od potrzeby, była adaptowana pod konkretne doświadczenia oraz doposażana w niezbędną aparaturę.

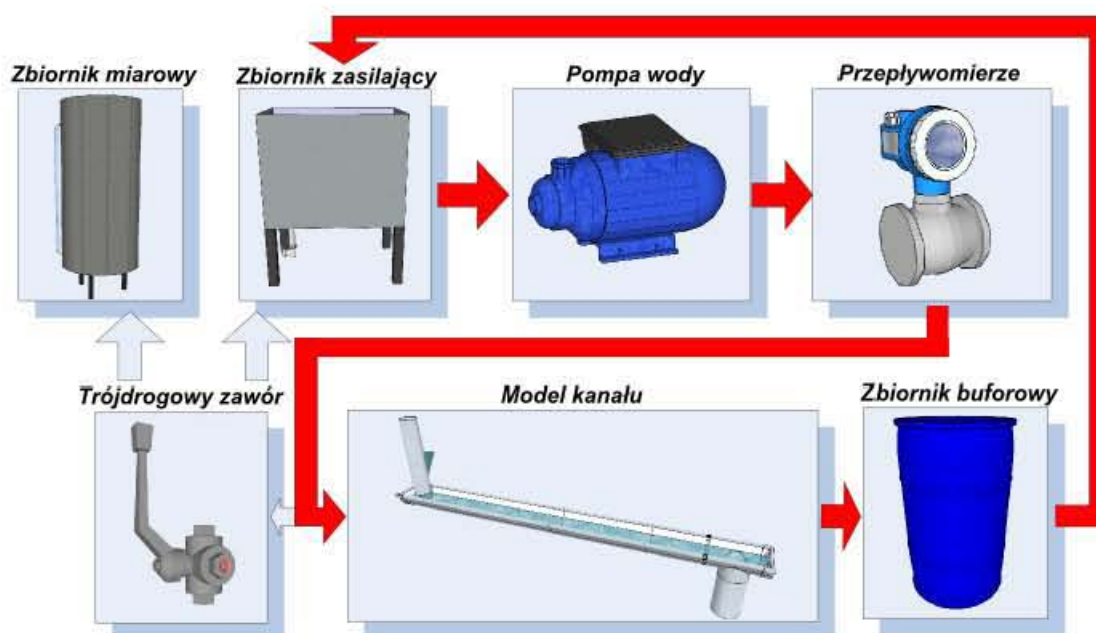


Rys. 4.1. Schemat stanowiska do wzorcowania przepływomierzy wody

4.1 Model kanału otwartego

Zdecydowana większość przeprowadzonych badań wymagała doposażenia stanowiska bazowego w model kanału otwartego. Jako model kanału otwartego wykorzystano rynnę o średnicy ok. 160 mm i długości ok. 3,5 m. Woda do kanału została doprowadzona poprzez rurociąg podłączony do instalacji za przepływomierzami. Rozwiązanie to pozwoliło na wykorzystanie zamontowanych tam przepływomierzy jako wzorca strumienia objętości po wcześniejszym ich wywzorcowaniu. Na początku kanału, tuż za rurą dopływową zainstalowano w kanale prostownicę strugi w postaci cienkich rurek o długości ok. 20 cm. Ich zadaniem było wytłumienie zaburzeń spowodowanych doprowadzeniem wody rurą ustawioną prostopadłe do kanału. Aby instalacja mogła pracować w obiegu zamkniętym, do stanowiska dołożono dodatkowo zbiornik buforowy oraz pompę, która przepompowywała wodę ze zbiornika

buforowego z powrotem do zbiornika zasilającego. Obieg wody na stanowisku został zaznaczony czerwonym kolorem na schemacie pokazanym na rysunku 4.2. Konstrukcja stanowiska pozwala na zadawanie strumienia objętości w kanale do około $2 \text{ m}^3/\text{h}$. Zmiany wartości strumienia objętości dokonywano za pomocą zaworu dławiącego zamontowanego na przyłączy zasilania kanału. Natomiast zmieniając kąt nachylenia rynny oraz nastawę zaworu na wylocie rynny regulowano wypełnienie kanału. Zmiana powyższych parametrów pozwala na przeprowadzenie doświadczeń w różnych warunkach.



Rys. 4.2. Schemat obiegu wody na stanowisku badawczym

4.2. Wzorcowy pomiar strumienia objętości

Wykorzystanie stanowiska do wzorcowania przepływomierzy jako podstawy do zbudowania instalacji przeznaczonej do badań nad pomiarem strumienia objętości w kanale otwartym pozwoliło na wykorzystanie zamontowanych na tym stanowisku przepływomierzy jako wzorców odniesienia wskazujących „wartość prawdziwą” mierzonej wielkości. Na stanowisku tym zostały zamontowane następujące przepływomierze: Endress-Hauser Promag 30F, Enko Digital Flowmeter, Sonix, Ultraflux oraz przepływomierz turbinowy firmy Bestobel. Dwa pierwsze z nich były wyposażone w wyjście prądowe 4-20 mA, co pozwoliło na wykorzystanie ich w komputerowym systemie akwizycji danych. Ponadto przeprowadzono wzorcowanie wyżej wymienionych przepływomierzy, w celu wytypowania przyrządu, który w dalszych badaniach posłuży za urządzenie wzorcowe. Procedurę wzorcowania oraz jej wyniki przedstawiono w Załączniku 4.1, a w poniższej tabeli (4.1) zestawiono wyniki uzyskane dla przepływomierzy Endress-Hauser Promag 30F oraz Enko Digital Flowmeter, pozostałe przepływomierze zostały odrzucone podczas wzorcowania z uwagi na niesatysfakcjonujące wyniki.

Tabela 4.1 Wyniki wzorcowania przepływomierzy w zakresie do 2 m³/h

Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F		Enko Digital Flowmeter	
	Wartość średnia	Średni błąd bezwzględny	Wartość średnia	Średni błąd bezwzględny
0,318 ± 0,001	0,444	0,126	0,370	0,074
0,945 ± 0,003	1,105	0,151	1,006	0,061
1,376 ± 0,003	1,258	-0,118	1,295	-0,081
1,836 ± 0,005	1,848	0,012	1,855	0,019
1,909 ± 0,006	1,819	-0,090	1,846	-0,063

4.3 Układ do pomiaru stężenia znacznika

Badana metoda czasu przejścia wymaga zainstalowania w układzie pomiarowym detektorów znacznika. Jak opisano w punkcie 3.2 niniejszej pracy, autor do badań nad przedmiotową metodą zdecydował się wykorzystać znacznik chemiczny w postaci chlorku sodu (NaCl). Jak podaje się w wielu publikacjach [Iller, 1992; Moore, 2003], do detekcji tego znacznika najczęściej stosuje się czujniki konduktometryczne. W dotychczasowych pracach [Woldon, 2006; Pyrz 2008] na stanowisku wykorzystywano konduktometri CC-315 firmy Elmetron współpracujące z czujnikami EPS 2ZM. Przyrządy te zostały zmodyfikowane tak, by przy użyciu zewnętrznej karty DAQ dokonywać pomiarów z częstotliwością 10 Hz. Niemniej jednak badania własne autora wykazały, że przy takiej częstotliwości zmniejszała się amplituda rejestrowanych sygnałów, co mogło świadczyć o niewystarczającej dynamice przyrządu. Z tego też względu zdecydowano się na wykorzystanie innego przyrządu do pomiaru konduktancji cieczy. Analiza konduktometrów dostępnych na rynku pokazała, że nie jest dostępne gotowe rozwiązanie pozwalające na rejestrację przewodności cieczy z pożądaną częstotliwością (minimum 10 Hz). Sytuacja ta spowodowała, iż zdecydowano się na budowę własnego rozwiązania. Realizacja tego zagadnienia została podzielona na 3 etapy: dobór wzmacniacza oraz wykonanie prototypu, dobór parametrów układu i jego badania, wykonanie dwukanałowego przetwornika konduktometrycznego.

4.3.1 Koncepcja i projekt układu

Zgodnie z definicją podaną w [Czarnecka-Żołek, 1993] pomiar konduktometryczny to pomiar przewodności elektrycznej badanego roztworu z wykorzystaniem napięcia zmiennego o częstotliwości nie większej niż 0,1 MHz. Zanurzenie dwóch elektrod w roztworze i przyłożeniu do nich zewnętrznego napięcia powoduje, że cząsteczki elektrolitu dysocjują na jony dodatnie (kationy) i ujemne (aniony). Te pierwsze - kationy przemieszczają się w kierunku elektrody

ujemnej, podczas gdy do elektrody dodatniej poruszają się aniony. Rezultatem powyższego zjawiska jest przepływ prądu elektrycznego w obwodzie zewnętrznym [Arnika i inni, 1992; Kiswa, 2000; Libus, 1975]. Zjawisko to, a więc ruch ładunków w roztworze pod wpływem zewnętrznego pola elektrycznego, określane jest przewodnictwem elektrycznym roztworów elektrolitów.

Przewodnik elektryczny może zostać określony przez opór elektryczny będący przy stałej temperaturze oraz ciśnieniu iloczynem rezystywności ρ (oporu właściwego) i stosunku wymiarów geometrycznych przewodnika (jego długości do pola przekroju poprzecznego). Inną wielkością charakteryzującą przewodnik jest przewodnictwo właściwe określające zdolność roztworu elektrolitu do przenoszenia prądu elektrycznego i jest ono równe odwrotności oporu właściwego tego przewodnika:

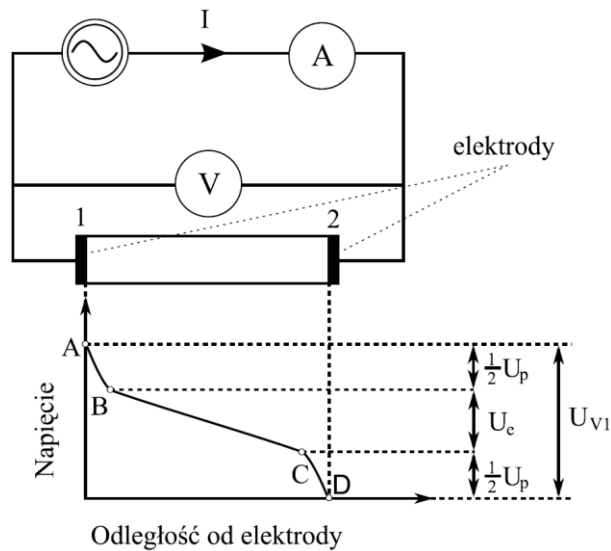
$$\kappa = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{R} \frac{l}{s}, \quad (4.1)$$

gdzie: R – rezystancja, l – długość przewodnika, s – powierzchnia przekroju przewodnika, ρ – rezystywność (opór właściwy).

W pomiarach konduktometrycznych stosunek $\frac{l}{s}$ określany jest jako stała naczynka elektrolitycznego K lub stałą oporową i jest to wielkość charakteryzująca dany czujnik konduktometryczny, podawana najczęściej przez producenta [Cygański, 2004; Kiswa, 2000].

Pomiary konduktometryczne realizowane mogą być przez różne metody. Metody te można podzielić na metody kontaktowe: dwu-, trzy- i czteroelektrodowe oraz bezkontaktowe (bezelektrodowe): czujniki indukcyjne i pojemnościowe. W przedmiotowym zadaniu, ze względu na rodzaj posiadanych czujników (zob. załącznik 4.2), zdecydowano się na najprostszą z ww. metod – metodę dwuelektrodową.

Jest to najstarsza i najczęściej spotykana z przedstawionych metod. Jej wadą jest fakt, że każda z elektrod pełni jednocześnie funkcję zasilającą i pomiarową, co z kolei powoduje, że czynnikiem utrudniającym pomiar jest polaryzacja elektrod. Jak podaje [Kijas, 2009] powołując się na [Moroń, 2003; Romer, 1978] w pobliżu elektrod jest większy gradient napięcia, aniżeli w środku odległości pomiędzy nimi, a napięcie wypadkowe jest ich sumą. Skutkiem tego rezystancja czujnika dwuelektrodowego jest zawsze większa od wartości rzeczywistej o rezystancję polaryzacji – co wpływa na błąd pomiaru.



Rys. 4.3. Schemat czujnika dwuelektrodowego, rozkład napięć oraz wpływ napięcia polaryzacji elektrod na gradient napięć pomiędzy elektrodami [Kijas, 2009]

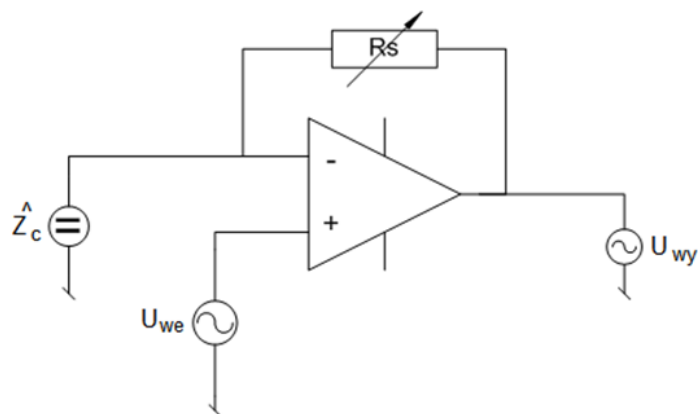
Wartość rezystancji polaryzacji określa się poniższą zależnością.

$$R_p = R_c - R_e = \frac{U_e + U_p}{I} - \frac{U_e}{I} = \frac{U_p}{I}, \quad (4.2)$$

gdzie: R_p – rezystancja polaryzacji; R_e – rezystancja roztworu; R_c – rezystancja czujnika.

Jednakże z uwagi na fakt, iż w metodzie czasu przejścia istotny jest charakter zmian stężenia w czasie, a nie dokładne określenie jego wartości, błąd spowodowany polaryzacją ma drugorzędne znaczenie i nie będzie dalej rozpatrywany.

W celu realizacji pomiaru zaproponowano konstrukcję przetwornika opierającą się o wzmacniacz operacyjny w układzie wzmacniacza nieodwracającego przedstawiony na poniższym rysunku [Błotnicki i inni, 2010b].



Rys. 4.4. Układ wzmacniacza nieodwracającego: U_{we} – napięcie wejściowe, U_{wy} – napięcie wyjściowe, R_s – rezystancja sprzężenia zwrotnego, Z_c – impedancja czujnika konduktoemetrycznego

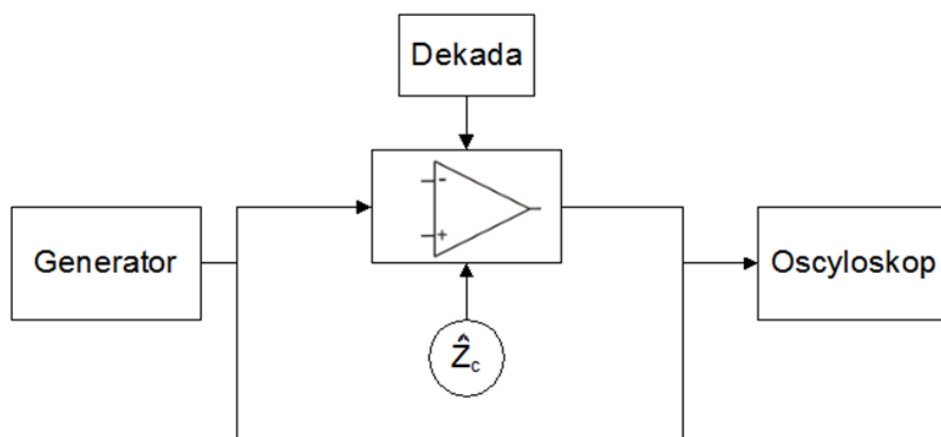
Do wejścia odwracającego wzmacniacza została podłączona elektroda pomiarowa, natomiast na wejście nieodwracające został podany sinusoidalny sygnał napięciowy. Do sprzężenia zwrotnego podłączono rezystancję R_s , za pomocą której można dokonywać korekty wzmocnienia układu. Przy takiej konfiguracji wzmacniacza operacyjnego napięcie wyjściowe opisane jest wzorem 4.3 [Górecki, 2002].

$$U_{wy} = \left(\frac{R_s}{Z_c} + 1 \right) U_{we}. \quad (4.3)$$

Po ustaleniu rezystancji sprzężenia zwrotnego, na której wartość będzie miał wpływ zakres pomiarowy konstruowanego przetwornika, napięcie wyjściowe z układu będzie zależało od impedancji elektrody pomiarowej Z_c . Wzrost składowej rezystancyjnej impedancji czujnika będzie skutkowało zmniejszeniem amplitudy napięcia wyjściowego, tak więc wzrost przewodności cieczy, w której znajduje się elektroda spowoduje wzrost amplitudy sygnału wyjściowego.

4.3.2 Prototyp przetwornika konduktometrycznego i jego badania

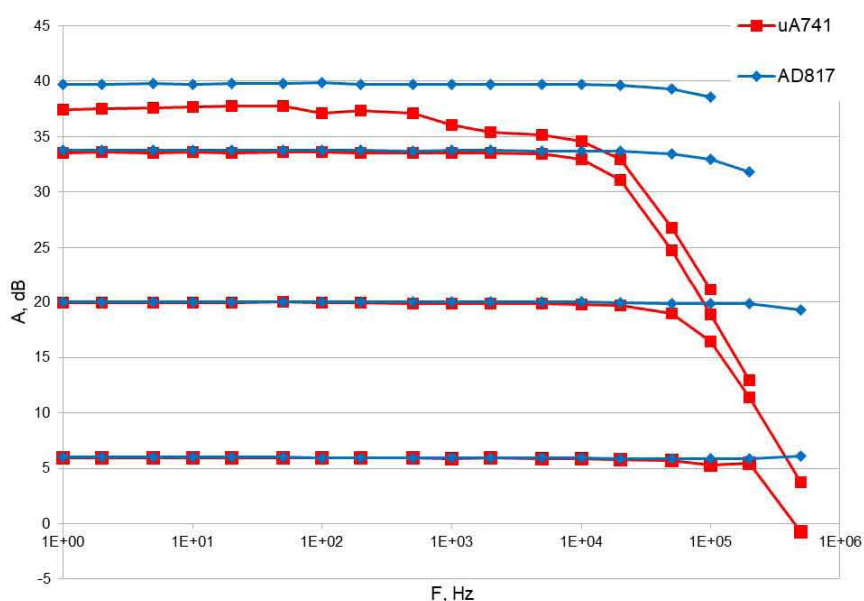
W celu weryfikacji omówionego powyżej układu, przygotowano jego prototyp z wykorzystaniem trzech różnych wzmacniaczy operacyjnych: $\mu A741$, $AD817$ oraz $LF357$. W załączniku 4.2 przedstawiono podstawowe dane techniczne wytypowanych wzmacniaczy. Układy prototypowe przebadano na stanowisku testowym, którego schemat przedstawiono poniżej.



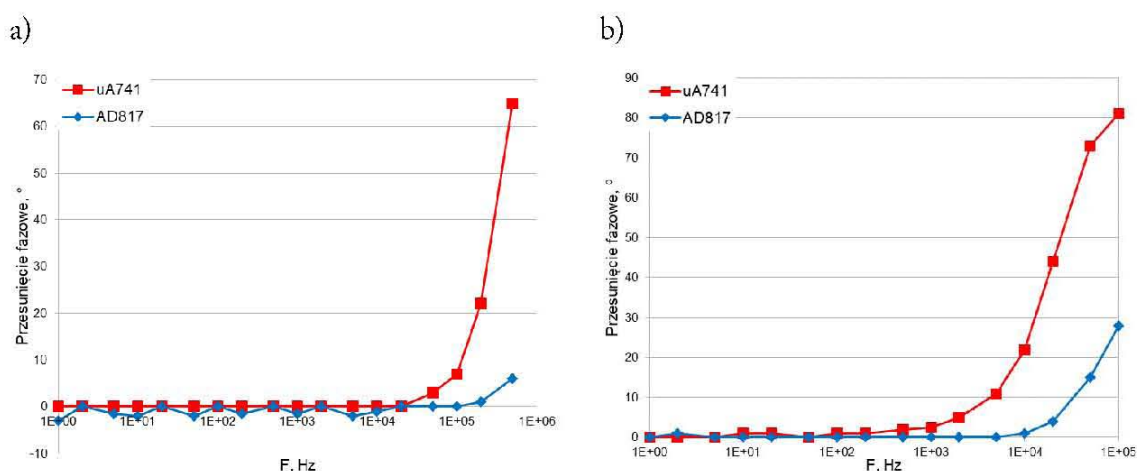
Rys. 4.5. Schemat stanowiska do testowania wzmacniaczy operacyjnych

Na powyższym stanowisku jako źródło sygnału wejściowego (wymuszającego) wykorzystano generator funkcyjny, z kolei w sprzężeniu zwrotnym podłączona została dekada rezystancyjna umożliwiająca zmianę wzmocnienia układu. Sygnał z generatora oraz sygnał wyjściowy z układu były porównywane na oscyloskopie, co umożliwiało odczytanie wzmocnienia oraz przesunięcia fazowego.

Przeprowadzone badania wzmacniaczy zostały podzielone na dwa etapy: badanie układu wzmacniacza, w którym zamiast elektrody był rezystor, oraz badania układu z elektrodą pomiarową (czujnikiem konduktometrycznym). Pierwszy etap miał na celu wyznaczenie rzeczywistych parametrów układu z obciążeniem rezystancyjnym, a w kolejnym kroku przystąpiono do testowania układu z elektrodą pomiarową, której impedancja była nieokreślona. Na przedstawionych poniżej wykresach zostały porównane charakterystyki Bodego dla układów zbudowanych na wzmacniaczach μ A741 oraz AD817 (rys. 4.6, rys 4.7). Z uwagi na fakt, że w momencie podłączenia elektrody pomiarowej (czujnika konduktometrycznego) do układu ze wzmacniaczem LF357 ten przechodził w stan wzbudzenia i nie było możliwości wykonania żadnych pomiarów, zrezygnowano z jego testowania.



Rys. 4.6. Porównanie charakterystyk amplitudowych wzmacniaczy μ A741 oraz AD817 dla różnych amplitud



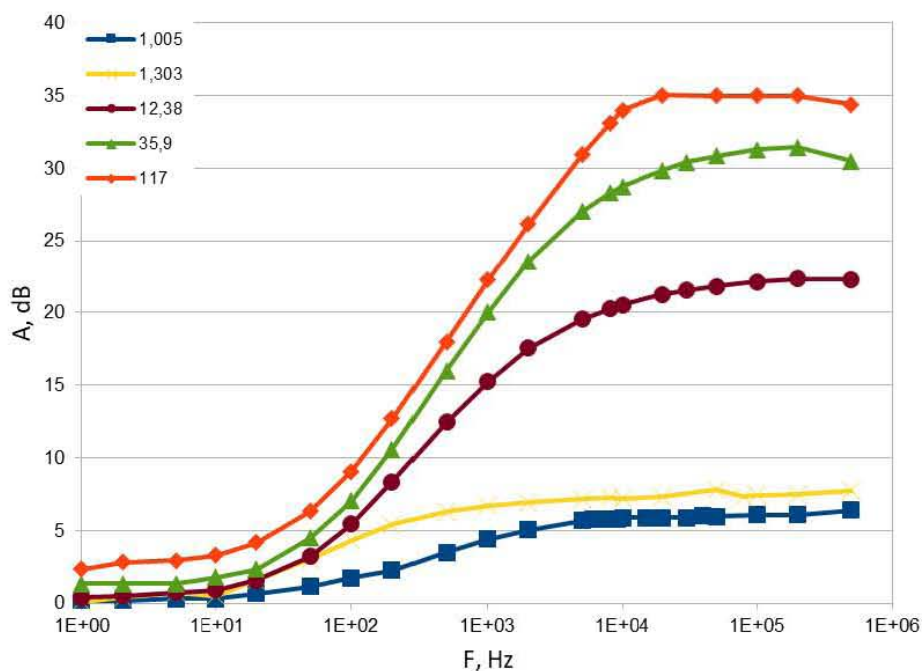
Rys. 4.7. Porównanie charakterystyk fazowych wzmacniaczy μ A741 oraz AD817 dla wzmocnienia: a) A = 6 dB, b) A = 40 dB

Otrzymane charakterystyki wskazują, że wzmacniacz AD817 charakteryzuje się lepszymi parametrami częstotliwościowymi aniżeli wzmacniacz μ A741. Jednakże uzyskane wyniki wskazały również, że pomimo posiadania lepszych parametrów wzmacniacz AD817 nadal wprowadza pewne ograniczenia: dla wzmocnienia $A = 40$ dB amplituda sygnału jest utrzymywana na prawidłowym poziomie do około 100 kHz. Częstotliwość ta wydaje się być zadowalająca, należy jednak jeszcze zwrócić uwagę na charakterystyki fazowe (rys. 4.7), gdzie uwidacznia się, że oba wzmacniacze wprowadzają przesunięcie fazowe, μ A741 już od 1 kHz dla wzmocnienia $A = 40$ dB, natomiast w przypadku AD817 przesunięcie fazowe pojawia się przy 10 kHz dla tego samego wzmocnienia. Na podstawie otrzymanych wyników zdecydowano się na wybór wzmacniacza AD817 do dalszych badań.

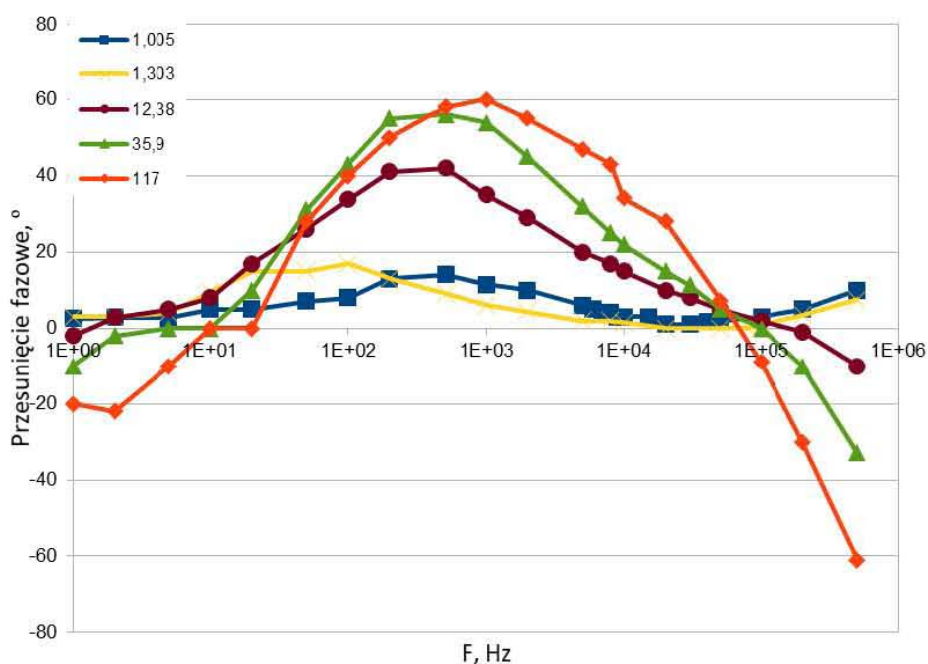
W kolejnym etapie badań prototypowego rozwiązania były pomiary układu współpracującego z elektrodą pomiarową (czujnikiem konduktometrycznym). W tej części pracy skupiono się na badaniach układu opartego o wzmacniacz AD817, gdyż on został wytypowany do dalszych analiz.

W celu dobrania właściwych parametrów układu pomiarowego stężenia znacznika należało określić zakres przewidywanych przewodności roztworów, w jakich budowane urządzenie ma pracować oraz sporządzić odpowiednie roztwory. Jako roztwór o minimalnej przewodności wybrano wodę z sieci wodociągowej, z kolei jako roztwór o największej przewodności przygotowano roztwór stężonego znacznika NaCl (10g NaCl na 100 ml H_2O) oraz dodatkowo sporządzono 3 roztwory o różnym stopniu rozcieńczenia znacznika pomiędzy wartościami minimalną i maksymalną. W ten sposób uzyskano 5 roztworów o następujących przewodnościach z zakresu: od 1 do 117 $mS\ cm^{-1}$. Do badanego układu podłączono docelowy czujnik konduktometryczny (elektroda pomiarowa EPS 2ZM) oraz wykreślono charakterystyki Bodego dla wcześniej przygotowanych roztworów (rys. 4.8, rys. 4.9).

Rezystancje sprzężenia zwrotnego R_s układu dobrano tak, aby wzmocnienie układu dla cieczy o najmniejszej przewodności (czyli wody z sieci wodociągowej) wynosiło około 6 dB, jednocześnie nie powodując wzbudzenia się układu. Na podstawie charakterystyki amplitudowej (rys. 4.8) można zaobserwować, że dla tak dobranych parametrów układ zaczynał wzmacniać od około 100 Hz, dochodząc do maksymalnego wzmocnienia powyżej 10 kHz. Jednocześnie na wykresie tym można zauważyć, że dla roztworu o największej przewodności układ osiągał stan nasycenia. Niemniej jednak uznano, że tak duża przewodność w praktyce będzie niespotykana, gdyż stężony roztwór znacznika już po wstrzyknięciu ulegnie rozcieńczeniu.



Rys. 4.8. Charakterystyki amplitudowe badanego układu z wzmacniaczem AD817 z elektrodą EPS 2ZM dla roztworów o różnych przewodnościach (mS cm^{-1})



Rys. 4.9. Charakterystyki fazowe badanego układu z wzmacniaczem AD817 z elektrodą EPS 2ZM dla roztworów o różnych przewodnościach (mS cm^{-1})

Wykreślone charakterystyki fazowe badanego układu na bazie wzmacniacza AD817 z elektrodą pomiarową EPS 2ZM pokazują, że dla częstotliwości około 100 kHz przesunięcie fazowe jest najmniejsze dla wszystkich badanych roztworów. Należy jednak pamiętać, że wykorzystany

wzmacniacz wprowadza przesunięcie fazowe powyżej 10 kHz, dlatego też powyżej tej częstotliwości otrzymane przesunięcie fazowe są sumą przesunięć pochodzących od wzmacniacza oraz elektrody pomiarowej.

Wyniki przeprowadzonych pomiarów oraz wszystkie wykreślone charakterystyki badanych układów przedstawiono w załączniku 4.2.

Na podstawie przeprowadzonych doświadczeń określono optymalną wartość rezystancji sprzężenia zwrotnego, taką aby układ pracował w pożądanym zakresie przewodności, tj. od czystej wody do stężonego roztworu NaCl. Ponadto stwierdzono, że częstotliwość sygnału wymuszającego powinna wynosić 10 kHz, gdyż zapewnia ona odpowiednie wzmocnienie oraz możliwie małe przesunięcie fazowe w spodziewanym zakresie przewodności (stężeniach znacznika).

4.3.3 Dwukanałowy przetwornik

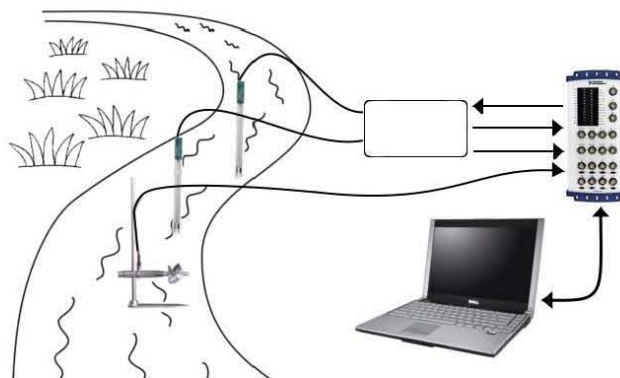
Głównym celem tej części pracy było wykonanie szybkiego przetwornika do pomiarów konduktometrycznych. W komercyjnych rozwiązaniach stosowane są różnego rodzaju filtry oraz uśrednianie wyniku pomiaru, co skutkuje polepszeniem dokładności wyniku pomiaru lecz negatywnie wpływa na dynamikę tych urządzeń, która jak się okazało, do badań prowadzonych przez autora jest niewystarczająca. Zaproponowane rozwiązanie opiera się o wzmacniacz operacyjny w układzie wzmacniacza nieodwracającego. Badania opisane w punkcie 4.3.2 oraz w załączniku 4.3 pozwoliły na dobranie odpowiedniego wzmacniacza oraz parametrów jego pracy.

Oprócz kryterium częstotliwości próbkowania, projektowany przetwornik miał spełniać następujące wymagania: niewielkie rozmiary, akwizycja danych do komputera, dwukanałowość oraz możliwość szybkiej zmiany parametrów sygnału wymuszającego i parametrów akwizycji danych. Mając na uwadze powyższe zdecydowano się na wykorzystanie przenośnej karty pomiarowej DAQ, która stanowi jednocześnie źródło sygnału wejściowego do przetwornika, platformę akwizycji danych, a jednocześnie jest zasilana z portu USB komputera. Mając na uwadze wyznaczone w pkt 4.3.2 parametry układu, zdecydowano się na zastosowanie karty NI USB6212 firmy National Instruments.

Zważając na mobilność systemu pomiarowego, do zasilania przetwornika również wykorzystano port USB komputera. W celu dostosowania napięcia portu USB do wymaganego napięcia pracy wzmacniaczy operacyjnych zastosowano przetwornicę napięcia stałego DC-DC AIMTEC AM1D-0515DH30Z wraz z układem kondensatorów filtrujących, mających na celu odfiltrowanie ewentualnych zakłóceń przedostających się torem zasilania. Urządzenie posiada dwa kanały pomiarowe, w obu kanałach zastosowano przebadany układ AD817 będący

przedmiotem badań opisanych w pkt 4.3.2. Dokładny schemat elektryczny przetwornika znajduje się w załączniku 4.3.

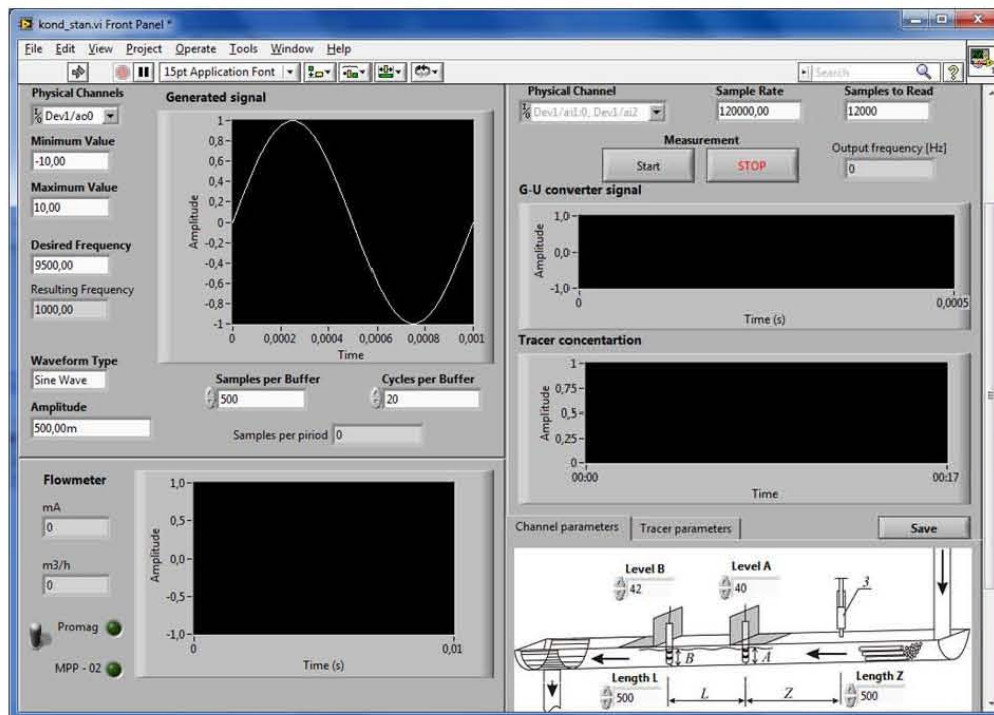
Wykonany przetwornik wraz z kartą pomiarową oraz komputerem przenośnym składa się na przenośny system akwizycji danych (rys. 4.10). Umożliwia on rejestrację czasowych przebiegów stężeń znacznika oraz rejestrację sygnału z urządzenia wzorcowego.



Rys. 4.10. Przenośny system do akwizycji danych

4.3.4 Oprogramowanie

Opracowany układ pomiarowy obsługiwany jest z wykorzystaniem aplikacji pomiarowo-kontrolnej napisanej w środowisku programistycznym LabVIEW. Panel operatorski, przedstawiony na rys. 4.11, został podzielony na cztery główne bloki: pierwszy związany z generowaniem sygnału wymuszającego, drugi związany z akwizycją danych z przetwornika konduktometrycznego, trzeci związany z akwizycją sygnału z przepływomierza wzorcowego, czwarty związany z warunkami panującymi w kanale pomiarowym.

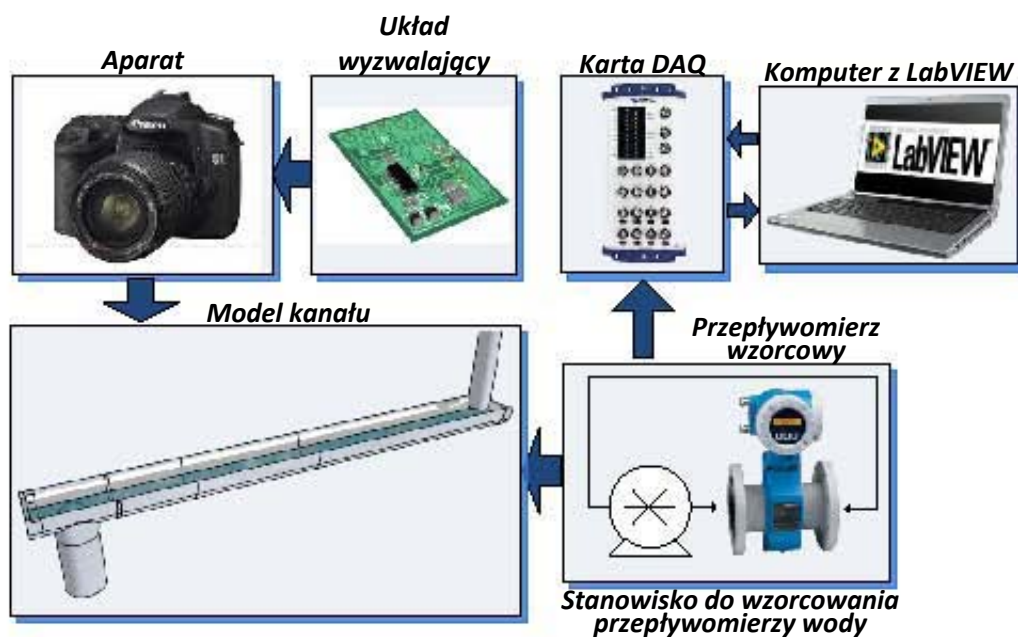


Rys. 4.11. Panel operatorski aplikacji pomiarowo-kontrolnej

Pierwsza część panelu operatorskiego została przeznaczona do konfiguracji sygnału pobudzającego, doprowadzanego do przetwornika konduktometrycznego. Znajdują się tam kontrolki związane z ustawieniem parametrów tego sygnału, a także pola do konfiguracji kanału wyjściowego karty DAQ. Na drugiej części panelu operatorskiego znajduje się zestaw typowych kontrolki związanych z akwizycją danych, takich jak wybór kanałów wejściowych karty, częstotliwość próbkowania itp.. Dodatkowo zostały tu umieszczone dwa wykresy, na których można podglądać: na pierwszym sygnały pochodzące bezpośrednio z przetwornika oraz na drugim amplitudę sygnału przetwornika, która jest związana ze stężeniem znacznika w punkcie pomiarowym. Trzecia część panelu operatorskiego przeznaczona jest do akwizycji sygnału z przepływomierza wzorcowego. Znajduje się tu przełącznik wyboru przepływomierza. Do wyboru są dwa przepływomierze MPP02 oraz Promag 30F. Przepływomierze te zostały wywzorcowane, a charakterystyki przetwarzania zostały zaimplementowane w programie, w ten sposób po podłączeniu odpowiedniego przepływomierza wartość strumienia objętości jest podawana w m³/h. W czwartej, ostatniej części panelu operatorskiego znajdują się dwie zakładki, do których wprowadza się parametry kanału (rozmieszczenie czujników konduktometrycznych oraz wypełnienie kanału) oraz parametry znacznika (stężenie oraz ilość wstrzykiwanego znacznika). Dane te zostają dołączone do pliku wynikowego oraz służą dalszej analizie danych.

4.4 Stanowisko do pomiarów optycznych

W ramach badań nad znacznikową metodą czasu przejścia wykonywano także badania ze znacznikiem barwnym. W tym celu opisane w niniejszym rozdziale stanowisko badawcze zostało doposażone w układ do rejestracji rozprzestrzeniania się znacznika optycznego (rys. 4.12). Jako element rejestrujący zmiany zachowania znacznika wykorzystano aparat Canon EOS450D o rozmiarze matrycy APSC. Aparat ten został zamontowany nad kanałem pomiarowym, dzięki czemu uzyskano „nieruchome tło”. Do aparatu został podłączony układ wyzwalający, oparty na mikrokontrolerze firmy Microchip, który zapewniał wyzwolenie kolejnych klatek w jednakowych odstępach czasowych. Do aparatu podłączono obiektyw ultra szerokokątny Canon 1740L o ogniskowej 17 mm, co przy zastosowaniu matrycy niepełnoklatkowej daje kąt widzenia odpowiadający 27 mm, dzięki czemu udało się objąć ujęciem prawie cały odcinek pomiarowy kanału. Wzdłuż kanału rozmieszczono znaczniki w odległościach co 10 cm, dzięki czemu było możliwe wyznaczenie zależności długości od liczby pikseli oraz przeanalizowanie wpływu zniekształceń wprowadzanych przez układ optyczny aparatu na pomiar odległości.



Rys. 4.12. Schemat stanowiska do pomiarów z wykorzystaniem znacznika barwnego

5 Badania znacznikowej metody czasu przejścia

W niniejszym rozdziale zawarto podsumowanie badawczej części pracy nad znacznikową metodą czasu przejścia. Wszystkie opisane doświadczenia wykonano na stanowisku pomiarowym opisanym w rozdziale 4. Badania przeprowadzono z wykorzystaniem znacznika chemicznego w postaci chlorku sodu (NaCl) oraz z wykorzystaniem znacznika barwnego, w roli którego wykorzystano tusz kreślarski. Prace badawcze podzielono na następujące etapy: wyznaczenie parametrów metody w odniesieniu do modelu kanału otwartego zainstalowanego na stanowisku badawczym, badania sposobów wyznaczania czasu przejścia, wyznaczenie współczynnika wzorcowania oraz pomiary strumienia objętości badaną metodą wraz z oszacowaniem niepewności pomiaru.

5.1 Wyznaczanie parametrów układu pomiarowego

Jak podano w rozdziale 3.1 niniejszego opracowania, na dokładność wyniku pomiaru wykonanego metodą czasu przejścia wpływa wiele czynników, w tym konfiguracja układu pomiarowego i jego parametrów. Część z powyższych aspektów jest dobierana na etapie przygotowania eksperymentu pomiarowego, a część musi zostać określona/zmierzona tak, by było możliwe wyznaczenie wartości mierzonej. Parametry, które należy ustalić, dobrać przed wykonaniem pomiaru to:

- ilość wstrzykiwanego znacznika,
- sposób wstrzykiwania znacznika,
- rozmieszczenie punktów pomiaru stężenia znacznika.

Ilość oraz stężenie znacznika zależą między innymi od możliwości dozownika, poziomu „tła” znacznika w badanej strudze oraz rozmieszczenia punktów pomiarowych w kanale. Poziom tła, a dokładniej przewodność wody z sieci wodociągowej było badane podczas doświadczeń związanych z opracowywaniem przetwornika konduktometrycznego (patrz rozdział 4.3). Na tym etapie również określono przewodność stężonego roztworu NaCl tj. 10 g NaCl na 100 ml H₂O, który okazał się mierzalny przez skonstruowany układ (przy określonej częstotliwości sygnału pobudzającego). Mając na uwadze powyższe stwierdzono, że do dalszych badań stosowany będzie znacznik o takim stężeniu. Z uwagi na fakt, że podczas badań z czujnikami konduktometrycznymi obserwowane jest stężenie znacznika tylko w dwóch punktach, sprawdzenie wpływu sposobu podawania znacznika na długość jego drogi mieszania postanowiono wykonać podczas badań z wykorzystaniem znacznika barwnego.

Najistotniejszym z punktu widzenia metody czasu przejścia jest rozmieszczenie punktów pomiarowych, które jest bezpośrednio związane z długością drogi mieszania znacznika. Zbyt

bliskie umieszczenie czujników w stosunku do punktu iniekcji będzie skutkowało niedostatecznym wymieszaniem się znacznika w przekroju poprzecznym, z kolei zbyt odległe spowoduje zbytne rozcieńczenie, co będzie skutkowało zbyt małym stężeniem znacznika, nie wykrywanym przez detektor znacznika. Teoretyczne rozważania oraz wytyczne literaturowe przedstawiono w pkt 3.1 pracy, natomiast badania doświadczalne podzielono na dwie części: z wykorzystaniem znacznika chemicznego oraz ze znacznikiem barwnym.

5.1.1 Badania ze znacznikiem chemicznym

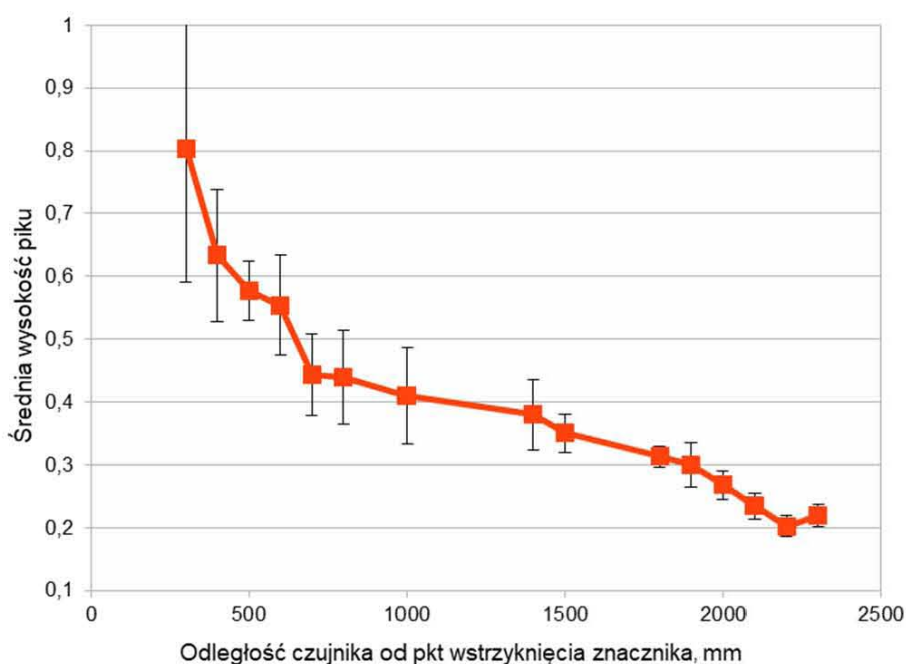
Długość drogi mieszania zależy od wielu czynników, takich jak: turbulencja strugi, kształt koryta pomiarowego, czy sposób podawania znacznika. W celu określenia długości drogi mieszania znacznika oraz prawidłowego rozlokowania punktów pomiarowych na stanowisku w laboratorium wykonano 15 serii pomiarowych, umieszczając detektory znacznika w różnych odległościach od miejsca wstrzyknięcia znacznika (od 0,3 do 2,2 m). Badania przeprowadzono na stanowisku opisanym w rozdziale 4.1. Każda seria składała się z 10 identycznych eksperymentów pomiarowych. Wynikiem każdego z nich był czasowy przebieg stężenia znacznika w danym punkcie pomiarowym. Przebieg stężenia kształtem przypominał asymetryczny pik. Do oceny jakościowej uzyskanych pików wykorzystano trzy parametry: wysokość pików, szerokość w połowie wysokości pików oraz pole powierzchni pod pikami. Jako miarę powtarzalności wyników przyjęto odchylenie standardowe danego parametru pików w kolejnych seriach pomiarowych. Na rys. od 5.1 do 5.3 przedstawiono średnie wartości poszczególnych parametrów pików uzyskanych w różnych punktach pomiarowych wraz z ich odchyleniem standardowym. Wysokość pików (rys. 5.1) maleje wraz z oddalaniem punktu pomiarowego, co jest zgodne z oczekiwaniami – wstrzyknięta porcja znacznika ulega rozcieńczeniu, co powoduje mniejsze wskazanie stężenia znacznika przez jego detektor. Co więcej, zaobserwowano również spadek odchylenia standardowego dla wyników uzyskanych dla odległości większej niż 0,5 m.

Drugi z analizowanych parametrów, szerokość pików w połowie jego wysokości (rys. 5.2) jest większa dla kolejno odległych punktów - chmura znacznika ulega wydłużeniu, co powoduje dłuższe oddziaływanie znacznika na detektor. Nie zaobserwowano natomiast istotnego wpływu umiejscowienia detektora na rozrzut wartości tego parametru.

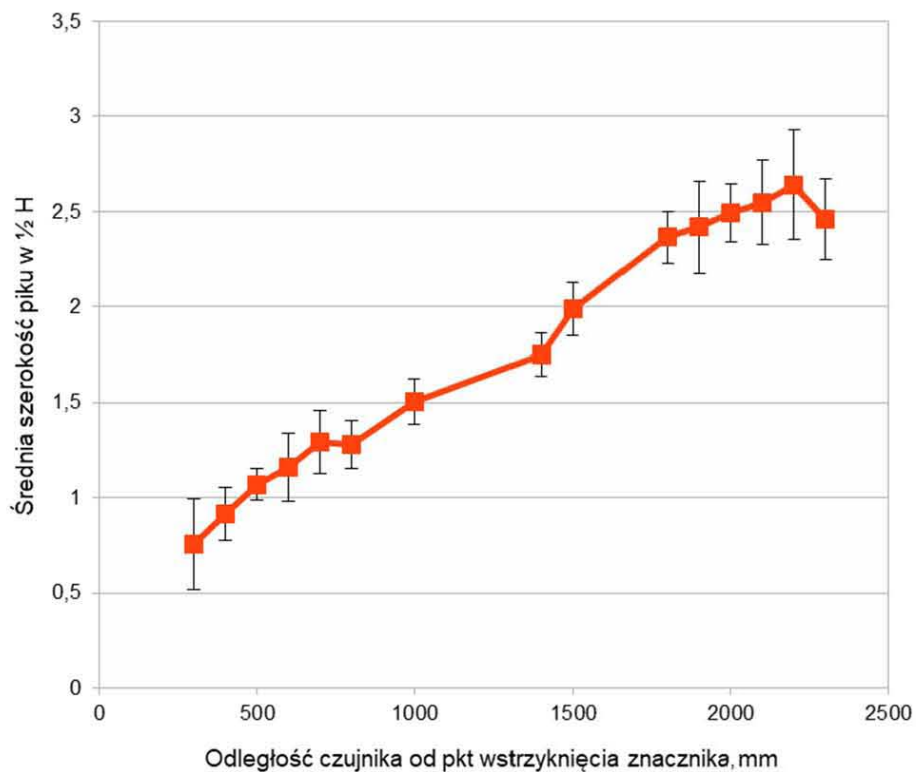
Na kolejnym wykresie (rys. 5.3) przedstawiono wykres zależności średniej powierzchni pod pikami od odległości punktu pomiarowego od miejsca podania znacznika. Należałoby się spodziewać stałej wartości, ponieważ ilość wstrzykniętego znacznika nie zmienia się. Otrzymane dane cechują się dużym rozrzutem, jednak do odległości ok. 2 m można uznać, że przy uwzględnieniu dużej niepewności tego parametru wartość jest stała. Przekraczając tę wartość

stwierdza się zmniejszenie wartości parametru, co może być związane z bliską odległością do zaworu odpływowego.

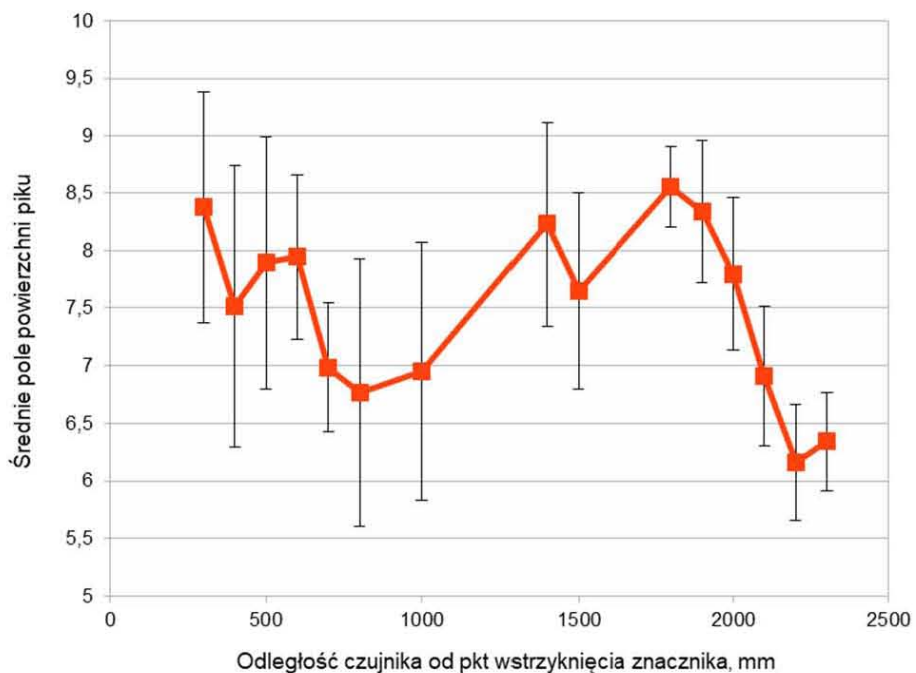
Kolejnym etapem było policzenie wskaźnika niepewtarzalności dla każdego z trzech parametrów pików. Wskaźnik ten został zdefiniowany jako: stosunek odchylenia standardowego do wartości średniej danego parametru wyrażony w procentach. Otrzymane wyniki przedstawiono na wspólnym wykresie (rys. 5.4). Wyraźny spadek wskaźnika dla parametrów wysokość i szerokość pików można zaobserwować dla punktów pomiarowych do 0,5 m, później wskaźnik utrzymuje się na mniej więcej stałym poziomie. Wskaźnik niepewtarzalności policzony dla parametru pole powierzchni pod pikiem nie wykazuje wyraźnych tendencji ani spadkowych, ani wzrostowych.



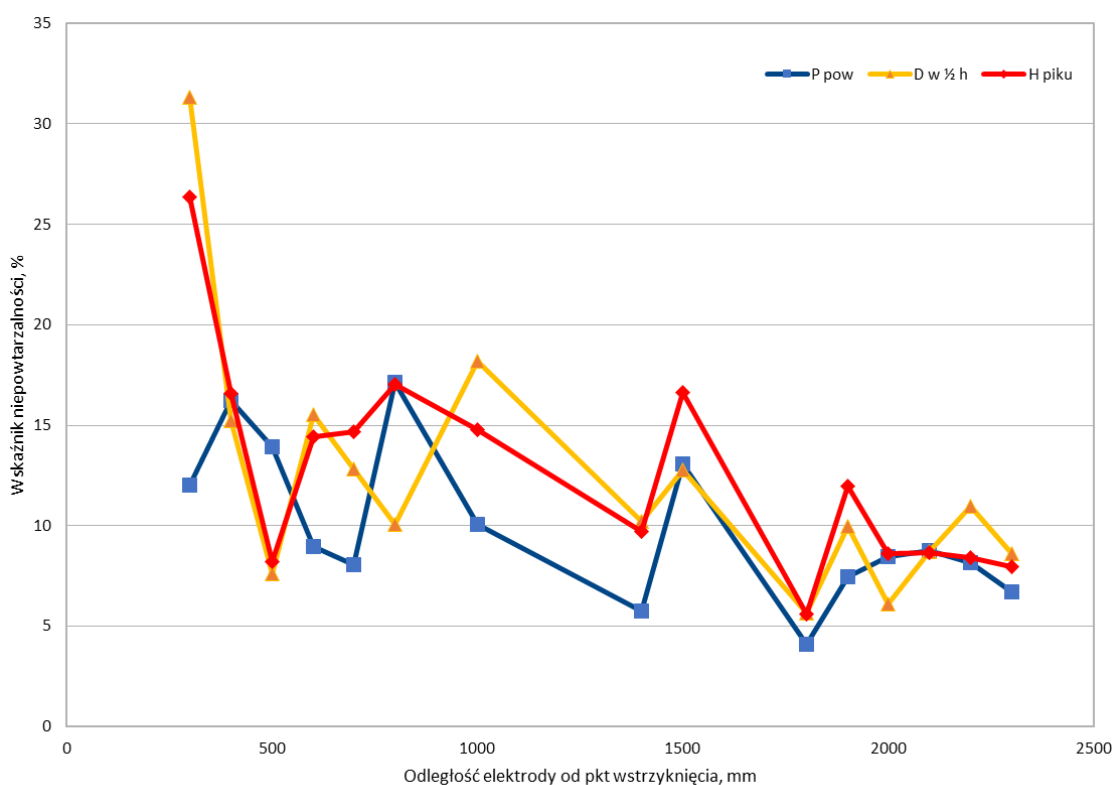
Rys. 5.1. Wykres zależności średniej wysokości pików od odległości punktu pomiarowego od miejsca iniekcji



Rys. 5.2. Wykres zależności średniej szerokości pików w połowie wysokości od odległości punktu pomiarowego od miejsca iniekcji



Rys. 5.3. Wykres zależności średniego pola powierzchni pików od odległości punktu pomiarowego od miejsca iniekcji



Rys. 5.4. Wykres zależności średniego pola powierzchni piksu od odległości punktu pomiarowego od miejsca iniekcji

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że zwiększanie odległości punktu pomiarowego do 0,5 m powoduje zauważalny wzrost powtarzalności otrzymywanych wyników, natomiast dalsze zwiększanie tej odległości nie powoduje znaczącej poprawy powtarzalności. Zakładając, że wzrost powtarzalności wyników jest skutkiem wymieszania się znacznika, można wnioskować, że na stanowisku badawczym wystarczające wymieszanie znacznika uzyskuje się w odległości około 0,5 m od miejsca jego iniekcji. Wartość ta jest mniejsza od wielkości wyliczonej ze wzorów wskazanych w rozdziale 2.2 (zobacz tabela 5.1).

Tabela 5.1 Porównanie wartości długości drogi mieszania uzyskanej w wyniku doświadczeń z wartościami wyznaczonymi z teoretycznych wzorów

	Wyznaczona doświadczalnie	$L_m \geq 10D$ [Iller, 1992]	$L_m \geq 5D$ [Waluś i Żelezik, 1994]	$\frac{L}{D} = 4,25\rho(\rho + \sqrt{N})$ [ISO 2975/6]
Długość drogi mieszania L	500 mm	1600 mm	800 mm	~1400 mm*

* wartość wyliczona dla czasów uzyskiwanych na stanowisku pomiarowym

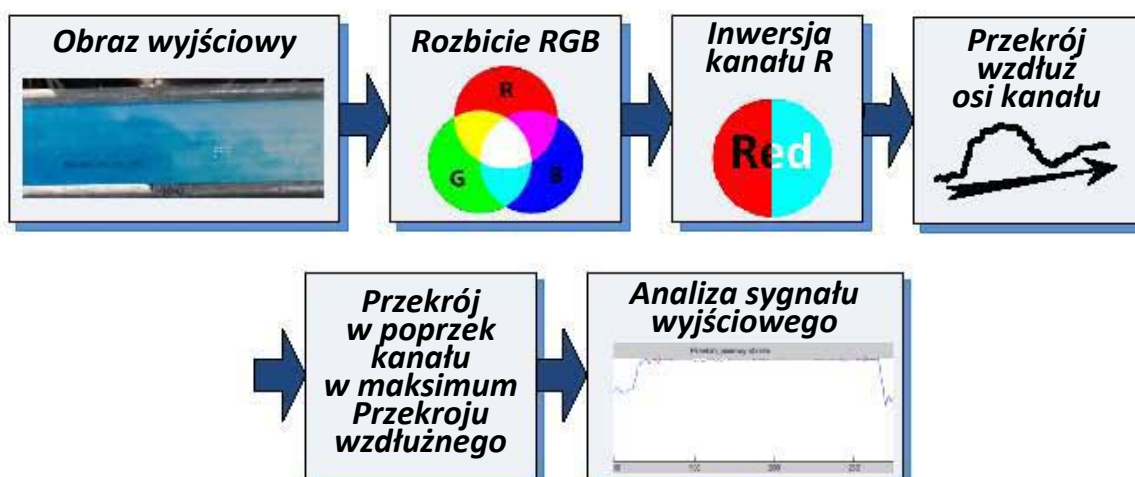
5.1.2 Badania ze znacznikiem barwnym

Drugim etapem badania parametrów stanowiska pomiarowego były pomiary z wykorzystaniem znacznika barwnego. W tym celu stanowisko pomiarowe zostało doposażone w niezbędne elementy umożliwiające rejestrację rozprzestrzeniania się znacznika. Opis stanowiska zawarto w rozdziale 4.4. Na ww. stanowisku przeprowadzono 4 eksperymenty pomiarowe, stosując różne sposoby wstrzykiwania znacznika (jednopunktowy, wielopunktowy) o zróżnicowanym stężeniu:

- Pomiar 1: 10 ml znacznika, duża strzykawka z wieloma otworami (iniekcja wielopunktowa),
- Pomiar 2: 5 ml znacznika, duża strzykawka z wieloma otworami (iniekcja wielopunktowa)
- Pomiar 3: 10 ml znacznika, mała strzykawka z pojedynczym otworem (iniekcja jednopunktowa),
- Pomiar 4: 10 ml znacznika, duża strzykawka z wieloma otworami (iniekcja wielopunktowa) – powtórzony pomiar 1, z większym stężeniem znacznika.

Wynikiem każdego eksperymentu była seria ujęć w jednakowych odstępach czasowych (co 1 sekundę), na których można było obserwować zachowanie oraz stężenie znacznika.

Każde z zarejestrowanych ujęć, obrazujących badany kanał wraz z przepływającym przez niego znacznikiem, poddano obróbce według algorytmu przetwarzania obrazu zaprezentowanego na poniższym schemacie.

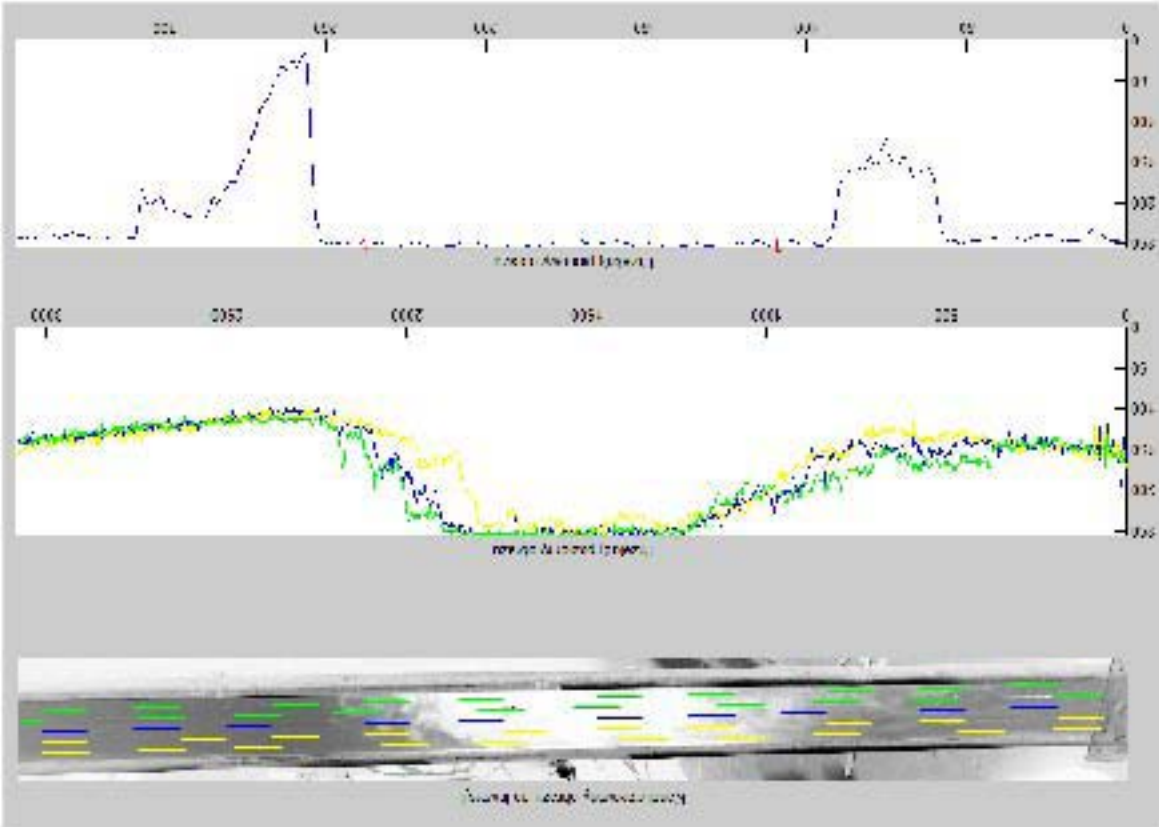


Rys. 5.5. Algorytm przetwarzania obrazów

Idea algorytmu zakłada jednowymiarową analizę intensywności barwy pikseli zlokalizowanych w poszczególnych miejscach kanału (obrazu). Doświadczalnie stwierdzono, że najlepszą „widoczność” znacznika obserwowano w składowej czerwonej obrazu. Dalej, działając na tej płaszczyźnie, wykreślano przekrój wzdłuż osi kanału, a w miejscu występowania maksimum

Wzrost poziomu wody w czasie przepływu jest widoczny na rys. 5.6. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7.

Rys. 5.6 Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki



Wzrost poziomu wody w czasie przepływu jest widoczny na rys. 5.6. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7.

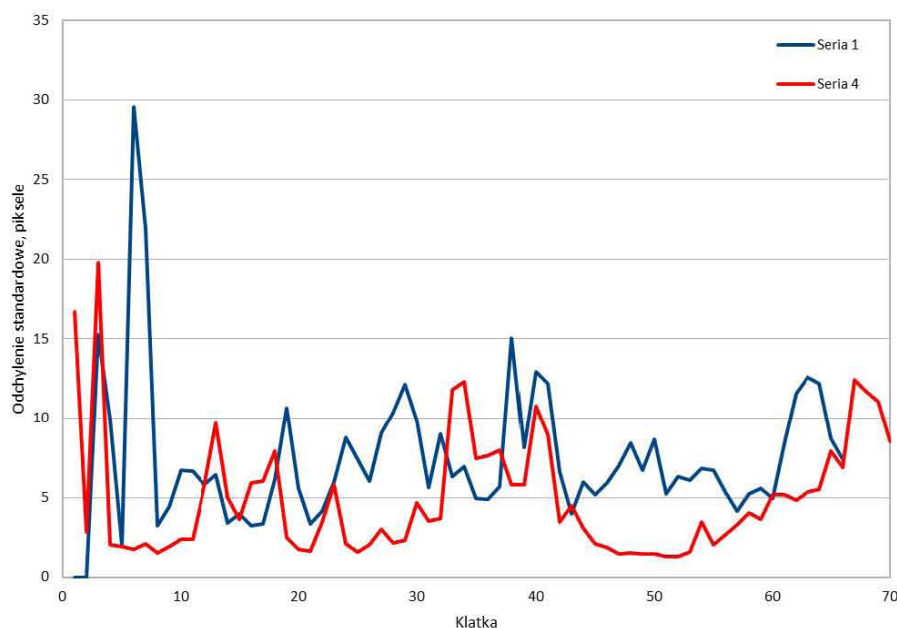
Wzrost poziomu wody w czasie przepływu jest widoczny na rys. 5.6. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7.

Rys. 5.6 Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki

Wzrost poziomu wody w czasie przepływu jest widoczny na rys. 5.6. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki (zob. rys. 5.5) jest przedstawiony na rys. 5.7.

Na podstawie uzyskanych wyników dla pomiarów 1 i 4 wykreślono zależność (rys. 5.7) przedstawiającą odchylenie standardowe intensywności barwy piksela przekroju poprzecznego kanału w miejscu wystąpienia maksimum stężenia. Im mniejsze odchylenie standardowe, tym bardziej znacznik jest wymieszany – bardziej wyrównana barwa piksela w przekroju poprzecznym kanału. Na wykresie można zaobserwować wyraźny spadek wartości odchylenia standardowego pikseli w okolicach 10 klatki, która odpowiada położeniu maksimum w odległości około 0,4 m od miejsca wstrzyknięcia znacznika.

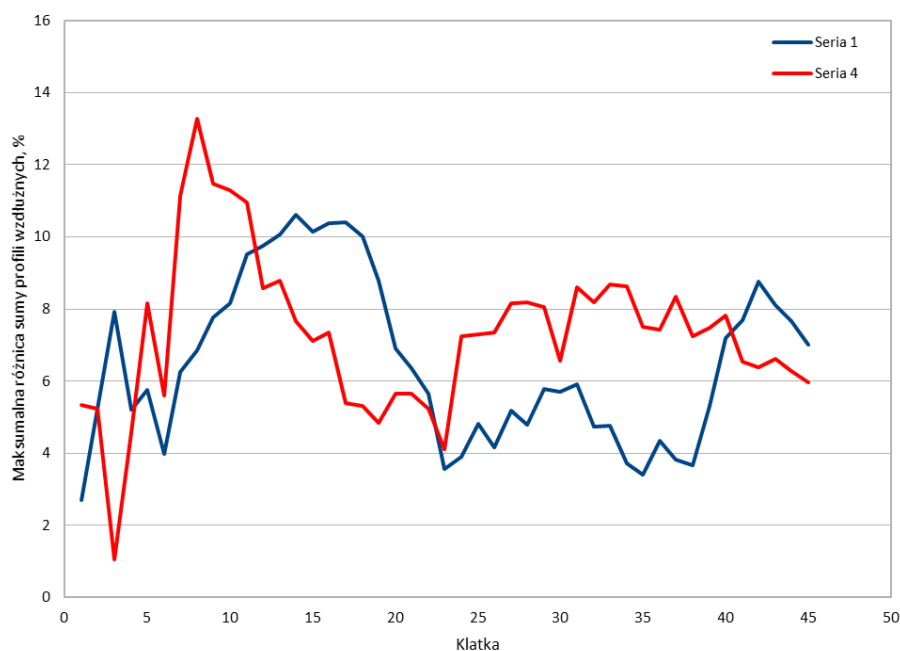
Druga z wykreślonych zależności (rys. 5.8) przedstawia maksymalną różnicę sum przekrojów wzdłużnych wykreślonych w różnych punktach przekroju poprzecznego (5 przekrojów wzdłużnych, widocznych na rysunku 5.6). Im znacznik bardziej zostanie wymieszany tym różnice te powinny być mniejsze. Na wykresie tym można zaobserwować wzrost wartości różnicy dla klatek od 5 do 20, co odpowiada położeniu maksimum stężenia znacznika od 0,1 do 0,5 m od miejsca wstrzyknięcia. Jednocześnie można zauważyć, że dla późniejszych ujęć różnice dalej się utrzymują na poziomie około 6%, co wynika z faktu, że podczas wykonywania pomiarów kanał nie był oświetlony równomiernie. Potwierdza to również fakt, że dla pierwszej i drugiej klatki, gdzie nie było jeszcze podanego znacznika, wartości obliczonych różnic są na podobnym poziomie.



Rys. 5.7. Wykres zależności odchylenia standardowego intensywności pikseli w przekroju poprzecznym dla poszczególnych klatek serii

Podsumowując przeprowadzone doświadczenia mające na celu określenie długości drogi mieszania znacznika, a tym samym rozmieszczenia detektorów należy wskazać, że testy wykonane zarówno z wykorzystaniem znacznika w postaci chlorku sodu, jak i znacznika

barwnego dały podobny rezultat, mianowicie długość drogi mieszania znacznika wynosi około 0,4 – 0,5 m. Jednocześnie okazało się, że wielkość ta jest mniejsza aniżeli wynikałoby z wzorów teoretycznych przytoczonych w rozdziale 2.2 niniejszej pracy (zobacz tabela 5.1 powyżej).



Rys. 5.8. Wykres zależności maksymalnej różnicy sum przekrojów wzdłużnych w różnych punktach przekroju poprzecznego dla poszczególnych klatek serii

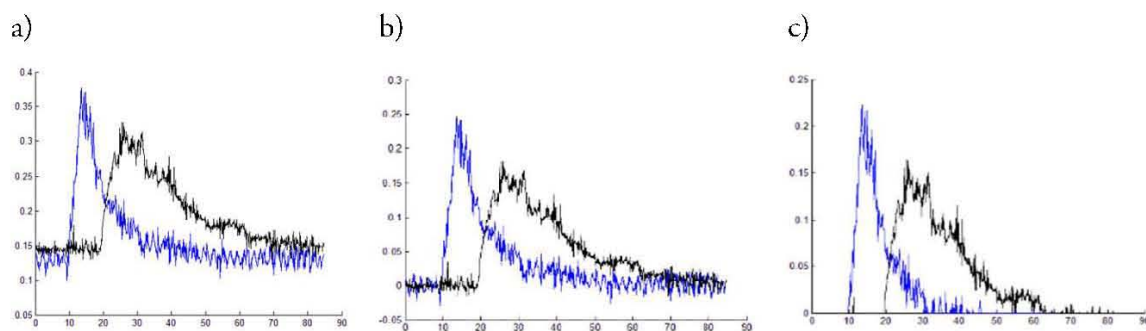
5.2 Wyznaczanie czasu przejścia

Czas przejścia znacznika pomiędzy punktami pomiarowymi stanowi wielość mierzoną, która w badanej metodzie dalej przeliczana jest na wartość wyniku strumienia objętości. Jak wskazano w rozdziale 3.3, między innymi ze względu na duży poziom zakłóceń sygnałów pochodzących z detektorów znacznika, w literaturze oraz pracach badawczych nad tą metodą opisano różne metody wyznaczania tej wielkości. W normie [ISO2975/6] wskazano czasy charakterystyczne przebiegów czasowych z detektorów znacznika, w oparciu o różnice których, wyznacza się czas przejścia (patrz rozdział 2, rys. 2.1). Z kolei [Pyrz, 2008] i [Woldon, 2006] zaproponowali własne sposoby eliminacji zakłóceń (patrz rozdział 3.3) w postaci filtracji [Pyrz, 2008] oraz estymacji do wielomianu [Woldon, 2006]. Autor niniejszej pracy zaproponował własne podejście, polegające na aproksymacji sygnałów pochodzących z detektorów znacznika do modeli pików chromatograficznych, a dalej wyznaczenia czasu przejścia. W swych pracach [Błotnicki i inni, 2010a; Błotnicki i inni, 2013] rozpatrywał modele w postaci funkcji Gaussa (wzór 3.1), wielomianowej modyfikacji funkcji Gaussa 1-go stopnia (PMG-I, wzór 3.2) oraz funkcji będącej złożeniem dwóch pików Gaussa (wzór 3.3). Ponadto, w ramach konsultowania

pracy Drozdowskiego [Drozdowski, 2011], autor brał udział w badaniach nad wykorzystaniem w przedmiotowej metodologii modeli w postaci: funkcji Lorentza (wzór 3.4), funkcji Studenta (wzór 3.5), wielomianowej modyfikacji funkcji Gaussa 2-go stopnia (PMG-II, wzór 3.6), funkcji Poissona (wzór 3.7) oraz wielomianu 4-go stopnia.

Zaproponowany przez autora algorytm wyznaczania czasu przejścia składał się z trzech etapów: usunięcie dryfu (poziomu tła), aproksymacja do wybranego modelu oraz wyznaczenia czasu przejścia w oparciu o wybrane punkty charakterystyczne pików.

Jak zaprezentowano na rysunku 5.9 czysta woda (bez znacznika) posiada przewodność różną od zera, stąd piki sygnalizujące obecność znacznika nie zaczynają się od poziomu zera, tylko od poziomu tła odpowiadającego przewodności czystej wody. Z uwagi na fakt, że część metod podanych w normie [ISO2975/6] polega na obliczeniu powierzchni pod krzywą stężenia, konieczne jest uwzględnienie poziomu tła. W tym celu rozważano dwa sposoby eliminacji tła: obniżenie sygnału do zera oraz odcięcie sygnału na poziomie, który przyjęto jako potrójne odchylenie standardowe sygnału zarejestrowanego dla czystej wody (rys. 5.9).



Rys. 5.9. Eliminacja tła z sygnałów pochodzących z konduktometrów: a) sygnał wyjściowy, b) obniżenie sygnału; c) odcięcie

W celu weryfikacji, która z zaproponowanych metod usunięcia tła daje lepsze rezultaty, przeprowadzono badania doświadczalne, na które składało się 10 eksperymentów pomiarowych przeprowadzonych w identycznych warunkach. Jako miarę oceny przyjęto odchylenie standardowe uzyskanych czasów przejścia. Dla lepszego porównania czasy przejścia znacznika obliczano za pomocą wszystkich czterech sposobów określonych w normie [ISO2975/6]. Wyniki zestawiono w tabeli 5.2.

Tabela 5.2 Porównanie metod eliminacji dryfu (wyniki podane w sekundach)

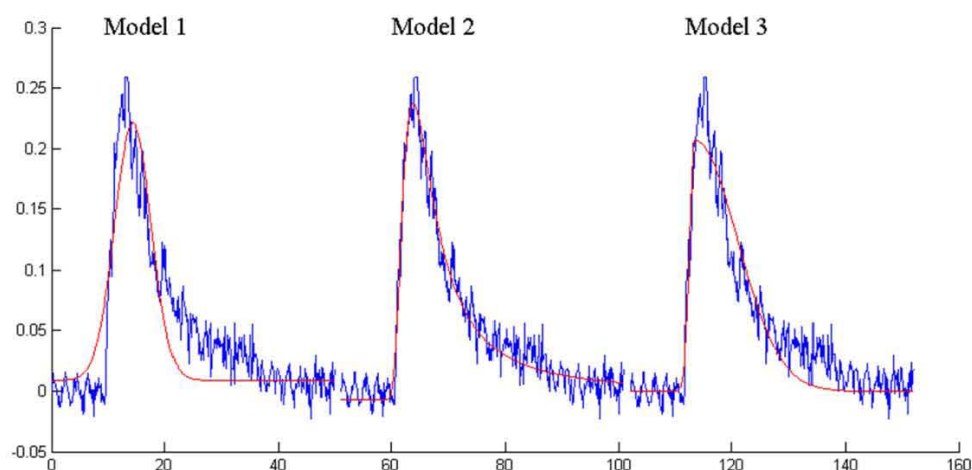
Środek ciężkości		Połowa krzywej stężenia		Połowa odcinka do t		Maksimum stężenia	
Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.
Obniżenie							
11,73	1,16	12,07	1,37	11,68	1,62	9,53	1,86

Odciecie

13,32 1,54 12,52 1,90 12,21 2,34 9,97 2,16

Niezależnie od przyjętego sposobu wyznaczania czasu charakterystycznego, usunięcie dryfu poprzez obniżenie przebiegu do poziomu zero dało lepszy rezultat w odniesieniu do przyjętego kryterium. Dodatkową przewagą „obniżenia” nad „odcieniem” jest fakt, że w przypadku tego drugiego następuje utrata części informacji związanej z zanikaniem znacznika (tzw. ogonem piku). Mając na uwadze uzyskane rezultaty w dalszych rozważaniach przyjęto „obniżenie” przebiegu jako metodę usunięcia dryfu.

Kolejny etap to aproksymacja danych pomiarowych (z usuniętym tłem) do modelu piku. W ramach badań własnych autor przetestował trzy modele: w postaci funkcji Gaussa (wzór 3.1) – model 1, wielomianowej modyfikacji funkcji Gaussa 1-go stopnia (wzór 3.2) – model 2 oraz funkcji będącej złożeniem dwóch pików Gaussa (wzór 3.3) model 3. Na rysunku 5.10 przedstawiono przebiegi dopasowanych funkcji do przykładowych danych.



Rys. 5.10. Aproxymacja zaproponowanych modeli dla przykładowego ciągu danych

Przyjęto trzy kryteria oceny dopasowania danych do zaproponowanych modeli: porównanie sum kwadratów różnic modelu i danych (SKR), analizę sygnału będącego różnicą danych pomiarowych oraz modelu, a także podobnie jak w przypadku oceny metody usunięcia dryfu – porównanie odchylenia standardowego czasów przejścia uzyskanych na podstawie wykorzystanych modeli. Wstępna, wzrokowa ocena wskazuje, że z uwagi na brak symetrii rejestrowanego rozkładu stężenia, model w postaci funkcji Gaussa najgorzej się dopasował do zarejestrowanego przebiegu.

Oceny dopasowania zaproponowanych modeli do zgromadzonych danych dokonano na podstawie dwóch serii pomiarowych, z których każda składała się z 10 identycznie przeprowadzonych prób. Podczas każdej próby rejestrowano przebieg stężenia za pomocą dwóch

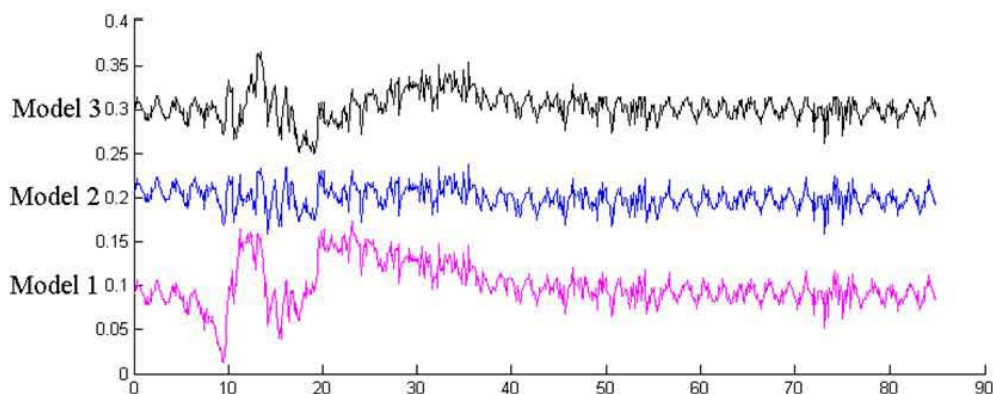
detektorów. Serie różniły się od siebie różnym umiejscowieniem detektorów znacznika, przez co zarejestrowane piki dla poszczególnych serii różniły się od siebie. W tabeli 5.3 przedstawiono zestawienie średnich sum kwadratów różnicy.

Tabela 5.3 Porównanie średnich sum kwadratów różnicy sygnału pomiarowego i modelu (wartość bezwymiarowa)

	Model 1	Model 2	Model 3
Seria 1			
Pik 1	0,531	0,170	0,245
Pik 2	0,245	0,094	0,150
Seria 2			
Pik 1	0,469	0,168	0,205
Pik 2	0,334	0,087	0,108

Analiza kryterium sum kwadratów różnicy, której podsumowanie zawarto w tabeli 5.3 (średnie wartości SKR dla przeprowadzonych serii pomiarowych) potwierdziła wyniki obserwacji wzrokowej, tzn. najlepsze rezultaty uzyskano dla modelu drugiego, natomiast najgorsze dla modelu pierwszego.

Kolejnym sposobem oceny dopasowania zaproponowanych modeli do otrzymanych danych pomiarowych była analiza sygnału będącego różnicą sygnału zarejestrowanego oraz jego modelu (rys. 5.11). Oprócz oceny wzrokowej otrzymanych przebiegów wykonano dla każdego sygnału różnicy test zgodności χ^2 sprawdzający hipotezę, że populacja należy do rozkładu normalnego [Greń, 1984]. Zarówno w przypadku modelu pierwszego jak i trzeciego w znaczącej ilości przypadków hipoteza ta okazywała się nieprawdziwa. Natomiast w przypadku modelu drugiego test χ^2 wykazywał około w 65%, że hipoteza ta była prawdziwa.



Rys. 5.11. Porównanie sygnału będącego różnicą sygnału pomiarowego i modelu

Ostatnim etapem oceny przyjętych modeli pików było wyznaczenie czasu przejścia, a więc wybór punktów charakterystycznych pików stężenia znacznika oraz obliczenie różnicy czasu pomiędzy

nimi. Dla potrzeb oceny dopasowania zebranych danych do zaproponowanych modeli, autor zdecydował się sprawdzić punkty charakterystyczne podane przez normę [ISO2975/6], opisane powyżej. Jako miarę jakości dopasowania zaproponowanych modeli oraz ich użyteczności w badanej metodzie wykorzystano odchylenie standardowe wyznaczonych czasów przejścia. W poniższej tabeli (5.4) przedstawiono porównanie wyznaczonych czasów przejścia oraz ich odchyłeń standardowych. Do zestawienia dołączono również czasy przejścia wyznaczone w sposób podany w normie [ISO2975/6], tj. obliczonych na podstawie „surowych” danych. Kolorem szarym zaznaczono wyniki otrzymane w sposób „klasyczny”, czarnym natomiast wyniki uzyskane zaproponowaną metodą. Pogrubioną czcionką oznaczono wyniki o najmniejszym odchyleniu standardowym.

Tabela 5.4 Porównanie czasów przejścia i ich odchyłeń standardowych (wyniki podane w sekundach)

	Środek ciężkości		Połowa krzywicy stężenia		Połowa odcinka do t		Maksimum stężenia	
	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.
Seria 1								
b.a.*	11,73	1,16	12,07	1,37	11,68	1,62	9,53	1,86
Mod 1	7,3	1,63	11,2	1,36	11,7	1,60	11,7	1,41
Mod 2	10,6	1,03	11,7	1,32	11,5	1,62	13,6	1,36
Mod 3	12,9	1,42	12,3	1,61	11,4	1,49	9,1	1,40
Seria 2								
b.a.*	16,26	1,39	16,37	1,40	16,45	2,05	14,41	2,65
Mod 1	10,9	1,55	15,2	1,32	15,8	1,62	15,9	1,62
Mod 2	14,0	1,30	16,0	1,39	11,9	1,19	13,6	1,02
Mod 3	17,4	1,42	16,6	1,60	13,8	1,72	11,8	1,31

*b.a. - bez aproksymacji, czasy przejścia wyznaczone na podstawie „surowych” danych

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdza się, że niezależnie od przyjętego punktu charakterystycznego, największą powtarzalność (najmniejsze odchylenie standardowe) uzyskano stosując aproksymację danych do modelu drugiego. Co więcej, oprócz uzyskanej poprawy wyników wyliczanego czasu przejścia, należy zwrócić uwagę na jeszcze jeden aspekt, mianowicie dysponując modelem piku aproksymowanym do danych, można określać i wyliczać dokładne punkty charakterystyczne, takie jak: wysokość czy początek piku, czego nie można było zrobić wprost na surowych danych.

Wszystkie przeprowadzone doświadczenia, mające na celu ocenę jakości dopasowania przedstawionych modeli do przebiegów stężenia znacznika, pokazały jednoznacznie, że najlepszym modelem jest model nr 2 (asymetryczna modyfikacja piku Gaussa). Sygnał resztowy

(dla modelu 2), będący różnicą sygnału i jego modelu w ponad połowie wypadków miał rozkład normalny, co potwierdza dobre dopasowanie wytypowanego modelu.

Drozdowski [Drozdowski, 2011] w swoich badaniach, które wykonywał między innymi pod opieką autora, do oceny przydatności modeli oprócz wskaźnika SKR i porównania odchyłeń standardowych czasów przejścia, wykorzystał również wpływ wyboru modelu na błąd pomiaru. W poniższych tabelach 5.5 do 5.7 zestawiono podsumowanie obliczeń wykonanych przez Drozdowskiego. Należy zaznaczyć, że Drozdowski swoje obliczenia wykonał w oparciu o wyniki wykonane przez autora, opisane w punkcie 5.3 (tabela 5.8). Są to inne dane aniżeli opisane w akapicie powyżej (serie I i 2).

Tabela 5.5 Porównanie czasów przejścia i ich odchyłeń standardowych, dane zaczerpnięte z [Drozdowski, 2011] (wyniki podane w sekundach)

	Środek ciężkości		Połowa krzywej stężenia		Połowa odcinka do τ		Maksimum stężenia	
	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.	Średni czas przejścia	Odchylenie standard.
Seria 3								
b.a. [*]	-	0,36	-	0,34	-	0,40	-	0,61
Gauss	10,11	0,36	10,12	0,36	10,12	0,36	10,12	0,36
Lorentz	9,38	0,33	9,87	0,34	9,94	0,34	9,94	0,35
Student	9,98	0,35	10,02	0,35	10,03	0,34	10,01	0,35
PMG-I	11,06	0,50	10,54	0,40	9,99	0,40	9,29	0,40
PMG-II	11,45	0,55	10,66	0,40	10,00	0,37	9,39	0,38
2xGauss	10,80	0,39	10,41	0,39	10,26	0,39	8,79	0,47
Poisson	10,27	0,36	10,18	0,36	10,11	0,36	10,00	0,36
Seria 4								
b.a. [*]	-	0,51	-	0,63	-	0,51	-	1,05
Gauss	27,75	0,72	27,75	0,72	27,77	0,72	27,75	0,72
Lorentz	24,94	0,71	26,76	0,74	27,27	0,77	27,29	0,77
Student	27,01	0,71	27,41	0,73	27,51	0,74	27,53	0,74
PMG-I	27,89	0,50	27,93	0,60	27,37	0,80	25,90	0,90
PMG-II	27,99	0,60	27,91	0,63	27,39	0,76	25,94	0,93
2xGauss	28,89	0,71	28,24	0,66	27,99	0,68	25,04	0,91
Poisson ^{**}	14,52	0,17	14,39	0,17	14,33	0,18	14,19	0,17

^{*}b.a. - bez aproksymacji, czasy przejścia wyznaczone na podstawie „surowych” danych

^{**} - modelu opartego na f-cji Poissona nie udało się dopasować do danych z serii VI, zaprezentowane wyniki są dla innej serii pomiarowej

Tabela 5.6 Porównanie obliczonych wartości strumienia objętości na podstawie otrzymanych czasów przejścia wraz z błędem względnym, dane zaczerpnięte z [Drozdowski, 2011]

	Środek ciężkości		Połowa krzywcy stężenia		Połowa odcinka do τ		Maksimum stężenia	
	Q_v m ³ /h	$ \delta_{av} $ %	Q_v m ³ /h	$ \delta_{av} $ %	Q_v m ³ /h	$ \delta_{av} $ %	Q_v m ³ /h	$ \delta_{av} $ %
Seria 3								
Gauss	1,140	3,3	1,140	3,3	1,140	3,3	1,140	3,3
Lorentz	1,232	5,1	1,168	5,9	1,160	5,1	1,160	5,1
Student	1,155	4,4	1,151	4,3	1,150	4,2	1,152	4,4
PMG-I	1,045	5,3	1,095	0,8	1,154	4,6	1,243	12,6
PMG-II	1,017	7,8	1,083	1,8	1,154	4,5	1,230	11,5
2xGauss	1,069	3,2	1,108	0,4	1,124	1,9	1,324	19,9
Poisson	1,123	1,7	1,133	2,6	1,141	3,3	1,153	4,5
Seria 4								
Gauss	1,030	0,9	1,031	0,9	1,030	0,9	1,031	0,9
Lorentz	1,149	12,5	1,070	4,8	1,050	2,8	1,049	2,8
Student	1,060	3,8	1,044	2,2	1,040	1,9	1,040	1,9
PMG-I	1,022	0,2	1,023	0,2	1,042	2,5	1,110	8,7
PMG-II	1,020	0,1	1,023	0,2	1,045	2,3	1,110	8,7
2xGauss	0,989	3,2	1,012	1,0	1,021	0,0	1,150	12,6
Poisson*	0,916	1,5	0,924	2,4	0,928	2,8	0,937	3,8

* - modelu opartego na f-cji Poissona nie udało się dopasować do danych z serii VI, zaprezentowane wyniki są dla innej serii pomiarowej

Tabela 5.7 Porównanie średnich sum kwadratów różnicy sygnału pomiarowego i modelu, opracowane na podstawie [Drozdowski, 2011] (wartość bezwymiarowa)

	Gauss	Lorentz	Student	PMG-I	PMG-II	2xGauss	Poisson
Seria 3							
Pik 1	10,31	10,99	10,04	3,08	2,88	3,95	8,13
Pik 2	10,33	12,50	10,60	4,08	3,35	4,32	8,19
Seria 4							
Pik 1	7,75	7,88	7,45	3,57	3,43	4,39	-
Pik 2	13,62	13,22	12,48	5,25	4,72	7,70	-
Seria 5							
Pik 1	6,79	7,50	6,72	2,74	2,50	3,11	5,46
Pik 2	8,85	11,11	9,18	4,79	3,70	4,17	7,08

		Seria 6						
Pik 1		5,97	5,96	5,62	1,95	1,85	2,58	-
Pik 2		18,28	18,58	17,59	4,57	2,59	4,64	-

Wyniki analizy sum kwadratów różnicy (SKR) sygnału pomiarowego i modelu (średnie wartości w tabeli 5.7) uzyskane przez Drozdowskiego potwierdziły wyniki uzyskane przez autora pracy. Mianowicie, dla sygnałów pochodzących z detektorów znacznika najlepiej dopasowują się modele asymetryczne: PMG-I, PMG-II oraz złożenie dwóch funkcji Gaussa. Pozostałe modele zaproponowane przez Drozdowskiego, ze względu na swoją symetrię uzyskiwały wyniki wskaźnika SKR wyraźnie gorsze, aniżeli modele asymetryczne. Najlepsze wskaźniki dopasowania otrzymano dla modeli PGM-I i PGM-II, przy czym model stopnia drugiego uzyskał lepsze wyniki od modelu stopnia pierwszego, niemniej jednak różnica między nimi nie była tak znacząca jak w stosunku do modeli symetrycznych.

Przyglądając się wynikom uzyskanym przez Drozdowskiego w zakresie odchylenia standardowego dla obliczanych czasów przejścia (tabela 5.5) należy dostrzec, że zastosowanie zaproponowanych modeli w większości przypadków zmniejsza wartości odchyżeń standardowych. Największą poprawę zaobserwowano w stosunku do czasów obliczanych z wykorzystaniem metody maksimum pików, gdzie dla niektórych serii pomiarowych odchylenie standardowe czasu przejścia zmniejszyło się o blisko połowę. Taka znacząca poprawa związana jest z małą odpornością stosowania maksimum pików jako czasu charakterystycznego dla zaszumionych sygnałów. Powyższe pokazuje, iż zastosowanie modelowania pozwala na wykorzystanie punktów charakterystycznych mało odpornych na zakłócone sygnały takie jak maksimum czy początek pików.

Aby właściwie zinterpretować podane przez Drozdowskiego wyniki pomiaru strumienia objętości oraz ich błędy należy zwrócić uwagę na metodologię jaką przyjął on przy obliczaniu współczynnika wzorcowania k . Z opisu zawartego w rozdziale 6.6 [Drozdowski, 2011] wynika, że współczynnik ten został wyznaczony w sposób doświadczalny w oparciu o te same dane pomiarowe, które wykorzystano do późniejszego obliczania wielkości mierzonej. W trakcie wyznaczania współczynnika wzorcowania wykorzystano czasy przejścia wyznaczone w oparciu o metody podane w normie [ISO2975/6] oraz czas przejścia wyznaczony jako czas pomiędzy początkami pików. Jako kryterium wyboru metody przyjęto najmniejsze odchylenie standardowe, które uzyskano dla współczynnika wyznaczonego z wykorzystaniem metody połowy krzywej stężenia. Przyjęty współczynnik to średnia wartość z poszczególnych pomiarów wszystkich serii. Takie podejście poskutkowało tym, że po pierwsze uzyskano wyniki stosunkowo niewiele różniące się od wartości uznanej za prawdziwą – błąd w większości przypadków nie przekraczał 5%, oraz że najlepsze wyniki uzyskano dla wartości strumienia

objętości wyznaczanego przy wykorzystaniu właśnie metody połowy krzywej stężenia. Co istotne, minimalne wartości błędów uzyskano w przypadku modeli najlepiej dopisujących się do danych (PGM-II, PGM-I oraz złożenia pików Gaussa). Należy też zaznaczyć, że w przypadku tych modeli uzyskano największe różnice pomiędzy wyliczonymi wartościami strumienia objętości (zależnie od sposobu wyznaczania czasu przejścia). Oznacza to, że w przypadku gdy model jest dobrze dopasowany do danych lub sygnał z detektorów nie jest zakłócony, każdy ze sposobów wyznaczania czasu przejścia daje informację o innej prędkości, a obliczony współczynnik wzorcowania jedną metodą daje niesatysfakcjonujące wyniki dla pozostałych metod. Z drugiej strony dla modeli, które nie cechowały się dobrym dopasowaniem do danych, dochodziło do uśrednienia i uzyskiwano przeciętne wyniki dla wszystkich metod wyznaczania czasów charakterystycznych. Najkorzystniejszym byłoby wyznaczenie takiego sposobu określenia czasu przejścia, który pozwoliłby na wyznaczenie od razu średniej wartości prędkości strugi – w takim wypadku współczynnik wzorcowania wynosiłby 1.

Podsumowując badania wykonane przez autora pracy oraz opublikowane w pracy [Drozdowski, 2011] stwierdza się, że zaproponowana przez autora metoda wyznaczania czasu przejścia, przy zastosowaniu dobrze dobranego modelu, oddającego istotę zjawiska rozprzestrzeniania się znacznika w strudze, pozwala na polepszenie powtarzalności wyznaczania czasu przejścia oraz umożliwia wykorzystanie sposobów wyznaczania czasu przejścia metodami, których zastosowanie nie było możliwe przy mocno zakłóconych sygnałach z detektorów znacznika: maksimum i początek piku. Wykonane przez obu autorów obliczenia jednoznacznie wskazują, że do przedmiotowego zagadnienia najlepiej nadają się modele uwzględniające asymetrię pików tj.: PGM-II, PGM-I oraz model będący złożeniem dwóch krzywych Gaussa. Mając na uwadze kompromis pomiędzy dobrym dopasowaniem modelu a nadmierną jego parametryzacją, autor zdecydował się na wybór modelu PGM-I jako modelu najlepiej dostosowanego do badanego zagadnienia. Ponadto, analiza wyników przedstawionych przez Drozdowskiego wykazała, że czasy charakterystyczne wyznaczone różnymi metodami odpowiadają różnym prędkościom, stąd niezbędne będzie wyznaczenie współczynnika oddzielnie dla każdego z tych sposobów.

5.3 Wyznaczanie współczynnika wzorcowania

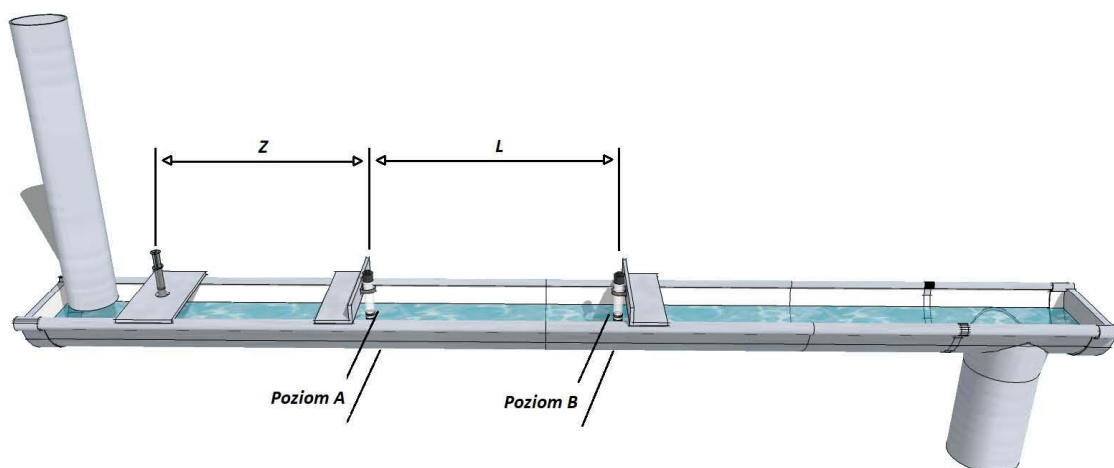
Współczynnik wzorcowania k zgodnie z definicją określoną zależnością 2.3 jest stosunkiem średniej prędkości strugi w całym przekroju przepływowym do prędkości punktowej, wyznaczonej na podstawie różnicy czasów przejścia znacznika pomiędzy detektorami. Teoretyczne rozważania na temat wyznaczania współczynnika wzorcowania zostały opisane w rozdziale 3.4 pracy. Wg informacji tam zgromadzonych, wartość współczynnika wzorcowania w zależności od rozkładu prędkości w badanej strudze oraz umiejscowienia punktowego pomiaru

prędkości może przyjmować wartości z zakresu około $0,7 \div 1,4$, a w przypadku umiejscowienia czujnika pomiaru prędkości w osi kanału, w połowie wysokości jego wypełnienia $0,85 \div 0,98$.

Mając na uwadze gabaryty kanału zainstalowanego na stanowisku pomiarowym oraz fakt, iż czujniki konduktometryczne mierzą przewodność w bliskim otoczeniu, a nie punktowo, należy przyjąć roboczą hipotezę, że prędkość wyznaczona na podstawie zarejestrowanego czasu przejścia nie będzie prędkością punktową, a uśrednioną w pewnym obszarze wokół czujnika. Przykładowa powierzchnia przepływowa strugi na stanowisku badawczym to 42 cm^2 , podczas gdy powierzchnia robocza czujnika konduktometrycznego w przekroju to ok. 3 cm^2 . Jeszcze bardziej uwidacznia się to w przekroju pionowym: wypełnienie kanału to ok. 5 cm, a skrajna odległość pomiędzy elektrodami ok. 1,5 cm. Gdyby przekrój przepływowy był znacznie większy, można by przyjąć, że zmierzona prędkość jest prędkością punktową, jednakże w rozważanym przypadku nie można tego zignorować. Mając na uwadze powyższe, autor zdecydował się wyznaczyć współczynnik wzorcowania doświadczalnie. Badania przeprowadzono z wykorzystaniem badanej metody ze znacznikiem w postaci chlorku sodu, a także z wykorzystaniem znacznika barwnego.

5.3.1 Badania ze znacznikiem chemicznym

Badania nad wyznaczeniem współczynnika wzorcowania k przeprowadzono z uwzględnieniem dotychczasowych wyników w zakresie ustalenia drogi mieszania znacznika (rozmieszczenia punktów pomiarowych) oraz z wykorzystaniem modelowania stężenia znacznika w punkcie pomiarowym. Jako model, do którego aproksymowano dane z czujników, przyjęto zgodnie z wynikami opisanymi w pkt 5.2 model PMG-I. Doświadczenia przeprowadzono na stanowisku opisanym w rozdziale 4.1, a jako przepływomierz wzorcowy wykorzystano przepływomierz Endress-Hauser Promag 30F, którego wyniki wzorcowania przedstawiono w załączniku 4.1. W trakcie badań nad wyznaczeniem współczynnika wzorcowania przeprowadzono 4 serie pomiarowe, składające się z 8 do 10 eksperymentów pomiarowych wykonanych w identycznych warunkach. Poszczególne serie różniły się od siebie rozmieszczeniem punktów pomiarowych, wartością strumienia objętości oraz wypełnieniem kanału pomiarowego. Na rysunku 5.12 oraz w tabeli 5.8 przedstawiono konfigurację stanowiska pomiarowego podczas badań.



Rys. 5.12. Konfiguracja stanowiska pomiarowego, gdzie: *Poziom A* – to poziom wody w miejscu zanurzenia pierwszego czujnika, *Poziom B* – poziom wody w miejscu zanurzenia drugiego czujnika, długość L – odległość pomiędzy elektrodami (punktami pomiarowymi), z – odległość od miejsca iniekcji znacznika do pierwszej elektrody

Tabela 5.8 Opis przeprowadzonych serii pomiarowych

	Seria* 3	Seria 4	Seria 5	Seria 6
Liczba pomiarów	10	8	9	10
Odległość Z , mm	1000	1000	800	800
Odległość L , mm	500	1000	600	1000
Średni poziom A , mm	46	56	46	36
Średni poziom B , mm	53	73	56	55
Przybliżona wartość strumienia objętości, m ³ /h	1,1	1,0	0,9	0,8

*dla zachowania przejrzystości zachowano tą samą numerację serii pomiarowych

Na podstawie zgromadzonych danych (serie pomiarowe 3 do 6) wyznaczono współczynnik wzorcowania k wg poniższego algorytmu:

1. Aproksymacja sygnałów wyjściowych z detektorów do modelu PGM-I;
2. Określenie czasów charakterystycznych i wyznaczenie czasu przejścia na podstawie uzyskanych modeli za pomocą metod z normy [ISO2975/6] oraz na podstawie początku pików;
3. Obliczenie prędkości strugi na podstawie czasów wyliczonych w kroku 2;
4. Wyznaczenie średniej prędkości strugi jako stosunku średniego wskazania przepływomierza wzorcowego do powierzchni przepływowej wyliczonej z wzoru 3.20,

przy czym jako poziom wypełnienia kanału przyjmowano wartość średnią dla punktów A i B;

5. Obliczenie współczynnika wzorcowania (wzór 2.3) dla wszystkich wyznaczonych czasów przejścia.

W tabeli 5.9 przedstawiono średnie wartości współczynnika k dla poszczególnych metod wyznaczania czasów przejścia na podstawie danych z serii pomiarowych 3 do 6. Dodatkowo w powyższej tabeli zestawiono wyniki obliczeń współczynnika k zamieszczone w pracy [Drozdowski, 2011]. Drozdowski operował na tych samych danych pomiarowych wykonanych przez autora, z tym że w procesie wyznaczania współczynnika k nie stosował modelowania krzywych stężenia znacznika. W tabeli 5.10 zawarto odchylenia standardowe dla wyliczonych wartości współczynnika. Pełne zestawienie wyników wyznaczonych współczynników zawarto w załączniku 5.1.

Tabela 5.9 Porównanie średnich wartości wyznaczonych różnymi metodami współczynników wzorcowania k

Seria	Maksimum stężenia		Początek piku		Środek ciężkości		Połowa krzywej stężenia		Połowa odcinka do osi t	
	Mod.*	Drozd.**	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.
3	1,12	1,07	0,88	0,91	1,33	1,30	1,29	1,27	1,22	1,21
4	1,03	0,98	0,80	0,73	1,15	1,09	1,14	1,10	1,09	1,07
5	1,06	1,11	0,92	0,89	1,36	1,21	1,25	1,18	1,16	1,10
6	1,13	1,13	0,86	0,88	1,18	1,23	1,23	1,22	1,20	1,21
Śr.	1,08	1,07	0,86	0,85	1,26	1,20	1,23	1,19	1,17	1,15

Mod.* - dane uzyskane za pomocą algorytmu opisanego w tekście powyżej (z wykorzystaniem modelowania)

Drozd.** - uśrednione wyniki uzyskane w pracy [Drozdowski, 2021]

Tabela 5.10 Porównanie odchylenia standardowego dla wyznaczonych różnymi metodami współczynników wzorcowania k

Seria	Maksimum stężenia		Początek piku		Środek ciężkości		Połowa krzywej stężenia		Połowa odcinka do osi t	
	Mod.*	Drozd.**	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.	Mod.	Drozd.
3	0,06	0,20	0,06	0,08	0,12	0,13	0,08	0,09	0,07	0,14
4	0,11	0,15	0,06	0,30	0,10	0,09	0,10	0,10	0,12	0,08
5	0,06	0,20	0,07	0,05	0,06	0,06	0,05	0,04	0,06	0,07
6	0,06	0,11	0,05	0,04	0,12	0,03	0,04	0,03	0,05	0,10
Śr.	0,07	0,17	0,06	0,12	0,10	0,08	0,07	0,07	0,08	0,10

Mod.* - dane uzyskane za pomocą algorytmu opisanego w tekście powyżej (z wykorzystaniem modelowania)

Drozd.** - dane zaczerpnięte z pracy [Drozdowski, 2021]

Średnie wartości uzyskanych współczynników wzorcowania k , wyznaczonych zaproponowaną metodą nie różniły się znacząco od wyników uzyskanych przez Drozdowskiego, który przy wyznaczaniu czasów przejścia wykorzystał metodologię opisaną w normie [ISO2975/6] – w 4 przypadkach na 20 różnica przekraczała 5%. Należy jednak podkreślić, że w większości wypadków uzyskano odchylenie standardowe z próby (wyznaczonego współczynnika) mniejsze lub zbliżone do uzyskanego w pracy [Drozdowski, 2021]. Poprawę powtarzalności zaobserwowano zwłaszcza dla metod wrażliwych na zakłócone sygnały, tj.: początek piku oraz maksimum stężenia. Natomiast w przypadku metod uśredniających (środek ciężkości, połowa krzywej stężenia) powtarzalność uzyskanych wyników była podobna.

Ponadto przeprowadzone wyliczenia potwierdziły wniosek, który autor wysnuł na podstawie analizy wyników uzyskanych przez Drozdowskiego, że każda z analizowanych metod wyznaczania czasu przejścia pozwala na wyznaczenie czasu odpowiadającego innej wartości prędkości (patrz. rozdział 5.2 powyżej). Wynika z tego, że dla każdej z tych metod powinien być wyznaczony oddzielny współczynnik wzorcowania. Wartość współczynnika najbliższą jedności (1,08) uzyskano dla metody maksimum stężenia.

5.3.2 Badania ze znacznikiem barwnym

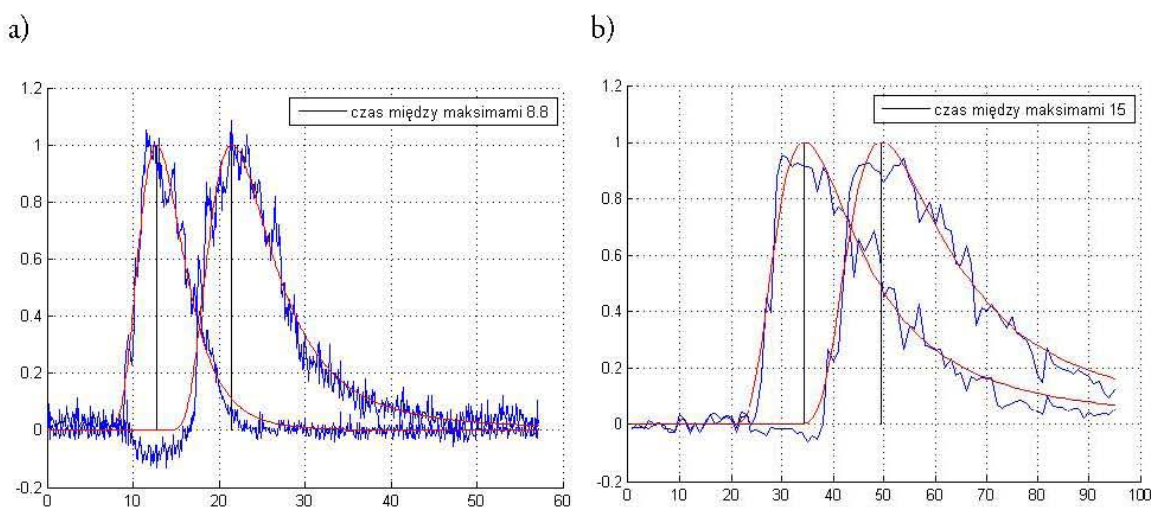
Badania nad współczynnikiem wzorcowania przeprowadzono również z wykorzystaniem znacznika barwnego. W tym celu powtórzono badania opisane w punkcie 5.1.2 uzupełniając doświadczenie o dodatkowe pomiary pozwalające na wyznaczenie współczynnika wzorcowania k , tj.: wzorcowy pomiar strumienia objętości oraz poziom wypełnienia kanału. Na tak zestawionym stanowisku pomiarowym przeprowadzono 5 eksperymentów pomiarowych różniących się od siebie sposobem i ilością podanego znacznika. W tabeli 5.11 zawarto opis wykonanych pomiarów

Tabela 5.11 Opis przeprowadzonych eksperymentów pomiarowych

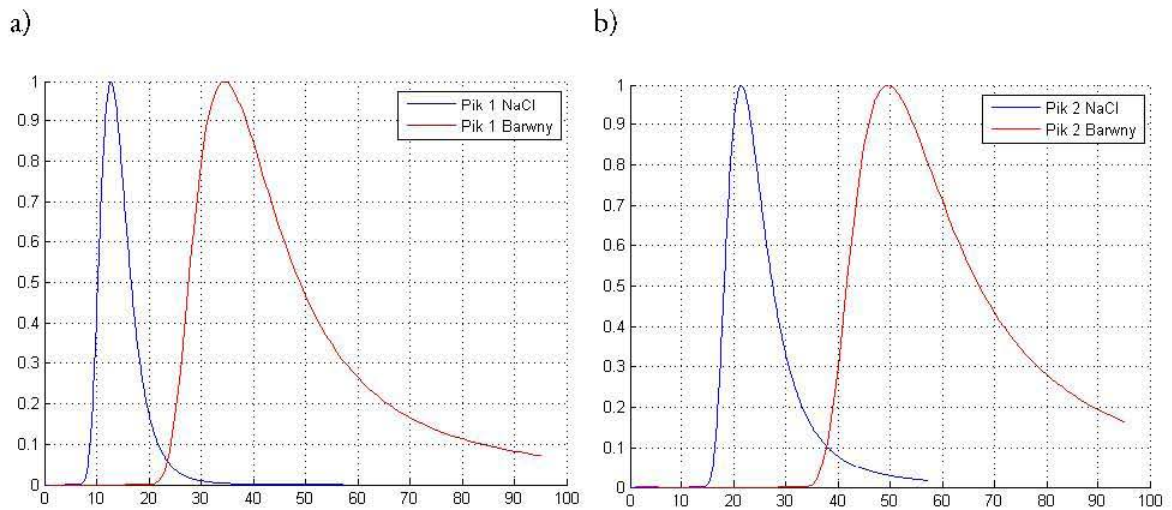
	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	Pomiar 4	Pomiar 5
Liczba zarejestrowanych klatek (1kl / sek)	123	109	97	101	96
Wypełnienie na początku sekcji pomiarowej, mm	72	72	72	72	72
Wypełnienie na końcu sekcji pomiarowej, mm	78	78	78	78	78
Ilość znacznika, ml	5	5	3	2	3
Sposób podania	Strzykawka 60 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 60 ml
Przybliżona wartość strumienia objętości, m ³ /h	1,26	1,25	1,25	1,24	1,24

W pierwszym kroku spośród wykonanych pomiarów wytypowano taki, który charakterem rozprzestrzeniania się chmury znacznika najbardziej przypominał pomiary wykonane z wykorzystaniem znacznika NaCl. Jako wynik referencyjny wytypowano dane pomiarowe z serii 3, opisanej w pkt powyżej (tabela 5.8). Seria ta charakteryzowała się podobną wartością strumienia objętości ($1,1 \text{ m}^3/\text{h}$), natomiast ze względu na fakt, iż podczas pomiarów ze znacznikiem barwnym przymknięto zawór odpływowy, to w trakcie tych pomiarów uzyskano większe wypełnienie kanału.

W celu porównania pomiarów ze znacznikiem barwnym do tych z NaCl zmodyfikowano algorytm przetwarzania obrazów tak, by ten uśredniał wartość intensywności pikseli z obszaru $1 \times 1 \text{ cm}$, zlokalizowanego w miejscu zamocowania detektorów podczas wykonywania pomiarów z NaCl (dla serii 3, 1000 i 1500 mm). Następnie uzyskane w ten sposób czasowe przebiegi stężenia znacznika barwnego poddano analogicznemu przetwarzaniu, jak dla znacznika NaCl tj. aproksymacja do modelu PGM-I. W celu porównania pików uzyskanych z wykorzystaniem znacznika NaCl i znacznika barwnego znormalizowano ich wysokości. Kolejne etapy porównania ujęto na rysunkach 5.13 i 5.14, na których przedstawiono przebiegi dla pomiaru nr 4, którego podobieństwo było najbliższe do przebiegów uzyskanych ze znacznikiem NaCl. W załączniku 5.2 przedstawiono porównanie dla wszystkich wykonanych pomiarów.



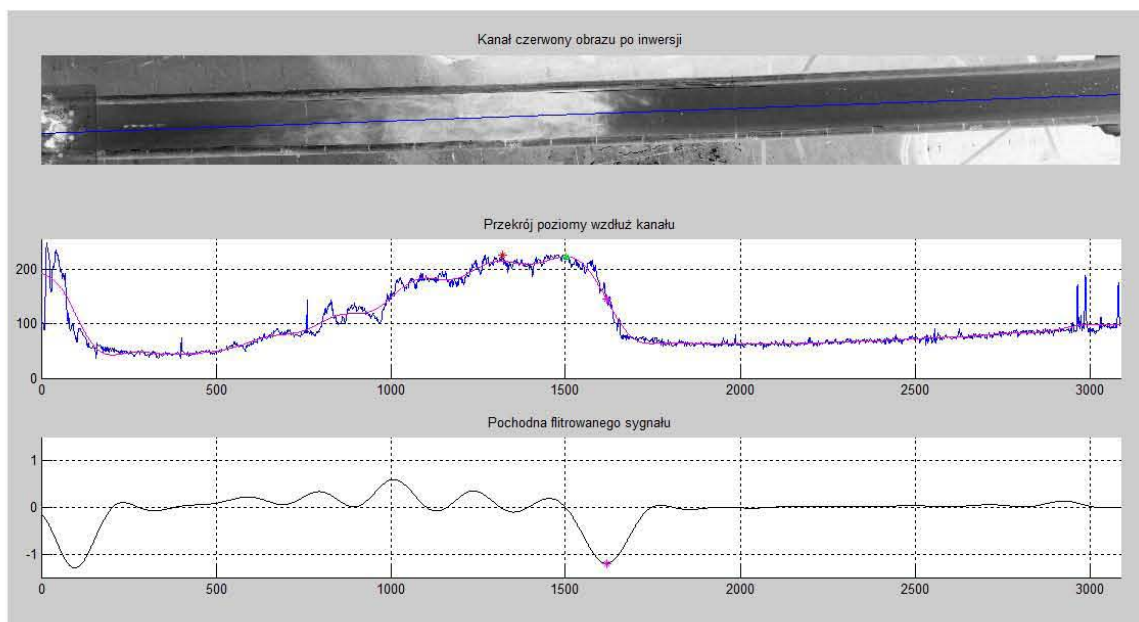
Rys. 5.13. Znormalizowane przebiegi stężenia znacznika w czasie: a) znacznik NaCl, b) znacznik barwny



Rys. 5.14. Porównanie pików uzyskanych z wykorzystaniem znacznika barwnego i NaCl: a) detektor w odległości 1000 mm, b) w odległości 1500 mm od miejsca iniekcji znacznika

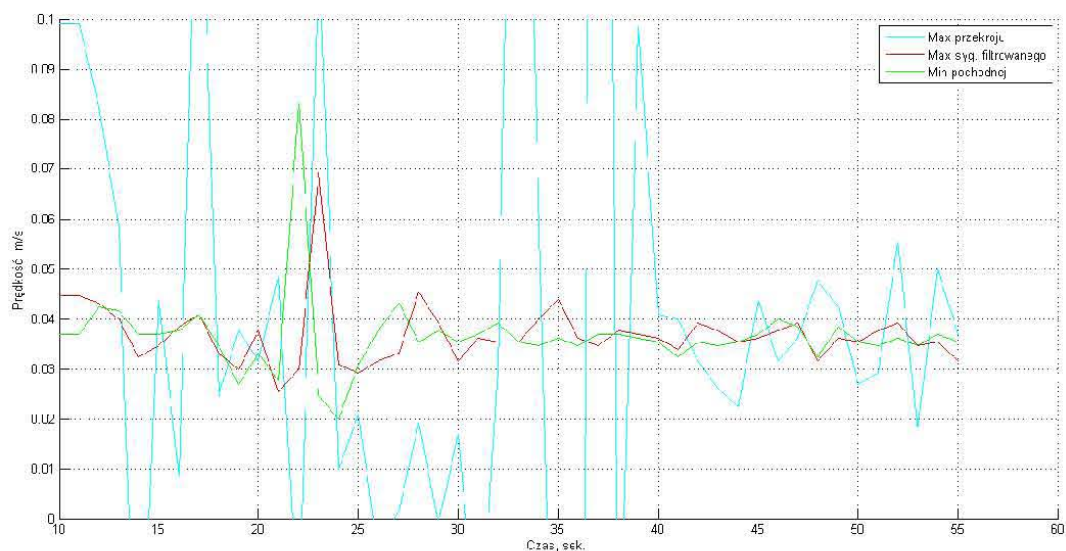
Pomimo faktu, iż przedstawione powyżej porównanie jest najlepszym z osiągniętych, widać wyraźnie, że piki uzyskane na podstawie pomiarów z znacznikiem NaCl pojawiają się wcześniej i są „węższe”. Co więcej, przedstawiony na rysunku 5.13 czas przejścia pokazuje, że jest on prawie dwukrotnie większy dla pomiarów wykonanych przy użyciu znacznika barwnego. Niewątpliwie ma to związek z faktem, że podczas wykonywania pomiarów ze znacznikiem barwnym zmniejszono nastawę na zaworze odpływowym z rynny, co przełożyło się na większe wypełnienie kanału, a to z kolei zwiększyło przekrój przepływowy i tym samym zmniejszyło prędkość liniową strugi. Z uwagi na fakt, że porównanie dla pomiaru nr 4 było najbardziej korzystne oraz, że dla pozostałych pomiarów uzyskano mniej satysfakcjonujące wyniki, dalsze obliczenia przedstawiono dla tych danych. Wyniki obliczeń dla pozostałych pomiarów zawarto w załączniku nr 5.2.

Na potrzeby wyznaczenia współczynnika wzorcowania k zmodyfikowano algorytm opisany w pkt 5.1.2. Zasadnicza jego część, tj. rozbicie RGB oraz inwersja kanału R pozostały bez zmian, natomiast w dalszym etapie bazując na profilu wzdłużnym określono położenie punktów identyfikacyjnych, przyjęto 3 sposoby ich określania: maksimum przekroju – odpowiadające maksimum pików, maksimum przefiltrowanego przekroju oraz minimum pochodnej filtrowanego sygnału – odpowiadające początkowi pików. Do filtracji wykorzystano zaimplementowany w środowisku Matlab filtr Butterworth’a o parametrach dobranych doświadczalnie. Wynik algorytmu dla pojedynczej klatki zaprezentowano na rysunku 5.15.

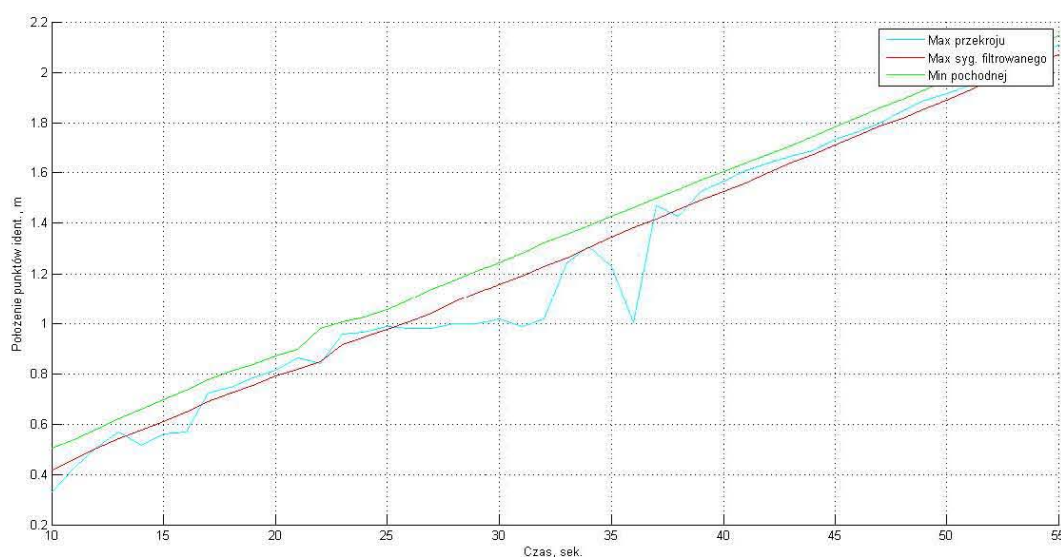


Rys. 5.15. Wynik działania algorytmu przetwarzania obrazu dla pojedynczej klatki, gwiazdka czerwona oznaczono położenie maksimum przekroju wzdłużnego, zieloną maksimum sygnału przefiltrowanego, a różową minimum pochodnej sygnału przefiltrowanego

Dla każdego ujęcia oprócz położenia punktu identyfikacyjnego wyznaczano prędkość punktową, odpowiadającą drodze jaką pokonał dany punkt w czasie od poprzedniego ujęcia. Na rysunku 5.16 przedstawiono wykres prędkości punktovej wyznaczonej na podstawie poszczególnych punktów identyfikacyjnych, a na rysunku 5.17 położenie punktów identyfikacyjnych w poszczególnych chwilach czasu.



Rys. 5.16. Zależność prędkości punktovej w czasie



Rys. 5.17. Położenie punktów identyfikacyjnych w czasie

Na podstawie powyższych wykresów, a zwłaszcza zależności prędkości punktowej od czasu, można stwierdzić, że ze względu na duży szum w przekroju wzdłuż kanału najprostsza metoda polegająca na określeniu maksimum się nie sprawdza: obserwuje się duże skoki wyznaczanych prędkości punktowych oraz duże nieliniowości czasowej zależności położenia maksimum stężenia. Zastosowanie filtrowania znacząco poprawia rezultat działania algorytmu: prędkości punktowe wahają się w okolicy wartości 0,04 m/s, a położenie maksimum pików i czoła chmury znacznika układają się w niemal liniową zależność.

Średnią prędkość wyznaczono jako współczynnik nachylenia prostej aproksymowanej do danych przemieszczenia w czasie. Na podstawie uzyskanej prędkości, mając do dyspozycji wzorcową wartość strumienia objętości oraz poziom wypełnienia kanału, wyznaczono współczynnik wzorcowania k z zależności 2.3. Obliczenia wykonano dla wszystkich trzech sposobów określania punktów identyfikacyjnych, a wyniki zestawiono w tabeli 5.12. Wyniki dla pozostałych pomiarów przedstawiono w załączniku 5.2.

Tabela 5.12 Zestawienie współczynników wzorcowania k wyznaczonych różnymi metodami

	Max. przekroju	Max. syg. filtrowanego	Min. pochodnej syg. filt.
Średnia prędkość w osi kanału, m/s	0,038	0,037	0,036
Współczynnik k	1,05	1,09	1,10

Przeprowadzone doświadczenia z wykorzystaniem znacznika barwnego pozwoliły na wyznaczenie współczynnika k , którego wartości okazały się zbliżone do wartości uzyskanej z wykorzystaniem znacznika chemicznego $k = 1,08$, do wyznaczania którego zastosowano metodę maksimum stężenia, a więc metodą najbardziej zbliżoną do metod zastosowanych przy

pomiarach ze znacznikiem barwnym. Niemniej jednak przy doświadczeniach ze znacznikiem barwnym nie zaobserwowano wyraźnego zróżnicowania wartości współczynnika w odniesieniu do metody jego wyznaczania – dla metody chemicznej współczynnik k wyznaczony metodą początek piku był o około 0,2 mniejszy, niż wyznaczony na podstawie maksimum stężenia. Mogło to być spowodowane tym, że podczas doświadczeń ze znacznikiem barwnym zawór odpływowy był bardziej przyknięty, przez co prędkości strugi były mniejsze oraz faktem, że przyjęta metodyka działania podczas pomiarów ze znacznikiem barwnym uwzględniała analizę znacznika na powierzchni strugi, a nie w połowie wypełnienia kanału, jak to miało miejsce ze znacznikiem NaCl. Z przeprowadzonych doświadczeń wynika jeszcze jeden ważny wniosek, że współczynnik wzorcowania k pomimo zmienienia parametrów na stanowisku (zmiana wypełnienia kanału oraz prędkości strugi) nie zmienił w sposób istotny swojej wartości.

W celu podsumowania rozważań w zakresie współczynnika wzorcowania k , w tabeli 5.13 zestawiono wartości uzyskane w sposób doświadczalny z wartościami teoretycznymi, które zostały określone w rozdziale 3.4. W celu lepszego zobrazowania oraz zachowania płaszczyzny odniesienia dla metod doświadczalnych, w tabeli pokazano tylko wyniki uzyskane metodami związanymi z maksimum stężenia znacznika oraz z początkiem chmury znacznika

Tabela 5.13 Porównanie wartości współczynnika wzorcowania wyznaczonego k doświadczalnie z wynikami teoretycznymi

Wartość współczynnika wzorcowania k	Teoretyczne dla kanału o przekroju kołowym ¹⁾	Teoretyczne dla kanału o przekroju prostokątnym ²⁾	Doświadczalne z wykorzystaniem znacznika chemicznego ³⁾		Doświadczalne z wykorzystaniem znacznika barwnego ⁴⁾	
			Pocz. piku	Max. stęż.	Pocz. piku	Max. stęż.
Minimalna	0,85	0,86	0,80	1,03	1,07	1,08
Maksymalna	0,92	0,91	0,92	1,13	1,15	1,27

1) wyniki teoretyczne uzyskane na podstawie wzorów podanych w rozdziale 3.4

2) wyniki uzyskane przez [Drozdowskiego, 2011]

3) wyniki uzyskane metodą wyznaczania czasu przejścia: początek piku i maksimum stężenia (pozostałe wyniki w tabeli 5.9)

4) wyniki uzyskane metodą: pochodna przefiltrowanego przekroju oraz maksimum przefiltrowanego przekroju (pozostałe wyniki w załączniku 5.2 tabela Z.5.2.4)

Analiza zestawienia przedstawionego w tabeli nr 5.13 pokazuje, że za wyjątkiem wartości współczynnika k wyznaczonego metodą „początek piku”, wyniki uzyskane doświadczalnie nie pokrywają się z obliczeniami teoretycznymi. Należy zważyć jednak na okoliczności, o których autor wspomniał we wstępie przedmiotowego rozdziału, że gabaryty czujnika konduktometrycznego w odniesieniu do powierzchni przepływowej kanału powodują, że w rozważanym przypadku nie może być mowy o punktowym pomiarze prędkości, a uśrednieniu prędkości z pewnego obszaru wokół czujnika. Co więcej, wyznaczając czas przejścia w oparciu

o którąś z metod podanych przez normę [ISO2975/6] dochodzi do kolejnego uśredniania, a przez to podczas wyznaczania współczynnika wzorcowania porównuje się: prędkość średnią z całej powierzchni przepływowej (wyznaczoną jako stosunek przepływu wzorcowego do pola powierzchni przepływowej) do prędkości uśrednionej z pewnego obszaru wokół czujnika, obliczonej na podstawie czasu przejścia, do wyznaczenia którego wykorzystano metodą dokonującą kolejnego uśredniania. Ponadto, jak wykazano podczas analizy wyników obliczeń [Drozdowski, 2011], metody określone przez normę [ISO2975/6] dla tych samych danych dają różne czasy przejścia. Wyjątkiem od powyższego okazuje się być metoda zaproponowana przez autora, bazująca na modelowaniu oraz określaniu czasu przejścia jako czasu pomiędzy początkami pików. W tym wypadku dochodzi do najmniejszego uśrednienia gdyż „czoło chmury znacznika” niejako punktowo dociera do detektorów. Tezę tę potwierdzają wyniki doświadczalne uzyskane ze znacznikiem chemicznym, które pokrywają się z danymi uzyskanymi w oparciu o wzory teoretyczne. Takiego rezultatu – pokrycia wyników uzyskanych dla początku pików z obliczeniami teoretycznymi nie udało się uzyskać dla pomiarów z wykorzystaniem znacznika barwnego. Należy tu mieć na uwadze fakt, iż analizowane było „stężenie znacznika” na powierzchni strugi, a wyliczenia teoretyczne przeprowadzono dla czujnika zanurzonego na połowie głębokości kanału. Co więcej, wyniki optycznie cechowały się dużym poziomem zakłóceń oraz znacznym rozrzutem pomiędzy kolejnymi pomiarami.

Podsumowując wszystkie przeprowadzone doświadczenia w zakresie współczynnika wzorcowania k należy wysnuć następujące wnioski:

1. Najlepszym z możliwych rozwiązań jest doświadczalne wyznaczenie współczynnika wzorcowania dla danej konfiguracji pomiarowej stanowiska;
2. Współczynnik powinien być wyznaczany oddzielnie dla różnych metod obliczania czasu przejścia;
3. W przypadku, gdy nie ma możliwości wyznaczenia współczynnika doświadczalnie, można bazować na teoretycznych wzorach, jednak w tym wypadku najkorzystniej jest obliczać czas przejścia metodą bazującą na początku pików, gdyż metoda ta najlepiej odwzorowuje prędkość punktową, do której odwołują się teoretyczne wzory;
4. W powyższym przypadku (pkt 3), gdy sygnał z detektorów jest zaszumiony lub częstotliwość próbkowania jest niewielka, warto zastosować aproksymację wyników pomiarów stężenia do modeli;
5. Najlepsze efekty uzyskuje się dla modeli: PGM-I i PGM-II;
6. W przypadku jak w pkt 3 oraz gdy koryto ma niewielkie gabaryty, w celu zgrubnego oszacowania wielkości strumienia objętości można przyjąć współczynnik wzorcowania równy jedności oraz do oznaczania czasu przejścia znacznika przyjąć metodę maksimum pików.

5.4 Pomiar strumienia objętości metodą czasu przejścia

5.4.1 Pomiar oraz obliczenie wielkości mierzonej

Ostatnim etapem części doświadczanej pracy w zakresie znacznikowej metody czasu przejścia było wykonanie pomiaru strumienia objętości tą metodą. W trakcie pomiaru uwzględniono wnioski płynące z dotychczasowych badań dotyczące: parametrów układu pomiarowego, sposobu wyznaczania czasu przejścia, a także wyznaczania współczynnika wzorcowania k . W celu weryfikacji efektywności opracowanego algorytmu przetwarzania danych z czujników stężenia znacznika oraz ustaleń dotyczących współczynnika wzorcowania k , oprócz osobiście wykonanych pomiarów, autor sięgnął do danych historycznych pozyskanych przez innych autorów: [Kroczeck, 1993] i [Pyrz, 2008]. Spośród danych zgromadzonych w ww. publikacjach wybrano takie, które możliwie dobrze wpisywały się w określone przez autora pracy parametry układu pomiarowego. W tabeli 5.14 zestawiono badane serie pomiarowe.

Tabela 5.14 Porównanie analizowanych serii pomiarowych

	1	2	3
Źródło danych	Badania własne	[Pyrz, 2008], seria pomiarowa nr 8	[Kroczeck, 1993], pomiary 13 do 18
Detektor znacznika	Własne rozwiązanie	Elmetron CC-315a	Konduktometr N5711
Częstotliwość próbkowania, Hz	10	10	0,2
Badany kanał	Rywna o długości 3,3 m oraz promieniu 65 mm		Półokrągły o długości 3,2 m i pr. 73 mm
Liczba pomiarów w serii	10	10	6
Średnia wartość strumienia objętości, m ³ /h	1,06	0,53	0,35
Średnie wypełnienie kanału, mm	63	38	38
Odległość pierwszego pkt pom. od miejsca iniekcji, mm	500	600	800
Odległość między detektorami, mm	1500	500	800
Wzorcowy pomiar strumienia objętości	Endress-Hauser Promag 30F	Enko Digital Flowmeter	Wzorcowanie metodą objętościową

Na podstawie zgromadzonych danych, dla każdego z pomiarów obliczono strumień objętości. Podczas obliczeń wykorzystano algorytm wyznaczania czasu przejścia, opisany w rozdziale 5.2 oraz wykorzystano wartości współczynników wzorcowania k wyznaczone w punkcie 5.3 (tabela 5.9). Czasy przejścia znacznika, a dalej wartości strumienia objętości wyznaczano wszystkimi z badanych metod: maksimum stężenia – MS , początek piku – PP , środek ciężkości – SC , połowa krzywej stężenia – $S2$ oraz połowa odcinka równoległego – PR . Ponadto z uwagi na fakt, iż pomiary wykonane przez Kroczecka były realizowane na innym kanale, zdecydowano się

wykonać dodatkowe obliczenia metodą maksimum stężenia, przyjmując współczynnik wzorcowania $k = 1$, gdyż podczas badań opisanych w pkt 5.3 dla tej metody wartość współczynnika była najbliższa jedności. Wyniki obliczeń wraz z porównaniem do wartości prawdziwej przedstawiono w tabelach od 5.15 do 5.17.

Tabela 5.15 Wyniki obliczeń dla pomiarów własnych (wyniki podane w m^3/h)

Wartość prawdziwa	Q-MS	Q-PP	Q-SC	Q-S2	Q-PR
1,06	1,14	1,13	1,36	1,23	1,17
1,06	1,12	1,18	1,33	1,22	1,15
1,05	1,05	1,09	1,33	1,19	1,10
1,04	1,03	1,07	1,25	1,15	1,07
1,04	1,02	1,01	1,20	1,11	1,06
1,04	1,01	1,14	1,23	1,13	1,06
1,03	1,07	1,12	1,19	1,15	1,11
1,03	0,97	1,02	1,31	1,11	1,01
1,12	1,05	1,03	1,21	1,13	1,08
1,11	1,05	1,21	1,29	1,17	1,10

Tabela 5.16 Wyniki obliczeń dla pomiarów z [Pyrz, 2008] (wyniki podane w m^3/h)

Wartość prawdziwa	Q-MS	Q-PP	Q-SC	Q-S2	Q-PR
0,54	0,61	0,76	0,75	0,57	0,55
0,54	0,53	0,90	0,58	0,50	0,46
0,54	0,51	0,63	0,81	0,60	0,49
0,54	0,55	0,91	0,73	0,56	0,52
0,51	0,46	0,78	0,70	0,53	0,43
0,54	0,51	0,74	0,73	0,58	0,50
0,51	0,52	0,69	0,58	0,50	0,49
0,54	0,49	0,68	0,69	0,53	0,46
0,54	0,50	0,72	0,80	0,61	0,52
0,54	0,50	0,57	0,62	0,51	0,46

Tabela 5.17 Wyniki obliczeń dla pomiarów z [Kroczyk, 1993] (wyniki podane w m^3/h)

Wartość prawdziwa	Q-MS	Q-PP	Q-SC	Q-S2	Q-PR	Q-MS ($k = 1$)
0,35	0,34	0,31	0,47	0,36	0,35	0,31
0,35	0,44	0,38	0,45	0,46	0,46	0,40

0,35	0,45	0,37	0,36	0,40	0,41	0,41
0,35	0,37	0,38	0,41	0,40	0,39	0,34
0,35	0,45	0,41	0,45	0,42	0,44	0,41
0,35	0,44	0,41	0,41	0,44	0,44	0,40

Następnie, w celu liczbowej oceny uzyskanych wyników obliczono błąd względny, wyniki przedstawiano w tabelach od 5.18 do 5.20.

Tabela 5.18 Błąd względny dla pomiarów własnych

LP	$\Delta-MS$	$\Delta-PP$	$\Delta-SC$	$\Delta-S2$	$\Delta-PR$
1	7%	6%	26%	13%	9%
2	6%	11%	23%	12%	8%
3	1%	3%	26%	10%	4%
4	1%	3%	19%	8%	3%
5	2%	3%	15%	6%	2%
6	3%	10%	17%	7%	2%
7	4%	8%	14%	10%	7%
8	5%	1%	28%	6%	2%
9	6%	9%	9%	1%	3%
10	5%	10%	15%	5%	1%
Wartość średnia	4%	6%	19%	8%	4%

Analiza błędów względnych pokazała, że dla wszystkich metod, za wyjątkiem metody opartej na środku ciężkości krzywej, uzyskano satysfakcjonujące wyniki. Jedyną istotną różnicą pomiędzy seriami pomiarowymi, na podstawie których wyznaczano wartość współczynnika wzorcowania k (patrz tabela 5.8) a serią, na podstawie której otrzymano wyniki, to dystans pomiędzy detektorami – podczas wyznaczania współczynnika odległość ta wynosiła maksymalnie 1000 mm, a podczas tej serii 1500 mm. Należy zatem wnioskować, że znaczne rozsuniecie detektorów znacznika wpłynęło na kształt pików, a dokładniej różnice pomiędzy kształtami pików, co z kolei spowodowało, że metody oparte na całkowaniu krzywej stężenia okazały się w tym wypadku zawodne.

Tabela 5.19 Błąd względny dla pomiarów z [Pyrz, 2008]

LP	$\Delta-MS$	$\Delta-PP$	$\Delta-SC$	$\Delta-S2$	$\Delta-PR$
1	13%	41%	39%	6%	2%
2	2%	66%	6%	7%	14%
3	6%	16%	50%	12%	8%
4	1%	68%	36%	4%	4%
5	9%	52%	38%	3%	16%

6	6%	37%	35%	8%	7%
7	1%	36%	15%	1%	4%
8	10%	25%	28%	2%	15%
9	6%	33%	48%	13%	4%
10	7%	6%	14%	5%	14%
Wartość średnia	6%	38%	31%	6%	9%

Podobnie jak dla pomiarów własnych, dla danych z [Pyrz, 2008] najlepsze rezultaty osiągnięto dla metody maksimum stężenia oraz dla metody połowa krzywej stężenia. Wyniki uzyskane metodą połowa odcinka równoległego można uznać za satysfakcjonujące. Najgorsze rezultaty dały metody: środek ciężkości oraz początek pików. Pomiar Pyrza zostały zrealizowane przy wykorzystaniu detektorów znacznika o innej czułości, co wpłynęło na inne proporcje pików oraz złe rezultaty przy wykorzystaniu metody środek ciężkości. Ponadto podczas pomiarów Pyrza w kanale panowały inne warunki: mniejszy o połowę strumień objętości, a co za tym idzie mniejsze wypełnienie kanału. Trudno natomiast wytłumaczyć złe wyniki uzyskane metodą początek pików, gdyż zaproponowany algorytm powinien być odporny na zakłócenia pochodzące z detektorów znacznika. Natomiast zaobserwowano stosunkowo małą powtarzalność tych wyników, a autor nie ma pełnej wiedzy co do sposobu ich realizacji. Zrezygnowano zatem z dalszej ich analizy. Nie odniesiono się również do wyników uzyskanych przez Pyrza, głównie ze względu na wątpliwe wyniki zastosowanego przez niego współczynnika wzorcowania k przyjmujące wartości z zakresu 2 do 3,25 co oznaczałoby, że zmierzona prędkość punktowa byłaby wielokrotnie niższa od średniej prędkości strugi.

Tabela 5.20 Błąd względny dla pomiarów z [Kroczek, 1993]

LP	$\Delta-MS$	$\Delta-PP$	$\Delta-SC$	$\Delta-S2$	$\Delta-PR$	$\Delta-MS$ ($k = 1$)
1	3%	12%	34%	3%	0%	10%
2	25%	10%	30%	32%	31%	16%
3	28%	7%	2%	14%	19%	18%
4	7%	8%	17%	15%	12%	1%
5	28%	17%	29%	20%	27%	18%
6	25%	17%	18%	25%	27%	15%
Wartość średnia	19%	12%	22%	18%	19%	13%

Analiza wyników uzyskanych dla danych z [Kroczek, 1993] jest jeszcze bardziej skomplikowana, niż w przypadku pomiarów uzyskanych przez Pyrza. Nie dość, że pomiary zostały wykonane w innym, choć podobnym kanale, to częstotliwość pomiarów z detektorów znacznika była 50-krotnie mniejsza. W tym wypadku najlepsze rezultaty uzyskano dla metody początek pików oraz

maksimum stężenia (przy $k = 1$). Ten drugi wynik potwierdza wniosek z pkt 5.3, że w przypadku braku znajomości rozkładu prędkości, w celu zgrubnego oszacowania strumienia objętości należy przyjąć $k = 1$, a do wyznaczenia czasu przejścia stosować metodę maksimum stężenia. Nie bez znaczenia pozostaje też dobry rezultat metody początek piku. Należy zauważyć, że w tym wypadku współczynnik wzorcowania był zbliżony z wartościami teoretycznymi. Biorąc pod uwagę fakt, iż dane pomiarowe zostały wykonane z małą częstotliwością oraz ze stosunkowo dużym poziomem szumów, a także że pomiary wykonano na innym kanale o nieznanym rozkładzie profilu prędkości, wyniki obarczone błędem na poziomie 12-13% należy uznać za satysfakcjonujące.

Podsumowując wykonane obliczenia wskazuje się, że najlepsze rezultaty w przypadku wszystkich trzech źródeł danych uzyskano za pomocą metody maksimum stężenia. Metoda ta okazała się odporna na zróżnicowane rozmieszczenie detektorów znacznika oraz różną ich czułość. Na uwagę zasługuje także metoda początek piku ze względu na fakt, iż dla niej jako jedynej współczynnik wzorcowania pokrywał się z wartościami teoretycznymi. Oznacza to, że metoda ta w najlepszy sposób odzwierciedla czas przejścia znacznika, właściwy dla prędkości punktowej, co z kolei pozwala na stosowanie teoretycznych modeli rozkładów prędkości.

Co więcej, na bazie wyników zaczerpniętych z pracy [KroczeK, 1993] potwierdzono, że w pewnych wypadkach można wykonać przybliżony pomiar strumienia objętości metodą czasu przejścia bez znajomości profilu rozkładu prędkości, a tym samym współczynnika wzorcowania.

5.4.2 Szacowanie niepewności pomiaru

Ostatnim etapem badań tej części pracy jest oszacowanie niepewności pomiaru wykonanego badaną metodą. Ze względu na brak pełnej wiedzy na temat pomiarów zamieszczonych w opracowaniach [KroczeK, 1993], [Pyrz, 2008], szacowanie niepewności pomiaru wykonano tylko dla pomiarów własnych. Szacowanie niepewności pomiaru przeprowadzono zgodnie z wytycznymi przewodnika [JCGM 100, 2008] oraz opracowaniem [Lisiecki i Kłysz, 2007].

Wielkość strumienia objętości jest mezurandem określanym pośrednio z innych wielkości na podstawie zależności podanej wzorem 2.1. W uogólnionym przypadku równanie pomiaru można określić następującą zależnością:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N), \quad (5.1)$$

gdzie: X_1, \dots, X_N – to wielkości składowe pomiaru.

Z uwagi na fakt, iż podczas serii pomiaru wykonano $n = 10$ identycznych eksperymentów pomiarowych, estymatę wielkości mierzonej Y oznaczonej przez y wyznacza się ze wzoru:

$$y = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N), \quad (5.2)$$

gdzie: $\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N$ – to średnie arytmetyczne poszczególnych składowych pomiarów.

Niepewność standardową złożoną oznaczaną jako $u_c(y)$, będącą oszacowaniem odchylenia standardowego związanego z estymatą wielkości wyjściowej, wyniku pomiaru y , określa się na podstawie oszacowanych odchyłeń standardowych estymat wielkości wejściowych x_i , nazywanych niepewnościami standardowymi i oznaczanymi jako $u_c(x_i)$, zgodnie z następującą zależnością:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^m c_i^2 u_c^2(x_i)}, \quad (5.3)$$

gdzie: $c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i}$ to współczynnik wrażliwości, $u_c(x_i)$ to złożona niepewność standardowa wyniku pomiaru wartości x_i .

Niepewności standardowe wyników pomiarów poszczególnych wartości x_i wyznacza się jako sumę geometryczną niezależnych statystycznie od siebie dwóch niepewności typu A oraz typu B, o ile jest możliwość ich wyznaczenia:

$$u_c(x_i) = \sqrt{u_A^2(x_i) + u_B^2(x_i)}. \quad (5.4)$$

Niepewność standardową typu A, inaczej standardowe odchylenie eksperymentalne średniej oblicza się ze wzoru:

$$u_A(x_i) = \frac{u(x_i)}{\sqrt{n}}, \quad (5.5)$$

gdzie:

$$u(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}. \quad (5.6)$$

Natomiast niepewność standardowa typu B określana jest na podstawie analizy warunków występowania źródła błędu i w uogólnionym wypadku wyraża się ją wzorem:

$$u_B(x_i) = \frac{a}{\sqrt{k}}, \quad a = \frac{a_- + a_+}{2}. \quad (5.7)$$

Dla pomiaru strumienia objętości wyznaczanego badaną metodą określonego przez zależność (2.1), złożoną niepewność pomiaru wyznacza się z wzoru:

$$u_c(q_v) = \sqrt{\left(\frac{\partial q_v}{\partial S}\right)^2 u_c^2(S) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial L}\right)^2 u_c^2(L) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial \Delta t}\right)^2 u_c^2(\Delta t) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial k}\right)^2 u_c^2(k)}, \quad (5.8)$$

gdzie:

$u_c(S)$ - niepewność pomiaru powierzchni przepływowej,

$u_c(L)$ - niepewność pomiaru odległości pomiędzy detektorami,

$u_c(\Delta t)$ - niepewność wyznaczenia czasu przejścia znacznika,

$u_c(k)$ - niepewność wyznaczenia współczynnika wzorcowania.

I. Oszacowanie niepewności pomiaru powierzchni przepływowej

Podobnie jak pomiar strumienia objętości (wielkość mierzona), pole powierzchni przepływowej (pomiar składowy) nie jest wielkością mierzoną bezpośrednio. Pole powierzchni w danym punkcie pomiarowym w funkcji zmierzonego poziomu ($S = f(h)$) wyznacza się z zależności 3.20. Należy przy tym zaznaczyć, że do wyznaczania wartości strumienia objętości przyjmuje się średnią wartość powierzchni na odcinku pomiarowym (pomiędzy detektorem A i B), zatem zależność opisująca średnią powierzchnię przepływową wygląda następująco:

$$S_{sr} = \frac{S(h_A) + S(h_B)}{2}, \quad (5.9)$$

gdzie: h_A, h_B to poziom wypełnienia kanału w punktach pomiarowych,

a niepewność złożona pomiaru powierzchni przepływowej określona będzie wzorem:

$$u_c(S_{sr}) = \sqrt{\left(\frac{\partial S_{sr}}{\partial h_A}\right)^2 u_c^2(h_A) + \left(\frac{\partial S_{sr}}{\partial h_B}\right)^2 u_c^2(h_B)}, \quad (5.10)$$

gdzie:

$u_c(h_A)$ - niepewność pomiaru poziomu w pkt pomiarowym A,

$u_c(h_B)$ - niepewność pomiaru poziomu w pkt pomiarowym B.

Szacowanie niepewności $u_c(h_A)$ i $u_c(h_B)$ przeprowadzono w jednakowy sposób stosując metodę szacowania typu A oraz typu B. Ze względu na fakt, że w analizowanej serii pomiarowej do poziomu wypełnienia kanału zastosowano suwmiarkę, oraz że powierzchnia cieku była niewzburzona, jako niepewność graniczną pomiaru wypełnienia przyjęto $\pm 0,5$ mm. Dla tego pomiaru przyjęto równomierny rozkład prawdopodobieństwa, a niepewność typu B oszacowano z zależności:

$$u_B(h) = \frac{\delta_h}{\sqrt{3}}. \quad (5.11)$$

Niepewność typu A oszacowano na podstawie serii pomiarów korzystając z zależności 5.5. Wyniki szacowania niepewności pomiaru poziomu w pkt A i B przedstawiono w tabeli 5.21.

Tabela 5.21 Pomiar poziomu i jego niepewność w pkt pomiarowych

Punkt pomiarowy	\bar{h} , mm	$u_A(h)$, mm	$u_B(h)$, mm	$u_C(h)$, mm
A	57,8	0,33	0,29	0,44
B	70,2	0,49	0,29	0,57

Po podstawieniu wartości z tabeli 5.21 do wzoru 5.10 obliczono wartość niepewności pomiaru powierzchni przepływowej $u_C(S_{sr}) = 51 \text{ mm}^2$.

II. Oszacowanie niepewności pomiaru odległości pomiędzy detektorami

Detektory były umieszczane w żądanej odległości na początku każdej serii pomiarowej. Między kolejnymi pomiarami w danej serii nie zmieniano ich pozycji, zatem w tym wypadku niepewność pomiaru została oszacowana tylko metodą typu B. Odległość między detektorami weryfikowano za pomocą przymiaru wstęgowego, dla którego niepewność graniczną przyjęto jako $\pm 2 \text{ mm}$. Na potrzeby szacowania niepewności przyjęto rozkład równomierny, a wartość obliczono ze wzoru 5.11.

Niepewność pomiaru odległości pomiędzy detektorami wynosi $u_C(L) = 1,15 \text{ mm}$.

III. Oszacowanie niepewności wyznaczenia czasu przejścia znacznika

W trakcie pomiarów każdorazowo czasy przejścia były wyznaczane za pomocą 5 różnych metod (maksimum stężenia – *MS*, początek pików – *PP*, środek ciężkości – *SC*, połowa krzywej stężenia – *S2* oraz połowa odcinka równoległego – *PR*). Mając na uwadze skomplikowany sposób wyznaczania czasów przejścia: aproksymacja przebiegów z detektorów znacznika do pików, a następnie wyznaczenie czasów charakterystycznych i czasów przejścia, w tym przypadku zastosowano oszacowanie niepewności metodą typu A (wzory 5.5, 5.6). W tabeli 5.22 przedstawiono wyniki obliczeń dla wszystkich metod oznaczania czasów przejścia.

Tabela 5.22 Niepewność wyznaczenia czasów przejścia

	<i>MS</i>	<i>PP</i>	<i>SC</i>	<i>S2</i>	<i>PR</i>
			sek.		
$\bar{\Delta t}$	39,5	30,1	38,1	40,7	41,1
$u(\Delta t)$	1,51	1,85	1,45	1,00	1,40
$u_A(\Delta t)$	0,48	0,58	0,46	0,31	0,44

IV. Oszacowanie niepewności wyznaczenia współczynnika wzorcowania

Bazując na wynikach i wnioskach opisanych w rozdziale 5.3, podczas przedmiotowych pomiarów wykorzystano współczynnik wzorcowania wyznaczony doświadczalnie z zależności 2.3 na podstawie danych pomiarowych z serii opisanych w tabeli 5.8. (rozdział 5.3.1). Podstawiając do wzoru 2.3 zależność na średnią prędkość strugi, wyznaczaną jako stosunek

wzorcowej wartości strumienia objętości do pola powierzchni przepływowej oraz zależność określającą prędkość wyznaczaną na podstawie czasów przejścia, wzór określający wartość współczynnika wzorcowania przyjmuje następującą postać:

$$k = \frac{q_{wzr} \Delta t}{SL}, \quad (5.12)$$

gdzie: q_{wzr} – wzorcowy pomiar strumienia objętości,

a jego niepewność wylicza się z zależności:

$$u_c(k) = \sqrt{\left(\frac{\partial k}{\partial q_{wzr}}\right)^2 u_c^2(q_{wzr}) + \left(\frac{\partial k}{\partial \Delta t}\right)^2 u_c^2(\Delta t) + \left(\frac{\partial k}{\partial S}\right)^2 u_c^2(S) + \left(\frac{\partial k}{\partial L}\right)^2 u_c^2(L)}, \quad (5.13)$$

gdzie: $u_c(q_{wzr})$ - niepewność wzorcowego pomiaru strumienia objętości.

Składowe niepewności: $u_c(\Delta t)$, $u_c(S)$ oraz $u_c(L)$ oszacowano analogicznie jak to opisano w podpunktach od I do III, a wyniki przedstawiono w tabeli 5.23, przy czym należy zaznaczyć, że wartość współczynnika wzorcowania wyznaczano dla różnych warunków panujących w kanale przeprowadzając 4 serie pomiarowe (patrz pkt 5.3.1).

Do oszacowania niepewności wzorcowego pomiaru strumienia objętości zastosowano metody typu A i B. W trakcie trwania każdego z 10 eksperymentów wzorcowych rejestrowana była wartość wskazania przyrządu wzorcowego, a uśredniona wartość tego pomiaru stanowiła wskazanie pojedynczego pomiaru. Co ważne, aplikacja za pomocą której rejestrowano wskazania miała zaimplementowane tablice poprawek wyznaczone w trakcie wzorcowania przepływomierzy, które zostało opisane w Załączniku 4.1. Jako wartość wzorcową dla każdej serii przyjęto wartość średnią z 10 pomiarów, a korzystając z zależności 5.5, 5.6 oszacowano niepewność typu A. Jako składowe niepewności szacowane metodą typu B uwzględniono niepewność wzorcowania oraz niepewność wynikającą z rozdzielczości przyrządu. Wyniki szacowania niepewności dla poszczególnych serii pokazano w tabeli 5.23.

Tabela 5.23 Niepewności składowe do oszacowania niepewności wyznaczonego współczynnika k

	Seria 3	Seria 4	Seria 5	Seria 6
$u_c(S)$, mm ²	165	123	15	16
$u_c(L)$, mm	1,15	1,15	1,15	1,15
$u_c(\Delta t_{MS})$, sek.	0,32	0,79	0,26	0,43
$u_c(\Delta t_{PP})$, sek.	0,42	0,43	0,30	0,40
$u_c(\Delta t_{SC})$, sek.	0,38	0,63	0,25	0,75
$u_c(\Delta t_{S2})$, sek.	0,32	0,68	0,17	0,27
$u_c(\Delta t_{PR})$, sek.	0,29	0,80	0,23	0,39
$u_c(q_{wzr})$, m ³ /h	0,0042	0,0191	0,0019	0,0030

Następnie przeskaldowano oszacowane niepewności do spójnych jednostek (mm → m, sek. → h) i wyznaczono wartość współczynnika wzorcowania (wzór 5.12) oraz jego niepewność (wzór 5.13) dla każdej z serii, a także poszczególnych metod określania czasów przejścia. W celu wyznaczenia współczynnika dla poszczególnych metod określenia czasu przejścia, wartości k z poszczególnych serii uśredniono, a niepewność oszacowano jako złożenie niepewności szacowanej metodami typu A i B. Niepewność szacowaną metodą typu A określono na bazie 4 wyników uzyskanych dla poszczególnych serii, a jako niepewność szacowaną metodą typu B, niepewność graniczną przyjęto maksymalną niepewność złożoną spośród wyznaczonych dla poszczególnych serii oraz założono równomierny rozkład prawdopodobieństwa. Wartości wyznaczonego współczynnika wzorcowania oraz jego oszacowane niepewności przedstawiono w tabeli 5.24.

Tabela 5.24 Wartości współczynnika k oraz ich niepewności

	k - Seria 3	k - Seria 4	k - Seria 5	k - Seria 6	\bar{k}	$U_A(\bar{k})$	$U_B(\bar{k})$	$U_C(\bar{k})$
MS	1,11	1,02	1,06	1,12	1,08	0,023	0,031	0,038
PP	0,88	0,80	0,92	0,85	0,86	0,026	0,034	0,043
SC	1,31	1,15	1,36	1,17	1,25	0,052	0,036	0,063
S2	1,27	1,13	1,25	1,23	1,22	0,030	0,033	0,045
PR	1,18	1,09	1,15	1,20	1,16	0,024	0,030	0,038

Na podstawie wyznaczonych niepewności składowych (podpunkty od I do IV) zestawiono budżet niepewności (tabela 5.25), a następnie wyznaczono złożoną niepewność standardową dla wielkości mierzonej korzystając ze wzoru 5.8. Z uwagi na fakt, że czas przejścia określano 5 różnymi metodami, budżet niepewności przedstawiono dla pierwszej z nich – MS (maksimum stężenia). Budżet dla pozostałych metod oraz pełne obliczenia wraz z danymi wejściowymi przedstawiono w załączniku 5.3.

Tabela 5.25 Budżet niepewności (metoda MS)

Symbol wielkości	Estymata	Niepewność standardowa	Współczynnik wrażliwości	Udział w złożonej niepewności standardowej
X_i	x_i	$U(x_i)$	c_i	$u_i(q)$
k_{MS}	1,08	0,038	0,97 m ³ /h	0,037 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,70 m ² /h	0,0008 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	147 m/h	0,0075 m ³ /h
Δt_{MS}	0,0110 h	0,00013 h	-95 m ³ /h ²	-0,013 m ³ /h
q_{MS}	1,045			0,040

Analiza budżetu niepewności pokazuje, że głównymi składnikami wpływającymi na niepewność pomiaru są: niepewności współczynnika wzorcowania oraz wyznaczonego czasu przejścia. Bez

wątpienia wpływ na to ma niedoskonała i cechująca się relatywnie małą powtarzalnością metoda wyznaczania czasu przejścia. Należy jednak przy tej okazji podkreślić, że jak pokazano w pkt 5.3.1 zaproponowany przez autora algorytm wyznaczania czasu przejścia pozwolił na zmniejszenie rozrzutu tej wielkości, co w konsekwencji pozwala na zmniejszenie niepewności tej wielkości składowej, a i zatem niepewności wielkości wyjściowej.

Odnosząc się do niepewności współczynnika wzorcowania k , który w przedmiotowej pracy został wyznaczony drogą eksperymentalną można odnieść się do wartości wyznaczanych w sposób teoretyczny. W pracy [Drozdowski, 2011] wyznaczono niepewność standardową współczynnika wzorcowania k wyznaczanego w sposób teoretyczny na podstawie wzorów o których mowa w 3.4. Dla detektorów znacznika umieszczonych, tak jak podczas opisywanych pomiarów (w osi kanału, w wysokości połowy wypełnienia), niepewność współczynnika wzorcowania, w zależności od wybranego profilu rozkładu prędkości waha się w granicach od 0,05 do 0,20 i przyjmuje średnią wartość 0,11. Zatem uzyskana przez autora niepewność wyznaczonego doświadczalnie współczynnika wzorcowania jest lepsza, aniżeli można by to uzyskać na drodze teoretycznych rozważań.

Uzyskane wartości strumienia objętości dla poszczególnych metod określania czasu przejścia wraz z ich niepewności standardową i rozszerzoną zestawiono z wartością prawdziwą w tabeli 5.26. Niepewność wzorca została oszacowana analogicznie, jak szacowano ją przy obliczaniu niepewności współczynnika wzorcowania k . Opierając się na wytycznych załącznika G do [JCGM 100, 2008] (pkt G.2.3) oraz zakładając, że założenia centralnego twierdzenia granicznego są w większości spełnione, a więc że szacowana niepewność nie jest zdominowana przez składową niepewności standardowej, wyznaczoną metodą typu A z serii niewielu obserwacji lub przez składową niepewności standardowej, wyznaczoną metodą typu B z przyjętego rozkładu prostokątnego, a także zakładając poziom ufności w przybliżeniu 95% do obliczenia niepewności rozszerzonej $U(q_v)$ przyjęto współczynnik rozszerzenia równy 2.

Tabela 5.26 Zestawienie wyniku pomiaru, jego niepewności z wartością prawdziwą

	<i>MS</i>	<i>PP</i>	<i>SC</i>	<i>S2</i>	<i>PR</i>
q_v [m ³ /h]	1,045	1,117	1,252	1,147	1,077
$U(q_v)$ [m ³ /h]	0,080	0,118	0,132	0,087	0,077
$U(q_v)$ [%]	7,7	10,6	10,5	7,6	7,1
q_{v-} [m ³ /h]	0,965	0,999	1,120	1,0598	1,001
q_{v+} [m ³ /h]	1,126	1,234	1,384	1,235	1,154
q_{wzr} [m ³ /h]	1,0603 ± 0,0192				

Zaprezentowane w powyższej tabeli 5.26 zestawienie potwierdziło wcześniejsze wnioski, tzn. dla przeprowadzonej serii pomiarowej wszystkie z badanych metod za wyjątkiem metody opartej

o środek ciężkości piku dały satysfakcjonujące rezultaty, tzn. wartość prawdziwa znalazła się w przedziale wartości mierzonej, wyznaczonym z poziomem ufności ok. 95%. W przypadku metody połowy krzywej stężenia przedział ufności wartości prawdziwej wychodził poza przedział wartości zmierzonej, a w pozostałych przypadkach wielkość prawdziwa wraz z jej przedziałem ufności zawierała się w przedziale ufności wielkości zmierzonej.

Jak wyżej wskazano (w pkt 5.4.1), jako przyczynę niepowodzenia w przypadku metody opartej na środku ciężkości piku należy upatrywać w niedoskonałości doświadczalnego sposobu wyznaczania współczynnika wzorcowania. Uwzględnił on różne nastawy stanowiska pomiarowego (różne rozmieszczenie czujników znacznika), a w przypadku, gdy pomiar został wykonany poza zakresem tych nastaw, to wynik pomiaru był błędny – poszerzony o oszacowaną niepewność nie obejmował wartości prawdziwej.

Pozostałe z badanych metod wyznaczania czasu przejścia dały pozytywny wynik – wartość prawdziwa znalazła się w przedziale ufności wartości mierzonej przy ok. 95% poziomie ufności. Rezultaty dla tych metod należy porównać zatem pod kątem uzyskanego poziomu niepewności. Porównując względne niepewności rozszerzone oszacowane dla poszczególnych metod, należy wnioskować, że najlepsze efekty uzyskuje się za pomocą metod: maksimum stężenia, połowa krzywej stężenia oraz połowa odcinka równoległego, przy czym ostatnia z nich dała najlepszy rezultat – względna niepewność na poziomie ok. 7%, co należy uznać za zadowalający rezultat w porównaniu do innych metod znacznikowych opisanych w rozdziale 2. Należy przy tym zaznaczyć, że istotnym składnikiem wyznaczonej niepewności jest niepewność współczynnika wzorcowania, która będzie również występowała w innych próbkujących metodach wyznaczania strumienia objętości.

6 Funkcja rozkładu czasu przebywania oraz jej zastosowanie

Metody znacznikowe, oprócz pomiaru strumienia objętości, znajdują również zastosowanie do oceny dynamiki transportowanego medium przez dane naczynie np.: reaktor, wymiennik, osadnik itp. [Iller, 1992; Levenspiel, 1998, 2012]. Obserwacja znacznika wprowadzonego do danego naczynia, a dokładniej pomiar jego stężenia na wyjściu z zbiornika pozwala na określenie jego zachowania oraz parametrów mieszania zachodzących w jego wnętrzu. Eksperyment z wykorzystaniem znacznika można przeprowadzić na różne sposoby w zależności od tego, jak będzie podawany znacznik: impuls stężenia, skokowa zmiana, zmiana okresowa oraz zmiana losowa. Pierwszy ze wskazanych sposobów podania znacznika jest bardzo zbliżony do tego, w jaki sposób znacznik jest wprowadzany w trakcie pomiaru strumienia objętości metodą czasu przejścia, która była przedmiotem analiz we wcześniejszych rozdziałach niniejszej pracy. Ponadto analiza odpowiedzi impulsowej i/lub skokowej zmiany stężenia jest dużo prostszą od pozostałych [Levenspiel, 2012] oraz może posłużyć do wyznaczenia funkcji rozkładu czasu przebywania – RTD (z ang. Resistance Time Distribution).

Funkcję RTD można określić eksperymentalnie poprzez wstrzyknięcie obojętnego związku chemicznego, cząsteczki lub atomu, zwanego znacznikiem do reaktora w danym momencie czasu t_{start} , a następnie rejestrację stężenia znacznika na wyjściu z reaktora począwszy od czasu, w którym podano znacznik (t_{start}). Substancja wykorzystana jako znacznik powinna być niereaktywna z medium przepływającym przez reaktor, a także być łatwo wykrywalna oraz mieć właściwości fizyczne podobne do właściwości medium i być całkowicie w nim rozpuszczalna. Aby zachowanie znacznika możliwie dobrze odzwierciedlało przepływ materiału przez reaktor, znacznik nie powinien osadzać się na ścianach lub innych powierzchniach reaktora. W inżynierii procesowej stosuje się różnego rodzaju znaczniki: barwne, chemiczne a także radioaktywne. Znacznik do reaktora podawany jest w sposób impulsowy lub skokowy [Fogler, 2005].

Dysponując krzywą stężenia na wyjściu obiektu $C(t)$ będącą odpowiedzią na impulsową zmianę stężenia znacznika można wyznaczyć funkcję rozkładu czasu przebywania z poniższej zależności [Fogler, 2005]:

$$E(t) = \frac{vC(t)}{N_0} = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt}, \quad (6.1)$$

gdzie: v – strumień objętości na wyjściu z reaktora, N_0 – ilość wstrzykniętego znacznika, $C(t)$ – rozkład stężenia znacznika w czasie na wyjściu z reaktora.

$E(t)$ jest funkcją opisującą w sposób ilościowy, ile czasu poszczególne cząstki substancji/znacznika spędziły w reaktorze. Wielkość $E(t)dt$ to część substancji opuszczającej reaktor, która znajdowała się wewnątrz reaktora w czasie pomiędzy t a $t + dt$.

Jak podaje [Fogler, 2005], w uogólnionym przypadku stężenie wyjściowe ze zbiornika jest powiązane ze stężeniem wejściowym przez całkę splotową:

$$C_{out}(t) = \int_0^t C_{in}(t-t') E(t') dt, \quad (6.2)$$

dalej przyjmując jako stężenie wejściowe skokową zmianę:

$$C_0(t) = \begin{cases} 0 & t < 0 \\ (C_0) \text{ stałe} & t \geq 0 \end{cases} \quad (6.3)$$

oraz podstawiając ją do równania 6.2, można wyznaczyć stosunek stężenia wyjściowego do wejściowego, zwany również skumulowanym rozkładem czasu przebywania $F(t)$ [Fogler, 2005]:

$$\left[\frac{C_{out}}{C_0} \right]_{step} = \int_0^t E(t') dt' = F(t), \quad (6.4)$$

który można wyznaczyć bezpośrednio na podstawie czasowego przebiegu stężenia dla skokowej zmiany znacznika na wejściu do badanego, obiektu oraz na podstawie którego można wyznaczyć funkcję RTD:

$$E(t) = \frac{dF(t)}{dt} = \frac{d}{dt} \left[\frac{C_{out}}{C_0} \right]_{step}. \quad (6.5)$$

Jak podano w [Fogler, 2005; Iller, 1992] w celu umożliwienia porównania funkcji charakteryzujących zachowanie się cząstek substancji w różnych reaktorach, dokonuje się normalizacji wprowadzając zmienną czasu bezwymiarowego:

$$\Theta = \frac{vt}{V} = \frac{t}{\tau}. \quad (6.6)$$

Zależności wiążące obie zmienne czasowe przedstawiają się następująco [Iller, 1992]:

$$\begin{aligned} E(\Theta) &= \tau E(t), \\ F(\Theta) &= F(t), \\ C(\Theta) &= E(\Theta) = \frac{dF(\Theta)}{d\Theta}. \end{aligned} \quad (6.7)$$

6.1 Momenty funkcji RTD

Jak podaje [Fogler, 2005] i [Iller, 1992] wygodną i często stosowaną formą porównywania funkcji RTD uzyskiwanych dla poszczególnych obiektów jest analiza momentów tej funkcji. Zazwyczaj do porównania wykorzystuje się pierwsze trzy momenty.

[Fogler, 2005] wyprowadził dowód, że niezależnie od kształtu funkcji rozkładu czasu przebywania właściwego dla idealnego lub nieidealnego reaktora, przy braku dyspersji oraz przy stałej wartości strumienia objętości przepływającego przez reaktor, pierwszy moment funkcji RTD jest równy czasowi zatrzymania dla danego reaktora:

$$t_m = \frac{\int_0^{\infty} tE(t)dt}{\int_0^{\infty} E(t)dt} = \int_0^{\infty} tE(t)dt. \quad (6.8)$$

W opracowaniach [Fogler, 2005; Iller, 1992] wskazano także na użyteczność kolejnych momentów funkcji RTD: drugiego określającego wariancję (kwadrat odchylenia standardowego):

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_m)^2 E(t)dt \quad (6.9)$$

oraz trzeciego momentu, zwanego współczynnikiem asymetrii wyrażonego zależnością:

$$s^3 = \frac{1}{\sigma^{3/2}} \int_0^{\infty} (t - t_m)^3 E(t)dt. \quad (6.10)$$

Pierwszy moment – średni czas przebywania określa środek ciężkości krzywej rozkładu względem początku układu, drugi moment – wariancja wskazuje na rozproszenie krzywej rozkładu, a trzeci jest miarą asymetrii krzywej.

6.2 Funkcji RTD dla reaktorów idealnych

Najprostszym przykładem do zamodelowania jest reaktor rurowy z przepływem tłokowym – PFR (z ang. *Plug-Flow Reactor*) [Fogler, 2005]. Wszystkie cząstki dostające się do reaktora spędzają w nim dokładnie tyle samo czasu. Funkcją opisującą rozkład czasu przebywania jest funkcja zwana deltą Diraka:

$$E(t) = \delta(t - \tau), \quad (6.11)$$

przyjmująca postać niezakończonego wysokiego pików o zerowej szerokości występującego w czasie $t = \tau = V/v$.

[Fogler, 2005], przytaczając właściwości następujące funkcji Diraka:

$$\delta(x) = \begin{cases} 0 & \text{gdy } x \neq 0 \\ \infty & \text{gdy } x = 0 \end{cases} \quad (6.12)$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} \delta(x) dx = 1, \quad (6.13)$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} g(x) \delta(t - \tau) dx = g(\tau), \quad (6.14)$$

wyznaczył czas zatrzymania:

$$t_m = \int_0^{\infty} tE(t) dt = \int_0^{\infty} t\delta(t - \tau) dt = \tau \quad (6.15)$$

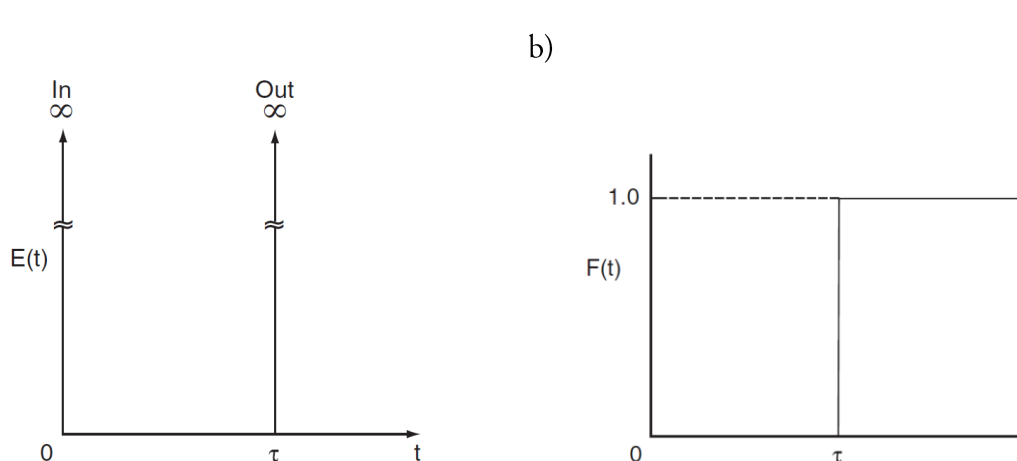
oraz wariancję podstawiając $g(t) = (t - \tau)^2$:

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_m)^2 \delta(t - \tau) dt = 0, \quad (6.16)$$

których rezultaty są zgodne z założonym działaniem reaktora PFR. Ponadto wyznaczono skumulowany rozkład czasu przebywania:

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt = \int_0^t \delta(t - \tau) dt. \quad (6.17)$$

Na poniższym rysunku przedstawiono przebiegi funkcji $E(t)$ i $F(t)$:



Rys. 6.1. Charakterystyki idealnego reaktora PFR: a) rozkład czasu przebywania, b) skumulowany rozkład przebywania [Fogler, 2005]

Drugim z rozważanych teoretycznie przypadków jest doskonale wymieszany reaktor przepływowy CSTR (z ang. *Continuous Stirred Tank Reactor*). Dla tego reaktora stężenie substancji na wyjściu określa się zależnością [Fogler, 2005]:

$$C(t) = C_0 e^{-t/\tau}, \quad (6.18)$$

gdzie: C_0 – stężenie substancji w chwili $t_0=0$.

Na podstawie powyższej zależności można określić funkcję RTD:

$$E(t) = \frac{C_0 e^{-t/\tau}}{\int_0^{\infty} C_0 e^{-t/\tau} dt} = \frac{e^{-t/\tau}}{\tau}, \quad (6.19)$$

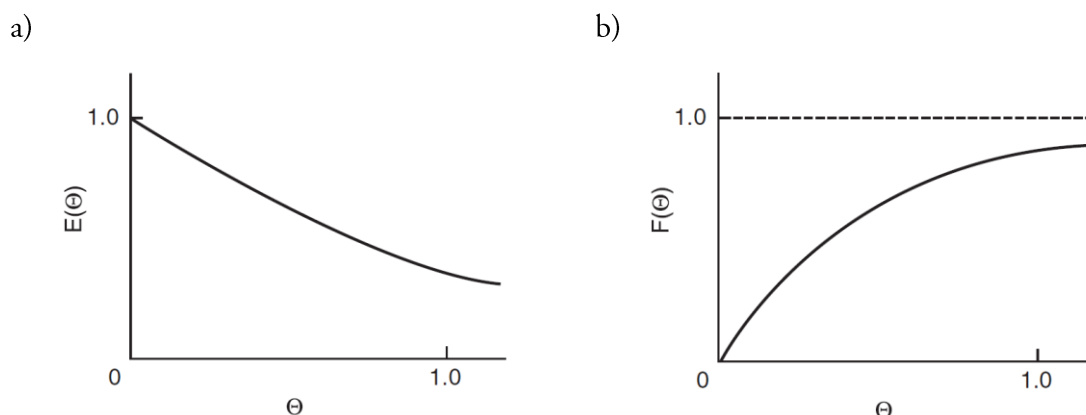
jej znormalizowaną postać:

$$E(\theta) = e^{-\theta} \quad (6.20)$$

oraz skumulowany rozkład czasu przebywania (w znormalizowanej postaci):

$$F(\theta) = \int_0^{\theta} E(\theta) d\theta = 1 - e^{-\theta}. \quad (6.21)$$

Na rysunku poniżej przedstawiono przebiegi $E(\theta)$ i $F(\theta)$:



Rys. 6.2. Charakterystyki idealnego reaktora CSTR: a) rozkład czasu przebywania, b) skumulowany rozkład przebywania [Fogler, 2005]

Podobnie jak w przypadku reaktora PFR, dla reaktora CSTR także wyznaczono czas zatrzymania t_m oraz wariancję σ^2 [Fogler, 2005]:

$$t_m = \int_0^{\infty} tE(t)dt = \int_0^{\infty} \frac{t}{\tau} e^{-t/\tau} dt = \tau, \quad (6.22)$$

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} \frac{(t - \tau)^2}{\tau} e^{-t/\tau} dt = \tau^2 \int_0^{\infty} (x - 1)^2 e^x dx = \tau^2. \quad (6.23)$$

Jak wcześniej wskazano (pkt 6.1), istnieje dowód, że dla każdego reaktora niezależnie od kształtu jego RTD, przy braku dyspersji oraz przy stałej wartości strumienia objętości przepływającego

przez ten reaktor, średni czas przebywania jest równy czasowi zatrzymania danego reaktora. Jak wynika z równania 6.22, zależność tą dla reaktora CSTR można wyliczyć w bezpośredni sposób.

Z kolei z obliczeń wariancji funkcji RTD dla reaktora CSTR wynika, że dla tego typu reaktora odchylenie standardowe rozkładu czasu przebywania jest równe wartości średniej (średniemu czasowi przebywania).

6.3 Modelowanie reaktorów nieidealnych

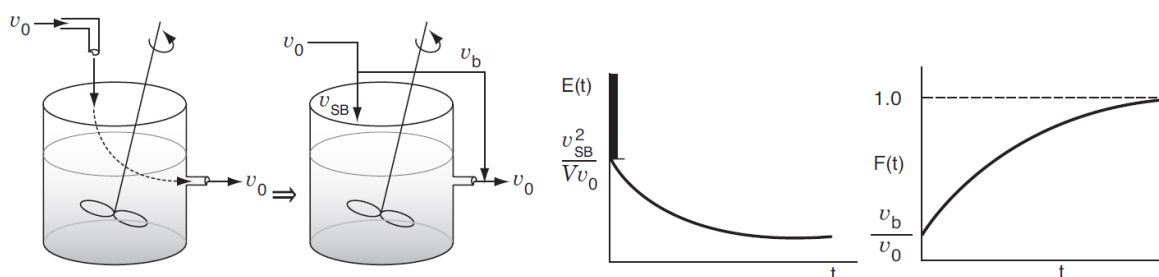
Do zagadnienia modelowania reaktorów nieidealnych można podejść w różny sposób. Jednym z nich jak podaje [Fogler, 2005], jest zidentyfikowanie „niedoskonałości” reaktora idealnego. Dla reaktorów CSTR i PFR [Fogler, 2005] opisuje dwa rodzaje odstępstw od wzorcowej pracy: obejście – gdy część substancji przedostaje się bezpośrednio do wyjścia reaktora oraz strefy martwe, które ograniczają efektywną objętość zbiornika. W zależności od rodzaju reaktora owe niedoskonałości w różny sposób uwidaczniają się na charakterystykach rozkładu czasu przebywania $E(t)$ i skumulowanego rozkładu przebywania $F(t)$.

6.3.1 Nieidealny CSTR

W przypadku reaktora CSTR obarczonego wadą w postaci obejścia (bocznikowania), część strumienia objętości v_{BP} omija reaktor i trafia bezpośrednio na jego wyjście, skutkiem czego strumień objętości wejściowy rozdziela się na część trafiającą do reaktora oraz zbocznikowaną ($v_0 = v_{BP} + v_b$). Z uwagi na fakt, że część strumienia objętości omija reaktor, strumień który przez niego przechodzi jest mniejszy, aniżeli wejściowy $v_{BP} < v_0$. W związku z powyższym czas zatrzymania będzie większy niż w idealnym przypadku $\tau_{SB} > \tau_0$. Z uwagi na powyższe, ustalenie stanu ustalonego stężenia będzie dłuższe niż w idealnym przypadku. Funkcja RTD będzie miała następującą postać [Fogler, 2005]:

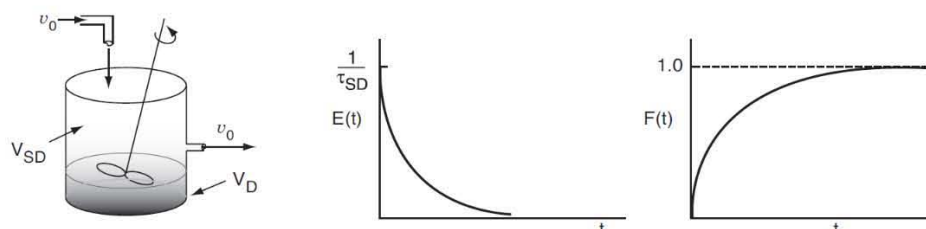
$$E(t) = \frac{v_b}{v_0} \delta(t - 0) + \frac{v_{SB}^2}{Vv_0} e^{-t/\tau_{SB}}. \quad (6.24)$$

Na poniższym rysunku zobrazowano schematycznie wadę reaktora w postaci bocznikowania.



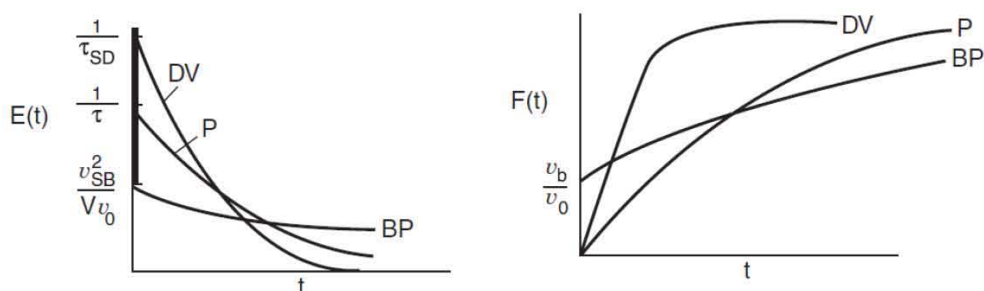
Rys. 6.3. Reaktor CSTR z obejściem oraz jego charakterystyki $E(t)$ i $F(t)$ [Fogler, 2005]

Druga z opisywanych przez [Foglera, 2005] niedoskonałości to strefy martwe, skutkujące zmniejszeniem rzeczywistej objętości reaktora $V = V_D + V_{SD}$. W związku ze zmniejszeniem objętości naczynia zmniejsza się również czas zatrzymania, a zatem i zmiany stężenia na wyjściu będą się odbywać szybciej, aniżeli działoby się to w idealnym przypadku. Defekt zilustrowano na poniższym rysunku wraz z odpowiadającymi mu charakterystykami $E(t)$ i $F(t)$.



Rys. 6.4. Reaktor CSTR ze strefą martwą oraz jego charakterystyki $E(t)$ i $F(t)$ [Fogler, 2005]

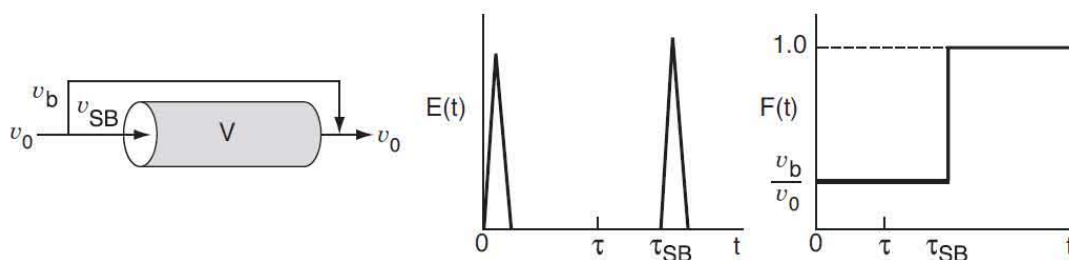
Znając objętość reaktora oraz przepływającego przez niego strumień objętości można wykreślić krzywe dla idealnego reaktora CSTR, a następnie porównać je z eksperymentalnie otrzymanymi krzywymi i na tej podstawie próbować określić, jakiego rodzaju niedoskonałości cechują badany reaktor. Dla przykładu, poniżej zamieszczono porównanie charakterystyk reaktorów z obiema niedoskonałościami z idealnym przypadkiem przygotowane przez [Foglera, 2005]:



Rys. 6.5. Porównanie charakterystyk $E(t)$ i $F(t)$ dla reaktora CSTR przy idealnym działaniu, obejściu oraz ze strefą martwą (BP = obejście/bocznikowanie, P = idealny i DV = strefa martwa). [Fogler, 2005]

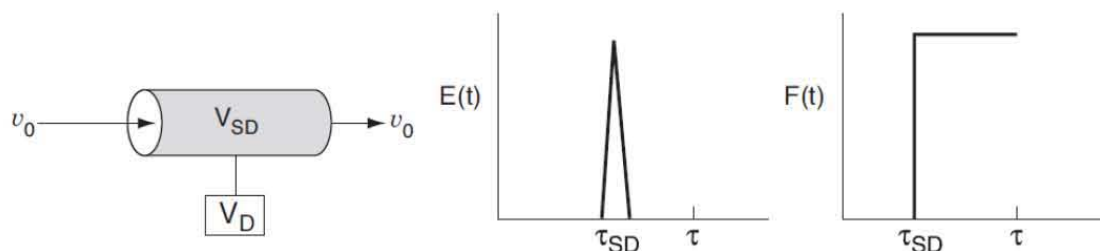
6.3.2 Nieidealny PFR

Analogiczne rozważania jak dla reaktora CSTR można przeprowadzić dla reaktora PFR. W przypadku reaktora PFR obarczonego wadą w postaci obejścia, wejściowy strumień objętości jest równy sumie strumienia objętości przepływającego przez reaktor oraz strumienia bocznikowanego $v_0 = v_{BP} + v_b$. Strumień objętości przechodzący przez reaktor jest mniejszy niż wejściowy $v_{BP} < v_0$, w związku z czym czas zatrzymania będzie większy, niż w idealnym przypadku $\tau_{SB} > \tau_0$. Graficzną interpretację przedmiotowego przypadku przedstawiono na poniższym rysunku.



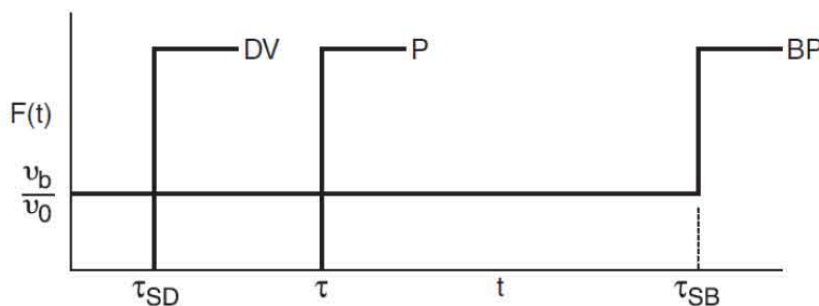
Rys. 6.6. Reaktor PFR z obejściem oraz jego charakterystyki $E(t)$ i $F(t)$ [Fogler, 2005]

Strefy martwe w reaktorze PFR objawiają się analogicznie jak w reaktorze CSTR – poprzez zmniejszenie efektywnej objętości reaktora. Graficzną interpretację pokazano na rysunku 6.7.



Rys. 6.7. Reaktor PFR ze strefą martwą oraz jego charakterystyki $E(t)$ i $F(t)$ [Fogler, 2005]

Podobnie jak dla reaktora CSTR dla PFR również zamieszczono porównanie charakterystyk reaktorów z oboma niedoskonałościami z idealnym przypadkiem przygotowane przez [Foglera, 2005]:



Rys. 6.8. Porównanie charakterystyki $F(t)$ dla reaktora PFR przy idealnym działaniu, obejściu oraz ze strefą martwą (BP = obejście/bocznikowanie, P = idealny i DV = strefa martwa). [Fogler, 2005]

6.3.3 Szeregowe połączenie reaktorów PFR/CSTR

W niektórych przypadkach, np. ze względu na układ rur wlotowo/wylotowych, badany reaktor może zostać zamodelowany jako szeregowe połączenie dwóch wcześniej opisanych reaktorów idealnych (PFR + CSTR). Połączenie może być dowolne: PFR następujący po lub poprzedzający reaktor CSTR. Funkcja rozkładu czasu przebywania dla takiego układu reaktorów będzie wyglądała następująco [Fogler, 2005]:

$$E(t) = \begin{cases} 0 & t < \tau_{PFR} \\ e^{-(t-\tau_{PFR})/\tau_{CSTR}} & t \geq \tau_{PFR} \\ \tau_{CSTR} & \end{cases} \quad (6.25)$$

Wzór 6.25 określający funkcję RTD jest taki sam dla połączenia PFR-CSTR i CSTR-PFR, niemniej jednak, jak pokazano na przykładzie reakcji 2-go rzędu w [Fogler, 2005] współczynnik konwersji dla obu połączeń jest różny. Dalej [Fogler, 2005] powołując się na powyższy przykład konkluduje, że funkcja RTD nie jest pełnym opisem struktury konkretnego reaktora lub układu reaktorów. Jest ona unikalna dla konkretnego reaktora. Jednak reaktor lub układ reakcyjny (reaktorów) nie jest unikalny dla konkretnej funkcji RTD. W związku z powyższym, w celu predykcji konwersji reaktantów dla danego reaktora oprócz poznania funkcji RTD, konieczne jest również określenie kinetyki reakcji oraz przyjęcie konkretnego modelu reaktora. Niemniej jednak ta część wykracza poza obszar niniejszej pracy.

6.3.4 Model TIS oraz n-CSTR

Dla bardziej skomplikowanych reaktorów, w których np. zachodzi konieczność uwzględnienia dyspersji, należy korzystać z bardziej złożonych modeli. Takim przykładem jest model TIS (z ang. Tank in Series – zbiorniki w szeregu), który jest złożeniem n szeregowo połączonych reaktorów CSTR [Fogler, 2005; Levenspiel, 1998]. Zakłada się, że wszystkie zbiorniki mają takie same parametry. Dla tak przyjętych założeń [Fogler, 2005] i [Levenspiel, 1998] podają uogólnioną zależność dla n reaktorów:

$$E(t) = \frac{t^{n-1}}{(n-1)! \tau_i^n} e^{-t/\tau_i} \quad (6.26)$$

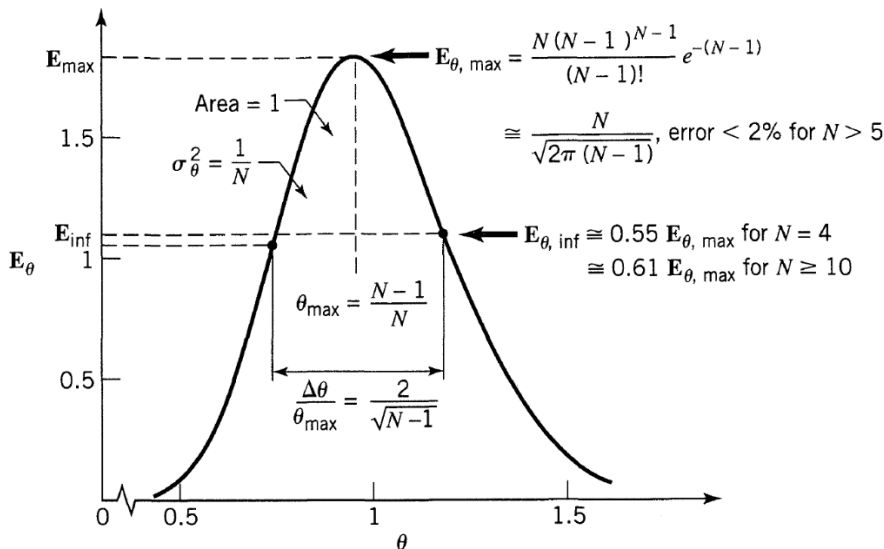
Z uwagi na fakt, że całkowita objętość reaktora(ów) wynosi nV_i oraz $\tau_i = \tau/n$, funkcję RTD od bezwymiarowej zmiennej $\Theta = t/\tau$ można zapisać w następującej formie [Fogler, 2005; Levenspiel, 1998]:

$$E(\Theta) = \frac{n(n\Theta)^{n-1}}{(n-1)!} e^{-n\Theta} \quad (6.27)$$

Dla tak określonego modelu [Fogler, 2005] wyprowadził wzór na wariancję $\sigma_\Theta^2 = \frac{1}{n}$ oraz dalej przekształcając ten wzór otrzymał zależność pozwalającą określić liczbę zbiorników w modelu:

$$n = \frac{1}{\sigma_\Theta^2} = \frac{\tau^2}{\sigma^2} \quad (6.28)$$

Z kolei [Levenspiel, 1998] na poniższej grafice opisał pozostałe właściwości funkcji rozkładu czasu przebywania opisywanego modelu:



Rys. 6.9. Właściwości funkcji RTD modelu TIS [Levenspiel, 1998]

Ponadto [Levenspiel, 1998] wskazuje na niezależność poszczególnych zbiorników modelu pomiędzy sobą, dzięki czemu dla M zbiorników połączonych N zbiorników (wszystkie o tych samych parametrach) zachodzą następujące zależności:

$$\tau_{M+N} = \tau_M + \tau_N, \quad \sigma_{M+N}^2 = \sigma_M^2 + \sigma_N^2 \quad (6.29)$$

oraz w przypadku wymuszenia w postaci pojedynczego piku:

$$\Delta\sigma^2 = \sigma_{out}^2 + \sigma_{in}^2 = \frac{(\Delta\tau)^2}{N}. \quad (6.30)$$

Z uwagi na powyższe, właściwości łatwo jest ocenić zmiany krzywej stężenia C , gdy zbiorniki są dodawane lub odejmowane. Z tego też względu model ten jest przydatny w zastosowaniu do systemów obiegu recyrkulacyjnego i zamkniętych systemów recyrkulacji [Levenspiel, 1998].

Mając na względzie fakt, iż przytoczone powyżej modele funkcji rozkładu czasu przebywania, a także inne nieujęte w niniejszym opracowaniu modele oferują szeroką gamę kształtów tego rozkładu, oraz że pomimo powyższego w celu opisanie stanów pośrednich pomiędzy reaktorem z boczniokowanym a reaktorem z nieidealnym mieszaniem istnieje konieczność modelowania poprzez tworzenia różnego rodzaju połączeń ww. modeli, [Toson i inni, 2019] powołując się między innymi na prace [Martin, 2000] i [Toson i inni, 2018] zaproponowali uogólnioną formę modelu TIS, model n -CSTR. Model TIS, którego funkcja RTD opisana jest wzorem 6.26 ze względu na wyrażenie z operatorem silni $(n-1)!$, ograniczony jest dla parametru n przyjmującego wartości ze zbioru liczb naturalnych. W celu usunięcia tego ograniczenia [Toson i inni, 2019] zaproponował wykorzystanie funkcji gamma:

$$\Gamma(n) = \int_0^{\infty} x^{n-1} e^{-x} dx, \quad (6.31)$$

charakteryzującej się następującymi właściwościami:

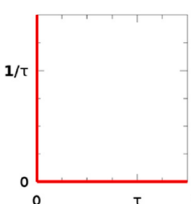
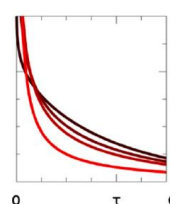
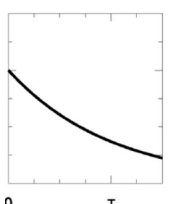
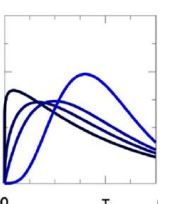
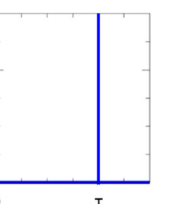
$$\begin{aligned} \Gamma(0) &= \Gamma(1) = 1, \\ n\Gamma(n) &= \Gamma(n+1) \quad \forall n \in \mathbb{R}, \\ \Gamma(n) &= (n+1)! \quad \forall n \in \mathbb{N}. \end{aligned} \quad (6.32)$$

Po jej uwzględnieniu funkcja RTD (wzór 6.26) dla n zbiorników przyjmuje postać [Toson i inni, 2019]:

$$E(t) = \frac{t^{n-1}}{\Gamma(n)} \left(\frac{n}{\tau}\right)^n e^{-tn/\tau}. \quad (6.33)$$

Podobnie jak w przypadku modelu TIS, w tym także n stanowi współczynnik kształtu z tą różnicą, że dla modelu n -CSTR n może przyjmować rzeczywiste wartości dodatnie, w tym mniejsze niż 1 modelując w ten sposób reaktor z obejściem. W przypadku gdy $n \rightarrow 0$ model ten będzie odzwierciedlał impuls jednostkowy, gdy $n = 1$ idealny CSTR, a gdy $n \rightarrow \infty$ idealny PFR. Wpływ współczynnika kształtu oraz porównanie do innych modeli przedstawiono w poniższej tabeli:

Tabela 6.1 Wpływ współczynnika kształtu oraz porównanie modelu n -CSTR z poprzednimi, na podstawie [Toson i inni, 2019]

	Impuls jednostkowy	Obejście (bocznikowanie)	Idealny CSTR	Ograniczone mieszanie wsteczne	Idealny PFR
					
CSTR z obejściem (wzór 6.24)	$u_b = u_0$ $u_{SB} = 0$	$u_b < u_0$ $u_0 = u_{SB} + u_b$	$u_b = 0$ $u_{SB} = u_0$	n/d	n/d
TIS (wzór 6.26)	n/d	n/d	$n = 1$	$n = 2, 3, 4, \dots$	$n \rightarrow \infty$
n -CSTR (wzór 6.33)	$n = 0$	$0 < n < 1$	$n = 1$	$n > 1$	$n \rightarrow \infty$

Jak można zobaczyć na powyższym zestawieniu, model n-CSTR jest modelem najbardziej uniwersalnym z dotychczas przedstawionych i pozwala na zamodelowanie szerokiego zakresu zachowania reaktora. Ponadto [Toson i inni, 2019] podaje, że w razie konieczności np. gdy w otrzymanych danych eksperymentalnych uwidoczni się opóźnienie transportowe, model n-CSTR może zostać połączony z PFR:

$$E_{n,\tau,t_0}(t) = (E_{PFR,t_0} * E_{n,\tau})(t) = E_{n,\tau}(t - t_0). \quad (6.34)$$

6.4 Zastosowanie RTD

[Iler, 1992] podaje, że krzywe rozkładu przebywania stanowią podstawę do wyboru właściwego modelu transportu masy w reaktorach przepływowych. Dalej funkcja RTD określa rozkład czasu przejścia cząstek materii substancji wpływającej do reaktora w momencie opuszczenia przez nie układu. Podaje on, że czasy przejścia przez układ poszczególnych cząstek różnią się od siebie i są opisane funkcją rozkładu czasu przebywania. Zaznacza jednocześnie, że układy o identycznych RTD mogą być scharakteryzowane przez różne modele, o czym była już mowa w rozdziale 6.3.3.

Z kolei [Pawłowska-Zygarowicz, 2021] powołując się na [Green i Perry, 2008] wskazuje, że określenie rozkładu czasu przebywania w reaktorze (RTD) jest niezmiernie ważne przy optymalizacji warunków prowadzenia danej reakcji, gdyż czas przebywania, a więc czas jaki mieszanina reakcyjna znajduje się wewnątrz reaktora w określonych warunkach i determinuje jej konwersję oraz selektywność. Ponadto wyznaczenie charakterystyki RTD pozwana na zidentyfikowanie niedoskonałości reaktora, a tym samym jego właściwy dobór do zamierzonego celu.

[Levenspiel, 1998] zaprezentował, jak za pomocą splotu czasowego przebiegu stężenia ze znaną funkcją RTD wyznaczyć przebiegi czasowe na wyjściu reaktora lub kilku reaktorów lub jak wyznaczyć funkcję RTD jednego ze zbiorników w szeregu, gdy znane są rozkłady pozostałych zbiorników oraz czasowe przebiegi stężenia na wyjściu z układu. Z kolei [Fogler, 2005] opisuje dokładnie, jak między innymi na podstawie wyznaczonej funkcji RTD określić wyjściowe stężenie z układu oraz współczynnik konwersji danej reakcji chemicznej.

Jak wskazano powyżej technika analizy właściwości reaktora w oparciu o krzywą rozkładu czasu przebywania ma szerokie zastosowanie i jest powszechnie wykorzystywana. W swojej pracy autor wykorzystał tę technikę do analizy dynamiki reaktorów sonochemicznych oraz porównania zachodzącego w nich mieszania przy załączonej i wyłączanej sonifikacji. Wyniki badań i wnioski z nich płynące opisano w rozdziale 7.

7 Znacznikowe badania reaktora sonochemicznego

W ramach prowadzonych przez autora badań nad wykorzystaniem metod znacznikowych, włączył się on w prace zespołu zajmującego się zagadnieniami związanymi ze sterowaniem reaktorem sonochemicznym. Zespół ten pod kierownictwem dr hab. inż. Dariusza Choińskiego, profesora Politechniki Śląskiej, mając na uwadze wyniki opublikowanych prac dotyczących niestabilności układu sonochemicznego, spowodowanej między innymi przez zjawisko kawitacji [Wood i inni, 2017] prowadził prace badawcze mające na celu kontrolę nad reaktorem sonochemicznym pod względem wydajności i selektywności reakcji w nim zachodzącej.

7.1 Problematyka sterowania reaktorem sonochemicznym

Wykorzystanie fali ultradźwiękowych do poprawy wydajności reakcji chemicznych jest przedmiotem intensywnych badań. Zastosowanie technik sonochemicznych pozwala na uzyskanie wielu naturalnych produktów (np. białek, olejów, barwników, przypraw, bioetanolu itp.) bez użycia toksycznych odczynników, dodatkowo skracających czas i podnoszących wydajność reakcji, a także zwiększając czystość produktu, przez co wydajność produkcji może zostać istotnie poprawiona przy zmniejszeniu zużycia reaktantów [Babajide i inni, 2009; Kandasamy i inni, 2017, Panda i Manickam, 2019; Subhedar i Gogate, 2013]. Co więcej, w trakcie pracy reaktora sonochemicznego występuje zjawisko kawitacji, czyli gwałtownej przemiany z fazy ciekłej do gazowej na skutek zmniejszającego się ciśnienia. W wyniku tego zjawiska powstają tzw. wolne rodniki, czyli reaktywne formy tlenu, które mogą zostać wykorzystane do eliminacji mikroorganizmów [Bilek i Turantas, 2013], a generowanie fali ultradźwiękowych może posłużyć do dezaktywacji wirusów [Yang i inni, 2016]. Jak wskazano powyżej, zakres wykorzystania reaktorów sonochemicznych jest bardzo szeroki, stąd istnieje potrzeba określenia ich właściwości w celu opracowania skutecznego algorytmu sterowania.

Z punktu widzenia sterowania, reaktor sonochemiczny jest układem nieliniowym, problematycznym pod względem możliwych przeregulowań. Efektywność reakcji od mocy elektrycznej dostarczanej do głowicy określa zależność, która jest liniowa tylko w niewielkim zakresie, a zwiększanie mocy powyżej pewnej wartości granicznej prowadzi do spadku wydajności [Crum i inni, 1999]. Co więcej, wyniki dotychczasowych doświadczeń pokazują, że moc ultradźwięków uwalniana w sonoreaktorze może zależeć od poziomu medium w reaktorze, temperatury, ciśnienia oraz częstotliwości ultradźwięków [Gogate i inni, 2003; Rochebrochard i inni, 2012]. Oznacza to, że moc ultradźwięków przekazywana do medium w reaktorze nie jest stała i może się zmieniać podczas normalnej pracy sonoreaktora, co nie jest pożądanym efektem. Podobnie, by zaprojektować sonoreaktor optymalny dla danej aplikacji, moc ultradźwięków powinna być znana [Meng i inni, 2018]. Do określenia ilości mocy ultradźwiękowej

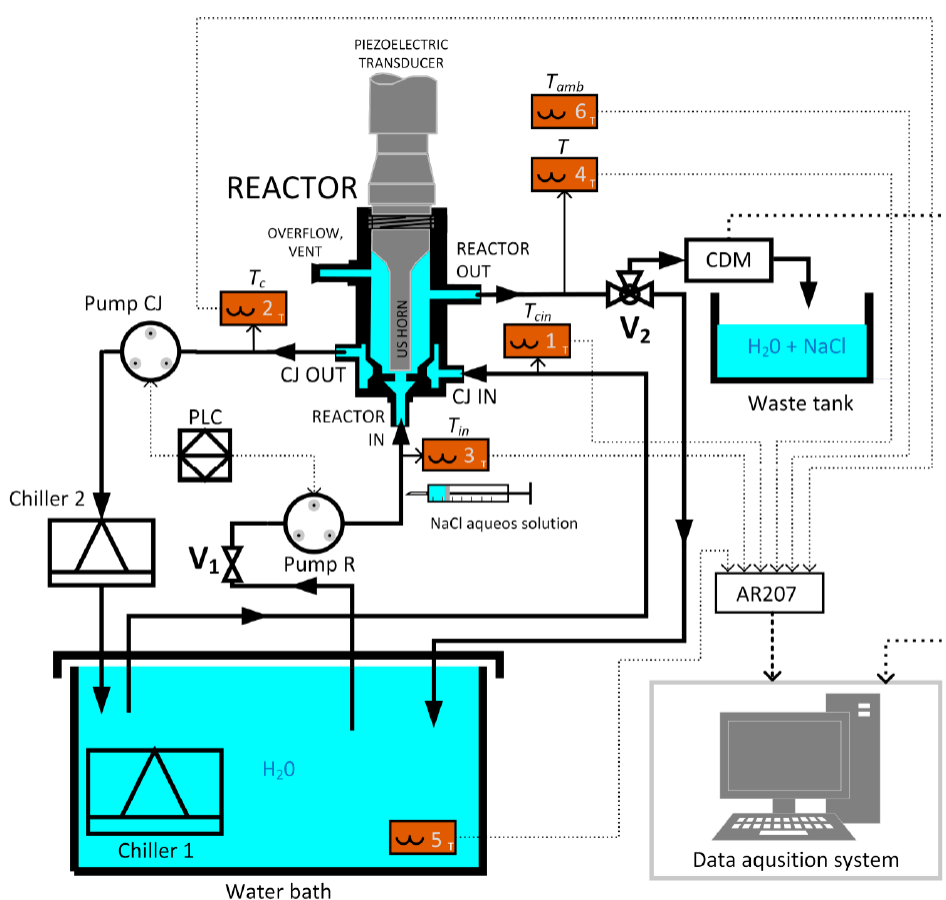
rozpraszanej w cieczy stosuje się metody kalorymetryczne [Kikuchi i Uchida, 2011], tak by mierząc temperaturę cieczy wchodzącej i wychodzącej z reaktora oszacować moc ultradźwięków. Jednakże dotychczasowe badania w tym zakresie opisywały doświadczenia wykonywane poza normalną pracą reaktora. Zespół, do którego autor dołączył, zaproponował metodę estymacji mocy ultradźwięków na bieżąco (on-line) w reaktorze przepływowym [Ilewicz i inni, 2020]. W tym celu niezbędne było wyznaczenie parametrów reaktora oraz określenie jego modelu między innymi za pomocą metod znacznikowych i funkcji rozkładu czasu przebywania [Gondrexon i inni, 1998; Monnier i inni, 2000].

Stała czasowa oraz czas opóźnienia reaktora to jedne z kluczowych parametrów charakteryzujących jego pracę. Istotnym parametrem mającym wpływ na jakość sterowania jest stosunek tych dwóch wielkości. Ponadto, jak pokazują badania zespołu, w którym autor uczestniczył [Ilewicz i inni, 2020] oraz opisane w publikacji [Monnier i inni, 2000] parametry te nie są stacjonarne – ich wartości zależą od mocy ultradźwięków generowanych w reaktorze. Do wyznaczenia tych parametrów oraz dalszego opracowania modelu reaktora na potrzeby estymacji mocy ultradźwięków wykorzystano między innymi metody znacznikowe.

7.2 Stanowisko badawcze

Badania reaktora sonochemicznego przeprowadzono na stanowisku laboratoryjnym Katedry Automatyki i Robotyki, Politechniki Śląskiej w Gliwicach przedstawionym na rysunku 7.1. Stanowisko przystosowane jest do różnych eksperymentów nad reaktorem sonochemicznym, w tym badań znacznikowych z wykorzystaniem chlorku sodu. Głównym elementem stanowiska jest reaktor z płaszczem chłodzącym (CJ) przystosowany do współpracy z sonifikatorem Branson 450. Głowica ultradźwiękowa wkręcona jest bezpośrednio w reaktor, a sonotroda wchodzi osiowo w jego wnętrze. Reaktor posiada 5 przyłączy: 3 wejścia do komory reakcyjnej oraz 2 do płaszcza chłodzącego. Górne wejście komory reakcyjnej przeznaczone jest do jego odpowietrzenia, natomiast dwa pozostałe służą do wprowadzania i wyprowadzania reagentów. Stanowisko skonfigurowane jest w ten sposób, że pozwala na pracę reaktora w dwóch obiegach: obiegu medium chłodzącego przez płaszcz chłodzący za pomocą przyłączy: „CJ IN” / „CJ OUT” oraz obiegu głównego przez komorę reakcyjną za pomocą przyłączy: „REACTOR IN” i „REACTOR OUT” (rys. 7.1). Na potrzeby badań termicznych, w każdym z obiegów mierzona jest temperatura na wejściu i wyjściu z zastosowaniem czujników PT100. Wyniki pomiarów temperatury są rejestrowane z zastosowaniem rejestratora AR207. Do wymuszania oraz regulacji przepływu w obu obiegach reaktora służą pompy perystaltyczne Masterflex (model nr 77521-57) sterowane cyfrowo z wykorzystaniem sterownika (Compact Logix L23E 1769-L23E-QBFC1B). Źródłem obu obiegów jest łaźnia wodna (LW) z modułem chłodzącym TC40E (rys. 7.1, Chiller 1), gdzie temperatura wody jest również mierzona (czujnik nr 5, rys. 7.1)

i rejestrowana (AR207). Ponadto, aby zapewnić lepszą stabilizację temperatury, w obwód obiegu wody chłodzącej włączono chłodziarkę HC-130A (rys. 7.1, Chiller 2). W trakcie pomiarów z wykorzystaniem znacznika NaCl, zawór trójdrogowy V2 jest przestawiany tak, by obieg z reaktora przekierować przez czujnik konduktometryczny produkcji Elmetron (rys. 7.1, CDM) do zbiornika odpadowego. Zastosowano czujniki wyposażone w pierścieniowe elektrody umieszczone jedna w drugiej. Taka konstrukcja czujnika pozytywnie wpływa na dynamikę układu detekcji znacznika oraz pozwala na zminimalizowanie objętości celi pomiarowej czujnika. Iniekcji znacznika dokonuje się strzykawką bezpośrednio na przyłączy wejściowym do reaktora. Akwizycja danych jest kontrolowana i rejestrowana z poziomu komputera PC.



Rys. 7.1. Stanowisko do badań reaktora sonochemicznego [Ilewicz i inni, 2020]

7.3 Metodyka badań

Identyfikację modelu reaktora sonochemicznego oraz jego parametrów przeprowadzono w oparciu o wyznaczoną doświadczalnie funkcję rozkładu czasu przebywania badanego obiektu. Z uwagi na możliwości stanowiska pomiarowego oraz jego konstrukcję zdecydowano się na wyznaczenie funkcji RTD wykonując eksperymenty impulsowe.

Uwzględniając fakt, iż stanowisko nie zostało wyposażone w miernik strumienia objętości, przed każdym eksperymentem wykonywano przy zadanych parametrach pomiar przepływu z wykorzystaniem metody objętościowej, przełączając zawór V2 do zbiornika odpadowego, a w jego miejsce instalując naczynie pomiarowe. Dodatkowo, przed każdym z eksperymentów badany układ pracował przy określonych nastawach do uzyskania stanu ustalonego, który identyfikowano jako ustalenie się stałych odczytów temperatury ze wszystkich termometrów. Każdy eksperyment rozpoczynał się od jednoczesnego podania zastrzyku znacznika oraz uruchomienia rejestracji stężenia znacznika przez zainstalowany konduktometr. Jako znacznik wykorzystywano stężony roztwór NaCl. Z uwagi na niewielką objętość reaktora podawano małą ilość znacznika (1-3 ml). Pomiar kończono w momencie ustabilizowania się odczytu na konduktometrze.

Analiza zgromadzonych danych polegała na wyznaczeniu funkcji rozkładu przebywania oraz jej dwóch pierwszych momentów – czasu zatrzymania i wariancji oraz dalej doborze parametrów modeli opisanych w rozdziale 6.

7.4 Wyniki badań reaktora sonochemicznego

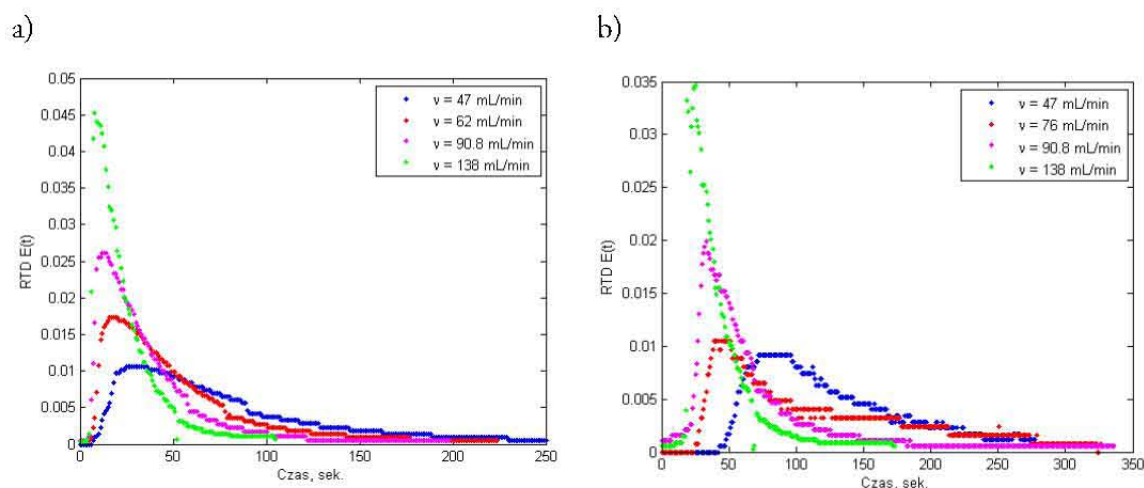
W trakcie badań reaktora sonochemicznego metodami znacznikowymi przeprowadzono łącznie 8 eksperymentów pomiarowych. Pomiar wykonywano przy różnych wartościach przepływu przez komorę reaktora oraz przy włączonej i wyłączonej sonifikacji. W poniższej tabeli zestawiono parametry wykonanych doświadczeń.

Tabela 7.1 Zestawienie wykonanych eksperymentów pomiarowych

Sonifikacja	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	Pomiar 4
	Strumień objętości płynący przez reaktor v , mL/min			
Włączona	47	62	90,8	138
Wyłączona	47	76	90,8	138

Wszystkie pomiary wykonano przy częstotliwości pomiaru konduktometrycznego równej 1 Hz. Była to maksymalna częstotliwość próbkowania konduktometru zainstalowanego na stanowisku (Elmetron CC-401).

Dla wszystkich przeprowadzonych eksperymentów wykreślono funkcję rozkładu przebywania (rys. 7.2) oraz wyznaczono czas przebywania i wariancję, korzystając ze wzorów odpowiednio 6.1, 6.8 oraz 6.9. Ponadto w celu porównania jakości mieszania porównano stosunek odchylenia standardowego do czasu przebywania σ/t_m [Monnier i inni, 2000]. Wyniki obliczeń liczbowych przedstawiono w tabeli 7.2.



Rys. 7.2. Rozkład czasu przebywania dla wykonanych pomiarów: (a) przy włączonych ultradźwiękach; (b) przy wyłączonych ultradźwiękach

Tabela 7.2 Porównanie wyznaczonych parametrów reaktora przy włączonej i wyłączonej sonifikacji

v, mL/min sonifikacja	Czas zatrzymania t_m , sek.			Wariancja σ^2		Współczynnik n	
	Wł.	Wył.	Ideal. CSTR ²⁾	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.
47	90,1	127	45,3	5 614	3 011	0,83	0,43
62/76 ¹⁾	53,4	120	34,4 / 28	1 732	5 600	0,78	0,62
90.8	39,7	77,5	23,5	1 215	4 237	0,88	0,84
138	24,6	45,3	15,4	346	941	0,76	0,68

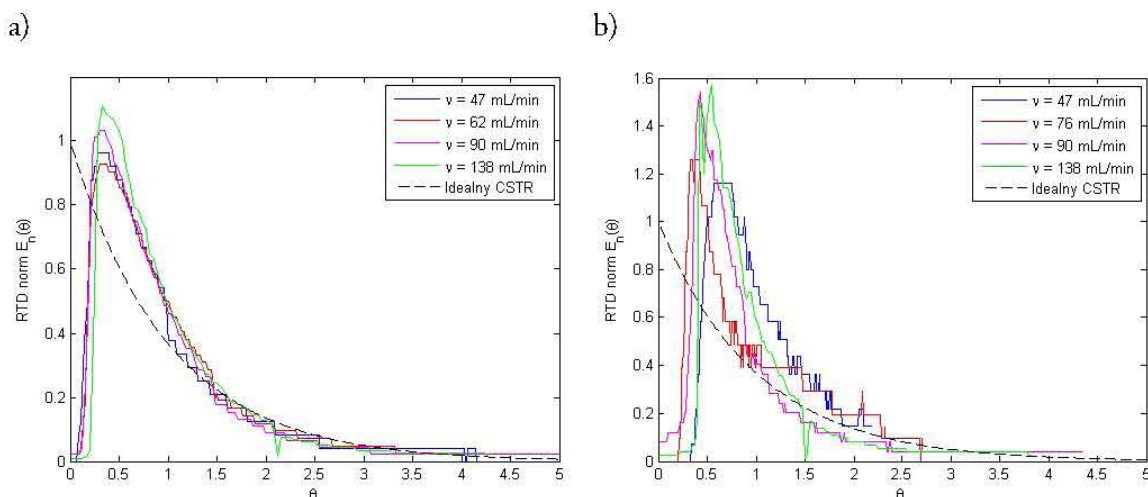
¹⁾ wartość strumienia objętości przy włączonej sonifikacji 62 mL/min; przy wyłączonej 76 mL/min

²⁾ wartość czasu zatrzymania dla idealnego reaktora CSTR o takich samych parametrach (objętość 35,5 mL)

Zarówno dane liczbowe, jak i wykreślone rozkłady RTD pokazują istotny wpływ sonifikacji na zachodzące w reaktorze procesy mieszania. Z punktu widzenia zagadnienia sterowania, przy braku ultradźwięków uwidacznia się opóźnienie transportowe, zwłaszcza dla niższych wartości strumienia objętości płynącego przez reaktor.

W dalszej kolejności, wprowadzając bezwymiarową zmienną czasu (wzór 6.6) wykreślono funkcję $E(\Theta)$ oraz porównano ją z charakterystyką dla reaktora idealnie wymieszanego (CSTR). Wynik porównania przedstawiono na rysunku 7.3. Na rzeczonych charakterystykach uwidacznia się wcześniej zaobserwowany znaczący wpływ sonifikacji na jakość mieszania w reaktorze. Przy włączonych ultradźwiękach uzyskane charakterystyki zbliżają się do krzywej właściwej dla reaktora z idealnym mieszaniem (CSTR). Z kolei widoczne zwężenie piku oraz wzrost jego wysokości świadczy o pogorszeniu mieszania, czyli zbliżaniu się do charakterystyki właściwej dla reaktora PFR. Uzyskane wyniki są oczywistym potwierdzeniem konstrukcji reaktora, który za wyjątkiem sonifikacji nie posiada innego systemu mieszania, a jego kształt

o przekroju pierścieniowym (z sonotrodą wewnątrz) nie sprzyja naturalnym procesom dyspersji. Należy jednak pamiętać, że konstrukcja została opracowana do pracy przy włączonych ultradźwiękach, o czym świadczą wyniki potwierdzające wysoką skuteczność mieszania. Analiza przy wyłączonej sonifikacji ma na celu uwidocznienie różnic w procesie modelowania reaktora sonochemicznego w odniesieniu do klasycznych konstrukcji.



Rys. 7.3. Znormalizowany rozkład czasu przebywania dla wykonanych pomiarów z prównaniem do reaktora z idealnym mieszanym CSTR: (a) przy włączonych ultradźwiękach; (b) przy wyłączonych ultradźwiękach

Pomimo faktu, iż włączenie sonifikacji jak pokazano powyżej istotnie poprawia parametry mieszania, wykreślone charakterystyki rozkładu czasu przebywania wskazują, iż badanego reaktora nie powinno się traktować jak reaktora z idealnym mieszanym. Fakt ten potwierdzają również wartości czasów zatrzymań t_m (patrz tabela 7.2), które są istotnie większe od czasu zatrzymania reaktora z idealnym mieszanym (CSTR). Analizując wyznaczone charakterystyki, zwłaszcza w postaci nie-znormalizowanej (rys. 7.2), należy przyjąć istnienie opóźnienia transportowego, które jest widoczne zwłaszcza na rozkładach RTD przy wyłączonych ultradźwiękach. Mając na uwadze powyższe, zdecydowano modelować reaktor jako złożenie dwóch reaktorów: z przepływem tłokowym PFR, który będzie odwzorowywał opóźnienie oraz reaktora odwzorowującego zjawiska mieszania. Takie połączenie dwóch modeli opisuje się jako splot ich funkcji RTD [Toson i inni, 2019]. Mając na uwadze uzyskane dotychczas rezultaty, a także kształt i wymiary geometryczne reaktora zdecydowano się na dopasowanie uzyskanych danych pomiarowych do następujących modeli:

- PFR + CSTR – złożenie dwóch idealnych modeli reaktorów [Fogler, 2005], opisanych wzorem:

$$RTD_{\tau, t_0}(t) = (RTD_{PFR, t_0} * RTD_{CSTR, \tau})(t) = \frac{1}{\tau} e^{-(t-t_0)/\tau}, \quad t \geq t_0, \quad (7.1)$$

gdzie: v – strumień objętości przez reaktor, τ – średni czas zatrzymania, stała czasowa, t_0 – opóźnienie,

- PFR + 2-CSTR (TIS) – złożenie reaktora PFR z klasycznym modelem serii reaktorów CSTR (TIS) [Fogler, 2005; Toson i inni, 2019], dla którego jako całkowitą liczbę zbiorników przyjęto wartość najbliższą średniej z wyników podanych w tabeli 7.4 ($n = 2$), opisany wzorem:

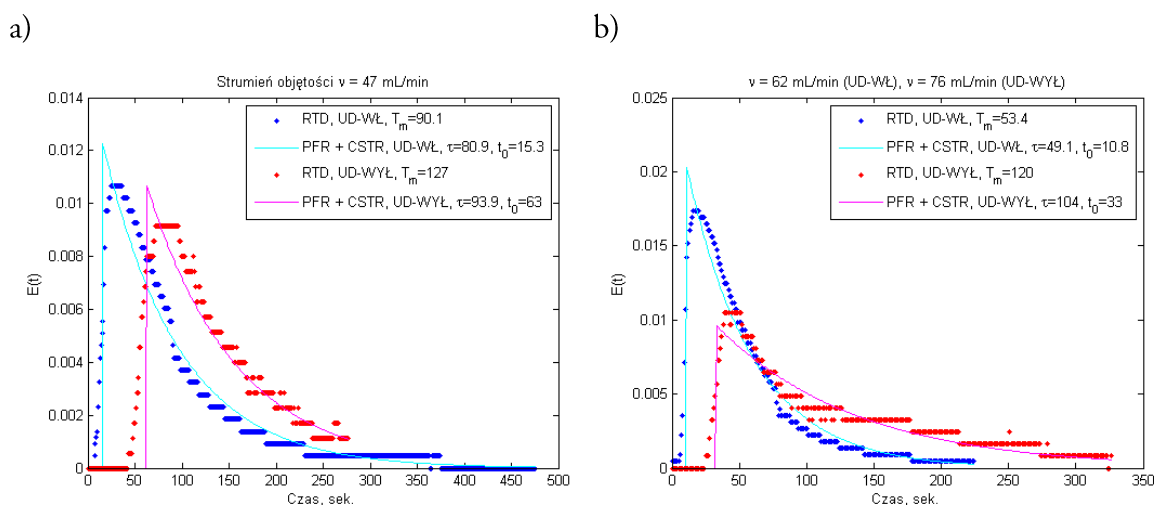
$$RTD_{\tau,t_0}(t) = (RTD_{PFR,t_0} * RTD_{2CSTR,\tau})(t) = \frac{4(t-t_0)}{\tau^2} e^{-2(t-t_0)/\tau}, \quad t \geq t_0, \quad (7.2)$$

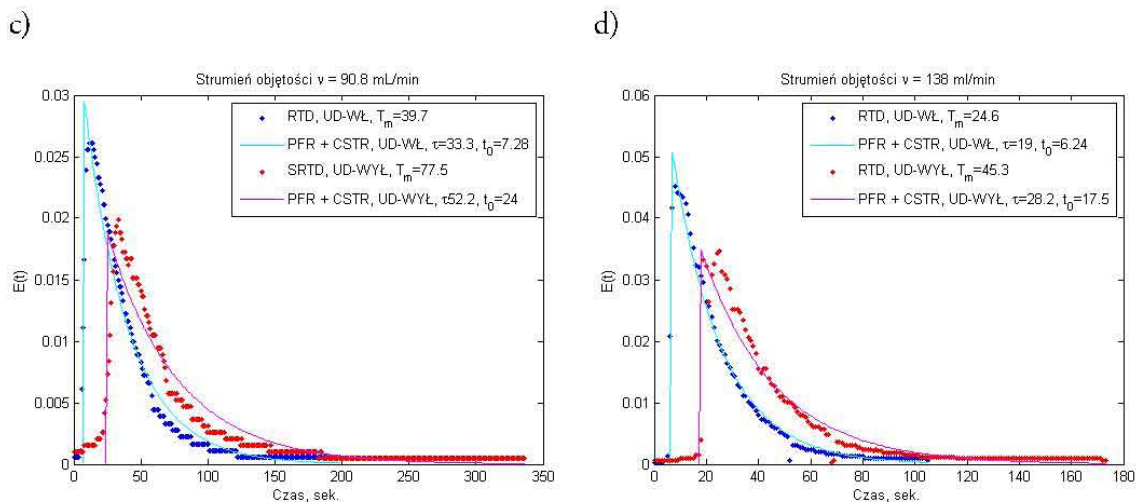
- PFR + n -CSTR – złożenie reaktora PFR z uogólnioną postacią modelu TIS [Toson i inni, 2019], gdzie n jest współczynnikiem kształtu i może przyjmować wartości zgodnie z tabelą 6.1, opisany wzorem:

$$RTD_{n,\tau,t_0}(t) = (RTD_{PFR,t_0} * RTD_{nCSTR,n,\tau})(t) = \frac{(t-t_0)^{n-1}}{\Gamma(n)} \left(\frac{n}{\tau}\right)^n e^{-n(t-t_0)/\tau}, \quad (7.3)$$

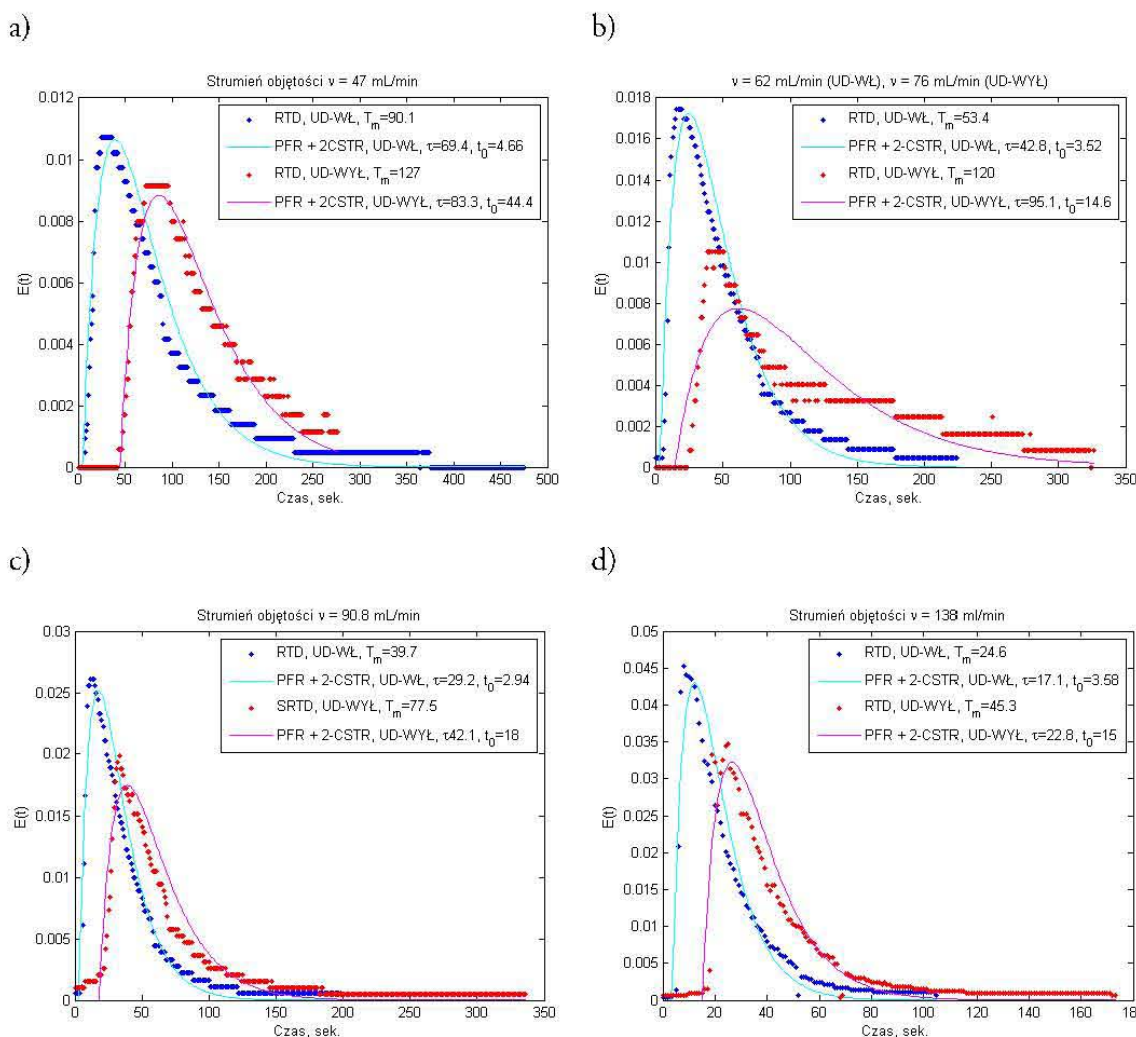
$$t \geq t_0.$$

Na podstawie uzyskanych danych pomiarowych dla wyżej zaproponowanych modeli estymowano ich parametry. Wyniki obliczeń, a także funkcje RTD dla estymowanych modeli przedstawiono na wykresach poniżej.

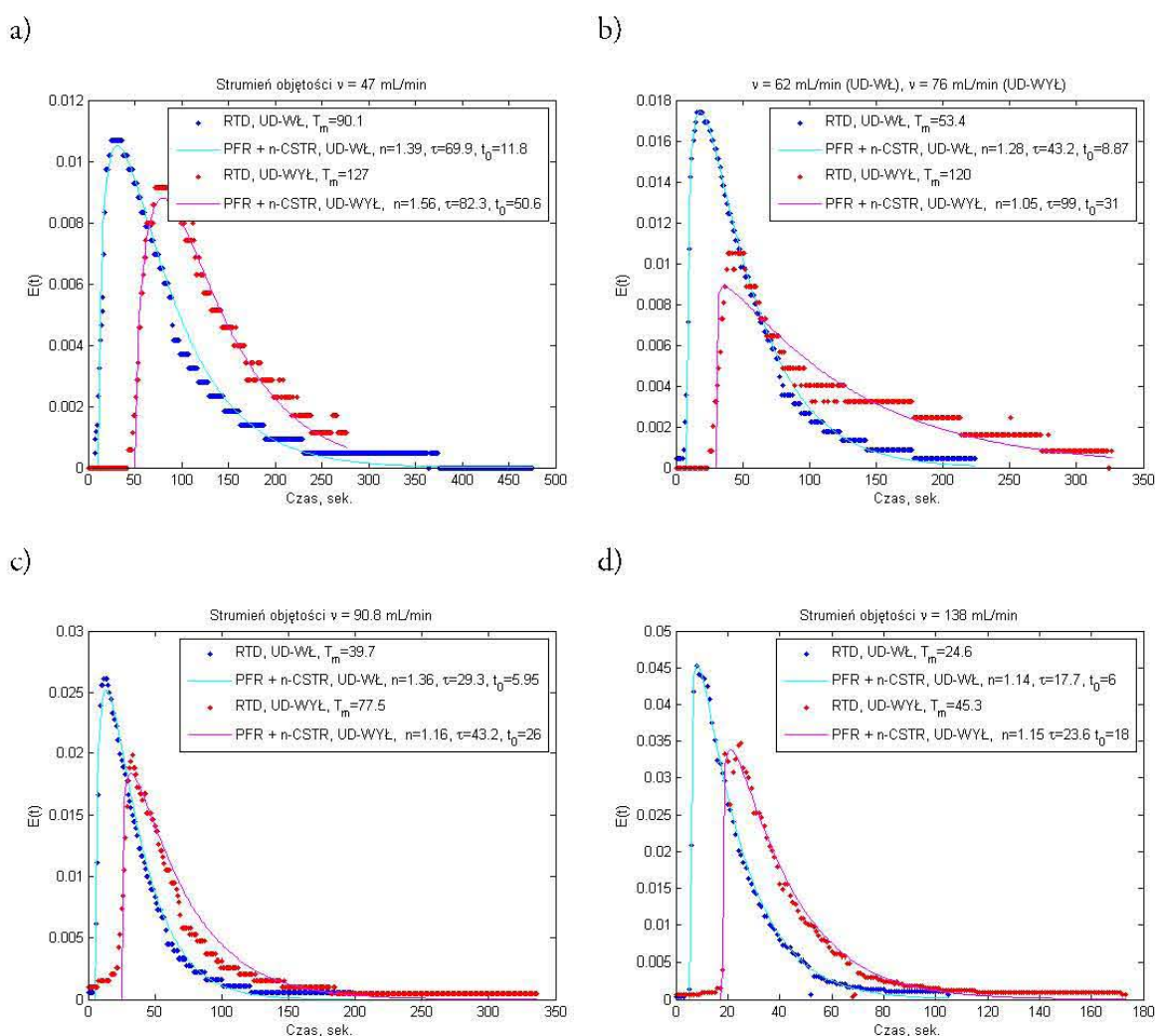




Rys. 7.4. Przebiegi rozkładów czasu przebywania dla modelu PFR + CSTR przy: (a) 47 mL/min; (b) 62/76 mL/min; (c) 90 mL/min; (d) 138 mL/min



Rys. 7.5. Przebiegi rozkładów czasu przebywania dla modelu PFR + 2-CSTR przy: (a) 47 mL/min; (b) 62/76 mL/min; (c) 90 mL/min; (d) 138 mL/min



Rys. 7.6. Przebiegi rozkładów czasu przebywania dla modelu PFR + n-CSTR przy: (a) 47 mL/min; (b) 62/76 mL/min; (c) 90 mL/min; (d) 138 mL/min

Wartości estymowanych parametrów przedstawiono w tabelach 7.3 – 7.5.

Tabela 7.3 Estymowany parametr czas zatrzymania (stała czasowa) τ

v, mL/min sonifikacja	PFR + CSTR		PFR + 2-CSTR		PFR + n-CSTR	
	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.
47	80,9	93,9	69,4	83,8	69,9	82,3
62/76 ¹⁾	49,1	104	42,8	95,1	43,2	99,0
90,8	33,3	52,2	29,2	42,1	29,3	43,2
138	19,0	28,2	17,1	22,8	17,7	23,6

¹⁾ wartość strumienia objętości przy włączonej sonifikacji 62 mL/min; przy wyłączonej 76 mL/min

Tabela 7.3 Estymowany parametr opóźnienie t_0

v, mL/min sonifikacja	PFR + CSTR		PFR + 2-CSTR		PFR + n-CSTR	
	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.
47	15,3	63,0	4,6	44,4	11,8	50,6
62/76 ¹⁾	10,8	33,0	3,5	14,6	8,9	31,0
90,8	7,3	24,0	2,9	18,0	5,6	26,0
138	6,2	17,5	3,6	15,0	6,0	18,0

¹⁾ wartość strumienia objętości przy włączonej sonifikacji 62 mL/min; przy wyłączonej 76 mL/min

Tabela 7.4 Estymowany parametr kształtu n , dla modelu n-CSTR

v, mL/min sonifikacja	47		62 (76) ²⁾		90.8		138	
	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.	Wł.	Wył.
n	1,4	1,6	1,3	1,1	1,4	1,2	1,1	1,2
$n = \tau^2 / \sigma^2$ ¹⁾	1,5	5,4	1,6	2,6	1,3	1,4	1,7	2,2

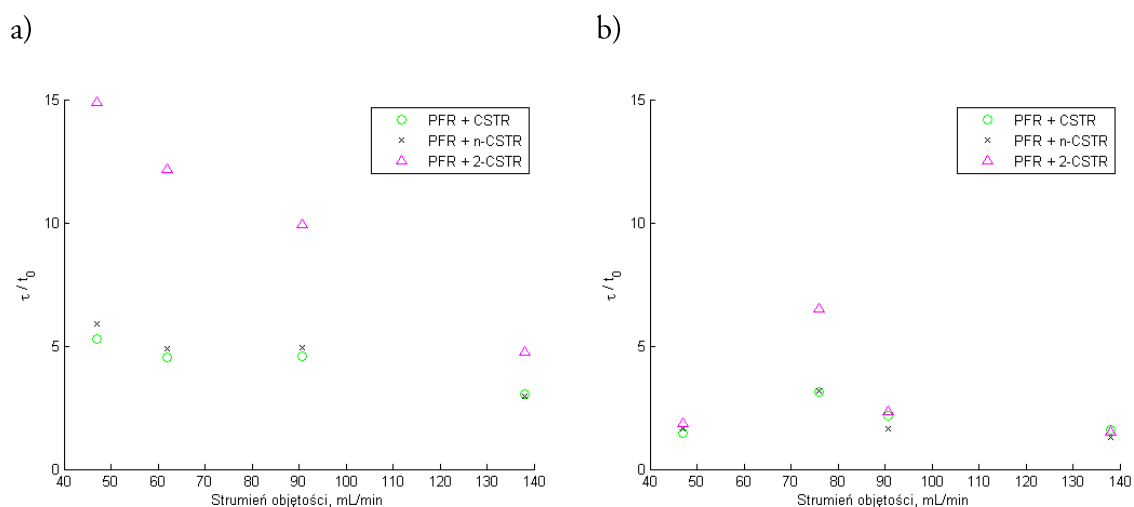
¹⁾ na podstawie [Toson i inni, 2019]

²⁾ wartość strumienia objętości przy włączonej sonifikacji 62 mL/min; przy wyłączonej 76 mL/min

Dla wszystkich z trzech zaproponowanych modeli uzyskano zbliżone wartości parametru czasu zatrzymania τ (tabela 7.3), różnice pomiędzy skrajnymi wartościami dla tego parametru nie były większe niż 22%. Dla opóźnienia t_0 (tabela 7.4) uzyskano dużo większy rozrzut, gdyż w poszczególnych przypadkach wyznaczone parametry różniły się od siebie ponad dwukrotnie. Fakt ten należy tłumaczyć słabym dopasowaniem modelu PFR+2-CSTR, który zwłaszcza w początkowej części krzywej RTD źle dopasowywał się do danych eksperymentalnych, pozostałe dwa modele dały zbliżone wartości (maksymalny rozrzut również ok 20%). Duży rozrzut tej wartości uzyskano dla pomiarów z włączonymi ultradźwiękami, gdzie opóźnienie było relatywnie niewielkie. Przy wyłączonych ultradźwiękach różnica pomiędzy wartościami tego parametru nie była aż tak znacząca.

W tabeli 7.4 przedstawiono estymowane wartości parametru kształtu n dla modelu uogólnionego (PFR + n-CSTR) oraz zestawiono je z wartościami obliczonymi jako stosunek kwadratu czasu zatrzymania do wariancji. Wartości te są zbieżne dla wyników uzyskanych przy włączonych ultradźwiękach, co nie znalazło potwierdzenia w przypadku pomiarów z wyłączonymi ultradźwiękami. Interpretacja parametru n , zgodnie z wytycznymi podanymi przez [Toson i inni, 2019] wskazuje, że w reaktorze występuje częściowa recyrkulacja wsteczna (z ang. *back mixing*).

W następnym kroku wykreślono zależność stosunku opóźnienia do stałej czasowej w funkcji natężenia strumienia objętości dla różnych modeli przy włączonej i wyłączonej sonifikacji (rys. 7.7).



Rys. 7.7. Stosunek opóźnienia do stałej czasowej τ/t_0 w funkcji natężenia strumienia objętości przepływającego przez reaktor: (a) przy włączonej sonifikacji; (b) przy wyłączonej sonifikacji

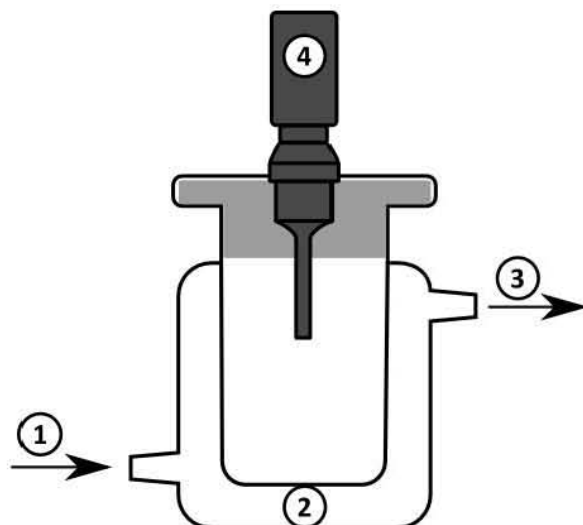
Niezależnie od przyjętego modelu stosunek τ/t_0 przy włączonej sonifikacji maleje wraz ze wzrostem strumienia objętości przepływającego przez reaktor, podczas gdy w przypadku wyłączonej sonifikacji wartość ta w przybliżeniu pozostaje stała. Właściwość ta uwidacznia istotną różnicę w dynamice badanego układu w przypadku włączonych i wyłączonych ultradźwięków.

Przeprowadzone doświadczenia z wykorzystaniem metod znacznikowych pozwoliły na określenie parametrów dynamicznych badanego reaktora, a także wykazały różnice w zachowaniu reaktora przy włączonej i wyłączonej sonifikacji. Co więcej, wykorzystanie modelu będącego złożeniem dwóch szeregowych reaktorów pozwoliło na wyznaczenie parametrów dynamicznych reaktora: stałej czasowej oraz opóźnienia. Parametry te mogą zostać wykorzystane do sterowania procesami w badanym obiekcie, tak jak to zostało zaproponowane w opracowaniu [Ilewicz i inni, 2020], w którym autor brał udział.

7.5 Wyniki badań płaszczu reaktora

Druga część badań doświadczalnych nad zastosowaniem metod znacznikowych do oceny parametrów dynamicznych obiektów sterowania dotyczyła płaszczu wodnego służącego do chłodzenia komory reaktora sonochemicznego. Obiektem badań był drugi z reaktorów stanowiących przedmiot badań zespołu, który przygotował opracowanie [Ilewicz i inni, 2020]. Stanowisko badawcze było analogiczne jak to przedstawione na rys. 7.1, z tą różnicą, iż w obiegu

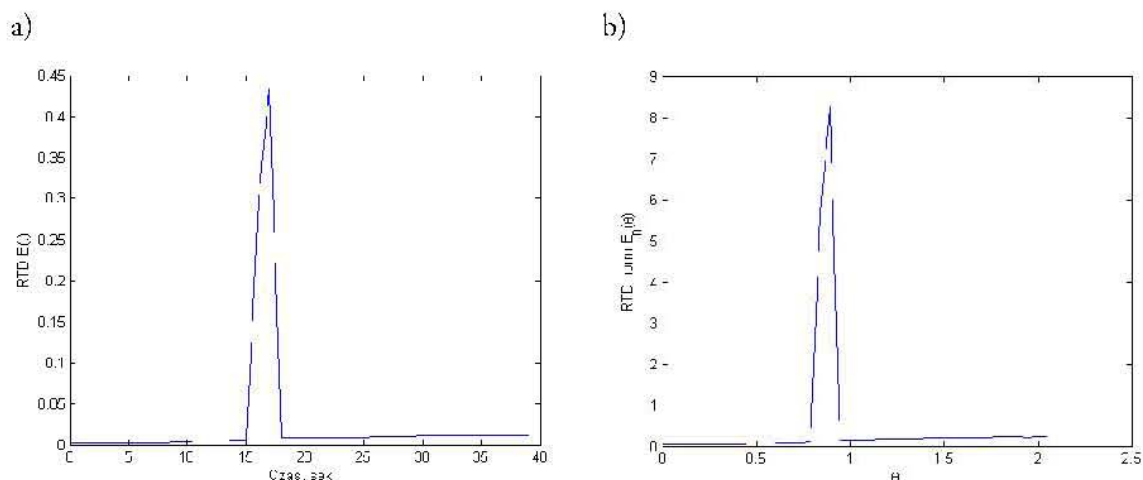
włączony był inny reaktor, o znacznie większej objętości (ok. 0,5 litra). Schemat reaktora przedstawiono na rys. 7.8.



Rys. 7.8. Schemat badanego reaktora: (1) przyłącze wejściowe obiegu płaszcza wodnego, (2) komora płaszcza wodnego; (3) przyłącze wyjściowe płaszcza wodnego; (4) głowica ultradźwiękowa z sonotrodą

W trakcie badań zastosowano analogiczną metodykę jak dla wcześniej badanego reaktora, opisaną w pkt 7.2. Przeprowadzono eksperyment polegający na iniekcji znacznika – stężonego roztworu NaCl na wejście płaszcza wodnego reaktora, a następnie rejestracji stężenia znacznika na jego wyjściu. Do rejestracji stężenia wykorzystano konduktometr (Elementron CC-401) z przepływowym czujnikiem konduktometrycznym.

Na podstawie uzyskanego przebiegu stężenia znacznika wyznaczono krzywą rozkładu czasu przebywania oraz po podstawieniu bezwymiarowej zmiennej czasu (wzór 6.6) jej znormalizowaną postać. Charakterystyki przedstawiono na rysunku 7.9.



Rys. 7.9. Wyznaczony rozkład czasu przebywania dla płaszcza wodnego reaktora (a) RTD w funkcji czasu (b) RTD w znormalizowanej postaci (w funkcji bezwymiarowej zmiennej czasu)

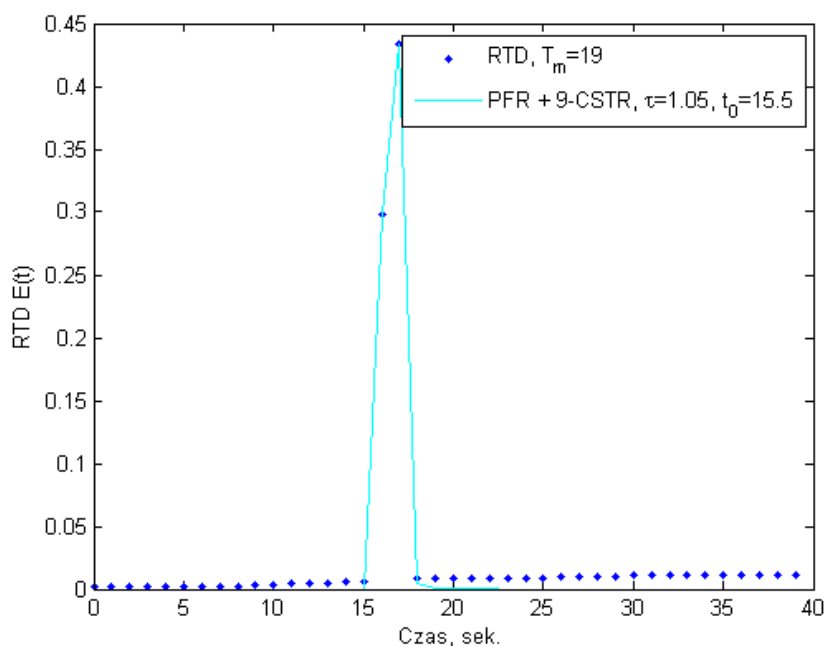
W dalszej części analizy wyznaczono czas zatrzymania (wzór 6.8) $\tau = 19$ sek., wariancję (wzór 6.9) $\sigma^2 = 41$ oraz współczynnik kształtu $n = 8,75$ [Toson i inni, 2019]. Zarówno uzyskany kształt rozkładu czasu przebywania jak i wartości liczbowe wskazują, że w analizowanym przypadku rozważa się obiekt, który może być modelowany jako reaktor zbliżony do PFR, tzn. że czynnikiem dominującym, określającym właściwości dynamiczne tego zbiornika będzie opóźnienie transportowe. Znormalizowany wykres rozkładu czasu przebywania ma kształt wysokiego, wąskiego piku, zbliżonego kształtem do impulsu w pkt 1 na osi odciętych, a współczynnik kształtu n jest kilka razy większy od jedności, co wskazuje na bardzo ograniczone procesy mieszania wewnątrz naczynia. Co więcej, wysokie wartości współczynnika n są cechą charakterystyczną dla naczyń o przepływie tłokowym [Fogler, 2005; Toson i inni, 2019].

Do zgromadzonych danych pomiarowych, spośród zaproponowanych w pkt 7.3 modeli rozkładu czasu przebywania, zadowalające rezultaty otrzymano tylko dla modelu będącego szeregowym połączeniem reaktorów PFR i TIS, przy czym jako liczbę reaktorów przyjęto liczbę naturalną najbardziej bliską obliczonemu współczynnikowi kształtu n , tj. 9, a model został opisany wzorem:

$$RTD_{\tau, t_0}(t) = (RTD_{PFR, t_0} * RTD_{2CSTR, \tau})(t) = \frac{(t - t_0)^8}{8!} \left(\frac{9}{\tau}\right)^9 e^{-9(t-t_0)/\tau}, \quad (7.4)$$

$$t \geq t_0.$$

Dla przyjętego modelu estymowano jego parametry oraz wykreślono charakterystykę RTD (rys. 7.11).



Rys. 7.11. Przebiegi rozkładów czasu przebywania dla modelu PFR + 9-CSTR (TIS)

Wyznaczone parametry modelu: opóźnienie transportowe $t_0 = 15,5$ sek. oraz stała czasowa $\tau = 1,05$ sek. potwierdziły wcześniejsze ustalenia, że w przedmiotowym przypadku dominującą rolę pełni opóźnienie transportowe, a stosunek τ/t_0 wynosi ok. 0,07.

Wyznaczone parametry dynamiki zbiornika płaszcz wodnego reaktora sonochemicznego mogą zostać wykorzystane do dalszych badań nad procesem sterowania reaktorem oraz estymacji jego parametrów. Należy przy tym zaznaczyć, że pomimo istotnej przewagi opóźnienia w dynamice tego obiektu, zaproponowany sposób modelowania funkcji rozkładu czasu przebywania pozwolił na stwierdzenie, że w badanym obiekcie występuje także część związana z mieszaniem, co przy klasycznej analizie funkcji rozkładu czasu przebywania mogłoby zostać pominięte.

8 Podsumowanie i wnioski

Przedmiotem niniejszej rozprawy doktorskiej były metody znacznikowe oraz ich zastosowanie do pomiaru strumienia objętości i identyfikacji parametrów dynamicznych obiektów na potrzeby sterowania. Wśród znacznikowych metod pomiaru strumienia objętości należy wyszczególnić metody rozcieńczania oraz metodę czasu przejścia. Metoda czasu przejścia polega na impulsowym podawaniu porcji znacznika do badanego obiektu, a następnie rejestracji czasowego przebiegu stężenia znacznika w dwóch punktach oddalonych od siebie w znanej odległości. Jak się okazuje, eksperyment ten jest niemal identyczny z procedurą doświadczalnego wyznaczania funkcji rozkładu czasu przebywania, która wykorzystywana jest w inżynierii procesowej, między innymi do oceny parametrów mieszania naczyń reakcyjnych. W ramach przedmiotowej rozprawy autor rozpoznał oba z tych zagadnień: jako metodę pomiaru strumienia objętości w kanale otwartym oraz jako metodę identyfikacji parametrów dynamicznych reaktora sonochemicznego.

W pierwszej części rozprawy zawarto dokładne studium znacznikowej metody czasu przejścia z wykorzystaniem znacznika w postaci chlorku sodu dla kanałów otwartych. Metoda ta, w literaturze opisywana głównie w kontekście pomiarów strumienia objętości w przewodach zamkniętych, została zastosowana przez autora do pomiaru strumienia objętości w kanałach otwartych. W trakcie przeprowadzonych prac starannie przeanalizowano wpływ wszystkich aspektów metody, w celu uzyskania jak najdokładniejszych wyników pomiarów.

Badania doświadczalne tej części pracy przeprowadzono z wykorzystaniem detektora znacznika autorskiej konstrukcji. Podczas opracowania własnej konstrukcji konduktometru przeprowadzono szereg badań nad przewodnictwem elektrolitycznym wodnego roztworu chlorku sodu, połączonych z wyznaczaniem parametrów wykorzystywanych czujników konduktometrycznych, tak by konstruowane urządzenie spełniało stawiane przed nim wymagania.

Istotną częścią prowadzonych prac było wyznaczenie parametrów stanowiska pomiarowego, w tym długości drogi mieszania znacznika. W tym celu przeprowadzono szereg doświadczeń z wykorzystaniem znacznika w postaci wodnego roztworu NaCl. W celu poszerzenia wiedzy w tym zakresie przeprowadzono dodatkowe badania z zastosowaniem barwnego znacznika. Otrzymane wyniki porównano z wielkościami obliczonymi na podstawie wzorów teoretycznych podanych w literaturze oraz stwierdzono, że satysfakcjonujący poziom wymieszania znacznika uzyskano na drodze krótszej, aniżeli wynikałoby to z teoretycznych zależności.

Głównym celem tej części pracy było zweryfikowanie zaproponowanej przez autora metody wyznaczania czasu przejścia. Metoda ta została zbadana przez autora w niniejszej pracy, a także

w dyplomowej pracy magisterskiej [Drozdowski, 2011], która była realizowana pod opieką autora. Uzyskane wyniki wykazały, że przy zastosowaniu dobrze dobranego modelu, oddającego istotę zjawiska rozprzestrzeniania się znacznika w strudze, pozwala na polepszenie powtarzalności wyznaczania czasu przejścia oraz umożliwia wykorzystanie sposobów wyznaczania czasu przejścia metodami, których zastosowanie nie było możliwe przy mocno zakłóconych sygnałach z detektorów znacznika, tj.: maksimum i początek pików.

W trakcie badań doświadczalnych wyznaczono współczynnik wzorcowania k . Badania przeprowadzono z wykorzystaniem znacznika solnego oraz barwnego. Otrzymane wyniki porównano z wielkościami uzyskanymi w oparciu o teoretyczne profile rozkładu prędkości. Analiza uzyskanych danych pozwoliła stwierdzić, że zależnie od sposobu wyznaczania czasu przejścia (wybór odpowiedniego czasu charakterystycznego) współczynnik wzorcowania może przyjmować różne wartości. Tylko współczynnik wyznaczony w oparciu o metodę „początek pików” pokrywał się z wartościami wyliczonymi na podstawie teoretycznych profili rozkładów prędkości, gdyż spośród analizowanych metod wyznaczania czasu przejścia, tylko ta metoda pozwalała na wyznaczenie prędkości bliskiej prędkości punktowej. Co więcej, stwierdzono że dla kanałów o małych gabarytach w celu zgrubnego oszacowania wielkości strumienia objętości bez znajomości profilu rozkładu prędkości, dla metody „maksimum pików” można przyjąć wartość współczynnika $k=1$.

Ostatnim etapem części doświadczalnej pracy w zakresie znacznikowej metody czasu przejścia było wykonanie pomiaru strumienia objętości tą metodą. W celu weryfikacji skuteczności opracowanego algorytmu analizy danych sygnałów z detektorów znacznika oprócz pomiarów własnych sięgnięto także do danych historycznych zarejestrowanych w ramach prac [Kroczyk, 1993], [Pyrz, 2008]. Za wyjątkiem metody „środek ciężkości” uzyskano zadowalające wyniki zarówno dla pomiarów własnych jak i dla danych historycznych. Na uwagę zasługuje fakt, iż zaproponowany algorytm pozwolił na wyznaczenie poprawnych wyników strumienia objętości dla danych historycznych przy realnej wartości współczynnika wzorcowania, w przeciwieństwie do prac [Kroczyk, 1993], [Pyrz, 2008], gdzie aby uzyskać poprawne wyniki znacznie zawyżano lub zaniżano wartość tego współczynnika.

Finalnie wyniki powyższych prac pozwoliły na wyznaczenie wartości strumienia objętości badaną metodą z niepewnością pomiaru na poziomie 7%. Pozwala to na porównanie badanej metody z innymi metodami pomiaru strumienia objętości w kanałach otwartych takimi jak: przelewy miernicze czy zwężki. Mając na uwadze powyższe oraz fakt poprawienia rezultatów uzyskanych przez [Kroczyk, 1993], [Pyrz, 2008] stwierdza się, że pierwsza część przyjętej tezy, dotyczącej zwiększenia dokładności pomiaru strumienia objętości z zastosowaniem znacznikowej

metody czasu przejścia poprzez optymalizację parametrów metody i sposobu wyznaczania czasu przejścia chmury znacznika, została udowodniona.

Druga część pracy poświęcona była zastosowaniu metod znacznikowych do analizy parametrów dynamicznych reaktora sonochemicznego. Analiza funkcji rozkładu czasu przebywania znacznika jest uznaną metodyką w ocenie właściwości reaktorów chemicznych. Autor pracy dołączając do zespołu pracującego nad poznaniem właściwości oraz opracowaniem algorytmu sterowania reaktorem sonochemicznych, miał okazję wykorzystać tę metodologię do określenia właściwości dynamicznych tego reaktora. Przeprowadzone doświadczenia z wykorzystaniem metod znacznikowych pozwoliły na określenie parametrów dynamicznych badanego reaktora, a także wykazały różnice w zachowaniu reaktora przy włączonej i wyłączonej sonifikacji.

Dzięki zastosowaniu modelu będącego złożeniem dwóch szeregowo połączonych reaktorów udało się określić opóźnienie oraz stałą czasową reaktora, które to mogą zostać wykorzystane do sterowania procesami w badanym obiekcie, tak jak to zostało zaproponowane w opracowaniu [Ilewicz i inni, 2020], w którym autor brał udział. Uzyskane wyniki w postaci parametrów dynamicznych reaktora sonochemicznego z podziałem na opóźnienie i stałą czasową, potwierdzają postawioną przez autora tezę, jakoby estymacja wartości parametrów kształtu funkcji rozkładu czasu przebywania znacznika umożliwia określenie opóźnienia oraz stałej czasowej badanego obiektu, także dla przypadku recyrkulacji wstecznej, jaki wystąpił w reaktorze sonochemicznym.

Bibliografia

Publikacje autorskie i współautorskie

- [Błotnicki, 2008a] Błotnicki W. (2008): *Metrologiczne właściwości programowalnych przetworników ultradźwiękowych w zastosowaniu do pomiarów przepływu w kanałach otwartych*, Pr. Nauk. PŚl. Elekt., R. 54 z. 1 (205), s. 21-31.
- [Błotnicki, 2008b] Błotnicki W. (2008): *Ultradźwiękowe mierniki poziomu w zastosowaniu do pomiarów natężenia przepływu w kanałach otwartych za pomocą przelewów mierniczych*, Nowe technologie w sieciach i instalacjach wodociągowych i kanalizacyjnych. VII Konferencja naukowo-techniczna, Szczyrk, marzec 2008 r. Instytut Inżynierii Wody i Ścieków. s. 327-340.
- [Błotnicki, 2009] Błotnicki W. (2009): *Laboratorium pomiaru poziomu i strumienia płynu w kanałach otwartych*, Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review), Vol. 85, no. 2, pp. 83-85.
- [Błotnicki i inni, 2010a] Błotnicki W., Ilewicz W., Pyrz G. (2010), *Wyznaczanie czasu przejścia w znacznikowej metodzie pomiaru strumienia objętości w kanale otwartym*, Pomiary Automatyka Kontrola, vol. 56, s. 863–866
- [Błotnicki i inni, 2010b] Błotnicki W., Kleszczewski R, Wiora J., Wiora A. (2010): *Zastosowanie pomiaru konduktometrycznego do określenia wielkości przepływu metodą znacznikową*, VIII Polska Konferencja Chemii Analitycznej, str. 438, Kraków, 04-09.07.2010 r.
- [Błotnicki i inni, 2013] Błotnicki W., Wiora J., Waluś S. (2013), *Tracer flowmeter with a conductive sensor*, Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review), R. 89 nr 3a, s. 293-297
- [Błotnicki i Grychowski, 2014] Błotnicki W., Grychowski T. (2014), *Pomiary strumienia objętości metodami znacznikowymi - pomiary znacznikiem barwnym*, Prace Komisji Naukowych PAN, Katowice, nr 36/38, s. 110-112
- [Ilewicz i inni, 2020] Ilewicz W., Skupin P., Choiński D., Błotnicki W., Bielecki Z. (2020), *On-Line Estimation of the Ultrasonic Power in a Continuous Flow Sonochemical Reactor*, Energies, MDPI, 13, 2952

Pozycje literaturowe

- [Abrantes i inni, 2018] Abrantes J. R.C.B., Moruzzi R. B., Silveira A, de Lima J. L.M.P. (2018), *Comparison of thermal, salt and dye tracing to estimate shallow flow velocities: Novel triple-tracer approach*, Journal of Hydrology 557, s. 362–377, Elsevier
- [Andersson, 2004] Andersson A. (2004), *Inventory and basic evaluation of field calibration methods for volume and flow meters*, SP Swedish National Testing and Research Institute, SP Report 2004:24
- [Arnikař i inni, 1992] Arnikař H. J., Kadam S. S., Gujař K. N. (1992), *Essentials of physical chemistry and pharmacy*, Sangam
- [Babajide i inni, 2009] Babajide O., Petrik L., Amigun B., Ameer F. (2009), *Low-Cost Feedstock Conversion to Biodiesel via Ultrasound Technology*, Energies, 3, 1691-1703
- [Bai i inni, 2019] Bai R., Zhu D., Chen H., Li D. (2019), *Laboratory Study of Secondary Flow in an Open Channel Bend by Using PIV*, Water, 11(4), 659 MDPI
- [Bertocchi i inni, 2018] Bertocchi F., Rohde M., Kloosterman J.L. (2018), *LDA measurements of coherent flow structures and cross-flow across the gap of a compound channel with two half-rods*, Nuclear Engineering and Design 326, 17-30
- [Bilek i Turantař, 2013] Bilek S.E., Turantař F., (2013) *Decontamination efficiency of high power ultrasound in the fruit and vegetable industry, a review*, International Journal of Food Microbiology, Volume 166, Issue 1,
- [Bin Asad i inni, 2019] Bin Asad S.M.S., Lundström T.S., Andersson A.G., Hellström J.G.I., Leonardsson K. (2019), *Wall Shear Stress Measurement on Curve Objects with PIV in Connection to Benthic Fauna in Regulated Rivers*, Water, 11, 650 MDPI
- [Bogusz, 2010] Bogusz P. (2010), *Wyznaczenie właściwości metrologicznych wskaźnikowej metody pomiaru strumienia objętości*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Cygański, 2004] Cygański A. (2004), *Podstawy metod elektroanalitycznych*, WNT, Warszawa

- [Crum i inni, 1999] Crum L.A., Mason T.J., Reisse J.L., Suslick K.S. (1999), *Sonochemistry and Sonoluminescence*. Kluwer Publishers, Dordrecht, Netherlands, 1999, NATO ASI Series C, vol. 524
- [Czarnecka-Żołek, 1993] Czarnecka-Żołek E. (red. nauk. tomu) (1993), *Encyklopedia techniki. Chemia.*, WNT, Warszawa
- [Day, 1976] Day T. J. (1976), *On the precision of salt dilution gauging*, Journal of Hydrology, 31:293-306
- [Drozdowski, 2011] Drozdowski M. (2011), *Analiza porównawcza metod estymacji czasu przejścia znacznika w znacznikowej metodzie pomiaru strumienia objętości w przewodzie otwartym*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., konsultant Błotnicki W., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Elder i inni, 1991] Elder K., Kattelmann R., Ferguson R. (1991), *Refinements in dilution gauging for mountain streams*, IAHS, s.247-254
- [Fogler, 2005] H. Scott Fogler (2005): *Elements of Chemical Reaction Engineering, 4th Edition*, Prentice Hall
- [Frączek i Waluś, 2002] Frączek J., Waluś. (2002), *Laboratorium miernictwa przemysłowego*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice
- [Gogate i inni, 2003] Gogate P.R., Wilhelm A.M., Pandit A.B. (2003), *Some aspects of the design of sonochemical reactors*, Ultrasonics Sonochemistry, Volume 10, Issue 6
- [Gondrexon i inni, 1998] Gondrexon N., Renaudin V., Petrier C., Clement M., Boldo P., Gonthier Y., Bernis A. (1998), *Experimental study of the hydrodynamic behavior of a high frequency ultrasonic reactor*, Ultrasonics Sonochemistry 1998, 5, 1-6
- [Górecki, 2002] Górecki P. (2002), *Wzmacniacze operacyjne*, BTC
- [Green i Perry, 2008] Green D.W., Perry R.H. (2008), *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (8 th edition), The McGraw-Hill Companies, New York
- [Greń, 1984] Greń J. (1984), *Statystyka matematyczna modele i zanageria*, Wydanie VIII, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa
- [Ilewicz i inni, 2004] Ilewicz W. (2004), *Estymacja parametrów złożonych sygnałów analitycznych z zastosowaniem wzorca zdefiniowanego numerycznie*,

- rozprawa doktorska, promotor J. Piotrowski, Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Ilinskij, 1970] Ilinskij W. M. (1970), *Beskontaktnoe izmerenie raschodow*, Energija, Moskwa
- [Iller, 1992] Iller E. (1992), *Badania znacznikowe w inżynierii procesowej*, WNT, Warszawa
- [Iller i Thyn, 1994] Iller E., Thyn J. (1994), *Metody radioznacznikowe w praktyce przemysłowej*, WNT, Warszawa
- [Johnstone, 1988] Johnstone D. E. (1988), *Some recent developments of constant-injection salt dilution gauging in rivers*, Journal of Hydrology, New Zealand, Vol. 27, No. 2 s. 128-153
- [Kandasamy i inni, 2017] Kandasamy M., Hamawand M., Bowtell L., Seneweera S., Chakrabarty S., Yusaf T., Shakoor Z., Algayyim S., Eberhard F. (2017), *Infestigation of Ethanol Production Potential from Lignocellulosic Material without Enzymatic Hydrolysis Using the Ultrasound Technique*, Energies, 10,62.
- [Kijas, 2009] Kijas K. (2009), *Stanowisko pomiarowe do badan konduktometrycznych*, praca dyplomowa magisterska, promotor Wiora A., konsultant Wiora J., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Kikuchi i Uchida, 2011] Kikuchi T., Uchida T. (2011), *Calorimetric method for measuring high ultrasonic power using water as a heating material*, Journal of Physics: Conference Serie, Volume 279
- [Kisza, 2000] Kisza A. (2000), *Elektrochemia. I. Jonika*. WNT, Warszawa
- [Kremlevskij, 1989] Kremlevskij P.P. (1989), *Raschodomery i scetciki kolicestva*, Mašinostrojenije, Leningrad
- [Krieser, 2010] Krieser W. (2010), *Analiza właściwości metrologicznych przepływomierzy próbkujących z czujnikami powierzchniowymi*, rozprawa doktorska, promotor S. Waluś, Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Kroczek, 1993] Kroczek A. (1993), *Wzorcowanie przepływomierzy w miejscu zabudowy metodą zastrzyku lub rozcieńczania*, praca dyplomowa

- magisterska, promotor Waluś S., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Leibundgut i inni, 2009] Leibundgut, C.H., Maloszewski, P., Külls, C.H., (2009) *Tracers in Hydrology*, John Wiley & Sons Ltd., Chichester, West Sussex, UK
- [Levenspiel, 1998] O. Levenspiel (1998): *Chemical Reaction Engineering, Third Edition*, John Wiley & Son
- [Levenspiel, 2012] O. Levenspiel (2012): *Tracer Technology Modelling the Flow of Fluids*, Springer
- [Libus, 1975] Libus W. Z. (1975), *Elektrochemia*, PWN, Warszawa.
- [Lisiecki i Kłysz, 2007] Lisiecki J., Kłysz S. (2007), *Szacowanie niepewności pomiaru*, Prace naukowe ITWL, Zeszyt 22
- [Martin, 2000] Martin A.D. (2000), *Interpretation of residence time distribution data*, Chemical Engineering Science 55, 5907–5917.
- [Meng i inni, 2018] Meng Z., Zhou Z., Zheng D., Liu L., Dong J., Yang Y., Li X., Zhang T. (2018), *Optimizing dewaterability of drinking water treatment sludge by ultrasound treatment: Correlations to sludge physicochemical properties*, Ultrasonics Sonochemistry, Volume 45
- [Michalski i inni, 2004] Michalski A. (2004), *Pomiary przepływu wody w kanałach otwartych*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa
- [Monnier i inni, 2000] Monnier H.; Wilhelm A.M.; Delmas H. (2000), *Effects of ultrasound on micromixing in flow cell*, Chemical Engineering Science, 55, 4009-4020
- [Moore, 2003] Moore R. D. (2003), *Introduction to salt dilution gauging for streamflow measurement part 1*, Streamline Watershed Management Bulletin, Vol. 7, No. 4, s. 20-24, 2003/04
- [Moore, 2004] Moore R. D. (2004), *Introduction to salt dilution gauging for streamflow measurement part 2: Constant-rate injection*, Streamline Watershed Management Bulletin, Vol.8, No. 1 s. 11-15, 2004
- [Moore, 2005] Moore R. D. (2005), *Introduction to salt dilution gauging for streamflow measurement part 3: Slug injection using salt in solution*, Streamline Watershed Management Bulletin, Vol. 8, No. 2 s.1-6, 2005

- [Moroń, 2003] Moroń Z. (2003), *Pomiary przewodności elektrycznej cieczy przy małych częstotliwościach*, Oficyna Wydawnicza PWR, Wrocław
- [Oppelt, 2001] Oppelt E. T. (2001), *Performing Quality Flow Measurements at Mine Sites*, Science Applications International Corporation Environment and Health Sciences Group, Idaho Falls
- [Østrem, 1964] Østrem G. (1964), *a method of measuring water discharge in turbulent streams*, Geographical Bulletin 21, s. 21–43
- [Panda i Manickam, 2019] Panda D., Manickam S. (2019), *Cavitation Technology – The Future of Greener Extractoin Method: a Review of the Extraction of Natural Products and Process Intensification Mechanism and Perspectives*, Applied Sciences, 9, 766.
- [Pawłowska-Zygarowicz, 2021] Pawłowska-Zygarowicz A. (2021), *Zastosowanie reaktorów przepływowych do prowadzenia i optymalizacji procesów syntezy związków organicznych*, rozprawa doktorska, promotor M. Śmiglak, Uniwersytet im Adama Mickiewicza w Poznaniu
- [Pękała, 2011] Pękała A. (2011), *Zaprojektować, zestawić i zbadać możliwości pomiarowe kanału otwartego w laboratorium pomiarów przepływu*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., konsultant Błotnicki W., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Pyrz, 2008] Pyrz G., (2006), *Laboratoryjne badanie metody znacznikowej zastosowanej do pomiaru strumienia objętości wody w kanale otwartym*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Richardson i inni, 2017] Richardson M., Sentlinger G., Moore D., Zimmermann A. (2017), *Quantifying the Relation Between Electrical Conductivity and Salt Concentration for Dilution Gauging Via Dry Salt Injection*, Confluence Journal of Watershed Science and Management, Vol. 1, No 02
- [Rochebrochard i inni, 2012] Rochebrochard S., Suptil J., Blais JF, Naffrechoux E. (2012), *Sonochemical efficiency dependence on liquid height and frequency in an improved sonochemical reactor*, Ultrasonics Sonochemistry, Volume 19, Issue 2
- [Romer, 1978] Romer E. (1978), *Miernictwo przemysłowe*, PWN, Warszawa

- [Rossi, 1996] Rossi G.L. (1996), *Error analysis based development of a bubble velocity measurement chain*, Flow Measurement and Instrumentation, Volume 7, No 1
- [Rózdzyński, 1998] Rózdzyński K. (1998), *Miernictwo hydrologiczne*, Instytut Meteorologii i Gospodarki Wodnej, Warszawa
- [Rząsa i inni, 2017] Rząsa M., Pochwała S., Czapla-Nielacna B. (2017) *Metoda pomiaru prędkości ruchu cieczy zmodyfikowaną metodą PIV*, Zeszyty Naukowe Wydziału Elektrotechniki i Automatyki Politechniki Gdańskiej Nr 54
- [Sentlinger i inni, 2019] Sentlinger G., Fraser J., Baddock E. (2019), *Salt dilution flow measurement: automation and uncertainty*, HydroSenSoft, International Symposium and Exhibition on Hydro- Environment Sensors and Software. 26 Feb – 1 Mar 2019, Madrid, Spain
- [Sreejani i Srinivasa, 2020] Sreejani T.P., Srinivasa Rao G.V.R (2020), *a Study on Groundwater Flow Velocity at Andhra University Campus, Visakhapatnam*, International Journal of Scientific Research and Engineering Development, Volume 3, Issue 2
- [Subhedar i Gogate, 2013] Subhedar P.B., Gogate P.R. (2013), *Intensification of Enzymatic Hydrolysis of Lignocellulose Using Ultrasound for Efficient Bioethanol Production: a Review*, Industrial & Engineering Chemistry Research, 52, 11816-11828.
- [Szczudło, 2012] Szczudło M. (2012), *Analiza porównawcza wybranych metdo pomiaru strumienia objętości w przewodzie otwartym*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Toson i inni, 2018] Toson P., Siegmann E., Trogrlic M., Kureck H., Khinast J., Jajcevic D., Doshi P., Blackwood D., Bonnassieux A., Daugherty, P.D., Ende M.T., (2018), *Detailed modeling and process design of an advanced continuous powder mixer*, International Journal of Pharmaceutics, 552, 288–300
- [Toson i inni, 2019] Toson P., Doshi P., Jajcevic D. (2019), *Explicit Residence Time Distribution of a Generalised Cascade of Continuous Stirred Tank Reactors for a Description of Short Recirculation Time (Bypassing)*, Processes, 7, 615

- [Turkowski, 1987] Turkowski M. (1987), *Pomiary przepływów*, Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej, Warszawa
- [Troskoleński, 1967] Troskoleński A. T. (1967), *Hydromechanika*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa
- [Waluś i Żelezik, 1994] Waluś S., Żelezik J. (1994), *Zadanie odwrotne w wybranych przepływomierzach*, praca naukowo-badawcza, Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Zakład Systemów Pomiarowych, Gliwice
- [Waluś, 2003] Waluś S. (2003), *Optymalizacja metrologiczna pomiaru strumienia płynu za pomocą przepływomierzy próbkujących*, Monografia 43, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej
- [Waluś, 2006] Waluś S. (2006), *Procedury pomiarowe oraz wybrane metody pomiarowe*, BK-208/RAu1/2006/temat 10, Zadanie 10.2, *Pomiar strumienia objętości metodą znacznikową*, Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Zakład Systemów Pomiarowych
- [Waluś i inni, 2008] Waluś S., Dąbrowski T., Janczur S. (2008), *Wyznaczanie modelu rozkładu prędkości dla pośredniego pomiaru strumienia objętości*, *Pomiary Automatyka Kontrola*, vol. 54, nr 9
- [Woldon, 2006] Woldon M., (2006), *Studium możliwości zastosowania metody zastrzyku i rozcieńczenia do pomiaru strumienia objętości płynu*, praca dyplomowa magisterska, promotor Waluś S., Politechnika Śląska, Instytut Automatyki, Gliwice
- [Wolkersdorfer i von Hünefeld-Mugova, 2018] Wolkersdorfer Ch., von Hünefeld-Mugova E. (2018), *Flow measurement using the salt dilution method at the mine water influenced Tweelopiespruit, Witwatersrand, South Africa*, 11th ICARD, IMWA, MWD Conference – “Risk to Opportunity”
- [Wood i inni, 2017] Wood R.J., Lee J., Bussemaker M.J. (2017), *a parametric review of sonochemistry: Control and augmentation of sonochemical activity in aqueous solutions*, *Ultrasonics Sonochemistry*, 38, 351 - 370
- [Yang i inni, 2016] Yang SC., Lin HC., Liu TM., Lu JT., Hung WT., Huang YR., Tsai YC., Kao CL., Chen SY., Sun CK. (2016), *Efficient Structure Resonance Energy Transfer from Microwaves to Confined Acoustic Vibrations in Viruses*, *Scientific Reports*, 18030

- [Yao i inni, 2021] Yao H., Cao L., Wu D., Gao Y., Qin S., Yu F. (2021) *PIV Study on Grid-Generated Turbulence in a Free Surface Flow*, *Water*, 13, 909, MDPI
- [Yuping i inni, 2020] Yuping Z., Hongbo W., Xike Z., Haizhou D., Changping M. (2020), *Groundwater velocity determination by single-borehole dilution test*, *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science* 525

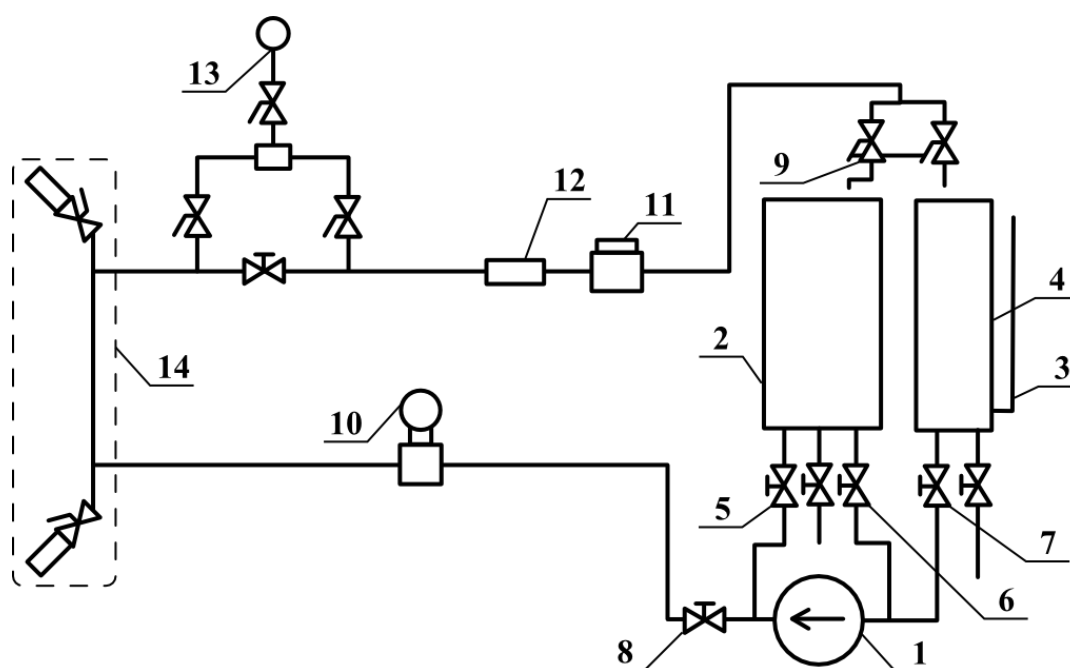
Normy i raporty techniczne

- [PN-EN 24006] PN-EN 24006:1997 *Pomiar strumienia płynu i objętości przepływającego płynu. Terminologia i symbole*
- [ISO 2975/1] ISO 2975-1:1974 *Measurement of water flow in closed conduits – Tracer metod, Part I: General*
- [ISO 2975/2] ISO 2975-2:1975 *Measurement of water flow in closed conduits – Tracer metod, Part II: Constant rate injection method using non-radioactive tracers*
- [ISO 2975/3] ISO 2975-3:1976 *Measurement of water flow in closed conduits – Tracer metod, Part III: Constant rate injection method using radioactive tracers*
- [ISO 2975/6] ISO 2975-6:1977 *Measurement of water flow in closed conduits – Tracer metod, Part VI: Transit time method using non-radioactive tracers*
- [ISO 2975/7] ISO 2975-7:1977 *Measurement of water flow in closed conduits – Tracer metod, Part VII: Transit time method using radioactive tracers*
- [ISO 772] PN-EN ISO 772:2001 *Pomiary hydrometryczne - Terminologia*
- [JCGM 100, 2008] JCGM 100 2008, *Ewaluacja danych pomiarowych. Przewodnik wyrażania niepewności pomiaru nie wiedziałeś (GUM 1995 wersja poprawiona)*

Załącznik 4.1 – Wzorcowanie przepływomierzy wody

Wzorcowanie przeprowadzono na stanowisku do wzorcowania przepływomierzy wody Katedry Pomiarów i Systemów Sterowania Politechniki Śląskiej. Schemat stanowiska przedstawiono na rysunku Z4.1.1. Zainstalowane na stanowisku przepływomierze (oznaczone nr 10 do 14) zostały wywzorcowane metodą objętościową z wykorzystaniem zbiornika miarowego, zainstalowanego na stanowisku, w zakresie do 7 m³/h. Przeprowadzono 3 serie pomiarowe dokonując pomiarów w 6 punktach w każdej serii. W każdym punkcie procedura wzorcowania wyglądała następująco:

- ustawienie zaworów w obiegu zamkniętym (woda wraca z powrotem do zbiornika zasilającego),
- załączenie pompy oraz ustawienie orientacyjnego punktu pomiarowego za pomocą zaworów regulacyjnych (zawór bocznikujący 5, zawór dławiący 8),
- przełączenie zaworu trójdrogowego 9 na zbiornik miarowy oraz jednoczesne załączenie czasomierza,
- podczas napełniania zbiornika miarowego cykliczne odczyty z przepływomierzy wzorcowanych,
- po napełnieniu zbiornika miarowego przełączenie zaworu trójdrogowego z powrotem na obieg zamknięty z jednoczesnym zatrzymanie czasomierza
- wyłączenie pompy oraz odczyt przyrostu poziomu wody w zbiorniku miarowym.



Rys. Z4.1.1. Schemat stanowiska do wzorcowania przepływomierzy [Frączek i Waluś, 2002]

W tabelach Z4.1.1 do Z4.1.18 przedstawiono zebrane wyniki pomiarów.

Tabela Z4.1.1

Seria pierwsza		Punkt pierwszy	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
1,33 1,29	1,35 1,35	1,4 1,3 1,4	8,68 7,97
1,23 1,25	1,31 1,31	1,3 1,3 1,3	10,69 9,4
1,21 1,3	1,28 1,28	1,3 1,3 1,3	8,27 7,51
1,26 1,2 1,2	1,28 1,28	1,3 1,3 1,3	9,17 8,2
1,4 1,2 1,32	1,31 1,28	1,3	7,96 9,11
1,28 1,35	1,31 1,28		9,83 7,93
1,22 1,31	1,28 1,31		8,18
1,22 1,2	1,28 1,31		
1,15 1,28	1,28 1,28		
1,25 1,2	1,31 1,28		
1,35 1,25	1,28 1,28		
1,26 1,24	1,28 1,31		
1,22	1,28 1,28 1,31		
Czas: 9:07,46 min		Δ poziom.: 1,011 m	

Tabela Z4.1.2

Seria pierwsza		Punkt drugi	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
2,78 2,64	2,72 2,69	2,7 2,7 2,7	11,91 12,03
2,68 2,69	2,69 2,72	2,7 2,7 2,7	10,73 13,68
2,73 2,65	2,72 2,72	2,6 2,7 2,6	12,51 13,44
2,64 2,67	2,69 2,72	2,6 2,6 2,6	14,83 12,05
2,61 2,64	2,66 2,69	2,6 2,6 2,6	13,1 11,92
2,71 2,69	2,66 2,69		12,87 14,96
2,67 2,63	2,66 2,66		13 12,67
2,6 2,62 2,7	2,66 2,66		12,02
2,61 2,66	2,69 2,63		
2,61 2,55	2,63 2,66		
2,58 2,67	2,6 2,6 2,6		
2,6	2,6		
Czas: 6:57,00 min		Δ poziom.: 1,272 m	

Tabela Z4.1.3

Seria pierwsza		Punkt trzeci	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
3,38 3,38	3,33 3,33	3,3 3,3 3,3	11,13 10,51
3,32 3,31	3,33 3,3 3,3	3,3 3,3 3,3	13,02 9,87
3,3 3,34	3,33 3,3 3,3	3,3 3,3 3,3	13,68 10,6
3,33 3,29	3,33 3,33	3,3 3,3 3,3	11,47 11,23
3,3 3,32	3,37 3,3	3,3 3,3 3,3	11,97 9,96
3,31 3,3	3,27 3,27		11,99 10,45
3,37 3,3	3,27 3,33		13,03 11,4
3,31 3,33	3,33		12,49
3,33 3,3			
3,27 3,26			
3,3 3,32			
Czas: 4:26,98 min		Δ poziom.: 1,172 m	

Tabela Z4.1.4

Seria pierwsza		Punkt czwarty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
3,7 3,8 3,74	3,72 3,72	4,1 4,2 4	11,058
3,79 3,8	3,75 3,72	3,9 3,9 3,9	12,13 11,08
3,72 3,85	3,75 3,72	3,9 3,9 3,9	11,61 11,55
3,71 3,74	3,72 3,72	3,8 3,9 3,8	11,72 10,52
3,74 3,77	3,69 3,69	3,8 3,8 3,8	12 11,4
3,77 3,73	3,69 3,69	3,8	9,71 11,98
3,73 3,66	3,65 3,65		10,71 11,66
3,7 3,65	3,62 3,69		12,22 11,93
3,75	3,65		11,2
Czas: 4:24,86 min		Δ poziom.: 1,311 m	

Tabela Z4.1.5

Seria pierwsza		Punkt piąty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
4,92 4,99	4,9 4,94 4,9	5,1 5 5,1	11,52 11,83

Tabela Z4.1.6

Seria pierwsza		Punkt szósty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
6,9 6,8 7	6,76 6,76	7 7 7 7 7	15,92 14,68

Załącznik 4.1 – Wzorcowanie przepływomierzy wody

4,97 4,92	4,9 4,87 4,9	5,1 5,1 5,1	13,76 14,68
4,99 4,91	4,87 4,9 4,9	5,1 5,1 5,5	12,17 13,2
4,95 4,91	4,9 4,87	5 5 5	11,79 10,99
4,96 4,93	4,93 4,87		12,54 11,3
4,91 4,99	4,87		11,8 13,1
4,92			
Czas: 3:05,72 min		Δ poziom.: 1,207 m	

6,99 6,95	6,76 6,73	7 7 7 7	13,99 15,73
6,93 6,95	6,83 6,8 6,8		15,06 16,69
6,8	6,8 6,73		14,04 13,9
			12,96 13,76
Czas: 2:02,72 min		Δ poziom.: 1,128 m	

Tabela Z4.1.7

Seria druga		Punkt pierwszy	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
1,94 1,82	1,89 1,86	1,8 1,8 1,8	9,73 12,732
1,98 1,8	1,83 1,83	1,8 1,8 1,8	10,93 9,85
1,86 1,81	1,83 1,92	1,8 1,8 1,8	13,31 11,77
1,95 1,88	1,89 1,86	1,8 1,8 1,8	10,83 14,22
1,85 1,75	1,83 1,86	1,8 1,8 1,8	9,6
1,82 1,84	1,86 1,89	1,8 1,8 1,8	
1,95 1,93	1,86 1,86	1,8 1,8	
1,8 1,75	1,83 1,83		
1,75 1,76	1,8 1,89		
1,87 1,86	1,86 1,86		
1,94 1,8	1,86 1,83		
1,85 1,79	1,83		
Czas: 7:39,20 min		Δ poziom.: 1,132 m	

Tabela Z4.1.8

Seria druga		Punkt drugi	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływy, m ³ /h			
3,92 3,95	3,91 3,85	3,9 3,9 3,9	12,33 16,48
3,9 3,9 3,88	3,85 3,78	3,9 3,8 3,8	13,92 15,7
3,97 3,93	3,88 3,85	3,8 3,9 3,9	12,87 13,24
3,9 3,89	3,81 3,78	3,8 3,8 3,8	14,73 12,18
3,85 3,92	3,88 3,85	3,8 3,8 3,8	13,03 18,64
3,93 3,93	3,81 3,78	3,8 3,8 3,8	
3,85 3,87	3,85 3,78		
3,89 3,89	3,78 3,81		
3,91 3,84	3,78		
Czas: 3:45,40 min		Δ poziom.: 1,158 m	

Tabela Z4.1.9

Seria druga		Punkt trzeci	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
5,33 5,27	5,22 5,19	5,3 5,3 5,3	17,3 14,81
5,22 5,16	5,19 5,1	5,2 5,2 5,2	16,27 15
5,3 5,27	5,22 5,13	5,2 5,2 5,2	13,68 17,13
5,26 5,12	5,13 5,06	5,2 5,2 5,2	15,28 17,2
5,32 5,21	5,16 5,16	5,2 5,2 5,2	16,01 18,82
5,19 5,14	5,1 5,06	5,1 5,1	15,64 16,22
5,32 5,21	5,16 5,19		15,5 17,94
5,14 5,14	5,16 5,1		14,6 17,91
			16,6
Czas: 2:56,75 min		Δ poziom.: 1,232 m	

Tabela Z4.1.10

Seria druga		Punkt czwarty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
6,38 6,28	6,28 6,19	6,3 6,3 6,3	17,92 19,43
6,24 6,32	6,15 6,25	6,3 6,3 6,3	16,46 18,23
6,28 6,25	6,25 6,15	6,2 6,2 6,2	16,01 18,14
6,42 6,31	6,22 6,22	6,2 6,2	15,55 18,92
6,18 6,28	6,19 6,19		14,3 18,45
6,29	6,15		14,13 17,06
Czas: 2:13,92 min		Δ poziom.: 1,096 m	

Tabela Z4.1.11

Seria druga		Punkt piąty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
6,77 6,58	6,6 6,51	6,6 6,6 6,6	19,05 18,03
6,58 6,5	6,49 6,44	6,5 6,5 6,5	17,2 16,13
6,75 6,55	6,57 6,47	6,5 6,5 6,5	19,95 15,01
6,53 6,48	6,44 6,51		15,83 19,55
6,64 6,58	6,54 6,51		18,04
6,56 6,5	6,44 6,44		
6,54 6,66	6,54 6,47		
6,6 6,57 6,6	6,47		
Czas: 2:17,84 min		Δ poziom.: 1,229 m	

Tabela Z4.1.12

Seria druga		Punkt szósty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
7,66 7,57	7,63 7,53	7,2 7,2 7,6	19,84 17,96
7,61 7,69	7,47 7,47	7,6 7,6 7,6	20 19,19
7,51 7,65	7,6 7,5 7,5	7,6 7,6 7,6	18,67 20
7,6 7,51	7,47 7,56	7,5 7,5 7,5	17,25 20
7,59 7,54	7,53 7,5		19,55 19,93
7,66 7,57	7,44 7,59		20 17,59
7,54 7,56			
Czas: 1:55,33 min		Δ poziom.: 1,172 m	

Tabela Z4.1.13

Seria trzecia		Punkt pierwszy	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
1,76 1,85	1,86 1,86	1,8 1,8 1,8	4,69 4,7
1,79 1,8	1,86 1,83	1,9 1,9 1,9	4,71 4,63
1,86 1,78	1,86 1,8	1,9 1,9 1,9	4,65 4,64
1,7 1,9 1,71	1,89 1,86	1,9 1,9 1,9	4,64 4,69
1,79 1,83	1,89 1,86	1,9 1,9 1,9	4,68 4,69
1,76 1,74	1,83 1,86	1,9 1,9 1,9	4,72 4,66
1,82 1,85	1,8 1,8 1,8	1,9 1,9 1,9	4,7
1,85 1,81	1,83 1,89	1,9	
1,91 1,84	1,83 1,86		
1,95 1,75	1,86 1,83		
1,75 1,78	1,8 1,83		
1,76 1,75	1,86 1,86		
1,82	1,83		
Czas: 6:51,23 min		Δ poziom.: 1,054 m	

Tabela Z4.1.14

Seria trzecia		Punkt drugi	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
2,7 2,71	2,69 2,66	2,7 2,7 2,7	6,02 5,58
2,69 2,69	2,66 2,66	2,7 2,7 2,7	5,58 5,75
2,64 2,69	2,63 2,66	2,7 2,7 2,7	5,36 5,47
2,56 2,53	2,63 2,63	2,7 2,7 2,7	5,4 5,63
2,58 2,69	2,6 2,69	2,7 2,7 2,7	6,04 5,71
2,73 2,7	2,69 2,66	2,7 2,7 2,7	5,65 5,51
2,74 2,68	2,63 2,66	2,7 2,7 2,7	5,77 5,59
2,65 2,49	2,63 2,63	2,7 2,7 2,7	5,43 5,62
2,58 2,58	2,63 2,6	2,7	5,85 5,5 5,7
2,74 2,71	2,69 2,69		5,98 5,71
2,65 2,76	2,63 2,66		5,78 5,47
2,73 2,66	2,63 2,63		5,66 5,54
2,61 2,68	2,6 2,56		
Czas: 5:41,54 min		Δ poziom.: 1,212 m	

Tabela Z4.1.15

Seria trzecia		Punkt trzeci	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
3,26 3,26	3,27 3,24	3,2 3,2 3,2	6,22 6,51
3,24 3,26	3,24 3,21	3,3 3,3 3,3	7,21 7,14
3,26 3,19	3,21 3,21	3,3 3,3 3,3	6,53 6,68
3,27 3,14	3,24 3,14	3,3 3,3 3,3	7,03 6,42
3,24 3,35	3,17 3,3	3,3 3,3 3,3	6,14 6,4
3,28 3,28	3,24 3,21	3,3 3,3 3,3	6,62 7,59
3,24 3,23	3,27 3,17	3,3 3,3 3,3	6,35 6,75
3,23 3,29	3,17 3,24	3,3 3,3 3,2	6,27 6,48

Tabela Z4.1.16

Seria trzecia		Punkt czwarty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
4,98 4,95	5 4,84 4,81	4,5 5 5 5 5	8,3 8,57
4,95 4,93	4,81 4,97 5	4,9 4,9 4,9	8,98 9,01
5,03 5,01	4,84 4,81	4,9 4,9 4,9	9,04 8,22
4,95 4,92	4,9 5 4,87	4,9 4,9 4,9	8,72 8,45
4,89 5,03	4,84 4,94		8,63 8,37
5,05 5 4,95	4,84 4,84		9,14 8,47
5,03 4,99	4,81 4,94		9,09 8,73
4,94 4,9			8,96 8,12

3,22 3,2 3,37 3,25 3,2 3,16 3,24 3,35 3,31	3,17 3,17 3,24 3,24 3,24 3,24 3,21 3,24 3,24	3,2	6,31 7,04 6,01 6,24 6,42	5,04		8,48 8,93
Czas: 4:52,42 min		Δ poziom.: 1,247 m		Czas: 3:11,66 min		Δ poziom.: 1,251 m

Tabela Z4.1.17

Seria trzecia		Punkt piąty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
5,77 5,77	5,99 5,71	5,6 5,7 5,6	11,08 11,59
5,65 5,67	5,64 5,64	5,8 5,8 5,8	10,06 9,93
5,69 5,78	5,64 5,77	5,8 5,8 5,8	10,23 10,17
5,76 5,77	5,71 5,64	5,8 5,8 5,8	10,33 11,55
5,68 5,68	5,61 5,7	5,8 5,8 5,8	10,87 10,87
5,8 5,77	5,67 5,64	5,8 5,8	11,53 10,9
5,73 5,73	5,64 5,67		
5,77 5,79	5,64 5,64		
5,69 5,76	5,64		
Czas: 2:31,82 min		Δ poziom.: 1,165 m	

Tabela Z4.1.18

Seria trzecia		Punkt szósty	
E&H	Enko	Sonix	Ultraflux
Przepływ, m ³ /h			
7,7 7,69	7,63 7,56	7,4 7,5 7,7	13,56 13,78
7,69 7,65	7,59 7,53	7,8 7,8 7,8	12,29 13,93
7,72 7,7 7,7	7,63 7,6	7,8 7,8 7,8	12,46 14,49
7,62 7,69	7,53 7,53	7,8 7,8 7,8	13,34
7,67 7,6	7,66 7,56	7,8 7,8	14,26
7,64 7,66	7,53 7,5		13,78
7,65 7,66	7,63 7,53 7,53		13,34
Czas: 2:12,84 min		Δ poziom.: 1,324 m	

Przepływ poprawny obliczono jako iloraz objętości wody zgromadzonej w zbiorniku miarowym oraz czasu napełniania tego zbiornika. Charakterystyka objętościowa zbiornika miarowego jest opisana wzorem:

$$V = 0,2069 \cdot \Delta h, \quad (Z4.1)$$

gdzie: V – objętość wody w zbiorniku miarowym, $\Delta h = (h_2 - h_1)$ – różnica poziomów wody w zbiorniku miarowym.

Podstawiając powyższą zależność uzyskano wzór na przepływ poprawny:

$$q_{Vpopr} = \frac{c \cdot (h_2 - h_1)}{t} = \frac{V}{t}, \quad (Z4.2)$$

gdzie: q_V – przepływ wody, t – czas osiągnięcia objętości V wody z zbiornika miarowym, c – współczynnik równy 0,2069.

Niepewność wielkości poprawnej obliczono ze wzoru:

$$s_{q_{Vpopr}} = \sqrt{\left(\frac{h_2 - h_1}{t}\right)^2 s_{c^2} + \left(\frac{c}{t}\right)^2 s_{h_1^2} + \left(\frac{c}{t}\right)^2 s_{h_2^2} + \left(\frac{c \cdot (h_2 - h_1)}{t^2}\right)^2 s_{t^2}}. \quad (Z4.3)$$

Po wstępnej analizie danych postanowiono odrzucić wyniki pomiarów z przepływomierzy Ultraflux błędne wyniki oraz Sonix mała rozdzielczość pomiaru. Następnie na podstawie zebranych pomiarów dla każdego punktu, dla pozostałych przepływomierzy policzono średnią

arytmetyczną, odchylenie standardowe pojedynczego pomiaru oraz odchylenie standardowe wartości średniej. Wyniki te zestawiono z wartością poprawną przepływu w tabeli Z4.1.19.

Tabela Z4.1.19 Wyniki wzorcowania przepływomierzy (w zakresie 1 do 7 m³/h)

Seria I							
Pkt	Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F			Enko Digital Flowmeter		
		\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$	\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$
1	1,376 ± 0,003	1,258	0,058	0,011	1,295	0,021	0,004
2	2,272 ± 0,007	2,651	0,052	0,011	2,668	0,041	0,008
3	3,296 ± 0,014	3,317	0,031	0,007	3,313	0,027	0,007
4	3,687 ± 0,016	3,742	0,050	0,012	3,696	0,037	0,009
5	4,841 ± 0,031	4,944	0,033	0,009	4,894	0,022	0,006
6	6,846 ± 0,065	6,915	0,078	0,027	6,774	0,035	0,012
Seria II							
Pkt	Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F			Enko Digital Flowmeter		
		\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$	\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$
1	1,836 ± 0,005	1,848	0,070	0,014	1,855	0,028	0,006
2	3,828 ± 0,020	3,901	0,034	0,008	3,825	0,043	0,010
3	5,192 ± 0,034	5,225	0,072	0,018	5,146	0,051	0,013
4	6,096 ± 0,053	6,294	0,065	0,020	6,204	0,045	0,013
5	6,641 ± 0,056	6,588	0,080	0,019	6,496	0,050	0,013
6	7,569 ± 0,077	7,590	0,058	0,015	7,522	0,058	0,016
Seria III							
Pkt	Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F			Enko Digital Flowmeter		
		\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$	\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$
1	1,909 ± 0,006	1,819	0,061	0,010	1,846	0,024	0,004
2	2,643 ± 0,005	2,654	0,070	0,012	2,641	0,038	0,006
3	3,176 ± 0,007	3,252	0,054	0,009	3,217	0,040	0,007
4	4,862 ± 0,016	4,974	0,050	0,012	4,886	0,073	0,018
5	5,716 ± 0,024	5,737	0,047	0,011	5,682	0,089	0,022
6	7,424 ± 0,035	7,669	0,033	0,009	7,569	0,050	0,013

Ponadto powtórzono pomiary dla małych wartości nastawianych przepływów (wyniki w tabelach Z4.1.20 i Z4.1.21) oraz policzono tak jak poprzednio średnią arytmetyczną, odchylenie standardowe pojedynczego pomiaru oraz odchylenie standardowe. Wartości te zestawiono z wartością poprawną przepływu w tabeli Z4.1.22.

Tabela Z4.1.20

Seria czwarta	Punkt pierwszy
E&H	Enko
Przepływ, m ³ /h	
1,22 1,00 1,03 1,02 1,07	0,96 0,99 1,03 1,03 1,03
1,18 1,14 1,16 1,16 1,12	1,06 1,03 1,03 1,06 0,99
1,10 1,08 1,12 1,09 1,15	1,03 1,03 1,03 1,03 0,99
1,08 1,10 1,09 1,08 1,06	0,99 1,03 0,99 0,99 0,99
1,02 1,19 1,06 1,11 1,09	0,96 0,96 0,96 1,03 1,03
1,13 1,10 1,14 1,03 1,12	1,03 1,03 1,03 0,99 0,99
1,09 1,07 1,13 1,10 1,11	0,99 0,99 0,99 0,99 0,99
1,12 1,03	0,99 0,99
Czas: 13:13,5 min	Δ poziom.: 1,008 m

Tabela Z4.1.21

Seria czwarta	Punkt drugi
E&H	Enko
Przepływ, m ³ /h	
0,31 0,61 0,38 0,68 0,28	0,32 0,29 0,32 0,29 0,32
0,41 0,32 0,38 0,44 0,84	0,35 0,29 0,32 0,29 0,32
0,33 0,45 0,26 0,45 0,36	0,26 0,26 0,32 0,26 0,22
0,36 0,42 0,45 0,46 0,44	0,29 0,19 0,38 0,35 0,38
0,36 0,49 0,38 0,36 0,58	0,29 0,26 0,35 0,26 0,42
0,66 0,48 0,64 0,58 0,67	0,51 0,54 0,51 0,45 0,48
0,58 0,42 0,59 0,53 0,53	0,42 0,45 0,46 0,51 0,48
0,50 0,57 0,42 0,53 0,48	0,45 0,45 0,42 0,45 0,38
Czas: 38:48,0 min	Δ poziom.: 0,994 m

Tabela Z4.1.22 Wyniki wzorcowania przepływomierzy (dla małych wartości strumienia objętości)

Seria IV							
Pkt	Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F			Enko Digital Flowmeter		
		\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$	\bar{x}_Q	S_Q	$S_{\bar{x}}$
1	0,945 ± 0,003	1,105	0,048	0,008	1,006	0,027	0,004
2	0,318 ± 0,001	0,444	0,104	0,011	0,370	0,075	0,006

Ostatecznie zestawiono wyniki wzorcowania ze wszystkich serii pomiarowych dla małych wartości przepływu (do 2 m³/h) w tabeli Z4.1.23

Tabela Z4.1.23 Wyniki wzorcowania przepływomierzy w zakresie do 2 m³/h

Lp	Wartość prawdziwa m ³ /h	Endress-Hauser Promag 30F		Enko Digital Flowmeter	
		Wartość średnia	Średni błąd bezwzględny	Wartość średnia	Średni błąd bezwzględny
1	0,318 ± 0,001	0,444	0,126	0,370	0,074
2	0,945 ± 0,003	1,105	0,151	1,006	0,061
3	1,376 ± 0,003	1,258	-0,118	1,295	-0,081
4	1,836 ± 0,005	1,848	0,012	1,855	0,019
5	1,909 ± 0,006	1,819	-0,090	1,846	-0,063

Załącznik 4.2 – Badania przetwornika konduktometrycznego

Podczas badań nad prototypem przetwornika konduktometrycznego autor miał do dyspozycji następujące czujniki konduktometryczne:

- Hydromet CD-21 – celka konduktometryczna dwuelektrodowa, z czernionymi elektrodami przystosowana do statycznych pomiarów konduktometrycznych,
- Eurosensor EPS 2ZM – zestaw dwóch czujników konduktometrycznych przystosowanych do dynamicznych pomiarów poprzez zdemontowanie naczynka konduktometrycznego.

W tabeli Z4.2.1 przedstawiono porównanie parametrów obu czujników.

Tabela Z4.2.1 Porównanie podstawowych dynamicznych parametrów wzmacniaczy operacyjnych

Parametr	EPS 2ZM	CD-21	Uwagi
Zakres pomiarowy	1,0 ÷ 105 mS/cm	10 μS/cm ÷ 200 mS/cm	
Stała czujnika	0,8 ÷ 1,2	1,0 ± 0,1 cm ⁻¹	dane katalogowe
Zakres temperaturowy	0 ÷ 120°C	0 ÷ 70°C	

Do badania przyjętej koncepcji przetwornika konduktometrycznego wykonano 3 układy prototypowe z wykorzystaniem następujących wzmacniaczy operacyjnych:

- Texas Instruments μA741,
- Analog Devices AD817,
- Texas Instruments LF357.

W tabeli poniżej przedstawiono zestawienie podstawowych parametrów wytypowanych układów.

Tabela Z4.2.2 Porównanie podstawowych dynamicznych parametrów wzmacniaczy operacyjnych

Parametr	μA741	AD817	LF357	Uwagi
Pasma wzmocnienia	brak danych	min. 25 MHz	20 MHz	
Szybkość narastania (Slew rate)	0,5 V/μs	150 V/μs	50 V/μs	
Czas ustalania (Settling Time)	0,3 μs	70 ns	1,5 μs	dla μA741 podano czas narastania

Badania prototypowego układu przetwornika konduktometrycznego podzielono na dwa etapy:

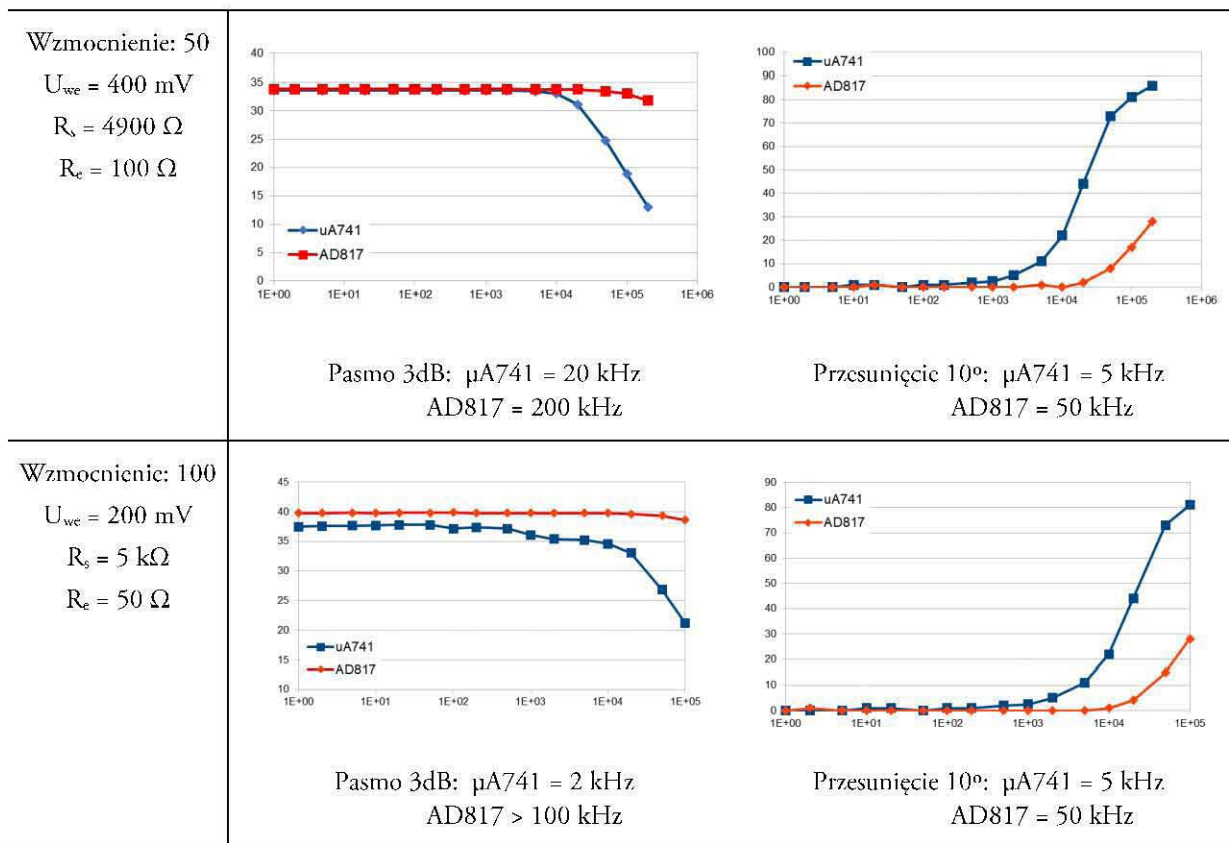
- badanie układu z obciążeniem rezystancyjnym,
- badanie układu z obciążeniem w postaci czujnika konduktometrycznego (obciążenie impedancyjne).

Pomimo, że przygotowano 3 prototypy, badania wykonano tylko na dwóch. Układ ze wzmacniaczem LF357 po przyłączeniu czujnika konduktometrycznego przechodził w stan wzbudzenia/nasylenia, dlatego też zrezygnowano z jego testowania.

Pierwszym z wykonanych badań było sprawdzenie charakterystyk Bodego testowanych układów dla różnych poziomów wzmocnienia 2, 10, 50, 100. Wzmocnienie układu regulowano poprzez dobór stosunku rezystancji obciążenia R_c i rezystancji sprzężenia zwrotnego R_s . W poniższej tabeli porównano wyniki oraz wyznaczono użyteczne pasmo przenoszenia wzmacniaczy.

Tabela Z4.2.3 Porównanie charakterystyk Bodego dla badanych układów

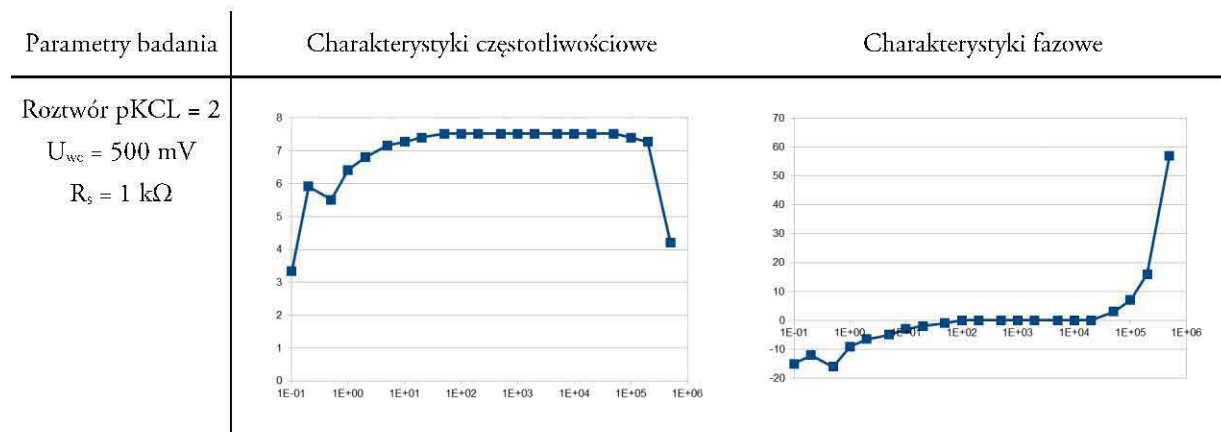
Parametry badania	Charakterystyki częstotliwościowe	Charakterystyki fazowe
Wzmocnienie: 2 $U_{wc} = 1,019 \text{ V}$ $R_s = R_c = 1 \text{ k}\Omega$	<p>Pasmo 3dB: $\mu\text{A741} = 500 \text{ kHz}$ $\text{AD817} > 500 \text{ kHz}$</p>	<p>Przesunięcie 10°: $\mu\text{A741} = 200 \text{ kHz}$ $\text{AD817} > 500 \text{ kHz}$</p>
Wzmocnienie: 10 $U_{wc} = 500 \text{ mV}$ $R_s = 900 \Omega$ $R_c = 1000 \Omega$	<p>Pasmo 3dB: $\mu\text{A741} = 100 \text{ kHz}$ $\text{AD817} > 500 \text{ kHz}$</p>	<p>Przesunięcie 10°: $\mu\text{A741} = 20 \text{ kHz}$ $\text{AD817} = 500 \text{ kHz}$</p>



Otrzymane wyniki badań wykazały znaczącą przewagę układu AD817 nad $\mu A741$, dlatego dalsze badania wykonywano na układzie skonstruowanym na bazie wzmacniacza operacyjnego AD817.

Kolejny test polegał na sprawdzeniu działania badanego układu współpracującego z czujnikiem konduktometrycznym. W pierwszym doświadczeniu sprawdzono współpracę z dwoma czujnikami: EPS 2ZM oraz CD-21. W trakcie testów wykorzystano wzorcowe roztwory konduktometryczne, wyniki przedstawiono w tabelach Z4.2.4 i Z4.2.5.

Tabela Z4.2.4 Porównanie charakterystyk Bodego układu AD817 z czujnikiem CD-21

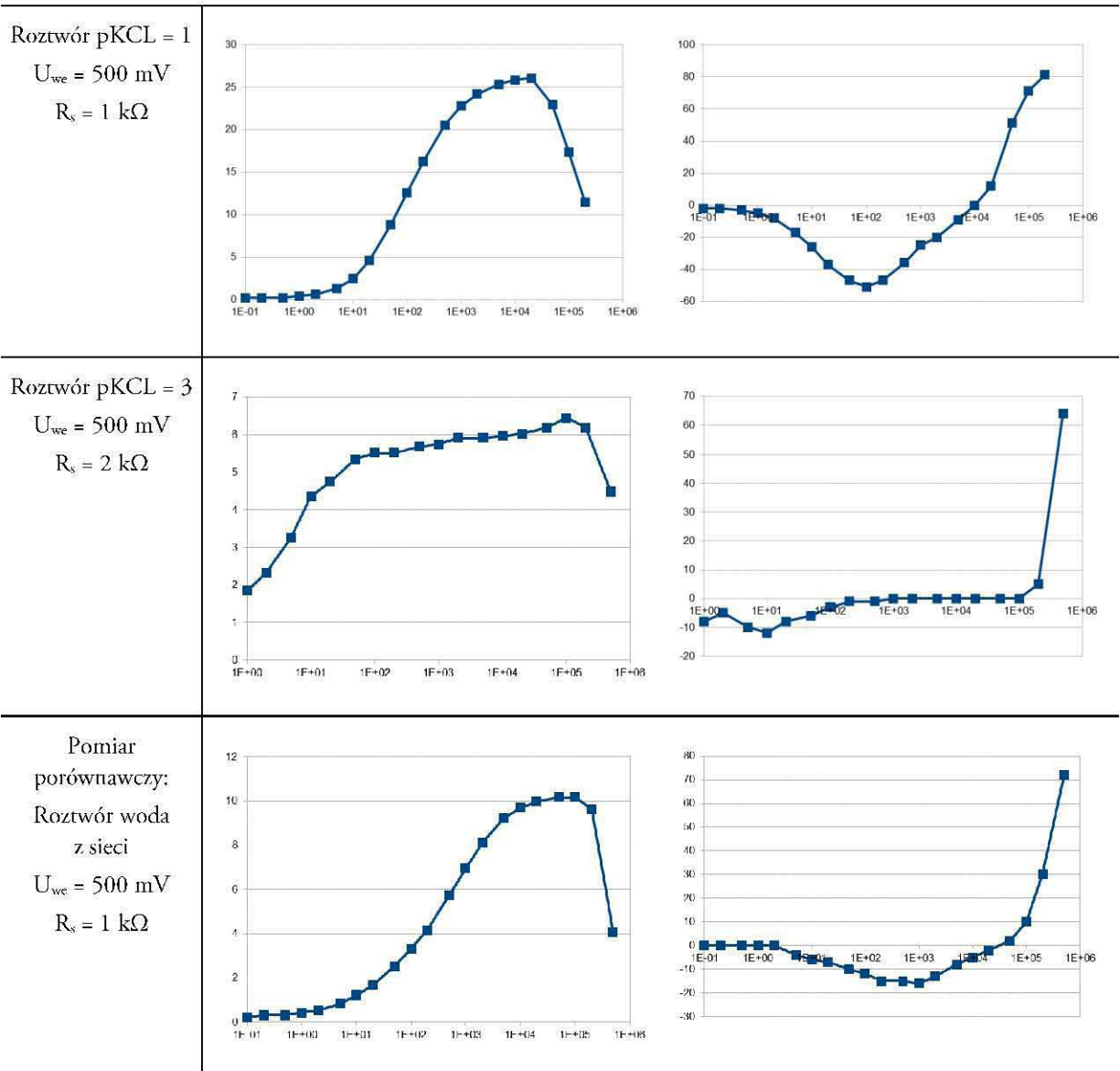


Załącznik 4.2 – Badania przetwornika konduktometrycznego

<p>Roztwór pKCL = 1 $U_{we} = 500 \text{ mV}$ $R_s = 1 \text{ k}\Omega$</p>		
<p>Roztwór pKCL = 3 $U_{we} = 500 \text{ mV}$ $R_s = 2 \text{ k}\Omega$</p>		
<p>Pomiar porównawczy: Roztwór woda z sieci $U_{we} = 500 \text{ mV}$ $R_s = 1 \text{ k}\Omega$</p>		

Tabela Z4.2.5 Porównanie charakterystyk Bodego układu AD817 z czujnikiem EPS 2ZM

Parametry badania	Charakterystyki częstotliwościowe	Charakterystyki fazowe
<p>Roztwór pKCL = 2 $U_{we} = 500 \text{ mV}$ $R_s = 2 \text{ k}\Omega$ (niebieski) $R_s = 1 \text{ k}\Omega$ (czerwony)</p>		



Przeprowadzone badania wykazały, że testowane czujniki posiadają różne właściwości, co uwiidacznia się szczególnie na charakterystyce fazowej. Czujnik CD-21 w zakresie częstotliwości do 100 kHz nie wprowadzał przesunięcia fazowego, podczas gdy czujnik EPS-2ZM miał bardzo wąski zakres bez przesunięcia fazowego (ok. 5 ÷ 20 kHz). Badania wykazały również, że rezystancja w pętli sprzężenia zwrotnego powinna być dobrana odpowiednio do przewidywanego zakresu pomiarowego.

Kolejny eksperyment miał na celu porównanie właściwości dwóch egzemplarzy wykorzystywanych w pomiarach znacznikowych czujników EPS 2ZM oraz ustalenie odpowiedniej wartości rezystancji sprzężenia zwrotnego. Ustalono, że dla minimalnej wartości przewodności, tj. przewodności z sieci wodociągowej (około 1 mS) układ pomiarowy z czujnikiem EPS 2ZM przy częstotliwości sygnału wejściowego w zakresie 5 do 10 kHz zaczyna działać od wartości $R_s = 300 \Omega$. Zatem do badań przyjęto wartość $R_s = 500 \Omega$. Badanie

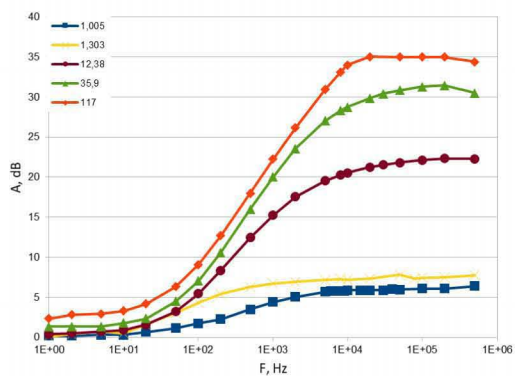
wykonano dla roztworów o dwóch skrajnych wartościach przewodności: czystej wody z sieci oraz stężonego znacznika NaCl (10 g NaCl /100ml H₂O). Wyniki przedstawiono w tabeli poniżej.

Tabela Z4.2.6 Porównanie charakterystyk Bodego układu AD817 dla obu czujników EPS 2ZM

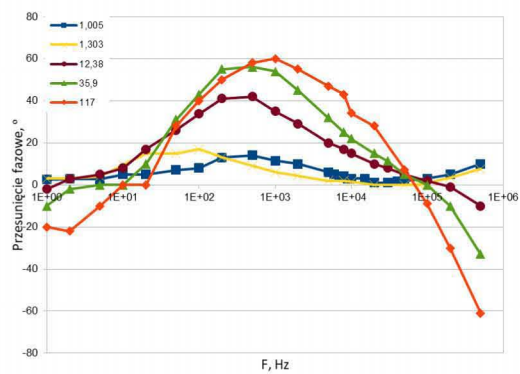
Parametry badania	Charakterystyki częstotliwościowe	Charakterystyki fazowe
Roztwór woda z sieci (1,005 mS) $U_{wc} = 406 \text{ mV}$ $R_s = 500 \Omega$		
Roztwór stężone NaCl 10g NaCl /100ml H ₂ O (117 mS) $U_{wc} = 406 \text{ mV}$ $R_s = 500 \Omega$		

Uzyskane wyniki potwierdziły wstępnie przyjęte parametry pracy układu (R_s , U_{wc}) w przewidywanych zakresach przewodności, z zastrzeżeniem, że dla stężonego roztworu znacznika NaCl układ nasyczał się. Niemniej jednak w warunkach pomiaru tak wysokie stężenie znacznika nie będzie spotykane, gdyż w momencie podania znacznika ulega on rozcieńczeniu, stąd wyznaczone parametry układu uznano za satysfakcjonujące. Dotychczasowe pomiary wskazują również, że dla badanego układu współpracującego z czujnikami EPS 2ZM optymalną częstotliwością sygnału pobudzającego jest częstotliwość 10 kHz, przy której układ osiąga maksimum wzmocnienia (tuż przed wejściem w obszar nasycenia dla stężonego roztworu) oraz wprowadza minimalne przesunięcie fazowe. W celu weryfikacji wykonano dodatkowe pomiary w 3 roztworach o różnym stężeniu znacznika, wykreślono charakterystyki Bodego oraz zestawiono je z charakterystykami dla granicznych wartości stężenia znacznika (rysunek Z4.2.1). Uzyskane wyniki potwierdzają prawidłowość dobranych parametrów pracy układu: $U_{wc} = 400 \text{ mV}$, $F = 10 \text{ kHz}$, $R_s = 500 \Omega$.

a)

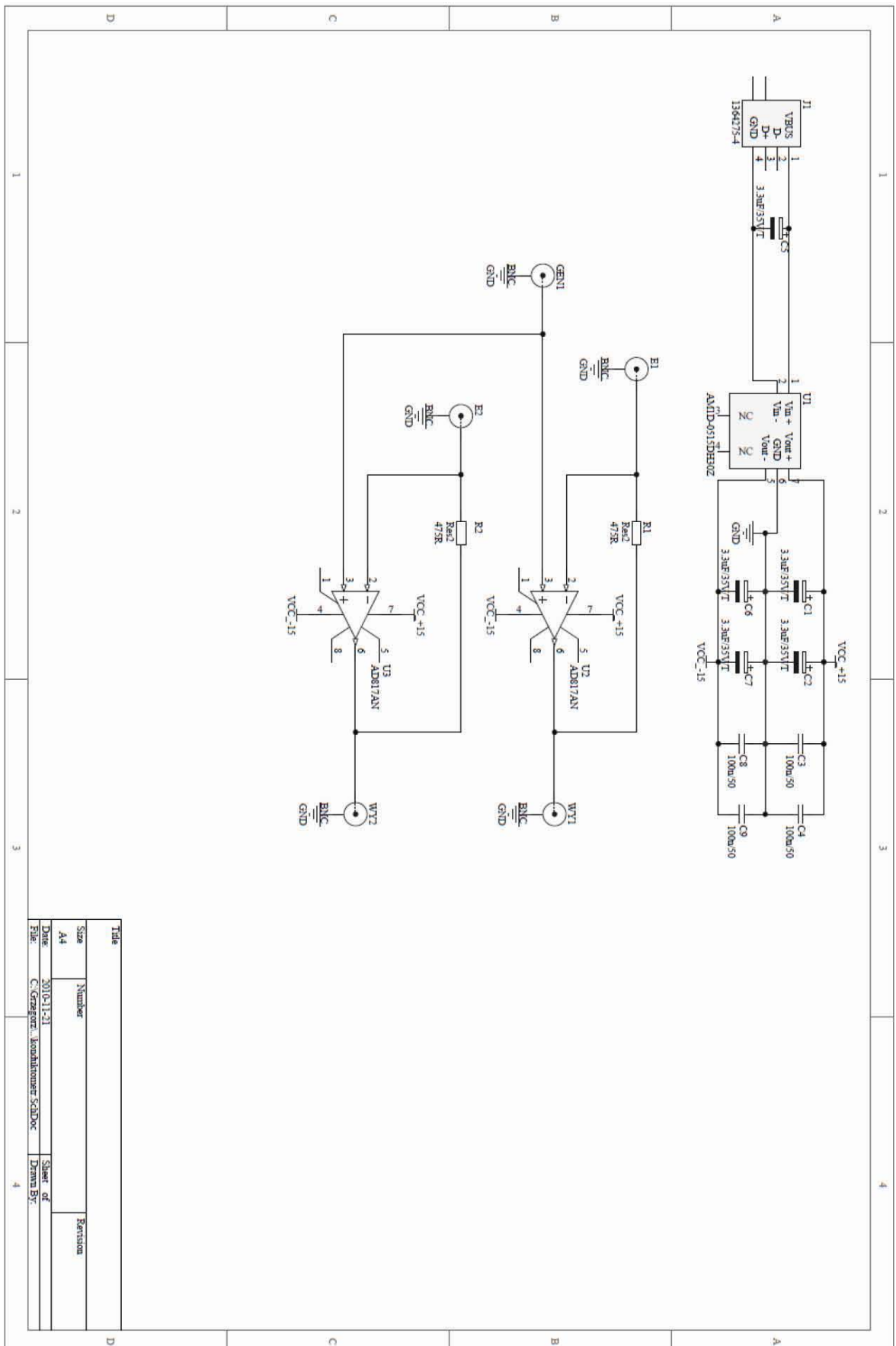


b)



Rys. Z.4.2.1 Charakterystyki Bodego badanego układu ze wzmacniaczem AD817 z elektroda EPS 2ZM dla roztworów o różnych przewodnościach (mS cm⁻¹): a) częstotliwościowa, b) fazowa

Załącznik 4.3 – Schemat przetwornika konduktometrycznego



Załącznik 5.1 – Zestawienie wyników doświadczalnego wyznaczenia współczynnika wzorcowania

(Dane uzupełniające do rozdziału 5.3.1)

Tabela Z5.1.1 Pełne wyniki dla serii pomiarowych 3 do 6 (wartości współczynnika wzorcowania k)

Pomiar nr	Seria pomiarowa nr 3										Średnie	Odchy std.
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Pole powierzchni przepływowej, m ²	0,0050	0,0048	0,0047	0,0046	0,0048	0,0046	0,0044	0,0052	0,0062	0,0065	0,0051	0,0007
Średnia prędkość strugi, m/s]	0,0631	0,0651	0,0659	0,0666	0,0633	0,0667	0,0695	0,0582	0,0492	0,0470	0,0615	0,0076
Współczynnik K metoda MP	1,11	1,15	1,02	1,19	1,15	1,09	1,20	1,16	1,12	1,03	1,12	0,06
metoda MP (Drozdowski)	1,25	0,92	1,08	1,00	1,28	0,84	1,38	0,85	1,26	0,88	1,07	0,20
Współczynnik K metoda PP	0,97	0,86	0,93	0,82	0,85	0,84	0,87	0,79	0,90	0,95	0,88	0,06
Metoda PP (Drozdowski)	1,05	0,95	1,01	0,95	0,84	0,84	0,85	0,83	0,93	0,88	0,91	0,08
Współczynnik K metoda SC	1,43	1,29	1,26	1,46	1,34	1,34	1,49	1,14	1,20	1,41	1,33	0,12
Metoda SC (Drozdowski)	1,28	1,25	1,17	1,36	1,50	1,30	1,48	1,35	1,12	1,17	1,30	0,13
Współczynnik K metoda S2	1,29	1,28	1,20	1,41	1,27	1,27	1,44	1,24	1,19	1,26	1,29	0,08
Metoda S2 (Drozdowski)	1,22	1,25	1,17	1,37	1,33	1,27	1,43	1,28	1,16	1,17	1,27	0,09
Współczynnik K metoda PR	1,19	1,23	1,13	1,32	1,22	1,19	1,33	1,24	1,16	1,15	1,22	0,07
Metoda PR (Drozdowski)	1,17	1,22	1,04	1,19	1,16	1,28	1,54	1,22	1,08	1,15	1,21	0,14

Seria pomiarowa nr 4												
Pomiar nr	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Pole powierzchni przepływowej, m2	0,0071	0,0076	0,0076	0,0074	0,0075	0,0072	0,0068	0,0062			0,0072	0,0005
Średnia prędkość strugi, m/s	0,0419	0,0391	0,0389	0,0400	0,0393	0,0375	0,0397	0,0415			0,0397	0,0014
Współczynnik K metoda MP	1,15	0,91	0,95	1,11	1,05	0,83	1,13	1,08			1,03	0,11
metoda MP (Drozdowski)	1,33	0,85	0,93	0,98	0,96	0,85	1,00	0,97			0,98	0,15
Współczynnik K metoda PP	0,87	0,80	0,83	0,73	0,72	0,77	0,77	0,89			0,80	0,06
Metoda PP (Drozdowski)	0,88	0,84	0,85	0,83	0,78	0,83	0,00	0,84			0,73	0,30
Współczynnik K metoda SC	1,28	1,10	1,02	1,28	1,15	1,05	1,11	1,21			1,15	0,10
Metoda SC (Drozdowski)	1,22	1,05	1,02	1,16	1,12	0,94	1,06	1,13			1,09	0,09
Współczynnik K metoda S2	1,25	1,09	1,02	1,26	1,16	0,97	1,18	1,16			1,14	0,10
Metoda S2 (Drozdowski)	1,23	1,06	1,01	1,20	1,14	0,93	1,14	1,12			1,10	0,10
Współczynnik K metoda PR	1,21	1,01	0,99	1,21	1,12	0,90	1,18	1,13			1,09	0,12
Metoda PR (Drozdowski)	1,20	0,96	0,99	1,14	1,05	1,02	1,10	1,10			1,07	0,08
Seria pomiarowa nr 5												
Pomiar nr	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Pole powierzchni przepływowej, m2	0,0051	0,0052		0,0052	0,0052	0,0052	0,0052	0,0052	0,0052	0,0051	0,0052	0,0001
Średnia prędkość strugi, m/s	0,0501	0,0485		0,0484	0,0481	0,0478	0,0476	0,0476	0,0475	0,0487	0,0482	0,0008
Współczynnik K metoda MP	1,07	1,06		1,07	1,21	1,02	1,02	0,98	1,07	1,02	1,06	0,06
metoda MP (Drozdowski)	1,19	1,04		0,92	1,34	0,93	1,02	1,01	1,50	1,02	1,11	0,20
Współczynnik K metoda PP	0,90	0,86		0,94	0,99	0,80	0,99	0,92	0,99	0,89	0,92	0,07
Metoda PP (Drozdowski)	0,84	0,86		0,94	0,85	0,86	0,91	0,98	0,81	0,92	0,89	0,05

CD seria pomiarowa nr 5												
Pomiar nr	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Współczynnik K metoda S.C.	1,43	1,24		1,43	1,39	1,29	1,37	1,40	1,31	1,36	1,36	0,06
Metoda SC (Drozdowski)	1,28	1,22		1,24	1,30	1,17	1,13	1,13	1,22	1,16	1,21	0,06
Współczynnik K metoda S2	1,29	1,26		1,27	1,35	1,21	1,22	1,22	1,22	1,23	1,25	0,05
Metoda S2 (Drozdowski)	1,22	1,20		1,19	1,27	1,15	1,15	1,14	1,17	1,15	1,18	0,04
Współczynnik K metoda PR	1,18	1,17		1,16	1,29	1,12	1,13	1,08	1,16	1,13	1,16	0,06
Metoda PR (Drozdowski)	1,21	1,07		1,07	1,21	1,05	1,05	1,07	1,07	1,14	1,10	0,07
Seria pomiarowa nr 6												
Pomiar nr	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Pole powierzchni przepływowej, m2	0,0044	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0046	0,0045	0,0001
Średnia prędkość strugi, m/s	0,0505	0,0481	0,0481	0,0479	0,0475	0,0475	0,0475	0,0472	0,0471	0,0470	0,0478	0,0010
Współczynnik K metoda MP	1,08	1,23	1,15	1,04	1,10	1,19	1,13	1,15	1,06	1,13	1,13	0,06
metoda MP (Drozdowski)	1,14	1,36	1,12	1,04	1,08	1,01	1,24	1,15	1,03	1,12	1,13	0,11
Współczynnik K metoda PP	0,81	0,80	0,83	0,87	0,85	0,86	0,97	0,80	0,89	0,88	0,86	0,05
Metoda PP (Drozdowski)	0,82	0,88	0,88	0,94	0,83	0,90	0,86	0,87	0,96	0,90	0,88	0,04
Współczynnik K metoda SC	1,25	1,03	1,25	1,35	1,02	1,21	1,18	1,05	1,30	1,15	1,18	0,12
Metoda SC (Drozdowski)	1,20	1,27	1,25	1,18	1,23	1,25	1,24	1,23	1,20	1,23	1,23	0,03
Współczynnik K metoda S2	1,23	1,24	1,27	1,29	1,16	1,27	1,23	1,22	1,22	1,23	1,23	0,04
Metoda S2 (Drozdowski)	1,20	1,26	1,24	1,18	1,19	1,27	1,22	1,22	1,17	1,22	1,22	0,03
Współczynnik K metoda PR	1,17	1,29	1,23	1,14	1,17	1,26	1,19	1,24	1,15	1,21	1,20	0,05
Metoda PR (Drozdowski)	1,34	1,29	1,30	1,09	1,15	1,33	1,12	1,17	1,09	1,19	1,21	0,10

Tabela Z5.1.2 Tabela podsumowująca serie pomiarowe 3 do 6

	Seria 3		Seria 4		Seria 5		Seria 6		Średnia	Std. popul.
	Śrd	Std	Śrd	Std	Śrd	Std	Śrd	Std		
Współczynnik K metoda MP	1,12	0,06	1,03	0,11	1,06	0,06	1,13	0,06	1,08	0,04
metoda MP (Drozdowski)	1,07	0,20	0,98	0,15	1,11	0,20	1,13	0,11	1,07	0,06
Współczynnik K metoda PP	0,88	0,06	0,80	0,06	0,92	0,07	0,86	0,05	0,86	0,04
Metoda PP (Drozdowski)	0,91	0,08	0,73	0,30	0,89	0,05	0,88	0,04	0,85	0,07
Współczynnik K metoda SC	1,33	0,12	1,15	0,10	1,36	0,06	1,18	0,12	1,26	0,09
Metoda SC (Drozdowski)	1,30	0,13	1,09	0,09	1,21	0,06	1,23	0,03	1,20	0,08
Współczynnik K metoda S2	1,29	0,08	1,14	0,10	1,25	0,05	1,23	0,04	1,23	0,06
Metoda S2 (Drozdowski)	1,27	0,09	1,10	0,10	1,18	0,04	1,22	0,03	1,19	0,06
Współczynnik K metoda PR	1,22	0,07	1,09	0,12	1,16	0,06	1,20	0,05	1,17	0,05
Metoda PR (Drozdowski)	1,21	0,14	1,07	0,08	1,10	0,07	1,21	0,10	1,15	0,06

Załącznik 5.2 – Wyznaczanie współczynnika wzorcownia k za pomocą znacznika barwnego – pełne wyniki badań

W załączniku przedstawiono pełne wyniki badań, które zostały opisane w rozdziale 5.3.2.

Cześć I. Porównanie doświadczeń z wykorzystaniem znacznika barwnego do pomiarów ze znacznikiem NaCl.

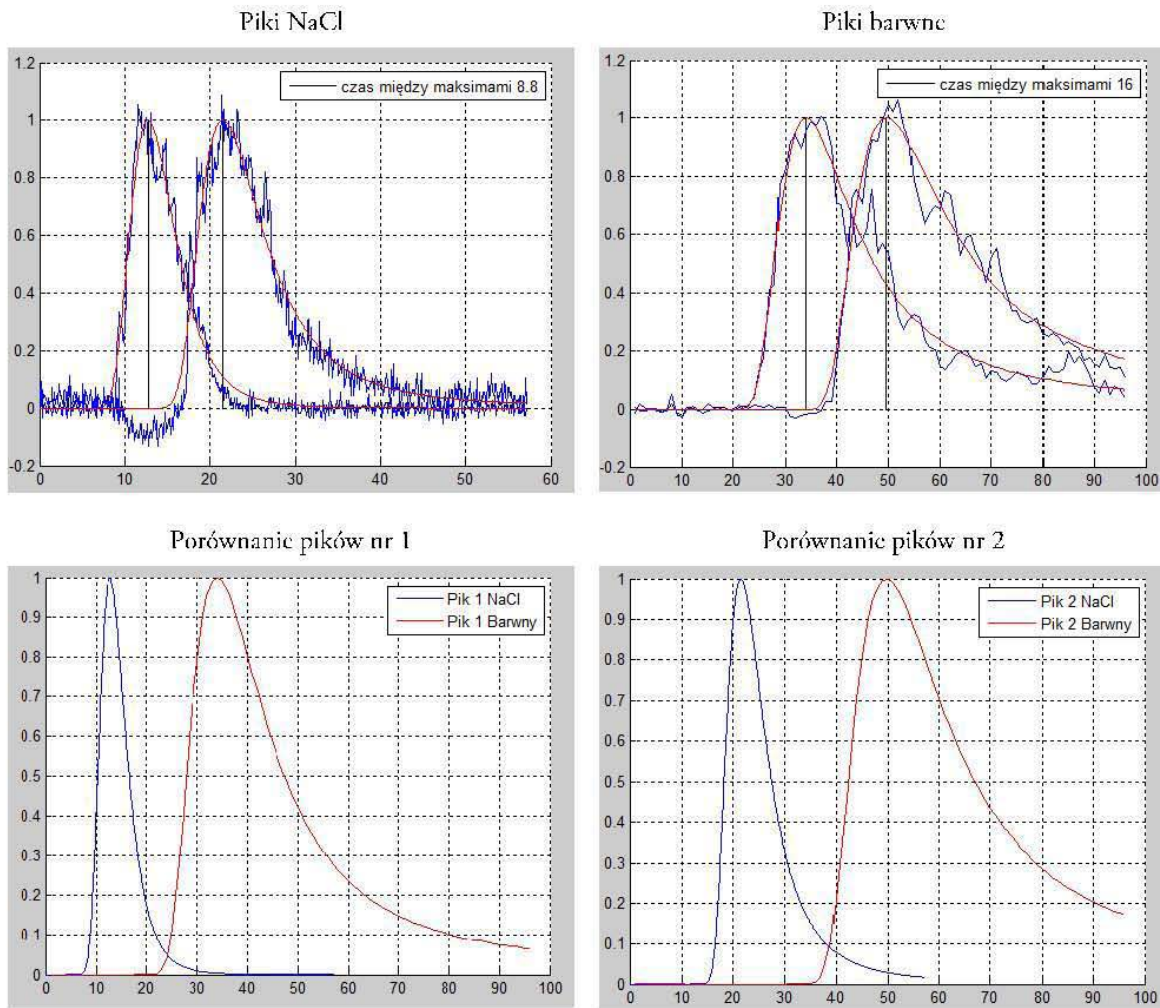
Tabela Z.5.2.1 Opis przeprowadzonych eksperymentów pomiarowych

	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	Pomiar 4	Pomiar 5	Pomiar NaCl (Seria 3 p. 1)
Liczba zarejestrowanych klatek (1kl / sek)	123	109	97	101	96	nie dotyczy
Wypełnienie na początku sekcji pomiarowej, mm	72	72	72	72	72	45
Wypełnienie na końcu sekcji pomiarowej, mm	78	78	78	78	78	52
Ilość znacznika, ml	5	5	3	2	3	10
Sposób podania	Strzykawka 60 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 20 ml	Strzykawka 60 ml	Strzykawka 60 ml
Przybliżona wartość strumienia objętości, m ³ /h	1,26	1,25	1,25	1,24	1,24	1,13

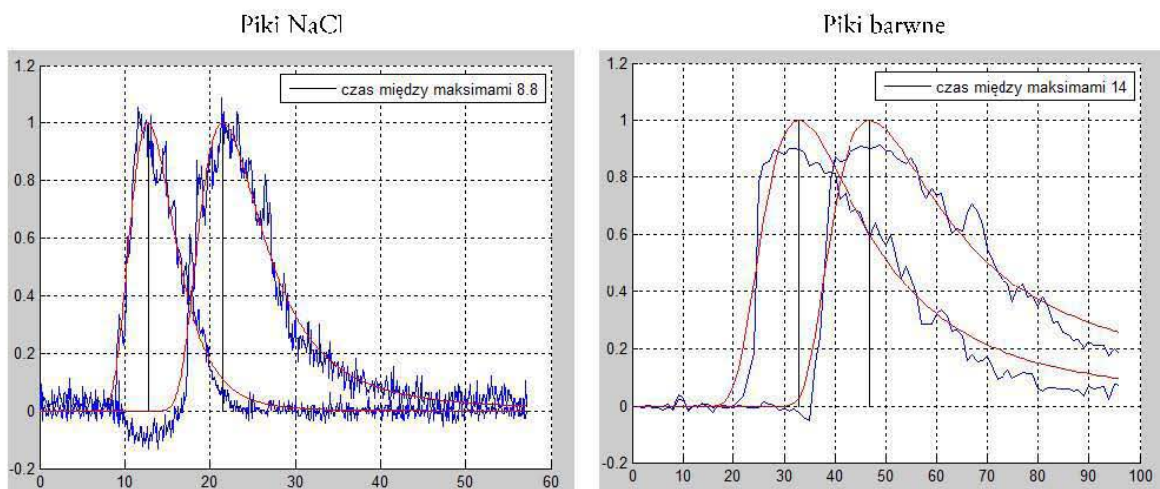
Załącznik 5.2 – Wyznaczanie współczynnika wzorcownia k za pomocą znacznika barwnego –
pełne wyniki badań

Tabela Z.5.2.2 Porównanie pików uzyskanych z wykorzystaniem znacznika barwnego do pików
uzyskiwanych ze znacznikiem NaCl

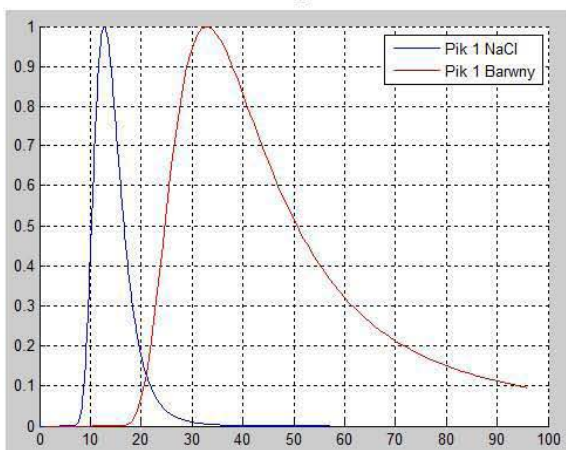
Pomiar 1



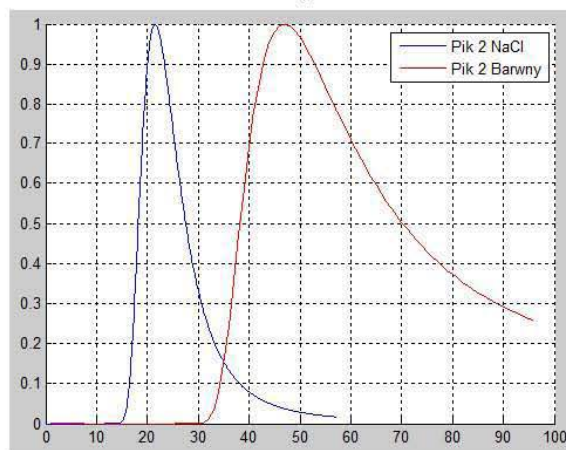
Pomiar 2



Porównanie pików nr 1

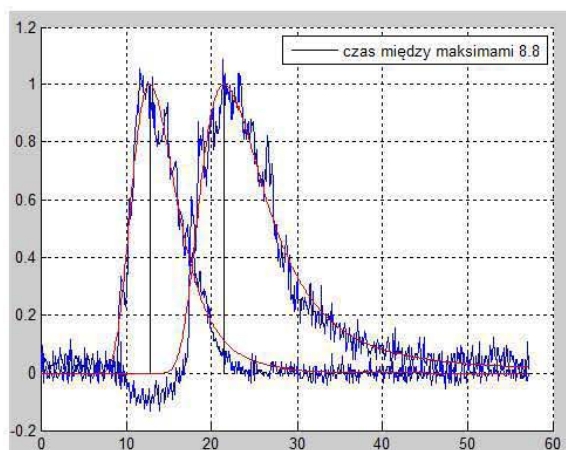


Porównanie pików nr 2

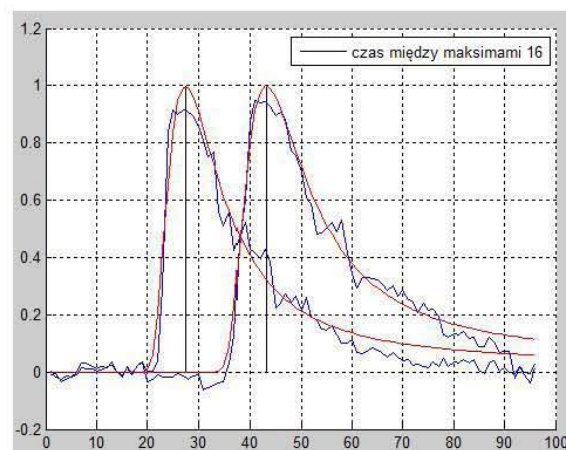


Pomiar 3

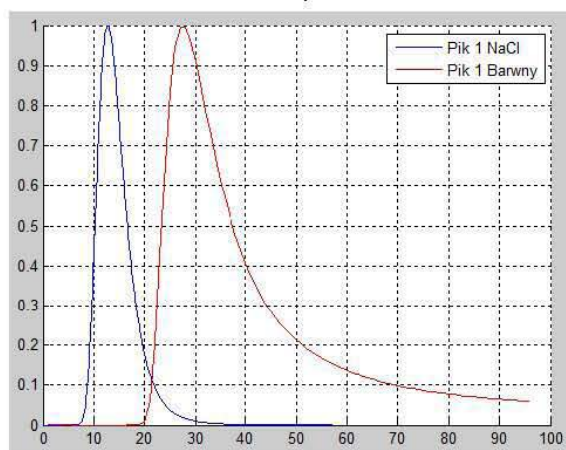
Piki NaCl



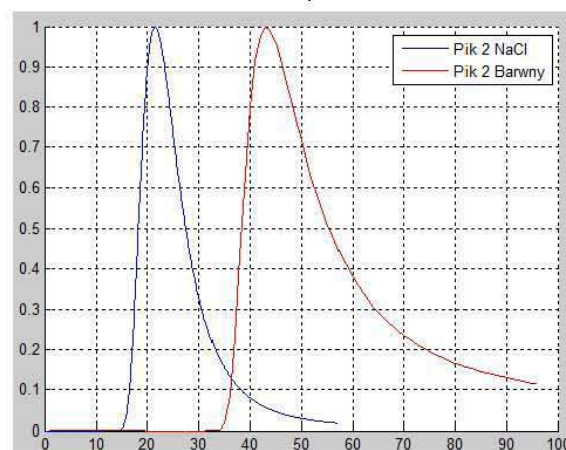
Piki barwne



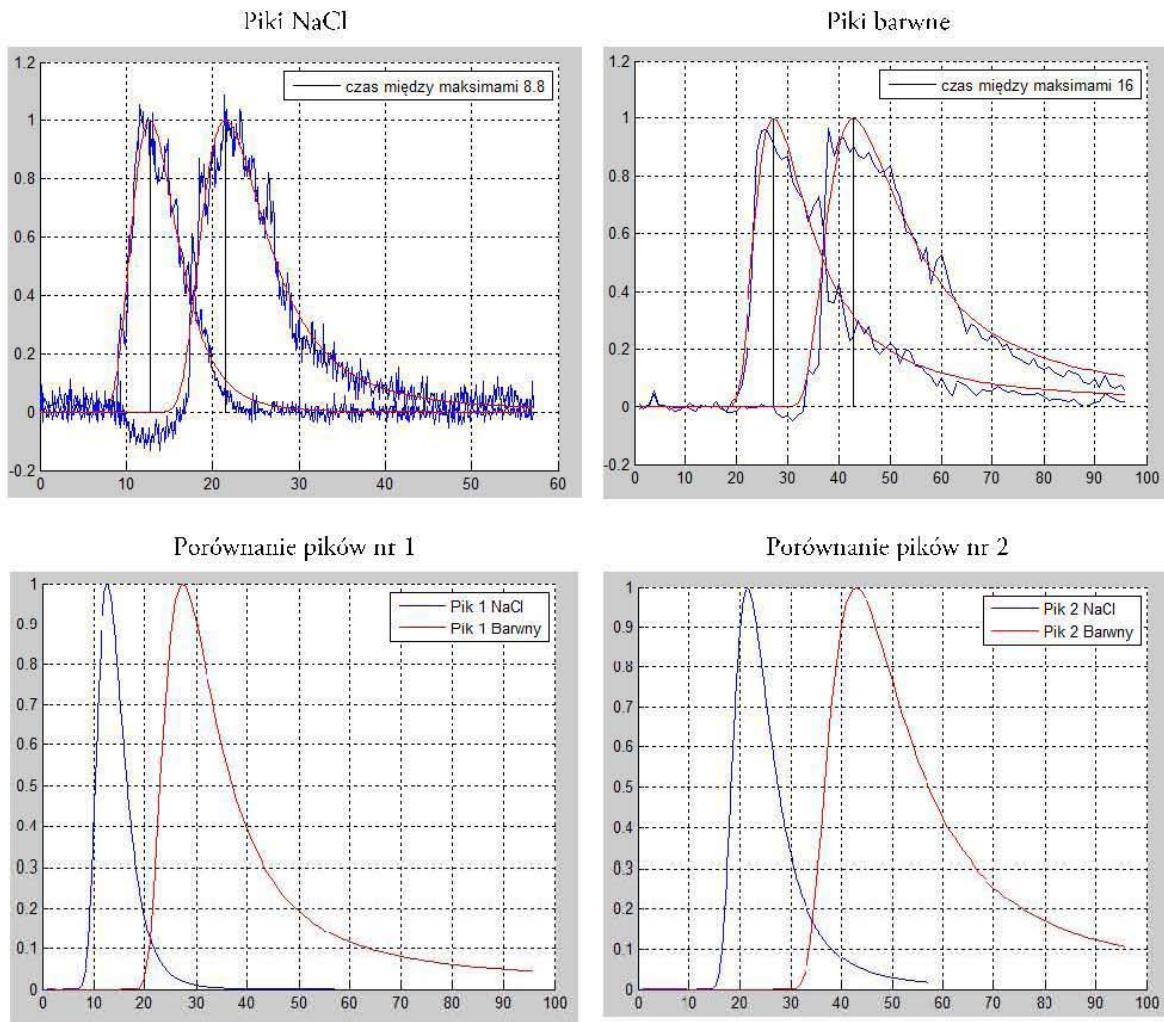
Porównanie pików nr 1



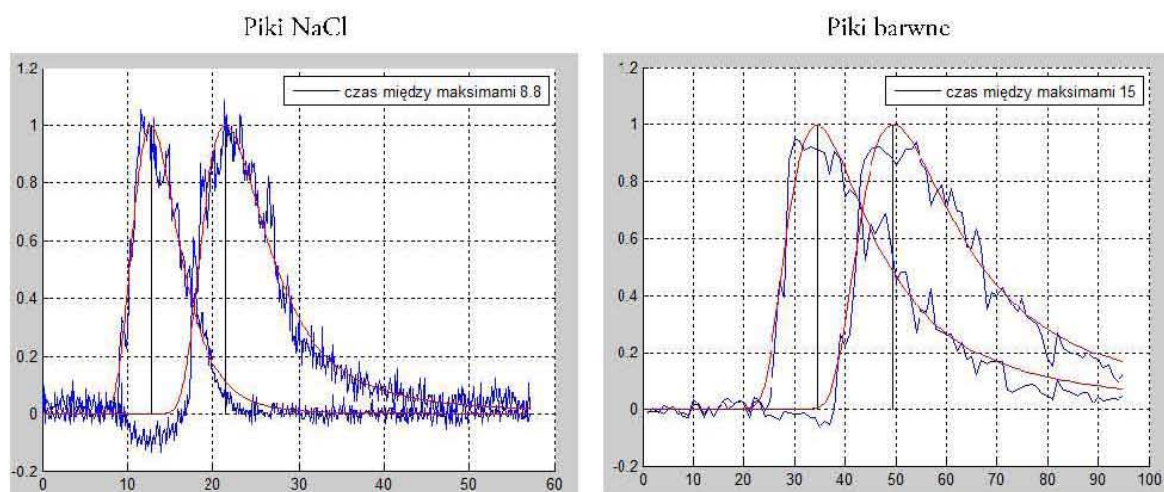
Porównanie pików nr 2

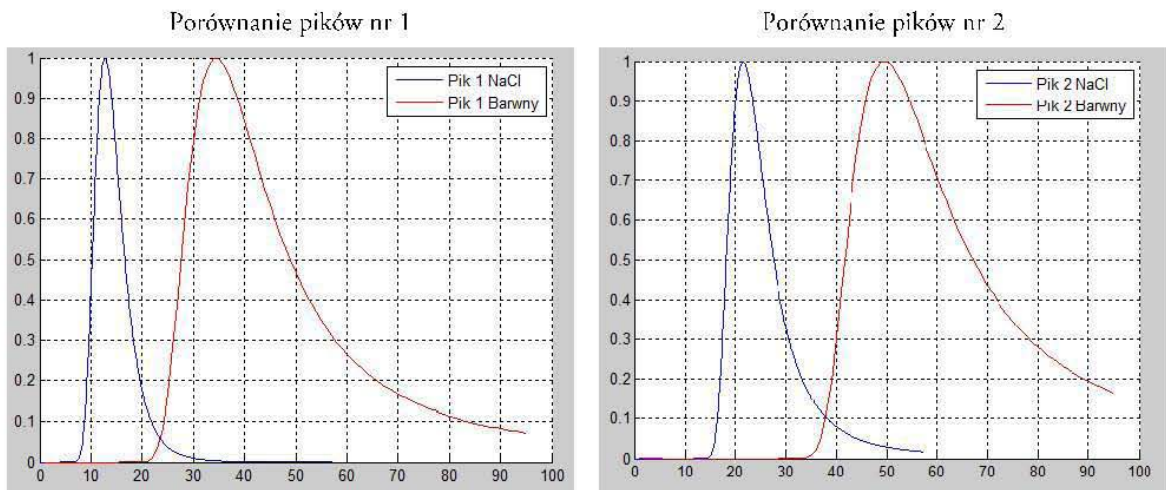


Pomiar 4



Pomiar 5

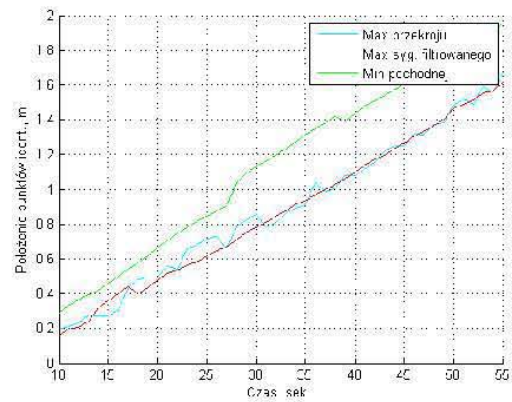
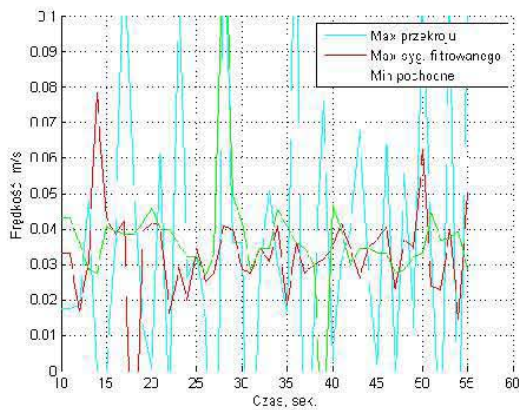




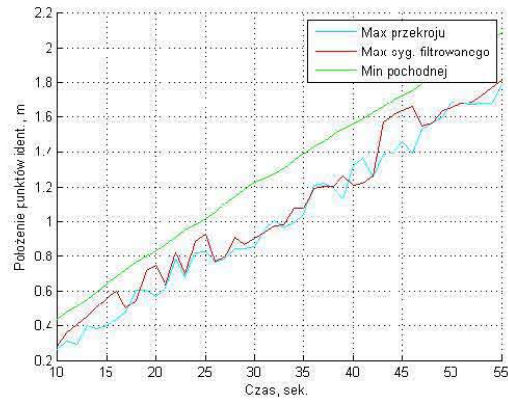
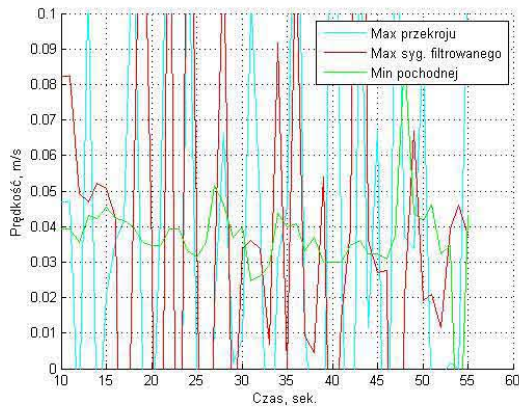
Część II. Wyznaczenie średniej prędkości w kanale oraz współczynnika wzorcowania k

Tabela Z.5.2.3 Zestawienie uzyskanych charakterystyk prędkości punktowej oraz położenia punktów identyfikacyjnych w czasie

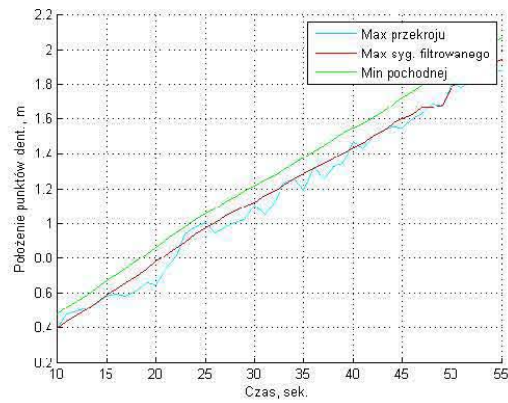
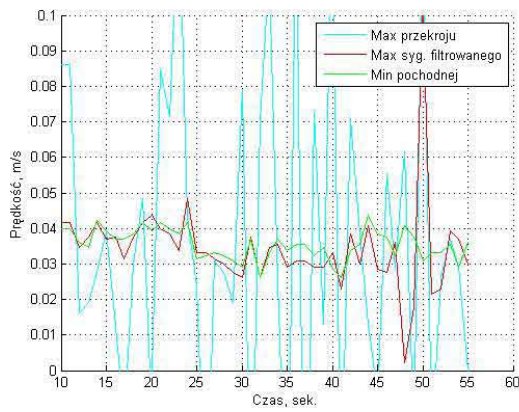
Pomiar 1



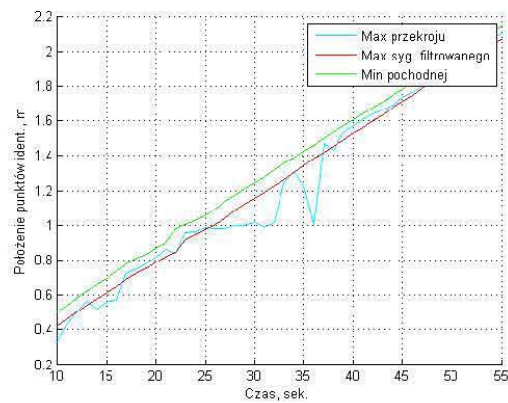
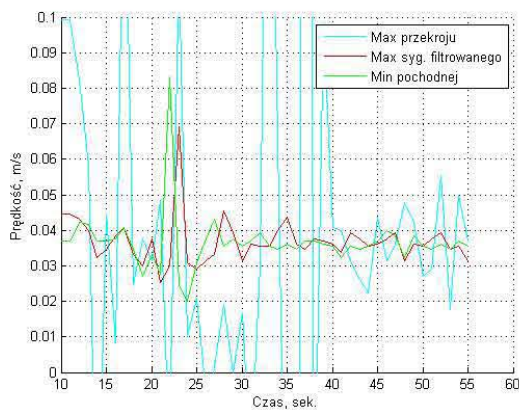
Pomiar 2



Pomiar 3



Pomiar 4



Pomiar 5

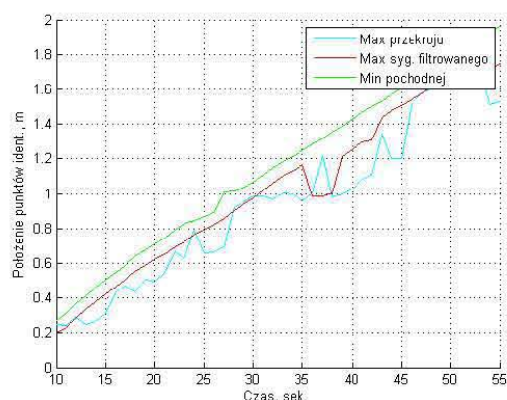
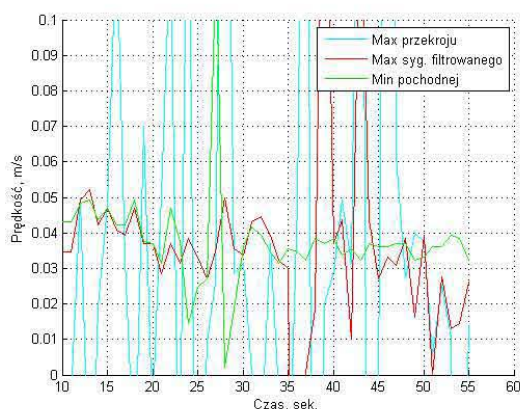


Tabela Z.5.2.4 Zestawienie wyznaczonych parametrów

	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	Pomiar 4	Pomiar 5
Średnia prędkość w osi kanału, m/s					
Max. przekroju wzdłużnego	0,031	0,033	0,033	0,038	0,033
Max. filtrowanego przekroju	0,032	0,033	0,033	0,037	0,034
Min. pochodnej filtrowanego przek.	0,037	0,037	0,035	0,036	0,037
Współczynnik wzorcowania k					
Max. przekroju wzdłużnego	1,28	1,20	1,20	1,05	1,19
Max. filtrowanego przekroju	1,27	1,23	1,20	1,08	1,16
Min. pochodnej filtrowanego przek.	1,08	1,09	1,15	1,10	1,08

Załącznik 5.3 – Szacowanie niepewności pomiaru – pełne obliczenia

W załączniku zamieszczono pełne wyniki obliczeń wraz z danymi wejściowymi szacowania niepewności pomiaru strumienia objętości, które zostały opisane w rozdziale 5.4.2.

Model pomiaru strumienia objętości:

$$q_v = \frac{kLS}{\Delta t}, \quad (Z5.3.1)$$

gdzie:

k – współczynnik wzorcowania,

L – odległość między detektorami,

S – powierzchnia przepływową,

Δt – czas przejścia znacznika.

Złożona niepewność pomiaru:

$$u_c(q_v) = \sqrt{\left(\frac{\partial q_v}{\partial S}\right)^2 u_c^2(S) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial L}\right)^2 u_c^2(L) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial \Delta t}\right)^2 u_c^2(\Delta t) + \left(\frac{\partial q_v}{\partial k}\right)^2 u_c^2(k)}. \quad (Z5.3.2)$$

gdzie:

$u_c(S)$ - niepewność pomiaru powierzchni przepływowej,

$u_c(L)$ - niepewność pomiaru odległości pomiędzy detektorami,

$u_c(\Delta t)$ - niepewność wyznaczenia czasu przejścia znacznika,

$u_c(k)$ - niepewność wyznaczenia współczynnika wzorcowania.

Z5.3.1. Oszacowanie niepewności pomiaru powierzchni przepływowej

Model pomiaru:

$$S_{sr} = \frac{S(h_A) + S(h_B)}{2}, \quad (Z5.3.3)$$

gdzie: h_A , h_B to poziom wypełnienia kanału w punktach pomiarowych.

Niepewność złożona:

$$u_c(S_{sr}) = \sqrt{\left(\frac{\partial S_{sr}}{\partial h_A}\right)^2 u_c^2(h_A) + \left(\frac{\partial S_{sr}}{\partial h_B}\right)^2 u_c^2(h_B)}, \quad (Z5.3.4)$$

gdzie:

$u_c(h_A)$ - niepewność pomiaru poziomu w pkt pomiarowym A,

$u_c(h_B)$ - niepewność pomiaru poziomu w pkt pomiarowym B.

Dane wejściowe:

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poziom A	59,0	59,0	59,0	59,0	57,0	57,0	57,0	57,0	57,0	57,0
Poziom B	72,0	72,0	72,0	72,0	69,0	69,0	69,0	69,0	69,0	69,0

Szacowanie niepewności metodą typu A:

	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$
		mm			m	
Poziom A	57,8	1,03	0,33	0,0578	0,0010	0,00033
Poziom B	70,2	1,55	0,49	0,0702	0,0015	0,00049

Szacowanie niepewności metodą typu B (niepewność graniczna pomiaru $\pm 0,5$ mm):

$$u_B(h) = \frac{\delta_h}{\sqrt{3}} = \frac{0,5}{\sqrt{3}} = 0,29 \text{ mm.} \quad (\text{Z5.3.5})$$

Wartość oraz niepewność złożona:

\bar{S}	$u_c(S)$	\bar{S}	$u_c(S)$
	mm ²		m ²
7109,8	51	0,0071	0,000051

Z5.3.2. Oszacowanie niepewności pomiaru odległości między detektorami

Szacowanie niepewności metodą typu B (niepewność graniczna pomiaru ± 2 mm):

$$u_B(L) = \frac{\delta_h}{\sqrt{3}} = \frac{2}{\sqrt{3}} = 1,15 \text{ mm.} \quad (\text{Z5.3.6})$$

Wartość oraz niepewność złożona:

L	$u_c(L)$	L	$u_c(L)$
	mm		m
1500	1,15	1,5	0,00115

Z5.3.3. Oszacowanie niepewności pomiaru czasu przejścia

Dane wejściowe:

Metoda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MS	37,5	38,1	40,8	41,4	39,7	40,3	37,8	41,7	38,8	38,7
PP	30,1	28,8	31,3	31,7	32,1	28,4	29,0	31,8	31,5	26,7
SC	36,7	37,4	37,3	39,9	39,6	38,6	39,7	36,1	39,3	36,8
S2	39,4	39,9	40,9	42,4	41,5	41,1	40,2	41,6	40,9	39,4
PR	39,4	40,1	41,9	43,0	41,5	41,6	39,7	43,5	40,7	40,1

Szacowanie niepewności metodą typu A:

	$\bar{\Delta t}$	$u(\Delta t)$	$u_A(\Delta t)$	$\bar{\Delta t}$	$u_A(\Delta t)$
		sek.			h
MS	39,5	1,51	0,48	0,0110	0,00013
PP	30,1	1,85	0,58	0,0084	0,00016
SC	38,1	1,45	0,46	0,0106	0,00013
S2	40,7	1,00	0,31	0,0113	0,00009
PR	41,1	1,40	0,44	0,0114	0,00012

Z5.3.4. Oszacowanie niepewności współczynnika wzorcowania k

Współczynnik wzorcownia wyznaczany był doświadczalnie na podstawie czterech serii pomiarowych. Serie zostały opisane w rozdziale 5.3.1.

Model pomiaru:

$$k = \frac{q_{wzr} \Delta t}{SL}, \quad (Z5.3.7)$$

gdzie: q_{wzr} – wzorcowy pomiar strumienia objętości.

Złożona niepewność pomiaru (pojedynczego – dla jednej serii):

$$u_c(k) = \sqrt{\left(\frac{\partial k}{\partial q_{wzr}}\right)^2 u_c^2(q_{wzr}) + \left(\frac{\partial k}{\partial \Delta t}\right)^2 u_c^2(\Delta t) + \left(\frac{\partial k}{\partial S}\right)^2 u_c^2(S) + \left(\frac{\partial k}{\partial L}\right)^2 u_c^2(L)}, \quad (Z5.3.8)$$

gdzie:

 $u_c(q_{wzr})$ - niepewność wzorcowego pomiaru strumienia objętości.

I. Niepewność pomiaru powierzchni (na potrzeby wyznaczania współczynnika k)

Dane wejściowe (seria 3):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poziom A	45	44	43	42	45	42	40	46	54	55
Poziom B	52	50	50	50	50	49	48	55	61	64

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 3):

	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$
		mm			m	
Poziom A	45,6	5,02	1,59	0,0456	0,0050	0,00159
Poziom B	52,9	5,45	1,72	0,0529	0,0054	0,00172

Szacowanie niepewności metodą typu B (dla wszystkiej serii taka sama):

$$u_B(h) = \frac{\delta_h}{\sqrt{3}} = \frac{0,5}{\sqrt{3}} = 0,29 \text{ mm.} \quad (Z5.3.5)$$

Wartość oraz niepewność złożona (seria 3):

\bar{S}	$u_c(S)$	\bar{S}	$u_c(S)$
	mm ²		m ²
5062,2	165	0,0050622	0,000165

Dane wejściowe (seria 4):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poziom A	57	59	59	57	58	56	53	49	-	-
Poziom B	71	76	76	75	75	73	70	66	-	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 4):

	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$
		mm			m	
Poziom A	56,0	3,42	1,21	0,0560	0,0034	0,00121
Poziom B	72,8	3,54	1,25	0,0728	0,0035	0,00125

Wartość oraz niepewność złożona (seria 4):

\bar{S}	$u_c(S)$	\bar{S}	$u_c(S)$
	mm ²		m ²
7168,7	123	0,0071687	0,000123

Dane wejściowe (seria 5):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poziom A	44	45	45	45	45	45	45	45	44	-
Poziom B	55	56	56	56	56	56	56	56	55	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 5):

	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$
		mm			m	
Poziom A	44,8	0,44	0,15	0,0448	0,0004	0,00015
Poziom B	55,8	0,44	0,15	0,0558	0,0004	0,00015

Wartość oraz niepewność złożona (seria 5):

\bar{S}	$u_c(S)$	\bar{S}	$u_c(S)$
	mm ²		m ²
5212,2	15	0,0052122	0,000015

Dane wejściowe (seria 6):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poziom A	35	36	36	36	36	36	36	36	36	36
Poziom B	53	55	55	55	55	55	55	55	55	55

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 6):

	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$	\bar{h}	$u(h)$	$u_A(h)$
		mm			m	
Poziom A	35,9	0,32	0,10	0,0359	0,0003	0,00010
Poziom B	54,8	0,63	0,20	0,0548	0,0006	0,00020

Wartość oraz niepewność złożona (seria 6):

\bar{S}	$u_c(S)$	\bar{S}	$u_c(S)$
	mm ²		m ²
4570,8	16	0,0045708	0,000016

II. Niepewność pomiaru odległości pomiędzy detektorami (na potrzeby wyznaczenia współczynnika k)

Szacowanie niepewności metodą typu B, jak w pkt Z5.3.2

Wartość oraz niepewność złożona:

Seria	L	$u_c(L)$	L	$u_c(L)$
	mm		m	
3	500	1,15	0,5	0,00115
4	1000		1	
5	600		0,6	
6	1000		1	

III. Niepewność pomiaru czasu przejścia (na potrzeby wyznaczenia współczynnika k)

Dane wejściowe (seria 3):

Metoda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MS	8,8	8,8	7,8	8,9	9,1	8,2	8,7	9,9	11,4	9,9
PP	7,7	6,6	7,0	6,2	6,7	6,3	6,2	6,8	9,1	10,1
SC	11,3	9,9	9,5	10,9	10,6	10,1	10,7	9,8	12,2	13,4
S2	10,2	9,8	9,1	10,6	10,0	9,5	10,4	10,7	12,1	12,2
PR	9,5	9,5	8,6	9,9	9,6	8,9	9,6	10,7	11,8	9,6

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 3):

	$\bar{\Delta t}$	$u(\Delta t)$	$u_A(\Delta t)$	$\bar{\Delta t}$	$u_A(\Delta t)$
		sek.			h
MS	9,15	1,03	0,32	0,0025	0,00009
PP	7,27	1,33	0,42	0,0020	0,00012
SC	10,84	1,20	0,38	0,0030	0,00011
S2	10,47	1,00	0,32	0,0029	0,00009
PR	9,76	0,91	0,29	0,0027	0,00008

Dane wejściowe (seria 4):

Metoda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MS	27,5	23,3	24,3	27,7	26,7	22,2	28,4	26,0	-	-

PP	20,7	20,5	21,4	18,3	18,4	20,5	19,5	21,4	-	-
SC	30,5	28,2	26,2	32,1	29,2	28,1	28,0	29,1	-	-
S2	29,8	27,9	26,1	31,5	29,4	25,8	29,6	28,0	-	-
PR	29,0	25,7	25,4	30,2	28,6	23,9	29,6	27,2	-	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 4):

	$\bar{\Delta t}$	$u(\Delta t)$	$u_A(\Delta t)$	$\bar{\Delta t}$	$u_A(\Delta t)$
		sek.			h
MS	25,77	2,23	0,79	0,0072	0,00022
PP	20,09	1,23	0,43	0,0056	0,00012
SC	28,94	1,79	0,63	0,0080	0,00018
S2	28,52	1,93	0,68	0,0079	0,00019
PR	27,46	2,27	0,80	0,0076	0,00022

Dane wejściowe (seria 5):

Metoda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MS	12,8	13,1	13,2	15,0	12,8	12,9	12,3	13,5	12,6	-
PP	10,8	10,7	11,7	12,4	10,0	12,5	11,6	12,4	11,0	-
SC	17,1	15,4	17,7	17,4	16,2	17,3	17,6	16,6	16,8	-
S2	15,4	15,6	15,8	16,8	15,2	15,4	15,4	15,4	15,1	-
PR	14,1	14,5	14,4	16,1	14,1	14,2	13,6	14,6	13,9	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 5):

	$\bar{\Delta t}$	$u(\Delta t)$	$u_A(\Delta t)$	$\bar{\Delta t}$	$u_A(\Delta t)$
		sek.			h
MS	13,15	0,79	0,26	0,0037	0,00007
PP	11,47	0,89	0,30	0,0032	0,00008
SC	16,90	0,74	0,25	0,0047	0,00007
S2	15,57	0,51	0,17	0,0043	0,00005
PR	14,39	0,70	0,23	0,0040	0,00006

Dane wejściowe (seria 6):

Metoda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MS	21,4	25,6	23,8	21,7	23,1	25,1	23,7	24,4	22,5	24,1
PP	16,1	16,6	17,3	18,2	17,9	18,1	20,4	17,0	18,9	18,8

SC	24,7	21,4	26,0	28,2	21,4	25,4	24,8	22,3	27,6	24,4
S2	24,4	25,7	26,4	26,9	24,4	26,7	26,0	25,8	25,9	26,1
PR	23,2	26,9	25,6	23,8	24,5	26,6	25,2	26,2	24,3	25,6

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 6):

	$\bar{\Delta t}$	$u(\Delta t)$	$u_A(\Delta t)$	$\bar{\Delta t}$	$u_A(\Delta t)$
		sek.			h
MS	23,54	1,37	0,43	0,00654	0,00012
PP	17,93	1,27	0,40	0,00498	0,00011
SC	24,60	2,37	0,75	0,00683	0,00021
S2	25,82	0,86	0,27	0,00717	0,00008
PR	25,19	1,22	0,39	0,00700	0,00011

IV. Niepewność pomiaru przepływu wzorcowego (na potrzeby wyznaczania współczynnika k)

Dane wejściowe (seria 3):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_{wzr}	1,126	1,116	1,113	1,109	1,100	1,094	1,090	1,095	1,097	1,096

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 3):

$\overline{q_{wzr}}$	$u(q_{wzr})$	$u_A(q_{wzr})$
	m ³ /h	
1,104	0,012	0,004

Szacowanie niepewności metodą typu B (dla wszystkich serii taka sama):

- związana z rozdzielczością przyrządu

$$u_r(q_{wzr}) = \frac{\delta_r}{2\sqrt{3}} = \frac{0,001}{2\sqrt{3}} = 0,0009 \text{ m}^3/\text{h} \quad (\text{Z5.3.9})$$

- związana z niepewnością wzorcowania (patrz załącznik 4.1)

$$u_w(q_{wzr}) = \frac{s_{qvppopr}}{\sqrt{3}} = \frac{0,003}{2\sqrt{3}} = 0,0017 \text{ m}^3/\text{h} \quad (\text{Z5.3.9})$$

Wartość oraz niepewność złożona (seria 3):

$\overline{q_{wzr}}$	$u_c(q_{wzr})$
m ³ /h	
1,104	0,0042

Dane wejściowe (seria 4):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_{wzr}	1,071	1,066	1,064	1,056	0,969	0,965	0,925	1,071	-	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 4):

$\overline{q_{wzr}}$	$u(q_{wzr})$	$u_A(q_{wzr})$
m ³ /h		
1,023	0,060	0,019

Wartość oraz niepewność złożona (seria 4):

$\overline{q_{wzr}}$	$u_c(q_{wzr})$
m ³ /h	
1,023	0,0191

Dane wejściowe (seria 5):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_{wzr}	0,918	0,912	0,910	0,905	0,900	0,896	0,897	0,895	0,893	-

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 5):

$\overline{q_{wzr}}$	$u(q_{wzr})$	$u_A(q_{wzr})$
m ³ /h		
0,903	0,009	0,003

Wartość oraz niepewność złożona (seria 5):

$\overline{q_{wzr}}$	$u_c(q_{wzr})$
m ³ /h	
0,903	0,0019

Dane wejściowe (seria 6):

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_{wzr}	0,792	0,789	0,789	0,787	0,780	0,779	0,779	0,775	0,773	0,772

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 6):

$\overline{q_{wzr}}$	$u(q_{wzr})$	$u_A(q_{wzr})$
	m ³ /h	
0,781	0,007	0,002

Wartość oraz niepewność złożona (seria 6):

$\overline{q_{wzr}}$	$u_C(q_{wzr})$
	m ³ /h
0,781	0,0030

Wartości współczynników k z serii, ich niepewność złożona oraz średnia wartość k wraz z niepewnością złożoną (jako niepewność graniczną, szacowaną metodą typu B przyjęto maksymalną niepewność złożoną spośród wyznaczonych dla poszczególnych serii oraz założono równomierny rozkład prawdopodobieństwa):

Metoda	Seria 3	Seria 4	Seria 5	Seria 6	\bar{k}	$u_A(\bar{k})$	$u_B(\bar{k})$	$u_C(\bar{k})$
k_{MS}	1,11	1,02	1,06	1,12	1,08	0,023	0,031	0,038
$u_C(k_{MS})$	0,05	0,04	0,02	0,02	-	-	-	-
k_{PP}	0,88	0,80	0,92	0,85	0,86	0,026	0,034	0,043
$u_C(k_{PP})$	0,06	0,03	0,02	0,02	-	-	-	-
k_{SC}	1,31	1,15	1,36	1,17	1,25	0,052	0,036	0,063
$u_C(k_{SC})$	0,06	0,04	0,02	0,04	-	-	-	-
k_{S2}	1,27	1,13	1,25	1,23	1,22	0,030	0,033	0,045
$u_C(k_{S2})$	0,06	0,04	0,01	0,01	-	-	-	-
k_{PR}	1,18	1,09	1,15	1,20	1,16	0,024	0,030	0,038
$u_C(k_{PR})$	0,05	0,04	0,02	0,02	-	-	-	-

Z5.3.5. Niepewność złożona i jej budżet

Budżet niepewności (metoda MS – maksimum stężenia)

Symbol wielkości X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $U(x_i)$	Współczynnik wrażliwości c_i	Udział w złożonej niepewności standardowej $u_i(q)$
k_{MS}	1,08	0,038	0,97 m ³ /h	0,037 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,70 m ² /h	0,0008 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	147 m/h	0,0075 m ³ /h
Δt_{MS}	0,0110 h	0,00013 h	-95 m ³ /h ²	-0,013 m ³ /h
q_{MS}	1,045			0,040

Budżet niepewności (metoda PP – początek piku)

Symbol wielkości X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $U(x_i)$	Współczynnik wrażliwości c_i	Udział w złożonej niepewności standardowej $u_i(q)$
k_{PP}	0,88	0,043	1,27 m ³ /h	0,054 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,74 m ² /h	0,0009 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	157 m/h	0,0080 m ³ /h
Δt_{PP}	0,0084 h	0,00016 h	-133 m ³ /h ²	-0,022 m ³ /h
q_{PP}	1,117			0,059

Budżet niepewności (metoda SC – środek ciężkości)

Symbol wielkości X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $U(x_i)$	Współczynnik wrażliwości c_i	Udział w złożonej niepewności standardowej $u_i(q)$
k_{SC}	1,25	0,063	1,01 m ³ /h	0,064 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,83 m ² /h	0,0010 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	176 m/h	0,0090 m ³ /h
Δt_{SC}	0,0106 h	0,00013 h	-118 m ³ /h ²	-0,015 m ³ /h
q_{SC}	1,252			0,066

Budżet niepewności (metoda S2 – połowa krzywej stężenia)

Symbol wielkości X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $U(x_i)$	Współczynnik wrażliwości c_i	Udział w złożonej niepewności standardowej $u_i(q)$
k_{S2}	1,22	0,045	0,94 m ³ /h	0,042 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,76 m ² /h	0,0009 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	162 m/h	0,0082 m ³ /h
Δt_{S2}	0,0113 h	0,00009 h	-101 m ³ /h ²	-0,009 m ³ /h
q_{S2}	1,147			0,044

Budżet niepewności (metoda PR – połowa odcinka równoległego do osi t)

Symbol wielkości X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $U(x_i)$	Współczynnik wrażliwości c_i	Udział w złożonej niepewności standardowej $u_i(q)$
k_{PR}	1,16	0,038	0,93 m ³ /h	0,036 m ³ /h
L	1,5 m	0,0012 m	0,72 m ² /h	0,0008 m ³ /h
S	0,0071 m ²	0,000051 m ²	152 m/h	0,0077 m ³ /h
Δt_{PR}	0,0114 h	0,00012 h	-94 m ³ /h ²	-0,012 m ³ /h
q_{PR}	1,077			0,038

Z5.3.6. Niepewność rozszerzona oraz porównanie z wartością prawdziwą

Szacowanie niepewności wzorca, dane wejściowe:

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
q_{wzr}	1,063	1,060	1,053	1,049	1,041	1,037	1,033	1,041	1,119	1,108

Szacowanie niepewności metodą typu A (seria 3):

$\overline{q_{wzr}}$	$u(q_{wzr})$	$u_A(q_{wzr})$
	m ³ /h	
1,060	0,030	0,009

Szacowanie niepewności metodą typu B (wartości takie same jak podczas wyznaczania k):

- związana z rozdzielczością przyrządu

$$u_r(q_{wzr}) = \frac{\delta_r}{2\sqrt{3}} = \frac{0,001}{2\sqrt{3}} = 0,0009 \text{ m}^3/\text{h}, \quad (Z5.3.9)$$

- związana z niepewnością wzorcowania

$$u_w(q_{wzr}) = \frac{s_{q_{vpopr}}}{\sqrt{3}} = \frac{0,003}{2\sqrt{3}} = 0,0017 \text{ m}^3/\text{h}. \quad (Z5.3.9)$$

Wartość oraz niepewność złożona:

$\overline{q_{wzr}}$	$u_C(q_{wzr})$	$U_R(q_{wzr})$
	m ³ /h	
1,060	0,0096	0,0192

Zestawienie wyniku pomiaru, jego niepewności z wartością prawdziwą

	<i>MS</i>	<i>PP</i>	<i>SC</i>	<i>S2</i>	<i>PR</i>
q_v , m ³ /h	1,045	1,117	1,252	1,147	1,077
$U(q_v)$, m ³ /h	0,080	0,118	0,132	0,087	0,077
$U(q_v)$, %	7,7	10,6	10,5	7,6	7,1
q_{v-} , m ³ /h	0,965	0,999	1,120	1,0598	1,001
q_{v+} , m ³ /h	1,126	1,234	1,384	1,235	1,154
q_{wzr} , m ³ /h	1,0603 ± 0,0192				