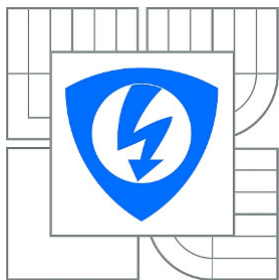


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC
TECHNOLOGY

NEJISTOTY MĚŘENÍ DYNAMICKÉ VISKOZITY

UNCERTAINTIES OF MEASUREMENTS OF THE DYNAMIC VISCOSITY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

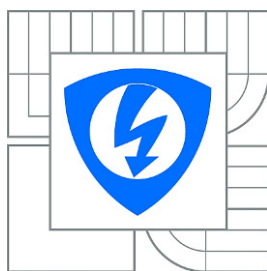
Bc. PETR JANUŠ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MARTIN FRK, Ph.D.

BRNO 2012



**VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ**

**Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií**

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

Magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Student: Bc. Petr Januš

ID: 106498

Ročník: 2.

Akademický rok: 2011/2012

NÁZEV TÉMATU:

Nejistoty měření dynamické viskozity

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte a popište fyzikální podstatu reologických vlastností kapalin, zejména viskozity. Zpracujte přehled diagnostických metod pro stanovení hodnoty dynamické viskozity a uveďte matematické formulace pro její výpočet. Seznamte se s metodami statistického zpracování dat s ohledem na stanovení nejistoty měření přímo a nepřímo měřených veličin.

Sestavte pracoviště pro sledování teplotní závislosti dynamické viskozity pomocí různých diagnostických metod s požadavkem zajištění přesné stabilizace teploty. Experimentální měření realizujte na dvou vybraných vzorcích kapalin s odlišnou hodnotou dynamické viskozity. Naměřená data statisticky zpracujte a vypočítejte nejistoty měření dynamické viskozity. Z dosažených výsledků stanovte vhodnost jednotlivých metod a optimální podmínky experimentu s ohledem na dosažení nejvyšší možné přesnosti měření.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 6. 2. 2012

Termín odevzdání: 24. 5. 2012

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následku porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona c. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku c.40/2009 Sb.

Abstrakt:

Diplomová práce se zabývá měřením teplotní závislosti dynamické viskozity a následným výpočtem nejistot měření.

V práci je popsána fyzikální podstata viskozity kapalin a reologických vlastností. Dále je zpracován přehled možných metod měření viskozity kapalin a přehled metod měření hustoty kapalin. Důležitou kapitolou je statistické vyhodnocení naměřených dat reprezentované zejména nejistotami měření.

V praktické části je realizováno pracoviště pro měření teplotní závislosti dynamické viskozity. K tomu byly použity dvě metody měření viskozity a dva vzorky kapalin. Nakonec je provedeno statistické vyhodnocení měření. Na základě vypočtených nejistot měření jsou jednotlivé měřicí metody porovnány.

Abstract:

The thesis is deal with measuring the temperature dependence of dynamic viscosity and the calculation of measurement uncertainties.

The thesis writes up the physical nature of viscosity and rheological properties. Next it is write up an overview of possible methods for measuring viscosity of liquids and overview of methods for measuring the density of liquids. An important chapter is the statistical evaluation of measured data represented mainly measurement uncertainties.

In the practical part of the work is done workplace for measure the temperature dependence of dynamic viscosity. It is used two methods of measuring viscosity of liquids and two samples of liquids. Finally is done statistical evaluations of measurement. Based on the calculated measurement uncertainty measurement methods are compared.

Klíčová slova:

Viskozita, viskozimetr, hustota, kapaliny, reologie, nejistota měření, chyby měření,

Keywords:

Viscosity, viscometer, density, liquids, rheology, measurement uncertainty, measurement errors

Bibliografická citace díla:

JANUŠ, P. Nejistoty měření dynamické viskozity. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2012. 75 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D.

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 24. 5. 2012

.....

Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Martinu Frkovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce.

OBSAH

SEZNAM OBRÁZKŮ.....	- 7 -
SEZNAM TABULEK	- 9 -
ÚVOD	- 10 -
I. TEORETICKÁ ČÁST	- 11 -
1 KAPALINY	- 11 -
2 REOLOGICKÉ VLASTNOSTI KAPALIN	- 12 -
2.1 Viskozita	- 13 -
2.2 Hustota	- 17 -
3 METODY MĚŘENÍ VISKOZITY	- 18 -
3.1 Průtokové (kapilární) viskozimetry	- 18 -
3.2 Rotační viskozimetr	- 21 -
3.3 Plovákový viskozimetr	- 22 -
3.4 Tělíkové viskozimetry	- 23 -
3.5 Vibrační viskozimetr	- 24 -
3.5.1 Vibro viscometer SV	- 25 -
3.5.2 Cambridge viscometer	- 27 -
3.6 Kalibrační kapaliny (Viskozitní standardy).....	- 28 -
4 METODY MĚŘENÍ HUSTOTY	- 29 -
4.1 Pyknometrická metoda	- 29 -
4.2 Metoda ponorného tělíska.....	- 30 -
5 METODY ZPRACOVÁNÍ STATISTICKÝCH DAT.....	- 32 -
5.1 Chyby měření.....	- 32 -
5.2 Nejistoty měření.....	- 33 -
5.2.1 Nejistoty měření a legislativa ^[30]	- 33 -
5.2.2 Nejistoty přímého měření	- 34 -
5.2.3 Nejistoty nepřímého měření.....	- 38 -
5.2.4 Udávání nejistot a správný výsledek měření.....	- 40 -

II.	PRAKTICKÁ ČÁST	- 42 -
6	PRACOVISTĚ PRO MĚŘENÍ DYNAMICKÉ VSKOZITY	- 42 -
6.1	Vibrační viskozimetr	- 42 -
6.2	Höpplerův viskozimetr	- 45 -
7	PRACOVISTĚ PRO MĚŘENÍ HUSTOTY	- 47 -
8	POUŽITÉ MĚŘICÍ PŘÍSTROJE	- 50 -
9	VZORKY PRO MĚŘENÍ	- 51 -
10	ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	- 54 -
10.1	Hustota	- 54 -
10.2	Dynamická viskozita destilované vody	- 59 -
10.3	Dynamická viskozita oleje MIDEL 7131	- 61 -
10.4	Dynamická viskozita oleje MEŘO	- 64 -
11	VYHODNOCENÍ NAMĚŘENÝCH A VYPOČTENÝCH DAT.....	- 65 -
11.1	Dynamická viskozita destilované vody	- 65 -
11.2	Dynamická viskozita oleje MIDEL 7131	- 66 -
11.3	Dynamická viskozita oleje MEŘO	- 68 -
11.4	Faktory ovlivňující přesnost měření	- 69 -
11.5	Teplotní závislost měřených vzorků olejů	- 70 -
12	ZÁVĚR.....	- 71 -
13	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	- 72 -
14	SEZNAM SYMBOLŮ	- 74 -

Seznam obrázků

Obr. 1: Krátkodosahové uspořádání (a); dalekodosahové uspořádání (b) [28]	11 -
Obr. 2: Reologický model vazké kapaliny [14]	13 -
Obr. 3: Vznik smykového napětí a rychlostní profil toku v kapalině.....	14 -
Obr. 4: Deformace elementárního objemu tekutiny	14 -
Obr. 5: Toková a viskozitní křivka newtonské kapaliny	16 -
Obr. 6: Reogramy a zdánlivá viskozita vybraných nenewtonských kapalin [10].....	17 -
Obr. 7: Teplotní závislost hustoty vody	18 -
Obr. 8: Principiální schéma průtokového viskozimetru	19 -
Obr. 9: Princip a příklad Mariotteovi lahve	19 -
Obr. 10: A) Ostwaldův viskozimetr; B) Ubbelohdeho viskozimetr	20 -
Obr. 11: Schéma základních typů uspořádání rotačních viskozimetrů [17]	21 -
Obr. 12: Různé uspořádání rotačních viskozimetrů [17]	22 -
Obr. 13: Náčrt plovákového viskozimetru [25].....	22 -
Obr. 14: Schéma sil působících na kuličku.....	23 -
Obr. 15: Konstrukční uspořádání Höpplerova viskozimetru	23 -
Obr. 16: Detekční systém vibračního viskozimetru [29]	26 -
Obr. 17: Náhled na okno programu Win-CT viskozity [29].....	26 -
Obr. 18: Vibrační viskozimetr Cambridge [10]	28 -
Obr. 19: příklad silikonových kalibračních standardů.....	28 -
Obr. 20: Viskozitní standard jako minerální olej.....	29 -
Obr. 21: Popis a ukázka Pyknometru; K-kapilára v zátce, N-nádobka, Z-zátka	30 -
Obr. 22: Mohrovi váhy	31 -
Obr. 23: Popis hustoměru	31 -
Obr. 24: Postup vyjádření nejistoty měření [2].....	35 -
Obr. 25: Rovnoměrné (pravoúhlé) rozdělení pravděpodobnosti [22].....	37 -
Obr. 26: Normální (Gaussovo) rozdělení [22].....	37 -
Obr. 27: Význam nejistoty měření při posuzování shody [2].....	38 -
Obr. 28: Program automatizovaného měření viskozity vibračním viskozimetrem SV10 ..	43 -
Obr. 29: Pracoviště s vibračním viskozimetrem SV 10.....	44 -
Obr. 30: Höpplerův viskozimetr	45 -
Obr. 31: Test rychlosti postřehu - určení chyby obsluhy.....	47 -
Obr. 32: Princip metody pro měření hustoty kapalin.....	48 -
Obr. 33: Vážení plováku na horním závěsu vah: a) na vzduchu b) v měřené kapalině.....	49 -
Obr. 34: Vážení plováku na spodním závěsu v měřené kapalině při různých teplotách	49 -
Obr. 35: Logo ekologicky šetrný výrobek	51 -
Obr. 36: Závislost $\ln \eta$ na $1/T$ pro olej MIDEL (hodnoty z datasheetu).....	52 -

Obr. 37: Teplotní závislost hustoty oleje MEŘO a MIDEL 7131 s rovnicí regrese.....	- 58 -
Obr. 38: Teplotní závislost dynamické viskozity oleje MIDEL 7131	- 67 -
Obr. 39: Teplotní závislost dynamické viskozity oleje MEŘO	- 69 -
Obr. 40: Ishikawův diagram - faktory ovlivňující přesnost měření viskozity	- 70 -
Obr. 41: Teplotní závislost dynamické viskozity v oleje MIDEL a MEŘO.....	- 70 -

Seznam tabulek

tab. 1: Velikost koeficientu k_s v závislosti na počtu měření	- 36 -
tab. 2: Koeficienty rozšíření [22]	- 38 -
tab. 3: Příklady zápisů výsledku měření	- 41 -
tab. 4: Měřicí rozsah a odpovídající rozlišení displeje	- 44 -
tab. 5: Přesnost měření teploty čidlem viskozimetru SV10	- 45 -
tab. 6: Parametry kuliček	- 46 -
tab. 7: Parametry kuliček	- 46 -
tab. 8: Tabulka použitých přístrojů	- 50 -
tab. 9: Hodnoty dynamické a kinematické viskozity oleje MIDEL 7131 z datasheetu [18] ..	- 52 -
tab. 10: základní parametry zkoumaných olejů	- 53 -
tab. 11: Základní vlastnosti destilované vody	- 54 -
tab. 12: Viskozita a hustota destilované vody [4]	- 54 -
tab. 13: Hodnoty hustoty s nejistotou měření oleje MIDEL 7131 pro jednotlivé teploty ...	- 57 -
tab. 14: Naměřené hodnoty hustoty oleje MEŘO [27]	- 57 -
tab. 15: Hodnoty hustoty s rozšířenou nejistotou měření oleje MEŘO	- 58 -
tab. 16: Naměřené doby pády kuličky v destilované vodě	- 59 -
tab. 17: tabulka dynamické viskozity a nejistot měření destilované vody při 23,8 °C	- 60 -
tab. 18: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL 7131	- 62 -
tab. 19: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL 7131	- 62 -
tab. 20: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL 7131	- 63 -
tab. 21: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO	- 64 -
tab. 22: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO	- 64 -
tab. 23: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO	- 65 -
tab. 24: Porovnání nejistot dynamické viskozity destilované vody	- 65 -
tab. 25: Porovnání nejistot měření s přesností Höpplerova viskozimetru	- 66 -
tab. 26: Porovnání dynamické viskozity získaných z různých metod měření	- 67 -
tab. 27: Porovnání nejistot měření s přesností viskozimetru (vzorek olej MEŘO)	- 68 -
tab. 28: Porovnání dynamické viskozity oleje MEŘO měřenou různými metodami	- 68 -

Úvod

Viskozita patří mezi vlastnosti popisující reologické chování látek. S měřením viskozity se lze setkat v mnoha oblastech, ve kterých je potřeba znát stav kapalných materiálů. Těmito oblastmi je stavebnictví, strojírenství, elektrotechnika a potravinářský průmysl.

Ve strojírenství je viskozita veličinou, která vliv na správný výběr mazacích olejů. Důvodem je, že definuje velikost vnitřního tření v kapalině. Nízká viskozita způsobuje úniky mazacích olejů z mazaných míst a naopak vysoká viskozita může způsobit značné opotřebení pohyblivých částí vlivem jejich špatného mazání. Proto je viskozita využívána k diagnostice mazacích olejů (například motorové, převodové, ...).

Zajímavou oblastí, kde se měří viskozita je potravinářský průmysl. Důvod je takový, že má viskozita vliv na chuť tekutých potravinářských výrobků. Příkladem je skutečnost, že podle viskozity vín je možné určit druh vína. Je to dáno tím, že různá vína mají jinou koncentraci cukrů. Proto obecně platí, že na hodnotu viskozity má vliv mnoho faktorů, zejména koncentrace rozpuštěných částic v kapalině.

V elektrotechnice se viskozita využívá při diagnostice izolačních olejů. Izolační oleje se používají jako součást izolačního systému transformátorů, ve kterých mají dvě hlavní funkce – izolační a chladicí. S tohoto důvodu je viskozita důležitá pro stanovení správné chladicí funkce izolačního oleje a jeho dobré vtečení do pevných izolantů. Vliv viskozity na izolační vlastnosti kapalných materiálů popisuje Waldenovo pravidlo, což je součin konduktivity a viskozity.

V současné době jsou v průmyslové výrobě kladeny stále se zvyšující požadavky na kvalitu. Proces měření a interpretace výsledků měření je základem mnoha technických věd. Samotným měřením a vyhodnocováním shody se zabývá obor zvaný technická diagnostika, ve které je vyžadováno zajišťování přesného a objektivního měření vybraných veličin. Protože není žádné měření úplně perfektní, ale je ovlivněno řadou rušivých vlivů, které jsou zdrojem nepřesností výsledků naměřených hodnot. Proto je nutné využívat metodiku, která by tyto rušivé vlivy zohledňovala a kolem naměřené hodnoty by byla schopna vytvořit interval ve kterém by se nacházela konvenčně pravá hodnota. K tomuto účelu se dříve používala metodika tzv. chyby měření. Tato metodika reprezentovala odchylku měřené hodnoty od konvenčně pravé hodnoty, ale skrývala v sobě jistou nejednoznačnost a špatnou přenositelnost výsledků. Proto vznikla nová metodika vyjadřující přesnost a spolehlivost měření a to tzv. nejistota měření. Jejím cílem je vyjádřit interval okolo výsledku měření, ve kterém se s určitou pravděpodobností bude vyskytovat skutečná hodnota.

I. Teoretická část

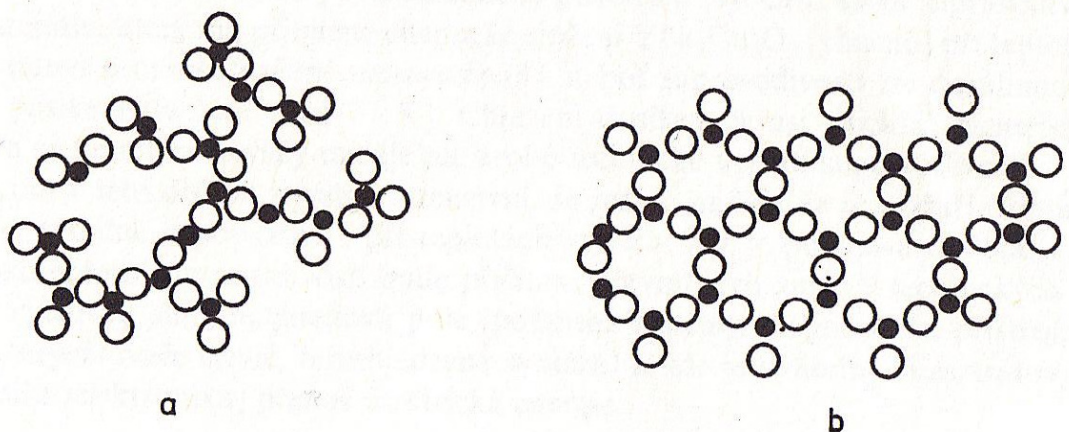
1 Kapaliny

Spolu s plynnými látkami se řadí kapalně látky (kapaliny) do jedné skupiny nazvané tekutiny. Tekutiny se charakterizují jako látky, u nichž vzájemně působí síly mezi molekulami. Tyto síly se vyskytují v každé tekutině, ale jsou velmi malé. Tekutiny lze popsat několika vlastnostmi. Mezi základní vlastnosti patří teplota, tlak, viskozita a hustota.

Kapaliny jsou látky v kapalném skupenství a tvoří přechod mezi látkami pevného a plynného skupenství. Zaujímají tvar nádoby a působením gravitační síly vyplňují její spodní část a vytvářejí v ní hladinu. V malém objemu vytvářejí kapaliny kapky. Kapaliny jsou definovány těmito fyzikálními vlastnostmi: hustota, měrný objem, měrná tíha, objemová roztažnost a stlačitelnost kapalin, viskozita.

Matematický popis kapalin je poměrně složitý a proto bylo zavedeno rozdělení, které nějaké jejich charakteristiky zanedbává a jejich popis zjednodušuje. První skupina předpokládá, že je kapalina dokonale nestlačitelná a mezi jejími molekulami neexistuje vnitřní tření. Jedná se o ideální kapaliny. Jejich matematický popis je poměrně jednoduchý a proto se využívá k modelovému zkoumání mechanických vlastností kapalin. Druhá skupina bere v úvahu jejich reálné vlastnosti, jako je vnitřní tření mezi molekulami kapaliny a mírná stlačitelnost kapalin. I zde se pro lepší popis reálných jevů zavádí jistá idealizace a předpokládá se, že je kapalina nestlačitelná. Taková kapalina se pak nazývá kapalinou vazkou neboli viskózní. [6]

Struktura kapalin je složitá, ale v zásadě se podobá struktuře amorfních látek. Kapalina se skládá z nepatrně velkých skupin (oblastí) molekul. V každé této skupině jsou na sebe molekuly vázány značnými mezimolekulovými silami a jsou pravidelně uspořádány. Jednotlivé skupiny jsou rozloženy nepravidelně (neuspořádaně) a jsou vzájemně odděleny oblastmi, kde se molekuly pohybují chaoticky. V kapalině je tedy takové uspořádání molekul, které představuje stav mezi neuspořádáním částic u plynu a plným uspořádáním částic u pevných látek v ideálních krystalech. Toto uspořádání molekul v kapalinách se označuje jako krátkodosahové uspořádání (uspořádání na krátkou vzdálenost) obr. 1. [28]



Obr. 1: Krátkodosahové uspořádání (a); dalekodosahové uspořádání (b) [28]

Krátkodosahové uspořádání je charakterizováno časově nestálými rovnovážnými polohami. Molekuly kapalin se po krátký časový úsek pohybují v tepelných kmitech kolem

těchto rovnovážných poloh. Střední frekvence f_0 tepelných kmitů je řádově 10^{12} Hz . Molekuly mají dostatečnou kinetickou energii, že se mohou přemístit z jedné rovnovážné polohy do druhé a to jen tehdy, má-li k dispozici volný prostor, který má lineární rozměr srovnatelný s průměrem molekuly. Dobu potřebnou k přemístění molekuly z jedné rovnovážné polohy do druhé nazýváme relaxační dobou τ , po této době se v okolí vybrané molekuly vytvoří volný prostor. Tato doba je různě velká a pro její výpočet platí podmínka:

$$\tau_{\text{relax.doba}} \approx \frac{1}{f_0} . \quad (1)$$

Pro střední frekvenci $f_0 = 10^{12} \text{ Hz}$ relaxační doba odpovídá $\tau_{\text{relax.doba}} \approx 10^{-12} \text{ s}$. Tato doba s rostoucí teplotou exponenciálně klesá. Z pohledu struktury kapaliny se její zahřátí projeví zvýšením kinetické energie molekul, to znamená kratším intervalem, ve kterém setrvávají ve svých rovnovážných polohách. Z makroskopického hlediska se to projeví lepší tekutostí, kapalina má menší tření mezi molekulami (menší viskozitu). [28]

2 Reologické vlastnosti kapalin

Reologie je vědní obor, který se zabývá studiem vnitřní reakce látek (jak kapalných, tak i pevných) na působení vnějších sil (deformovatelnost) a tokových vlastností. Reologie na kapaliny pohlíží jako na spojitě prostředí (kontinuum) a formuluje zákonitosti viskózního toku. Reologické chování tekutých materiálů je důležité v řadě technologických operací. Mezi reologické vlastnosti patří viskozita, mez toku a modul pružnosti. Matematickým vyjádřením tokových vlastností kapalin jsou reologické stavové rovnice, které vyjadřují vztah mezi deformačním smykovým (tečným, vazkým) napětím τ a deformací kapaliny. Grafickým vyjádřením reologických stavových rovnic jsou tokové křivky. Chováním látek studované vědním oborem reologie lze různé stavy a různé látky popsat reologickými prvky (modely).

Mezi základní reologické prvky patří: [14]

- Tuhá látka (Euklidova hmota) – nepřetváří se, dokonale tuhá
- Tekutá kapalina (Pascalova kapalina)
- Pružná látka (Hookova hmota) – po odlehčení se vrací do původního stavu
- Vazká kapalina (Newtonova kapalina)
- Tvárná látka (St. Venantova látka)
- Vláčná látka

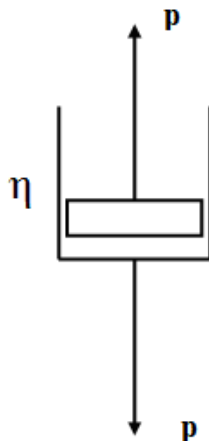
Tekutá kapalina neklade žádný odpor pohybu při jakýchkoli rychlostech a nevznikají v ní žádná napětí a její vazkost je nulová. Používá se při popisu proudění a v úlohách hydrodynamiky. [14]

Vazká kapalina (Newtonova kapalina) má mezi tangenciálním napětím a rychlostí pohybu přímou úměrnost podle rovnice

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

kde τ je tečné (smykové, tangenciální) napětí, η je součinitel tangenciální vazkosti tzv. dynamická viskozita a je to konstanta nezávislá na rychlosti dv , dy je vzdálenost dvou vrstev kapaliny a dv je rychlost.

Reologickým modelem vazké kapaliny je píst s otvory, který se pohybuje ve válci s newtonovskou kapalinou se stálou viskozitou (olej). Jedná se o kapalinový tlumič. Při pohybu pístu ve válci se olej protlačuje otvory z jedné komory do druhé. Tlumič zpomaluje pohyb a brání prudkým otřesům.



Obr. 2: Reologický model vazké kapaliny [14]

2.1 Viskozita

Viskozita je veličina, která se používá pro fyzikální popis tekutin. U pevných látek se jedná o vlastnost, kterou lze prakticky zanedbat.

Viskozita (vnitřní tření) je vlastnost všech reálných kapalin, která se projevuje třením k sobě přiléhajících vrstev kapaliny při jejich vzájemném pohybu. Pohybují-li se sousední vrstvy kapaliny různými rychlostmi, vzniká na jejich rozhraní tečné (smykové) napětí, které brání v pohybu. Pomalejší vrstva je zrychlována a rychlejší je zase zbrzdována. Jejich napětí je vyvoláno vnitřním třením mezi molekulami kapaliny tj. vlastní viskozitou kapaliny. Derivace $\frac{dv}{dy}$ vyjadřuje rychlostní spád ve směru osy y a nazývá se gradientem rychlosti často

označovaných písmenem D (obr. 3). Newton vyslovil předpoklad, že tečné napětí je úměrné rychlostnímu gradientu, což vyjadřuje vztah (2). Tuto formulaci uvedl v roce 1687 anglický fyzik Isaac Newton pro laminární proudění. Tečné napětí tedy způsobuje úhlovou deformaci elementárního objemu tekutiny (obr. 4), tj. deformaci, při které se pomyslné vrstvy kapaliny vzájemně rovnoběžně posunují. Pro definici tečného napětí platí vztah

$$\tau = \frac{F}{S}, \quad (3)$$

kde F je síla udávající rychlost pohyblivé desce a S je plocha desky. Ze vztahu (2) vyplývá, že tečné napětí je přímo úměrné rychlosti pohybující se desky dv a nepřímo úměrné vzdálenosti dy mezi pomyslnými deskami.

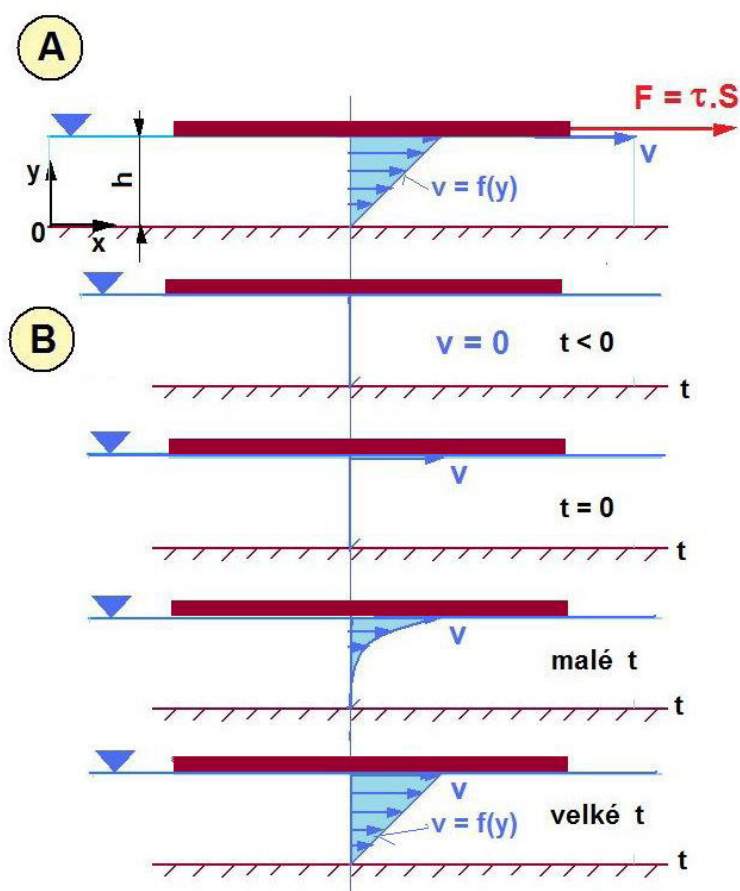
Po dosazení vztahu (3) do (2) dostaneme vztah

$$\frac{F}{S} = \eta \frac{dv}{dy}, \quad (4)$$

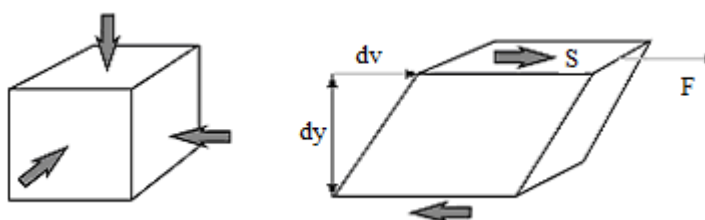
který je další obvyklou formou vztahu (2) a uvádí, že výsledné tečné napětí je přímo úměrné působící síle a nepřímo úměrné viskozitě. Protože je tu vidět jistá podobnost s Newtonovým druhým pohybovým zákonem ($F = m a$), který má tvar

$$F = m \frac{dv}{dt}, \quad (5)$$

se vztah (2) nazývá Newtonův zákon viskozity.



Obr. 3: Vznik smykového napětí a rychlostní profil toku v kapalině



Obr. 4: Deformace elementárního objemu tekutiny

Viskozita kapalin je závislá na teplotě a tlaku. S rostoucí teplotou viskozita klesá, s rostoucím tlakem viskozita vzrůstá. Závislost viskozity kapalin na tlaku je však zanedbatelná a proto se v praxi zanedbává. Pro extrémně velké tlaky viskozita kapalin se zvyšuje.

Viskozita patří mezi transportní jevy. Jde v podstatě o přenos hybnosti mezi sousedními vrstvami kapaliny a je realizovaný prostřednictvím molekul kapaliny. Jak se teplota kapaliny zvyšuje, zvětšuje se průměrná rychlost molekul v této kapalině. To znamená, že klesá doba, kdy jsou molekuly ve vzájemném kontaktu. Důsledkem poklesu průměrné rychlosti molekul je, že klesají průměrné mezimolekulární síly. Pokles viskozity s teplotou je způsoben zvýšenou tepelnou energií molekul, která zvyšuje intenzitu přeskočení molekul. Tento proces je procesem tepelně aktivovaným, proto můžeme změnu viskozity s teplotou vyjádřit vztahem

$$\eta = C e^{\frac{E_A}{kT}}, \quad (6)$$

kde E_A je aktivační energie viskózního toku. Tuto aktivizační energii je nutné dodat molekulám kapaliny na to, aby se mohla přesunout z jedné rovnovážné polohy do jiné sousední rovnovážné polohy. Její hodnota je řádově 10^{-20} J . k je Boltzmanova konstanta, T je termodynamická teplota a C je konstanta. Tato rovnice umožňuje určit z měření viskozity aktivační energii toku. Tuto rovnici lze snadno zlinearizovat do tvaru

$$\ln \eta = A + \frac{B}{T}, \quad (7)$$

kde T je termodynamická teplota v Kelvinech, A a B jsou materiálové konstanty.

Definice dynamické viskozity

Dynamická viskozita vyjadřuje sílu, která je nutná, aby se uvnitř kapaliny vrstva o jednotkové ploše pohybovala ve své rovině jednotkovou rychlostí proti druhé rovnoběžné vrstvě vzdálené 1 m. Jednotkou dynamické viskozity je tedy $\text{N m}^{-2} \text{ s} = \text{Pa s}$, což je viskozita laminárního proudění kapaliny, v níž gradient rychlosti 1 s^{-1} napříč proudem vzniká tečné napětí 1 Pa. Další jednotkou často používanou v praxi je Poise, který má zkratku 1 P a odpovídá viskozitě 0,1 Pa s.

Tekutost

Převrácená hodnota dynamické viskozity se nazývá fluidita (tekutost). Tekutost je schopnost látky téct, neboli částice tekutých látek se mohou vůči sobě relativně snadno pohybovat. Míra tekutosti je viskozita, která je definována výše. Tekutost se vypočítá vztahem

$$\varphi = \frac{1}{\eta}. \quad (8)$$

Kinematická viskozita

Kinematická viskozita je mírou odporového toku kapaliny pod vlivem gravitace. Tato fyzikální veličina se označuje řeckým symbolem ν (řecké písmeno ný). Jedná se o vztah mezi dynamickou viskozitou η a hustotou ρ kapaliny, který má tvar:

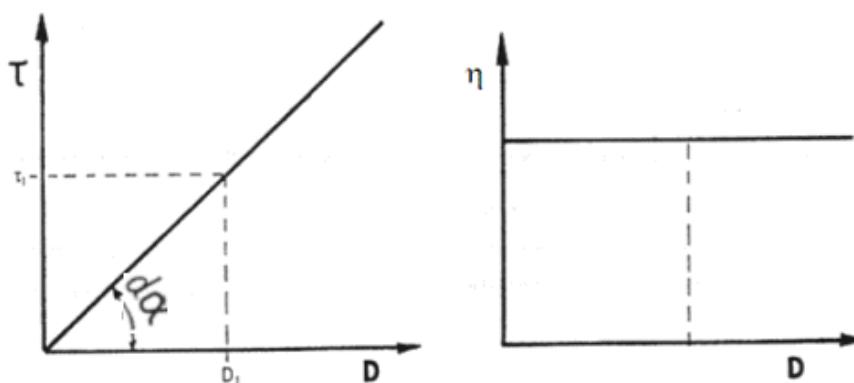
$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (9)$$

Jednotkou kinematické viskozity je $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ a představuje kinematickou viskozitu kapaliny s hustotou 1 kg m^{-3} , jejíž dynamická viskozita je 1 Pas . Další jednotkou v praxi často používanou je Stoke se zkratkou $1 \text{ St} = 10^{-4} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$

Viskozita pro newtonovské a ne-newtonovské kapaliny

Viskozita newtonovských kapalin nezávisí na tečném napětí a jejich toková křivka je znázorněna na obr. 5 a z tokové křivky vyplývá pro viskozitu následující vztah

$$\eta = \text{tg}(d\alpha). \quad (10)$$



Obr. 5: Toková a viskozitní křivka newtonské kapaliny

Newtonův vztah (2) platí pro většinu kapalin, které se označují jako newtonovské kapaliny a zpravidla to jsou nízkomolekulární látky. Výjimku činí kapaliny ne-newtonovské, které se tímto vztahem neřídí. Tyto kapaliny jsou reologicky složitější a obsahují shluky většího počtu molekul (koloidní roztoky, emulze, roztoky, taveniny polymerů, suspenze, různé pasty, apod.). Platí pro ně analogický vztah s Newtonovým vztahem ve tvaru

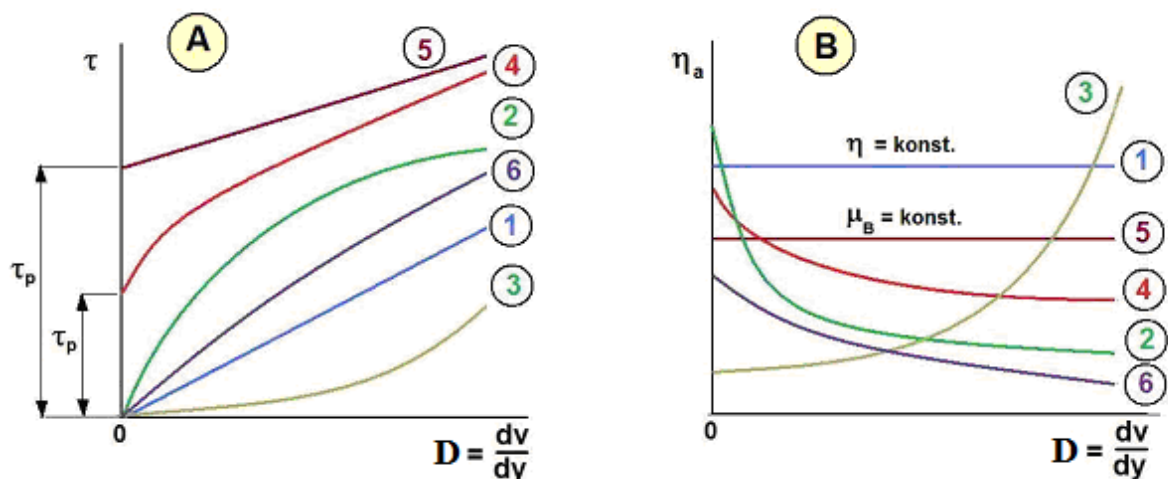
$$\tau = \eta_{zd} \frac{dv}{dy} = \eta D, \quad (11)$$

kde η_{zd} je tzv. zdánlivá viskozita, která není materiálovou konstantou, ale závisí na rychlosti deformace nebo tečném napětí a písmenem D se značí gradient rychlosti.

U ne-newtonovských kapalin existuje k popisu vnitřního tření molekul více součinitelů, které označujeme jako reologické parametry. Počet součinitelů vnitřního tření je tím dáno o jaký ne-newtonovský model kapaliny se jedná. Zdánlivá viskozita nemusí být nutně konstantní v celém rozsahu gradientu rychlostí D a je definována následujícím vztahem

$$\eta_{zd} = \frac{\tau(D)}{D}. \quad (12)$$

K charakterizaci toku ne-newtonovských kapalin je nutno znát průběh závislosti $\eta = \eta(D)$ v širším intervalu D . Na následujícím obrázku jsou znázorněny průběhy tokových a viskózních křivek (zdánlivá viskozita) pro různé druhy ne-newtonovských kapalin. Tokové křivky se nazývají reogramy.



Obr. 6: Reogramy a zdánlivá viskozita vybraných neneutronských kapalin [10]

Popis obrázku (obr. 6):

A – reogram – závislost tečného napětí na gradientu rychlosti D ;

B – zdánlivá viskozita neneutronovské kapalina;

1. pseudoplastická kapalina;
2. dilatantní kapalina;
3. skutečná plastická kapalina;
4. Binghamova – ideálně plastická kapalina;

2.2 Hustota

Hustota (měrná hmotnost) ρ je fyzikální veličina, která je rovna poměru hmotnosti elementární částice tekutiny dm k jejímu elementárnímu objemu dV , v němž hustotu určíme

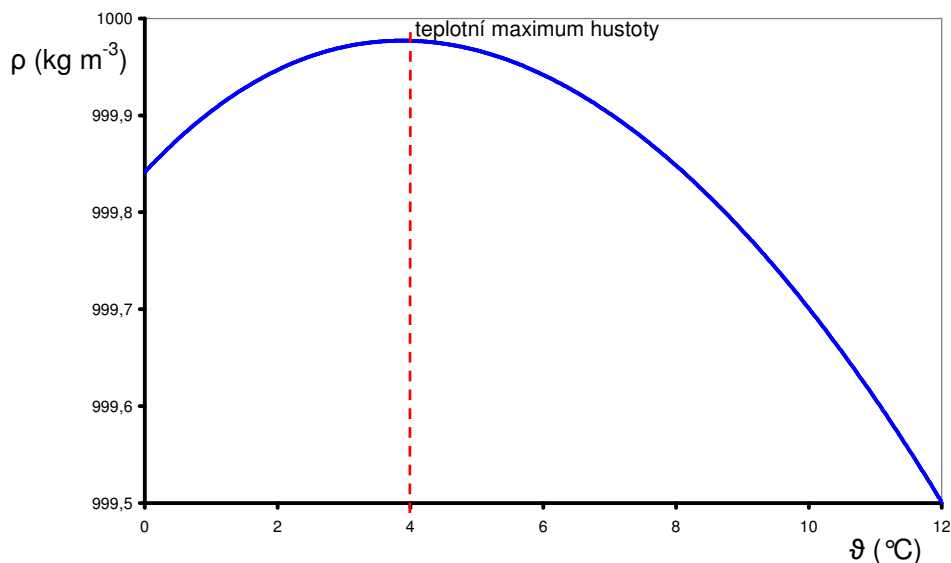
$$\rho = \frac{dm}{dV}. \quad (13)$$

Vyjadřuje vlastnost látky, která je daná jejím složením a nezávisí na místě měření, ale na fyzikálních podmínkách. Hustota kapalin se mění s tlakem a teplotou. Kapaliny mají schopnost zmenšovat svůj objem při zvyšování tlaku a můžeme definovat jejich objemovou stlačitelnost. Měřením je možné stanovit hustotu látek všech tří skupenství – kapalně, plynně a pevně. Jednotkou hustoty je $1 \text{ g cm}^{-3} = 10^{-3} \text{ kg m}^{-3}$. Převrácená hodnota hustoty je měrný objem v :

$$v = \frac{1}{\rho} = \frac{dV}{dm} \quad (14)$$

a jednotkou je $\text{m}^3 \text{ kg}^{-1}$.

Voda je jedinou kapalinou, u které dochází k nárůstu hustoty do svého maxima 4°C . Po dosažení tohoto maxima hustota vody s rostoucí teplotou standardně klesá. Tomuto jevu říkáme tzv. teplotní anomálie vody. Důsledkem je, že led má menší hustotu než voda. To znamená, že led plave na hladině vody.



Obr. 7: Teplotní závislost hustoty vody

3 Metody měření viskozity

K měření viskozity se využívají viskozimetry založené na odlišných fyzikálních principech a konstrukci. Rozeznáváme tyto viskozimetry:

- průtokové (kapilární)
- rotační
- vibrační
- tělískové

3.1 Průtokové (kapilární) viskozimetry

Průtokové viskozimetry jsou založeny na principu měření tlakové ztráty v kapiláře při laminárním proudění kapaliny kapilárou. Stanovení viskozity vychází z Hagen-Poiseuillova zákona, podle kterého platí vztah pro dynamickou viskozitu

$$\eta = \frac{\pi r^4}{8l Q_v} \Delta p = \frac{\pi r^4 t}{8l V} \Delta p, \quad (15)$$

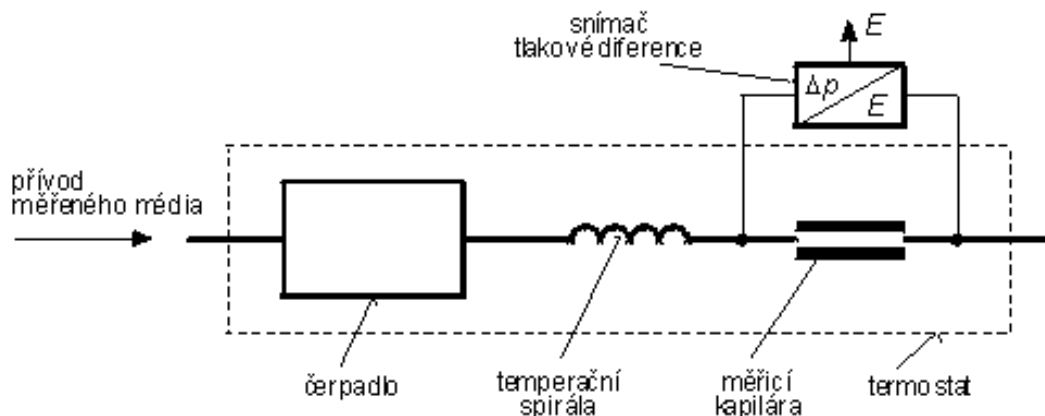
kde r je poloměr kapiláry, l je její délka, Q_v je objemový průtok za jednotku času, Δp je tlaková diference (rozdíl), t je doba toku kapaliny a V je objem proteklé kapaliny.

Tlakový rozdíl Δp je daný hydrostatickým tlakem kapaliny v kapiláře, který je úměrný hustotě kapaliny. Za předpokladu konstantního průtoku a pro kapiláru daných rozměrů pak platí vztah pro viskozitu:

$$\eta = k \Delta p, \quad (16)$$

kde k je konstanta daného viskozimetru.

Na následujícím obrázku je schematické uspořádání kapilárního viskozimetru. Základní podmínkou pro jeho správnou funkci je konstantní průtok kapilárou, který je zajišťován čerpadlem. Dále je nutno udržovat konstantní teplotu, což je provedeno termostatem. Vhodný snímač tlakové difference poskytuje na výstupu unifikovaný elektrický signál pro dálkový přenos údaje. Průtokový viskozimetr na obr. 8 slouží pro měření dynamické viskozity.



Obr. 8: Principiální schéma průtokového viskozimetru

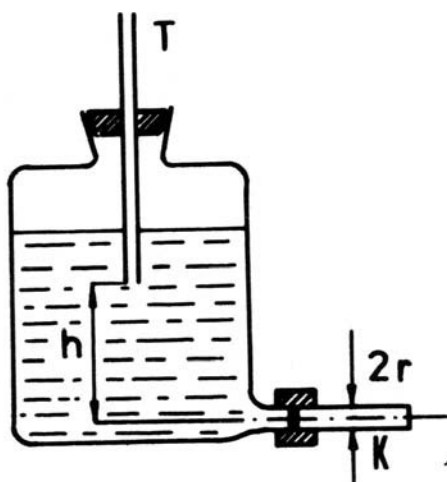
Mezi kapilární viskozimetry patří experimentální měřicí zařízení v podobě Mariotteovi lahve a Ubbelohdeův viskozimetr.

Mariotteova lahev

Mariotteova lahev je určena pro měření dynamické viskozity. Konstrukce láhve zaručuje, že kapalina vytéká kapilárou pod stálým přetlakem, který je dán rovnicí

$$p = h \rho g, \quad (17)$$

kde h je výšková odlehlost mezi spodním koncem trubice T a osou kapiláry K, ρ je hustota a g je tíhové zrychlení.



Obr. 9: Princip a příklad Mariotteovi lahve

Dynamická viskozita se počítá s pomocí Hagen-Poiseuillova zákona (15). Jde o dosazení vzorce (17) do vzorce (16), potom je vztah pro dynamickou viskozitu následující

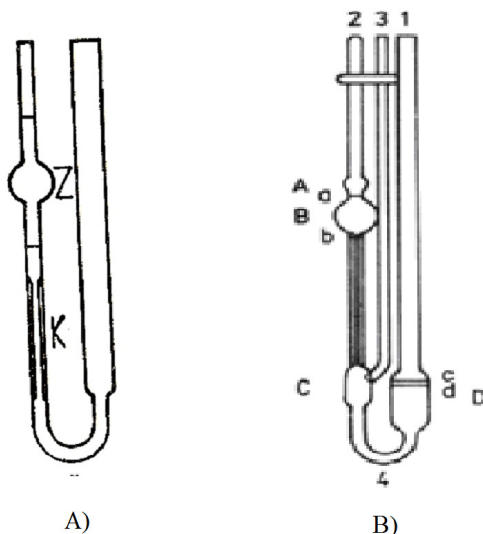
$$\eta = K h \rho g , \quad (18)$$

kde K je konstanta Mariotteovi lahve. Konstanta zahrnuje délku a poloměr kapiláry, čas výtoku měřené kapaliny, výškovou odlehlost mezi spodním koncem trubice T a osou kapiláry K , hustotu kapaliny a tíhové zrychlení. Láhev je vyrobena z duranového skla, která má vypouštěcí otvor u dna. Dále obsahuje dvě gumové zátky s otvorem na trubici a kapiláru.

Ubbelohdeho viskozimetr

Ubbelohdeho viskozimetr je určen pro měření kinematické viskozity. Skládá se z několika částí. Hlavní částí je svislá měrná kapilára spojující baňku B s baňkou C . Kapalina se nechá protékat mezi značkami a , b , tím je zaručen, že kapilárou po každé proteče stejný objem kapaliny. Viskozimetr je pro rychlejší manipulaci opatřen nádobkou D , plnicí trubicí 1 a zavzdušňovací trubicí 3 . Do viskozimetru se trubicí 1 nalije tolik vzorku, aby hladina v nádobě D byla mezi značkami plnění, tj. mezi značkami c , d . Po zahřátí vzorku na požadovanou teplotu se nasadí na konec trubice 2 hadice s balónkem. Balónek se stiskne a uzavře se přívod vzduchu do trubice 3 . Uvolněním stisku balónku se nasává měřená kapalina nad značku a , nejvýše však do poloviny objemu baňky A . Potom se odpojí balónek a uvolní zavzdušňovací otvor trubice 3 . Vzorek se nechá volně stékat kapilárou a měří se doba průchodu hladiny kapaliny mezi značkami a , b . Kromě balónku je k dispozici i pístová pumpička.

K – kapilára,
 Z – zásobník pro měřenou
kapalinu;



Obr. 10: A) Ostwaldův viskozimetr; B) Ubbelohdeho viskozimetr

Pro výpočet kinematické viskozity se využívá vztah

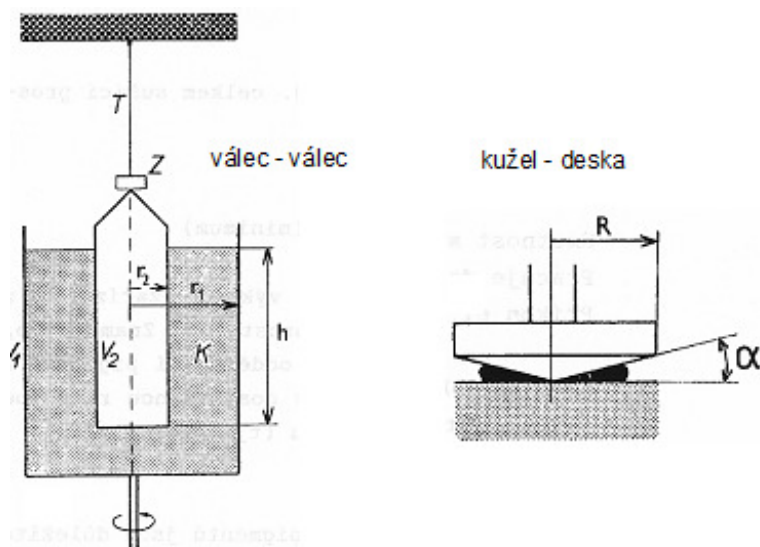
$$\nu = K t , \quad (19)$$

kde K je kalibrační konstanta přístroje určená měřením kapaliny známé viskozity η a známé hustoty ρ , t je doba průtoku kapaliny mezi ryskami a , b . Konstanta K je udána ve zkušebním listu používaného viskozimetru.

3.2 Rotační viskozimetr

Princip rotačních viskozimetrů spočívá v určení viskozity ze síly potřebné pro otáčení předmětu v měřené kapalině. Tento předmět je ponořen v této kapalině a může mít tvar válce nebo kužele. Uvedené uspořádání viskozimetru umožňuje měřit viskozitu kapalin jak newtonovských tak i ne-newtonovských, neboť umožňují měřit úhel pootočení (úměrný napětí) v závislosti na rychlosti otáčení (úměrná rychlosti deformace).

Rotační viskozimetry existují ve dvou základních provedeních. První provedení představuje rotační viskozimetr se dvěma souosými válci V_1 a V_2 a druhé provedení viskozimetru využívá uspořádání kužel-deska. Uvedené rotační viskozimetry se vyskytují v mnoha praktických provedeních, záleží na tom, jaký válec se otáčí a který je v klidu. V případě uspořádání kužel-deska, zda se otáčí kužel nebo deska. Na sledujícím obrázku je zobrazen viskozimetr se dvěma souosými válci s otáčejícím se vnějším válcem V_1 a viskozimetr s uspořádáním kužel-deska s otočným kuželem.



Obr. 11: Schéma základních typů uspořádání rotačních viskozimetrů [17]

V případě rotačního viskozimetru se dvěma souosými válci se měřená kapalina nachází mezi těmito dvěma válci a na obrázku (obr. 11) je označena písmen K. Vnější válec V_1 je uveden do rotačního pohybu stálou úhlovou rychlostí a pro zjištění viskozity se měří moment síly, který působí na vnitřní válec V_2 . K uvedení do pohybu slouží motorek, ke kterému je válec V_1 připojen pomocí hřídele. Pokud jsou známy poloměry válců r_1 a r_2 , úhlová rychlost ω , moment síly M a výška smýkané vrstvy h , dynamická viskozita se vypočítá následujícím vztahem

$$\eta = \frac{M \left(\frac{1}{r_1^2 - r_2^2} \right)}{4 \pi h \omega} = K \frac{M}{\omega}, \quad (20)$$

kde K je přístrojová konstanta.

Viskozimetr s uspořádáním kužel-deska se hodí pro měření viskóznějších kapalin. Měřená kapalina je umístěna mezi dvě plochy, které tvoří deska a kužel. Výhoda viskozimetru

spočívá v úzké štěrbině pro měřenou kapalinu a to znamená, že je potřeba malé množství kapaliny. Což má výhodu tehdy, kdy je zapotřebí měřit viskozitu v závislosti na teplotě, protože se kapalina bude lépe vyhřívat. Měřená kapalina je podrobena konstantní rychlosti smykové deformace. Vztah mezi smykovým napětím τ a momentem síly M je

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3}, \quad (21)$$

kde R je poloměr podstavy kužele. Pro gradient rychlosti tohoto viskozimetru platí vztah

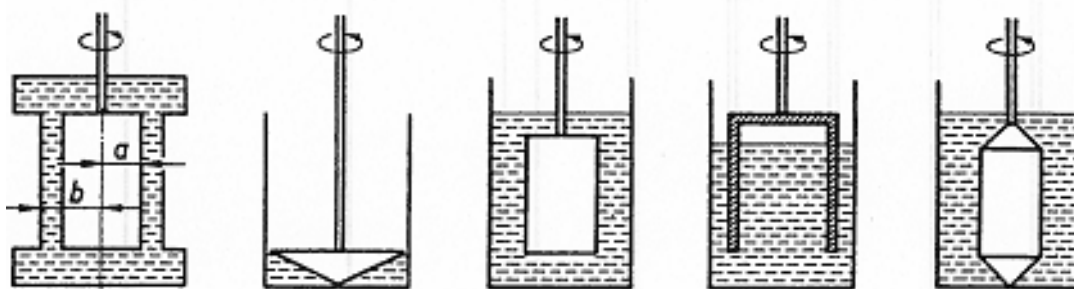
$$D = \frac{\omega}{\alpha}, \quad (22)$$

kde α je úhel štěrbiny v radiánech. Úpravou a dosazením úpravou (21) a (22) do definičního vztahu pro viskozitu (2) je vztah pro výpočet dynamické viskozity rotačního viskozimetru s uspořádáním kužel-deska následující

$$\eta = \frac{\tau}{D} = \frac{3M\alpha}{2\pi R \omega^3} = K \frac{M}{\omega}, \quad (23)$$

kde K je konstanta toho viskozimetru.

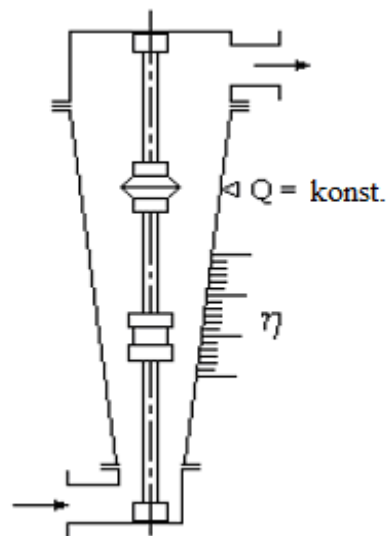
Na následujícím obrázku jsou zobrazeny různé uspořádání rotačních viskozimetrů. Každý tento typ má různé přednosti a rozsah a hodí se pro různé struktury měřících kapalin.



Obr. 12: Různé uspořádání rotačních viskozimetrů [17]

3.3 Plovákový viskozimetr

Plovákové viskozimetry jsou založeny na obdobném principu jako viskozimetry rotační. Kuželovitou trubicí protéká konstantní množství měřené kapaliny. Trubice obsahuje dva plováčky, horní plováček má ostrou hranu v místě nejvyšší rychlosti a není citlivý na změnu viskozity. Tento plováček zajišťuje konstantní průtok kapaliny Q , potom poloha dolního plováčku je úměrná viskozitě měřené kapaliny.



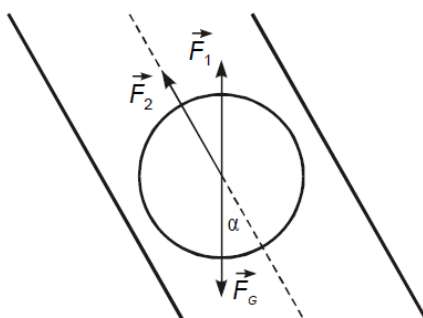
Obr. 13: Náčrtek plovákového viskozimetru [25]

3.4 Tělískové viskozimetry

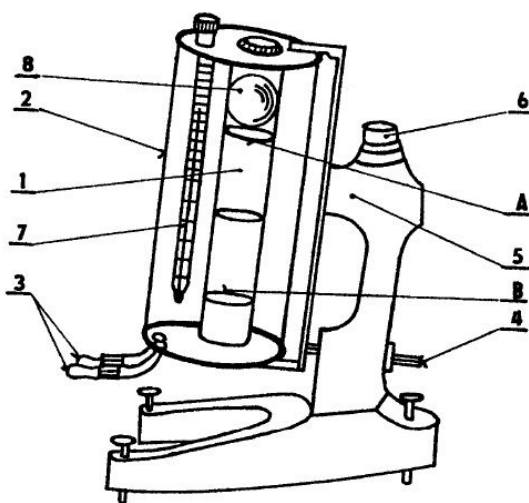
Tělískové viskozimetry vycházejí z metody měření viskozity pomocí padající kuličky. Jejich princip je založen na měření času padající kuličky ve svislé či šikmé trubici. Časový interval pro danou vzdálenost je úměrný viskozitě kapaliny. Proces měření je periodický a i když jej lze zautomatizovat, nejsou přístroje tohoto typu vhodné pro provozní účely. Tyto viskozimetry mohou být použity jen pro měření viskozity newtonovských kapalin.

Častou variantou tělískových viskozimetrů je Höpplerův viskozimetr. Viskozita je u něj zjišťována Stokesovou metodou jako u jiných tělískových viskozimetrů. Dynamická viskozita se určuje z rychlosti pohybu kuličky v měrné trubici, naplněné zkoumanou kapalinou. Trubice je obklopena válcovým pláštěm, kterým protéká temperační kapalina (většinou voda), udržovaná na požadované teplotě. Měrná trubice je odkloněna od svislé osy o úhel 10° a opatřena značkami mezi kterými je měřen čas pádu kuličky, která trubicí padá příslušnou rychlostí. Při měření je volena taková kulička, aby její pohyb mezi značkami byl rovnoměrný. Na kuličku působí tři síly v podobě tíhové síly F_G , vztlakové síly F_1 a síly odporu prostředí F_2 (obr. 14). Při uvážení jejich směrů a sklonu měrné trubice pro jejich složky ve směru pohybu platí

$$F_G \cos \alpha - F_1 \cos \alpha - F_2 = 0. \quad (24)$$



Obr. 14: Schéma sil působících na kuličku



Obr. 15: Konstrukční uspořádání Höpplerova viskozimetru

Popis schematického uspořádání Höpplerova viskozimetru:

1. měrná trubice viskozimetru (naplněná měřenou kapalinou)
2. termostatický skleněný plášť viskozimetru
3. přípojky k termostatu
4. aretační kolík
5. otočný čep
6. libela
7. teploměr
8. měřicí tělísko – kulička
9. A, B – horní a dolní ryska

Tíhová síla se vypočítá ze vztahu

$$F_G = m g = V \rho_K g , \quad (25)$$

pro vztlakovou sílu platí vztah

$$F_1 = V \rho g \quad (26)$$

a vztah pro sílu odporu prostředí podle Stokesova zákona je následující

$$F_2 = 6 \pi \eta r v . \quad (27)$$

Dosazením vztahů (25), (26) a (27) do vztahu (24) a jeho následnou úpravou vznikne vztah pro stanovení hodnoty dynamické viskozity pro Höpplerův viskozimetr ve tvaru

$$\eta = \frac{V g (\rho_K - \rho) \cos \alpha}{6 \pi r v} = K (\rho_K - \rho) t , \quad (28)$$

kde je ρ_K hustota kuličky, ρ je hustota měřené kapaliny, r je poloměr kuličky, t je doba pohybu kuličky mezi značkami na viskozimetru (A-B) a K je konstanta pro daný poloměr kuličky.

3.5 Vibrační viskozimetr

Princip vibračních viskozimetrů je založen na tlumeném kmitání tělesa, které je umístěno ve viskózní kapalině. Mohou nastat dva případy, v první se jedná o nevynucené tlumené kmitání, které je popsáno rovnicí

$$\ddot{y} + 2b\dot{y} + \omega_0 y = 0 \quad (29)$$

nebo v druhém případě se jedná o vynucené tlumené kmitání, které je charakterizováno rovnicí

$$\ddot{y} + 2b\dot{y} + \omega_0 y = \frac{F}{m} \sin \omega t , \quad (30)$$

kde b je součinitel tlumení, který v případě laminárního proudění kapaliny je lineární funkcí kinematické viskozity ν :

$$b \approx k\nu. \quad (31)$$

K měření viskozity je možné použít různé tělíska různých geometrických tvarů prostřednictvím nich je měřen útlum způsobený viskózní kapalinou. Pro měření viskozity mohou nastat v zásadě 3 přístupy: [10]

1. měří se příkon oscilace s konstantní amplitudou a konstantní frekvencí
2. měří se doba útlumu po vypnutí přístroje
3. měří se rezonační frekvence

3.5.1 Vibro viscometer SV

Na obrázku (obr. 16) je znázorněno uspořádání měřicí části vibračního viskozimetru. Snímací destičky jsou ponořeny ve vzorku kapaliny a kmitají šipkami vyznačeným směrem, tedy proti sobě. Snímací destičky jsou spojeny s pružinovou destičkou, která vibruje s jednotnou frekvencí. Tyto kmity jsou buzeny elektromagnetem, který je součástí elektromagnetického pohonu. Amplituda se mění v závislosti na velikosti třecí síly, která vzniká mezi snímací destičkou a vzorkem kapaliny. Vibrační viskozimetr ovládá řídicí elektrický proud vibrující pružinové destičky za účelem vytvoření jednotkové amplitudy. Řídicí síla odpovídající viskozitě je přímo úměrná součinu viskozity a hustoty měřeného vzorku kapaliny. Když vibruje pružinová destička s konstantní frekvencí, je vytvořena jednotková amplituda pro vzorky s rozdílnou viskozitou, řídicí elektrický proud je také přímo úměrný součinu viskozity a hustoty každého vzorku. Při měření vibračním viskozimetrem je fyzikální veličina viskozita detekována jako součin viskozity a hustoty. Hodnota součinu viskozity a hustoty je zobrazena přímo na displeji přístroje jako zdánlivá viskozita. Absolutní hodnotu dynamické viskozity je možné vypočítat ze vztahu:

$$\eta = \frac{\eta_{zdn}}{\rho}, \quad (32)$$

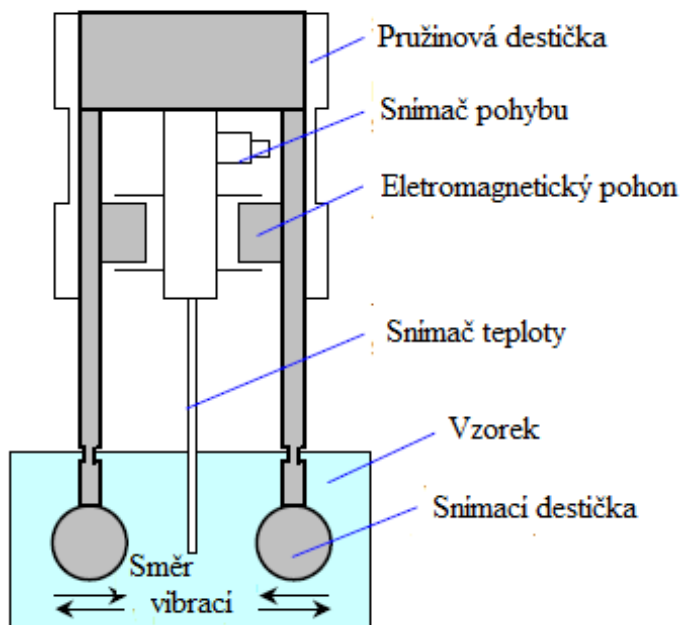
kde η_{zdn} je zdánlivá viskozita odpovídající součinu viskozity η a hustoty ρ měřené kapaliny.

Výše uvedený popis se týká vibračního viskozimetru se sinusovou křivkou firmy A&D. Vibrační viskozimetr firmy A&D je navržen pro citlivé měření viskozity poskytující široký dynamický rozsah a vysoké rozlišení. Rezonance detekčního systému odpovídá frekvenci kmitů 30 Hz a amplituda kmitů je nižší než 1 mm. Firma A&D vyrábí vibrační viskozimetr ve třech sériích dle měřících rozsahů:

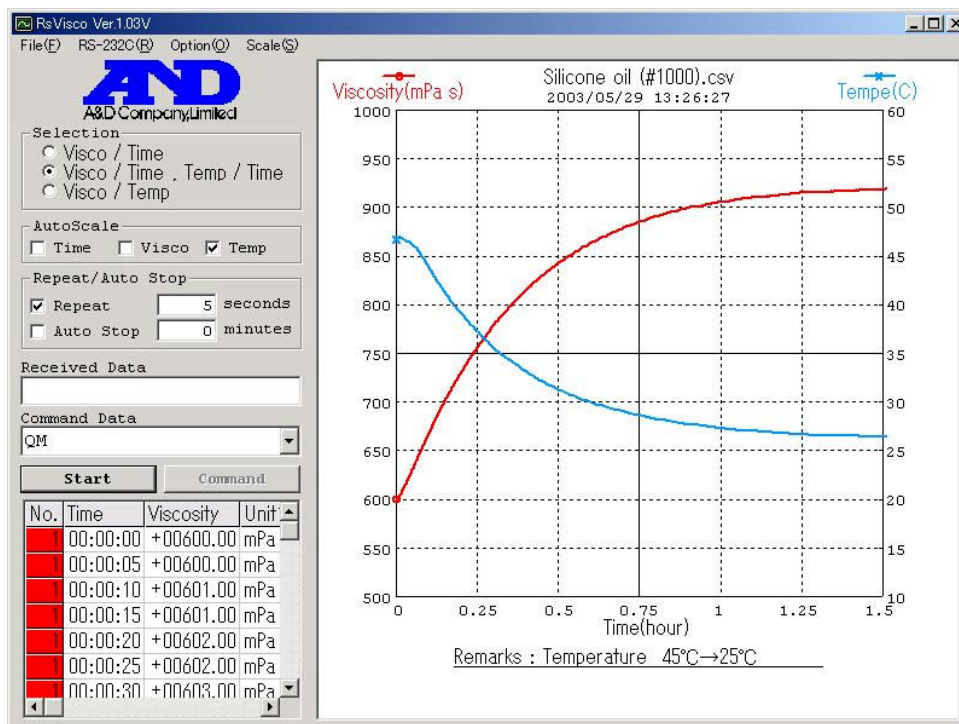
- SV-1A s měřícím rozsahem 0,3 mPa s až 1000 mPa s
- SV-10A s měřícím rozsahem 0,3 mPa s až 10 000 mPa s
- SV-100A s měřícím rozsahem 1 Pa s až 100 Pa s

Výše uvedené série vibračních viskozimetrů jsou schopny měřit v těchto měřících rozsazích s vysokou opakovatelností a stabilitou. Přesnost měření je $\pm 3\%$ z měřené hodnoty a opakovatelnost je $\pm 1\%$. Široký dynamický rozsah umožňuje měření změn viskozity v tixotropních procesech, během kterých se kapalina mění na gel ze solu (koloidní roztoky) nebo měření viskozity ve vytvrzovacích procesech pryskyřic, lepidel nebo barev, které nemohou být nepřetržitě měřeny s konvenčními rotačními viskozimetry.

Měření s viskozimetrem série SV-A je prováděno přes program Win-CT viscosity. Vibrační viskozimetr je připojen přes sériový port k počítači. Program umí vytvářet grafy týkající se viskozity a teploty v reálném čase. Dále program zapisuje měřené hodnoty do tabulkového editor MS Excel. Náhled na okno programu je zobrazen na obrázku (obr. 17).



Obr. 16: Detekční systém vibračního viskozimetru [29]



Obr. 17: Náhled na okno programu Win-CT viskozity [29]

Kalibrace vibračního viskozimetru SV

Tento viskozimetr umožňuje kalibraci pomocí dvou metod. První je jednobodová metoda a druhá je dvoubodová metoda. Pro kalibraci je vhodné použít kapaliny, které jsou viskozitní standardy. Je však možné provádět kalibraci s jakoukoliv kapalinou, u které známe viskozitu pro konkrétní teplotu.

Dvoubodovou kalibraci je vhodné použít při širokém rozsahu měření, v tomto případě se doporučuje použít viskozitní standart s vysokou a nízkou viskozitou.

U viskozimetru typu SV-10A je možné provést zjednodušenou kalibraci pomocí čisté vody, která se provádí stisknutím jednoho tlačítka a viskozimetr se sám vyhodnotí dynamickou viskozitou čisté vody.

Kalibraci je možné provádět s viskozitním standardem, u kterého je známa dynamická viskozita η a kinematická viskozita ν nebo s viskozitním standardem u kterého je známa dynamická viskozita η a hustota ρ .

Příklad kalibrace 1:

Prvním příkladem kalibrace je, když je známa kinematická viskozita $\nu = 1011 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ a dynamická viskozita $\eta = 889 \text{ mPa}$ s kalibračního roztoku při požadované konstantní teplotě, v tomto případě při $\vartheta = 20^\circ\text{C}$. Protože viskozimetr na displeji ukazuje měřenou hodnotu tzv. zdánlivou viskozitu, která odpovídá součinu ρ a η (vztah (32)) a hustota kalibračního roztoku je neznámá, je nutné provést substituci hustoty podle vztahu (9), potom bude pro kalibrační hodnotu, kterou je nutné zadat do viskozimetru, platit vztah:

$$\rho\eta = \frac{\eta^2}{\rho} = \frac{889^2}{1011} = 781 \text{ mPa s.} \quad (33)$$

Příklad kalibrace 2:

Tento případ kalibrace je jednodušší, protože je známa hustota $\rho = 0,878 \text{ g cm}^3$ a dynamická viskozita $\eta = 889 \text{ mPa}$ s kalibračního roztoku při požadované konstantní teplotě, v tomto případě při $\vartheta = 20^\circ\text{C}$. Viskozimetr ukazuje měřenou hodnotu jako součin ρ a η , proto pro kalibrační hodnotu pro zadáním viskozimetru platí:

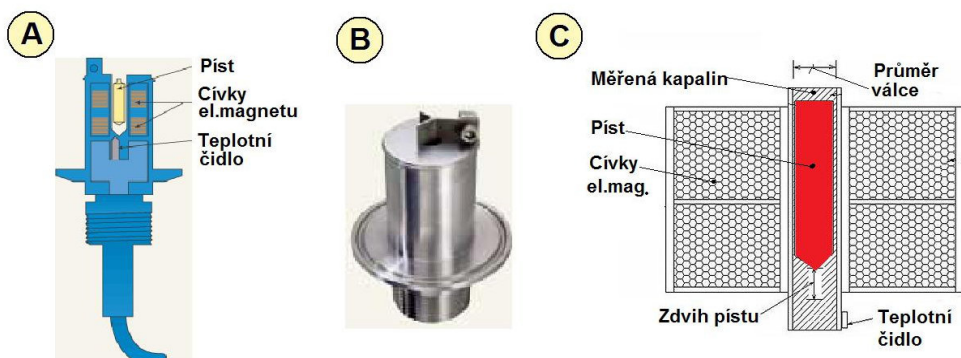
$$\rho\eta = 889 \cdot 0,878 = 781 \text{ mPa s.} \quad (34)$$

3.5.2 Cambridge viscometer

Tento vibrační viskozimetr používá k měření jednu pohyblivou část, kterou je píst. Píst je umístěn v malé měřicí komoře, kam se umístí měřená kapalina. Píst je řízen konstantní elektromagnetickou silou, díky které se pohybuje sem a tam. Elektromagnetická síla je vytvořena dvěma elektromagnetickými cívkami. Pohyb pístu je tlumen měřenou kapalinou a měřicí obvody vyhodnocují čas respektive rychlost pohybu pístu v měřicí komoře. Tato rychlost je ovlivněna měřenou kapalinou respektive její viskozitou. To znamená, že absolutní viskozita je korelována jako rychlost pohybu pístu. Dále má tento viskozimetr vestavěné teplotní čidlo, které snímá aktuální teplotu v měřicí komoře.

Oscilační pohyb pístu umožňuje měřit viskozitu v širokém rozsahu 0,2 až 20 000 cP (1 P = 0,1 Pa s). Viskozimetr potřebuje k měření malý vzorek kapaliny, což je několik cm^3 i méně. Měření je realizovatelné pro teploty v rozsahu -30°C až 190°C a pro tlak desítek MPa.

Měření probíhá v automatickém režimu, viskozimetr se vyznačuje vysokou přesností a opakovatelností měření. Viskozimetr Cambridge je vyráběn v mnoha variantách a je tedy schopen pokrýt široký rozsah možných aplikací a to jak v laboratořích, tak i při provozních měřeních.



Obr. 18: Vibrační viskozimetr Cambridge [10]

A – řez viskozimetrem, B – foto snímače, C – řez elektromagnetem

3.6 Kalibrační kapaliny (Viskozitní standardy)

Viskozitní standardy jsou newtonovské kapaliny a to speciálně vyčištěné a upravené minerální oleje nebo syntetické kapaliny, které mají přesně změřenou dynamickou viskozitu při konkrétní teplotě (obvykle 20°C) s chybou menší než 1%. Hodnota této viskozity je garantována výrobcem po stanovenou dobu. Výrobci těchto kapalin udávají i přesnou hodnotu hustoty (měrné hmotnosti). To znamená, že lze určit i kinematickou viskozitu. K těmto standardům lze od výrobců za příplatek získat kalibrační certifikát NITS (Národní institut pro normalizaci a technologie) měrných vlastností. Viskozitní standardy mohou sloužit pro kontrolu viskozimetrů v laboratořích i průmyslových zařízeních, a to kapilárních, kuličkových, rotačních a vibračních. Dodávají se obvykle v baleních 50 nebo 500 ml a doporučuje se jejich jednorázové použití. Cena jednoho standardu se pohybuje okolo 2600Kč. Kalibrační kapaliny existují dvou typů:

- Silikonové viskozitní standardy - přesnost $\pm 1\%$; výborná teplotní stabilita; standardy kalibrované na speciální hodnoty viskozity a teploty na vyžádání; 11 základních silikonových standardů kalibrovaných při 25°C s nominálními viskozitami (5 až 100 000 mPa.s (balení 500 ml))

Typ	Materiál	Nominální viskozita cP [mPa.s]
5 cps	silikon	5
10 cps	silikon	10
50 cps	silikon	50
30 000 cps	silikon	30 000
60 000 cps	silikon	60 000
100 000 cps	silikon	100 000



Obr. 19: příklad silikonových kalibračních standardů

- Minerální oleje - přesnost $\pm 1\%$; doporučené pro použití při smykových rychlostech vyšších jak 500 s^{-1} ; doporučené pro kalibraci viskozimetrů kužel-deska při viskozitách nad $5000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$; do poručené pro kalibraci viskozimetrů Brookfield CAP a KU-2+



Obr. 20: Viskozitní standard jako minerální olej

4 Metody měření hustoty

Protože je hustota kapalin teplotně závislá veličina, je nutné měřit s každou měřenou hodnotou hustoty také teplotu měřené kapaliny. V případě měření hustoty pomocí ponorných tělísek je nutné zkontrolovat, zda na těchto tělíscích neulpěly vzduchové bublinky, což by přispělo k chybnému výsledku měření.

Hustotu kapalin lze měřit různými způsoby. Tyto metody vychází ze základních fyzikálních principů. Mezi nejznámější a nejčastěji používané metody pro měření hustoty kapalin patří:

- pyknometrická metoda
- metoda ponorného tělíska:
 - Mohrovi (Archimédovy) váhy (vztlaková metoda)
 - hustoměry (aerometry)
- Provozní snímače hustoty kapalin

4.1 Pyknometrická metoda

Používá se při určování neznámé hustoty ρ látky na základě porovnání stejného objemu této látky a látky se známou hustotou ρ_2 . Při správném a přesném dodržení pracovního postupu je to velmi přesná metoda měření.

Princip pyknometrické metody vychází ze skutečnosti, že poměr stejného objemu měřené a srovnávací kapaliny je stejný jako poměr jejich hustot. Tento poměr vyjadřuje vztah:

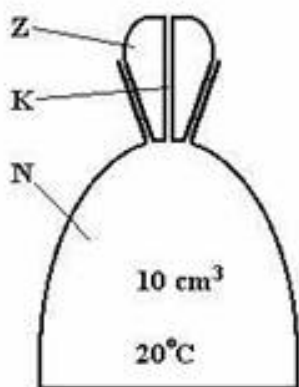
$$\frac{\rho_3 - \rho_v}{\rho_2 - \rho_v} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1}, \quad (35)$$

kde m_1 = hmotnost prázdného pyknometru na vzduchu, m_2 = hmotnost pyknometru se známou hustotou srovnávací kapaliny, m_3 = hmotnost pyknometru s měřenou kapalinou, ρ_3 = hustota měřené kapaliny, ρ_2 = hustota srovnávací kapaliny a ρ_v = hustota vzduchu.

Postup měření s pyknometrem je následující. Prvním krokem je naměření hmotnosti prázdného a dobře vysušeného pyknometru, v druhém kroku je nutné naplnit pyknometr srovnávací kapalinou a změřit jeho hmotnost – při plnění nesmí v pyknometru zůstat žádné vzduchové bubliny. Po uzavření pyknometru zátkou vyteče přebytečná kapalina kapilárou, čímž dosáhneme velmi přesného objemu kapaliny. Posledním krokem po důkladném vymytí a vysušení pyknometru je jeho naplnění měřenou kapalinou a změření jeho hmotnosti. Po dosazení změřených a známých hodnot do následující rovnice je možné vypočítat hustotu měřené kapaliny.

$$\rho_3 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1}(\rho_2 - \rho_v) + \rho_v. \quad (36)$$

Pyknometr je zpravidla „hruškovitá“ skleněná baňka s plochým dnem uzavíratelná zabroušenou skleněnou zátkou, která má uprostřed kapiláru. Obvykle je kalibrovaný na určitý objem kapaliny o teplotě 20 °C.



Obr. 21: Popis a ukázka Pyknometru; K-kapilára v zátce, N-nádobka, Z-zátka

4.2 Metoda ponorného tělíska

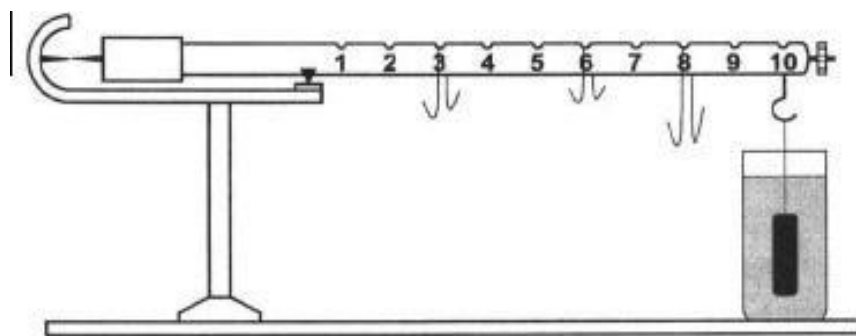
Měření hustoty kapalin metodou ponorného tělíska je hodně rozšířenou metodou, modifikací této metody existuje celá řada.

Základní metoda vychází z modifikace hydrostatické metody, která se používá pro měření hustoty tuhých těles. Tato metoda pro měření hustoty kapalin spočívá ve zvážení ponorného tělesa na vzduchu, v kapalině o známé hustotě a v měřené kapalině. Pro vážení tělíska se používají hydrostatické váhy. Výsledný vztah pro výpočet hustoty měřené kapaliny:

$$\rho = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2}(\rho_2 - \rho_v) + \rho_v, \quad (37)$$

kde m_3 je hmotnost tělíska ve vzduchu, m_1 je hmotnost v měřené kapalině, m_2 je hmotnost ve srovnávací kapalině, ρ_2 je hustota srovnávací kapaliny a ρ_v je hustota vzduchu.

Další metodou pracující na principu metody ponorného tělíska jsou Mohrovi váhy. Jedná se o jiný způsob výše popisované základní metody. Mohrovi váhy jsou nerovnoramenné váhy s ponorným tělískem, které je zavěšeno na delším rameni vah. Toto rameno je rozděleno na 10 stejných dílků jemnými zářezy, na které se zavěšuje závaží, jejichž hmotnost je dána v poměru 1 : 10 : 100. Zářezy přiřazují hodnoty stupnice k příslušné desetinné dekádě čísla vyjadřující hodnotu hustoty v g/cm^3 . Z polohy závaží zavěšených na rameni vah po vyvážení ponorného tělesa v známé a měřené kapalině se odečítá hodnota hustoty kapaliny. Mohrovými váhami lze měřit hustotu kapaliny s přesností až 10^{-3} g/cm^3 .



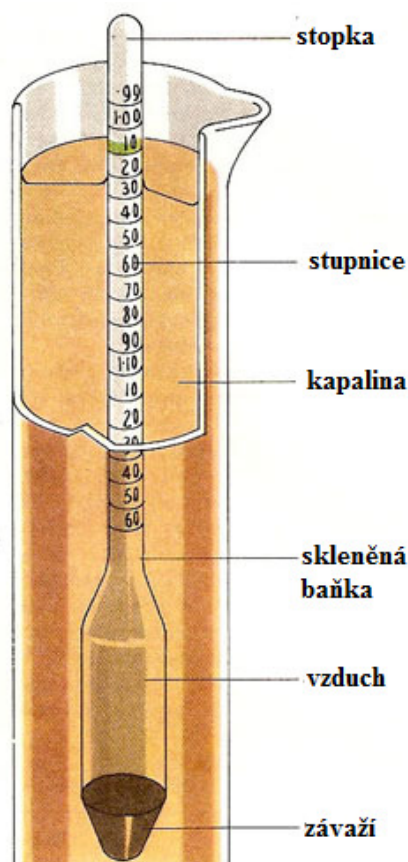
Obr. 22: Mohrovi váhy

Hustoměry (aerometry)

Hustoměr je ponorné těleso ve tvaru skleněné baňky se stopkou, které je přizpůsobeno pro plování v kapalině ve svislé poloze. Ve skleněné baňce je umístěna stupnice pro zjištění hodnoty hustoty, ale často je v ní umístěn i teploměr. Stupnice udává hustotu kapaliny nejčastěji v jednotkách kg m^{-3} nebo g cm^{-3} . Existuje celá řada hustoměrů, které jsou určeny pro různé rozsahy hustot kapalin, obvykle je na zadní straně stupnice hustoměru označení, pro který druh kapaliny je vhodný. Hustoměry slouží pro provozní a orientační měření při rychlém stanovení hustoty měřené kapaliny. Nevýhodou této metody je použití většího množství měřené kapaliny.

Princip měření hustoty kapalin pomocí hustoměru vychází z Archimédova zákona. Tento zákon nám říká, že hustoměr se ponoří tak hluboko, až tíha vytlačené kapaliny hustoměrem se rovná tíze hustoměru. Hloubka ponoření je tedy funkcí hustoty měřené kapaliny.

Postup práce s hustoměrem je následující, nejprve ho musíme opatrně vložit do odměrného válce, kde je takové množství měřené kapaliny, aby se hustoměr v této kapalině volně vznášel a nedotýkal stěn nebo dna válce. Poté je možné odečíst na stupnici hodnotu hustoty, která leží v rovině ponoru.



Obr. 23: Popis hustoměru

5 Metody zpracování statistických dat

Pro vyhodnocování výsledků ve fyzikálních a technických měření existují různé přístupy. Mezi starší a jednodušší patří chyby měření a mezi novější a komplexnější patří vyhodnocování prostřednictvím nejistot měření. Odbornou veřejností a metrologickými institucemi je preferována metoda druhá v pořadí. Důvodem je to, že v dnešní době je považován výsledek měření bez nejistoty měření za neúplný. Koncept nejistot měření vychází i z původní chybové koncepce.

5.1 Chyby měření

Chyby měření byli dříve jedinou koncepcí stanovení chybového intervalu. V dnešní době tuto roli přebírají nejistoty měření a chyby měření jsou pouze jednou součástí zpracování nejistot měření.

Chyby měření jsou ovlivněny celou řadou faktorů v průběhu měření. Mezi tyto faktory patří nedokonalost měřících metod, našich smyslů, omezená přesnost přístrojů, proměnné podmínky a další. Chyby mají za následek to, že měřením nezjistíme skutečnou hodnotu fyzikální veličiny. Rozdíl mezi naměřenou y_m a skutečnou x_s hodnotou nazýváme absolutní chybu:

$$\Delta_y = y_m - x_s. \quad (38)$$

Pokud tato chyba podělena skutečnou hodnotou x_s dostaneme poměrné vyjádření chyby – tj. relativní chybu:

$$\delta_y = \frac{y_m - x_s}{x_s}. \quad (39)$$

Podle příčin vzniku dělíme chyby do tří kategorií: [20]

- **Systematické** jsou způsobeny použitím nevhodné měřicí metody, nepřesným měřidlem či měřicím přístrojem, případně osobou pozorovatele. Tyto chyby zkreslují numerický výsledek měření zcela pravidelným způsobem. Systematické chyby se mění (zvětšují či zmenšují) nezávisle na počtu opakovaných měření. Vliv systematických chyb je možné minimalizovat, např. pomocí korekcí, kompenzací apod. Tato chyba odstraňuje pouze část negativního vlivu na výsledek měření, zbylá část je systematickou chybou. Tyto chyby lépe postihuje nový koncept nejistot měření. Systematické chyby ovlivňují správnost výsledku.
- **Náhodné chyby** jsou takové, které kolísají náhodně co do velikosti i znaménka při opakování měření, vznikají spolupůsobením velkého počtu náhodných vlivů, které nemůžeme předvídat. Náhodné chyby jsou těžko předvídatelné a jsou popsány určitým pravděpodobnostním rozdělením. Ovlivňují přesnost výsledku.
- **Hrubé chyby** jsou způsobeny výjimečnou příčinou, nesprávným zapsáním výsledku, náhlým selháním měřicí aparatury, nesprávným nastavením podmínek pokusu apod. Při opakovaném měření se tyto chyby výrazně liší. Jsou charakteristické tím, že se nápadně liší od ostatních výsledků měření nebo leží mimo předpokládaný průběh charakteristik. Proto je nutné tyto chyby z měření odstranit, aby nezkreslovaly celkový výsledek. U hrubých chyb hrozí znehodnocení celého experimentu.

Výslednou chybu celého měření lze zapsat jako součet chyb systematických e a náhodných ε : [20]

$$\Delta_x = e + \varepsilon \quad (40)$$

a její maximální hodnotu je možné odhadnout ze vztahu:

$$\Delta_{y_{\max}} = e + \varepsilon = (\bar{y} - y_s) + 2s, \quad (41)$$

kde $\bar{y}$ je průměrná hodnota, y_s je skutečná hodnota a s je součinitel rozšíření směrodatné odchylky.

5.2 Nejistoty měření

Měření patří mezi základní způsoby získávání kvantitativních informací o stavu sledované veličiny. V praxi nenalezneme žádné měření, žádné měřicí metody ani žádné měřicí přístroje absolutně přesné. V každém reálném měřicím procesu se vyskytují nejrůznější negativní vlivy, které se projevují odchylkou mezi naměřenou a skutečnou hodnotou sledované veličiny. Proto se výsledek měření vždy pohybuje v jistém intervalu tzv. chybovém intervalu kolem skutečné hodnoty. Proto je nutné se při vyhodnocování měření zabývat nejistotami měření.

Termín nejistota měření se do technické praxe dostal poměrně nedávno, začátkem devadesátých let, ale vše začalo již v osmdesátých letech, kdy přijal Mezinárodní výbor pro váhy a míry (CIMP), který řídí činnost Mezinárodního úřadu pro váhy a míry (BIMP) doporučení k náhradě koncepce chyb měření koncepcí novou – nejistoty měření. V roce 1990 byl vydán dokument WECC 19/90, který představoval jeden z prvních jednotlicích předpisů pro nejistoty, závazný pro akreditované laboratoře v rámci organizace WECC (Západoevropského kalibračního sdružení). Po vydání tohoto dokumentu byl výsledek měření bez uvedení nejistoty měření považován za nedostačující a začaly být vydávány národní předpisy jejíž cílem bylo jednotné vyjadřování nejistot. Za důležitý dokument je považována směrnice Guide to Expression of the Uncertainty of Measurement vydána v roce 1993, která sjednocuje vyjadřování nejistot. V České republice přístup nejistot měření reprezentují Technické předpisy metrologické TPM řady 005x a odtud postupně pronikají do dalších norem přijímaných v rámci harmonizace s normami ISO a EN. [22]

Nejistoty měření jsou novou metodikou pro zpracování výsledků měření a nahrazují či spíše rozšiřují dříve používané chyby měření. Cílem výpočtu nejistot měření je zjištění v jakém intervalu hodnot okolo výsledku měření, který lze přiřadit k hodnotě měřené veličiny.

5.2.1 Nejistoty měření a legislativa^[30]

Zákon o metrologii 505/90 Sb. a jeho následných úpravách neuvádí a ani nijak nedefinuje nejistoty měření či jejich použití. Tyto informace vyplynou z následných prováděcích vyhlášek a z harmonizovaných předpisů. Nové metodice nejistot měření se zabývá spousta norem, které zde nebudou jmenovány, ale důležitou novinkou je norma ČSN EN ISO/IEC 10012:2003 Systémy managementu měření. Tato norma platí v ČR od konce roku 2003 a velmi striktně vyžaduje používání pojmu nejistoty měření a důsledně se zabývá i oblastmi správy jednotlivých prvků (zdrojů) umožňujících realizovat proces měření. Dále norma ČSN

EN ISO/IEC 17 025:2001 Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoř nám říká, že vyjadřovat neurčitost výsledků měření prostřednictvím nejistot je nutné. To znamená, že se jí musí řídit akreditované laboratoře zabývající se metrologickými úkony, ale také diagnostická pracoviště. Tato norma požaduje:

- povinně uvádět nejistoty u všech výsledků činnosti laboratoře (kalibrační listy apod.)
- laboratoř musí mít dokonale zpracované metodiky analýzy všech složek nejistot, které se mohou rozhodujícím způsobem podílet na výsledku měření
- laboratoř musí určit stupeň přesnosti a metody odhadu nejistot
- nejistotu je třeba uvádět u veškerých číselných výsledků zkoušek, testů atd. kvantitativního charakteru
- nejistota nemusí být uváděna u výsledků testů, které nemají číselný charakter, tj. např. konstatování vyhovuje/nevyhovuje a obdobné výroky kvalitativního charakteru

Výše popsané normy byly do diagnostiky přeneseny zprostředkovaně, protože primárně jsou určeny laboratořím provádějící metrologické úkony. Existuje i skupina předpisů tzv. evropské akreditace (EA), které používání nejistot v diagnostice přímo vyžadují. Jedná se především o dvě směrnice z loňského roku (2004) – EA 4/15 Akreditace v oblasti nedestruktivního zkoušení a EA 4/16 Směrnice EA o vyjadřování nejistoty v kvantitativním zkoušení.

Existuje základní rozdělení nejistot podle způsobu, kterým byly získány:

- **Nejistota typu A**
- **Nejistota typu B**

Z matematické statistiky byla jako míra nejistoty zvolena směrodatná odchylka příslušného rozdělení pravděpodobnosti pro jednotlivé zdroje nejistot. Nejistoty typu A a typu B se liší jen způsobem, jakým je tato směrodatná odchylka získána.[2]

5.2.2 Nejistoty přímého měření

Před zahájením měření je potřeba provést analýzu vstupních podmínek. Jedná se o to, že si musíme ujasnit, co od měření očekáváme, jaké máme vstupní podmínky (závislost měřené veličiny na podmínkách měření). Je nutné určit požadavky na přesnost výsledků podle toho jakými finančními prostředky a časovými možnostmi disponujeme. Dále je nutné zvážit výběr a volbu měřicí metody s použitím měřících zařízení, které je nám k dispozici.

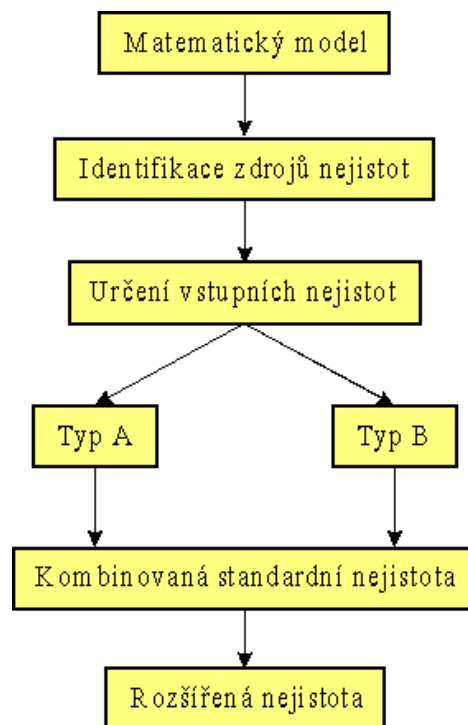
Dále je vhodné postupovat podle metodického postupu stanovování nejistot měření, který popisuje obrázek obr. 24. Po vybrané měřicí metodě je nutné stanovit matematický model, to znamená, jak bude matematicky vyjádřena měřená (výstupní) veličina, v případě nepřímého měření jak na ní budou záviset veličiny vstupní. Stanovení matematického modelu se týká určování nejistot nepřímého měření popsanych v kapitole 5.2.3.

Je-li měření zatíženo známými systematickými chybami, je třeba provést odpovídající korekce a je-li to třeba vyjádřit i nejistoty těchto korekcí. V optimálním případě by měla nejistota měření vyjadřovat míru náhodných chyb měření. Hrubé chyby musí být z měření vyloučeny, jelikož mohou zcela zkreslit výsledek měření. Systematické chyby by měly být zkorigovány a do stanovení nejistoty by měly být zahrnuty pouze nejistoty těchto korekcí.[23]

Důležitým krokem určování nejistot je identifikace zdrojů nejistot. To souvisí s nejistotou typu B, ale je dobré vypracovat přehled zdrojů dříve. Zdroje nejistot měření jsou takové zdroje, které ovlivňují neurčitost výsledku a tím vzdalují naměřenou hodnotu od hodnoty skutečné. Nejčastějšími zdroji jsou:

- nedokonalá či neúplná definice měřené veličiny
- nevhodný výběr přístroje
- nevhodný výběr vzorků měření
- nevhodný postup při měření
- zaokrouhlování
- linearizace, aproximace, interpolace a extrapolace
- neznámé nebo nekompenzované vlivy prostředí
- nedodržení shodných podmínek při opakovaných měřeních
- subjektivní vlivy obsluhy
- nepřesnost etalonů a referenčních materiálů

Zdroje nejistot vycházejí ze zvoleného matematického modelu. Důležité je, aby nebyl žádný zdroj nejistoty opomenut či zanedbán, pokud není prokázáno, že s ohledem na ostatní uplatňující se nejistoty je zanedbatelný. V případě složitějších měření je vhodné zajistit, aby nebyla žádná nejistota do celkové nejistoty započítána vícekrát. [2]



Obr. 24: Postup vyjádření nejistoty měření [2]

Na identifikaci zdrojů nejistot navazuje určení vstupních nejistot, počínaje nejistotou typu A až po rozšířenou nejistotu.

Standardní nejistota typu A [22]

Je způsobována náhodnými chybami, jejichž příčiny nejsou všeobecně známy. Pro správný výpočet standardní nejistoty typu A je předpoklad existence normálního rozdělení pravděpodobnosti náhodných chyb. Stanovuje se z opakovaných měření za stejných podmínek. Základem pro výpočet je výběrová směrodatná odchylka výběrových průměrů, která charakterizuje rozptyl hodnot výběrových průměrů a je proto zvolena jako míra nejistoty typu A udávané hodnoty měřené veličiny (výsledku měření).

Při přímém měření získáváme hodnoty měřené veličiny přímo bez měření veličin, které jsou vázány definičním vztahem s měřenou veličinou. Měření provádíme n -krát opakovaně za stejných podmínek. Tím získáme soubor hodnot, který je dále zpracováván. Z takového souboru vypočítáme výběrový průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (42)$$

a výběrovou směrodatnou odchylku výběrových průměrů, která je rovna standardní nejistota typu A veličiny X :

$$u_{xA} = s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}. \quad (43)$$

Pokud je počet opakovaných měření $n < 10$ a není možné učinit kvalifikovaný odhad na základě zkušeností, lze standardní nejistotu typu A stanovit ze vztahu:

$$u_{xA} = k_s \cdot s_{\bar{x}}, \quad (44)$$

kde k_s je koeficient, jehož velikost závisí na počtu měření n a je dán tabulkou (viz. tab. 1), která je převzata ze základních metrologických dokumentů platících v zemích EU.

tab. 1: Velikost koeficientu k_s v závislosti na počtu měření

N	9	8	7	6	5	4	3	2
k_s	1,2	1,2	1,3	1,3	1,4	1,7	2,3	7,0

Z tabulky je vidět, že pro $n < 5$ tento postup vede k neúměrnému zvětšování nejistoty a získané hodnoty naměřené veličiny mají spíše informativní charakter. Proto se doporučuje volit počet měření větší než 10, v krajním případě větší než 5. Při větším počtu měření než 9 je $k_s = 1$.

Standardní nejistota typu B – je způsobována známými a snadno odhadnutelnými vlivy. S tohoto důvodu nezávisí na počtu měření. Standardní nejistotu typu B j -tého zdroje nejistoty na přímo měřenou veličinu určíme ze vztahu:

$$u_{xBj} = \frac{\Delta Z_{\max j}}{\kappa}, \quad (45)$$

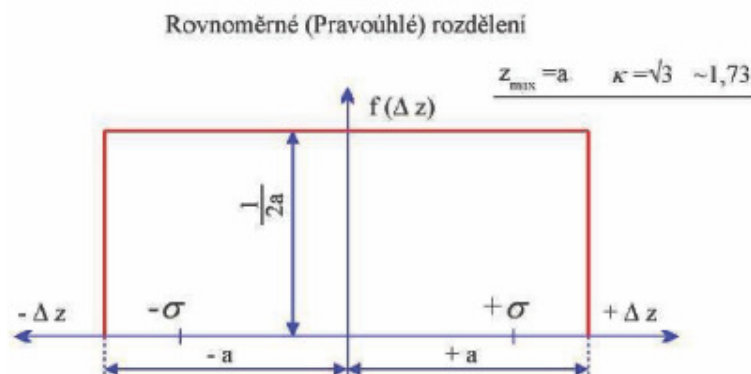
kde $\Delta Z_{\max j}$ maximální možná odchylka způsobena j -tým zdrojem nejistoty a κ je převodní koeficient příslušného rozdělení pravděpodobnosti. Tento koeficient určuje v jakém intervalu $\pm \Delta Z_{\max}$ se nejčastěji vyskytují naměřené hodnoty. Zdroje nejistoty se určí odhadem, převzetím hodnot z technické dokumentace (kalibrační listy, technické normy, údaje výrobce), u elektrických přístrojů z třídy přesnosti, apod. Celková nejistota typu B se vypočítá geometrickým součtem nejistot jednotlivých zdrojů:

$$u_{xB} = \sqrt{\sum_{j=1}^m [u_{xBj}(x)]^2}, \quad (46)$$

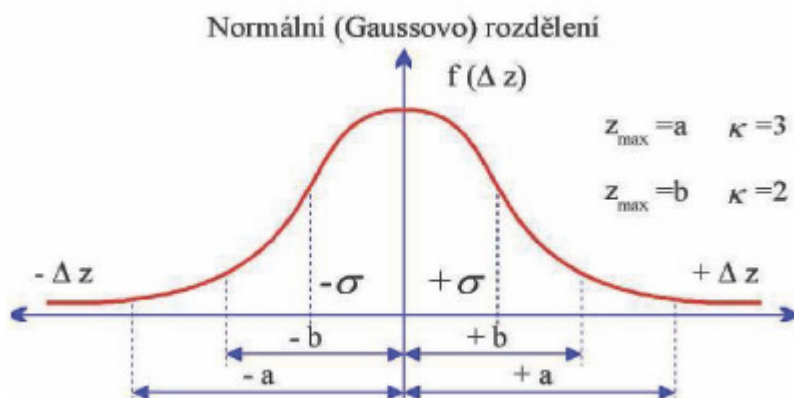
kde m je počet zdrojů nejistot na přímo měřenou veličinu x .

Ve většině běžných případů pro rozdělní zdroje nejistoty typu B používá Rovnoměrné (pravoúhlé) rozdělení pravděpodobnosti (Obr. 25). To znamená, že hodnota ovlivňující veličiny může ležet kdekoli mezi oběma mezními hodnotami, aniž by byla kterákoli hodnota upřednostňována. Tehdy volíme rovnoměrné rozdělení $\kappa = \sqrt{3}$.

Existují i jiná rozdělení pravděpodobnosti, například Normální (Gaussovo) rozdělení s $\kappa = 3$, trojúhelníkové (Simpsonovo) rozdělení s $\kappa = 2,45$ a normální rozdělení s $\kappa = 2$. Při volbě rozdělení pravděpodobnosti rozhoduje jaká je pravděpodobnost malých či velmi malých odchylek. [22]



Obr. 25: Rovnoměrné (pravoúhlé) rozdělení pravděpodobnosti [22]



Obr. 26: Normální (Gaussovo) rozdělení [22]

Kombinovaná standardní nejistota – je určena kvadratickým sloučením nejistoty typu A a typu B

$$u_x = \sqrt{u_{xA}^2 + u_{xB}^2}, \quad (47)$$

Rozšířená nejistota

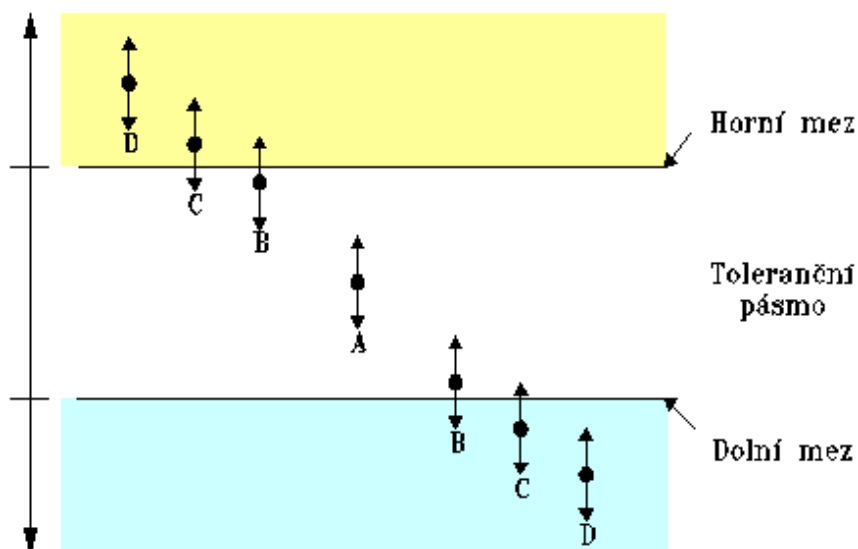
Standardní nejistota u_x dává interval, ve kterém leží pravá hodnota měřené veličiny s poměrně malou pravděpodobností. Praxe ale často žádá hodnotu nejistoty, která by dávala interval s větší pravděpodobností – kolem 95 %. Proto se určuje tzv. rozšířená nejistota U_x ze vztahu

$$U_x = k_u \cdot u_x, \quad (48)$$

kde k_u je koeficient rozšíření. Velikost se volí 2 až 3. V současné době se doporučuje volit $k_u = 2$.

Výsledek měření je pak vyjádřen $x = \bar{x} \pm U_x$ a vyjadřuje, že nejlepším odhadem výstupní veličiny X je hodnota x a že interval od $x - U_x$ do $x + U_x$ je interval, od něhož je možno očekávat, že obklopuje hodnoty s pravděpodobností danou koeficientem rozšíření, které mohou být přisouzeny výstupní veličině Y. [2]

V souvislosti s rozšířenou nejistotou je možné určit, zda výsledek měření danému intervalu vyhovuje či nevyhovuje.



Obr. 27: Význam nejistoty měření při posuzování shody [2]

Bod A vyhovuje - hodnota i nejistota jsou v tolerančním pásmu

Body B nevyhovují - hodnota je v tolerančním pásmu, nejistota však hranice tolerančního pásma překračuje

Body C nevyhovují - hodnota je mimo toleranční pásmo, nejistota do tolerančního pásma zasahuje

Body D nevyhovují - hodnota i nejistota jsou mimo toleranční pásmo

tab. 2: Koeficienty rozšíření [22]

Koeficient rozšíření k_u	Pravděpodobnost P
1	68 %
2	95 %
2,58	99 %
3	99,7 %

5.2.3 Nejistoty nepřímého měření

Protože v technických měřeních nelze vždy zjistit hledanou veličinu přímo, ale je nutné ji získat z měření více vstupních veličin. Proto je nutné znát výpočet nejistot právě pro tento případ, tedy nejistoty nepřímého měření.

Předpokládejme, že nepřímo měřená (výstupní) veličina Y je funkcí několika přímo měřených (vstupních) veličin a konstant:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_m; K_1, K_2, K_3, \dots), \quad (49)$$

kde $X_1, X_2, \dots, X_m$ jsou přímo měřené veličiny s určitými nejistotami a $K_1, K_2, K_3, \dots$ jsou konstanty.

V případě, že měřené veličiny $X_1, X_2, \dots, X_m$ byli získány z většího počtu naměřených hodnot, potom střední hodnotu nepřímo měřené (výstupní) veličiny $\bar{Y}$ je možné získat dvěma způsoby:

1. dosazením středních hodnot přímo měřených veličin získané dle vztahu (42) do funkční závislosti výstupní veličiny (49), pak funkční vztah vypadá pro střední hodnotu výstupní veličiny je ve tvaru:

$$\bar{Y} = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_m; K_1, K_2, K_3, \dots). \quad (50)$$

Tento výpočet je možný i tehdy, jestliže měření veličin $X_1, X_2, \dots, X_m$ nebyla provedena v sériích nebo počet opakovaných měření pro jednotlivé veličiny byl různý.

2. jako výběrový průměr z hodnot výstupní veličiny Y_i získaných pro každou sérii naměřených hodnot $X_{1i}, X_{2i}, \dots, X_{mi}$

$$\bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Y_i. \quad (51)$$

Tento výpočet je přesnější pro nelineární závislost. Pro lineární závislost jsou oba způsoby výpočtu rovnocenné.

Jestliže hodnoty $X_1, X_2, \dots, X_m$ byly stanoveny nezávislými měřeními, pak standardní nejistoty $u_{x_1}, u_{x_2}, \dots, u_{x_m}$ přímo měřených veličin se přenášejí na standardní nejistotu u_y .

Tento přenos nejistot na výstupní nejistotu vyjadřuje vztah, kterému se říká **Gaussův zákon šíření nejistot**. Ten určuje vztah mezi standardní kombinovanou nejistotou měřené výstupní veličiny Y a standardními kombinovanými nejistotami vstupních veličin $X_1, X_2, \dots, X_m$.

Tvar toho zákona je následující:

$$u_y^2 = \sum_{j=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial X_j} u_{x_j} \right)^2, \quad (52)$$

kde $\frac{\partial f}{\partial X_j}$ je parciální derivace funkce výstupní veličiny podle měřených vstupních veličin a

odpovídá koeficientům citlivosti označovanými A_j . Koeficient citlivosti vyjadřuje, jak se mění výstupní veličina se změnou veličiny vstupní. Podle tohoto vztahu určíme standardní nejistotu typu A i typu B pro vypočítanou veličinu Y .

V případě, že vstupní veličiny $X_1, X_2, \dots, X_m$ jsou stochasticky závislé (existuje mezi nimi korelace), pak je nutné použít obecnějšího vztahu, který je znám jako kovariační zákon šíření nejistot

$$u^2_y = \sum_{j=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial X_j} u_{x_j} \right)^2 + 2 \sum_{i=2}^m \sum_{j<i} A_i A_j u(x_i, x_j), \quad (53)$$

kde $u(x_i, x_j)$ je kovariance mezi navzájem závislými dvěma veličinami x_i, x_j a $A_i A_j$ jsou koeficienty citlivosti (převodové koeficienty).

Někdy je výhodnější určit nejistoty výsledné nepřímo měřené veličiny zvlášť metodou A a zvlášť metodou B. Potom je kombinovaná standardní nejistota určena obdobným vztahem jako v případě přímých nejistot měření (47).

Stanovení kovariancí je možné na podobném principu jako u samostatných nejistot a to metodou A a B. Metoda A je volena pokud jsou odhady měřených veličin reprezentovány aritmetickými průměry, potom je kovariance dána vztahem:

$$u_A(x_i, x_j) = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{k=1}^n (x_{ik} - \bar{x}_i)(x_{jk} - \bar{x}_j). \quad (54)$$

Dalším způsobem výpočtu kovariance je metoda B, která lze určit na základě čtení z certifikátů přístrojů, literatury nebo výpočtem. Kovariance nevychází ze statické analýzy naměřených hodnot. Součástí výpočtu je vytipování zdrojů závislostí (korelací). Na základě zkušenosti se pro každé dvojice odhadů odhadne korelační koeficient $r(x_i, x_j)$, který vyjadřuje míru závislosti mezi odhady, například při měření dvou vstupních veličin jedním přístrojem. Korelační koeficient pro hodnoty blízké ± 1 odpovídá silné závislosti a pro hodnoty blízké nule slabé závislosti. Potom je výsledek kovariance dán vztahem:

$$u_B(x_i, x_j) = r(x_i, x_j) u_B(x_i) u_B(x_j). \quad (55)$$

Při výpočtu kovariance metodou B mohou nastat složitější případy, kdy odhady vstupních veličin jsou nezávislémi, případně závislými veličinami. Dokonce existuje možnost, že nelze korelační koeficient stanovit. Potom se doporučuje určit maximální vliv korelace na výslednou nejistotu prostřednictvím horní hranice odhadu standardní nejistoty měřené veličiny. To jsou složitější případy, které v praktické části diplomové práce nejsou uvažovány.

5.2.4 Udávání nejistot a správný výsledek měření

Hodnoty nejistot se zásadně zaokrouhluje, a to na 2 platné číslice, přičemž se upřednostňuje zaokrouhlování nahoru. Podle řádu platných číslic nejistoty zaokrouhluje střední hodnotu $\bar{x}$. Na větší počet platných číslic (3 až 4) ponecháváme nejistoty, se kterými dále pracujeme. Obecný zápis výsledné hodnoty měření veličiny X odpovídá tvaru rovnice

$$X = (\bar{X} \pm U_x) x. \quad (56)$$

kde $\bar{X}$ je naměřená hodnota korigovaná na všechny chyby, U_x je rozšířená nejistota měření a x jednotka měřené veličiny.

V následující tabulce jsou zobrazeny příklady správného a špatného zápisu výsledků měření.

tab. 3: Příklady zápisů výsledku měření

$l = (2,68 \pm 0,05) \text{ cm}$	správný zápis výsledku měření
$m = (81,6 \pm 0,003) \text{ g}$	špatný zápis výsledku měření
$U = (168,1 \pm 10) \text{ V}$	špatný zápis výsledku měření

Do certifikátů o kalibraci se uvádí výsledek měření s rozšířenou nejistotou ve formě $(y \pm U)$ s následujícím dodatkem: „Uvedená nejistota představuje dvě směrodatné odchylky. Směrodatná odchylka byla vypočtena z nejistoty měřicího etalonu, kalibračních metod, vnějších vlivů, krátkodobého vlivu kalibrovaného objektu“.[2]

Kompatibilita měření ^[32]

Kompatibilita měření znamená, že více výsledků měření například dvěma přístroji či použitím jiných metod jsou vzájemně slučitelné. Kompatibilita se určuje porovnáním intervalů vzniklých z výsledků měření a jejich nejistot $(V \pm U)$. Jde o posouzení výsledků měření V . Pro vzájemně nekompatibilní výsledky platí vztah:

$$|V_1 - V_2| > U_1 + U_2, \quad (57)$$

kde V_1 a V_2 jsou posuzované výsledky měření, U_1 , U_2 jsou jejich nejistoty měření. Znamená to, že se intervaly nepřekrývají v žádném bodě. Pro částečně kompatibilní platí vztah:

$$|V_1 - V_2| \leq U_1 + U_2, \quad (58)$$

znamená to, že se intervaly překrývají alespoň v jednom bodě. Pro ostatní případy platí vztah:

$$|V_1 - V_2| < U_1 + U_2, \quad (59)$$

ale záleží, zda měřená hodnota náleží intervalu referenčního výsledku. Předpokládá se, že referenční měřidlo je prováděno přesnějším měřidlem. To znamená, že výsledcích nemůže být menší interval než referenční.

II. Praktická část

Praktická činnost práce se zabývá měřením fyzikálních vlastností destilované vody a dvou olejů. Prvním z nich je MIDEL 7131 používaný jako součást izolačního systému transformátorů a druhým je MEŘO, což je metyl ester řepkového oleje používaný jako složka bionafty. Jedná se o perspektivní biologicky odbouratelné kapaliny. Měřenými fyzikálními vlastnostmi jsou dynamická viskozita a hustota. Na základě tohoto měření jsou spočítány nejistoty měření dynamické viskozity a porovnány použité viskozimetry

6 Pracoviště pro měření dynamické viskozity

6.1 Vibrační viskozimetr

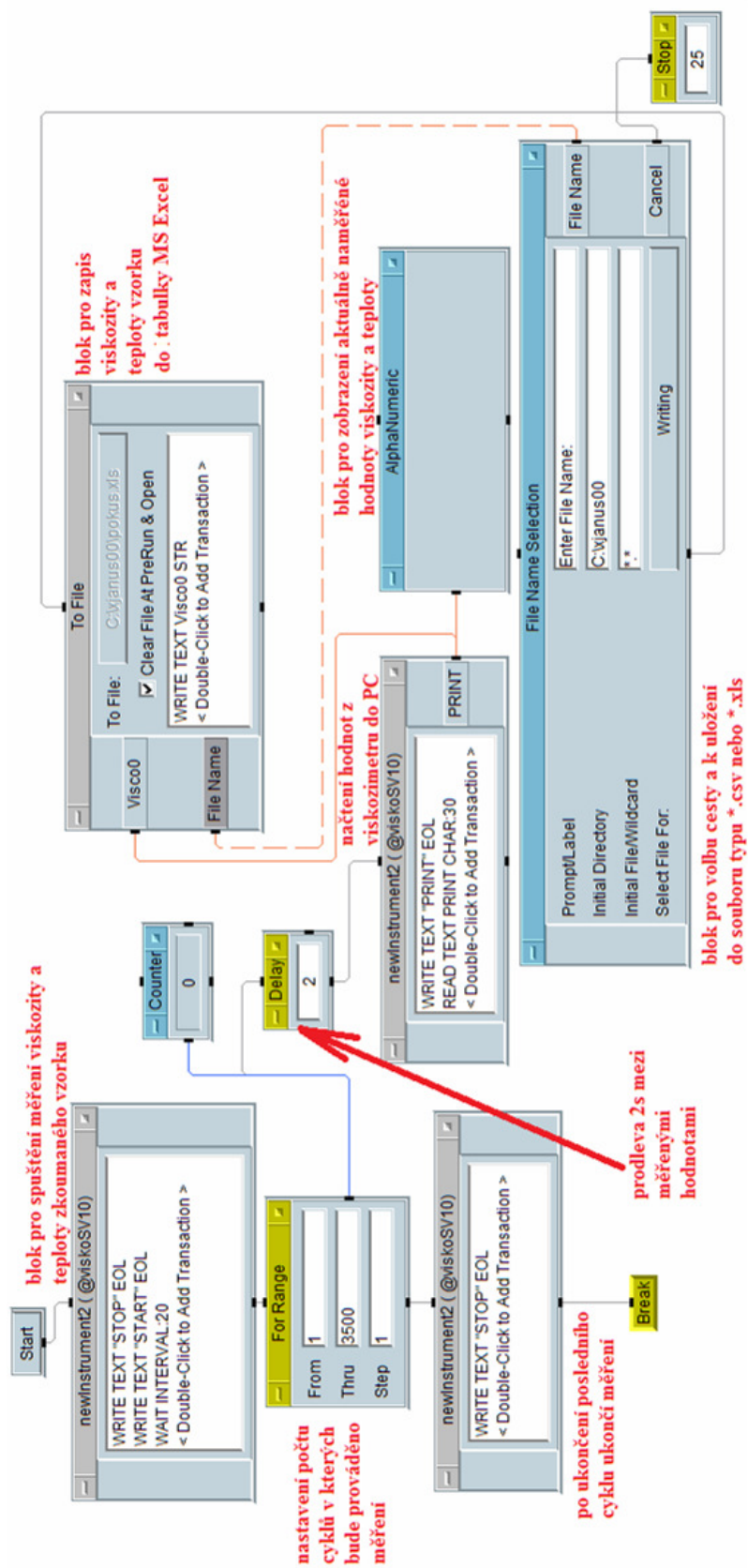
Pracoviště pro měření dynamické viskozity se skládá z vibračního viskozimetru firmy A&D Copany typu SV-10 Series, který je blíže popsán v teoretické části. Automatizované měření je prováděné programem realizovaném ve vývojovém prostředí AGILENT VEE. Vibrační viskozimetr je připojen k počítači pomocí místní sítě LAN. Připojení je realizováno použitím dvou síťových prvků (USB/RS-232 hub Agilent E5805A a LAN/USB hub Agilent E5813A) s využitím požadovaného softwaru.

Program pro automatizované měření dynamické viskozity byl vytvořen jako pracovní náplň jiné diplomové práce [27]. Z důvodu rozbité temperanční nádoby určené pro vyhřívání vzorku nebylo možné již vytvořený program použít pro měření. Proto byl vymyšlen jiný způsob jak měřit v širokém rozsahu teplot. Ten spočíval v tom, že vzorky olejů byly vyhřáté v laboratorní sušárně na požadovanou teplotu a tím jak klesala teplota, tak byla průběžně měřena viskozita s teplotou. Pro zajištění měření v širším rozsahu teplot bylo další měření realizováno na vychlazených vzorcích. Chlazení vzorků probíhalo v mrazáku. Měření probíhalo obdobným způsobem jako v případě vyhřátých vzorků, tj. automatickým měřením viskozity a teploty při kontinuálních změnách teploty. Po takto připravených vzorcích bylo zahájeno automatizované měření mnou upraveným programem, jehož součástí je cyklus FOR RANGE sloužící k určení počtu měřících cyklů. Doba měření byla určena pomocí časového zpoždění DELAY, které bylo nastaveno na 2 sekundy pro jeden měřící cyklus. To znamená, že vynásobením nastaveným počtem měřících cyklů 2 sekundami vyjde orientační doba měření. Pro realizované měření postačovala doba měření 2 hodiny, což je doba kdy klesla teplota vzorků na teplotu okolí. Pomocí bloků TO FILE a FILE NAME SELECTION je zajištěno zapsání naměřených hodnot teploty a viskozity do tabulkového programu MS Excel. Celé schéma programu je zobrazeno na obr. 28.

Protože viskozimetr neměří rovnou dynamickou viskozitu, ale tzv. zdánlivou viskozitu η_{zdn} , která odpovídá součinu viskozity a hustota je nutné soubor naměřených hodnoty přepočítat pomocí vztahu:

$$\eta = \frac{\eta_{zdn}}{\rho}, \quad (60)$$

kde ρ je hustota měřené kapaliny, η_{zdn} je naměřená tzv. zdánlivá viskozita a η je výsledná zjišťovaná dynamická viskozita měřených vzorků.



Obr. 28: Program automatizovaného měření viskozity vibračním viskozimetrem SV10



Obr. 29: Pracoviště s vibračním viskozimetrem SV 10

Přesnost viskozimetru je 3% z měřené hodnoty v měřeném rozsahu 1 až 1000 mPa s. Tato přesnost je hodnota dosažená po kalibraci standardního kalibračního roztoku při teplotním rozsahu 20 °C a 30 °C. Před měřením, které trvá dlouhou dobu je nutné provést kalibraci standardním kalibračním roztokem nebo zjednodušeně pomocí čisté vody. Rozlišení displeje viskozimetru je závislé na měřícím rozsahu.

tab. 4: Měřicí rozsah a odpovídající rozlišení displeje

Rozsah měření (mPa s)	Rozlišení displeje (mPa s)
0,3 – 10	0,01
10 – 100	0,1
10 – 1000	1

Nejistota typu B viskozimetru SV 10 se potom vypočítá ze vztahu:

$$u_B(SV10) = \sqrt{\left(\frac{\Delta Z_{MAX1}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta Z_{MAX2}}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{0,03 X_M}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,01}{\sqrt{3}}\right)^2}, \quad (61)$$

kde X_M je naměřená hodnota viskozimetrem, ΔZ_{MAX1} je zdroj chyb reprezentován přesností a ΔZ_{MAX2} je zdroj chyb reprezentován rozlišením displeje.

Viskozimetr SV 10 má svoje čidlo pro měření teploty vzorků, jehož přesnost je závislá na měřeném rozsahu teploty.

tab. 5: Přesnost měření teploty čidlem viskozimetru SV10

Rozsah měření (°C)	Přesnost ΔZ_{MAXI} (°C)
0 – 20	± 1
20 – 30	$\pm 0,5$
30 – 100	± 2

Rozlišovací schopnost displeje pro zobrazení měřené teploty je $\Delta Z_{MAX2} = 0,1$ °C. Z těchto dostupných údajů z manuálu viskozimetru byla spočtena nejistota typu B čidla pro měření teploty:

$$u_B(\vartheta) = \sqrt{\left(\frac{\Delta Z_{MAX1}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta Z_{MAX2}}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,1}{\sqrt{3}}\right)^2} \cong 0,58 \text{ °C.} \quad (62)$$

Nejistota typu B čidla teploty $u_B(\vartheta)$ byla vynásobena koeficientem rozšíření $k_u = 2$, ten zaručuje takový interval rozšířené nejistoty, ve kterém bude nalezena pravá hodnota výsledku s 95 % pravděpodobností. Potom je hodnota rozšířené nejistoty $U = 1,2$ °C, pro rozsah měření teploty 0 až 20 °C.

6.2 Höpplerův viskozimetr

Pracoviště pro měření dynamické viskozity se skládá z Höpplerova viskozimetru RHEOTEST MEDINGEN KF 3.2 a z termostatu MEDINGEN T200 pro ohřev měřených vzorků oleje. Měření probíhalo tak, že na termostatu byla nastavena požadovaná teplota. Po jejím ustálení se vyčkalo minimálně 15 minut. Což je doba nutná pro vyhřátí vzorku v měrné trubici pomocí termostatického skleněného pláště viskozimetru. V termostatickém skleněném plášti byl umístěn přesný skleněný laboratorní teploměr a jako vyhřívací kapalina byla použita voda. Po 15 minutách vyhřívání bylo zahájeno měření, které probíhalo pomocí stopek OLYMPIA sport měřením doby pádu kuličky a to 10x v obou směrech viskozimetru. To z toho důvodu, aby byla zajištěna větší přesnost měření. Tento postup byl aplikován u všech vzorků. Podle potřeby byly vyměněny různé druhy kuliček (tab. 6, tab. 7).



Obr. 30: Höpplerův viskozimetr

tab. 6: Parametry kuliček

Číslo kuličky	Min. pádový čas (s)	Rozsah měření* (mPa s)	Přesnost při 20 °C (%)
1	60	0,6 - 5	≤ 2,0
2	30	3 - 30	≤ 0,5
3	30	25 - 250	≤ 0,5
4	30	200 - 4800	≤ 1,0
5	30	1250 - 12500	≤ 1,0
6	30	7000 - 70000	≤ 1,5

*Spodní hodnota je min. pádový čas, horní hodnota čas 300 s.

tab. 7: Parametry kuliček

Číslo kuličky	Průměr* (mm)	Hustota * (g cm ⁻³)	Hmotnost (g)	Konstanta kuličky (mPa cm ³ g ⁻¹)	
				Základní směr	Zpětný směr
1	15,807	2,224	4,5982	0,0085	0,00839
2	15,634	2,226	4,4533	0,07180	0,07141
3	15,564	8,140	16,0994	0,1120	0,1114
4	15,157	8,115	14,7951	0,753	0,751
5	14,005	7,706	11,0842	6,610	6,606
6	11,002	7,734	5,3931	34,83	34,82

*parametry při 20 °C

Dynamická viskozita η měřeného vzoru kapaliny byla vypočítána dosazením konstant uvedených v tabulce (tab. 7) a naměřených dob pádu kuličky do vztahu:

$$\eta = K(\rho_K - \rho)t, \quad (63)$$

kde K je konstanta kuličky, ρ_K je hustota kuličky, ρ je hustota měřené kapaliny a t je čas pádu kuličky.

Měření dynamické viskozity Höpplerovým viskozimetrem bylo provedeno nepřímou přes měření času pádu kuličky. Proto je nutné určit zdroje chyb stopek OLYMPIA sport pro výpočet nejistoty typu B. Prvním zdrojem chyb je rozlišení stopek, což je 0,01 sekundy. Další důležitý zdroj chyb způsobuje operátor. Tato chyba je způsobena dobou než operátor zapne stopování v době kdy se kulička ve viskozimetru se dotkne rysky značící začátek měření a dobou špatné odezvy tlačítka stopek. Tato chyba byla odhadnuta na základě testu postřehu v internetové aplikaci dostupné z webové adresy <http://kaficko.wz.cz/test.htm>. Zkouška postřehu byla provedena pětkrát (0,327 s; 0,346 s; 0,329 s; 0,37 s; 0,385 s) a z průměrné hodnoty byl určen zdroj nejistoty způsobený operátorem a odezvou tlačítka stopek. Průměrná

spočtená doba reakce je 0,351 s, jejím zaokrouhlením je stanoven zdroj chyby operátora na 0,4 s. Rozdělení pravděpodobnosti bylo zvoleno Normální (pravoúhlé), tedy $\kappa = \sqrt{3}$. Po dosazení do vztahů (45) a (46) vypočítáme nejistotu typu B stopek:

$$u_B(t) = \sqrt{\left(\frac{0,01}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,4}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0,23 \text{ s.} \quad (64)$$



Obr. 31: Test rychlosti postřehu - určení chyby obsluhy

Teplota byla měřena sadou přesných skleněných laboratorních teploměrů. Rozsahy jednotlivých teploměrů jsou 0 – 20 °C; 20 – 40 °C; 40 – 60 °C; 60 – 80 °C a 80 – 100 °C. Všechny tyto teploměry mají jeden dílek 0,1 °C. Chyba odečítání je zvolena jako 0,1 °C, potom je celková nejistota tepoty dána nejistotou typu B, která se vypočítá vztahem:

$$u_B(t) = \sqrt{\left(\frac{\Delta Z_{MAX}}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{0,1}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0,0577 \text{ °C.} \quad (65)$$

Rozšířená nejistota je potom $U = 0,1 \text{ °C}$, která udává interval, ve kterém je možné nalézt pravou hodnotu výsledku s 95 % pravděpodobností.

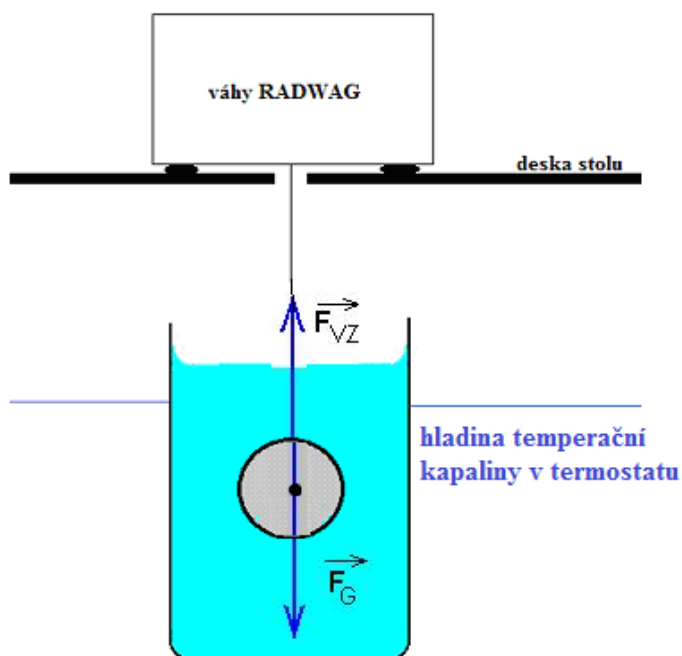
7 Pracoviště pro měření hustoty

Pracoviště pro měření hustoty bylo sestaveno z termostatu MEDINGEN T200 a analytických vah RADWAG se sadou na měření hustoty. Do části termostatu, kde má ohřívací médium byla vložena kádinka se vzorkem. Měření hustoty bylo provedeno analytickými vahami nepřímo přes hmotnost plováku ve vzduchu a v měřené kapalině. Analytické váhy mají podpůrný program pro měření hustoty kapalin, který je schopný automaticky vyhodnotit hodnotu hustoty měřené kapaliny z naměřené hmotnosti plováku ve vzduchu a v měřeném vzorku. Metoda měření hustoty pomocí vah RADWAG používá plovák, který je možné používat zavěšením na rameno vah (součástí sady na měření hustoty) nebo na háček při spodním vážení. Plovák má definovaný objem $V_T = 10,018 \pm 0,005 \text{ cm}^3$.

Na pracovním stole byla vyvrtána díra, přes kterou se protáhl vlasce upevněný jedním koncem pomocí háčku na závěsu vah určeného pro spodní vážení. Druhý konec vlasce byl uvázán na háček plováku, který byl umístěn v měřeném vzorku kapaliny v kádince umístěné v termostatu. Na termostatu byla nastavena požadovaná teplota, při které byla změřena hmotnost plováku v měřené kapalině. Při měření na horním závěsu na rameni vah byla změřena hmotnost tělíska ve vzduchu, ke které byla připočtena hmotnost vlasce. Z příslušné rovnice (66) se pak spočítala hustota měřeného vzorku pro patřičnou teplotu.

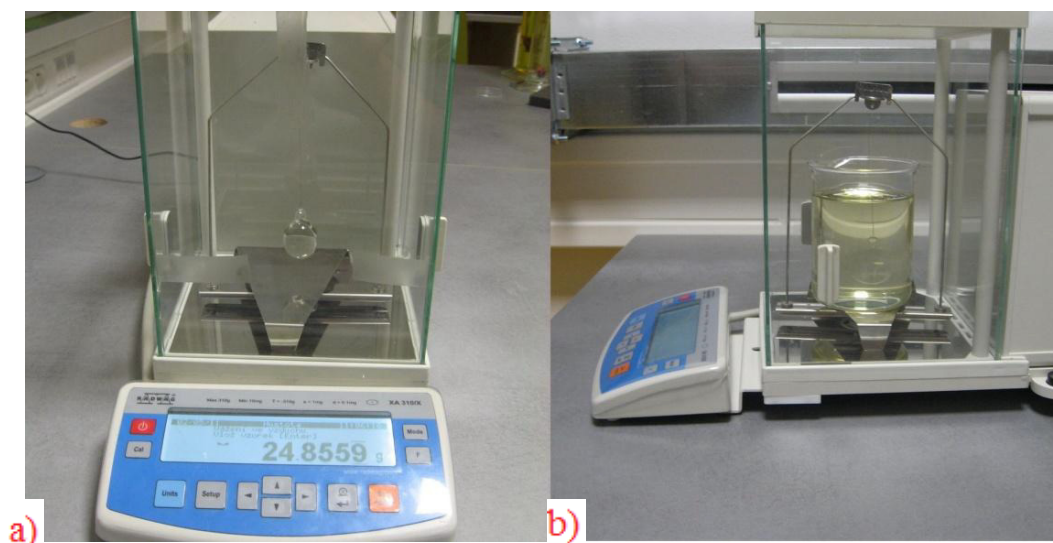
$$\rho = \frac{m}{V_T} + \rho_V = \frac{m_V - m_k}{V_T} + \rho_V, \quad (66)$$

kde ρ je zjišťovaná hodnota měřené kapaliny, m_V je hmotnost tělíska ve vzduchu, m_k je hmotnost tělíska v měřené kapalině, V_T je kalibrovaný objem tělíska $10,018 \pm 0,005 \text{ cm}^3$ a ρ_V je hustota vzduchu $0,001 \text{ g cm}^{-3}$ (korekce na vztlak), m je hmotnost vytlačené kapaliny měřícím tělískem dané rozdílem hmotnosti tělíska na vzduchu m_V a v měřené kapalině m_k .



Obr. 32: Princip metody pro měření hustoty kapalin

Podstata metody je založena na principu Archimédova zákona. Plovák musí být celý ponořen pod hladinou měřené kapaliny v laboratorní nádobce. Plovák ponořený do kapaliny je nadlehčován vztlakovou silou F_{vz} , jejíž velikost se rovná tíhové síle F_G kapaliny, která má ale opačný směr. Velikost vztlakové síly je ovlivňována objemem ponořené části plováku, hustotou kapaliny a tíhovým zrychlením. Tato síla není ovlivňována hloubkou ponoru, objemem kapaliny ani hustotou plováku. Plovák má přesně definovaný objem a jeho hodnota je $10,018 \pm 0,005 \text{ cm}^3$, hmotnost plováku ve vzduchu byla zjištěna několika násobným vážením (10krát) na horním závěsu vah (obr. 33 a)) a z těchto naměřených hodnot spočítána průměrná hmotnost 24,8568 g.



Obr. 33: Vážení plováku na horním závěsu vah: a) na vzduchu b) v měřené kapalině

Pomocí programu v menu váhy RADWAG lze bez výpočtů přímo zjistit hustotu (g cm^{-3}) s prvotním zvážení měřícího tělíska ve vzduchu a poté zvážení v kapalině (obr. 33 a), b)), ale to je vhodné spíše pro krátkodobé měření. Z důvodu dlouhodobějšího měření a časté kalibrace vah nebyla hustota měřena automatickým přepočtem pomocí programu v menu vah, ale tento výpočet byl proveden až následně dle vztahu (66). Důvod je takový, že hmotnost plováku byla zjišťována nejprve na vzduchu (obr. 33 a)) a následně v měřené kapalině využívající vážení na spodním závěsu plováku, tak jak je patrné z principu metody (obr. 32) a fotografie pracoviště (obr. 34).



Obr. 34: Vážení plováku na spodním závěsu v měřené kapalině při různých teplotách

Váha měří s rozlišením v desetinách miligramu, poslední číslice na displeji váhy. To znamená, že zdroji nejistoty analytických vah RADVAG je rozlišovací schopnost displeje vah označené jako $\Delta Z_{\max 1} = 0,1 \text{ mg}$. Přesnost vážení plováku ve vzduchu a v kapalině pomocí sady pro měření hustoty kapalin je 1 mg, proto je to druhý zdroj nejistoty $\Delta Z_{\max 2}$. Rozdělení pravděpodobnosti je pro tyto zdroje nejistot zvoleno Normální (pravoúhlé) rozdělení, tedy $\kappa = \sqrt{3}$. Po dosazení vztahů (45) a (46) vypočítáme nejistotu typu B analytické váhy RADWAG následovně:

$$u_B(\text{radwag}) = \sqrt{\left(\frac{0,0001}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0,00058 \text{ g.} \quad (67)$$

Teplota byla při měření hustoty měřena digitálním teploměrem GMH 3210 s rozlišením displeje 0,1 °C a chybou čidla 0,03 % z měřené hodnoty X_M . Nejistotu typu B digitálního teploměru pro teplotu 5,6 °C vypočítáme ze vztahu

$$u_B(\vartheta) = \sqrt{\left(\frac{0,1}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0003 X_M}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{0,1}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0003 \cdot 5,6}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0,058 \text{ °C.} \quad (68)$$

Rozšířenou nejistotou pro teplotu 5,6 °C je $U = 0,1 \text{ °C}$ vyjadřující nalezení pravé hodnoty výsledku s pravděpodobností 95 %.

8 Použité měřicí přístroje

tab. 8: Tabulka použitých přístrojů

Název	Výrobce	Typ	Rozsah
Höpplerův viskozimetr	RHEOTEST MEDINGEN	KF 3.2	(0,6 – 70000) mPa s
Vibrační viskozimetr	AND Company Limited	SV 10	(0,3 – 10000) mPa s
Termostat	MEDINGEN	T200	(- 60 – 200) °C
Analytické váhy	RADWAG	XA 310/X	(0,001 – 100) g
Laboratorní sušárna	BMT	Stericell	do 250 °C
Teplomer s Pt senzorem	GREISINGER ELECTRONIC	GMH 3210	(-220 – 1372) °C
Stopky	Olympia sport	Chronomet 709R	1/100 s

9 Vzorky pro měření

V posledních letech je snaha využívat v oblastech elektrotechniky biologicky rozložitelné izolační kapaliny jako alternativu k běžně používaným minerálním olejům a syntetickým izolačním kapalinám. V elektrotechnice je hlavní výhodou používání alternativních izolačních kapalin jejich biologická rozložitelnost. To znamená, že jsou šetrné k životnímu prostředí a nemají negativní vliv na životné prostředí jako doposud používané minerální oleje a syntetické kapaliny. Další výhodou alternativních izolačních kapalin je omezené a snižující se zásoby ropy, ze kterých se vyrábí nejen minerální oleje, ale pohonné hmoty a jiné produkty (plasty,...). Rostlinné oleje jsou v přírodní produkty, ze kterých lze vyrábět rovněž kvalitní izolační kapaliny chemickou cestou tzv. esterifikací.

Biologicky rozložitelné kapaliny je snaha používat i v jiných odvětvích než je elektrotechnika, ale například v petrochemickém průmyslu. Zde se používají jako přísada běžných pohonných hmot jako je nafta.

Na základě výše uvedených informací byly vybrány pro měření dynamické viskozity a hustoty vzorky kapalin MIDEL 7131 a MEŘO (metyl ester řepkového oleje).

MIDEL 7131 ^[18]

MIDEL 7131 je syntetická, nehořlavá, ekologická izolační kapalina na bázi organických esterů. Používá se jako náhrada za minerální oleje v transformátorech všude tam, kde je potřeba dbát na zvýšenou ochranu před nebezpečím ohně nebo v místech, kde jsou zvýšené požadavky na ochranu životního prostředí. Z 99 % je v životním prostředí odbouratelný za 21 dní. Vyhovuje požadavkům normy IEC 61099 "Specifikace nových syntetických organických esterů pro použití v elektrotechnice". Splňuje podmínky pro Ekologický šetrný výrobek č. 21-01 a může být označován značkou pro ekologicky šetrný výrobek. Rozsáhlé testy na toxicitu dokázaly, že MIDEL není karcinogenní ani jinak zdraví škodlivý.



Obr. 35: Logo ekologicky šetrný výrobek

Olej byl vyroben s izolačními a chladícími schopnostmi srovnatelnými s vlastnostmi běžně používaných minerálních olejů a jeho vlastnosti odpovídají požadavkům výrobců transformátorů. Je velmi dobře odolný proti oxidaci a je schopen absorbovat mnohem více vlhkosti než minerální oleje, bez zhoršení jeho funkce jako izolantu. V hermeticky uzavřených transformátorech pracujících při běžných teplotách je olej schopen absorbovat vlhkost produkovanou rozpadem celulózy z vinutí a v době životnosti transformátoru je nepravděpodobné, že by potřeboval údržbu. MIDEL 7131 byl testován a schválen

pojišťovnami a protipožárními autoritami pro použití v transformátorech umístěných uvnitř budov a v jiných kritických oblastech bez zvláštních protipožárních opatření.

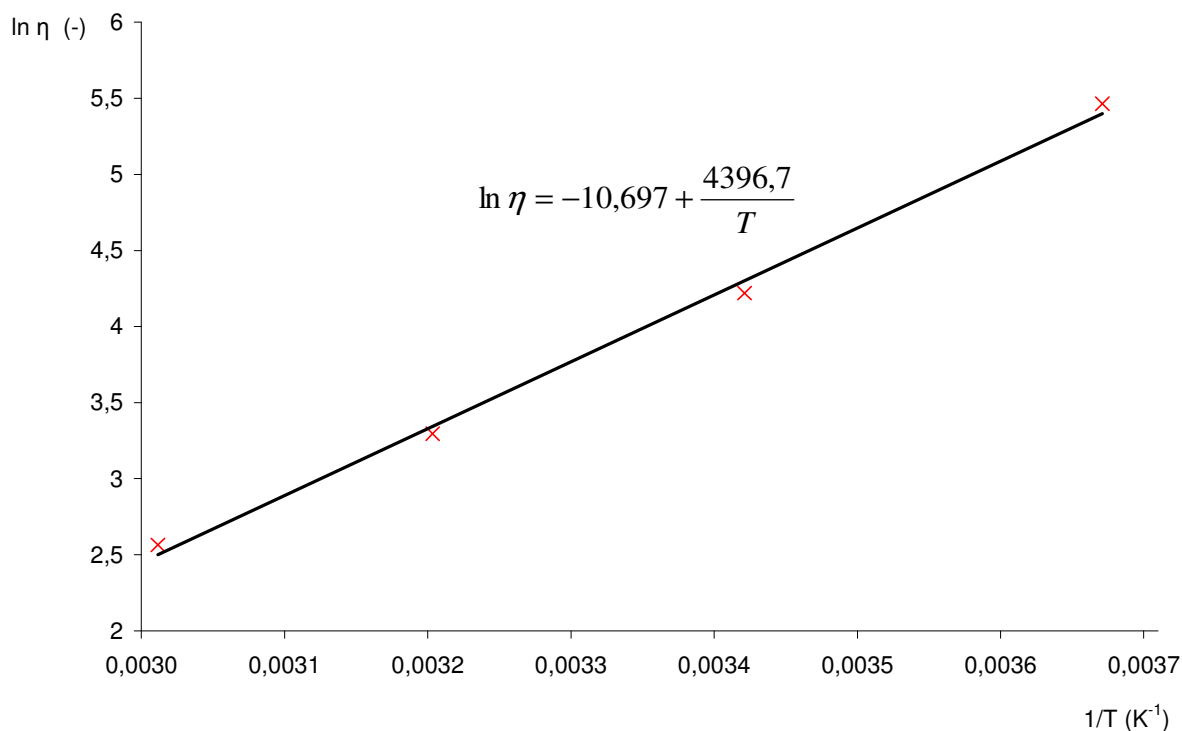
Tento olej se stále víc používá, protože se v elektrotechnice dbá čím dál tím více na ekologické požadavky, které tento olej bez problému splňuje. Tento olej používá například známá energetická firma Siemens, kde používá tento syntetický ester v napájení, distribuci a v trakčních transformátorech. Jednotky obsahující MIDEL[®] 7131, se vyrábějí pro průmyslové aplikace.

tab. 9: Hodnoty dynamické a kinematické viskozity oleje MIDEL 7131 z datasheetu [18]

ϑ (°C)	η (mPa s)	ν (mm ² s ⁻¹)
0	236	240
20	68	70
40	27	28
60	13	14

Z logaritmu viskozity $\ln \eta$ a převrácené hodnoty termodynamické teploty $1/T$ byl vytvořen graf, ze kterého byla odečtena rovnice regrese pro odečtení materiálových konstanta A , B . Podle vztahu (7) byly určeny konstanty rovnice regrese v grafu na Obr. 36. Materiálová konstanta $A = -10,697$ (-) a $B = 4396,7$ K. Úpravou vztahu (7) a dosazením materiálových konstant do něj vznikne vztah, ze kterého je možné určit dynamickou viskozitu pro jakoukoliv teplotu:

$$\eta = e^{A + \frac{B}{T}} = e^{-10,697 + \frac{4396,7}{T}}, \quad (69)$$



Obr. 36: Závislost $\ln \eta$ na $1/T$ pro olej MIDEL (hodnoty z datasheetu)

MEŘO /MetylEstery Řepkového Oleje), FAME (Fat Acid MethylEster) ^[24]

Jak již plyne ze zkratky jedná se o tzv. metylestery mastných kyselin řepkových olejů. Metylestery řepkového oleje jsou základní složkou bionafty a vyrábí se rafinačním procesem — tzv. esterifikací, kdy se mísí olej vylisovaný z řepkových semen s metanolem za “spolupráce” dalších katalyzátorů. Vedlejším produktem výroby metylesteru je glycerin, který lze použít dále v chemickém průmyslu k výrobě mýdel, zubních past, atd. V zahraničí se k výrobě MEŘO používá např. olej ze sójových bobů.

MEŘO se používá jako základní a stěžejní složka současné bionafty (2. generace). V té je ho obsaženo minimálně 30% (maximálně 36%) a je z velké části zodpovědný za její příznivé ekologické vlastnosti. Je podle CEC-L 33-T 82 z 98% biologicky odbouratelný do 21 dní a tuto velmi příznivou vlastnost dodává i celé bionaftě.

MEŘO je čirá kapalina bez jakýchkoliv nečistot, zabarvená do žluta, s vodou nemísitelná. Je to hořlavá kapalina III. třídy, neobsahuje PCB ani látky obsahující těžké kovy. Při znečištění půdy se MEŘO samo biologicky odbourá.

tab. 10: základní parametry zkoumaných olejů

Parametry	MIDEL 7131	MEŘO (FAME)
Vzhled	Žlutá olejovitá kapalina bez usazenin	Zelenožlutá olejovitá kapalina
Zápach	Slabý, nasládlý	Mírný
Hustota při 20°C (g cm ⁻³)	970	888
Dynamická viskozita při 20°C (mPa s)	68	6,1
Kinematická viskozita při -20°C (mm ² s ⁻¹)	1500	-
Kinematická viskozita při 40°C (mm ² s ⁻¹)	28	3,5 - 5
Bod vzplanutí (°C)	275	120
Bod hoření (°C)	322	Nehořlavá látka *
Bod samovznícení (°C)	435	261
Obsah vody (mg kg ⁻¹)	50	Max. 500
Průrazné napětí (kV 2,5mm ⁻¹)	>70	-
Dielektrický ztrátový činitel při 90°C, 50Hz	< 0,03	-
Měrný odpor při 90°C (GΩ m)	> 50	-

* Pro definici hořlavosti, se odkazuje nařízení REACH 67/548. Podle tohoto nařízení hořlavost není pro kapaliny, pokud bod vzplanutí je nad 60 °C. Bod vzplanutí této látky je 170 °C, což je výrazně nad hranicí 60 °C

Destilovaná voda

Jedná se o vodu, která prošla chemickým procesem destilace. To znamená, že byla kvůli změně na skupenství vodní páry zbavena rozpuštěných minerálních látek, stává se tedy čistou (H₂O). Je to čirá bezbarvá kapalina, v silné vrstvě namodralá, která nemá chuť ani zápach.

Destilovaná voda nemá charakter pitné vody a její konzumace je spojena se zdravotními riziky. Destilovaná voda se používá hlavně v chemickém průmyslu k výrobě léčiv, k doplňování elektrolytu olovených akumulátorů nebo do napařovacích žehliček. Všude tam, kde je třeba chemicky neutrální vody bez příměsí a rozpuštěných látek. Rozdíl od minerální vody je takový, že po odpaření destilované vody nezůstane žádný nerostný materiál (vodní kámen).

tab. 11: Základní vlastnosti destilované vody

Parametr	Destilovaná voda
Teplota tání	0 °C při 101 kPa
Teplota varu	100 °C při 101 kPa
Hustota při 4 °C	~1 g cm ⁻³
pH	neutrální (7)

tab. 12: Viskozita a hustota destilované vody [4]

Teplota ϑ (°C)	Dynamická viskozita η (mPa s)	Kinematická viskozita ν (mm ² s ⁻¹)	Hustota ρ (kg m ⁻³)
0	1,787	1,787	999,941
5	1,519	1,519	999,973 (při 4 °C)
10	1,307	1,307	999,701
20	1,002	1,004	998,205
30	0,798	0,801	995,651
40	0,653	0,658	992,22
50	0,547	0,553	988,04
60	0,467	0,475	983,2
70	0,404	0,413	977,76
80	0,355	0,365	971,79
90	0,315	0,326	965,3
100	0,282	0,294	958,35

10 Zpracování naměřených dat

10.1 Hustota

Hustota destilované vody

Hustota destilované vody při teplotě $\vartheta = 23,5$ °C byla měřena analytickými vahami RADWAG pomocí horního závěsu na rameni vah. Bylo využito automatické měření hustoty bez opakovaného měření. Hmotnosti plováku ve vzduchu a v kapalině byly přepočteny automaticky programem vah na hustotu a zobrazeny na displeji. Celková nejistota měření hustoty destilované vody $U(\rho)$ je tedy dána nejistotou typu B vah násobenou koeficientem rozšíření, který je roven 2 a vyjadřuje 95 % pravděpodobnost, že v intervalu rozšířené nejistoty bude nalezena pravá hodnota.

$$U(\rho) = k_u u_B(\text{radwag}) = 2 \cdot 0,00058 = 0,0012 \text{ (g cm}^{-3}\text{)}. \quad (70)$$

Naměřená hodnota hustoty destilované vody při $\vartheta = 23,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ je potom vyjádřena s rozšířenou nejistotou následovně

$$\rho = (0,9972 \pm 0,0012) \text{ (g cm}^{-3}\text{)}. \quad (71)$$

Hustota oleje MIDEL

Hustota měřených kapalin byla měřena podle principu popsaného v kapitole 7 a dosazením naměřených hodnot do vztahu (66). Pomoci horního vážení na rameni vah, které je součástí sady určené k měření hustoty kapalin, byla opakovaně (desetkrát) měřena hmotnost plováku na vzduchu m_v . K naměřeným hodnotám hmotnosti plováku byla připočtena hmotnost samotného vlasce 0,1051 g, kterým byl plovák zavěšen na spodním závěsu vah. Z opakovaně naměřených a korigovaných hodnot: 24,9618 g; 24,9617 g; 24,9618 g; 24,962 g; 24,9619 g; 24,9621 g; 24,962 g; 24,9621 g; 24,961 g; 24,9621 g; byla vypočtena nejistota měření typu A měřené hmotnosti plováku na vzduchu m_v .

$$\overline{m_v} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n m_{vi} = 24,9619 \text{ g.} \quad (72)$$

$$u_A(m_v) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} = \sum_{i=1}^n (m_{vi} - \overline{m_v})^2} = 0,00011 \text{ g.} \quad (73)$$

Nejistota měření typu B analytických vah $u_B(\text{radwag})$ byla spočítána ze vztahu (67) jejíž hodnota byla dosazena spolu s nejistotou typu A $u_A(m_v)$ do vztahu:

$$u_C(m_v) = \sqrt{u_A^2(m_v) + u_B^2(\text{radwag})} = \sqrt{0,0001046^2 + 0,00058^2} = 0,00059 \text{ g,} \quad (74)$$

kde $u_C(m_v)$ vyjadřuje celkovou nejistotu hmotnosti měřícího tělíska ve vzduchu.

Druhou měřenou veličinou dle vztahu (66) je hmotnost měřícího tělíska v měřeném vzorku kapaliny m_K . Tato hmotnost byla měřena opakovaně (desetkrát) a to pro každou nastavovanou teplotu v intervalu 1 – 90 $^{\circ}\text{C}$. Celková nejistota měření hmotnosti tělíska v kapalině $u_C(m_K)$ byla vypočtena obdobným způsobem jako celková nejistota měření hmotnosti tělíska ve vzduchu $u_C(m_v)$ podle vztahu (74). Celková nejistota měření hustoty vzorku kapaliny $u_C(\rho)$ je vypočtena ze vztahu (53) pro nepřímě měřené veličiny, které jsou vzájemně závislé nebo měřené jedním měřicím přístrojem a jsou tedy silně korelované. Dále je ve vztahu (66) daný objem měřícího tělíska $10,018 \text{ cm}^3$ s konstantní nejistotou $0,005 \text{ cm}^3$ zjištěnou z manuálu pro sadu měření hustoty kapalin váhami RADWAG, kterou je nutné uvažovat do celkové nejistoty nepřímě měřené hustoty. Výsledný vztah pro výpočet celkové nejistoty měření hustoty kapalin $u_C(\rho)$ potom je ve tvaru:

$$\begin{aligned}
u_C(\rho) &= \sqrt{(A_{m_V} u_C(m_V))^2 + (A_{m_K} u_C(m_K))^2 + 2A_{m_V} A_{m_K} u(m_V, m_K) + (A_{V_T} u(V_T))^2} = \\
&= \sqrt{(0,0998 \cdot 0,0059)^2 + (-0,0998 \cdot 0,00062)^2 + 2 \cdot 0,0998 \cdot (-0,0998) \cdot 3,6 \cdot 10^{-7} +} \\
&\quad + (-0,098 \cdot 0,005)^2} = 0,00049 \text{ g cm}^{-3}
\end{aligned} \quad (75)$$

kde A_{m_V} , A_{m_K} , A_{V_T} jsou citlivostní koeficienty dané parciálními derivacemi podle vstupních veličin vztahu (66), $u(V_T)$ je nejistota objemu plováku, $u(m_V, m_K)$ je kovariance mezi veličinami měřenými jedním měřidlem a je dána vztahem:

$$u(m_V m_K) = r(m_V m_K) \cdot u_B(m_V) \cdot u_B(m_K) = 1 \cdot 5,8 \cdot 10^{-4} \cdot 5,8 \cdot 10^{-4} = 3,36 \cdot 10^{-7} \text{ g.} \quad (76)$$

kde $r(m_V m_K)$ je koeficient korelace způsobený měřením dvou vstupních veličin jedním měřicím přístrojem, jedná se o projev silně korelovaných vlivů, proto je roven 1.

Vztahy pro výpočet citlivostních koeficientů jsou následující:

$$A_{m_V} = \frac{\partial \rho}{\partial m_V} = \frac{1}{V_T} = \frac{1}{10,018} = 0,0998 \text{ cm}^{-3}. \quad (77)$$

$$A_{m_K} = -\frac{\partial \rho}{\partial m_K} = -\frac{1}{V_T} = -\frac{1}{10,018} = -0,0998 \text{ cm}^{-3} \quad (78)$$

$$A_{V_T} = \frac{\partial \rho}{\partial V_T} = \frac{m_K - m_V}{V_T^2} = \frac{15,12624 - 24,96185}{10,018} = -0,098 \text{ g cm}^{-9} \quad (79)$$

Pro zajištění intervalu, ve kterém se bude nacházet pravá hodnota s větší pravděpodobností než 68 % je nutné celkovou nejistotu $u_C(\rho)$ vynásobit koeficientem rozšíření $k_u = 2$. Potom bude rozšířená nejistota měření vyjadřovat interval, ve kterém se bude nacházet pravá hodnota s 95 % pravděpodobností.

$$U_\rho = k_u u(\rho) = 2 \cdot 0,00049 = 0,00098 \text{ g cm}^{-3} \quad (80)$$

Hustota měřeného vzorku byla spočtena z výběrových průměrů hmotností měřícího tělíska $\overline{m_V}, \overline{m_K}$ dle vztahu (66):

$$\rho = \frac{\overline{m_V} - \overline{m_K}}{V_T} + \rho_V = \frac{24,96185 - 15,12624}{10,018} + 0,001 = 0,9828 \text{ g cm}^{-3}. \quad (81)$$

tab. 13: Hodnoty hustoty s nejistotou měření oleje MIDEL 7131 pro jednotlivé teploty

ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	$\overline{m_K}$ (g)	$u(m_K)$ (g)	ρ (g cm ⁻³)	$u_c(\rho)$ (g cm ⁻³)	U_{ρ} (g cm ⁻³)	A_{VT} (g cm ⁻⁹)
5,6	0,1	15,12624	0,00062	0,9828	0,00049	0,0010	-0,09800
10,8	0,1	15,18826	0,00058	0,9766	0,00049	0,0010	-0,09738
20,9	0,1	15,26290	0,00058	0,9692	0,00048	0,0010	-0,09664
29,5	0,1	15,34374	0,00059	0,9611	0,00048	0,0010	-0,09584
43,6	0,1	15,44957	0,00060	0,9505	0,00047	0,0009	-0,09478
58,7	0,1	15,54205	0,00059	0,9413	0,00047	0,0009	-0,09386
69,3	0,1	15,61617	0,00059	0,9339	0,00047	0,0009	-0,09312
80,3	0,1	15,69936	0,00060	0,9256	0,00046	0,0009	-0,09229
90,1	0,1	15,76517	0,00059	0,9190	0,00046	0,0009	-0,09164

Hustota oleje MEŘO

Měřené hodnoty hustoty oleje MEŘO byly převzaty z praktické části z diplomové práce [27]. Důvod byl takový, že z časových důvodů nebylo toto měření možno provést. Z převzatých hodnot byla stanovena rovnice regrese (82) z grafu teplotní závislosti hustoty (obr. 37). Z této rovnice byly určeny hodnoty hustoty pro potřebné hodnoty teploty. Protože nebyla hustota oleje MEŘO měřena s opakovaným měřením, je nutné určit celkovou nejistotu měření hustoty jako nejistotu měření typu B $u_B(\text{radwag})$ analytických vah. Pro určení rozšířené nejistoty byla tato nejistota vynásobena koeficientem rozšíření rovným 2, určující s 95 %, že v intervalu rozšířené nejistoty bude nalezena pravá hodnota měření.

tab. 14: Naměřené hodnoty hustoty oleje MEŘO [27]

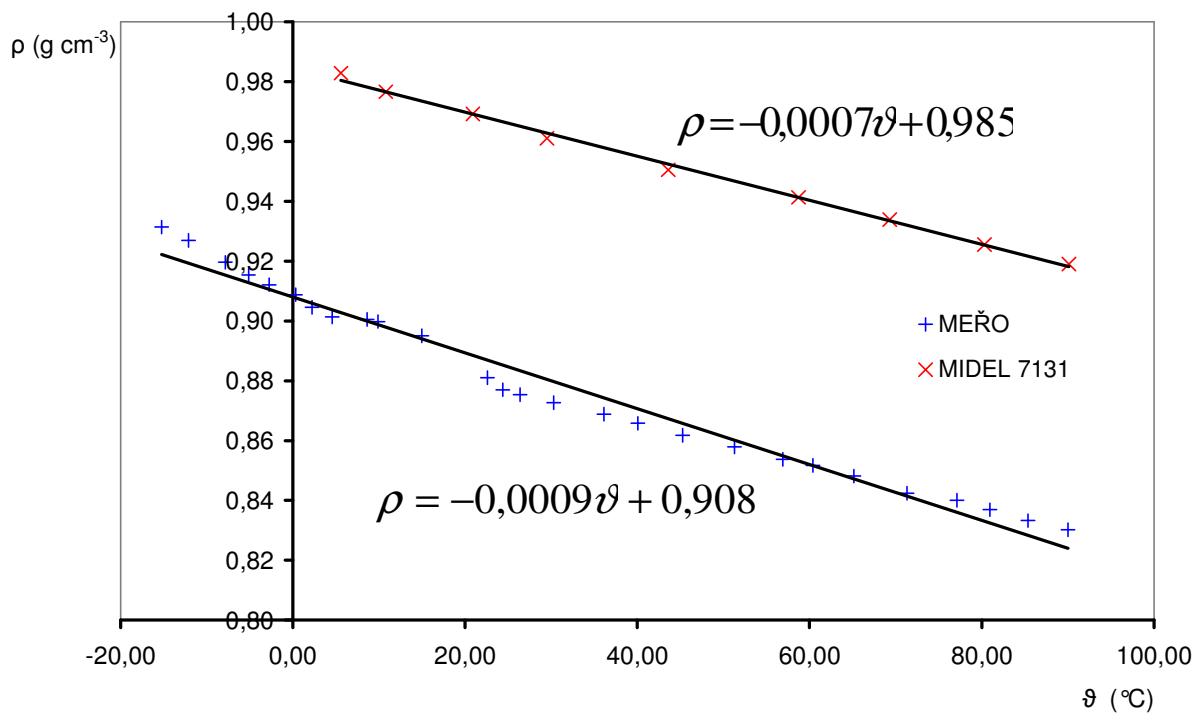
ϑ (°C)	ρ (g cm ⁻³)	ϑ (°C)	ρ (g cm ⁻³)	ϑ (°C)	ρ (g cm ⁻³)
-15,24	0,9314	9,9	0,8998	51,27	0,8579
-12,12	0,9269	15	0,8951	56,91	0,8537
-7,85	0,9196	22,6	0,881	60,4	0,8517
-5,15	0,9154	24,36	0,877	65,16	0,8482
-2,73	0,9121	26,4	0,8754	71,3	0,8424
0,32	0,9088	30,28	0,8727	77,12	0,84
2,23	0,9046	36,11	0,8688	80,92	0,8369
4,55	0,9014	40,06	0,8658	85,35	0,8333
8,61	0,9005	45,25	0,8618	89,99	0,8302

tab. 15: Hodnoty hustoty s rozšířenou nejistotou měření oleje MEŘO

ϑ (°C)	ρ (g cm ⁻³)	U_ρ (g cm ⁻³)
1,5	0,9067	0,0012
10,9	0,8982	0,0012
21,2	0,8889	0,0012
35	0,8765	0,0012
43	0,8693	0,0012
59,5	0,8545	0,0012
69,4	0,8455	0,0012
79,4	0,8365	0,0012
82,8	0,8335	0,0012
89,4	0,8275	0,0012

Vztah pro stanovení hodnot hustoty pro konkrétně požadované teploty je určen z rovnice regrese teplotní závislosti hustoty oleje MEŘO, která má tvar:

$$\rho = -0,0009 \vartheta + 0,908 . \quad (82)$$



Obr. 37: Teplotní závislost hustoty oleje MEŘO a MIDEL 7131 s rovnicí regrese

10.2 Dynamická viskozita destilované vody

Höpplerův viskozimetr

Pro měření destilované vody při teplotě 23,8 °C Höpplerovým viskozimetrem byla použita kulička číslo 1, která má hustotu $\rho_K = 2,224 \text{ g cm}^{-3}$ a konstantu pro základní směr pádu kuličky je $K = 0,0085 \text{ mPa cm}^3 \text{ g}^{-1}$ a pro směr zpáteční je $K = 0,00839 \text{ mPa cm}^3 \text{ g}^{-1}$. V každém směru pádu kuličky byl měřen opakovaně (desetkrát) její doba pádu, ze které byly vypočítány výběrové průměry a následně celková nejistota doby pádu kuličky $u_A(t)$. Spolu s nejistotou hustoty vzorku byla vypočtena nejistota dynamické viskozity se znalostí vztahu (52). Nejistota hustoty vzorku byla dána nejistotou typu B analytických vah rozšířenou o koeficient rozšíření $k_u = 2$, vyjadřující 95 % pravděpodobnost nalezení pravé hodnoty.

tab. 16: Naměřené doby pády kuličky v destilované vodě

$\vartheta = 23,8 \text{ °C}$		
kulička č. 1	t (s)	
počet měření	základní směr	zpětný směr
1	92,11	94,32
2	92,08	92,37
3	91,43	92,5
4	91,72	93,87
5	91,59	92,9
6	90,59	92,29
7	91,13	92,19
8	91,23	92,71
9	90,99	92,34
10	90,87	93,53
$\bar{t}$ (s)	91,37	92,90

Z hodnot v tabulce (tab. 16) byla vypočtena nejistota typu A doby pádu kuličky a se znalostmi nejistoty typu B byla vypočtena kombinovaná nejistota času pro základní dle vztahu:

$$u_C(t) = \sqrt{u_A^2(t) + u_B^2(t)} = \sqrt{0,16007^2 + 0,231^2} = 0,281 \text{ s.} \quad (83)$$

Obdobným způsobem byla spočtena nejistota pro zpáteční směr pádu kuličky, která je $u_C(t) = 0,330 \text{ s}$. Z celkové nejistoty doby pádu kuličky byla vypočítaná rozšířená nejistota času pádu kuličky a to vynásobením koeficientem rozšíření $k_u = 2$, který vyjadřuje 95 % pravděpodobnost nalezení pravé hodnoty v intervalu rozšířené nejistoty. Výsledná rozšířená nejistota času pro základní směr je $U = 0,56 \text{ s}$.

Dynamická nejistota byla vypočtena ze vztahu:

$$\eta = (\rho_K - \bar{\rho})K\bar{t} = (2,224 - 0,9972) \cdot 0,0085 \cdot 91,37 = 0,953 \text{ mPa s,} \quad (84)$$

ze kterého museli být spočteny koeficienty citlivosti A_t , A_ρ pro výpočet nejistoty dynamické viskozity nepřímou metou měření.

$$A_t = \frac{\partial \eta}{\partial t} = (\rho_K - \rho) K = (2,224 - 0,9972) \cdot 0,0085 = 0,01043 \text{ mPa} \quad (85)$$

$$A_\rho = \frac{\partial \eta}{\partial \rho} = -K \bar{t} = -0,0085 \cdot 91,37 = -0,777 \text{ mPa s cm}^{-3} \text{ g}^{-1}. \quad (86)$$

Dosažením potřebných hodnot pro výpočet nejistot nepřímého měření do vztahu (52) byla vypočtena celková nejistota dynamické viskozity, která je i rozšířenou nejistotou, protože je počítaná z rozšířených nejistot vstupních (měřených) veličin

$$U(\eta) = \sqrt{(A_t U(t))^2 + (A_\rho U(\rho))^2} = \sqrt{(0,01043 \cdot 0,562)^2 + ((-0,777) \cdot 0,0012)^2} = 0,0059 \text{ mPa s}. \quad (87)$$

tab. 17: tabulka dynamické viskozity a nejistot měření destilované vody při 23,8 °C

Směr pádu kuličky	$\bar{t}$ (s)	U_t (s)	$(\rho \pm U_\rho) \text{ g cm}^{-3}$	$(\eta \pm U(\eta)) \text{ mPa s}$	A_t (mPa)	A_ρ (mPa s cm ⁻³ g ⁻¹)
Základní směr	91,37	0,56	$0,9972 \pm 0,0012$	$0,953 \pm 0,0059$	0,0104	-0,777
Zpětný směr	92,90	0,66		$0,969 \pm 0,0069$	0,0103	-0,7795

Vibrační viskozimetr SV 10:

Viskozita destilované vody byla měřena vibračním viskozimetrem, teplota byla 23,6 °C. Opakované měření probíhalo pro 20 hodnot s opakováním automatického měření po 5 sekundách. Protože viskozimetr nezaznamenal během doby měření žádné odchylky měření, což svědčí o stabilitě měření, nemohla být vypočtena nejistota měření typu A, protože by byla nulová. Vzhledem k naměřené zdánlivé viskozitě destilované vody 0,91 mPa s pro všechna opakování (20 hodnot po 5 s), přepočtem dle vztahu (60) byla vypočtena dynamické viskozita 0,913 mPa s. Nejistota měření je dána nejistotou typu B jak viskozimetru, tak i analytických vah $u_B(\text{radwag}) = 0,00058 \text{ g}$. Parciální derivací vztahu (60) podle η_{zdn} a ρ určíme koeficienty citlivosti $A_{\eta_{zdn}}$ a A_ρ :

$$A_{\eta_{zdn}} = \frac{\partial \eta}{\partial \eta_{zdn}} = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{0,9972} = 1,0028 \text{ g}^{-1} \text{ cm}^3 \quad (88)$$

$$A_\rho = \frac{\partial \eta}{\partial \rho} = -\frac{\eta_{zdn}}{\rho^2} = -\frac{0,91}{0,9972^2} = -0,915 \text{ mPa s g}^2 \text{ cm}^{-6}.$$

Dle vztahu (61) určíme nejistotu typu B vibračního viskozimetru $u_B(\text{SV10}) = 0,0168$. Nejistotu nepřímého měření dynamické viskozity vypočteme ze vztahu:

$$u(\eta) = \sqrt{(A_{\eta_{zdn}} u_{B_i} (SV10))^2 + (A_{\rho} u_{B_i} (radwag))^2} =$$

$$= \sqrt{(1,0028 \cdot 0,0168)^2 + (-0,915 \cdot 0,00058)^2} = 0,017 \text{ mPa s.} \quad (89)$$

Rozšířenou nejistotu dynamické viskozity získáme ze vztahu:

$$U(\eta) = k_u u(\eta) = 2 \cdot 0,017 = 0,034 \text{ mPa s.} \quad (90)$$

Výsledná nepřímá změřená hodnota dynamické viskozity destilované vody při teplotě 23,6 °C je formálně zapsána s rozšířenou nejistotou následovně:

$$U(\eta) = (0,913 \pm 0,034) \text{ mPa s.} \quad (91)$$

10.3 Dynamická viskozita oleje MIDEL 7131

Höpplerův viskozimetr

Dynamická viskozita měřená Höpplerovým viskozimetrem byla spočtena jako příklad pro teplotu 5,8 °C podle následujícího vztahu:

$$\eta = (\rho_K - \bar{\rho}) K \bar{t} = (8,115 - 0,9828) \cdot 0,753 \cdot 30,42 = 163,38 \text{ (mPa s).} \quad (92)$$

Kombinovaná nejistota času pro základní směr je určena vztahem:

$$u_C(t_1) = \sqrt{u_A^2(t) + u_B^2(t)} = \sqrt{0,0614^2 + 0,231^2} = 0,2390 \text{ (s)} \quad (93)$$

a rozšířenou nejistotu doby pádu kuličky získáme dle vztahu:

$$U_{t1} = k_u u_C(t_1) = 2 \cdot 0,2390 = 0,478 \text{ (s).} \quad (94)$$

Příklad výpočtu celkové nejistoty dynamické viskozity pro směr základní směr pádu kuličky a teplotu 5,8 °C. Celková nejistota dynamické viskozity je zároveň rozšířenou nejistotou, protože je počítaná již z rozšířených celkových nejistot vstupních veličin. Výpočet je proveden vztahem pro výpočet nejistot nepřímého měření:

$$U(\eta) = \sqrt{(A_t U_{t1})^2 + (A_{\rho} U_{\rho})^2} = \sqrt{(5,371 \cdot 0,478)^2 + (-22,907 \cdot 0,0010)^2} =$$

$$= 2,57 \text{ mPa s,} \quad (95)$$

kde A_t , A_{ρ} jsou koeficienty citlivosti, vypočtené podle následujících vztahů

$$A_t = \frac{\partial \eta}{\partial t} = (\rho_K - \rho) K = (8,115 - 0,9828) \cdot 0,753 = 5,37 \text{ mPa} \quad (96)$$

$$A_{\rho} = \frac{\partial \eta}{\partial \rho} = -K \bar{t} = -0,753 \cdot 30,42 = -22,91 \text{ mPa s cm}^{-3} \text{ g}^{-1}. \quad (97)$$

Obdobným způsobem byly spočteny nejistoty měření pro zpáteční směr pádu kuličky a různé teploty měřené kapaliny. Vypočtené hodnoty jsou zobrazeny přehledně v následujících tabulkách.

tab. 18: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL 7131

Základní směr								
č. kuličky	ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	t_1 (s)	U_{t1} (s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	A_t (mPa)	A_{ρ} (mPa s cm ³ g ⁻¹)
4	5,8	0,1	30,42	0,48	163,38	2,57	5,37	-22,91
3	11,1	0,1	148,98	0,69	119,53	0,56	0,80	-16,69
3	21,2	0,1	83,26	0,56	66,87	0,45	0,80	-9,32
3	33,4	0,1	52,84	0,53	42,49	0,43	0,80	-5,92
2	44,3	0,1	258,78	0,82	23,70	0,08	0,09	-18,58
2	59,8	0,1	148,91	0,60	13,74	0,06	0,09	-10,69
2	68,7	0,1	109,91	0,53	10,20	0,05	0,09	-7,89
2	79,8	0,1	83,81	0,49	7,83	0,05	0,09	-6,02
2	89,5	0,1	65,33	0,52	6,13	0,05	0,09	-4,69

tab. 19: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL 7131

Zpětný směr								
č. kuličky	ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	t_2 (s)	U_{t2} (s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	A_t (mPa)	A_{ρ} (mPa s cm ³ g ⁻¹)
4	5,8	0,1	30,66	0,49	164,23	2,62	5,36	-23,03
3	11,1	0,1	149,87	0,81	119,60	0,65	0,80	-16,70
3	21,2	0,1	83,86	0,51	66,99	0,41	0,80	-9,34
3	33,4	0,1	53,19	0,52	42,54	0,42	0,80	-5,93
2	44,3	0,1	259,96	0,72	23,68	0,07	0,09	-18,56
2	59,8	0,1	149,95	0,53	13,76	0,05	0,09	-10,71
2	68,7	0,1	110,66	0,48	10,21	0,04	0,09	-7,90
2	79,8	0,1	84,06	0,51	7,81	0,05	0,09	-6,00
2	89,5	0,1	65,45	0,52	6,11	0,05	0,09	-4,67

Vibrační viskozimetr SV 10:

Nejistota typu A naměřené zdánlivé viskozity byla vypočtena podle vztahu (43). Protože měření bylo opakované pětkrát je nutné vypočtenou nejistotu měření vynásobit koeficientem závislým na počtu měření dle vztahu (44), pro $n = 5$ měřených hodnot je tento koeficient roven 1,4. Podle vztahu (61) byla spočtena nejistota typu B vibračního viskozimetru. Kombinovaná nejistota zdánlivé viskozity byla vypočtena podle vztahu (47) dosazením nejistoty typu A a typu B. Kombinovaná byla rozšířena koeficientem rozšíření rovným 2 pro zvýšení pravděpodobnosti, s kterou tato nejistota bude obsahovat konvenčně pravou hodnotu měření (vztah (48)). Celková nejistota dynamické viskozity byla spočtena na základě vztahu

pro výpočet nejistoty nepřímého měření (52) dosazením rozšířené nejistoty zdánlivé viskozity, hustoty měřeného vzorku a citlivostních koeficientů. Celková nejistota dynamické viskozity je zároveň rozšířenou nejistotou z důvodu dosazování rozšířených nejistot vstupních (měřených) veličin. Příklad výpočtu celkové rozšířené dynamické viskozity $U(\eta)$ (nepřímé měření) je ukázán pro teplotu měření 5,6 °C :

$$U(\eta) = \sqrt{(A_{\eta_{zdn}} U_{\eta_{zdn_i}})^2 + (A_{\rho} U_{\rho})^2} = \sqrt{(1,018 \cdot 6,2)^2 + (-119,549 \cdot 0,001)^2} = 6,305 \text{ mPa s.} \quad (98)$$

kde $A_{\eta_{zdn}}$, A_{ρ} jsou citlivostní koeficienty vypočtené ze vztahů:

$$A_{\eta_{zdn}} = \frac{\partial \eta}{\partial \eta_{zdn}} = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{0,9828} = 1,018 \text{ g}^{-1} \text{ cm}^3$$

$$A_{\rho} = \frac{\partial \eta}{\partial \rho} = -\frac{\eta_{zdn}}{\rho^2} = -\frac{115,472}{0,9828^2} = -119,549 \text{ mPa s g}^2 \text{ cm}^{-6}, \quad (99)$$

kteřé byly odvozeny parciální derivací podle vstupních veličin vztahu (60) pro výpočet nepřímo měřené dynamické viskozity. Dynamická viskozita pro teplotu 5,6 °C je:

$$\eta = \frac{\eta_{zdn}}{\rho} = \frac{115,47}{0,9828} = 117,49 \text{ mPa s,} \quad (100)$$

kde η_{zdn} je zdánlivá viskozita měřená viskozimetrem SV10 a ρ je hustota oleje MIDEL 7131.

tab. 20: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MIDEL7131

θ (°C)	U_{θ} (°C)	η_{zdn} (mPa s)	$U_{\eta_{zdn}}$ (mPa s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$A_{\eta_{zdn}}$ (g ⁻¹ cm ³)	A_{ρ} (mPa s g ² cm ⁻⁶)
5,6	1,2	115,47	6,20	117,49	6,31	1,02	-119,55
10,8	1,2	84,03	4,32	86,04	4,42	1,02	-88,10
20,9	0,6	49,18	2,62	50,74	2,70	1,03	-52,36
29,5	0,6	29,92	1,10	31,13	1,14	1,04	-32,39
43,6	2,3	16,43	0,62	17,28	0,65	1,05	-18,18
58,7	2,3	9,68	0,36	10,29	0,38	1,06	-10,93
69,3	2,3	7,11	0,26	7,62	0,27	1,07	-8,15
80,3	2,3	5,37	0,19	5,81	0,21	1,08	-6,27
90,1	2,3	4,24	0,17	4,61	0,18	1,09	-5,02

10.4 Dynamická viskozita oleje MEŘO

Hodnoty dynamické viskozity a nejistot měření pro olej MEŘO byly spočteny podle postupu uvedeného u vzorových výpočtů pro měření dynamické viskozity kapaliny MIDEL 7131. S tohoto důvodu jsou zde uvedeny pro jednotlivé měření Höpplerovým a vibračním viskozimetrem pouze tabulky s výslednými hodnotami nejistot a dynamické viskozity pro jednotlivé teploty.

Höpplerův viskozimetr

tab. 21: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO

Základní směr								
č. kuličky	ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	t_I (s)	U_{II} (s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	A_t (mPa)	A_{ρ} (mPa s cm ³ g ⁻¹)
2	1,5	0,1	125,99	0,52	11,93	0,05	0,09	-9,05
2	10,9	0,1	92,27	0,60	8,80	0,06	0,10	-6,63
2	21,2	0,1	67,82	0,49	6,51	0,05	0,10	-4,87
2	35	0,1	51,45	0,49	4,98	0,05	0,10	-3,69
2	43	0,1	38,72	0,47	3,77	0,05	0,10	-2,78
1	59,5	0,1	257,00	1,04	2,99	0,01	0,01	-2,18
1	69,4	0,1	215,94	0,88	2,53	0,01	0,01	-1,84
1	79,4	0,1	183,45	1,06	2,16	0,01	0,01	-1,56
1	89,4	0,1	157,85	1,36	1,87	0,02	0,01	-1,34

tab. 22: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO

Zpětný směr								
č. kuličky	ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	t_2 (s)	U_{12} (s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	A_t (mPa)	A_{ρ} (mPa s cm ³ g ⁻¹)
2	1,5	0,1	126,57	0,63	11,99	0,06	0,09	-9,09
2	10,9	0,1	92,73	0,67	8,84	0,06	0,10	-6,66
2	21,2	0,1	68,08	0,53	6,54	0,05	0,10	-4,89
2	35	0,1	51,70	0,52	5,01	0,05	0,10	-3,71
2	43	0,1	38,90	0,52	3,79	0,05	0,10	-2,79
1	59,5	0,1	261,79	0,97	3,05	0,01	0,01	-2,23
1	69,4	0,1	219,67	1,26	2,57	0,01	0,01	-1,87
1	79,4	0,1	186,52	1,23	2,20	0,01	0,01	-1,59
1	89,4	0,1	159,93	0,98	1,90	0,01	0,01	-1,36

Vibrační viskozimetr SV 10

tab. 23: Hodnoty dynamické viskozity s nejistotou měření pro MEŘO

ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	η_{zdn} (mPa s)	$U_{\eta zdn}$ (mPa s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$A_{\eta zdn}$ (g ⁻¹ cm ³)	A_{ρ} (mPa s g ² cm ⁻⁶)
1,5	1,2	7,84	1,19	8,65	1,31	1,10	-9,54
10,9	1,2	5,77	0,24	6,42	0,27	1,11	-7,15
21,2	0,6	4,32	0,20	4,86	0,23	1,12	-5,47
35,0	2,3	3,19	0,17	3,64	0,19	1,14	-4,15
43,0	2,3	2,69	0,15	3,09	0,18	1,15	-3,56
59,5	2,3	1,99	0,08	2,33	0,09	1,17	-2,73
69,4	2,3	1,71	0,06	2,02	0,08	1,18	-2,39
79,4	2,3	1,49	0,06	1,78	0,07	1,20	-2,12

11 Vyhodnocení naměřených a vypočtených dat

11.1 Dynamická viskozita destilované vody

tab. 24: Porovnání nejistot dynamické viskozity destilované vody

Höpplerův viskozimetr - kulička č. 1				Vibrační viskozimetr		
ϑ (°C)	Směr pádu kuličky	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	ϑ (°C)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)
23,8		0,95	0,01	23,6	0,91	0,03
	Základní směr					
	Zpětný směr	0,97	0,01			

Pro základní směr měření Höpplerovým viskozimetrem a měření vibračním viskozimetrem platí vztah (58), to znamená, že výsledky měření jsou navzájem kompatibilní, protože se jejich intervaly, které vyjadřují nejistoty měření překrývají alespoň v jednom bodě

$$|V_1 - V_2| \leq U_1 + U_2$$

$$|0,95 - 0,91| \leq 0,01 + 0,03 \quad (101)$$

$$|0,04| \leq 0,04$$

Hodnota dynamická viskozity naměřená Höpplerovým viskozimetrem při zpětném pádu kuličky není kompatibilní s hodnotou naměřenou vibračním viskozimetrem, protože platí

$$|0,97 - 0,91| > 0,01 + 0,03$$

$$|0,06| > 0,04. \quad (102)$$

S tohoto hlediska je základní směr v tomto případě přesnější.

11.2 Dynamická viskozita oleje MIDEL 7131

Höpplerův viskozimetr

Při měření Höpplerovým viskozimetrem jsou v manuálu definovány přesnosti měření pro různé kuličky. Tato přesnost je vyjádřena v procentech (viz. tab. 6). Z těchto přesností byly spočteny nejistoty měření a porovnány s nejistotami naměřených výsledků. V rámci porovnání vypočtených nejistot s deklarovanou přesností bylo rozhodnuto, zda naměřené výsledky vyhovují či nevyhovují.

Příklad výpočtu pro výpočet rozšířené nejistoty z přesnosti (referenční) $U(p)$ pro kuličku číslo 4:

$$U(p) = \frac{\text{presnost} \cdot X_M}{\sqrt{3}} k_U = \frac{1\% \cdot 163,38}{\sqrt{3}} \cdot 2 = 1,89 \text{ mPa s.} \quad (103)$$

tab. 25: Porovnání nejistot měření s přesností Höpplerova viskozimetru

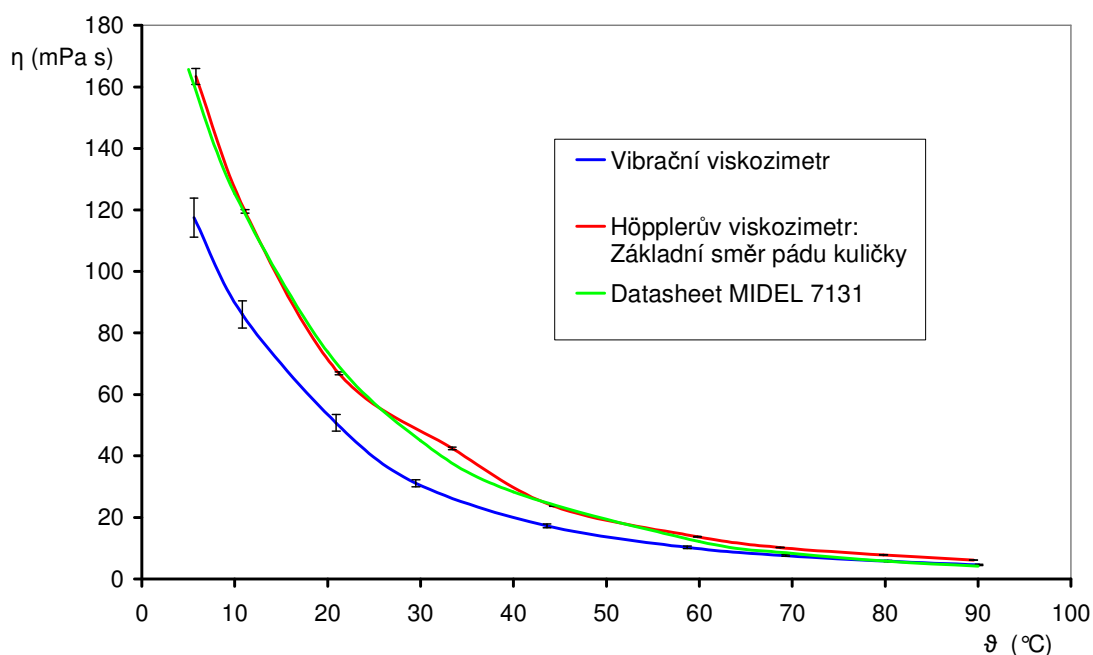
č. kuličky	ϑ (°C)	U_ϑ (°C)	Základní směr			Zpětný směr		
			η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$U(p)$ (mPa s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$U(p)$ (mPa s)
4	5,8	0,1	163,38	2,57	1,89	164,23	2,62	1,90
3	11,1	0,1	119,53	0,56	0,69	119,60	0,65	0,69
3	21,2	0,1	66,87	0,45	0,39	66,99	0,41	0,39
3	33,4	0,1	42,49	0,43	0,25	42,54	0,42	0,25
2	44,3	0,1	23,7	0,08	0,14	23,68	0,07	0,14
2	59,8	0,1	13,74	0,06	0,08	13,76	0,05	0,08
2	68,7	0,1	10,2	0,05	0,06	10,21	0,04	0,06
2	79,8	0,1	7,83	0,05	0,05	7,81	0,05	0,05
2	89,5	0,1	6,13	0,05	0,04	6,11	0,05	0,04

Porovnáním referenční nejistoty měření získané z přesnosti kuličky z manuálu viskozimetru se došlo k závěru, že většina případů měření vyhovuje a je dodržena požadovaná přesnost měření. V tabulce jsou označeny tučně místa, kdy referenční nejistota je menší než nejistota měřené hodnoty. To znamená, že nejistota měřených hodnot má širší interval a obsahuje oblasti, které nevyhovují přesnosti viskozimetru pro danou kuličku. Porovnáním směrů měření (základní a zpětný) lze usoudit z hlediska nejistot, že jsou stejně přesné.

Porovnání nejistot měření vibračního viskozimetru s Höpplerovým viskozimetrem

tab. 26: Porovnání dynamické viskozity získaných z různých metod měření

Höpplerův viskozimetr					Vibrační viskozimetr typu SV10			Hodnoty datasheetu	
	Základní směr		Zpětný směr						
ϑ	η	$U(\eta)$	η	$U(\eta)$	ϑ	η	$U(\eta)$	ϑ	η
(°C)	(mPa s)	(mPa s)	(mPa s)	(mPa s)	(°C)	(mPa s)	(mPa s)	(°C)	(mPa s)
5,8	163,38	2,57	164,23	2,62	5,6	117,49	6,31	5	2,31
11,1	119,53	0,56	119,6	0,65	10,8	86,04	4,42	10	1,52
21,2	66,87	0,45	66,99	0,41	20,9	50,74	2,70	20	1,23
33,4	42,49	0,43	42,54	0,42	29,5	31,13	1,14	30	1,15
44,3	23,7	0,08	23,68	0,07	43,6	17,28	0,65	40	1,11
59,8	13,74	0,06	13,76	0,05	58,7	10,29	0,38	60	1,07
68,7	10,2	0,05	10,21	0,04	69,3	7,62	0,27	70	1,06
79,8	7,83	0,05	7,81	0,05	80,3	5,81	0,21	80	1,05
89,5	6,13	0,05	6,11	0,05	90,1	4,61	0,18	90	1,05



Obr. 38: Teplotní závislost dynamické viskozity oleje MIDEL 7131

Z tab. 26 a obr. 38 je možné pozorovat, že nejistoty měření hodnot dynamické viskozity jsou u vibračního viskozimetru výrazněji větší než u Höpplerova viskozimetru. Což je způsobeno pravděpodobně tím, že vibrační viskozimetr měří přesněji při nižších hodnotách dynamické viskozity. Protože v grafu na obr. 38 se naměřená křivka viskozity vibračním viskozimetrem s rostoucí teplotou a snižující se teplotou výrazně přibližuje k referenční křivce dynamické viskozity oleje MIDEL a k naměřené křivce Höpplerovým viskozimetrem. Proto je možné usoudit, že nejpřesněji naměřené hodnoty u vibračního viskozimetru jsou do 20 mPa s. Z hodnot naměřených Höpplerovým viskozimetrem je největší nejistota při hodnotě

viskozity ($163,38 \pm 2,57$) mPa s. To je způsobeno měření kuličkou číslo 4, která má větší rozsah přesnosti. Jinak je Höpplerův viskozimetr přesnější při měření dynamických viskozit většího rozsahu.

11.3 Dynamická viskozita oleje MEŘO

Höpplerův viskozimetr

tab. 27: Porovnání nejistot měření s přesností viskozimetru (vzorek olej MEŘO)

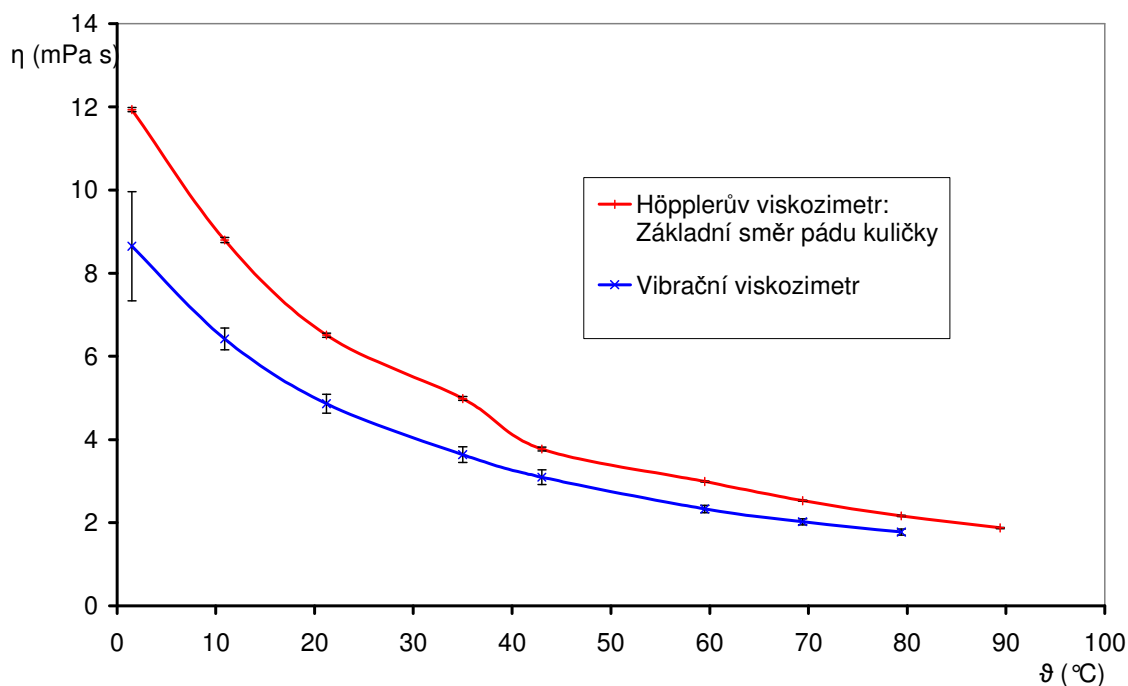
č. kuličky	ϑ (°C)	U_{ϑ} (°C)	Základní směr			Zpětný směr		
			η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$U(p)$ (mPa s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	$U(p)$ (mPa s)
2	1,5	0,1	11,93	0,05	0,07	11,99	0,06	0,07
2	10,9	0,1	8,80	0,06	0,05	8,84	0,06	0,05
2	21,2	0,1	6,51	0,05	0,04	6,54	0,05	0,04
2	35	0,1	4,98	0,05	0,03	5,01	0,05	0,03
2	43	0,1	3,77	0,05	0,02	3,79	0,05	0,02
1	59,5	0,1	2,99	0,01	0,07	3,05	0,01	0,07
1	69,4	0,1	2,53	0,01	0,06	2,57	0,01	0,06
1	79,4	0,1	2,16	0,01	0,05	2,20	0,01	0,05
1	89,4	0,1	1,87	0,02	0,04	1,90	0,01	0,04

Při porovnání měření Höpplerovým viskozimetrem podle dvou směrů pádu kuličky nejsou značné rozdíly a lze usoudit, že viskozimetr v nich měří se stejnou přesností. Za zmínku stojí to, že tučně označené hodnoty nejistot měření přesahují interval nejistot měření $U(p)$ získaných z přesnosti kuliček z manuálu. To znamená, že nejistoty naměřených hodnot $U(\eta)$ obsahují oblasti nepřesnosti

Porovnání nejistot měření vibračního viskozimetru s Höpplerovým viskozimetrem

tab. 28: Porovnání dynamické viskozity oleje MEŘO měřenou různými metodami

ϑ (°C)	Höpplerův viskozimetr				Vibrační viskozimetr typu SV10		
	Základní směr		Zpětný směr		ϑ (°C)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)
	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)	η (mPa s)	$U(\eta)$ (mPa s)			
1,5	11,93	0,05	11,99	0,06	1,5	8,65	1,31
10,9	8,80	0,06	8,84	0,06	10,9	6,42	0,27
21,2	6,51	0,05	6,54	0,05	21,2	4,86	0,23
35	4,98	0,05	5,01	0,05	35,0	3,64	0,19
43	3,77	0,05	3,79	0,05	43,0	3,09	0,18
59,5	2,99	0,01	3,05	0,01	59,5	2,33	0,09
69,4	2,53	0,01	2,57	0,01	69,4	2,02	0,08
79,4	2,16	0,01	2,20	0,01	79,4	1,78	0,07
89,4	1,87	0,02	1,90	0,01			



Obr. 39: Teplotní závislost dynamické viskozity oleje MEŘO

Měření dynamické viskozity oleje MEŘO je výrazně přesnější než u měření oleje MIDEL, jak je vidět z tabulky (tab. 28). Je to způsobeno tím, že olej MEŘO má nízkou viskozitu (do 12 mPa s) v celém teplotním intervalu a viskozimetry měří přesněji při malém rozsahu viskozity. Nejvíce je to vidět na vibračním viskozimetru, kde u oleje MIDEL měli nejistoty měření menší interval. Obecně lze tvrdit, že přesněji měří viskozimetry na nižších rozsazích viskozity.

11.4 Faktory ovlivňující přesnost měření

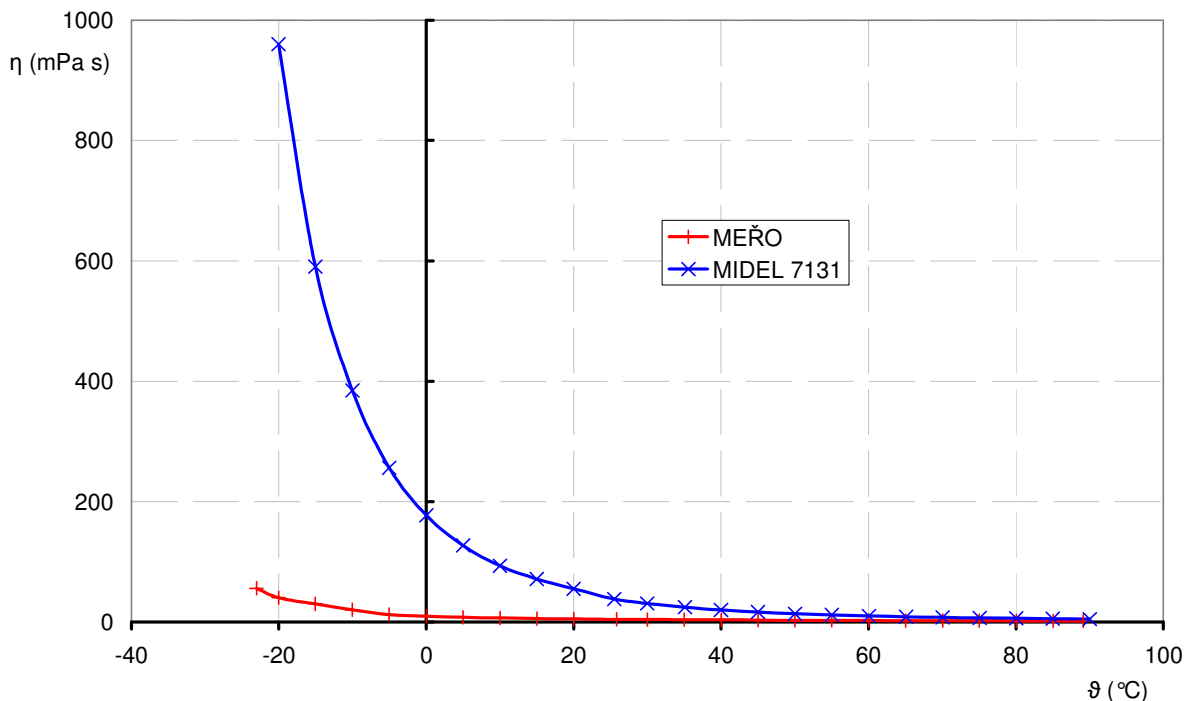
Měření dynamické viskozity provází různé nejistoty, které tvoří různí činitelé. Na základě zkušeností z měření dynamické viskozity byl sestaven přehled těchto činitelů do diagramu příčin a následků, nazývaným také Ishikawův diagram či rybí kost (obr. 40). Jsou to vlivy, které vznikají při různých metodách měření dynamické viskozity (vibrační viskozimetr a Höpplerův viskozimetr) a vlivy ovlivňující dílčí měření, které je nutné provést pro určení dynamické viskozity. Ovlivňujících vlivů se dá nalézt mnohem více, ale zde jsou vybrány ty nejzákladnější.



Obr. 40: Ishikawův diagram - faktory ovlivňující přesnost měření viskozity

11.5 Teplotní závislost měřených vzorků olejů

Pomocí měření na vibračním viskozimetru byla zjištěna teplotní závislost dynamické viskozity olejů MIDEL 7131 a MEŘO v širokém rozsahu teplot (-20 °C až 90 °C). Chlazení vzorků probíhalo v mrazáku a vyhřívání v laboratorní sušárně. Z grafu na obr. 41 je vidět, že MIDEL je hodně viskózní kapalina, zatímco olej MEŘO má plochou visózní křivku takřka v celém rozsahu teplot.



Obr. 41: Teplotní závislost dynamické viskozity v oleje MIDEL a MEŘO

12 Závěr

V diplomové práci jsou definovány fyzikální vlastnosti kapalin, zejména viskozita a hustota. Dále je naznačen úvod do reologie kapalin, fyzikální podstata viskozity a metody měření viskozity. Další důležitou oblastí jsou metody statistického zpracování naměřených dat, zejména nejistoty měření. Zde je popsána historie, legislativa a postup určování nejistot měření a způsoby zpracování výsledků.

Měření dynamické viskozity je realizováno dvěma metodami, tělískovou reprezentovanou Höpplerovým viskozimetrem a metodou založenou na principu kmitání dvou destiček v kapalině, kterou reprezentuje vibrační viskozimetr firmy AND typu SV10. Metoda s vibračním viskozimetrem byla pro snadnější měření zautomatizovaná ve vývojovém rozhraní VEE PRO. Protože pro určení dynamické viskozity je nezbytné znát také hustotu kapalin, bylo pro její měření použito analytických vah RADWAG se sadou uzpůsobenou na měření hustoty kapalin. Její princip je blíže popsán v praktické části diplomové práce, ale vychází z principu Archimédova zákona. Protože je hlavní náplní práce porovnání dvou viskozimetrů, byla všechna měření provedena opakovaně. To je nezbytné pro výpočet nejistot měření, podole kterých budou viskozimetry porovnány. Měření dynamické viskozity bylo provedeno na vzorku destilované vody při jedné teplotě a dále na dvou vzorcích olejů v teplotní závislosti. Hodnoty hustoty a dynamické viskozity vzorků olejů byly měřeny pro rozsah teplot 1 až 90 °C. Teplotní závislost hustoty obou vzorků má lineární charakter a s teplotou klesá. Teplotní závislost viskozity na teplotě má exponenciální charakter dle

rovnice $\eta = e^{A + \frac{B}{T}}$. Po naměření a vypočítání nejistot měření bylo provedeno vyhodnocení pomocí tabulek a grafů. Poslední fází praktické části je sestavení činitelů ovlivňujících přesnost měření dynamické viskozity do diagramu příčin a následků, nazvaným též Ishikawa diagram.

Při měření Höpplerovým viskozimetrem byly naměřené hodnoty dynamické viskozity vyšší než v případě měření vibračním viskozimetrem. Vypočtené nejistoty měření dynamické viskozity oleje MIDEL pro Höpplerův viskozimetr byly nižší než pro viskozimetr vibrační. Při měření dynamické viskozity na oleji MEŘO už tyto rozdíly nebyly, tak značné. Měření bylo prokázáno, že vibrační viskozimetr měří s nižší přesností než viskozimetr Höpplerův, což je překvapivé zjištění. To je způsobeno pravděpodobně tím, že z důvodu prasklé temperanční nádoby nebylo možné dobře temperovat vzorky a pro měření viskozity na vibračním viskozimetru bylo zvoleno náhradní řešení. To spočívalo ve vytemperování vzorků v laboratorní sušárně a posléze jak se měnila teplota při chladnutí vzorku, byla průběžně měřena viskozita a teplota. To znamená, že nebyla zajištěna dostatečná stabilita teploty a opakovatelnost měření pro danou teplotu měřeného vzorku. Proto se vibrační viskozimetr jeví jako méně přesný než Höpplerův viskozimetr. Druhým důvodem pro menší přesnost vibračního viskozimetru, je zjednodušená kalibrace před měřením pomocí čisté vody namísto kalibračních roztoků.

13 Seznam použité literatury

- [1] Automa: časopis pro automatizační techniku [online]. Praha: FCC Public, 2012 [cit. 2012-05-19]. ISSN 1210-9592. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/>
- [2] BRADÍK, Josef. Metodika vyjadřování nejistoty měření. Elektrovue [online]. 2002, roč. 2002, č. 11 [cit. 2012-05-07]. ISSN 1213-1539. Dostupné z: <http://www.elektrovue.cz/clanky/02011/index.html>
- [3] BROŽ, Jaromír. Základy fyzikálních měření. 1. vyd. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1983, 669 s.
- [4] BUREŠ, Jiří. Viskozita vody | conBLOG. *Blog.converter.cz* [online]. 2002, 2. 1. 2005 [cit. 2012-05-14]. Dostupné z: <http://blog.converter.cz/index.php?p=718&c=1>
- [5] Cambridge Viscosity, Inc. *Cambridgeviscosity.com: technology* [online]. c2011 [cit. 2011-04-27]. Innovative Technology = Exceptional Viscometer. Dostupné z WWW: <<http://www.cambridgeviscosity.com/technology/>>.
- [6] DRÁBKOVÁ, Sylva. Mechanika tekutin. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2007, 275 s. ISBN 978-80-248-1508-4. Dostupné z: <http://www.338.vsb.cz/PDF/Drabkova-Mechanikatekutin.pdf>
- [7] ELER, Glenn. *Viscosity - The Physics Hypertextbook* [online]. 1998 -2010 [cit. 2010-12-10]. Viscosity. Dostupné z WWW: <<http://physics.info/viscosity/>>.
- [8] Gabbo Design (www.gabbo.cz). *Viskozitní standardy* [online]. 2009 [cit. 2010-12-11]. VERKON. Dostupné z WWW: <http://www.verkon.cz/viskozitni-standardy/>
- [9] HOSTAČNÁ, Petra. *Srovnání fyzikálně-chemických vybraných derivátů celulózy*. Zlín, 2010. 81 s. Diplomová práce. UTB ve Zlíně, Fakulta technologická. Dostupné z WWW: <http://dspace.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/13945/hostacna_2010_dp.pdf?>
- [10] JANALÍK, Jaroslav. *Viskozita tekutin a její měření* [online]. Ostrava: VŠB-TUO, 2010. 66 s. Skripta. VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ – TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA Dostupné z WWW: <<http://www.338.vsb.cz/PDF/TEXTviskozitaPDF.pdf>>
- [11] KAZELLE, Jiří, et al. Elektrotechnické materiály a výrobní procesy. Brno. 273 s. Učební text. Vysoké Učení Technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [12] KUBALÍK, J.; STEJSKAL, M. Perspektivy v oblasti kapalných izolantů. In MENTLÍK, Václav. *Diagnostika `07* [online]. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2007 [cit. 2011-04-27]. ISBN 978-80-7043-557-1. Dostupné z WWW: <<http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce2/105.pdf>>.
- [13] LABO-MS: *Kalibrační standardy viskozity RHEOTEST* [online]. 2005 – 2010 [cit. 2010-12-09]. LABO-MS. Dostupné z WWW: <http://www.labo-ms.cz/laboratorni-pristroje-pomucky-a-vybaveni/viskozimetry-rheotest-medingen/kalibracni-standardy-viskozity-rheotest/314>
- [14] Mechanika hornin: Přednáška č.6 - Reologie [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://departments.fsv.cvut.cz/k135/data/wp-upload/2010/05/mechanika-hornin-6.pdf>
- [15] MENTLÍK, Václav, et al. Diagnostika elektrických zařízení. 1. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2008, 439 s. ISBN 978-80-7300-232-9.

- [16] *Měření viskozity* [online]. [cit. 2009-11-10]. Dostupný z WWW: <<http://vscht.cz/ufmt/cs/pomucky/uhrovah/skripta/Uloha%203.pdf>>
- [17] *Metody měření reologických vlastností kapalin* [online]. [cit. 2010-04-25]. Dostupný z WWW: <kf.upce.cz/Reologie%20a%20reometrie%20kapalin.doc>
- [18] MIDEL: Document Library. © M&I MATERIALS LTD. [online]. [cit. 2012-05-19]. Dostupné z: <http://www.midel.com/library.htm>
- [19] NAKAYAMA, Y. *Introduction to Fluid Mechanics*, 1998. 322 s. Dostupné z WWW: <<http://www.vscht.cz/uchi/ped/hydrroteplo/szz2010/introduction.fluid.mech.pdf>>. ISBN 0340676493
- [20] Nejistoty měření [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.fsid.cvut.cz/tem/nejistoty/nejistoty1.pdf>
- [21] NĚMEČEK, Pavel. Nejistoty měření. 1. vyd. Praha: Česká společnost pro jakost, 2008, 96 s. ISBN 978-80-02-02089-9
- [22] POLSTEROVÁ, Helena a Zdenka ROZSÍVALOVÁ. Řízení jakosti. 74 s. Skripta. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [23] Přednáška – Výpočet nejistot [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: http://rss-m.fm.tul.cz/files/mt1/prednasky/vypocet_nejistot.pdf
- [24] PREOL, a.s. Methylester řepkového oleje [online]. 2009, 2012 [cit. 2012-05-19]. Dostupné z: <http://www.preol.cz/produkty/methylester-repkoveho-oleje/>
- [25] PŘIBYL, Tomáš. Analýza kapalin [online]. Brno, 2006. 47 s. Bakalářská práce. Vysoké Učení Technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Dostupné z WWW: <http://uai.fme.vutbr.cz/szz/2006/BP_Pribyl.pdf>.
- [26] SCHOVÁNEK, Petr a Vítězslav HAVRÁNEK. Chyby a nejistoty měření: doplňující text k laboratornímu cvičení [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/pext2-nejistoty.pdf>. Skripta. Universita Palackého.
- [27] SPOHNER, M. *Diagnostika perspektivních elektroizolačních kapalin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 59 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D.
- [28] SVOBODA, Emanuel; BAKULE, Roman. *Molekulová fyzika*. Vyd. 1. Praha: Academia, 1992. 276 s. ISBN 80-200-0025--9.
- [29] Users' Handbook SV-A Series, Viscometry Revolutin!, 2009, Version 1.13E, 62 s. Manual
- [30] VDOLEČEK, František. Nejistoty měření a současná legislativa. AUTOMA [online]. 2005, roč. 2005, č. 07 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=30601
- [31] VŠCHT V PRAZE. Skripta-Laboratoře z fyziky: Uhrová H. a kol.: Laboratorní cvičení z fyziky. VŠCHT v Praze [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: http://eso.vscht.cz/cache_data/1395/www.vscht.cz/ufmt/cs/pomucky/uhrovah/skripta_lab_fyz.html
- [32] ZIKMUND, O. Nejistoty a kompatibilita přímého měření frekvence. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 52s. Vedoucí bakalářské práce byla Ing. Marie Havlíková, Ph.D.

14 Seznam symbolů

D	(s ⁻¹)	gradient rychlosti
E_A	(J)	aktivační energie
F	(N)	síla
f_0	(Hz)	střední frekvence kmitů
F_1	(N)	vztlaková síla
F_2	(N)	síla odporu prostředí
F_G	(N)	tíhová síla
g	(m s ⁻²)	tíhové zrychlení
k	(J·K ⁻¹)	Boltzmanova konstanta $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$
k_u	(-)	koeficient rozšíření
l	(m)	rozměr molekul kapaliny, délka
m	(kg)	hmotnost
M	(N m)	moment síly
Q_v	(m ³ s ⁻¹)	objemový průtok
r, R	(m)	poloměr
S	(m ²)	plocha
t	(s)	čas
T	(K)	termodynamická teplota
U, U_x	(-)	rozšířená nejistota měření
u_A, u_{xA}	(-)	nejistota měření typu A
u_B, u_{xB}	(-)	nejistota měření typu B
u_C, u_x	(-)	kombinovaná (celková) nejistota měření
V, v'	(m ³)	objem, měrný objem
v, v_0	(m ² s ⁻¹)	rychlost
y, h	(m)	vzdálenost, výška
α	(rad, °)	úhel
Δp	(Pa)	tlakový rozdíl
η	(Pa s)	dynamická viskozita
ν	(m ² s ⁻¹)	kinematická viskozita
$\tau_{\text{relax.doba}}$	(s)	relaxační doba
η_{zd}	(Pa s)	zdánlivá dynamická viskozita
η_{zdn}	(Pa s)	dynamická viskozita (součin viskozity a hustoty)

ϑ	(°C)	teplota
ρ	(kg m ⁻³)	hustota
τ	(Pa)	tečné (smykové) napětí
φ	(Pa ⁻¹ s ⁻¹)	tekutost (míra tekutosti)
ω	(rad s ⁻¹)	úhlová rychlost