

Využití mikrováhového senzoru pro měření změn viskozity

The Exploitation of Microbalance Sensors for Viscosity
Measurement

Bc. Šimon Vendolský

Diplomová práce
2012

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky
akademický rok: 2011/2012

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Šimon VENDOLSKÝ**
Osobní číslo: **A09411**
Studijní program: **N 3902 Inženýrská informatika**
Studijní obor: **Bezpečnostní technologie, systémy a management**

Téma práce: **Využití mikrováhového senzoru pro měření změn viskozity**

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se s doporučenou literaturou a vypracujte literární rešerši na dané téma.
2. Navrhněte a sestavte měřicí systém na bázi piezoelektrického mikrováhového snímacího prvku za účelem měření změn viskozity.
3. Vyberte vhodný materiál pro měření viskozity.
4. Provedte experimentální měření a udělejte rozbor výsledků měření.
5. Navrhněte a sestavte laboratorní úlohu pro předmět Instrumentace a měření nebo Zpracování signálů.
6. Vytvořte jednoduchý návod k úloze, provedte měření a vypracujte vzorový protokol o měření.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. WEIN, Ondřej. Úvod do reologie. 1. vyd. Brno : VUT, 1996. 84 s.
2. MALKIN, Aleksandr Yakovlevich; ISAYEV, Avraam I. Rheology : concepts, methods, and applications. 2nd ed. Toronto : ChemTec Publishing, 2012. 474 s. ISBN 978-1-895198-49-2.
3. CHUDÝ, V., R. PALEŇČÁR, E. KUREKOVÁ a M. HALAJ. Meranie technických veličín. Bratislava: Vydavateľstvo STU, 1999. ISBN 80-227-1275-2.
4. SEDLÁČEK, M. Zpracování signálů v měřicí technice. Dotisk 2. vyd. Praha: ČVUT, 1999. ISBN 8001017850.
5. ANGUS R., HULBERT T.: VEE Pro: Practical Graphical Programming, Springer 2004
6. STANFORD RESEARCH SYSTEMS, Inc.: QCM200 Operation and Service Manual, 2006.

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Milan Navrátil, Ph.D.

Ústav elektroniky a měření

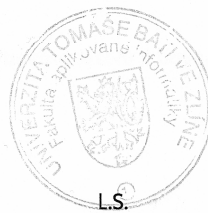
Datum zadání diplomové práce:

24. února 2012

Termín odevzdání diplomové práce:

15. května 2012

Ve Zlíně dne 24. února 2012



L.S.

prof. Ing. Vladimír Vašek, CSc.
děkan

doc. RNDr. Vojtěch Křesálek, CSc.
ředitel ústavu

ABSTRAKT

Cílem diplomové práce bylo využití mikrováhového senzoru pro měření změn viskozity. Teoretická část se zabývá popisem viskozity a měřením viskozity pomocí klasických viskozimetrů. V druhé části teorie je popsán mikrováhový senzor a uvedeny potřebné zákonitosti pro výpočet viskozity vybraných kapalin. Praktická část obsahuje popis mnou použitých prostředků pro měření, popis zpracování měření a vypracování návrhu laboratorní úlohy do předmětu „Instrumentace a měření.“

Klíčová slova:

viskozita, mikrováhový senzor, frekvence krystalu, odpor krystalu, teplota, peristaltické čerpadlo, VEE Pro

ABSTRACT

The objective of this graduation thesis was the usage of microbalance system for viscosity measurement. The theoretical part deals with the description of viscosity and viscosity measurements using conventional viscometers. In the second part of the theory is described of microbalance sensor and mentioned the necessary laws to calculate the viscosity of selected liquids. The practical part contains a description of tools used by me for measuring, description of processing and preparing a draft measurement for laboratory role in a "Instrumentation and Measurements."

Keywords:

viscosity, microbalance sensor, crystal frequency, crystal resistance, temperature, peristaltic pump, VEE Pro

Touto cestou bych chtěl poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce, panu Ing. Milanu Navrátilovi, Ph.D., za ochotně poskytnuté rady, věcné připomínky a čas, který mi věnoval při konzultacích k této práci.

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k prezenčnímu nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen v příruční knihovně Fakulty aplikované informatiky Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Prohlašuji,

- že jsem na diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně

.....
podpis diplomanta

OBSAH

ÚVOD	9
I TEORETICKÁ ČÁST	10
1 VIZKOZITA	11
1.1 REOLOGIE	11
1.2 VNITŘNÍ TŘENÍ KAPALIN	11
1.2.1 Viskozita newtonských kapalin.....	12
1.2.2 Viskozita neneutonských kapalin.....	14
1.2.2.1 Neneutonské kapaliny s časově nezávislými reologickými vlastnostmi	15
1.2.2.2 Neneutonské kapaliny s časově závislými reologickými vlastnostmi	16
1.3 NEJČASTĚJŠÍ ZPŮSOBY MĚŘENÍ VIZKOZITY	16
1.3.1 Tělískové viskozimetry	17
1.3.2 Průtokové viskozimetry	18
1.3.3 Ponorné rotační viskozimetry	20
2 MIKROVÁHOVÝ KŘEMENNÝ KRYSTAL QCM	23
2.1 VÝZNAMNÉ VLASTNOSTI AT-ŘEZU KŘEMENNÉHO KRYSTALU	23
2.1.1 Teplotní charakteristika.....	23
2.1.2 Činitel jakosti	24
2.2 MĚŘENÍ ZMĚN HMOTNOSTÍ POMOCÍ QCM.....	24
2.3 MĚŘENÍ ZMĚN VIZKOZITY POMOCÍ QCM.....	26
2.3.1 Změna rezistance při kapalném zatížení QCM	26
2.3.2 Náhradní obvod QCM zatíženého kapalinou	27
II PRAKTICKÁ ČÁST	29
3 PROSTŘEDKY PRO REALIZACI - HARDWARE	30
3.1 ŘÍDÍCÍ POČÍTAČ	30
3.2 DIGITÁLNÍ MIKROVÁHOVÝ OVLADAČ QCM200 S MIKROVÁHOVÝM SENZOREM QCM25	30
3.2.1 Popis QCM200.....	31
3.2.2 Možnosti a specifikace měření pomocí QCM.....	32
3.2.3 Mikrováhový senzor QCM25 s křemenným krystalem	33
3.2.3.1 Křemenný krystal.....	34
3.2.3.2 Průtočná cela.....	34
3.3 MULTIMETR AGILENT 34410A S TEPLITNÍ SONDOU AGILENT E2308A.....	35
3.3.1 Funkce a parametry	35
3.3.2 Parametry měření teploty	35
3.3.3 Termistor Agilent E2308A.....	36
Parametry sondy:	36
3.4 PERISTALTICKÉ ČERPADLO PCD 21 E5V OVLÁDANÉ PŘES TECHNOLOGICKOU KARTU PCI-1711.	36
Parametry čerpadla:	37
3.4.1 Technologická karta PCI-1711	37
3.5 ANALYTICKÁ VÁHA KERN SE SADOU PRO STANOVENÍ HUSTOTY.	38
3.5.1.1 Sada pro stanovení hustoty	39

4	SOFTWARE	41
4.1.1	Agilent VEE Pro 9.0	41
4.1.1.1	Hlavní přednosti VEE Pro	41
4.1.2	Advantech Device Manager	42
5	SESTAVENÍ MĚŘICÍHO SYSTÉMU	43
5.1	OBSLUŽNÝ PROGRAM	44
5.1.1	Měřicí algoritmus	45
6	VÝSLEDKY MĚŘENÍ	47
6.1	POTŘEBNÁ DATA	47
6.2	CÍL Č. 1.....	48
6.3	CÍL Č. 2.....	51
7	ZPRACOVÁNÍ LABORATORNÍ ÚLOHY	53
7.1	ZADÁNÍ	53
7.2	TEORIE	53
7.3	SCHÉMA PRACOVIŠTĚ	55
7.4	ZPRACOVÁNÍ PROTOKOLU O MĚŘENÍ	55
	ZÁVĚR	56
	ZÁVĚR V ANGLIČTINĚ.....	57
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	58
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	60
	SEZNAM OBRÁZKŮ	61
	SEZNAM TABULEK.....	62
	SEZNAM PŘÍLOH.....	63

ÚVOD

Již v roce 1985 byly pány Kanazawou a Gordonem prezentovány výsledky v oblasti využití mikrováhového senzoru pro měření viskozity. Tito dva zmínění pánové rozšířili Sauerbreyovu rovnici pro kvantitativní měření hmotnosti látky sedimentované na krystalický piezoelektrický rezonátor a odvodili vztah závislosti změny frekvence na viskozitě a hustotě měřené kapaliny.

Po vysvětlení základních pojmů týkajících se viskozity a měření viskozity se ubírá pozornost práce k popisu činnosti mikrováhového senzoru. Ten je nejdůležitější částí zamýšleného experimentu. A právě proto ověření některých poznatků o mikrováhovém senzoru je hlavním cílem této práce. Pro reprodukovatelnost měření jsou jednotlivá zařízení podrobně popsána.

Každé studium technického oboru obnáší práci v laboratořích nejrůznějšího zaměření. Pokud mám být konkrétní pro obor „Bezpečnostní technologie, systémy a management“ jedná se především o hodiny v laboratořích elektrotechniky, elektroniky a mnoha dalších specializovaných pracovišť. Součástí této práce je návrh laboratorní úlohy pro předmět „Instrumentace a měření,“ kde studenti dostanou možnost se seznámit s mikrováhovým senzorem a provést zkušební měření.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 VISKOZITA

Viskozita (také vazkost) je jednou ze základních vlastností kapalin a je analogická smykovému tření pevných látek. Zjednodušeně řečeno, udává míru toho, jak se tekutina brání tečení. Viskozita je fyzikální veličina, která spadá pod vědní obor nazvaný reologie. Tento interdisciplinární obor na pomezí mechaniky a fyzikální chemie vznikl počátkem minulého století a zabývá se studiem deformace a toku materiálů.

1.1 Reologie

Příslušnou užitečnou mezioborovou vědu založili v roce 1928 společně chemik E.C. Bingham a stavební inženýr M. Reiner. Když tito dva badatelé hledali pro novou, právě narozenou vědu jméno, vzpomněli si na slavné zvolání starořeckého filozofa Herakleita „Panta rhei!“, neboli „Vše plyne“. Řecké slovo rhei znamená téci a reologie je tedy nauka o toku a plynutí, přesněji řečeno, je to věda o časově závislých tokových a deformačních procesech v různých materiálech. Předmětem nauky o toku neboli reologie jsou tedy různé kapaliny, ale také mnoho materiálů, které tvoří přechod mezi pevnými látkami a kapalinami. Takových substancí je překvapivě mnoho. Za určitých okolností totiž prakticky všechny materiály tečou. Mezi tyto okolnosti patří především čas. Ve starozákonním zpěvu prorokyně Debory se vyskytuje verš „skály tekly před Hospodinem“. Podle tohoto Debořina zpěvu bylo v reologii zavedeno takzvané Debořino číslo

$$D = \frac{t_{rel}}{t_{obs}}. \quad (1)$$

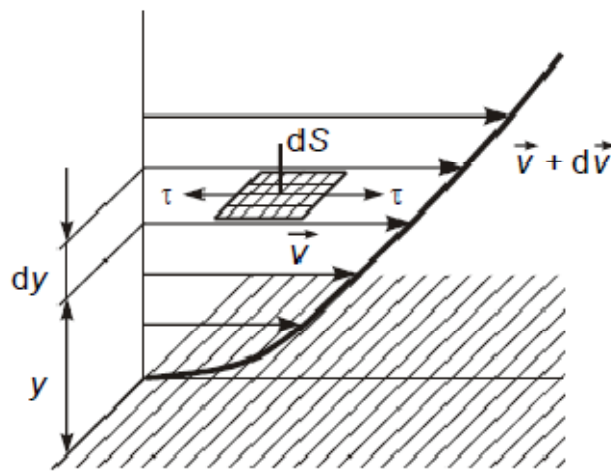
Přitom t_{rel} je relaxační doba daného materiálu, která charakterizuje rychlost molekulárních přeskupení. Je velice krátká pro tekutou vodu a velmi dlouhá pro tvrdou žulu. Veličina t_{obs} je doba pozorování. Čím menší je Debořino číslo, tím tekutější se jeví daný materiál. [7]

1.2 Vnitřní tření kapalin

O ideální kapalině předpokládáme, že v ní neexistují tečná - tzv. smyková napětí. Pro reálnou kapalinu to platí pouze tehdy, jsou-li její jednotlivé části vůči sobě v klidu. Proudí-li reálná kapalina, tj. jsou-li její části v relativním pohybu a dvě po sobě se posouvající vrstvy kapaliny mají různou rychlost, dochází mezi nimi ke tření. [8]

1.2.1 Viskozita newtonských kapalin

Třecí (tečná) síla a tím i tečné (smykové) napětí τ (podíl tečné síly a velikosti styčné plochy) jsou nenulové. Tečné napětí, které je kompenzováno proměnnou rychlostí kapaliny, je tím větší, čím více se mění rychlost od vrstvy k vrstvě. Změnu rychlosti, kterou bychom pozorovali při postupu od vrstvy k vrstvě kolmo ke směru proudění (obr. 1), můžeme charakterizovat podílem dv/dy - gradientem rychlosti ve směru kolmém k proudu. [8]



Obr. 1. Gradient rychlosti [8]

V případě ideálně viskózního materiálu platí pro tečné napětí τ Newtonův zákon

$$\tau = \eta \frac{dv}{dy} = \eta D, \quad (2)$$

kde součinitel η je dynamická viskozita charakterizující vnitřní tření newtonské kapaliny, dv je vzájemná rychlost pohybu smykových rovin vzdálených o dy a D je tzv. gradient rychlosti (rychlost deformace, rychlost smyku), který charakterizuje tvarové změny v proudící tekutině.

Z rovnice (2), kde τ - tečné napětí [$\text{Pa} = \text{N m}^{-2}$] a dv/dy - gradient rychlosti [s^{-1}], plyne fyzikální rozměr

$$[\eta] = \text{Pa s} = \text{N s m}^{-2} = \text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1} = 10 \text{ g cm}^{-1} \text{s}^{-1} = 10 \text{ P (Poise)}. \quad (3)$$

Při udávání viskozity běžných kapalin se uplatňují menší jednotky. V SI i CGS soustavě mají tyto jednotky stejnou velikost: $1 \text{ mPa s} = 1 \text{ cP}$.

Převratná hodnota dynamické viskozity nám specifikuje jinou proměnnou viskozitní funkci s názvem fluidita (tekutost)

$$\varphi = \frac{1}{\eta} = \frac{D}{\tau}. \quad (4)$$

Podíl dynamické viskozity η a hustoty kapaliny ρ nazýváme kinematická viskozita ν

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (5)$$

Jednotkou kinematické viskozity je $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$. Tak jako v předchozím případě se můžeme setkat se starší jednotkou CGS soustavy stok [$\text{St} = \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$], platí $1 \text{ St} = 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$. [1, 9]

Řádový rozsah těchto veličin za normálního tlaku udává tabulka č. 1.

Tabulka 1: Řádové odhady dynamické a kinematické viskozity [1]

Materiál	Teplota [°C]	η [Pa s]	ν [m ² s ⁻¹]
vzduch	20	10^{-5}	10^{-5}
voda	20	10^{-3}	10^{-6}
rtuť	20	10^{-3}	10^{-7}
strojní olej	20	10^{-2}	10^{-5}
glycerin	20	10^0	10^{-3}
olej ricinový	20	10^0	10^{-3}
med	20	10^1	10^{-2}
tavenina polymeru	220	10^3	10^0
živice	20	10^8	10^5
tavenina skla	520	10^{12}	10^9
sklo	20	10^{18}	10^{15}

Poznámka:

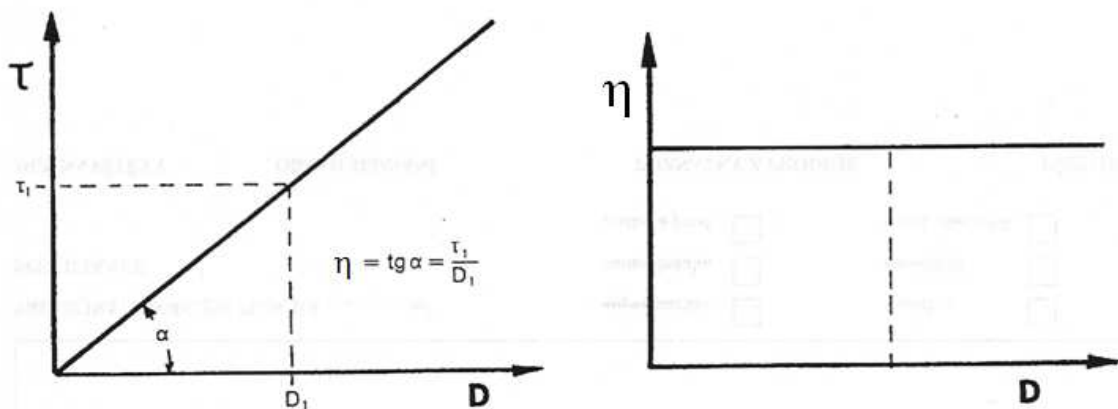
Vzrůst teploty o 1°C odpovídá poklesu viskozity o:

2% voda

5% glycerin

7% ricinový olej

Pro newtonské kapaliny platí, že hodnota dynamické viskozity je látkovou konstantou za definovaných podmínek a nezávisí na vazkém napětí. Těmito podmínkami jsou teplota a tlak. Toková křivka newtonských kapalin je znázorněna na obr. 2.



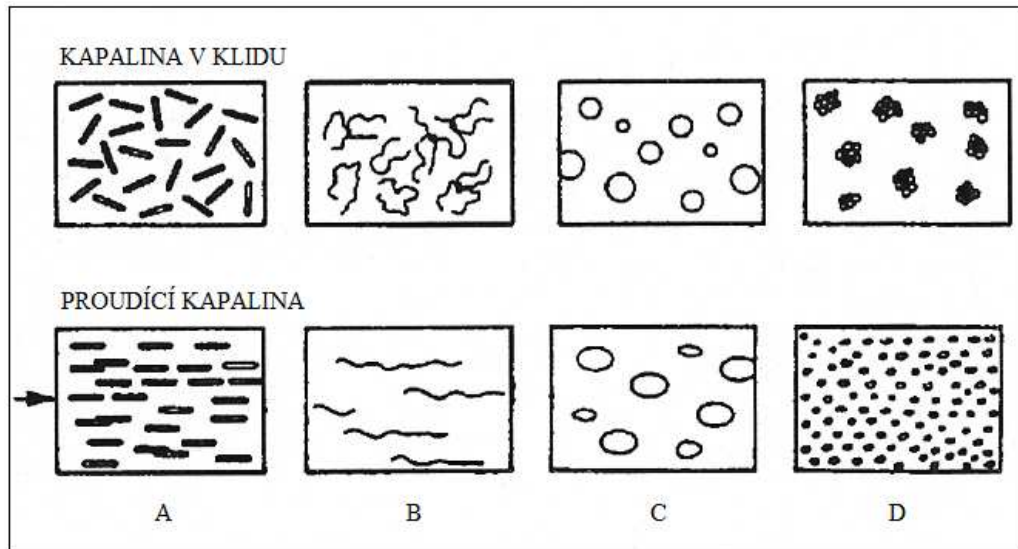
Obr. 2. Toková a viskozitní křivka newtonské kapaliny [9]

1.2.2 Viskozita neneutonských kapalin

Vedle newtonských kapalin existují i kapaliny reologicky složitější, které se Newtonovým zákonem neřídí. Označují se proto jako neneutonské kapaliny a jsou to např. roztoky a taveniny polymerů, suspenze, různé pasty apod. Platí pro ně analogicky s Newtonovým zákonem rovnice

$$\tau = \eta \cdot D, \quad (6)$$

kde η je ovšem tzv. zdánlivá viskozita, která není látkovou konstantou, ale závisí na rychlosti deformace nebo tečném napětí. Některé příčiny jsou schématicky znázorněny na obrázku 3. K charakterizaci toku neneutonských kapalin je proto nutno znát průběh závislosti $\eta = \eta(D)$ v širším intervalu D . [9]



Obr. 3. Vliv toku na uspořádání částic v neneutonské kapalině
(A – orientace, B- napřímení, C – deformace, D - rozmělnění) [9]

1.2.2.1 Neneutonské kapaliny s časově nezávislými reologickými vlastnostmi

Jsou to tekutiny, u kterých doba časového působení tečného napětí nemá vliv na jejich reologické vlastnosti. Známe tři základní druhy takových tekutin: pseudoplastické, dilatantní a binghamské.

Nejběžnějším typem neneutonských kapalin jsou kapaliny pseudoplastické, u nichž viskozita klesá s rostoucím napětím resp. gradientem rychlosti. Podle průběhu tokové křivky se někdy rozlišují dvě podskupiny: pravé pseudoplastické kapaliny a strukturně viskózní kapaliny, u nichž lze stanovit dvě limitní hodnoty zdánlivé viskozity. Z technického hlediska je pseudoplasticita zpravidla vítanou vlastností poněvadž snižuje energetickou náročnost při míchání, toku kapalin potrubím apod. [9]

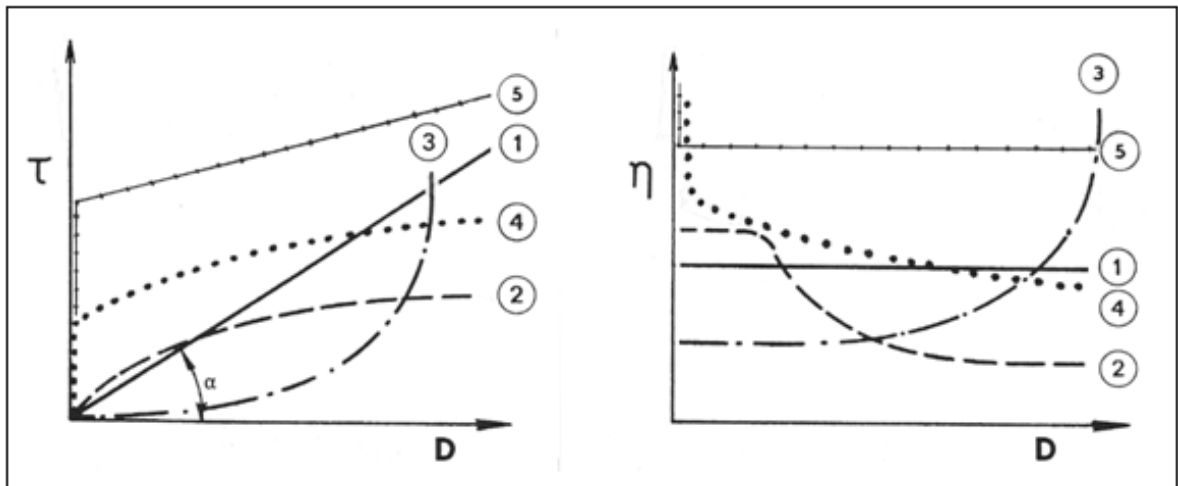
V protikladu ke kapalinám pseudoplastickým jsou kapaliny dilatantní, které vykazují nárůst viskozity při vzrůstu gradientu rychlosti. Obvykle se jedná o řádový nárůst konzistence na velmi úzkém intervalu smykových rychlostí. Tento jev je typický pro extrémně koncentrované suspenze a bývá doprovázen ztrátou kapalného charakteru vzorku - “odvodněním” suspenze. [1]

Poslední skupinou neneutonských kapalin jsou kapaliny binghamské, tj. kapaliny s plastickou složkou deformace, u nichž dochází k toku až po překročení určitého

prahového smykového napětí, tzv. meze toku (kluzu) τ_k . Pro tyto viskoplastické kapaliny platí

$$\tau - \tau_k = \eta_0 D. \quad (7)$$

Patří sem např. koncentrované průmyslové a odpadní (spláskové) kaly, kašovitě suspenze křídly a vápna aj. [9]



Obr. 4. Tokové a viskozitní charakteristiky kapalin

(1- newtonská kapalina, 2- strukturně viskózní kapalina, 3- dilatantní kapalina, 4- viskoplastická kapalina, 5- binghamská kapalina) [9]

1.2.2.2 *Nenewtonské kapaliny s časově závislými reologickými vlastnostmi*

U některých kapalin se projevuje časová závislost reologického chování, které se vyznačuje tím, že jejich zdánlivá viskozita závisí nejen od rychlosti deformace, ale i od času působení napětí. Kapaliny, u kterých zdánlivá viskozita klesá s rostoucím časem působení smykového napětí, se nazývají tixotropní. Kapaliny, které vykazují růst zdánlivé viskozity s rostoucím časem působení smykového napětí, se nazývají reospektické. [10]

1.3 Nejčastější způsoby měření viskozity

Pro měření viskozity tekutin se nejčastěji využívají následující viskozimetry:

- tělískové, využívající Stokesův vztah pro laminární obtékání koule při pádu kuličky viskózním prostředím

- průtokové (kapilární nebo výtokové), využívající platnost Hagen – Poiseuilleova zákona při laminárním proudění v kruhovém potrubí - kapiláře
- ponorné rotační viskozimetry, založeny na měření torzní síly, kterou působí rotující kapalina na element zavěšený na torzním vlákně

První dva uvedené druhy viskozimetrů jsou vhodné pouze pro měření viskozity newtonských kapalin. Pro neneutonské kapaliny jsou vhodné především rotační viskozimetry.

1.3.1 Tělískové viskozimetry

Při pohybu tělesa v kapalině klade kapalina jeho pohybu odpor, který je při pomalém proudění přímo úměrný rychlosti. Pro odpor, který klade kapalina o viskozitě η pohybu koule o poloměru r , odvodil Stokes z pohybové rovnice nestlačitelné kapaliny s vnitřním třením vztah

$$F = 6\pi\eta r v. \quad (8)$$

Ten platí pro nepříliš velké rychlosti v pohybu koule, při nichž je obtékání laminární. Padá-li koule o hustotě ρ_k v kapalině o hustotě $\rho < \rho_k$, působí na ni tíhová síla zmenšená o vztlak, tedy síla

$$F' = m g - V \rho g = \frac{4}{3} \pi r^3 (\rho_k - \rho) g, \quad (9)$$

která ji z počátku zrychluje. Proti ní však působí síla odporu F tím větší, čím větší je rychlost v . Rychlost koule v bude teoreticky vzrůstat, až dosáhne jisté maximální hodnoty v_m , tzv. mezní rychlosti, při níž bude platit $F = F'$ a další pohyb koule bude rovnoměrný. Mezní rychlost je tedy dána podmínkou

$$6\pi\eta r v = \frac{4}{3} \pi r^3 (\rho_k - \rho) g, \quad (10)$$

ze které můžeme vypočítat dynamickou viskozitu kapaliny

$$\eta = \frac{2}{9} g (\rho_k - \rho) \frac{r^2}{v_m}. \quad [8] \quad (11)$$

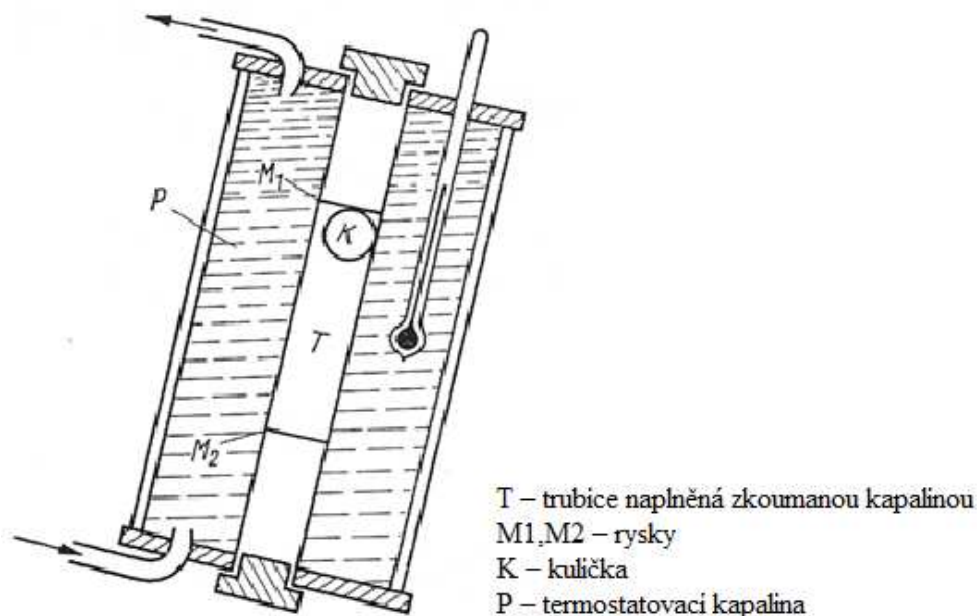
Častou variantou kuličkových viskozimetrů je viskozimetr Höpplerův (obr. 5). Kulička se valí skleněnou trubicí o přesném vnitřním průměru, skloněnou v úhlu 10° , naplněnou

měřenou kapalinou, obklopenou temperačním pláštěm. Měří se čas potřebný k průchodu kuličky mezi horní ryskou A a spodní ryskou B. [11]

Protože průměr kuličky a měřicí trubice se od sebe příliš neliší, výpočet podle této rovnice je zatížen velkou chybou. Dynamická viskozita se proto vypočítá z rovnice

$$\eta = k (\rho_k - \rho)\tau, \quad (12)$$

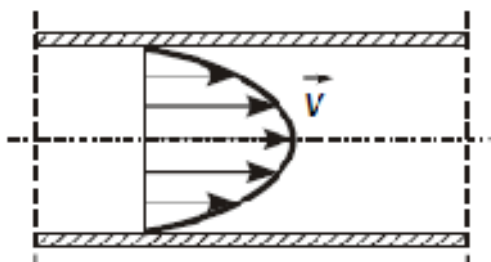
kde k je konstanta viskozimetru a je stanovena pro každou kuličku výrobcem, nebo je stanovena cejchováním v kapalině známé viskozity. [12]



Obr. 5. Schéma Höpplerova kuličkového viskozimetru [9]

1.3.2 Průtokové viskozimetry

Proudí-li newtonská kapalina malou rychlostí úzkou trubicí, je rozložení vektoru rychlosti v osovém řezu parabolické (obr. 6) a proudění je laminární.



Obr. 6. Laminární proudění [8]

Za těchto podmínek odvodil Poiseuille vztah mezi objemem V kapaliny (o dynamické viskozitě η) protečeným trubicí za čas t a úbytkem tlaku Δp na délce L trubice o poloměru R :

$$V = \frac{\pi R^4}{8\eta} \frac{\Delta p}{L} t \quad (13)$$

Proudí-li kapalina hustoty ρ kapilárou délky L účinkem vlastního hydrostatického tlaku, lze tlakový úbytek Δp odpovídající vnitřnímu tření v kapalině určit z hydrostatického tlakového rozdílu $\rho \cdot h \cdot g$, zmenšeného o kinetickou energii objemové jednotky v ústí kapiláry podle Bernoulliovy rovnice:

$$\Delta p = \rho h g - \frac{1}{2} \rho \bar{v}^2, \quad (14)$$

kde střední rychlost proudění \bar{v} je

$$\bar{v} = \frac{V}{\pi R^2 t}. \quad (15)$$

Z těchto vztahů pak pro dynamickou viskozitu odvodíme vztah

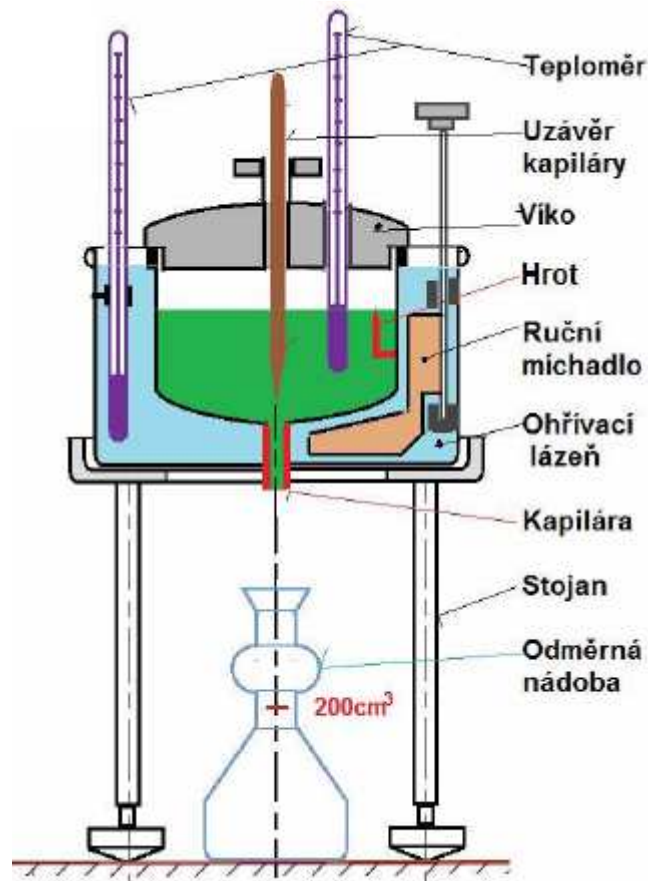
$$\eta = \rho \frac{\pi R^4}{8V L} h g t - \frac{\rho V}{16\pi L} \frac{1}{t}. \quad [8] \quad (16)$$

Průtokové viskozimetry můžeme dělit na výtokové a kapilární s tím, že u obou se vychází z Poiseuillova vztahu. Jako příklad výtokového viskozimetru můžeme uvést Redwoodův nebo Englerův viskozimetr. Příkladem kapilárních viskozimetrů je Ubbelohdův nebo Oswaldův viskozimetr. Samozřejmě existuje řada dalších průtokových viskozimetrů různého technického zpracování využívající stejného principu měření.

Obvykle se provádí měření relativní, při němž se na stejném viskozimetru porovnává viskozita měřené kapaliny η se známou viskozitou srovnávací kapaliny η_{ref}

$$\frac{\eta}{\eta_{\text{ref}}} = \frac{\tau}{\tau_{\text{ref}}} \cdot \frac{\rho}{\rho_{\text{ref}}}, \quad (17)$$

kde τ a τ_{ref} jsou doby průtoku určitého objemu měřené a srovnávací kapaliny, vymezené dvěma ryskami A a B, ρ a ρ_{ref} hustoty měřené a srovnávací kapaliny. [11]

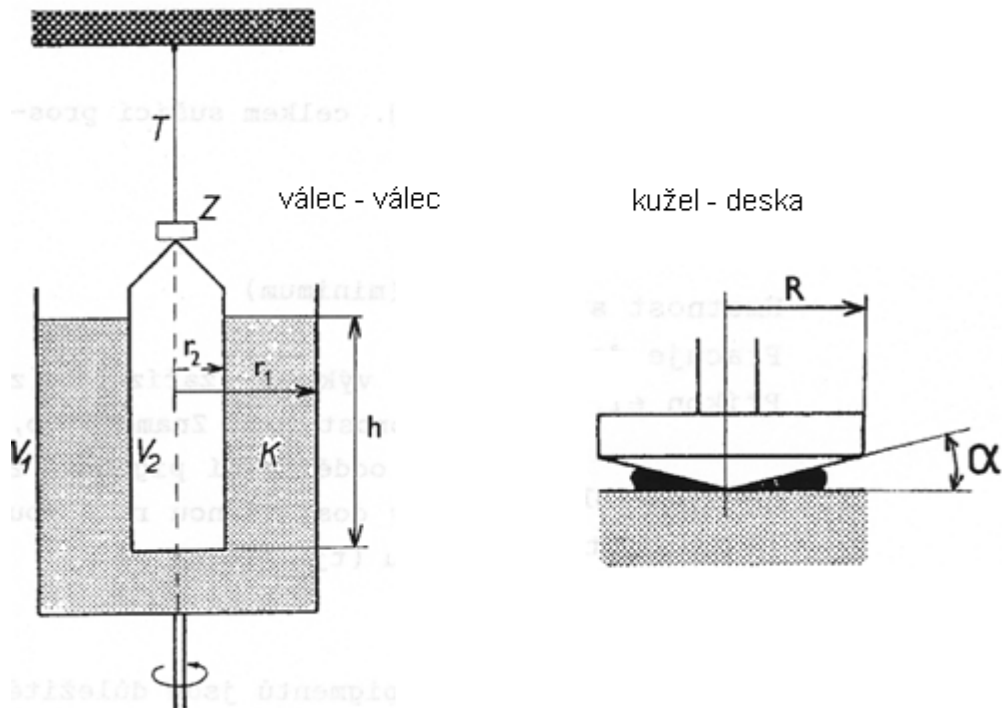


Obr. 7. Englerův viskozimetr – schéma [12]

1.3.3 Ponorné rotační viskozimetry

Rotační viskozimetr je složen buď ze dvou soustředných válců, mezi nimiž je úzká mezera vyplněná měřenou kapalinou nebo z kužele a desky. Jeden z elementů se otáčí konstantní úhlovou rychlostí a vnitřním třením kapaliny je otáčivý moment přenášen na druhý element. [11]

Nejběžnější typ rotačního viskozimetru je s dvěma sousými válci V1 a V2 mezi kterými je měrná kapalina K. Tento viskozimetr je schématicky znázorněn na obr. 8. Jeden z válců (v tomto případě vnější) se při měření uvede do rotačního pohybu stálou úhlovou rychlostí ω a registruje se moment síly M , působící na vnitřní válec V2. V uvedeném případě se měří stočení torzního vlákna T, na kterém je zavěšen válec V1 metodou světelného paprsku odráženého zrcátkem Z. V komerčních přístrojích se otáčivý moment měří zpravidla elektricky, což umožňuje jeho další snadné zpracování eventuálně zápis. [9]



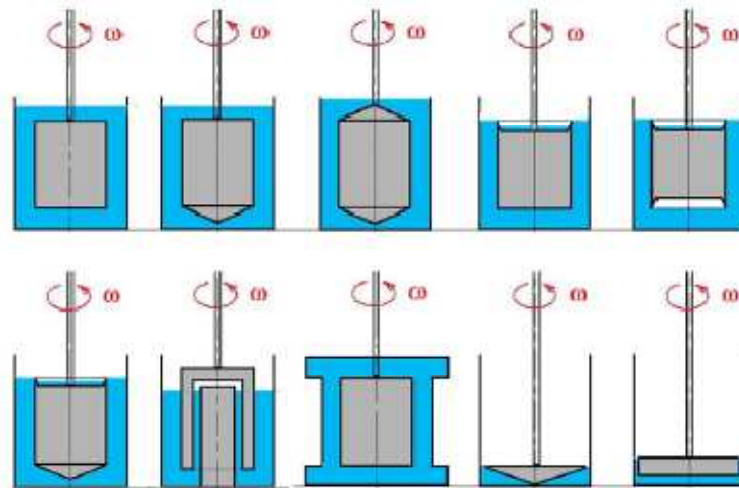
Obr. 8. Schéma základních typů uspořádání rotačních viskozimetrů. [9]

Jsou-li poloměry válců r_1 , r_2 a výška smýkané vrstvy kapaliny h , lze vypočítat viskozitu podle rovnice

$$\eta = \frac{M \cdot (1/r_1^2 - r_2^2)}{4\pi \cdot h \cdot \omega} = A \frac{M}{\omega}, \quad (18)$$

kde A je přístrojová konstanta. Rovnice byla odvozena za předpokladu stabilního laminárního toku ve štěrbině (Couetteův tok) a při zanedbání koncových a hranových efektů. Rotačním viskozimetrem tedy snadno získáme hodnoty napětí $\tau \approx M$ pro různé hodnoty rychlostního gradientu D , jehož hodnota je dána rychlostí otáčení a poloměrem válců.

Souhrnně je možno o reometrech se souosými válci říci, že je k dispozici řada komerčních přístrojů nejrůznějšího provedení (obr. 10), rozsahů a předností, z nichž je nutno vybírat vždy podle konkrétních požadavků, vyplývajících hlavně ze struktury a typu viskozitní anomálie měřené kapaliny. [9]



Obr. 9. Různé úpravy měrného prostoru rotačních viskozimetrů [12]

Vztah mezi smykovým napětím τ a momentem síly M je pro uspořádání kužel – deska s poloměrem podstavy kužele R dán rovnicí

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (19)$$

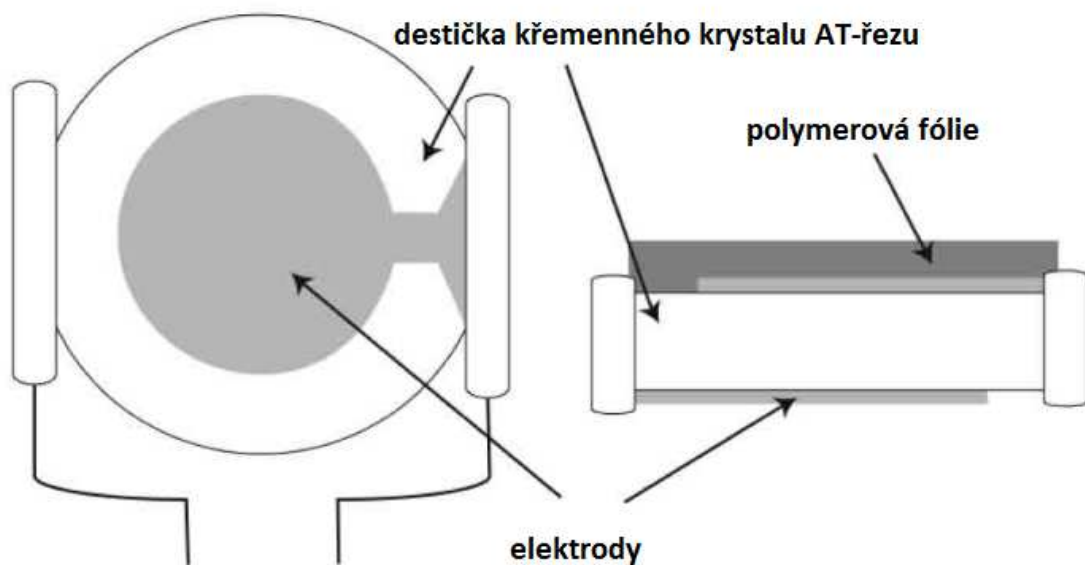
a pro gradient rychlosti platí

$$D = \frac{\omega}{\alpha}, \quad (20)$$

kde α je úhel štěrbiny v radiánech.

2 MIKROVÁHOVÝ KŘEMENNÝ KRYSTAL QCM

QCM (Quartz Crystal Microbalance) je mikrováhový senzor tvořen křemenným krystalem využívající piezoelektrický jev pro měření velmi malých hmotností, řádově až v oblasti nanogramů. Měření změn frekvence krystalu se dále využívá pro stanovení viskozity kapalných látek. QCM se obvykle skládá z tenké destičky AT-řezu křemenného krystalu, na kterém jsou z obou stran připevněny elektrody z drahých kovů. Měřicí vrstva je potažena polymerovou fólií.



Obr. 10. Schematické znázornění křemenného krystalu používaného v QCM

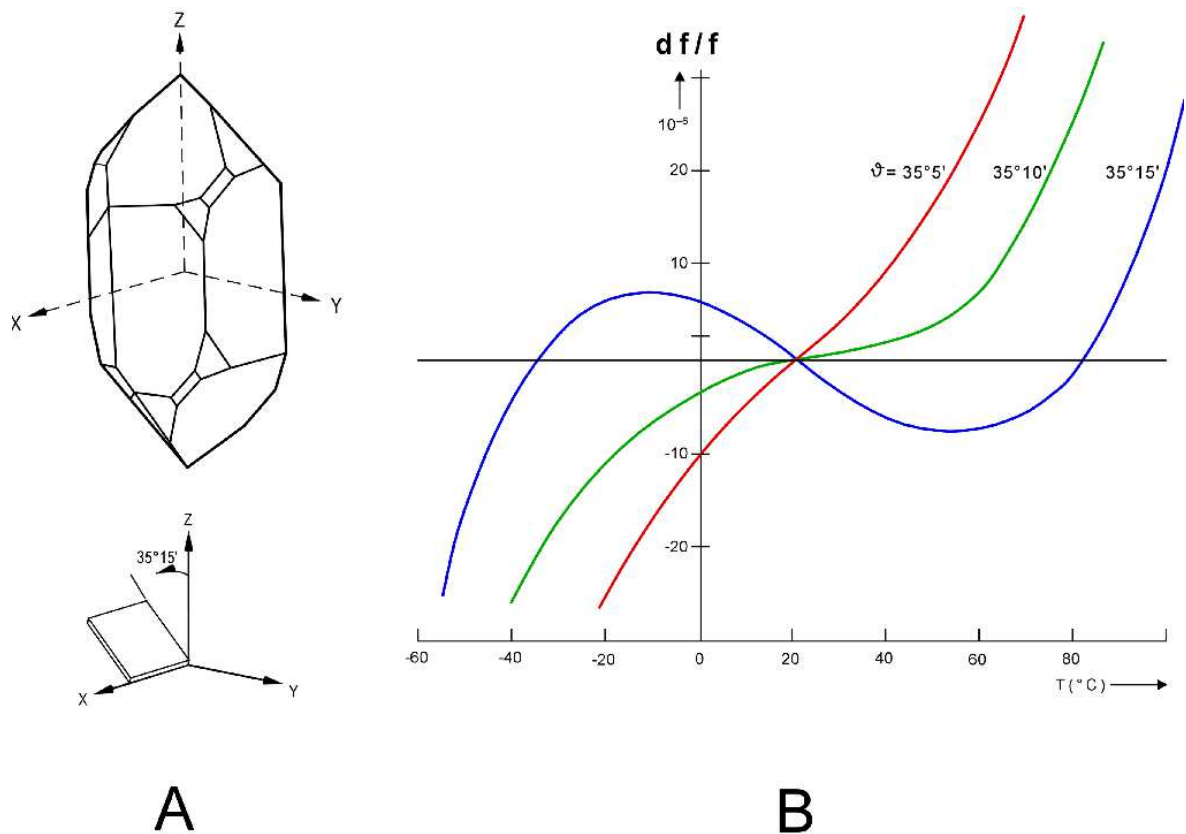
Vzhledem k piezoelektrickým vlastnostem a krystalové orientaci AT-řezu je po připojení elektrického napětí mezi elektrody krystalu vytvořeno vnitřní mechanické napětí. Toto střídavé elektrické pole s vlastní frekvencí aplikované napříč krystalem vyvolává čistě střížné kmitání šířící se krystalem.

2.1 Významné vlastnosti AT-řezu křemenného krystalu

2.1.1 Teplotní charakteristika

Teplotní charakteristika AT-řezu křemenného krystalu je znázorněná na obrázku 11. Teplotní součinitel frekvence je popsán kvadratickou funkcí teploty, kterou lze přesně řídit malými odchylkami v úhlu řezu. Toto kvadratické chování je odlišné od jiných řezů krystalu, které mají parabolickou teplotní charakteristiku. AT-řez je vhodný pro aplikace,

které pracují v širokých rozmezích teplot a zároveň tam, kde je kladen velký důraz na vysokou frekvenční stabilitu.



Obr. 11. A - Ilustrace AT-řezu křemenného krystalu, B – frekvenční posun v závislosti na teplotě pro různé úhly řezu. [13]

2.1.2 Činitel jakosti

Mezi významné vlastnosti AT-řezu lze zařadit taktěž činitel jakosti Q , který je poměrem frekvence a šířky pásma. Čím je vyšší hodnota Q faktoru, tím je krystal kvalitnější. AT-řez má úzké pásmo rezonance, což z něj činí vysoce stabilní oscilátor. Hodnoty Q faktoru pro AT-řez se pohybují běžně od 10^4 až 10^7 .

2.2 Měření změn hmotností pomocí QCM

Jako první využil piezoelektrického jevu krystalu pro měření změn velmi malých hmotností G. Sauerbrey, který v roce 1959 stanovil rovnici pro kvantitativní měření hmotnosti látky sedimentované na krystalický piezoelektrický rezonátor na základě měření poklesu frekvence, která při tom nastává.

Na elektrody je přiváděno střídavé napětí, které v krystalu generuje rezonanční frekvenci. Tato rezonanční frekvence závisí na smykové rychlosti v a tloušťce křemenného výbrusu d a vyjadřuje se vztahem

$$f = \frac{v}{2d} = \frac{1}{2d} \sqrt{\frac{\mu_q}{\rho_q}}, \quad (21)$$

kde μ_q je modul pružnosti ve smyku křemenného krystalu a ρ_q je hustota křemíku ($2,648 \text{ g cm}^{-3}$).

Jestliže vrstva měřené látky je dostatečně tenká s ohledem na tloušťku křemenného rezonátoru, přírůstek hmotnosti Δm koresponduje se změnou rezonanční frekvence Δf a platí Sauerbreyova rovnice

$$\Delta f = \Delta f_m = -\frac{2f_0^2}{\sqrt{\rho_q \mu_q}} \frac{\Delta m}{A} = -\left(\frac{1}{d_q^2 A (2\rho_q)} \sqrt{\frac{\mu_q}{\rho_q}} \right) \Delta m, \quad (22)$$

kde f_m je změna frekvence v důsledku zatížení, f_0 je rezonanční frekvence a A je piezoelektricky aktivní plocha krystalu. [14]

Pro platnost rovnice musí být splněny podmínky, kdy přidaná hmotnost je pevně a rovnoměrně umístěna na povrchu elektrod a nesmí se po tomto povrchu pohybovat. Tedy můžeme říct, že na krystal musíme umístit jednotný tenký povlak sedimentu. Tento film vyvolá na krystalu kmitočtový posuv. Jestliže má Sauerbreyova rovnice platit, nesmí dojít k posunu šířky pásma způsobeného silou sedimentu. To znamená, že změna frekvence musí být malá - $\Delta f / f_0 < 0,02$ tj. 2%.

Pokud je změna frekvence větší jak 2%, použije se metoda na určení změny hmotnosti, která rozšíří Sauerbreyovu rovnici o vloženou elastickou složku

$$\frac{\Delta m}{A} = \frac{N_q \rho_q}{\pi Z f_L} \cdot \tan^{-1} \left[Z \cdot \tan \left[\frac{\pi (f_U - f_L)}{f_U} \right] \right], \quad (23)$$

kde:

Δm - změna hmotnosti na jednotku plochy v g cm^{-2}

N_q - frekvenční konstanta pro AT-řez křemenného krystalu (1668 kHz mm)

ρ_q - hustota křemíku ($2,648 \text{ g cm}^{-3}$)

f_U - frekvence nezatíženého krystalu v Hz

f_L - frekvence zatíženého krystalu v Hz

Z - Z-faktor naneseného materiálu = $[(\rho_q \mu_q) / (\rho_f \mu_f)]^{1/2}$

ρ_f - hustota naneseného materiálu v $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$

μ_q - modul pružnosti křemenného krystalu ($2.947 \cdot 10^{11} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$)

μ_f - modul pružnosti naneseného materiálu

Přesnost výpočtu je často omezena tím, jak dobře známe Z-faktor a hustotu naneseného tenkého filmu. Uvedená rovnice je obecně považována za použitelnou pro změnu frekvence až o 40% vzhledem k nezatíženému krystalu. Dále je nutno mít na paměti, že rovnice platí pro film pevné látky, nikoliv viskoelastické jako např. některé filmy

z organických polymerů.

2.3 Měření změn viskozity pomocí QCM

Mikrováhový senzor QCM je ovšem možno použít i pro měření kapalin. V tomto případě rezonanční frekvence závisí také na viskozitě η_L a hustotě ρ_L kapaliny dle vzorce

$$\Delta f = -f_0^{3/2} \sqrt{\frac{\eta_L \rho_L}{\pi \mu_q \rho_q}}, \quad (24)$$

který popisuje teoretický posun frekvence v závislosti na účinku působení viskózního zatížení. [15]

Tento vztah pro změny frekvence QCM senzoru při zatížení newtonskou kapalinou popsali K.K. Kanazawa a J.G. Gordon v práci s názvem „Frekvence křemenné mikrováhy při kontaktu s kapalinou“ (Frequency of a quartz microbalance in contact with liquid) publikovanou v roce 1985.

2.3.1 Změna rezistance při kapalném zatížení QCM

Viskózní vazba z kapaliny do oscilačního povrchu krystalu vede nejen ke snížení rezonanční frekvence, ale i tlumení rezonanční oscilace. Viskózní ztráta se projevuje jako zvýšení odolnosti rezonanční rezistance QCM rezonátoru. Právě proto je možné využít změnu odporu ΔR jako nezávislého měřítka viskózního zatížení křemenného krystalu. Platí:

$$\Delta R = \left(\frac{n \omega_s L_U}{\pi} \right) \cdot \left(\frac{2 \omega_s \rho_L \eta_L}{\rho_q \mu_q} \right)^{1/2}, \quad (25)$$

kde:

ΔR - změna odporu

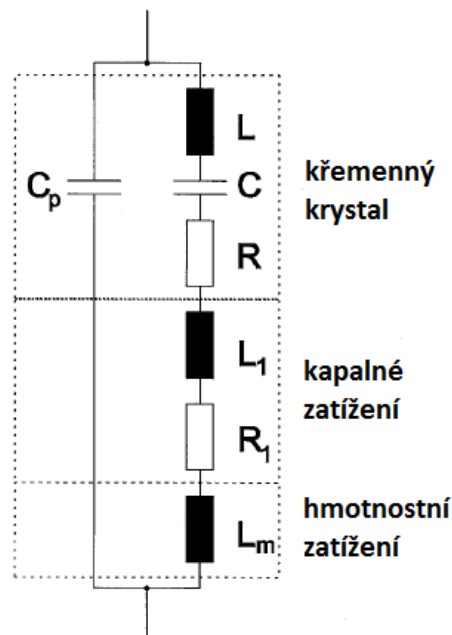
n - počet stran v kontaktu s kapalinou

ω_s - úhlová frekvence v sériové rezonanci ($2\pi f_s$)

L_U - indukčnost nezatíženého (suchého) rezonátoru, obvykle v mH

2.3.2 Náhradní obvod QCM zatíženého kapalinou

Náhradní schéma krystalového rezonátoru zatíženého kapalinou je vidět níže na obrázku 12. Induktor L odpovídá setrvačné energii oscilátoru, která souvisí s posuny (hmoty) během vibrace. Kapacitor C odpovídá akumulované energii v oscilátoru a souvisí s mechanickou pružností křemene. Rezistor R představuje ztráty oscilační energie způsobené různými procesy (vlastností piezoelektrického materiálu – montážní struktura, substrát na povrchu). Statická kapacita C_p se objeví na kontaktu dielektrického křemíkového substrátu s elektrodami krystalu.



Obr. 12. Náhradní obvod QCM zatíženého kapalinou [15]

Obvodové prvky s indexem 1 odpovídají zatížení krystalu kapalinou. Induktor L_l odpovídá vibracím v tekuté hmotě a rezistor R_l představuje viskózní ztráty. Induktor L_m zastupuje hmotnostní zatížení křemenného krystalu. Tento model je platný pouze pro kontakt kapaliny s jednou stranou krystalu. [15, 6]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 PROSTŘEDKY PRO REALIZACI - HARDWARE

Měření proběhlo ve školní laboratoři, která je vybavena potřebným zařízením pro provedení měření. Pro uskutečnění měření jsou použity následující zařízení:

- řídicí počítač
- digitální mikrováhový ovladač QCM200 s mikrováhovým senzorem QCM25
- multimetr Agilent 34410A s teplotní sondou Agilent E2308A
- peristaltické čerpadlo PCD 21 E5V ovládané přes technologickou kartu PCI-1711
- analytická váha KERN PLT 2000 – 3DM se sadou pro stanovení hustoty

3.1 Řídicí počítač

Pro potřebu samotného měření byl použit klasický PC v konfiguraci:

- procesor AMD Athlon 1,8 GHz
- operační paměť 512 MB RAM
- operační systém Windows XP professional

3.2 Digitální mikrováhový ovladač QCM200 s mikrováhovým senzorem QCM25

Digitální mikrováhový ovladač QCM200 od firmy SRS (Stanford Research Systems) slouží k měření velmi malých hmotností v reálném čase. Dále vyhodnocuje rezonanční frekvenci a odpor AT-řezu křemenného krystalu, k čemuž využívá vestavěný čítač pulsů a ohmmetr. Přístroj lze řídit z předního panelu ovladače, nebo přes sériovou linku RS-232 obslužným programem z PC.

Využití mikrováhového senzoru zabírá celou škálu nejrůznějších aplikací. Cokoliv má hmotnostní složku může generovat změnu parametrů QCM senzoru. Proto se QCM může využít jako například chemicko-biologický senzor. Vždy však bude záležet na složení měřicího substrátu (citlivé vrstvy), protože nevýhodou vysoké citlivosti QCM je velké nebezpečí rušení.

3.2.1 Popis QCM200



Obr. 13. Přední panel

1. Regulátor QCM200 se zapíná přepnutím hlavního vypínače. Svit zelené LED diody (PWR) signalizuje, že je přístroj zapnutý.
2. Pro spojení QCM200 a QCM25 slouží komunikační kabel zakončený koncovkou RJ45. Svit zelené LED diody indikuje přítomnost oscilačního krystalu v obvodu, výstup je $> 2V$.
3. Konektor BNC pro připojení výstupu frekvence křemenného oscilátoru do externího čítače.
4. Konektor (BNC) výstupu měrné vodivosti pro připojení k externímu, vysoce přesnému multimetru.
5. Přepínač nastavení kompenzace (ADJUST - nastavení / HOLD- držet).
6. Manuální nastavení kompenzace ovládáním předpětí pro QCM25. Signalizace nuly čtyřmi LED diodami.
7. Alfanumerický LED displej pro zobrazení měřených hodnot.
8. Tlačítka parametr (parameter) a hodnota (value), slouží k nastavení výstupu na displej. Možnosti nastavení jsou uvedeny v tabulce 2. Tlačítko *parameter* zobrazí následující parametr a tlačítkem *value* se mění hodnota nastaveného parametru. Zobrazená hodnota se okamžitě stává aktivní, a stiskem tlačítka *parameter* se ukládá do paměti.



Obr. 14. Zadní panel

1. Komunikační port RS-232 pro připojení k PC.
2. Konektor BNC analogového výstupu.
3. Konektor BNC pro vstup externí frekvence 10 MHz.
4. Kostra uzemnění.
5. Napájení přístroje.

3.2.2 Možnosti a specifikace měření pomocí QCM

Tabulka 2: Možnosti měření QCM200

Parametr	Hodnota	Symbol	Displej
Frekvence	Absolutní frekvence	F	Absolutní frekvence [Hz] = sériová rezonanční frekvence v křemenném krystalu
	Relativní frekvence	f	Relativní frekvence [Hz] = Absolutní frekvence – nulová frekvence (frekvence nulového stavu)
	Hmotnost	m	Hmotnost [ng] = Relativní frekvence/0,0566
Odpor	Absolutní odpor	R	Absolutní odpor [Ω] = sériový rezonanční odpor v křemenném krystalu
	Relativní odpor	r	Relativní odpor [Ω] = Absolutní odpor – nulový odpor
Doba snímání (Gate)	10 sek	Gate 10s	Nastavený časový interval pro načtení frekvence
	1 sek	Gate 1s	
	0,1 sek	Gate 100 ms	

Tabulka 3: Specifikace měření frekvence QCM200

Měření frekvence	
Displej	
Doba snímání	0,1s; 1s; 10s
Rozlišení	0,01Hz (Gate 10s) 0,1Hz (Gate 1s) 1Hz (Gate 0,1s)
Měření (interní TCXO)	
Stabilita	$<2 \times 10^{-9}$
Přesnost	$\pm 1,5$ ppm
Výstup analogové frekvence	
Výstup	± 10 V (20bit) ± 200 kHz, 100kHz, 50kHz, 20kHz, 10kHz, 5kHz
Rozsah	2kHz
Výstup frekvence	
Frekvence	5MHz
Úroveň	TTL
Zdrojová impedance	50 Ω

Tabulka 4: Specifikace měření displej QCM200

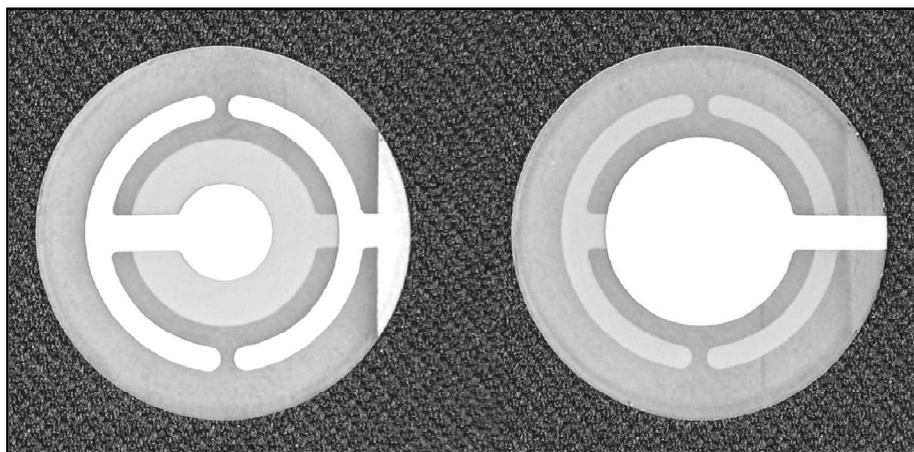
Měření odporu	
Displej	
Rozsah	0 až 5000 Ω
Rozlišení	0,001 Ω ; $R < 100 \Omega$ 0,01 Ω ; $100 \Omega \leq R < 1000 \Omega$ 0,1 Ω ; $1000 \Omega \leq R < 5000 \Omega$

3.2.3 Mikrováhový senzor QCM25 s křemenným krystalem

Mikrováhový senzor (krystalový oscilátor) QCM25 slouží pro propojení řídicí jednotky QCM200 s křemenným krystalem AT-řezu. Krystal je pomocí objímky připevněn ke kontaktním pružinám krystalového držáku. Ten je propojen pomocí BNC konektoru do senzoru QCM25. Svět zelené LED diody signalizuje napájení senzoru.

3.2.3.1 Křemenný krystal

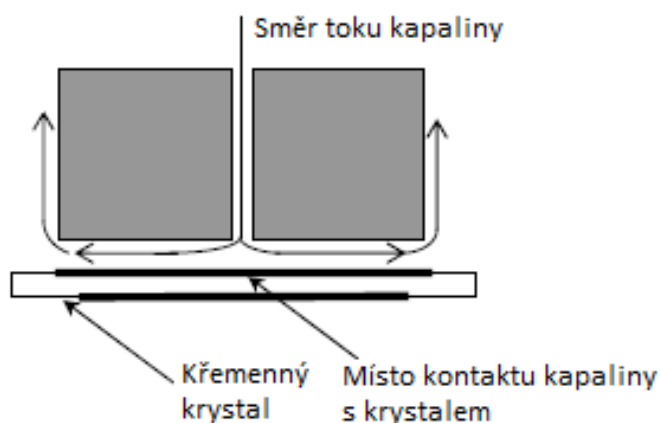
Standardní senzory používané v systémech QCM200 jsou křemenné destičky AT- řezu s frekvencí 5 MHz, dodávané v leštěné nebo neleštěné povrchové úpravě. Elektrody krystalu jsou v provedení chrom / zlato, titan / zlato, titan / platina. Průměr krystalu je 1 palec (2,54 cm).



Obr. 15. Křemenný krystal [6]

3.2.3.2 Průtočná cela

Pro měření bylo využito průtočné cely, která je schématicky znázorněna na obr. 16. Doporučený průtok je $< 0,2$ ml/min a maximální 5 ml/min. Množství kapaliny v kontaktu s krystalem je $\sim 0,15$ ml.



Obr. 16. Schéma průtočné cely [6]

3.3 Multimetr Agilent 34410A s teplotní sondou Agilent E2308A

Multimetr Agilent 34410A je vyvinut pro rychlá měření a vychází z konceptu multimetru Agilent 34401. Využívá duální zobrazení s rozlišením displeje $6\frac{1}{2}$ místa. Multimetr je vhodný pro měření napětí, proudu, kmitočtu, periody, odporu, kapacity a teploty.



Obr. 17. Multimetr Agilent 34410A

3.3.1 Funkce a parametry

- automatické nebo manuální nastavení rozsahu
- matematické funkce – nulování, dB, testování překročení mezí a statistické výpočty
- ukládání nastavení přístroje, vlastní názvy pro nastavení
- ukládání dat, krokování událostí po stanovenou dobu nebo počet událostí
- internetové rozhraní, přímý přístup z webového prohlížeče
- slučitelnost s SCPI pro snadné programování přístroje
- možnost interního a externího spouštění
- rychlost 10 000 odečtů/s při rozlišení $5\frac{1}{2}$ místa s přenosem do PC
- rychlost 1 000 odečtů/s při rozlišení $6\frac{1}{2}$ místa s přenosem do PC
- v základním vybavení přenos pomocí LAN, USB a GPIB
- energeticky nezávislá paměť na 50 000 naměřených hodnot

3.3.2 Parametry měření teploty

Při nastavení měření teploty je důležité brát zřetel na typ použitého měřicího senzoru při 2vodičovém nebo 4vodičovém zapojení.

PROBE TYP (typ sondy)

THERMISTOR 2W, 4W (termistor)

RTD 2W, 4W (odporový teplotní senzor)

Hodnoty termistoru se volí na 2,2 k Ω , 5 k Ω nebo 10 k Ω . Odporový teplotní senzor se nastavuje s teplotním součinitelem $\alpha = 0,00385 \text{ K}^{-1}$ a hodnotami odporu $R_0 = 49 \text{ }\Omega$ až 2,1 k Ω . Dále se nastavuje druh jednotky ($^{\circ}\text{C}$, $^{\circ}\text{F}$, K), automatické nastavení nuly, posunutí nuly a doba měření vstupního signálu A/D převodníkem (perioda odečtu).

3.3.3 Termistor Agilent E2308A

Termistor Agilent E2308A má hodnotu 5 k Ω při teplotě 25 $^{\circ}\text{C}$ a typicky se používá pro měření teploty kapalin. Je kompatibilní pro většinu multimetrů firmy Agilent s nastavením parametrů sondy. Při využití externího programu pro konvertování odporu na teplotu je možné sondu využít i se staršími multimetry Agilent.

Parametry sondy:

- teplotní rozsah od -80 $^{\circ}\text{C}$ do 150 $^{\circ}\text{C}$
- přesnost

-80 $^{\circ}\text{C}$ až -40 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$
-40 $^{\circ}\text{C}$ až 0 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$
0 $^{\circ}\text{C}$ až 70 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$
70 $^{\circ}\text{C}$ až 100 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,3 \text{ }^{\circ}\text{C}$
100 $^{\circ}\text{C}$ až 150 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- časová konstanta – typicky 3 s ze vzduchu do klidné vody
- ztrátová konstanta – 5,7 mW / $^{\circ}\text{C}$ v klidné vodě
- ocelové pouzdro – délka 38 mm x šířka 3,2 mm
- zakončení – dvojitý banánek

3.4 Peristaltické čerpadlo PCD 21 E5V ovládané přes technologickou kartu PCI-1711.

Peristaltické čerpadlo PCD 21 E5V využívající principu rotační peristaltiky bylo použito pro čerpání tekutiny z nádoby na povrch krystalu. Vzhledem k tomu, že do styku s čerpaným vzorkem se dostane pouze silikonová hadička, je jednoduchou výměnou hadičky odstraněn jeden z možných zdrojů kontaminace zkoumané kapaliny. Výkon čerpadla je dán otáčkami rotoru krokového motoru. Otáčky čerpadla je možné řídit pomocí

vestavěné regulace vstupním analogovým signálem 0 – 5V. Určitou nevýhodou peristaltického čerpadla je pulsující proud média, což je dáno zaškrcením hadičky kladičkou.

Parametry čerpadla:

- výkon čerpadla 0,05 – 25 ml/min
- otáčky rotoru 0,06 – 30 u/min
- stabilita otáček lepší než 1%
- napájení AC 230V / 50Hz
- izolační třída / krytí 1 / IP20
- rozměry 137 x 95 x 205 mm
- hmotnost 1,6 kg



Obr. 18. Peristaltické čerpadlo

3.4.1 Technologická karta PCI-1711

Pro ovládání peristaltického čerpadla byla k počítači přes rozhraní PCI připojena technologická karta PCI 1711 Series 12/16bit od firmy Advantech. Na PC byl nainstalován ovladač příslušné karty Advantech Device Driver pro Windows XP – PCI 1711 a program pro testování funkčnosti karty Advantech Device Manager pro Windows XP.



Obr. 19. Technologická karta PCI-1711 [16]

Parametry karty:

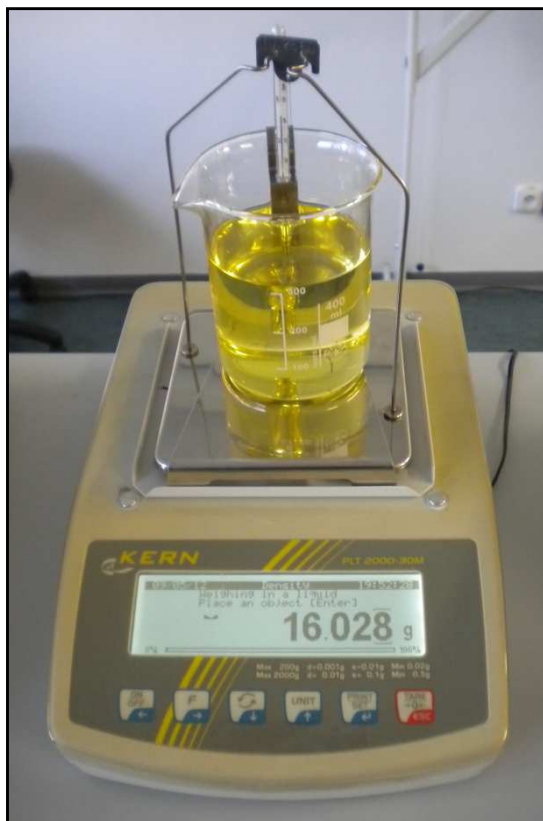
- 16 analogových vstupů
- 2 analogové výstupy
- 16 digitálních vstupů a výstupů
- 12-ti bitový A/D převodník s až 100 kHz vzorkovacím kmitočtem
- programovatelný čítač
- FIFO vyrovnávací paměť

3.5 Analytická váha KERN se sadou pro stanovení hustoty.

Pro stanovení hustoty vzorku měřené kapaliny byla využita analytická váha KERN PLT 2000 – 3DM se sadou pro stanovení hustoty PLS – A01.

Parametry váhy:

- rozsah vážení max. 200g
- citlivost d 0,001g
- reprodukovatelnost 0,001g
- linearita $\pm 0,002g$
- počítání kusů ano
- okolní podmínky teplota +15 °C až +30 °C, vlhkost max. 80%
- displej grafický
- váha 5,7 kg



Obr. 20. Analytická váha KERN

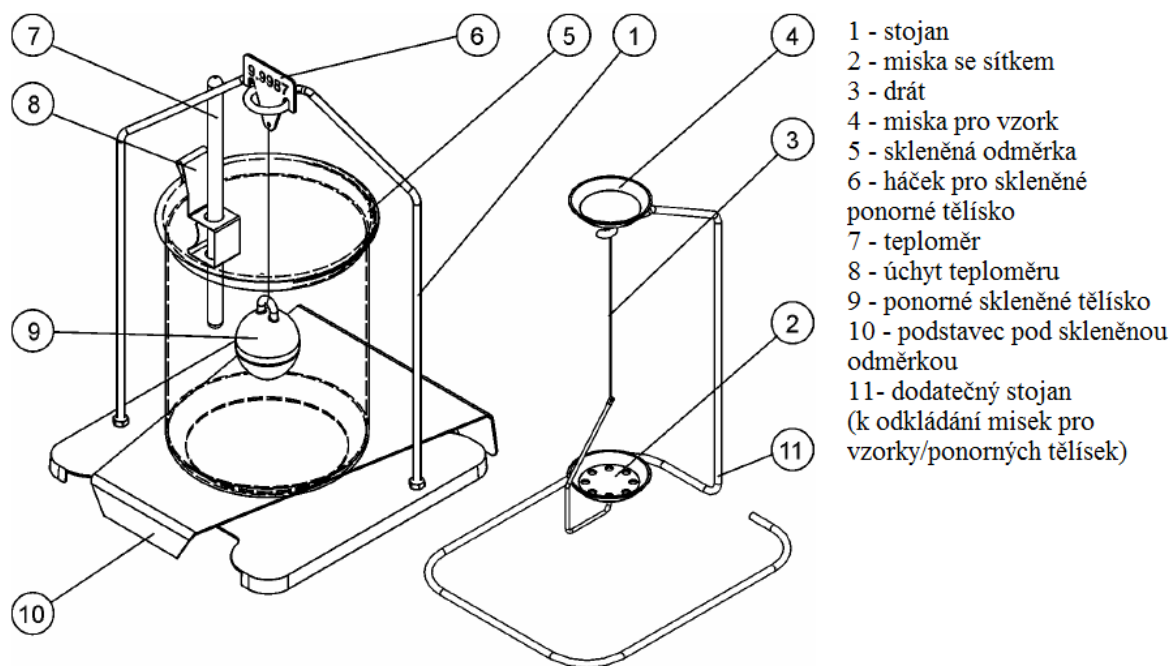
3.5.1.1 Sada pro stanovení hustoty

Pro stanovení hustoty kapalin se využívá platnost Archimedova zákona. Pomocné těleso o objemu V je zváženo ve vzduchu a následně v kapalině, jejíž hustotu chceme stanovit. Těleso je nadlehčováno výtlačkem, který je přímo úměrný tíže vytlačené kapaliny. Objem vytlačené kapaliny se rovná objemu ponořeného tělesa. Vzorec pro výpočet hustoty:

$$\rho = \frac{A - B}{V} + \rho_v, \quad (26)$$

kde A , B je tíže pomocného tělesa ve vzduchu, v kapalině, V je objem pomocného tělesa a ρ_v je hustota vzduchu ($0,0012 \text{ g/cm}^3$).

Sada pro stanovení hustoty je zobrazena na obrázku níže.



Obr. 21. Sada pro stanovení hustoty [17]

4 SOFTWARE

4.1.1 Agilent VEE Pro 9.0

Software Agilent VEE Pro je graficky orientované vývojové prostředí pro tvorbu programových aplikací pro automatizaci měřicích procesů, zpracování dat a řízení. Tvorba programu zjednodušeně odpovídá vytváření vývojového diagramu automatizovaného měřicího procesu. Maximální důraz je kladen na jednoduchost propojení s měřicími přístroji prostřednictvím sběrnic GPIB, LAN, USB, RS-232 či VXI, k dispozici jsou ovladače pro více než 1000 měřicích přístrojů od 70 různých výrobců. Velká pozornost je věnována funkcím pro grafické zobrazení a matematické zpracování naměřených dat. Z tohoto důvodu je do prostředí VEE Pro integrován MATLAB Script od společnosti MathWorks včetně The MathWorks Signal Processing Toolbox. Díky tomu má uživatel k dispozici pro zpracování výsledků měření více jak 500 analytických a vizualizačních funkcí z programu MATLAB. Pro snadnou komunikaci s ostatními aplikacemi a zdroji dat obsahuje VEE Pro Active X Automation Server a Microsoft .NET Framework, díky kterým je možné snadno získávat data z jiných aplikací, generovat automatická e-mailová hlášení, či automaticky obnovovat data na webových stránkách.

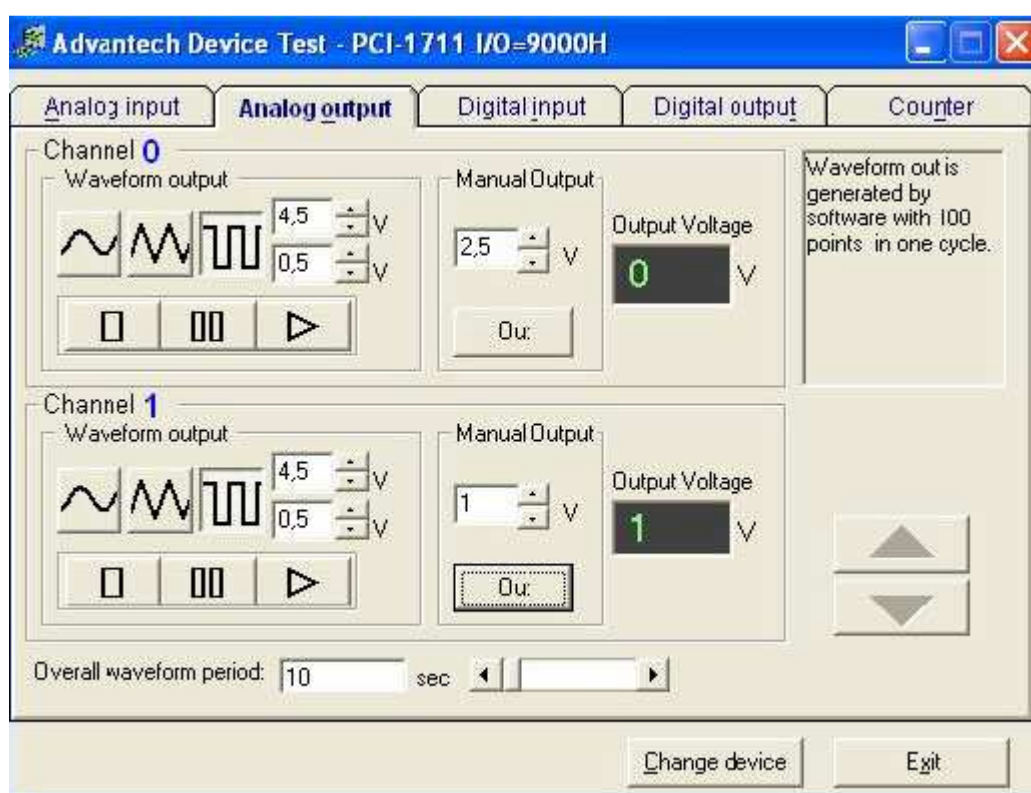
4.1.1.1 Hlavní přednosti VEE Pro

- Výrazně zvyšuje produktivitu práce. Uživatelé vykazují až 80ti procentní zkrácení doby při vytváření programu.
- Široké možnosti použití. Jako například test funkčnosti, ověření návrhu, kalibrace, získávání dat a jejich kontrola.
- Nástroje pro vstupně výstupní přenos. Umožňuje přenos a komunikaci po sériové lince, LAN, PC plugin kart. Umožňuje importovat knihovny od široké palety výrobců měřicích přístrojů.
- Používá ActiveX prvek pro automatické řízení jiných programů jako například MS Word, Excel a Access, které používá k exportu a ukládání získaných dat a jejich následného použití.
- Zvyšuje výkonnost a usnadňuje tvorbu rozsáhlejších programů. VEE obsahuje vlastní kompilační program a pokročilé profesionální vývojové nástroje určené pro tvorbu rozsáhlých programů.

- Podpora textových jazyků Visual Studio. NET. Veškeré textové jazyky, které umožňuje Visual Studio. NET mohou být použity i ve VEE Pro. VEE Pro taktéž umožňuje i použití jiných textových jazyků jako například C/C++, Visual Basic, Pascal a Fortran. [18]

4.1.2 Advantech Device Manager

Program Advantech Device Manager je využit pro nastavení výkonu čerpadla. Nastavení probíhá v sekci *Test* v záložce *Analog output - Channel 1 - Manual Output*. Hodnota je volena od 1V po 5V s krokem 1V.

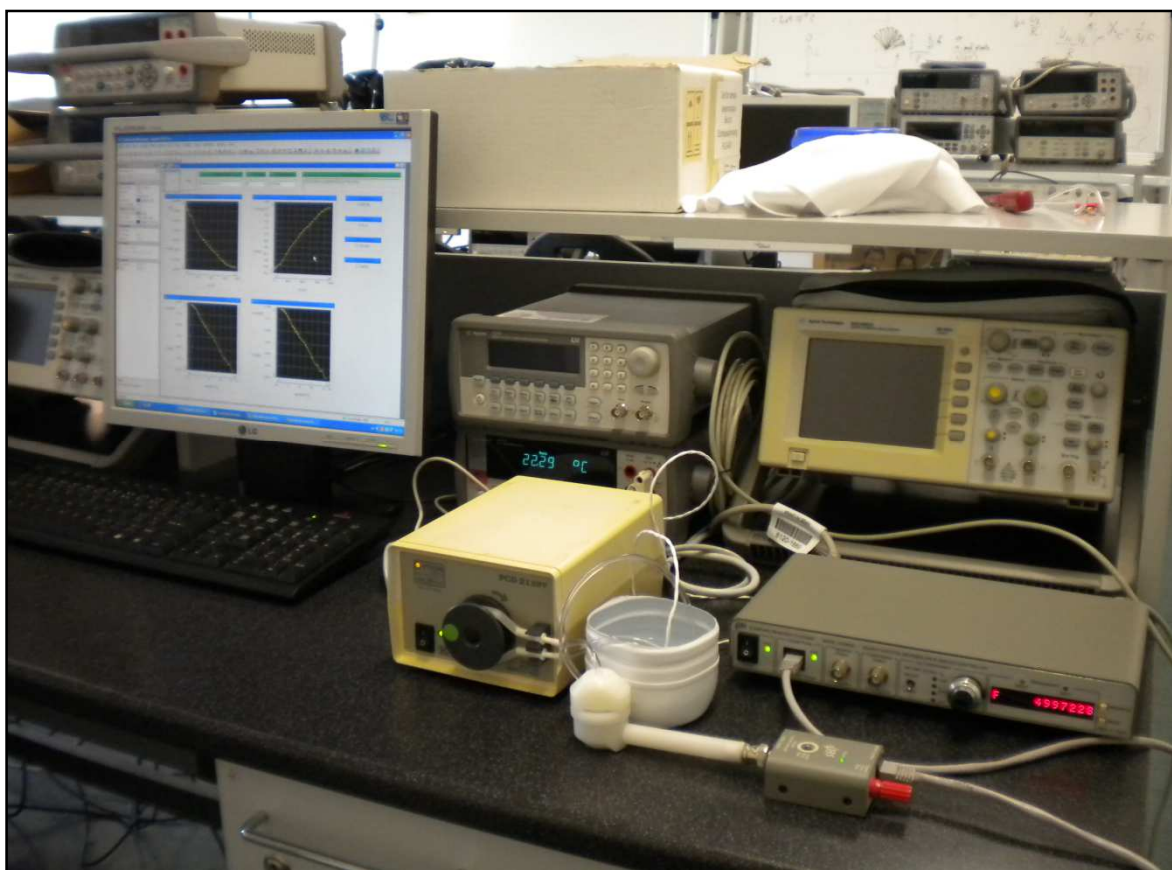


Obr. 22. Advantech Device Manager - Test

5 SESTAVENÍ MĚŘÍCIHO SYSTÉMU

Celý měřicí systém se skládá ze dvou oddělených částí. Hlavní část je měřicí obvod složený z mikrováhového senzoru QCM25, který je připojeným přes vyhodnocovací jednotku QCM200 k PC. Součástí tohoto obvodu je dále multimetr Agilent s teplotní sondou a peristaltické čerpadlo. Měřicí obvod je dotvořen nádobkou pro zkoumanou kapalinu a přívodními hadičkami. Data o frekvenci, odporu a teplotě jsou sbírána automaticky přes vytvořený program. Otáčky peristaltického čerpadla jsou nastaveny pomocí programu Advantech Device Manager.

Druhou částí je analytická váha KERN se sadou pro stanovení hustoty kapaliny.



Obr. 23. Pracoviště – hlavní měřicí obvod

5.1 Obslužný program

Pro potřeby automatizace měřicího cyklu jsme v graficky orientovaném vývojovém prostředí Agilent VEE Pro 9.0 navrhnul program pro sběr a ukládání potřebných dat. Před spuštěním cyklu měření uživatel zadá potřebné vstupní parametry:

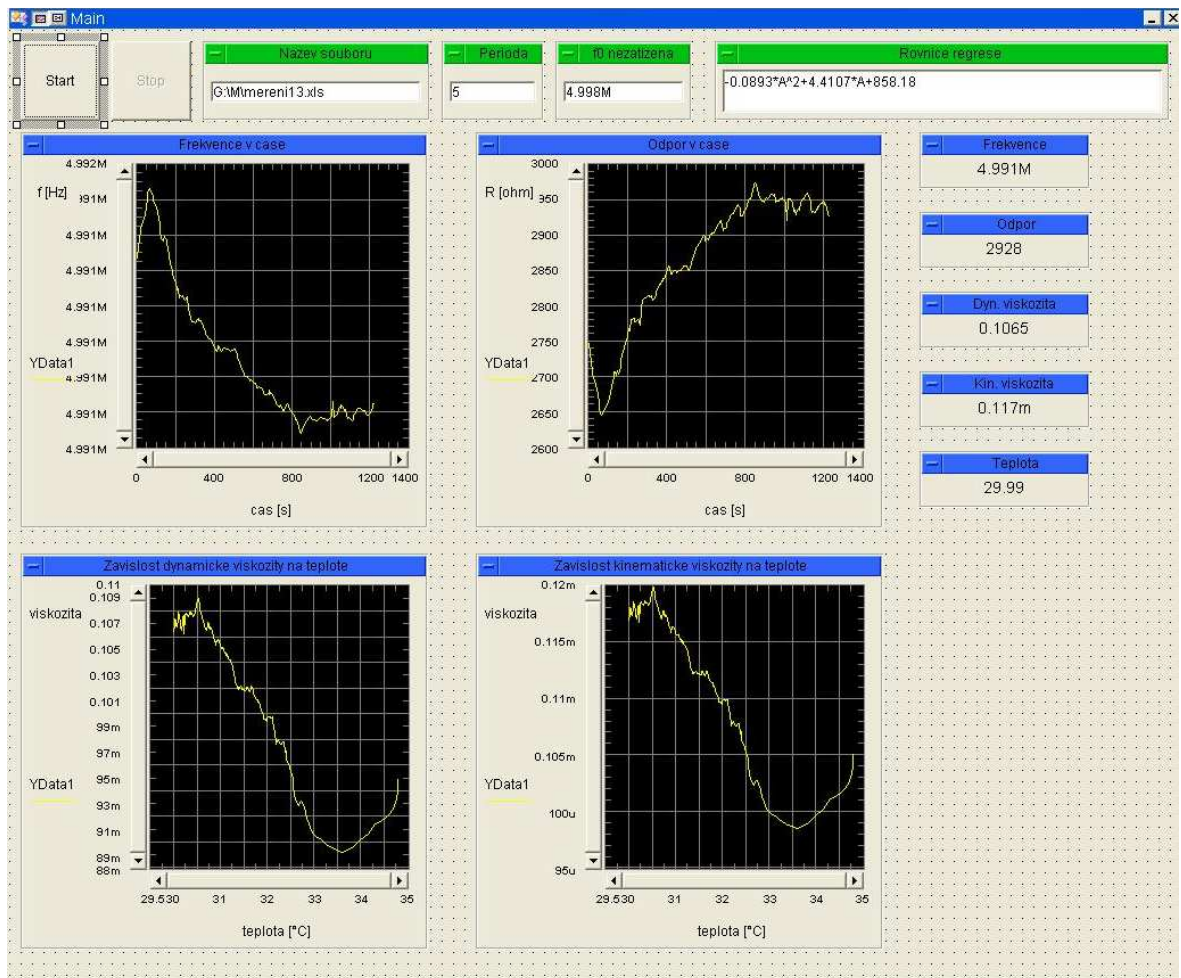
- cestu a název souboru s příponou xls
- periodu vzorkování
- f_0 – frekvenci nezatíženého krystalu
- rovnici regrese pro stanovení hustoty vzorku v závislosti na teplotě

Vyplnění hodnoty frekvence nezatíženého krystalu a rovnice regrese pro stanovení hustoty je nutné z důvodu výpočtu a následného grafického zobrazení dynamické a kinematické viskozity. Pro tyto výpočty je použit vzorec pro změnu frekvence v závislosti na viskozitě.

Po spuštění programu jsou v grafech vykreslovány následující závislosti:

- frekvence / čas
- odpor / čas
- dynamická viskozita / teplota
- kinematická viskozita / teplota

Program dále vypisuje aktuálně změřené hodnoty, které postupně ukládá do zvoleného souboru. Ukládanými hodnotami jsou čas, teplota, frekvence a odpor.

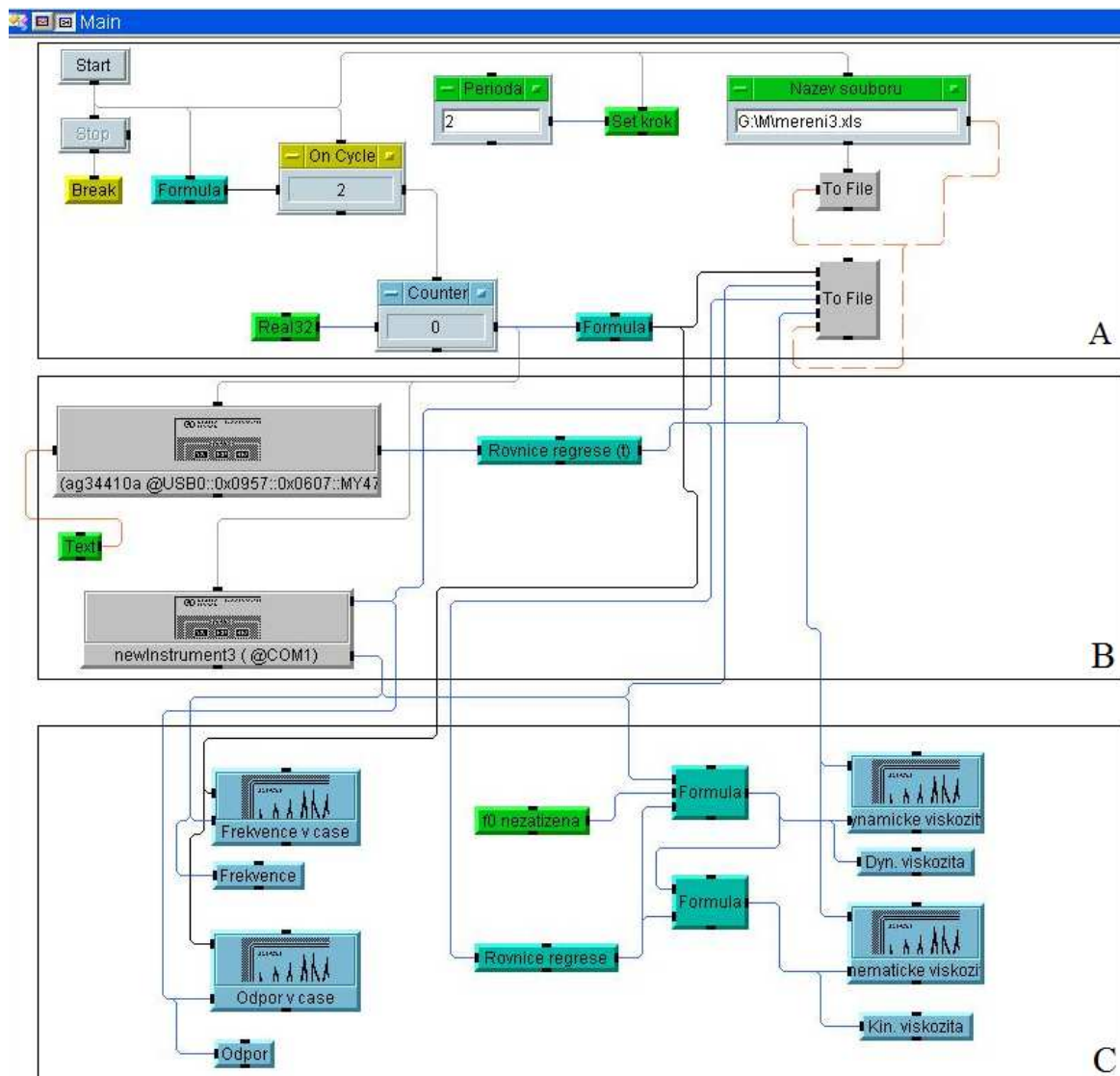


Obr. 24. Uživatelské rozhraní měřicího programu

5.1.1 Měřicí algoritmus

Na obrázku níže je vidět navržený algoritmus. Pro jeho popis jsem jej rozdělil do tří částí:

- A – start, stop, nastavení periody vzorkování a uložení dat do souboru
- B – získání dat od multimetru Agilent a QCM200
- C – výpočet dynamické a kinematické viskozity, zobrazení získaných hodnot



Obr. 25. Navržený algoritmus

6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

Pro měření jsem si stanovil dva následující cíle:

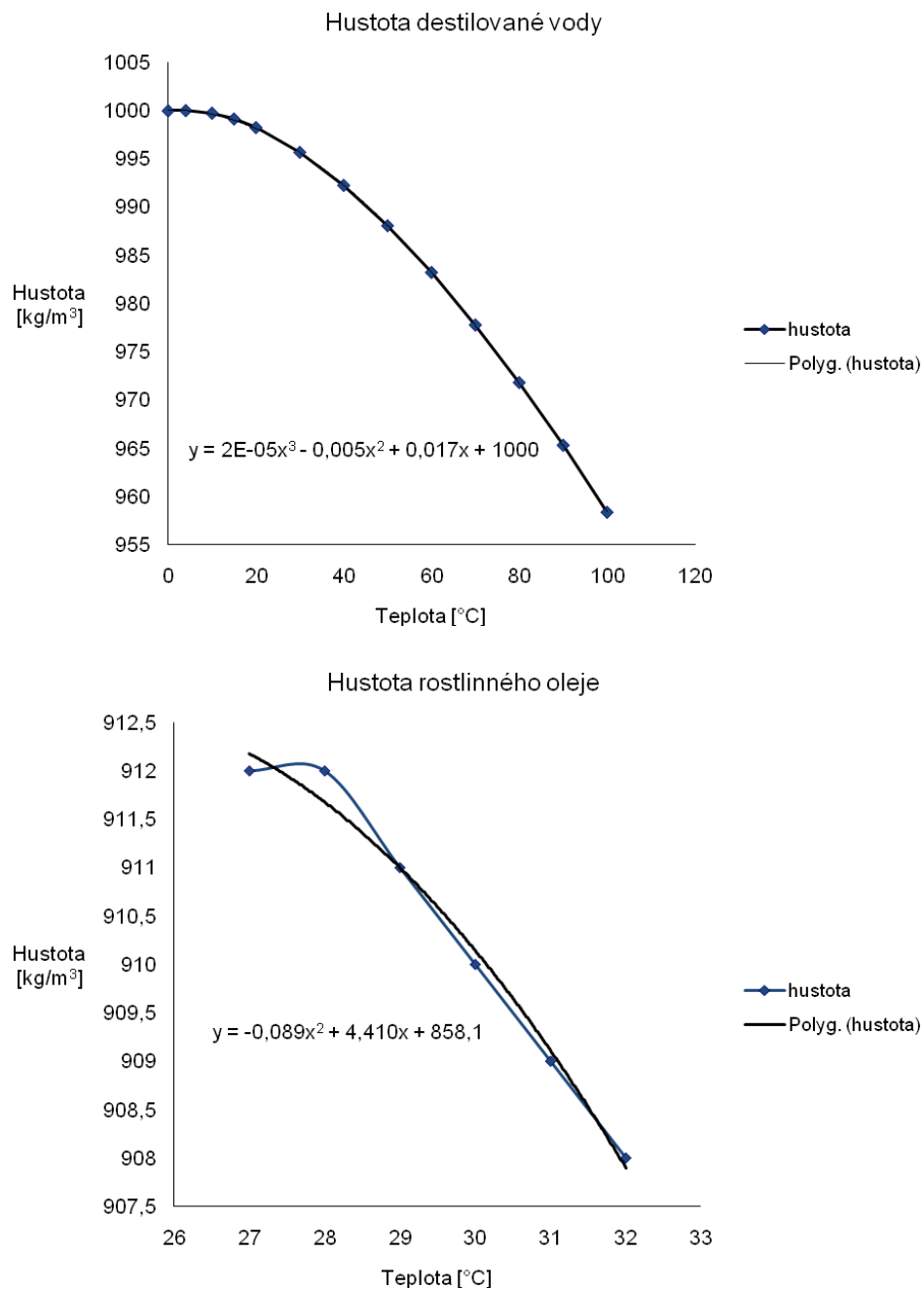
- zjistit absolutní hodnotu dynamické a kinematické viskozity v závislosti na teplotě kapalného vzorku, využít frekvenční i odporovou závislost krystalu na viskozitě pro prezentaci výsledků
- změřit a porovnat změny frekvence a odporu v závislosti na objemovém průtoku kapaliny průtočnou celou

Pro experimentální měření jsem vybral dvě kapaliny. První je destilovaná voda, pro kterou jsem se rozhodl z důvodu porovnání naměřených hodnot s tabulkovými. Další velkou výhodou destilované vody je relativně lehké čištění aparatury a bezproblémové čerpání kapaliny peristaltickým čerpadlem. Po provedení všech zamýšlených pokusů s destilovanou vodou jsem měřil druhý vzorek - rostlinný olej.

Měření proběhlo se vzorkovací frekvencí 5 sekund. Pro dané cíle bylo měření provedeno opakovaně. Vzhledem k velkému množství dat budu v následující kapitole uvádět pouze grafy pro znázornění výsledků měření. Hodnoty využité pro grafy se v redukované podobě nachází v příloze této práce.

6.1 Potřebná data

Pro výpočet viskozity jsme stanovili hustotu kapaliny v závislosti na teplotě (destilovaná voda – tabulky, rostlinný olej – analytická váha KERN se sadou pro stanovení hustoty). V následujícím grafu prezentuji zjištěné údaje o hustotě s rovnicí regrese pro výpočet závislosti na teplotě.

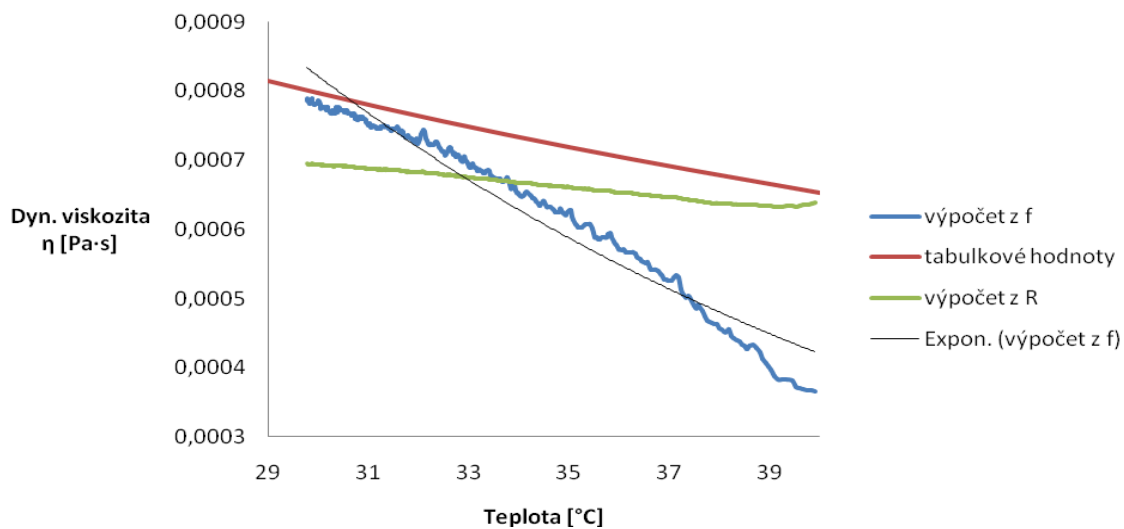


Obr. 26. Stanovení hustoty zkoumaných kapalin

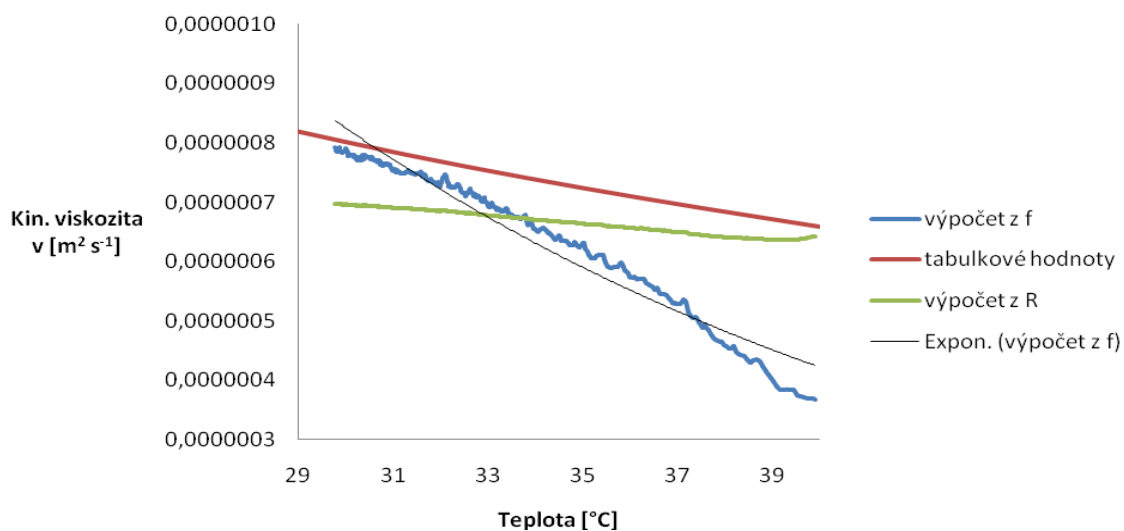
6.2 Cíl č. 1

Prvním stanoveným úkolem bylo zjištění absolutní hodnoty dynamické a kinematické viskozity v závislosti na teplotě. Objemový průtok pro destilovanou vodu byl experimentálně stanoven na 2,6 ml/min a pro rostlinný olej na 2,4 ml/min při vstupním napětí peristaltického čerpadla 1V.

Porovnání dynamické viskozity destilované vody

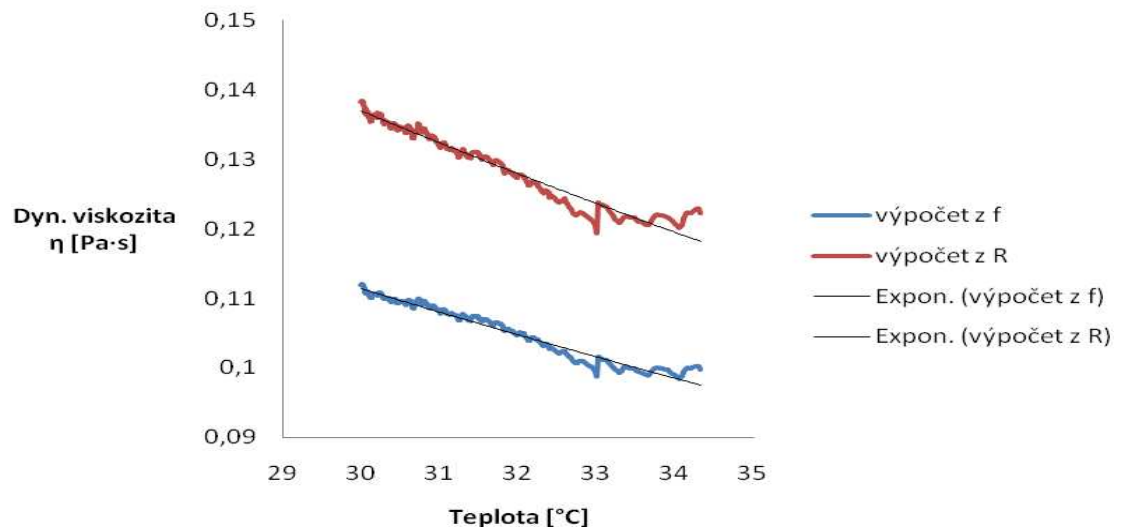


Porovnání kinematické viskozity destilované vody

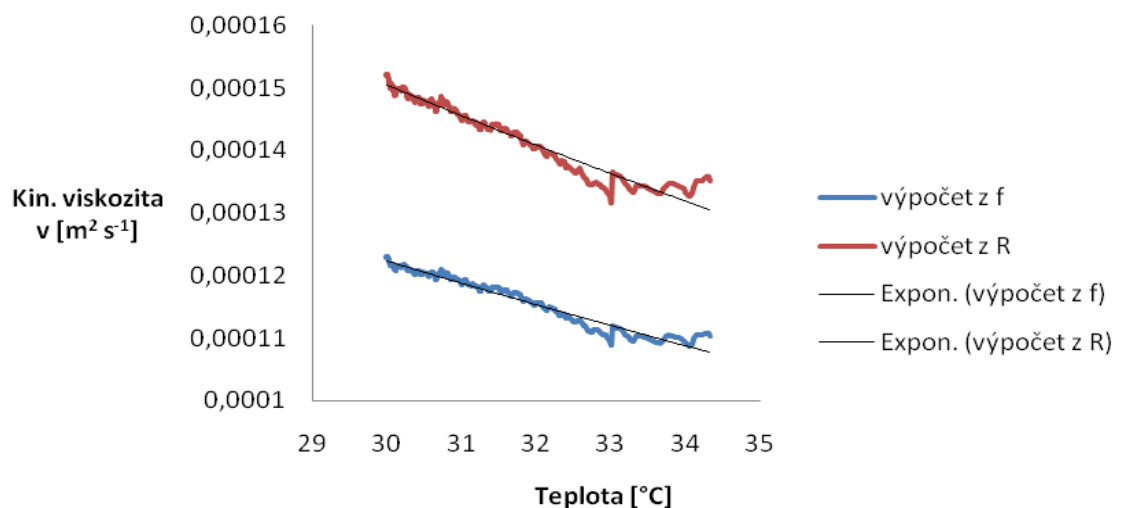


Obr. 27. Porovnání dynamické a kinematické viskozity destilované vody

Dynamická viskozita rostlinného oleje



Kinematická viskozita rostlinného oleje



Obr. 28. Porovnání dynamické a kinematické viskozity rostlinného oleje

Z naměřených hodnot lze vysledovat rozdílné chování krystalu v závislosti na viskozitě kapaliny. Jak jsem se dočetl v doporučené literatuře je křemenný krystal QCM senzoru doporučen pro měření viskóznějších kapalin, které vyvolávají větší změny v rezonanční frekvenci. Měření destilované vody je sice možné, ale vzhledem k nízké řádové hodnotě viskozity je měření zatíženo velkou chybou, způsobenou malou změnou frekvence.

Jako další možné zdroje chyb uvádím:

- změna teploty samotného krystalu
- změna teploty kapaliny při průchodu soustavou
- tlak, který vytváří peristaltické čerpadlo při čerpání kapaliny do krystalu

6.3 Cíl č. 2

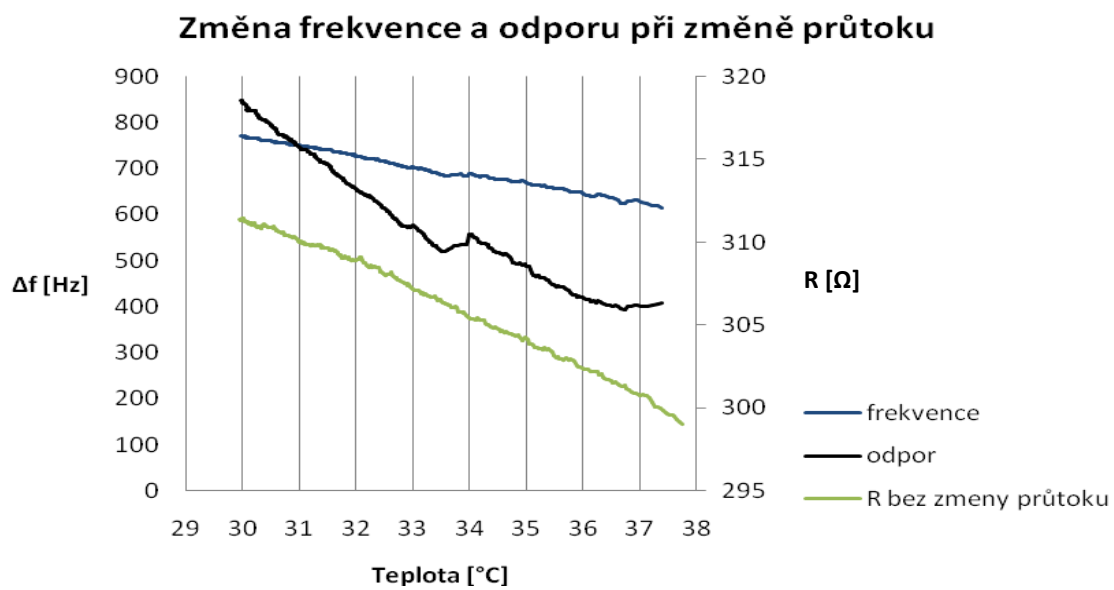
Druhý úkol si kladl za cíl, ověřit ovlivnění frekvence a odporu krystalu změnou rychlosti proudění kapaliny. Pro tento účel se otáčky peristaltického čerpadla zvyšovaly od 1V po 5V vždy po schládnutí kapaliny o jeden stupeň celsia. Toto měření bylo provedeno na vzorku destilované vody. Průtok destilované vody byl měněn napěťovým vstupem peristaltického čerpadla následovně:

- 34 °C změna 1V → 2V
- 33 °C 2V → 3V
- 32 °C 3V → 4V
- 31 °C 4V → 5V

Tabulka 5: Objemový průtok soustavou

Napětí [V]	Objemový průtok [ml/min]
1 V	2,6
2 V	5,4
3 V	8,0
4 V	10,7
5 V	13,2

Z následujícího grafu je patrná změna odporu při teplotách 34 °C a 33 °C, tedy při změně napětí peristaltického čerpadla z 1V na 2V a z 2V na 3V. Přestože doporučený průtok soustavou je 0,2 ml/min až 5 ml/min, je největší změna odporu právě v této oblasti. Při dalším vzrůstajícím vstupním napětí již nebyly pozorovány výrazné změny.



Obr. 29. Změna frekvence a odporu v závislosti na přírůstku průtoku kapaliny

7 ZPRACOVÁNÍ LABORATORNÍ ÚLOHY

Návrh laboratorní úlohy je připraven pro předmět Instrumentace a měření, který studenti absolvují v druhém ročníku studijního oboru Bezpečností technologie, systémy a management. Předmět je vyučován ve formátu 2+2, tedy 2 hodiny přednáška a 2 hodiny cvičení týdně. Zadání úlohy je navrženo tak, aby bylo měření realizovatelné v poskytnutém čase sta minut. Cílem úlohy je seznámit studenty s přístrojem QCM200 a jeho obsluhou.

7.1 Zadání

- 1) Seznamte se s měřícím pracovištěm, vyzkoušejte si práci v připraveném programu „Viskozita“ navrženém v programovacím prostředí Agilent VEE Pro.
- 2) Změřte hustotu zkoumané kapaliny a získejte rovnici regrese. V případě destilované vody porovnejte získané hodnoty s tabulkovými.
- 3) Sestavte měřící obvod a proveďte jedno měření zadané kapaliny.
- 4) Ze získaných dat vypočítejte hodnoty dynamické a kinematické viskozity kapaliny v závislosti na teplotě. Pro výpočet využijte rovnice 27 a 28.
- 5) Výsledky vypočítaných hodnot porovnejte a pokuste se zdůvodnit případné rozdíly.
- 6) Vypracujte protokol o měření

7.2 Teorie

QCM (Quartz Crystal Microbalance) je mikrováhový senzor, tvořen křemenným krystalem, využívající piezoelektrický jev pro měření velmi malých hmotností, řádově až v oblasti nanogramů. Měření změn frekvence krystalu se dále využívá pro stanovení viskozity kapalných látek. QCM se obvykle skládá z tenké destičky AT-řezu křemenného krystalu, na kterém jsou z obou stran připevněny elektrody z drahých kovů.

Rezonanční frekvence závisí na viskozitě η_L a hustotě ρ_L kapaliny dle vzorce (24), který popisuje teoretický posun frekvence v závislosti na účinku působení viskózního zatížení. Odvozením z této rovnice získáme vztah pro výpočet dynamické viskozity

$$\eta_L = \frac{\Delta f^2}{f_u^3} \cdot \pi \mu_q \rho_q, \quad (27)$$

kde:

f_u - frekvence nezatíženého krystalu v Hz

Δf - změna frekvence krystalu zatíženého kapalinou v Hz

η_L - dynamická viskozita v Pa·s

ρ_L - hustota kapaliny v $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$

μ_q - modul pružnosti křemenného krystalu ($2,947 \cdot 10^{11} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$)

ρ_q - hustota křemíku ($2,648 \text{ g cm}^{-3}$)

Viskózní vazba z kapaliny do oscilačního povrch krystalu vede nejen ke snížení rezonanční frekvence, ale i tlumení rezonanční oscilace. Viskózní ztráta se projevuje jako zvýšení odolnosti rezonanční rezistance QCM rezonátoru. Ze vztahu (25) pro změnu odporu odvodíme vztah:

$$\eta_L = \left(\frac{\Delta R}{n \omega_s L_u \frac{1}{\pi}} \right)^2 \cdot \rho_q \mu_q \frac{1}{2 \omega_s \rho_L}, \quad (28)$$

kde

ΔR - změna odporu

n - počet stran v kontaktu s kapalinou

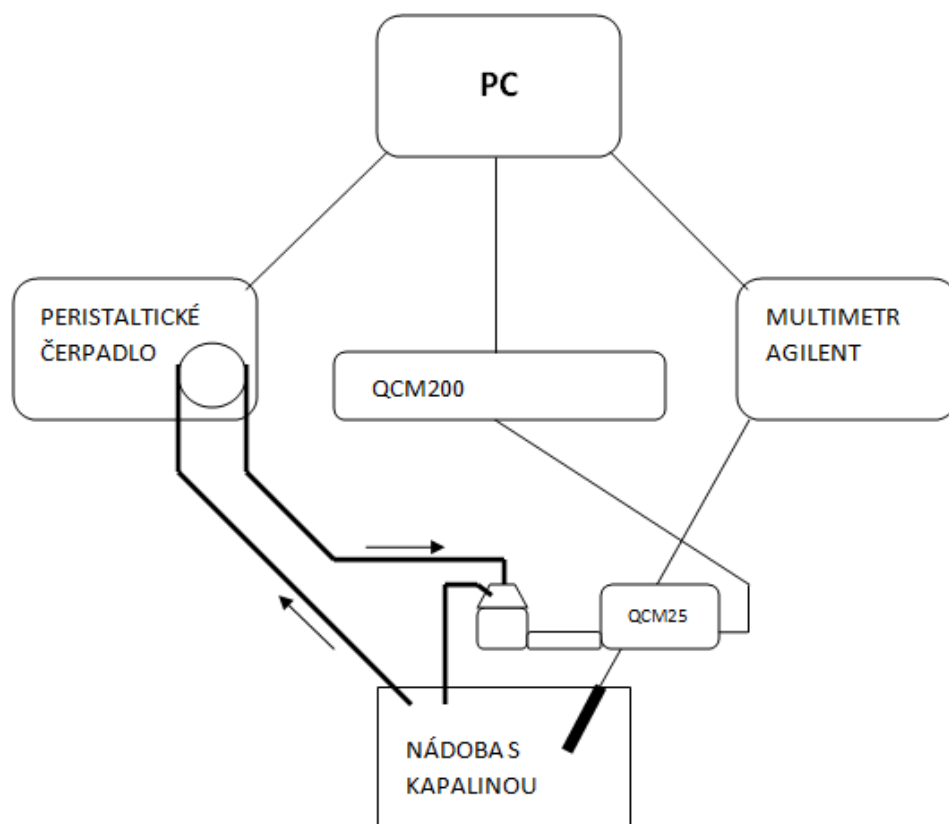
ω_s - úhlová frekvence v sériové rezonanci ($2\pi f_s$)

L_u - indukčnost nezatíženého (suchého) rezonátoru, obvykle v mH

Kinematická viskozita ν [$\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$] se vypočítá jako podíl dynamické viskozity η a hustoty kapaliny ρ ,

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (29)$$

7.3 Schéma pracoviště



Obr. 30. Schéma pracoviště

7.4 Zpracování protokolu o měření

Vypracovaný protokol bude obsahovat: zadání, schéma zapojení, použité přístroje a pomůcky, tabulky naměřených a vypočítaných hodnot, grafy a závěr.

ZÁVĚR

V této práci jsem v úvodu stručně popsal problematiku týkající se viskozity a měření viskozity. Následně jsem přešel k popisu využití mikrováhového senzoru pro zjištění viskozity.

V praktické části jsem se zaměřil na splnění stanovených cílů. Snažil jsem se opakovaným měřením za definovaných podmínek stanovit absolutní hodnotu viskozity vybraných vzorů kapaliny. Pro pokusy jsem zvolil destilovanou vodu a rostlinný olej a to z důvodu zvolené aparatury, kdy především peristaltické čerpadlo je vhodné pro čerpání méně viskózních látek. Celkově proběhlo 10 opakovaných měření pro chladnou destilovanou vodu v rozmezí cca 35 °C až 30 °C s různým nastavením průtoku. Z výsledků jsou patrné odchylky u destilované vody v porovnání s tabulkovými hodnotami. Toto přičítám nízkým změnám frekvence v důsledku použití destilované vody, která má obecně nízkou viskozitu. Předpokládal se pokles viskozity destilované vody o 2% na 1 °C. Z naměřených hodnot vychází údaj 4,4%, což je v rozporu s předpokladem a přičítám to nevhodnosti zvolené metody pro daný vzorek. Pro vzorek rostlinného oleje vyšel pokles viskozity o 2,6%.

Při zkoumání vlivu objemového průtoku na změny frekvence a odporu rezonančního obvodu jsem došel k závěru, že citlivější složkou je právě odpor, který při zvýšení průtoku čerpadla vykázal skokové snížení své hodnoty.

Chyby a nepřesnosti měření mohou nastat nepřesným odečtem frekvence a odporu nezatíženého krystalu. Ihned po připevnění průtočné cely se začaly hodnoty nezatíženého krystalu měnit v důsledku zbytkové vlhkosti v obvodu. Určité zkreslení může způsobit změna teploty samotného krystalu, která vyvolá frekvenční posun. Z tohoto důvodu bylo měření provedeno na úzkém rozsahu teplot. Při výpočtech byl zanedbán rozdíl mezi teplotou kapaliny v nádobce a na povrchu krystalu.

Na základě výsledku této práce bych doporučil dále pokračovat v měření viskozity s využitím mikrováhového senzoru QCM se zaměřením na viskóznější kapaliny. Pro tyto účely by bylo potřeba změnit způsob čerpání kapaliny.

ZÁVĚR V ANGLIČTINĚ

In the introduction of this graduation thesis I briefly described issues related to viscosity and viscosity measurements. I continued with the description of the use of the microbalance sensors to measure viscosity.

In the practical part of the task I focused on meeting the objectives. My aim was to determine the absolute value of the selected types of liquid viscosity by repeated measurements under defined conditions. A peristaltic pump was used as a device due to its suitability for pumping less viscous substances. I therefore opted for distilled water and vegetable oil to use for measurements. Overall, 10 repeated measurements were carried out for cooling distilled water in the range of about 35 °C to 30 °C with different flow rates. The results indicate noticeable deviations in distilled water compared with values stated in the tables. I attribute this to low-frequency changes due to the use of distilled water, which generally has a low viscosity. The viscosity decrease of distilled water by 2% per 1 °C was assumed. The result measured 4.4% , which is in contradiction with the assumption and attributed to inappropriate methods selected for the sample. The result of the measurement of the vegetable oil sample indicated decrease in viscosity by 2.6%.

During research into the impact of changes in the volume flow rate and resistance resonant circuit I reached the conclusion that the more sensitive component is the resistance, which showed a step decrease in its value during increased pump flow.

Measurement errors and inaccuracies can occur especially during inaccurate readings of the frequency and resistance of the unloaded crystal. The values of the unloaded crystal began to change immediately after the attachment of the flow cells due to residual moisture in the circuit. Some distortion may cause the change in temperature of the crystal itself causing a frequency shift. For this reason the measurement was made on a narrow range of temperatures. the difference between the temperature of the liquid in the container and on the surface of the crystal was neglected during the calculations

Based on the results of this task, I would recommend to continue the viscosity measurements using the QCM microbalance sensor focusing on more viscous liquids. For these purposes it would be necessary to change the method of pumping the fluid.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] WEIN, Ondřej. *Úvod do reologie*. Brno: Malé Centrum, 1996.
- [2] MALKIN A.; ISAYEV A. *Rheology: concepts, methods and applications*. 2nd ed. Toronto: Chem Tec Publishing, 2012. 474 s. ISBN 978-1-895198-49-2.
- [3] CHUDÝ V.; PALENČÁR R.; KUREKOVÁ E.; HALAJ M. *Meranie technických veličin*. Bratislava: STU, 1999. ISBN 80-227-1275-2.
- [4] SEDLÁČEK M. *Zpracování signálu v měřící technice*. Dotisk 2. vyd. Praha: ČVUT 1999. ISBN 8001017850
- [5] ANGUS R.; HULBERT T. *VEE Pro: Practical Graphical Programming*. Springer, 2004
- [6] STANFORD RESEARCH SYSTEMS. Inc.: *QCM200, Operation and Service Manual*. 2006
- [7] Prof. RNDr. Miroslav RAAB, CSc.: *Nevstoupíš dvakrát do téže řeky: reologie materiálů* [online]. [cit. 2012-05-13]. Dostupné z: <http://archiv.otvorenaveveda.cz/users/Image/default/C1Kurzy/NH2006pdf/9.pdf>.
- [8] UHROVÁ H.: *Laboratorní cvičení z fyziky: Měření viskozity* [online]. [cit. 2012-05-13]. Dostupné z: http://eso.vscht.cz/cache_data/1395/www.vscht.cz/ufmt/cs/pomucky/uhrovah/skripta/Uloha%203.pdf. V3CHT v Praze.
- [9] PIRK Slavomír: *Základy reologie a reometrie kapalin* [online]. [cit. 2012-05-13]. Dostupné z: kf.upce.cz/Reologie%20a%20reometrie%20kapalin.doc. UPCE.
- [10] DZIANIK František: *Reologické vlastnosti látek* [online]. 2004 [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: www.kchsz.sjf.stuba.sk/. STU v Bratislavě.
- [11] *Měření viskozity*. [online]. [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/mereni_viskozity.html
- [12] *Viskozita tekutin a její měření* [online]. 2010 [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: www.338.vsb.cz/PDF/TEXTviskozitaPDF.pdf. VŠB-TU Ostrava.
- [13] S. L. HELLSTROM: *Introduction to Quartz Crystal Microbalance* [online]. 2007 [cit. 2012-05-14]. Stanford University.
- [14] Viscosity measurement of industrial oils using the droplet quartz crystal microbalance. [online]. [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: <http://iopscience.iop.org/0957-0233/14/11/013>

- [15] Monolithic Miniaturized Quartz Microbalance Array and Its Application to Chemical Sensor Systems for Liquids. [online]. 2003 [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: http://ieeexplore.ieee.org/xpl/login.jsp?tp=&arnumber=1226626&url=http%3A%2F%2Fieeexplore.ieee.org%2Fxppls%2Fabs_all.jsp%3Farnumber%3D1226626
- [16] <http://www.atechlink.com>
- [17] Sada ke stanovení hustoty: KERN ALS/PLS-A01. Dostupné z: http://www.kern-sohn.com/manuals/files/Czech/ALS_PLS-A01-BA-cz-0815.pdf
- [18] SLUŠTÍK, R. Uživatelský manuál Agilent VEE Pro 7.5, Učební texty vysokých škol, 61 s.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

SI	Le Système International d'Unités
CGS	Centrimetr, Gram, Sekunda systém
QCM	Quartz Crystal Microbalance
SCPI	The Standard Commands for Programmable Instruments
LAN	Local Area Network
USB	Universal Serial Bus
GPIB	General Purpose Interface Bus
RS-232	Recommended Standard 232 – sériová linka
RJ45	Konektor pro Ethernet
A/D	Analog/Digitál
IP	Třída krytí
MS	Microsoft
WWW	World Wide Web

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Gradient rychlosti [8].....	12
Obr. 2. Toková a viskozitní křivka newtonské kapaliny [9].....	14
Obr. 3. Vliv toku na uspořádání částic v nenevtonské kapalině [9]	15
Obr. 4. Tokové a viskozitní charakteristiky kapalin [9]	16
Obr. 5. Schéma Höpplerova kuličkového viskozimetru [9]	18
Obr. 6. Laminární prodění [8].....	18
Obr. 7. Englerův viskozimetr – schéma [12]	20
Obr. 8. Schéma základních typů uspořádání rotačních viskozimetrů. [9]	21
Obr. 9. Různé úpravy měrného prostoru rotačních viskozimetrů [12]	22
Obr. 10. Schematické znázornění křemenného krystalu používaného v QCM.....	23
Obr. 11. A - Ilustrace AT-řezu křemenného krystalu, B – frekvenční posun v závislosti na teplotě pro různé úhly řezu. [13]	24
Obr. 12. Náhradní obvod QCM zatíženého kapalinou [15].....	27
Obr. 13. Přední panel	31
Obr. 14. Zadní panel	32
Obr. 15. Křemenný krystal [6].....	34
Obr. 16. Schéma průtočné cely [6]	34
Obr. 17. Multimetr Agilent 34410A	35
Obr. 18. Peristaltické čerpadlo.....	37
Obr. 19. Technologická karta PCI-1711 [16]	38
Obr. 20. Analytická váha KERN	39
Obr. 21. Sada pro stanovení hustoty [17]	40
Obr. 22. Advantech Device Manager - Test	42
Obr. 23. Pracoviště – hlavní měřící obvod	43
Obr. 24. Uživatelské rozhraní měřícího programu	45
Obr. 25. Navržený algoritmus.....	46
Obr. 26. Stanovení hustoty zkoumaných kapalin	48
Obr. 27. Porovnání dynamické a kinematické viskozity destilované vody	49
Obr. 28. Porovnání dynamické a kinematické viskozity rostlinného oleje	50
Obr. 29. Změna frekvence a odporu v závislosti na přírůstku průtoku kapaliny.....	52
Obr. 30. Schéma pracoviště	55

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1: Řádové odhady dynamické a kinematické viskozity [1]	13
Tabulka 2: Možnosti měření QCM200	32
Tabulka 3: Specifikace měření frekvence QCM200.....	33
Tabulka 4: Specifikace měření displej QCM200.....	33
Tabulka 5: Objemový průtok soustavou.....	51

SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA P I: Zadání laboratorní úlohy

PŘÍLOHA P II: Tabulky naměřených hodnot

PŘÍLOHA P I: ZADÁNÍ LABORATORNÍ ÚLOHY

TEORIE

QCM (Quartz Crystal Microbalance) je mikrováhový senzor tvořen křemenným krystalem využívající piezoelektrický jev pro měření velmi malých hmotností, řádově až v oblasti nanogramů. Měření změn frekvence krystalu se dále využívá pro stanovení viskozity kapalných látek. QCM se obvykle skládá z tenké destičky AT-řezu křemenného krystalu, na kterém jsou z obou stran připevněny elektrody z drahých kovů.

Rezonanční frekvence závisí na viskozitě η_L a hustotě ρ_L kapaliny dle vzorce (1), který popisuje teoretický posun frekvence v závislosti na účinku působení viskózního zatížení.

$$\Delta f = -f_0^{3/2} \sqrt{\frac{\eta_L \rho_L}{\pi \mu_q \rho_q}} \quad (1)$$

Odvozením z této rovnice získáme vztah pro výpočet dynamické viskozity

$$\eta_L = \frac{\frac{\Delta f^2}{f_u^3} \cdot \pi \mu_q \rho_q}{\rho_L}, \quad (2)$$

kde

f_u - frekvence nezatíženého krystalu v Hz

Δf - změna frekvence krystalu zatíženého kapalinou v Hz

η_L - dynamická viskozita v Pa·s

ρ_L - hustota kapaliny v $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$

μ_q - modul pružnosti křemenného krystalu ($2,947 \cdot 10^{11} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$)

ρ_q - hustota křemíku ($2,648 \text{ g cm}^{-3}$)

Viskózní vazba z kapaliny do oscilačního povrchu krystalu vede nejen ke snížení rezonanční frekvence, ale i tlumení rezonanční oscilace. Viskózní ztráta se projevuje jako zvýšení odolnosti rezonanční rezistance QCM rezonátoru.

$$\Delta R = \left(\frac{n \omega_s L_U}{\pi} \right) \cdot \left(\frac{2 \omega_s \rho_L \eta_L}{\rho_q \mu_q} \right)^{1/2} \quad (3)$$

Ze vzorce (3) pro změnu odporu odvodíme vztah:

$$\eta_L = \left(\frac{\Delta R}{n \omega_s L_u \frac{1}{\pi}} \right)^2 \cdot \rho_q \mu_q \frac{1}{2 \omega_s \rho_L}, \quad (4)$$

kde

ΔR - změna odporu,

n - počet stran v kontaktu s kapalinou,

ω_s - úhlová frekvence v sériové rezonanci ($2\pi f_s$),

L_u - indukčnost nezatíženého (suchého) rezonátoru, obvykle v mH.

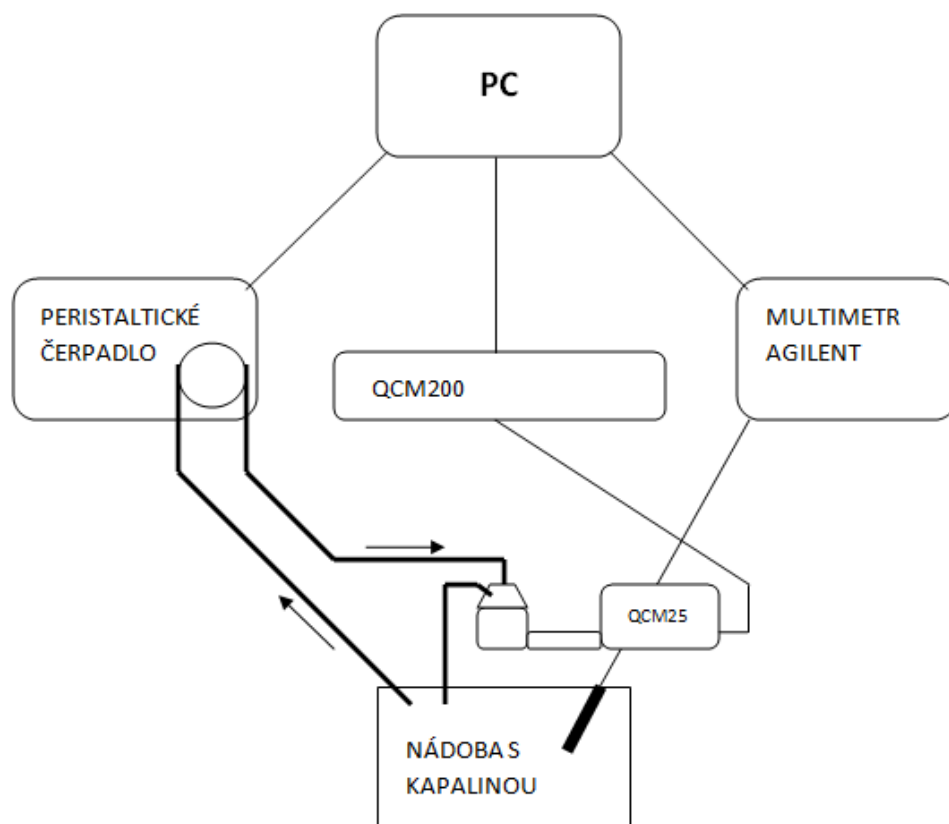
Kinematická viskozita ν [$m^2 \cdot s^{-1}$] se vypočítá jako podíl dynamické viskozity η a hustoty kapaliny ρ ,

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (5)$$

ZADÁNÍ

- 1) Seznamte se s měřícím pracovištěm, vyzkoušejte si práci v připraveném programu „Viskozita“ navrženém v programovacím prostředí Agilent VEE Pro.
- 2) Změřte hustotu zkoumané kapaliny a získejte rovnici regrese. V případě destilované vody porovnejte získané hodnoty s tabulkovými.
- 3) Sestavte měřící obvod a proveďte jedno měření zadané kapaliny.
- 4) Ze získaných dat vypočítejte hodnoty dynamické a kinematické viskozity kapaliny v závislosti na teplotě. Pro výpočet využijte rovnice 2, 4 a 5.
- 5) Výsledky vypočítaných hodnot porovnejte a pokuste se zdůvodnit případné rozdíly.
- 6) Vypracujte protokol o měření.

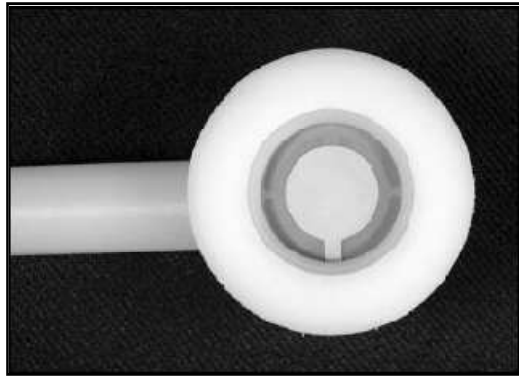
SCHEMA ZAPOJENÍ



Obr.1. Schéma pracoviště

POSTUP MĚŘENÍ

- Dle schématu připravte měřící pracoviště.
- Pomocí analytické váhy KERN zjistěte hustoty kapaliny v závislosti na teplotě. Teploty kapaliny volte mezi 26 °C až 34 °C. V MS Excel vypočítejte rovnici regrese zkoumané kapaliny a zapište ji do programu připraveného programu.
- Zapněte přístroj QCM200 a nastavte přesně rezonanční frekvenci. Vyjměte krystal z držáku a opatrně jej utřete utěrkou do sucha. Správná poloha krystalu pro měření kapalin je znázorněna na obrázku níže. Držák krystalu se umístí na rovnou plochu a překontroluje se volný pohyb pružinových kontaktů. Následně se na kontakty umístí krystal (větší elektroda směřuje vzhůru) a připevní se k držáku průtočnou celou.



Obr. 2: Správné umístění krystalu v držáku

- Po připojení krystalu si opište hodnotu frekvence a odporu nezatíženého krystalu.
- Zapněte multimetr Agilent 34410A, po zmáčknutí tlačítek SHIFT, TEMP, TEMP se dostanete do nastavení multimetru pro měření teploty. Zde pomocí tlačítek směrových šipek a tlačítka ENTER nastavte následující hodnoty a parametry pro měření:

PROBE TYPE - THERMISTOR 2W

TERMISTOR - 5K

AUTO ZERO - ON

INTEGRATION - NPLC

NPLC - 1

UNITS - °C

NULL - OFF

- Ohřejte zkoumanou kapalinu o několik stupňů a vložte ji do měřicího obvodu.
- Spusťte peristaltické čerpadlo pomocí programu Advantech Device Manager. Nastavení probíhá v sekci *Test* v záložce *Analog output - Channel 1 – Manual Output*. Hodnota je volena od 1V po 5V s krokem 1V.
- Spusťte program „Viskozita“
- Po dokončení měření důkladně očistěte měřící aparaturu.

Při práci dbejte zvýšené opatrnosti, hrozí poškození technického vybavení laboratoře.

PŘÍLOHA P II: TABULKY NAMĚŘENÝCH HODNOT

Tabulka 1. Naměřené a vypočtené hodnoty pro jedno měření destilované vody ($f_0=4997873\text{Hz}$)

čas [s]	teplota [°C]	frekvence [Hz]	odpor [Ω]	hustota [kg m^{-3}]	$\eta[\text{Pa s}]*10^{-3}$	$\nu[\text{m}^2 \text{s}^{-1}]$
0	37,39	4997286	306,3	994,7	0,744	7,48E-07
30	36,9	4997268	306,2	994,8	0,788	7,93E-07
60	36,56	4997267	306,2	994,9	0,791	7,95E-07
90	36,3	4997256	306,4	995	0,819	8,23E-07
120	36,09	4997258	306,5	995	0,813	8,17E-07
150	35,9	4997251	306,7	995,1	0,831	8,35E-07
180	35,72	4997246	307,1	995,1	0,844	8,48E-07
210	35,54	4997243	307,3	995,2	0,852	8,56E-07
240	35,37	4997240	307,7	995,2	0,86	8,64E-07
270	35,19	4997236	308	995,3	0,87	8,74E-07
300	35,04	4997233	308,5	995,3	0,878	8,82E-07
330	34,89	4997228	308,8	995,4	0,891	8,95E-07
360	34,72	4997227	309,1	995,4	0,894	8,98E-07
390	34,56	4997223	309,3	995,4	0,904	9,08E-07
420	34,41	4997222	309,6	995,5	0,907	9,11E-07
450	34,28	4997215	309,9	995,5	0,926	9,3E-07
480	34,13	4997216	310,2	995,6	0,923	9,27E-07
510	34	4997211	310,5	995,6	0,936	9,41E-07
540	33,72	4997213	309,8	995,7	0,931	9,35E-07
570	33,52	4997214	309,5	995,7	0,928	9,32E-07
600	33,42	4997209	309,7	995,7	0,942	9,46E-07
630	33,34	4997208	309,9	995,8	0,944	9,48E-07
660	33,23	4997203	310,3	995,8	0,958	9,62E-07
690	33,14	4997200	310,7	995,8	0,966	9,7E-07
720	33,03	4997198	311	995,8	0,972	9,76E-07
750	32,92	4997198	310,9	995,9	0,972	9,76E-07
780	32,81	4997195	311	995,9	0,98	9,84E-07
810	32,73	4997192	311,3	995,9	0,988	9,92E-07
840	32,65	4997189	311,5	995,9	0,997	1E-06
870	32,56	4997187	311,9	995,9	1,002	1,01E-06
900	32,46	4997184	312,1	996	1,011	1,01E-06
930	32,37	4997180	312,4	996	1,022	1,03E-06
960	32,27	4997179	312,7	996	1,025	1,03E-06
990	32,17	4997178	312,9	996	1,028	1,03E-06
1020	32,08	4997175	313	996,1	1,036	1,04E-06
1050	31,98	4997171	313,2	996,1	1,048	1,05E-06
1080	31,89	4997169	313,5	996,1	1,053	1,06E-06
1110	31,81	4997167	313,7	996,1	1,059	1,06E-06

čas [s]	teplota [°C]	frekvence [Hz]	odpor [Ω]	hustota [kg m ⁻³]	η[Pa s]*10 ⁻³	ν[m ² s ⁻¹]
1140	31,72	4997164	314	996,1	1,068	1,07E-06
1170	31,64	4997164	314,2	996,2	1,068	1,07E-06
1200	31,56	4997159	314,6	996,2	1,082	1,09E-06
1230	31,47	4997159	314,7	996,2	1,082	1,09E-06
1260	31,37	4997158	314,9	996,2	1,085	1,09E-06
1290	31,3	4997155	315,1	996,2	1,094	1,1E-06
1320	31,23	4997154	315,3	996,3	1,097	1,1E-06
1350	31,18	4997153	315,4	996,3	1,1	1,1E-06
1380	31,09	4997151	315,6	996,3	1,106	1,11E-06
1410	31,03	4997152	315,7	996,3	1,103	1,11E-06
1440	30,95	4997148	315,9	996,3	1,115	1,12E-06
1470	30,89	4997148	316,1	996,3	1,115	1,12E-06
1500	30,83	4997147	316,2	996,4	1,118	1,12E-06
1530	30,75	4997145	316,4	996,4	1,123	1,13E-06
1560	30,65	4997143	316,5	996,4	1,129	1,13E-06
1590	30,58	4997143	316,9	996,4	1,129	1,13E-06
1620	30,53	4997141	317	996,4	1,135	1,14E-06
1650	30,47	4997139	317,2	996,4	1,141	1,15E-06
1680	30,41	4997138	317,3	996,5	1,144	1,15E-06
1710	30,33	4997138	317,4	996,5	1,144	1,15E-06
1740	30,27	4997135	317,6	996,5	1,153	1,16E-06
1770	30,21	4997135	317,9	996,5	1,153	1,16E-06
1800	30,09	4997134	318	996,5	1,156	1,16E-06
1830	30,07	4997131	318,2	996,5	1,165	1,17E-06
1860	30,02	4997131	318,3	996,5	1,165	1,17E-06
1890	29,98	4997130	318,5	996,6	1,168	1,17E-06

Tabulka 2. Naměřené a vypočtené hodnoty pro jedno měření rostlinného oleje ($f_0=4997846$ Hz)

čas [s]	teplota [°C]	frekvence [Hz]	odpor [Ω]	hustota [kg m^{-3}]	η [Pa s]* 10^{-3}	ν [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$] * 10^6
0	34,32	4991067	2832,4	904,6	99,76	110,28
30	34,16	4991059	2833,7	904,9	99,97	110,48
60	34	4991094	2815,9	905,2	98,91	109,27
90	33,8	4991057	2830,9	905,5	99,96	110,4
120	33,6	4991087	2816,1	905,8	99,05	109,35
150	33,42	4991056	2828,5	906,1	99,93	110,28
180	33,27	4991069	2822,4	906,3	99,52	109,8
210	33,12	4991016	2846,4	906,5	101,05	111,47
240	32,98	4991073	2813,8	906,7	99,35	109,57
270	32,85	4991029	2832,4	906,9	100,63	110,95
300	32,73	4991028	2833,6	907,1	100,64	110,95
330	32,62	4990983	2852,5	907,3	101,95	112,38
360	32,52	4990977	2854,8	907,4	102,12	112,54
390	32,42	4990951	2866,3	907,5	102,87	113,36
420	32,33	4990941	2870,2	907,7	103,16	113,65
450	32,24	4990912	2884,5	907,8	104,01	114,58
480	32,16	4990902	2888,8	907,9	104,3	114,89
510	32,08	4990888	2895,2	908	104,71	115,32
540	32	4990877	2900,8	908,1	105,03	115,66
570	31,92	4990870	2903,6	908,2	105,23	115,87
600	31,85	4990858	2909,4	908,3	105,58	116,24
630	31,77	4990834	2920,6	908,4	106,3	117,02
660	31,7	4990826	2924,7	908,5	106,53	117,26
690	31,64	4990828	2924,1	908,5	106,46	117,18
720	31,57	4990813	2930,3	908,6	106,9	117,66
750	31,5	4990803	2935,7	908,7	107,2	117,97
780	31,43	4990796	2938,8	908,8	107,4	118,18
810	31,37	4990815	2930,1	908,9	106,82	117,53
840	31,3	4990788	2942,3	908,9	107,63	118,41
870	31,24	4990813	2931	909	106,86	117,56
900	31,18	4990790	2940,4	909,1	107,55	118,31
930	31,12	4990784	2944,8	909,1	107,73	118,49
960	31,06	4990766	2952,5	909,2	108,27	119,08
990	31	4990780	2946,4	909,3	107,83	118,59
1020	30,94	4990756	2959,3	909,3	108,56	119,38
1050	30,89	4990751	2964	909,4	108,7	119,53
1080	30,84	4990738	2968,3	909,5	109,1	119,96
1110	30,78	4990729	2975,5	909,5	109,37	120,25
1140	30,74	4990713	2982,2	909,6	109,85	120,77

čas [s]	teplota [°C]	frekvence [Hz]	odpor [Ω]	hustota [kg m^{-3}]	$\eta[\text{Pa s}]*10^{-3}$	$\nu [\text{m}^2 \text{s}^{-1}] *10^{-6}$
1170	30,68	4990729	2974,5	909,6	109,35	120,22
1200	30,63	4990738	2970,3	909,7	109,07	119,9
1230	30,59	4990718	2982,5	909,7	109,68	120,56
1260	30,54	4990726	2976,2	909,8	109,43	120,28
1290	30,49	4990720	2980,4	909,8	109,61	120,47
1320	30,45	4990722	2978,5	909,9	109,54	120,39
1350	30,4	4990710	2985,9	909,9	109,9	120,78
1380	30,36	4990716	2982,2	910	109,71	120,57
1410	30,31	4990704	2988,9	910	110,08	120,96
1440	30,27	4990704	2988,3	910	110,07	120,95
1470	30,23	4990681	3002	910,1	110,78	121,72
1500	30,19	4990691	2996	910,1	110,46	121,37
1530	30,15	4990684	3000,2	910,2	110,68	121,6
1560	30,12	4990706	2989,9	910,2	109,99	120,85
1590	30,08	4990683	3000,7	910,2	110,7	121,62
1620	30,05	4990684	3001	910,3	110,66	121,57
1650	30,01	4990643	3022,4	910,3	111,93	122,96