



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

INSTITUTE OF MANUFACTURING TECHNOLOGY

**KRYOGENNÍ CELA PRO STUDIUM VODNÍHO LEDU V
MIKROSKOPU ESEM**

CRYOGENIC CELL FOR STUDY OF WATER ICE IN ESEM MICROSCOPE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Vojtěch Krutil

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav strojírenské technologie
Student: **Bc. Vojtěch Krutil**
Studijní program: Strojní inženýrství
Studijní obor: Strojírenská technologie
Vedoucí práce: **Ing. Pavel Urban, Ph.D.**
Akademický rok: 2019/20

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Kryogenní cela pro studium vodního ledu v mikroskopu ESEM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

V rámci práce bude navržen nízkoteplotní systém pro studium vzorků vodního ledu v environmentálním skenovacím elektronovém mikroskopu (ESEM), který bude instalován do stávající vakuové komory mikroskopu. Systém bude umožňovat studium vyjímatelých válcových vzorků o průměru 8 mm v atmosféře plynného dusíku o tlaku kolem 400 Pa a za proměnné teploty v rozsahu 80 K až 273 K. Cílem návrhu je minimalizovat tepelné toky vedením a zářením z okolních částí s pokojovou teplotou, a také tepelný tok konvekci dusíkové atmosféry v okolí vzorku. Pro dosažení požadovaných teplot bude navrženo průtokové chlazení využívající jako chladivo kapalný dusík (~77 K). Celý systém bude sestávat ze speciálně navržené kryogenní cely obsahující držák vzorků s tepelným výměníkem a izolovaným nízko-ztrátovým vedením kapalného dusíku propojující výměník s komerční Dewarovou nádobou. Práce bude prováděna v laboratořích Ústavu přístrojové techniky AV ČR (ÚPT Brno) s využitím stávajícího mikroskopu ESEM, který byl vyvinut v ÚPT Brno.

Cíle diplomové práce:

Student provede konstrukční návrh tepelně izolované kryogenní cely s držákem vzorků a navrhne technologický postup výroby s využitím v ÚPT Brno dostupným speciálních technologií pro spojování různých materiálů (např. svařování elektronovým svazkem, vakuové pájení). Konstrukční návrh cely bude obsahovat zejména výpočty tepelných toků pro určení tepelné zátěže držáku vzorků a tepelně-hydraulický výpočet průtokového výměníku chlazeného kapalným dusíkem (~77 K). Nedílnou součástí práce bude výkresová dokumentace a vypracovaný technologický postup pro kusovou výrobu, tj. použití výrobních zařízení, přípravky, pomůcky, nástroje a měřidla a popis jednotlivých výrobních operací.

Seznam doporučené literatury:

JELÍNEK, J. Kryogenní technika. Praha, 1982.

EKIN, J. W. Experimental techniques for low-temperature measurements: cryostat design, material properties, and superconductor critical-current testing. New York: Oxford University Press, 2006. ISBN 9780198570547.

BARRON, R. F. Cryogenic heat transfer. Philadelphia, PA: Taylor and Francis, c1999. ISBN 1560325518.

ZEMČÍK, O. Technologická příprava výroby. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2002. ISBN 80-214-2219-X.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

doc. Ing. Petr Blecha, Ph.D.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty



Tato diplomová práce byla vypracována v
Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i.

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

ABSTRAKT

KRUTIL Vojtěch: Kryogenní cela pro studium vodního ledu v mikroskopu ESEM

Práce se zabývá návrhem kryogenní cely pro studium vodního ledu v environmentálním skenovacím elektronovém mikroskopu (ESEM). Cela umožňuje studium ledu v rozmezí teplot 80 K – 300 K v prostředí plynného dusíku o tlaku až 400 Pa. Cela je chlazena průtokovým systémem chlazení, kde se jako chladivo využívá kapalný nebo plynný dusík. Cela se skládá z dvouplášťové nádoby s vakuovou izolací, průtokového tepelného výměníku, jímky vzorku a chlazeného víka cely. Tepelný výměník byl navržen tak, aby byl schopen odvést tepelnou zátěž na úrovni 1 W. Výměník je vybaven elektrickým odporovým topením o výkonu cca 60 W, umožňujícím ohřev vzorku rychlostí až $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Součástí návrhu je i LN_2 průchodka umístěná na vratech vakuové komory mikroskopu, ke které jsou připojeny kapiláry tepelného výměníku pro přívod a odvod chladiva. Při experimentálním ověření kryogenní cely ve zkušební vakuové komoře s tlakem $\text{GN}_2 \sim 400 \text{ Pa}$ byla dosažena mezní teplota jímky vzorku 77,5 K.

Klíčová slova: kryogenní cela, ESEM mikroskop, vodní led, chlazený držák vzorku

ABSTRACT

KRUTIL Vojtěch: Cryogenic cell for study of water ice in ESEM microscope

The presented thesis focuses on designing a cryogenic cell for the study of water ice in an environmental scanning electron microscope (ESEM). This cell allows the study ice in the temperature range 80 K – 300 K in a nitrogen gas environment with a pressure of up to 400 Pa. The cell is cooled by a flow cooling system, where liquid or gaseous nitrogen is used as a refrigerant. The cell consists of a double-walled vessel with vacuum insulation, a flow-through heat exchanger, a sample well, and a cooled cell lid. The heat exchanger was designed to be able to dissipate the heat load at the level of 1 W. The exchanger is equipped with an electric resistance heater with an output of approximately 60 W, enabling heating of the sample at speeds of up to $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. The design also includes an LN_2 gateway located on the door of the vacuum chamber of the microscope, to which the capillaries of the heat exchanger for the intake and outlet of refrigerant are connected. During the experimental verification of the cryogenic cell in the test vacuum chamber with a pressure of $\text{GN}_2 \sim 400 \text{ Pa}$, the limit temperature of 77.5 K on the sample well was reached.

Key words: cryogenic cell, ESEM microscope, water ice, cooled sample holder

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

KRUTIL, Vojtěch. *Kryogenní cela pro studium vodního ledu v mikroskopu ESEM* [online]. Brno, 2020 [cit. 2020-06-26]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/124576>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Pavel Urban.

ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Tímto prohlašuji, že předkládanou diplomovou práci jsem vypracoval samostatně, s využitím uvedené literatury a podkladů, na základě konzultací a pod vedením vedoucího diplomové práce.

V Brně dne 26.6.2020

.....

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Tímto děkuji svému vedoucímu Ing. Pavlu Urbanovi, Ph.D. za ochotu, trpělivost a odborné vedení práce.

Dále bych chtěl poděkovat vědecké skupině Kryogeniky a supravodivosti v Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. za cenné připomínky a pomoc s výpočetní částí práce, skupině Speciálních technologií za pomoc s návrhem a praktickou částí práce. Děkuji také pracovníkům Střediska technických služeb ústavu za výrobu všech součástí.

V neposlední řadě děkuji své rodině za podporu v průběhu celého studia a Míši za psychickou podporu, trpělivost a jazykovou korekturu této práce.

Tato práce byla vytvořena za finanční podpory z projektu GA ČR, GA19-08239S.

OBSAH

Zadání	
Abstrakt	
Bibliografická citace	
Čestné prohlášení	
Poděkování	
Obsah	
ÚVOD	13
1 ROZBOR ZADÁNÍ	15
2 TEORETICKÝ ÚVOD	19
2.1 Vlastnosti použitých materiálů	19
2.2 Vlastnosti látek za kryogenních teplot	20
2.2.1 Tepelná vodivost	20
2.2.2 Měrná tepelná kapacita	21
2.2.3 Vlastnosti dusíku	21
2.3 Mechanismy přenosu tepla	22
2.3.1 Přenos tepla zářením	22
2.3.2 Přenos tepla vedením	24
2.3.3 Přenos tepla konvekcí	24
3 VYBRANÉ TECHLONOLOGIE SPOJOVÁNÍ MATERIÁLŮ	27
3.1 Svařování svazkem elektronů	27
3.2 Pájení měkké	30
3.3 Pájení tvrdé	31
3.3.1 Vakuové pájení	31
3.3.2 Pájení na vzduchu	33
4 KONSTRUKČNÍ NÁVRH	34
4.1 Konstrukční návrh kryogenní cely	35
4.1.1 Zástavbový prostor pro kryogenní celu v komoře ESEM	36
4.1.2 Termoska	37
4.1.3 Tepelný výměník	40
4.1.4 Jímka vzorku	44
4.1.5 Víko cely	45
4.2 Čerpací ventil	47
4.3 LN ₂ průchodka	50
5 VÝPOČETNÍ ČÁST	52

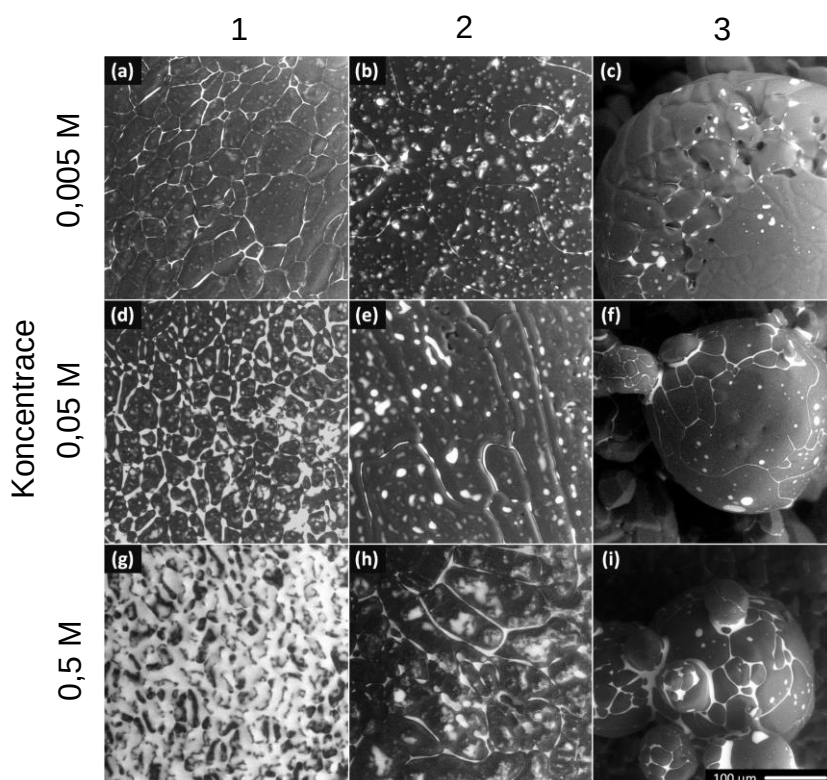
5.1	Výpočet tepelných toků	52
5.1.1	Tepelné toky ke vzorku	54
5.1.2	Tepelné toky k jímce vzorku	56
5.1.3	Tepelné toky k termosce.....	57
5.1.4	Tepelné toky k víku cely	57
5.2	Návrh průtokového systému	59
5.2.1	Návrh tepelného výměníku a výpočet tlakových ztrát	59
5.2.2	Výpočet tlakových ztrát průtokového systému	62
5.3	Výpočet odparu v kryogenní cele po jejím zaplnění LN ₂	63
5.4	Pevnostní výpočty	63
5.5	Volba teplotních snímačů a topení.....	65
6	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	67
6.1	Test kryogenní cely ve vakuu	68
6.2	Test kryogenní cely v prostředí GN ₂	69
7	ZÁVĚRY	70
Seznam použitých zdrojů		
Seznam symbolů a zkratk		
Seznam obrázků		
Seznam tabulek		
Seznam příloh a výkresů		

ÚVOD [1], [2]

Voda je jednou z nejznámějších látek, se kterou se denně setkáváme. Ať už při ranní sprše, přípravě pokrmů nebo při výrobě různých produktů, všude tam hraje zásadní roli, a jako taková je pro lidský život nepostradatelná. Mohli bychom usoudit, že o něčem natolik běžném, jako je právě voda, už dávno víme vše. Poslední výzkumy však ukazují, že nás i obyčejná kapka vody může stále něčím překvapit.

Jednou z věcí, ve které není dodnes jasno, je to, jak přesně vypadá led po zamrznutí vody, ve které jsou nečistoty. Rozmístění nečistot v ledu totiž zásadně mění jeho vlastnosti, a to jak optické, tak mechanické, což ovlivňuje například chování lavin, mechaniku mořského ledu, a dokonce má vliv i na klima na Zemi. Zároveň rozmístění sloučenin v ledu ovlivňuje jejich foto-reaktivitu, protože na povrch ledu dopadá více světla, než proniká do hloubky.

Při růstu ledových krystalů jsou nečistoty vyloučeny na okraj krystalu ve formě lyofilizovaného koncentrovaného roztoku. Tento roztok může být rozmístěn ve formě lamel, žil a kapes mezi hranicemi jednotlivých krystalů ledu. Obr. 1 je složen z několika pozorování vyloučeného CsCl na hranicích krystalů ledu pro různé koncentrace výchozího roztoku a různé způsoby zamrazení. Pro stanovení tvaru a pozice vyloučené chemické sloučeniny uvnitř ledového krystalu je možné použít různé mikroskopické techniky (optická, fluorescenční, konfokální, elektronová).



Obr. 1 Ukázky vyloučeného CsCl na hranicích zrn ledových vzorků získané z mikroskopu ESEM. 1. sloupec ukazuje zmrznutí přechlazené kapaliny, sloupec č. 2 zmrznutí při přidání „zárodku“ ledového krystalu a 3. sloupec zmrznutí rozprašováním kapaliny do LN₂ [1]

Výhodou optické mikroskopie je možnost pozorovat vzorek v přirozeném prostředí. Nevýhodou naopak je relativně malé rozlišení v porovnání s elektronovým mikroskopem a průhlednost povrchu ledového vzorku, což činí analýzu povrchu vzorku složitou. V rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) je vzorek umístěn ve vakuu 10^{-2} Pa – 10^{-4} Pa, což způsobuje jeho rychlou sublimaci, a tím i znehodnocení, takže je možné zkoumání jen za velmi nízké teploty (pod 150 K), čímž se sublimace potlačuje, ale pro vzorek není přirozená, a výsledek tak nereprezentuje skutečnost. Výhodou mikroskopu SEM je jeho vysoké rozlišení, a také fakt, že povrch ledu je pro něj neprůhledný, což následně umožňuje povrch detailně pozorovat.

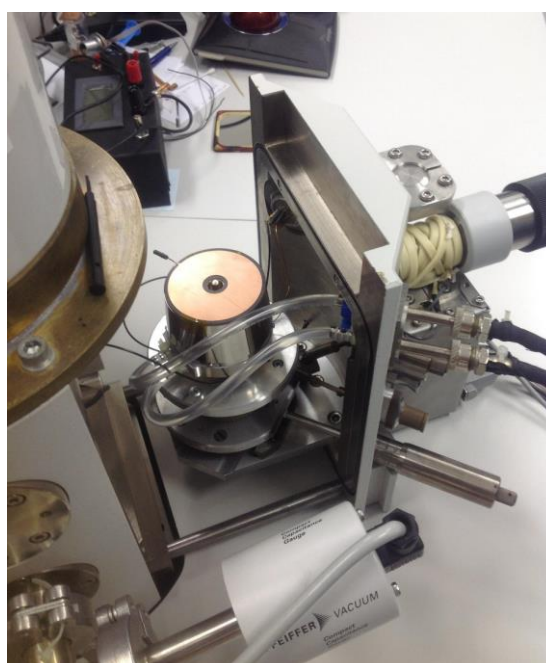
ESEM mikroskop slučuje výhody optického mikroskopu (přirozené prostředí) a SEM mikroskopu (vysoké rozlišení, neprůhledný povrch). Mikroskop ESEM umožňuje udržovat v okolí vzorku tlak plynu v řádu až 10^3 Pa. Při takto vysokém tlaku je vzorek možné pozorovat i při vyšší teplotě (až do teploty tání), a zároveň umožňuje pozorování elektricky nevodivých vzorků (které se pro SEM mikroskop musí pokovit), protože náboj, který se vytváří na vzorku, je odváděn ionizovaným plynem v jeho okolí.

1 ROZBOR ZADÁNÍ [3], [4], [5]

Kryogenní cela je vyvíjena za účelem studia vlastností vodního ledu v mikroskopu ESEM¹, v teplotním rozmezí 80 K až 273 K. Mikroskop ESEM je použit z důvodu možnosti sledování vzorků ve zvýšeném tlaku (až 10^3 Pa), což umožňuje zkoumání nevodivých vzorků bez nutnosti jejich pokrytí kovem, vzorků obsahujících vodu v podmínkách termodynamické rovnováhy, tekuté vzorky, stejně jako vzorky na rozhraní přechodu jejich skupenství. Metoda umožňuje také provádět dynamické in-situ experimenty a přímo pozorovat malé živočichy [4].

Mikroskop ESEM AQUASEM II

Mikroskop ESEM AQUASEM II na obr. 2, pro který je kryogenní cela navrhována, je nekomerčním experimentálním zařízením s wolframovou přímo žhavenou katodou jako zdrojem elektronů. Pro urychlovací napětí 500 V až 30 kV dosahuje proud ve stopě elektronového svazku hodnot 1 pA až 2 pA. Dosažitelné rozlišení mikroskopu je 3,5 nm pro vysokovakuový mód ($5 \cdot 10^{-3}$ Pa) a 10 nm pro nízkovakuový mód (do $2 \cdot 10^3$ Pa). Mikroskop umožňuje pozorování vzorků v prostředí různých plynů, jako např. vzduch, vodní pára, dusík, argon. Pro uložení vzorků slouží držák vzorků chlazený Peltierovým článkem s dosažitelnou teplotou až 213 K. Mikroskop je vybaven různými typy detektorů signálních elektronů, pro studium vzorků vodního ledu bude používán ionizační detektor.



Obr. 2 Vlevo: pohled na mikroskop ESEM AQUASEM II
vpravo: pohled na otevřená vrata mikroskopu

¹ ESEM – Environmental Scanning Electron Microscope, v překladu Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

Možnost pozorování nevodivých vzorků je v ESEM mikroskopu umožněna díky ionizaci přítomného plynu, který se stává vodivým, a odvádí tak negativní náboj, který by jinak vznikl na vzorku. Ionizovaný plyn vzniká srážkami elektronového svazku s přítomným plynem.

Pracovní vakuová komora mikroskopu má průměr a výšku cca 200 mm (obr. 2). Pozorované vzorky jsou v optické ose mikroskopu uloženy v držáku, který je umístěn na stolku s x, y, z posuvy. Stolek je součástí výsuvných vrat (obr. 2 vpravo). Posuv stolku je umožněn prostřednictvím manuálních lineárních posuvů s mikrometrickými šrouby v osách x, y, z v rozsahu 6 mm.

Vzorky vodního ledu

Studované vzorky vodního ledu budou připravovány na specializovaném pracovišti v University of Innsbruck [5]. Vzorky budou válcového tvaru nominálního průměru 8 mm, vysoké 10 až 15 mm a z výrobních důvodů v indiovém kalíšku o tloušťce stěny 0,1 mm. Výroba vzorku probíhá rychlým zchlazením vody za vysokého tlaku, čímž je dosažena amorfní struktura vodního ledu. Vzorky jsou dodávány v Dewarově nádobě s kapalným dusíkem (LN_2), kde jsou uloženy ve speciálním držáku, který je udržuje na teplotě kapalného dusíku, tedy 77 K.

Zkoumání vzorku bude probíhat za různých teplot v rozsahu 80 K - 273 K. Vedle velkého rozsahu teplot je požadován i velký rozsah rychlosti ohřevu vzorku od $0,1$ po $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, při dodržení teplotní homogenity $\pm 0,5 \text{ K}$ se stabilitou teploty $\pm 0,1 \text{ K}$. Přesnost měření teploty vzorku dostačuje v rozmezí $\pm 0,5 \text{ K}$.

Návrh řešení

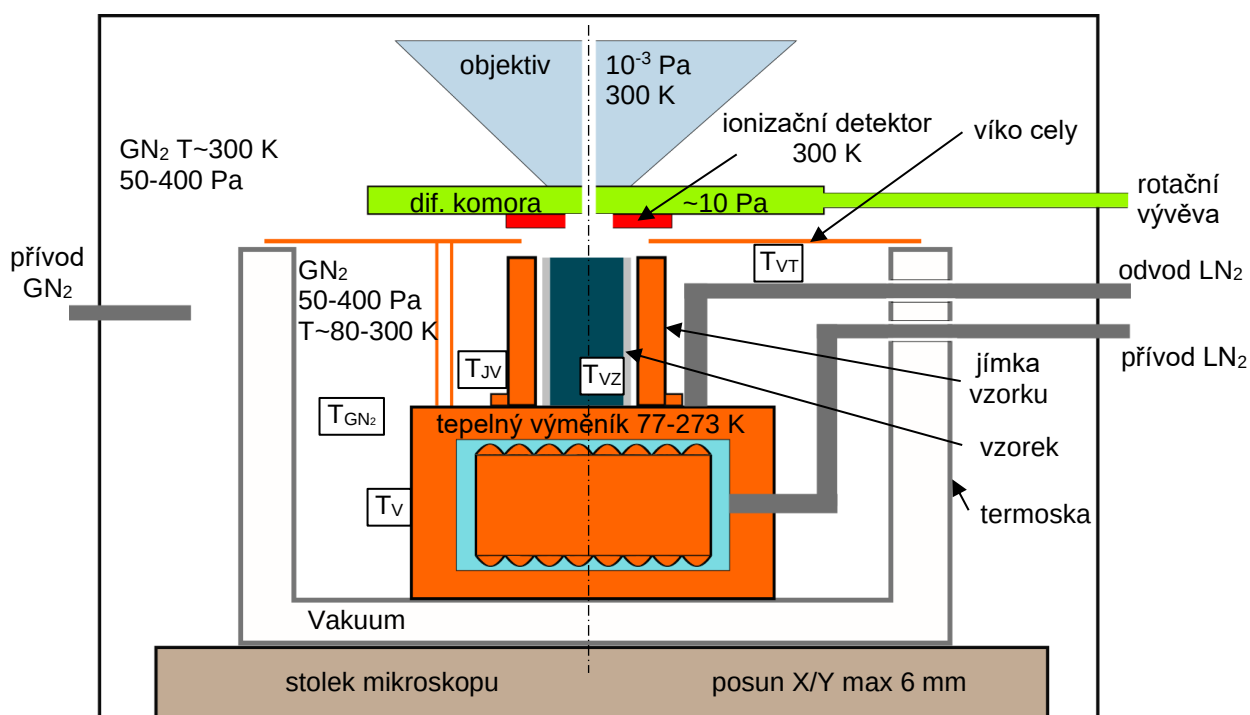
Na obr. 3 je schématické znázornění předběžného návrhu řešení držáku vzorku, který je podrobně diskutován v dalších kapitolách. Vzorek se nachází v optické ose mikroskopu a musí být z důvodu pohlcování odražených elektronů atmosférou plynu umístěn maximálně 4 mm pod ionizačním detektorem, který je mechanicky spojen s vakuově čerpanou diferenciální komorou. Nad diferenciální komorou se nachází objektiv mikroskopu.

Vzhledem k požadované oblasti teplot bude chlazení realizováno s využitím kapalného dusíku (LN_2) jako chladiva (teplota varu $\sim 77 \text{ K}$ při atmosférickém tlaku). Chlazení bude realizováno průtokovým systémem, jehož výhodou je, že umožňuje regulovat teplotu změnou průtoku chladiva. Průtokový systém bude sestávat z LN_2 průchodky, přírodních kapilár a tepelného výměníku. Tepelným výměníkem je proháněno chladivo, nejčastěji v podobě směsi kapalné a plynné fáze nebo jen plynné fáze. Stabilní teplota výměníku, resp. vzorku, bude udržována prostřednictvím topení s PID regulací² na základě měření teploty výměníku, nebo přímo vzorku.

² PID regulace – regulace založená na proporcionální, integrační a derivační části signálu

Pro transport vzorku z Dewarovy nádoby se vzorek uchopí pinzetou a vloží do předem připravené polystyrenová nádoby s lázní LN_2 , ve které je dopraven až ke komoře mikroskopu. V dalším kroku se vzorek přenesse do předem prochlazeného držáku v komoře mikroskopu. Transport vzorku musí proběhnout rychle, aby nedošlo ke kontaminaci vzorku vzdušnou vlhkostí a jeho ohřevu. Konstrukce držáku musí umožnit rychlé založení vzorku a také zajistit ochranu proti kontaminaci již založeného vzorku, než dojde k uzavření vrat mikroskopu. To by mělo být zajištěno „oplachem“ vzorku a víka cely odpařeným GN_2 z LN_2 rezervoáru odpovídajícího objemu navrhované cely.

Vzorek bude uložen v měděné jímce vzorku s válcovou dutinou, která bude mechanicky připojena k průtokovému tepelnému výměníku, který bude spolu s topným elementem zajišťovat požadovanou teplotu vzorku. Sestava tepelného výměníku s jímkou vzorku bude uložena v dvouplášťové nádobě z korozivzdorné oceli (termosce) s vakuovou tepelnou izolací. Termoska bude shora uzavřena chlazeným měděným víkem cely, které bude uzavírat prostor termosky se studeným GN_2 v okolí jímky vzorku a tepelného výměníku, chránící tak tepelný výměník s jímkou vzorku před tepelným zářením z komory mikroskopu, i před přívodem tepla z okolního teplého GN_2 . Měď byla pro výrobu součástí zvolena kvůli své vysoké tepelné vodivosti a korozivzdorná ocel pro svou relativně malou tepelnou vodivost a vhodné mechanické vlastnosti, především pevnost.



Obr. 3 Schéma návrhu řešení kryogenní cely

Součástí konstrukčního návrhu bude také LN_2 průtokový systém, zajišťující přívod a odvod chladicí kryokapaliny. Chladicí kapalina bude v prostoru komory mikroskopu vedena tenkými kapilárami z korozivzdorné oceli, tvořící okolo kryogenní cely spirálu, která umožní x, y, z posuv stolku v daném rozsahu. Přívod i odvod kryokapaliny z komory mikroskopu bude realizován skrze LN_2 průchodku ve vratech mikroskopu.

V okolí vzorku je udržována atmosféra plynného dusíku (GN_2), o tlaku 50 Pa – 400 Pa. Definovaný dynamický tlak v komoře mikroskopu je zajišťován kontinuálním čerpáním GN_2 prostřednictvím diferenciální komory a napouštěním komory mikroskopu z externích tlakových lahví.

Pro ověření dosažených teplot nízkoteplotních částí kryogenní cely bude využito několika teplotních snímačů vyznačených na obr. 3. Teploty budou měřeny především na tepelném výměníku (T_V), na jímce vzorku (T_{JV}) a ve vzorku samotném (T_{VZ}). Dále bude měřena teplota víka termosky (T_{VT}) a GN_2 uvnitř termosky (T_{GN_2}) pro ověření předpokládané funkce víka.

Tab. 1 Základní parametry a požadavky na chlazení vzorku

Popis	
Rozměry válcového vzorku	$\phi 8 \times 10 - 15 \text{ mm}$
Rozsah teplot	80 K – 273 K
Homogenita teploty	$\pm 0,5 \text{ K}$
Stabilita teploty	$\pm 0,1 \text{ K}$
Přesnost měření teploty	$\pm 0,5 \text{ K}$
Tlak GN_2 v komoře	50 Pa – 400 Pa
Rychlost změny teploty	0,1 až 100 $\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$

2 TEORETICKÝ ÚVOD

2.1 Vlastnosti použitých materiálů [6], [7], [8], [9], [10], [11], [12], [13], [14]

Korozivzdorná Cr-Ni austenitická ocel 1.4301

Jedná se o nejpoužívanější korozivzdornou ocel, nazývanou „potravinářská“. Chemické složení je uvedeno v tabulce 2. Ocel je dobře svařitelná a po svařování není třeba tepelné zpracování. Je vhodná také na ohýbání a ohraňování, případně skružování. Nevýhodou je relativně špatná obrobiteľnosť. Používá se v potravinářském, chemickém, pivovarnickém průmyslu, ale i pro výrobu zdravotnických zařízení a kuchyňských spotřebičů.

Tab. 2 Chemické složení korozivzdorné oceli 1.4301

Cr	Ni	Mn	Si
17,5 – 19,5 %	8 – 10 %	max 2 %	max 1 %

Stříbrnice 1.2210

Nástrojová ocel s chemickým složením uvedeným v tabulce 3 pro práci za studena s vysokou odolností proti opotřebení. Vyznačuje se dobrou obrobiteľnosť, houževnatostí i při vysoké tvrdosti. Obvykle se používá na výrobu rotačních nástrojů např. vrtáky, výstružníky, závitníky, vyhazovače.

Materiál je dodáván ve formě broušených tyčí s tolerancí h9.

Tab. 3 Chemické složení oceli 1.2210

C	Cr	Mn	Si	V
1,1 – 1,25 %	0,5 – 0,8 %	0,2 – 0,4 %	0,15 – 0,3 %	0,07 – 0,12 %

Měď E-Cu58

Materiál vyznačující se velmi dobrou tepelnou a elektrickou vodivostí. Velmi vhodný pro měkké i tvrdé pájení. Měď není příliš vhodná pro obrábění a její pevnost klesá s rostoucí teplotou. Povrch mědi na vzduchu oxiduje a vytváří ochrannou vrstvu.

Nejběžnější použití mědi je v elektrotechnickém průmyslu (vodiče, lana, dráty, vinutí). Pro strojírenství se častěji využívá slitin mědi (mosazi a bronzy).

Mosaz 2.0402

Slitina mědi a zinku (přesné chemické složení je uvedeno v tabulce 4) s velmi dobrou obrobiteľnosť. Je velmi vhodná pro měkké pájení a dobře tvrdě pájitelná. Velmi dobrá odolnost proti atmosférické korozi. Používá se v zámečnictví, k výrobě šroubů, v elektrotechnice. Obvykle je dodávána ve formě tyčí.

Tab. 4 Chemické složení mosazi 2.0402

Cu	Zn	Pb
58 %	40 %	2 %

Dural 3.1325

Dural je slitina hliníku a mědi s přísadami hořčíku (chemické složení je uvedeno v tabulce 5). Vyznačuje se velmi dobrou obrobiteľností a tvářitelností. Oproti čistému hliníku dosahuje násobně vyšší pevnosti v tahu R_m i vyšší tvrdosti. Dural je špatně svařitelný i pájitelný. Dosahuje typických hodnot meze kluzu $R_{p0,2} = 245$ MPa, pevnosti v tahu $R_m = 385$ MPa. Používá se především v automobilovém průmyslu, při stavbě letadel a výrobě sportovních potřeb.

Tab. 5 Chemické složení slitiny 3.1325

Al	Cu	Mg	Mn
Zbytek	3,5 – 4,5 %	0,4 - 1 %	0,4 - 1 %

Techtron (Polyfenylensulfid)

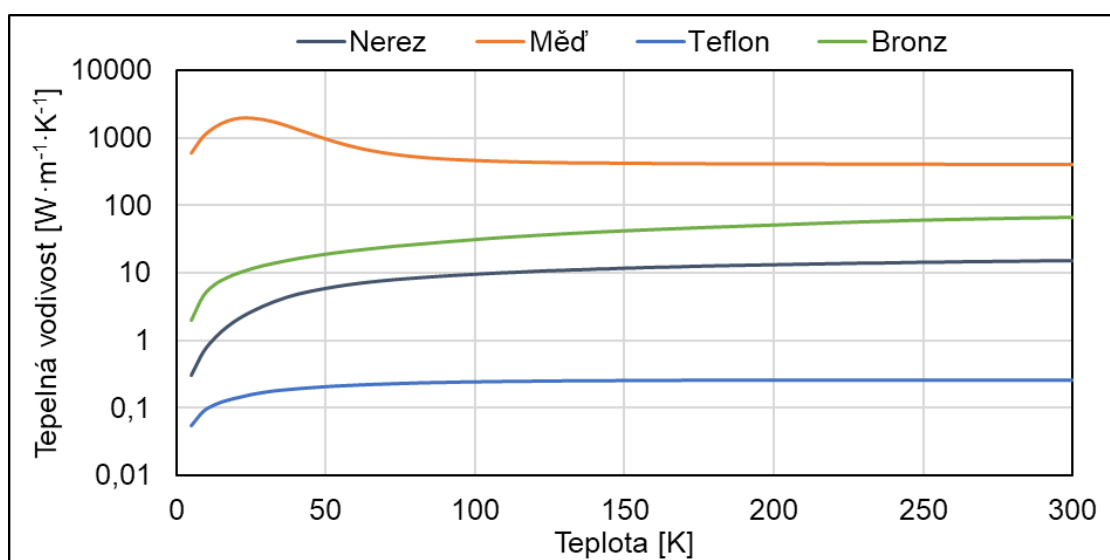
Technický plast vhodný pro použití ve vakuu. Vyznačuje se vysokou mechanickou pevností, tuhostí a tvrdostí. Má velmi dobré elektroizolační vlastnosti. Je vhodný pro použití ve vyšších teplotách (až do 260 °C). Odolný vůči působení chemikálií. Používá se jako levnější alternativa za technické plasty PEEK, PAI nebo PBI.

2.2 Vlastnosti látek za kryogenních teplot [15], [16]

Za kryogenní jsou považovány teploty pod 123 K. Kryokapaliny využívané v kryogenice (helium, dusík, vodík, kyslík), mají teplotu varu nižší, než 123 K. Při takto nízkých teplotách dochází v materiálech k podstatným (někdy i řádovým) změnám jejich vlastností oproti pokojové teplotě. Naopak při navýšení z pokojové teploty o stovky kelvinů se materiálové vlastnosti změny jen o desítky procent.

2.2.1 Tepelná vodivost [15], [16], [17], [18]

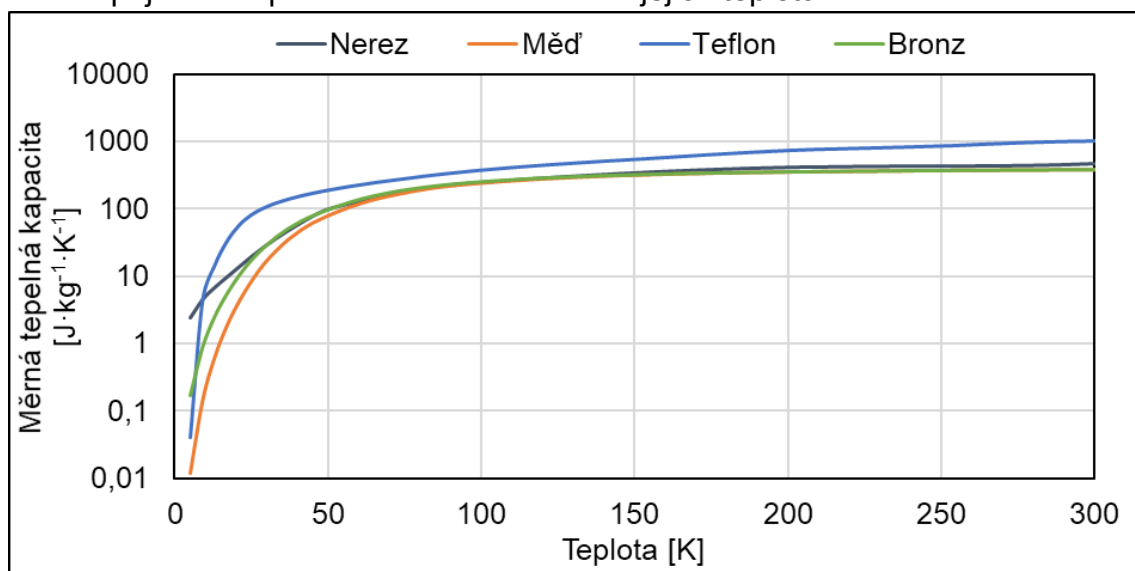
Tepelná vodivost je definována jako množství tepla, které projde jednotkou plochy homogenní desky jednotkové tloušťky za jednotku času při teplotním rozdílu stěn 1 K. Tepelná vodivost je značně závislá na teplotě, ale jak je vidět na příkladu vybraných materiálů v obr. 4, tepelná vodivost se v oblasti nad kryogenními teplotami (123 K) příliš nemění a největší změny nastávají už při nižších teplotách.



Obr. 4 Tepelná vodivost vybraných materiálů. Data pro vytvoření grafu získána z programu CryoComp [18]

2.2.2 Měrná tepelná kapacita [18], [19]

Měrná tepelná kapacita látky je definována jako množství tepla, které je třeba dodat jednomu kilogramu látky pro ohřev o 1 K. Jedná se o silně teplotně závislou veličinu. Jak je patrné z obr. 5, měrná tepelná kapacita látek s klesající teplotou klesá. Výhodou malé měrné tepelné kapacity konstrukčních dílů za kryogenních teplot je možnost rychlé změny teploty. Nevýhodou je menší teplotní stabilita, protože i malé množství přijatého tepla může zásadně změnit jejich teplotu.



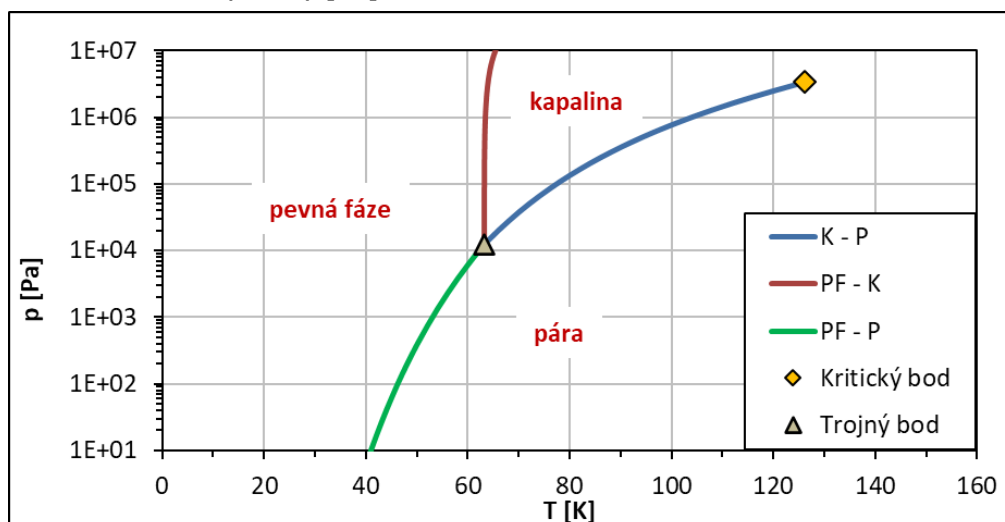
Obr. 5 Měrná tepelná kapacita vybraných materiálů. Data pro vytvoření grafu získána z programu CryoComp [18]

2.2.3 Vlastnosti dusíku [15], [20], [21]

Dusík (N_2) tvoří hlavní složku (78 %) zemské atmosféry, ze které se získává separací. V kryogenní technice se pro chlazení využívá dvou fází N_2 , tj. kapalná (LN_2) a plynná (GN_2), viz. P-T fázový diagram (obr. 6). Pro kryotechnické použití se skladuje zpravidla ve formě kapaliny, což je bezbarvá kapalina s bodem varu při atmosférickém tlaku 77,3 K a hustotou $804 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, tedy lehčí než voda.

Pro dlouhodobé skladování LN_2 slouží tzv. Dewarovy nádoby, což je dvoustěnná nebo víceštěnná nádoba, jejíž vnitřní nádoba obvykle válcového tvaru obsahuje přechovávanou kapalinu a prostor mezi vnitřní a vnější nádobou je vakuově vyčerpán na tlak řádově 10^{-3} Pa , což zabraňuje přenosu tepla tepelnou vodivostí zbytkového plynu. Uvnitř meziprostoru mezi vnitřní a vnější nádobou je umístěn sorbent, který slouží pro udržování nízkého tlaku.

Jelikož je chemicky inertní, není třeba při konstrukci kryogenních zařízení využívat speciální materiály, které odolávají korozi, ale je důležité volit materiály odolávající nízkým teplotám LN₂. Základní fyzikální vlastnosti N₂ při tlaku 100 kPa jsou uvedeny v tabulce 6. Detailní informace o vlastnostech dusíku lze získat např. z databáze REFPROP (NIST) [21].



Obr. 6 Fázový diagram dusíku [21]

Tab. 6 Konstanty N₂ při tlaku 100 kPa [21]

Popis	Označení	Jednotka	Hodnota
Měrná tepelná kapacita plynu při stálém tlaku ³	c_p	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	1,04·10 ³
Výparné teplo	L_v	J·kg ⁻¹	2·10 ⁵
Hustota kapaliny	ρ_L	kg·m ⁻³	806
Hustota plynu 77,24 K	ρ_{G77}	kg·m ⁻³	4,56
Hustota plynu 293 K	ρ_{G293}	kg·m ⁻³	1,15

2.3 Mechanismy přenosu tepla

Na přenosu tepla k nízkoteplotním částem navrhované kryogenní cely se podílí především přenos tepla zářením z prostoru komory mikroskopu na teplotě 300 K a přenos tepla proudícím plynem, který proudí okolo kryogenní cely. Přenos tepla vedením pevnou látkou se uplatňuje u vzorku vodního ledu.

2.3.1 Přenos tepla zářením [22]

Tepelné záření mezi dvěma rovnoběžnými plochami

Velikost tepelného toku Q_{21} při přenosu tepelným zářením mezi dvěma rovnoběžnými plochami, znázorněného na obr. 7 je určena vztahem 2.1

$$Q_{21} = \sigma \cdot E_{21} \cdot S \cdot (T_2^4 - T_1^4) \quad (2.1)$$

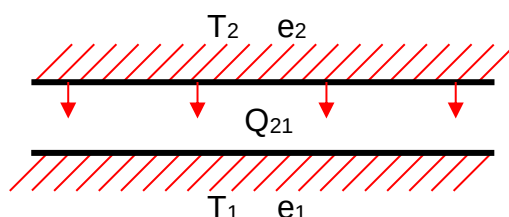
kde σ je Stefanova-Boltzmannova konstanta $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$, E_{21} je vzájemná emisivita povrchů, S je plocha přijímače tepelného toku, T_2 je teplota zářiče a T_1 je teplota přijímače, přičemž platí, že $T_2 > T_1$.

³ Měrná tepelná kapacita plynu při stálém tlaku se v závislosti na teplotě téměř nemění (pro 100 K je $c_p = 1\,038,65 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ a pro 305 K je $c_p = 1\,039,5 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Vzájemná emisivita E_{21} je rovna

$$E_{21} = \frac{e_1 \cdot e_2}{e_2 + (1 - e_2) \cdot e_1} \quad (2.2)$$

kde e_1 je emisivitou přijímače tepelného záření a e_2 je emisivitou zářiče.



Obr. 7 Tepelné záření mezi rovnoběžnými plochami

V praxi se často vyskytují situace, kdy je emisivita přijímače značně nižší než zářiče, tedy $e_1 \ll e_2$, v tom případě je možné pro zjednodušení výpočtu použít $E_{21} = e_1$. Další častou situací je stejná emisivita obou ploch, tedy $e_1 = e_2 = e \ll 1$ a v tom případě je možné použít $E_{21} = \frac{e}{2}$.

Tepelné záření na obklopené těleso

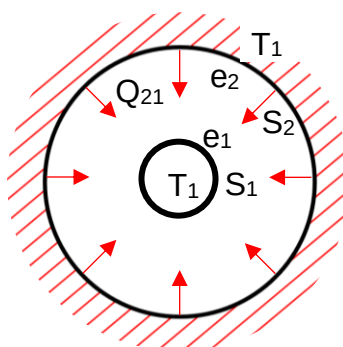
Tepelný tok Q_{21} tepelného záření na obklopený válec, nebo kouli (obr. 8) je možné určit dle rovnice 2.3 a pro tento případ vzájemnou emisivitu E_{21} dle rovnice 2.4.

$$Q_{21} = \sigma \cdot E_{21} \cdot S_1 \cdot (T_2^4 - T_1^4) \quad (2.3)$$

$$E_{21} = \frac{e_1 \cdot e_2}{e_2 + \frac{S_1}{S_2} \cdot (1 - e_2) \cdot e_1} \quad (2.4)$$

kde S_1 je ozářená plocha obklopeného tělesa a S_2 je zářící plocha obklopujícího tělesa. Platí, že $T_2 > T_1$.

Opět je možné uvést v praxi se vyskytující situace, kdy emisivita obklopujícího tělesa je téměř rovna jedné, tedy $e_2 \sim 1$, poté je vzájemná emisivita rovna emisivitě obklopeného tělesa $E_{21} = e_1$, což platí i pro případ, kdy plocha obklopujícího tělesa je mnohonásobně větší, tedy $S_1 \ll S_2$.



Obr. 8 Tepelné záření na obklopené těleso

2.3.2 Přenos tepla vedením [23], [24]

Přenos tepla vedením probíhá v látkách, jejichž části mají rozdílné teploty. V takovém případě dochází k vyrovnávání teploty přenosem kinetické energie vzájemným působením molekul látky, ze kterých se těleso skládá.

Vedení tepla tyčí konstantního průřezu

Pro výpočet velikosti tepelného toku Q , který při daném teplotním rozdílu dvou ploch prochází průřezem tyče o konstantním průřezu a dané délky je možné využít rovnici 2.5.

$$Q = \frac{(T_1 - T_2) \cdot \lambda \cdot S}{h} \quad (2.5)$$

kde λ je koeficient tepelné vodivosti (vlastnost materiálu), $T_1 - T_2$ je rozdíl teplot, h je vzdálenost ploch, mezi kterými je tento teplotní rozdíl a S je plocha kolmého průřezu, kterým přenos tepla probíhá.

Pro známý tepelný tok je možné vyjádřit teplotní spád ΔT (rovnice 2.6)

$$\Delta T = T_1 - T_2 = \frac{Q \cdot h}{\lambda \cdot S} \quad (2.6)$$

Vedení tepla válcovou stěnou

Pro případ vedení tepla válcovou stěnou je možné velikost tepelného toku Q procházející stěnou určit pomocí rovnice 2.7.

$$Q = \frac{2 \cdot \pi \cdot \lambda \cdot l}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \quad (2.7)$$

kde l je výška válcové stěny, r_2 a r_1 je vnější, resp. vnitřní poloměr válcové stěny.

Pro známý tepelný tok je možné vyjádřit rozdíl teplot ΔT (rovnice 2.8)

$$\Delta T = (T_1 - T_2) = \frac{Q \cdot \ln\frac{r_2}{r_1}}{2 \cdot \pi \cdot \lambda \cdot l} \quad (2.8)$$

2.3.3 Přenos tepla konvekcí [23], [16]

Přenos tepla konvekcí (prouděním) probíhá v kapalinách a plynech a je způsobeno rozdílnou teplotou dvou povrchů, mezi kterými ke konvekci dochází nebo rozdílnou teplotou mezi povrchem a tekutinou obklopující daný povrch. V tomto případě mluvíme o volné (přirozené) konvekci. Pokud je proudění tekutiny vyvoláno rozdílnými tlaky nebo mechanicky (např. vrtule ventilátoru), mluvíme o vynucené konvekci. Režimy proudění můžeme rozdělit na laminární a turbulentní. V další části je uvažováno proudění nestlačitelných tekutin bez fázových změn.

Efektivitu přenosu tepla konvekcí lze charakterizovat pomocí Nusseltova čísla (Nu), které lze vyjádřit jako poměr konvektivního přenosu tepla a konduktivního přenosu tepla (rovnice 2.9).

$$Nu = \frac{h_t \cdot L_{ch}}{\lambda} \quad (2.9)$$

kde h_t je koeficient přestupu tepla a λ je koeficient tepelné vodivosti.

Přenos tepla volnou konvekcí

K volné konvekci dochází v důsledku změny teploty tekutiny (plynu/kapaliny) v gravitačním poli čímž dochází i ke změně hustoty tekutiny.

Volnou konvekci je možné popsat pomocí dvou podobnostních čísel – Rayleighova čísla Ry a Prandtlůva čísla Pr . Rayleighovo číslo Ry charakterizuje typ proudění při volné konvekci a vypočítá se dle vztahu 2.10.

$$Ry = \frac{g \cdot L_{ch}^3 \cdot \alpha_v \cdot \Delta T}{a \cdot \nu} \quad (2.10)$$

kde g je gravitační zrychlení, L_{ch} je charakteristický rozměr, α_v je součinitel teplotní roztažnosti, ΔT je rozdíl teplot vyvolávající proudění, a je součinitel teplotní vodivosti a ν je kinematická viskozita plynu/kapaliny.

Prandtlůvo číslo Pr charakterizuje látku, ve které ke konvekci dochází, a je dané rovnicí 2.11.

$$Pr = \frac{\nu}{a} \quad (2.11)$$

Pro volnou konvekci se Nusseltovo číslo vyjadřuje jako funkce Rayleighova čísla a Prandtlůva čísla, zapsaná jako

$$Nu = a \cdot Ry^b \cdot Pr^c \quad (2.12)$$

Funkční vztahy se definují pro řadu různých geometrií a typů proudění. Pro konkrétní použití je nutno nalézt vhodný vztah v literatuře.

Přenos tepla nucenou konvekcí

Přenos tepla v případě vynucené konvekce je zpravidla efektivnější než při přestupu tepla volnou konvekcí. Zvyšováním rychlosti proudění je možné podstatně zmenšit rozměry energetických zařízení. Pro určení charakteru proudění se používá Reynoldsovo číslo Re (rovnice 2.13) a Prandtolovo číslo Pr .

$$Re = \frac{u_d \cdot d_{ch}}{\nu} = \frac{4 \cdot \dot{m}}{\pi \cdot \eta \cdot d_{ch}} \quad (2.13)$$

kde u_d je rychlost proudění, d_{ch} je charakteristický rozměr, ν a η je kinematická a dynamická viskozita a $\dot{m}$ je hmotnostní tok.

Při laminárním proudění tekutiny je přenos tepla nižší než u turbulentního proudění, jelikož je omezen na konduktivní přenos. Přechodový režim je v praktických aplikacích nežádoucí. Při turbulentním proudění dochází na rozdíl od laminárního proudění k velmi intenzivnímu přenosu tepla, jelikož je tekutina promíchávána.

Pro vynucenou konvekci se Nusseltovo číslo vyjadřuje jako funkce Reynoldsova čísla a Prandtlova čísla, zapsaná jako

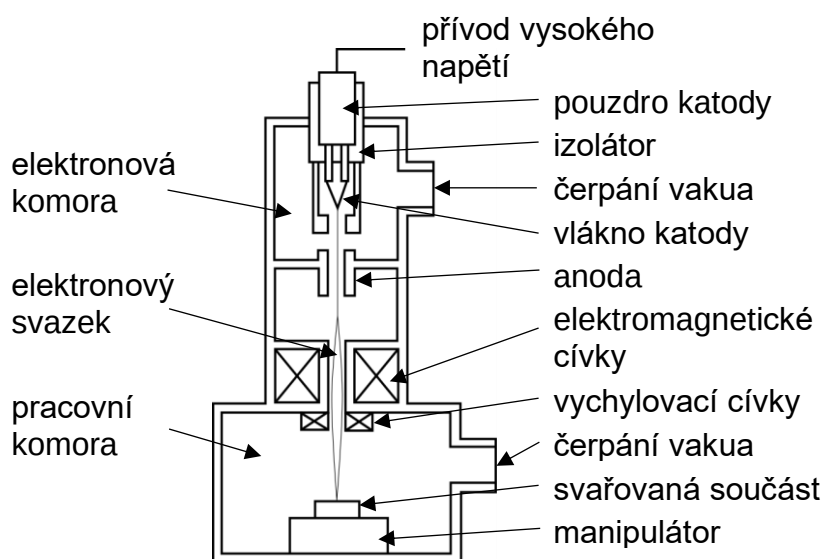
$$Nu = k \cdot Re^l \cdot Pr^m \quad (2.14)$$

Přesný vztah pro konkrétní geometrii (např. pro vynucené proudění v trubce) a režim proudění (laminární, turbulentní) je nutno nalézt v literatuře.

Mezi zde vybrané a popsané technologie spojování materiálů patří ty, které jsou dostupné v ÚPT a byly pro konstrukci kryogenní cely využity. Jedná se o svařování svazkem elektronů (kapitola 3.1), technologie měkkého pájení (kapitola 3.2) a technologie tvrdého pájení (kapitola 3.3).

Svařování elektronovým svazkem je metoda tavného svařování, při které je energie pro ohřev svařovaných součástí do svaru dodávána fokusovaným svazkem vysokoenergetických elektronů. Vlivem zpomalení elektronů při průchodu materiálem dojde k přeměně kinetické energie elektronů na teplo, které je využito pro lokální ohřev svařovaných součástí. Obvykle se jedná o svařování bez použití přídavného materiálu. V závislosti na parametrech svařování a materiálech je možné svařovat na jeden průchod velký rozsah tloušťek materiálů od velmi tenkých (desetiny milimetru) po velmi tlusté (okolo sta milimetrů) s využitím hloubkového efektu.

Při svařování je v prostoru pracovní komory a elektronové komory třeba udržovat vakuum okolo 10^{-2} Pa - 10^{-3} Pa, které zabráňuje rozptylování elektronového svazku molekulami vzduchu. Vakuum v pracovní komoře zároveň nahrazuje funkci ochranné atmosféry známé z jiných typů svařování, v elektronové komoře poskytuje chemickou, tepelnou i elektrickou izolaci katody. Svařovací pohyb je zajištěn programovatelným polohovadlem, v případě menších svarů vychylováním paprsku.



Obr. 9 Schéma elektronové svářečky [26]

V závislosti na druhu svařovaného materiálu dochází při dopadu elektronů na povrch k jejich částečnému odrazu (až 70 %). Při interakci elektronů s atomy kovu se uvolňují sekundární elektrony, molekuly kovu, kladné ionty, tepelné záření a dochází k emisi rentgenového záření vyžadující stínění. Elektrony, které nejsou na povrchu materiálu odraženy pronikají do hloubky několika desítek mikrometrů, během kterých dochází k přeměně kinetické energie na tepelnou.

Vzhledem k vysoké plošné hustotě výkonu elektronového svazku, která dosahuje až $5 \cdot 10^8 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$, dosáhne materiál během několika mikrosekund teploty tavení a následně varu, což způsobí vznik úzké kapiláry mezi svařovanými tělesy, vyplněné parami roztavených kovů o nízkém tlaku, který spolu s reakční silou odpařování drží taveninu na stěně kapiláry v tenké vrstvě dosahující maximálně desetin milimetru. Jelikož páry kovu nebrání průchodu elektronů, dochází k průniku kapiláry přes celou tloušťku materiálu, způsobující vysoký poměr hloubky svaru k jeho šířce (až 25:1). Díky vysoké hustotě výkonu dochází také k velmi malé oblasti natavení a tím i velmi malému množství vneseného tepla. To má za následek jemnozrnnou krystalizaci roztaveného kovu. Výsledný svar má ve výsledku velmi podobné mechanické vlastnosti jako základní materiál. Další výhodou vysoké koncentrace energie je také možnost vysoké rychlosti svařování, což se projevuje velmi malou oblastí ovlivněnou teplem a tím pádem minimální deformací svařence.

Vzhledem k obvyklé absenci přídavného materiálu je třeba dbát na dodržení správné mezery mezi spojovanými součástmi a opracování jejich povrchu. Ideální mezera by měla být přibližně 0,1 mm s drsností $R_a = 0,8 - 1,6 \text{ } \mu\text{m}$. Povrch součástí je nutné před svařováním důkladně očistit, jelikož nečistoty mohou způsobovat bublinatost či pórovitost svaru.

Výhodou elektronového svařování je již zmíněná velmi malá tepelně ovlivněná oblast s minimální deformací svařence, vysoký poměr hloubky svaru k jeho šířce, hluboký průvar na jeden průchod, možnost svařování kovových materiálů s různou teplotou tavení (Ti-Al, Cu-Al, Cu-ocel atd.). Značnou výhodou je i funkce vakua jako ochranné atmosféry, zajišťující vysokou čistotu svaru.

Nevýhody elektronového svařování jsou dány především principem jeho funkce, tedy omezení velikosti svařovaných součástí na velikost vakuové pracovní komory, vysoká finanční náročnost, nemožnost svařování kovů s vysokou tenzí par (Zn, Cd, Mg) a nároky na čistotu a opracování svarových ploch.

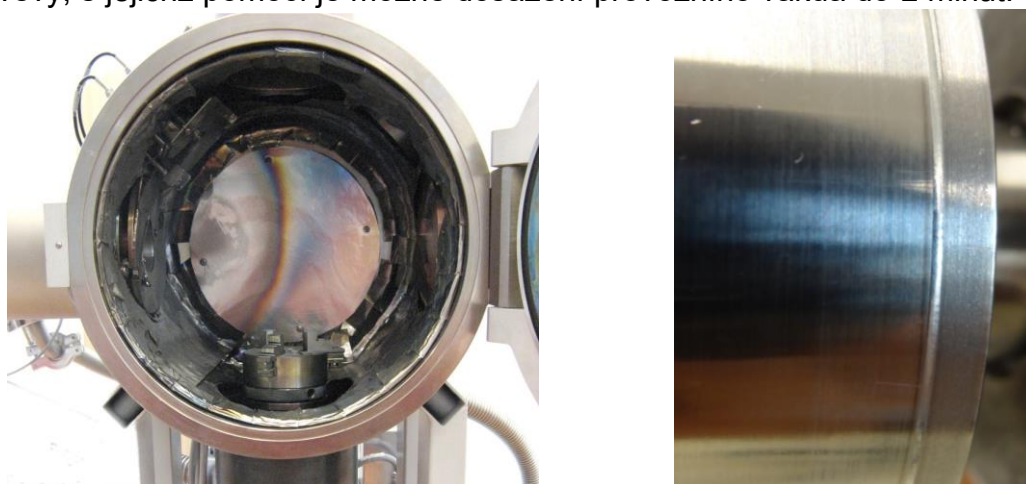
Elektronová svářečka MEBW-60/2-E

Ústav přístrojové techniky (ÚPT) je vybaven třemi elektronovými svářečkami vlastní výroby, které mají válcovou komoru a manipulátor zajišťující rotaci a vertikální posuv svařované součásti. Elektronová svářečka MEBW-60/2-E použitá ke svařování kryogenní cely (obr. 10) disponuje svařovacím výkonem 2 kW při maximálním urychlovacím napětím 60 kV. Zdrojem elektronů je žhavené wolframové vlákno (katoda). Válcová pracovní komora o průměru 235 mm a délce 155 mm je opatřena dvířky s okénkem z olovnatého skla, umožňující sledování svařovacího procesu. Svářečka je vybavena systémem vychylování svazku, který umožňuje zobrazit svar pomocí detekce odražených elektronů, podobně jako elektronový mikroskop.



Obr. 10 Elektronová svářečka MEBW-60/2-E [30]

Manipulátor svářečky je viditelný na obr. 11, který ukazuje pohled do otevřené pracovní komory svářečky. Manipulátor umožňuje rotaci pro svařování rotačních svarů a lineární pohyb pro nastavení pozice svazku na svařované součásti. Pro zajištění vakua v pracovní a elektronové komoře slouží jedna rotační a dvě turbo-molekulární vývěvy, s jejichž pomocí je možné dosažení provozního vakua do 2 minut.



Obr. 11 Vlevo: Otevřená pracovní komora elektronové svářečky MEBW-60/2-E [30]
Vpravo: Ukázka svaru LN₂ průchodky

3.2 Pájení měkké [17], [31], [15], [32]

Měkkým pájením je nazýváno spojování základních materiálů roztaveným přídavným materiálem, nazývaným pájka. Měkké pájení probíhá při teplotách nepřesahujících 450 °C [31]. Teplota pájení musí být zároveň nižší, než je teplota tavení základních materiálů. Spoje vzniklé měkkým pájením se vyznačují malou pevností v tahu (maximálně 60 MPa), a proto se používají pro spoje, které nejsou pevnostně ani teplotně namáhány.

Pájený spoj je výsledkem metalurgických reakcí mezi pájkou a základním materiálem, kdy pájka smáčí povrch spojovaných součástí a vytváří tenkou difuzní vrstvu, která je slitinou pájky a základního materiálu a zajišťuje nepřerušené kovové spojení materiálů. Při návrhu součástí určených pro spojení měkkým pájením se mezi součástmi vytvoří mezera 0,07 - 0,1 mm, která slouží pro kapilární zatečení pájky.

Pro vytvoření kvalitního spoje je nezbytné zajistit dobrou kvalitu povrchu pájených součástí a vhodně zvolit pájku a tavidlo pro dobrou smáčivost, vytvářející podmínky pro vznik meziatomových vazeb mezi atomy pájky a základního materiálu.

Při pájení je obvykle využíváno tavidlo, které rozpouští oxidy a zamezuje jejich vzniku během pájení, zajišťuje lepší tečení a smáčivost pájky. Tavidlo se volí s ohledem na základní materiál a přídavný materiál. Tavidlo je teplem aktivováno, čímž dojde k očištění pájených součástí. Po nahřátí materiálu na pájecí teplotu je do spoje přiveden přídavný materiál, který vytvoří spoj. Po dokončení pájení je doporučeno tavidlo omýt, jelikož může mít korozní účinky.

Při sestavení kryogenní cely bylo měkké pájení použito na několika místech, především pro rozebíratelné spoje kapilár pro přívod a odvod kryokapaliny a pro připájení elektrických vodičů k teplotním snímačům. Při pájení kapilár se jednalo o spoje Cu-Cu a Cu-korozivzdorná ocel a při pájení vodičů se jednalo o spoj bronz-Cu, kde u každého bylo třeba zvolit odlišný postup.

Pro měkké pájení byla v této práci využita pájka Sn60Pb40, jejíž složení a použití je uvedeno v tabulce 7.

Tab. 7 Pájka pro měkké pájení [32]

Pájka	Složení [%]	Použití
Sn60Pb40	Sn 60, Pb 40	Měkká pájka ve formě drátu s teplotou tavení okolo 185 °C. Používá se především v elektrotechnice. Má výborné pájecí vlastnosti.

3.3 Pájení tvrdé [17], [31]

Tvrdé pájení je od měkkého pájení odlišováno především teplotou tavení přídavného materiálu, která je vyšší než 450 °C, ale zároveň nižší než teplota tavení základního materiálu spojovaných součástí. Vyznačuje se vyšší pevností spojů ve srovnání s měkkým pájením. Pájení je možné provádět na vzduchu s použitím vhodného tavidla, které zabrání vzniku oxidů, v ochranné atmosféře nebo ve vakuu. V této práci bylo využito tvrdé pájení ve vakuu (kapitola 3.3.1) a tvrdé pájení na vzduchu (kapitola 3.3.2).

3.3.1 Vakuové pájení [17], [31], [28], [33], [34], [35]

Výhodou vakuového pájení je především rovnoměrný ohřev součástí, umožňující např. spojování tenkostěnných součástí s tlustostěnnými. Rovnoměrnost ohřevu zabraňuje deformacím, vzniku vnitřních napětí i přehřátí. Jelikož probíhá celý pájecí proces ve vakuu, jsou součásti po pájení kovově lesklé a čisté, protože nedojde ke vzniku oxidů. Při pájení také dochází k odplynění spojovacího materiálu, což vede ke zvýšení kvality spoje.

Jelikož se při pájení ve vakuu nepoužívají tavidla, je vhodné konstruovat spojované součásti s vřít menší než 0,1 mm, umožňující lepší zatečení pájky do spoje vlivem kapilární síly. Povrch pájených ploch musí být kovově čistý a zbaven všech nečistot. Při výběru vhodné pájky je třeba dbát na to, že pájka nesmí obsahovat prvky s vysokou tenzí par (Zn, Cd, K). Pro ochranu ploch, které nemají být pájkou smáčeny se používá ochranný nátěr, skládající se z jemného prášku z žáruvzdorných oxidů (hlinitého, hořečnatého nebo titaničitého) rozpuštěných v alkoholu, laku nebo ve vodě.

Součásti kryogenní cely byly pájeny ve vakuové peci zkonstruované v ÚPT (obr. 12), určené pro vakuové pájení a tepelné zpracování menších součástek. Vakuová pracovní komora je válcového tvaru o průměru 150 mm a výšce 200 mm. Pracovní komoru je možné nadstavit pro pájení dlouhých trubek o průměru maximálně 18 mm. Pec dosahuje maximální teploty 1100 °C a využívá se pro pájení stříbrnou, niklovou nebo měděnou pájkou.



Obr. 12 Vlevo: Laboratorní vakuová pec [28]
Vpravo: Pohled do pracovní komory pece

Pro vakuové pájení byly využity dva druhy pájek, jejichž složení a použití je uvedeno v tabulce 8.

Tab. 8 Pájky pro vakuové pájení [33] [34] [35]

Pájka	Složení [%]	Použití
BrazeTec 7200	Ag 72, Cu 28	Eutektická pájka s pájecí teplotou okolo 780 °C. Vhodná pro materiály: ocel, měď, slitiny mědi, nikl, slitiny niklu. Vhodná pro vakuové pájení.
BrazeTec D 897.1	Ni, Cr 14, P 10,1	Pájecí pasta pro pájení tenkostěnných trubek, měřících zařízení atd. s pájecí teplotou okolo 980 °C. Určená pro pájení oceli a spojů ocel-měď. Vhodná pro vysoce pevné a vakuově těsné spoje.

3.3.2 Pájení na vzduchu [31], [17], [15], [36]

Tvrdé pájení na vzduchu využívá spalování hořlavé směsi plynů jako zdroj tepla pro místní ohřev pájených součástí. Pájecím plynem může být téměř jakýkoli technický hořlavý plyn, ale mezi nejpoužívanější patří propan, acetylén, svítiplyn, vodík a zemní plyn. Pájecí plyn je přiveden do pájecího hořáku, kde dojde ke smísení hořlavého plynu s kyslíkem.

Při návrhu součástí určených pro spojení tvrdým pájením na vzduchu je důležité dodržet mezeru mezi pájenými součástmi, která nemá být větší, než 0,05 mm, protože by mohlo dojít k nechtěnému zatečení pájky. Naopak menší mezera by nemusela dovolit zatečení pájky. Pro součásti s rozdílným součinitelem tepelné roztažnosti je důležité, aby velikost mezery mezi součástmi byla určena při teplotě pájení, nikoli za studena.

Obecný postup pájení

Před ohřevem součástí se do spoje nanese tavidlo, které rozpouští oxidy, zabraňuje jejich tvorbě při pájení a zlepšuje smáčivost a tečení pájky. Následně jsou pájené součásti nahřáty na teplotu tavení pájky a při současném ohřevu plamenem je do spoje přidávána pájka obvykle ve formě drátu. Zde je důležité dodržení správné teploty ohřevu, jinak může dojít ke spálení tavidla při přehřátí. Stejně tak je rozhodující přidání ideálního množství pájky, aby byl spoj pevný a těsný, ale zároveň nedošlo k nežádoucímu zatečení pájky.

Pro tvrdé pájení na vzduchu byla v této práci využita pájka Ag40CuZnCd, jejíž složení a použití je uvedeno v tabulce 9.

Tab. 9 Pájka pro tvrdé pájení na vzduchu [36]

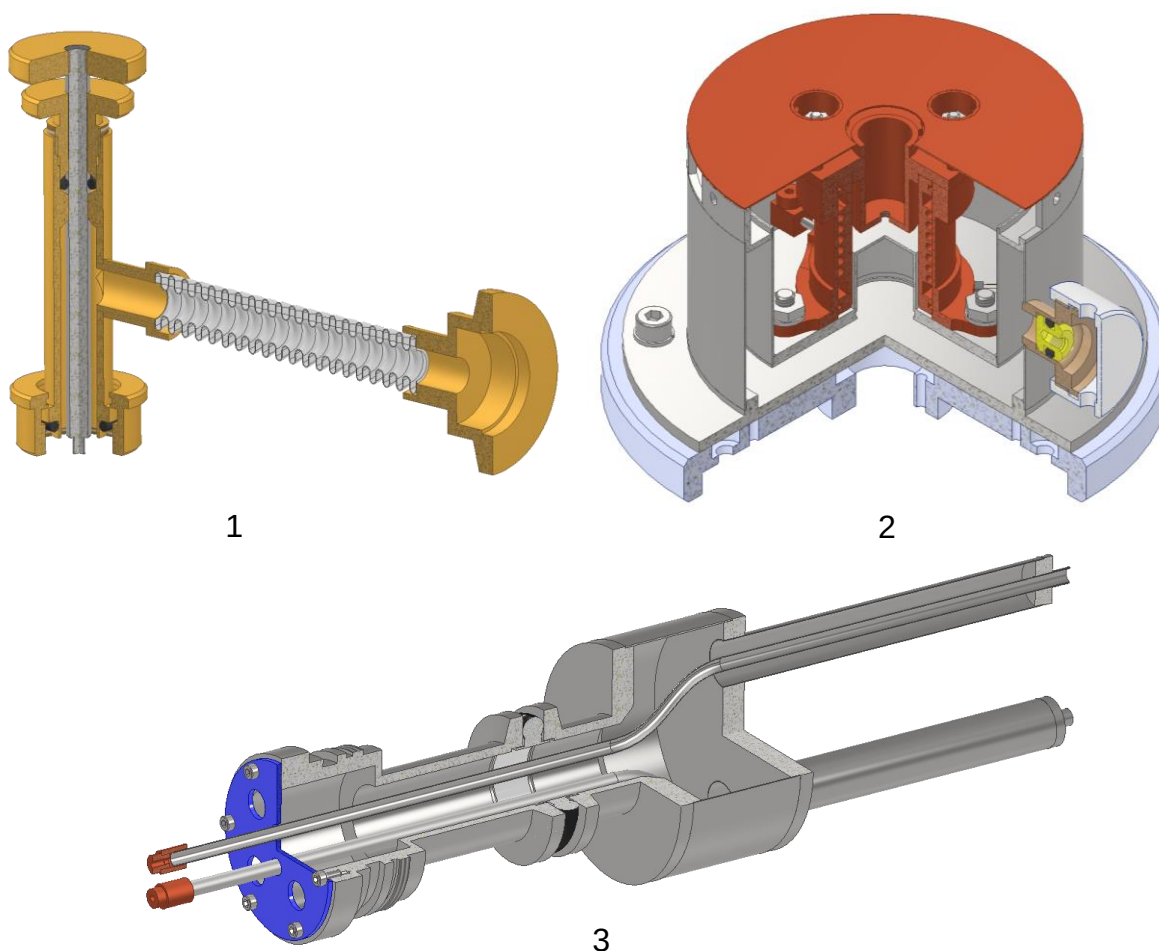
Pájka	Složení [%]	Použití
Ag40CuZnCd	Ag 40, Cu 19, Zn 21, Cd 20	Pájka ve formě drátu o průměru 0,4 mm s pracovní teplotou 640 – 680 °C. Určená pro libovolné oceli, mědi, slitiny mědi, nikl a slitiny niklu.

4 KONSTRUKČNÍ NÁVRH

Konstrukční návrh obsahuje kromě návrhu kryogenní cely i návrh LN₂ průchodky a návrh čerpacího ventilu pro udržování vakuové izolace kryogenní cely. Celý návrh je založen na požadavcích uvedených v kapitole 1 a byl navržen s ohledem na metody obrábění a spojování materiálů dostupné v UPT.

Návrh samotné kryogenní cely je popsán v kapitole 4.1. Pro umožnění chlazení kryogenní cely (obr. 13-2) v komoře mikroskopu bylo třeba navrhnout LN₂ průchodku (obr. 13-3), zajišťující přívod a odvod chladicího média do a z komory mikroskopu (kapitola 4.3). Pro čerpání vakuového prostoru kryogenní cely (vnitřní prostor termosky) byl navržen čerpací ventil (obr. 13-1), umožňující odčerpání vnitřního prostoru a tím zlepšení izolační schopnosti termosky (kapitola 4.2).

Pro všechny navrhované součásti byly vytvořeny 3D modely v programu Autodesk Inventor, ze kterých byly následně vytvořeny výrobní výkresy.



Obr. 13 3D modely jednotlivých sestav.
1 - Čerpací ventil, 2 - Kryogenní cely, 3 - LN₂ průchodka

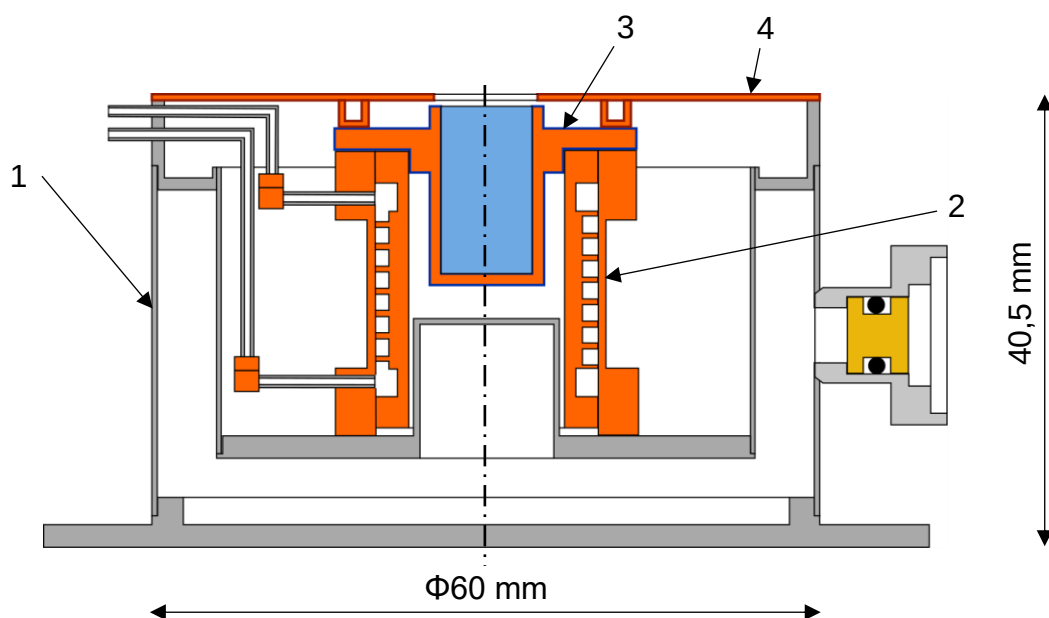
4.1 Konstrukční návrh kryogenní cely

Cílem návrhu kryogenní cely bylo zajistit teplotně a mechanicky stabilní uložení vzorku vodního ledu, přesné měření a regulaci teploty, snadné zakládání vzorku a možnost x-y-z pohybu cely v komoře mikroskopu s pomocí manipulátoru. Návrh konstrukce byl proveden se zaměřením na použití metod obrábění a spojování materiálů dostupných v ÚPT.

Kryogenní cela se skládá ze 4 podsestav, viditelných na obr. 14. Základní podsestavou je termoska (1), které se věnuje kapitola 4.1.2, dále pak tepelný výměník (2) popsán v kapitole 4.1.3, jímka (3) popsaná v kapitole 4.1.4 a podsestava víka cely (4) v kapitole 4.1.5.

Termoska (1) je čtyřmi šrouby přišroubována na stolek mikroskopu. Na vnitřní dno termosky je přišroubován tepelný výměník (2), na jehož horní stranu je pomocí šroubů uchycena jímka vzorku (3) a další šrouby upevňují víko cely (4).

Pro předchlazení cely na provozní teplotu bude vnitřní prostor termosky zalit LN₂, který bude odpařen v průběhu zakládání vzorku a zasunutí vrat do vakuové komory mikroskopu. Vnitřní prostor termosky je schopen pojmout přibližně 32 ml LN₂, který by měl při předpokládaném tepelném příkonu 382,8 mW (kapitola 5.1) dle výpočtu v kapitole 5.3 vydržet desítky minut a tím zajistit dostatek času pro přípravu experimentu.



Obr. 14 Kryogenní cela s vyznačením jednotlivých podsestav.
1 – termoska, 2 – tepelný výměník, 3 – jímka vzorku, 4 – víko cely

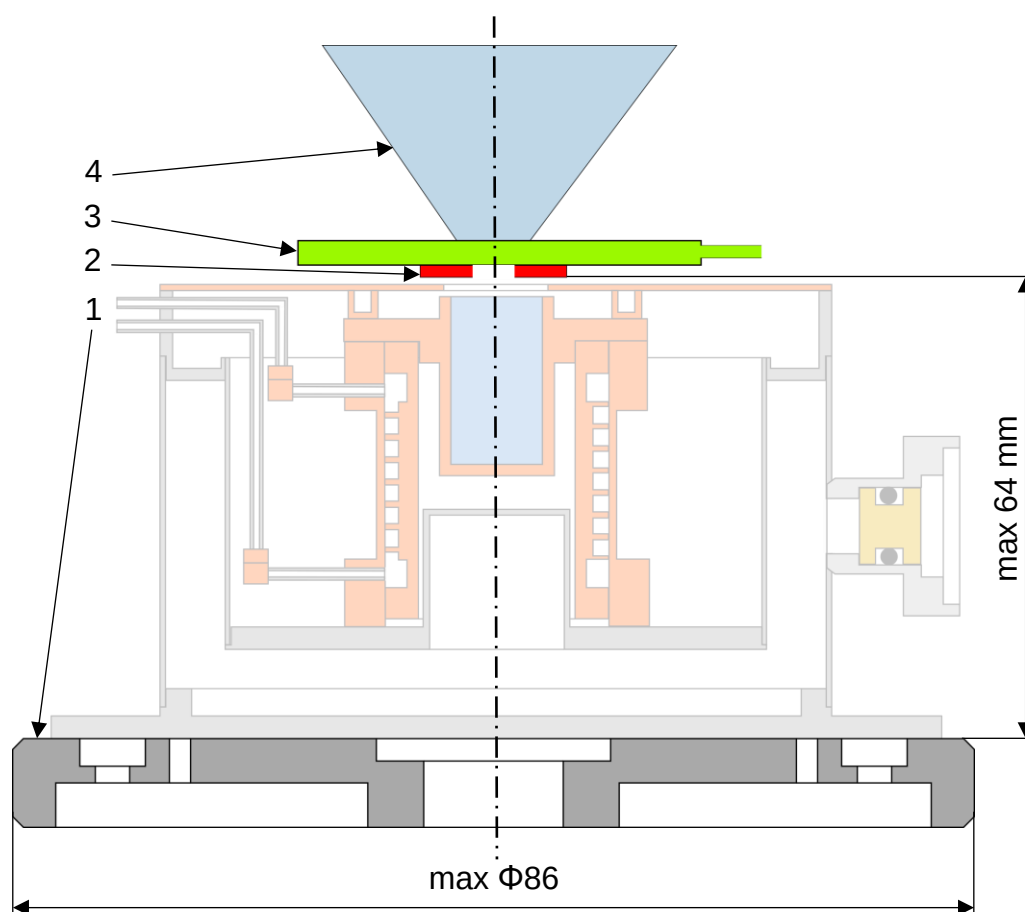
Tab. 10 Kusovník kryogenní cely

Pozice	Název podsestav	Hmotnost [g]	Číslo výkresu
1	Termoska	164	KC-01-00
2	Tepelný výměník	59	KC-02-00
3	Jímka vzorku	12	KC-03-00
4	Víko cely	10	KC-04-00

4.1.1 Zástavbový prostor pro kryogenní celu v komoře ESEM

Při návrhu kryogenní cely bylo třeba vycházet z vymezeného zástavbového prostoru, znázorněného na obr. 15, který je dán konstrukcí vakuové komory mikroskopu ESEM. Maximální prostor, který je v komoře ESEM k dispozici má výšku 64 mm, která je dána vzdáleností mezi stolem (1) a ionizačním detektorem (2) a maximální průměr 86 mm, který je dán průměrem stolku. Celá konstrukce musí umožňovat posuv X-Y-Z o velikosti ± 6 mm, který je zajištěn posuvem stolku mikroskopu.

Vzorek je umístěný v optické ose mikroskopu pod objektivem (4), mezi nimiž se nachází také diferenciální komůrka (3) s ionizačním detektorem. Vzdálenost mezi vzorkem a ionizačním detektorem nesmí být větší, než 4 mm.

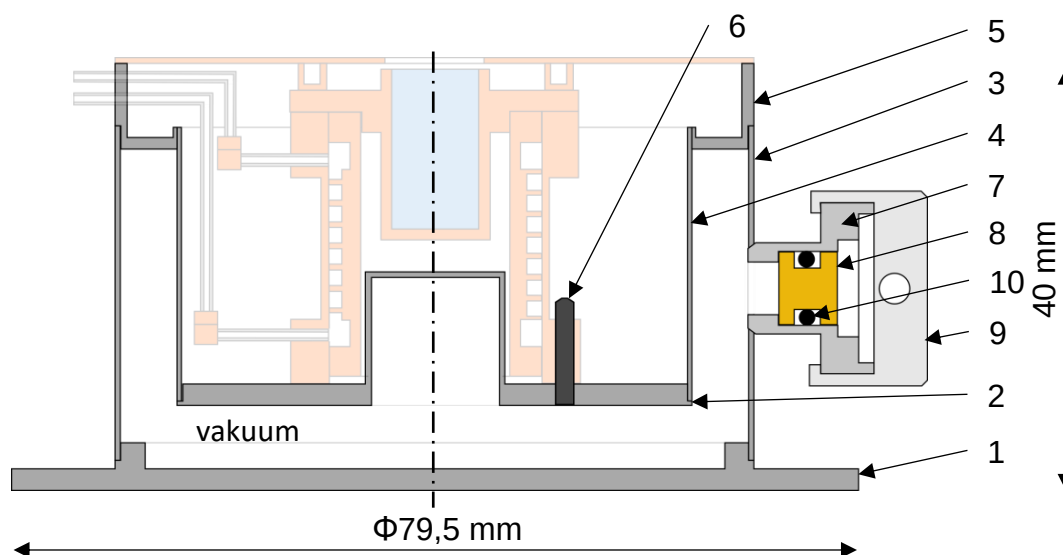


Obr. 15 Schéma zástavbového prostoru v komoře mikroskopu.
1 – stolek mikroskopu, 2 – ionizační detektor, 3 – diferenciální komůrka, 4 - objektiv

4.1.2 Termoska

Termoska je dvouplášťová válcová nádoba s vakuovou izolací, vyrobená z korozivzdorné oceli. Slouží jako ochrana nízkoteplotních částí kryogenní cely (tj. tepelného výměníku, jímky vzorku a vzorku samotného) před působením okolního prostředí komory mikroskopu. Zajišťuje tak ochranu před tepelným zářením z komory mikroskopu, izoluje nízkoteplotní část od stolku mikroskopu a společně s víkem vymezuje chlazený prostor se studeným GN₂, tepelným výměníkem a jímkou vzorku se vzorkem, které by měly mít stejnou teplotu.

Termoska, zobrazená na obr. 16, je složena z vnějšího (3) a vnitřního (4) pláště o tloušťce 0,3 mm, které jsou přivařeny do příruby (5). Vnitřní plášť je na druhém konci svařen s vnitřním dnem (2). Do vnitřního dna jsou přivařeny svorníky (6). K vnějšímu plášti je přivařeno vnější dno (1) a připájeno tělo ventilu (korozivzdorná ocel).



Obr. 16 Termoska. 1 – vnější dno, 2 – vnitřní dno, 3 – vnější plášť, 4 – vnitřní plášť, 5 – příruba, 6 – svorníky, 7 – těleso ventilu, 8 – zátka, 9 – kryt zátky, 10 – o-kroužek

Vnější dno (1) zajišťuje mechanické uchycení celé kryogenní cely na stolek mikroskopu pomocí čtveřice šroubů M3. Vnitřní dno (2) zajišťuje uchycení tepelného výměníku uvnitř termosky pomocí tří M3 svorníků (6), spojených svařováním elektronovým svazkem s vnitřním dnem. Vnější plášť (3), spolu s vnitřním pláštěm (4) a přírubou (5) tvoří v kombinaci s vnějším a vnitřním dnem vakuově těsnou nádobu, v jejímž vnitřním meziprostoru je udržováno vakuum. V límci příruby jsou vyfrézovány otvory, ve kterých jsou uchyceny elektrické svorkovnice a podpěry s otvory, kterými prochází kapiláry pro přívod a odvod dusíku do/z výměníku. Vakuum v termosce je udržováno pomocí sorbentu, který je umístěn ve válcové dutině vnitřního dna. Odčerpání vakuového pláště umožňuje ventil vakuového pláště, který je popsán dále. Spojení součástí je popsáno dále v této kapitole.

Ventil vakuového pláště umožňuje připojení k vakuové vývěvě za účelem zvýšení izolační schopnosti termosky vylepšením kvality vakua uvnitř termosky. Skládá se z tělesa (7) připájeného na vnější plášť termosky a zátky (8), těsněné o-kroužkem (10). Kryt zátky (9) chrání zátku před poškozením, případně nechtěným vytažením. Ventil vakuového pláště je zároveň pojistným ventilem. V případě netěsnosti by uvnitř pláště

cely mohlo dojít v prochlazeném stavu k nasycení sorbentu a při ohřátí pak k nebezpečnému nárůstu tlaku při jeho odplynění. V tom případě by byla zátka ventilu vytlačena a zachycena víčkem ventilu.

Tab. 11 Kusovník termosky s označením jednotlivých komponent

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
1	Dno vnější	1.4301	88	1	KC-01-01
2	Dno vnitřní	1.4301	29	1	KC-01-02
3	Plášť vnější	1.4301	14	1	KC-01-03
4	Plášť vnitřní	1.4301	9	1	KC-01-04
5	Příruba	1.4301	18	1	KC-01-05
6	Svorníky M3x8	1.4301	1	3	

Tab. 12 Kusovník ventilu vakuového pláště

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
7	Těleso	1.4301	6	1	CV-02-01
8	Zátka	3.1325	1	1	CV-02-02
9	Kryt zátky	3.1325	3	1	CV-02-03
10	O-kroužek 4x1,8			1	

Sestavení termosky

Mimo tělesa ventilu, který je k plášti termosky připájen tvrdým pájením, jsou všechny spoje na termosce provedeny svařováním elektronovým svazkem. Jelikož jsou některé svary zevnitř termosky, bylo nutné dodržet předem stanovené pořadí svarů, vyznačené v obr. 17. Ještě před svařováním bylo do vnějšího pláště termosky připájeno těleso ventilu tvrdým pájením ve vakuu a následně byl do válcové dutiny ve vnitřním dně vložen sorbent, který se zajistil sítkou z korozivzdorné oceli, zajištěné bronzovým drátkem $\phi 0,9$ mm, který byl vložen do připravené drážky.

Postup pájení tělesa ventilu

Spojení tělesa ventilu s vnějším pláštěm termosky (spoj korozivzdorná ocel-korozivzdorná ocel) bylo provedeno tvrdým pájením na vzduchu s ohřevem plamenem.

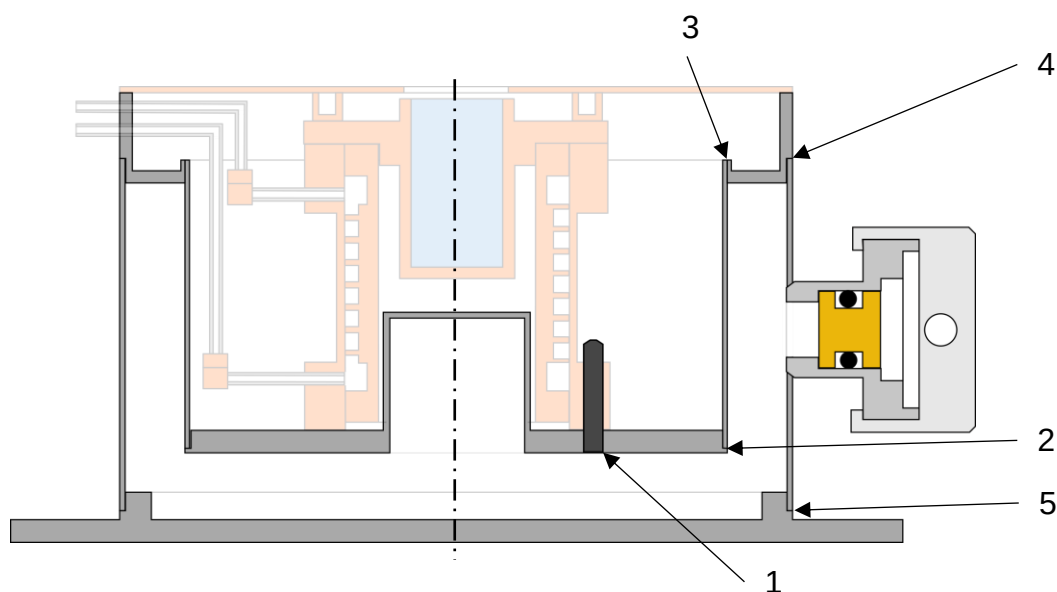
Po očištění obou součástí byl ventil zasunut do vnějšího pláště termosky a spoj potřen tavidlem Castolin FP 6000. Po nahřátí součástí plamenem bylo pomocí pájky Ag40CuZnCd ve formě drátu o průměru 0,4 mm vytvořeno vakuově těsné spojení. Těsnost spoje byla ověřena heliovým hledačem netěsností.

Svařování elektronovým svazkem

Pro spojení ostatních součástí termosky byla využita elektronová svářečka MEBW-60/2-E. S ohledem na tloušťku svařovaného materiálu byly zvoleny následující parametry, kterých bylo využito pro všechny svary. Urychlovací napětí 55 kV, svařovací proud 1,8 mA a rychlost svařování $20 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. S ohledem na stanovené pořadí svarů (obr. 17) probíhal proces svařování následovně.

1. Spojení svorníků s vnitřním dnem
2. Spojení vnitřního dna s vnitřním pláštěm
3. Spojení vnitřního pláště s přírubou
4. Spojení příruby s vnějším pláštěm
5. Spojení vnějšího pláště s vnějším dnem

Pro každý svar bylo nutné komoru svářečky zavzdušnit, součást vyjmout, nasadit další svařovanou součást, vložit zpět do komory svářečky, odčerpat komoru a provést svařování.



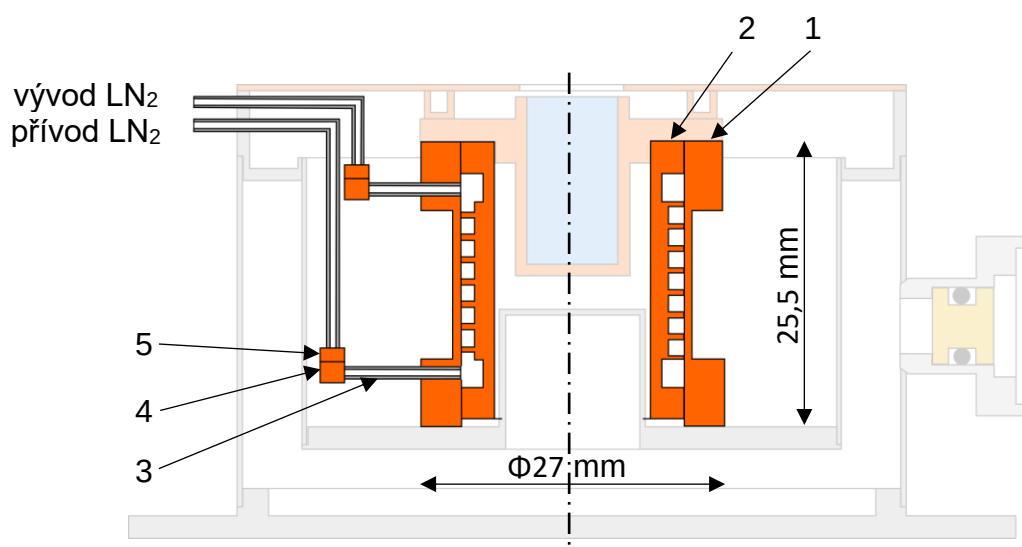
Obr. 17 Termoska – stanovené pořadí svarů

Po dokončení svařování byla otestována pevnost spojů termosky pro kryogenní použití teplotním cyklováním, kdy byl prostor termosky opakovaně zalit LN_2 a ohřát. Následoval test vakuové těsnosti pomocí heliového hledače.

4.1.3 Tepelný výměník [34], [35]

Tepelný výměník, zobrazený na obr. 18 slouží pro chlazení jímky se vzorkem, víka cely a GN_2 ve vnitřním prostoru cely. Výměník je ve tvaru válce o průměru 27 mm, výšce 25,5 mm a je vyroben z mědi. Do výměníku jsou připájeny přívodní kapiláry z korozivzdorné oceli. Hmotnost celého výměníku je 59 g.

Výměník je složen z těla výměníku (2), které je spojeno s pláštěm výměníku (1) pomocí tvrdého vakuového pájení. Pro přívod a odvod chladicího média slouží dvojice tenkostěnných nerezových kapilár (3), které jsou do pláště výměníku připájeny naměkko. Kapiláry jsou pro snadné napojení k přívodu LN_2 zakončeny měděnou spojkou kapiláry (4), jejíž protikus (5) je na přívodní kapiláře vedoucí z LN_2 průchodky (kapitola 4.3). Obě koncovky jsou s kapilárami spojeny tvrdým vakuovým pájením, jejich vzájemné spojení je provedeno měkkým pájením, umožňujícím snadnou montáž a demontáž výměníku. Způsob sestavení výměníku pájením je popsán dále v této kapitole.



Obr. 18 Tepelný výměník

Tělo výměníku obsahuje spirálovou drážkou definovaných rozměrů (viz kapitola 5.2.1), kterou proudí chladicí médium (N_2). Výpočtu parametrů a rozměrů výměníku se věnuje kapitola 5.2.1.

Tab. 13 Kusovník tepelného výměníku

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
1	Plášť výměníku	Cu	30	1	KC-02-01
2	Tělo výměníku	Cu	23	1	KC-02-02
3	Kapilára	1.4301	1	2	KC-02-03
4	Spojka kapiláry 1	Cu	1	2	KC-02-04
5	Spojka kapiláry 2	Cu	1	2	KC-02-05

Plášť výměníku usměrňuje chladicí medium do drážky v těle výměníku a podílí se také na přenosu tepla. Pro umožnění rychlého zvýšení teploty výměníku bude na vnějším obvodu pláště výměníku navinut odporový drát, uložený ve vrstvě epoxidu, který tak funguje jako topný element. Návrh topného elementu je popsán v kapitole 5.5. Výsledná teplota tepelného výměníku je nastavena vhodnou kombinací průtoku N_2 a výkonem topení.

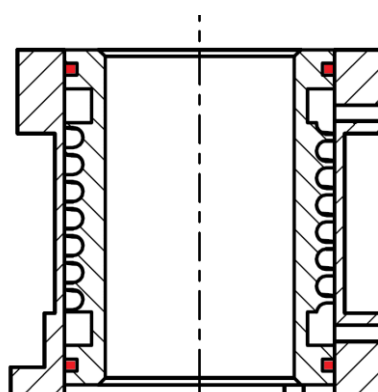
Sestavení tepelného výměníku

Všechny spoje na tepelném výměníku jsou provedeny pájením (měkkým i tvrdým), kdy každá pájka má jinou teplotu tání. Z tohoto důvodu bylo nutné dodržet pořadí provedení jednotlivých spojů tak, aby nedošlo k poškození již vytvořeného spoje. Pořadí bylo následující:

1. Spojení těla a pláště výměníku tvrdým vakuovým pájením
2. Spojení kapilár s měděnými koncovkami tvrdým vakuovým pájením
3. Spojení výměníku s kapilárami měkkým ručním pájením

Postup pájení těla

Vakuově těsného spojení obou částí tepelného výměníku bylo dosaženo pomocí vakuového tvrdého pájení. Do drážek v tělese výměníku vyznačených na obr. 19 byla vložena pájka BrazeTec 7200 ve formě drátu o průměru 1 mm. Na těleso výměníku byl následně nasunut plášť výměníku. Po zajištění vzájemné pozice byla sestava tepelného výměníku vložena do vakuové pece. Po odčerpání vzduchu z pracovní komory byla vsázka ohřata rychlostí $30\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ na pájecí teplotu $790\text{ }^{\circ}\text{C}$ a po výdrži 4 minuty na pájecí teplotě bylo zahájeno ochlazování ve vakuu, které trvalo přibližně 4 hodiny.



Obr. 19 Průřez tepelným výměníkem – drážka pro Ag pájku je červeně zvýrazněna

Po pájení bylo provedeno otestování pevnosti spojů pro kryogenní použití teplotním cyklováním výměníku, tedy opakovaným zanořením součásti do LN_2 a ohřevem. Následně byl u výměníku proveden test vakuové těsnosti pájených spojů heliovým hledačem.

Postup pájení koncovek kapilár

Spojení kapilár s měděnými koncovkami (obr. 20) (spoj korozivzdorná ocel-Cu) bylo provedeno tvrdým vakuovým pájením, při kterém byla použita pájka BrazeTec D 897.1 (Ni, Cr 14 %, P 10,1 %). Tato pájka je dodávána ve formě pasty s pojivem na bázi vody.

Kapilára byla zasunuta do měděné koncovky, poté byla na spoj nanесena pájka ve formě pasty. Následně byly kapiláry s koncovkami vloženy do vakuové pece. Z pracovní komory pece byl odčerpán vzduch a vsázka byla rychlostí $30\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ohřáta na pájecí teplotu teplotu $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. Po výdrži na pájecí teplotě po dobu 3 minut bylo zahájeno vakuové ochlazování, které trvalo přibližně 3 hodiny.



Obr. 20 Vakuové tvrdé pájení – spojení kapiláry s měděnou koncovkou

Součásti byly po pájení cyklovány (stejným způsobem, jako tepelný výměník) a následně testovány na vakuovou těsnost heliovým hledačem.

Postup pájení tepelného výměníku s kapilárami

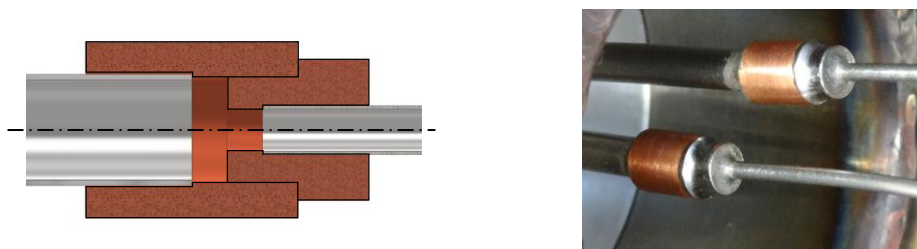
Připojení kapilár LN₂ průtokového systému do tepelného výměníku je spoj Cu-korozivzdorná ocel (obr. 21) Pájení bylo provedeno ruční páječkou s pájkou Sn60Pb40. Nejprve bylo třeba pocínovat kapiláru z korozivzdorné oceli. Pro pocínování kapiláry byla v tomto případě použita jako tavidlo 40% kyselina fosforečná, kterou bylo po pájení nutné kvůli jejím korozním účinkům důkladně omýt. Již pocínovaná kapilára byla poté zasunuta do otvoru v tepelném výměníku a použitím tavidla TSF 6516 a pájky Sn60Pb40 byl vytvořen vakuově těsný spoj, jehož těsnost byla opět ověřena heliovým hledačem netěsností.



Obr. 21 Spojení tepelného výměníku s kapilárami měkkým pájením

Spojení koncovek kapilár

Vzájemné spojení kapilár osazených měděnými koncovkami, tedy spoje Cu-Cu (obr. 22), bylo provedeno měkkým pájením s použitím ruční páječky. Obě koncovky kapilár byly po důkladném očištění zasunuty do sebe ve správné orientaci a potřeny pájecí kapalinou F-1. Pro spoj byla zvolena pájka Sn60Pb40, která zajistila při pájení ruční páječkou dobrou roztékavost pro vytvoření límce okolo celého spoje, který zajistil vakuově těsný spoj. Těsnost spoje byla ověřena heliovým hledačem netěsností.



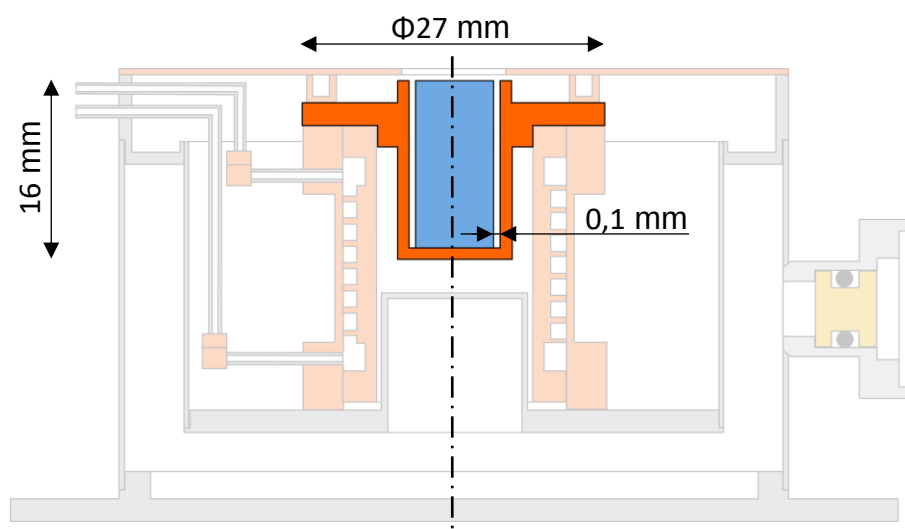
Obr. 22 Vlevo – schématické zobrazení spoje koncovek kapilár
vpravo – provedení spoje

4.1.4 Jímka vzorku

Jímka vzorku na obr. 23 je jediná součást kryogenní cely, která přichází do kontaktu se vzorkem. Jímka je zasunuta a zacentrována v dutině tepelného výměníku, k jehož hornímu čelu je připevněna pomocí třech šroubů.

Návrh jímky vycházel z požadavku na snadné založení vzorku a také na možné odchylky v jeho rozměrech. Z těchto důvodů je otvor pro vzorek vyroben v rozměru $8,2 \pm 0,05$ mm, což umožňuje snadné vložení vzorku do jímky. Jímka je navržena jako vyjímatelná, takže je možné využít jímku s odlišnými rozměry, která je schopna pojmout vzorky jiných rozměrů.

Jelikož je jímka vyrobena s vůlí, vzorek je v přímém tepelném kontaktu s tělesem jímky pouze na jejím dně. Mezera (cca 0,1 mm) mezi válcovou stěnou vzorku a stěnou jímky bude vyplněna vrstvičkou plynného GN_2 , zajišťující tepelnou vazbu vzorku k jímce v radiálním směru. Z analýzy tepelné vazby vzorku vůči jímce vyplývá (viz kapitola 5.1.1), že uvedený způsob tepelného ukotvení vzorku je dostatečný s ohledem na požadovanou teplotu a homogenitu teploty vzorku (viz tabulka 1).



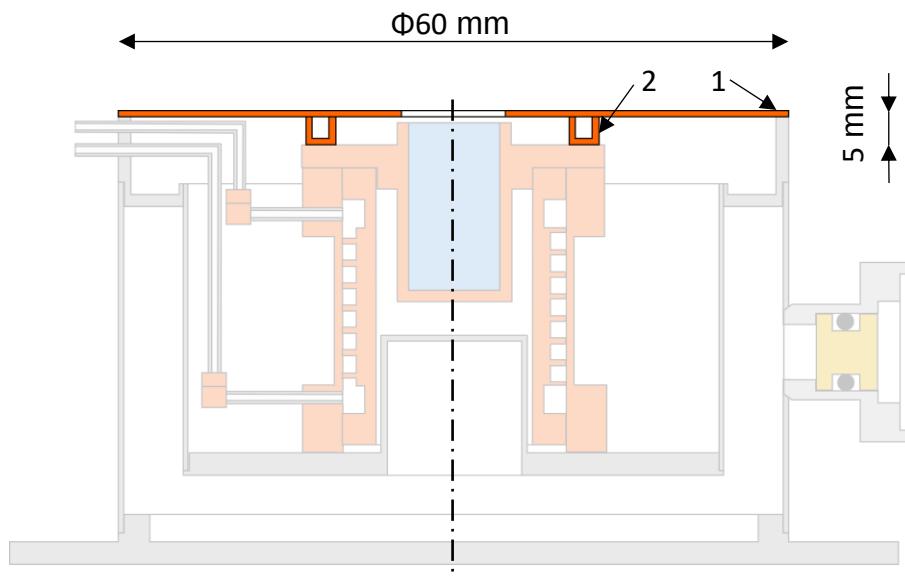
Obr. 23 Jímka vzorku

Tab. 14 Základní parametry jímky vzorku

Název	Materiál	Hmotnost [g]	Číslo výkresu
Jímka vzorku	Cu	12	KC-03-00

4.1.5 Víko cely

Víko cely (obr. 24) bylo navrženo pro ochranu tepelného výměníku s jímkou vzorku se vzorkem před proudícím GN_2 , který je čerpán prostřednictvím diferenciální komůrky popsané v kapitole 1, a před tepelným zářením především z objektivu mikroskopu. Víko také odděluje vnitřní chlazený prostor cely vyplněný GN_2 od okolní GN_2 atmosféry na pokojové teplotě. Víko cely (1) je vyrobeno z měděného plechu o tloušťce 0,3 mm a je ukotveno pomocí soustavy měděných kotev (2) k tepelnému výměníku, čímž je ochlazováno a mechanicky zajištěno. Spoj mezi víkem a kotvami je proveden měkkým pájením.



Obr. 24 Víko cely

Mezi víkem a horní přírubou cely je obvodová mezera o velikosti 0,2 mm, aby nedošlo k tepelnému zkratu studeného víka s přírubou na přibližně pokojové teplotě. Víko je tepelně ukotveno k tepelnému výměníku prostřednictvím tří měděných kotev, kterými je odváděn tepelný tok, kterým je víko zatíženo vlivem tepelného záření a proudícího GN_2 . Zakládání vzorku je umožněno středovou dírou o průměru 12 mm.

Kotvy byly navrženy jako duté válcové sloupky s radiálními otvory pro plnění kryogenní cely LN_2 , ke kterému dochází na začátku experimentu, kdy je třeba celu rychle prochlazít na provozní teplotu před založením vzorku do jímky vzorku.

Pro ověření funkce a významu víka byla provedena MKP simulace, jejíž provedení je nad rámec této práce. Ze simulace byla určena střední rychlost proudění GN_2 v okolí víka, která je $v_{\text{GN}_2} = 0,5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

Tab. 15 Kusovník víka cely

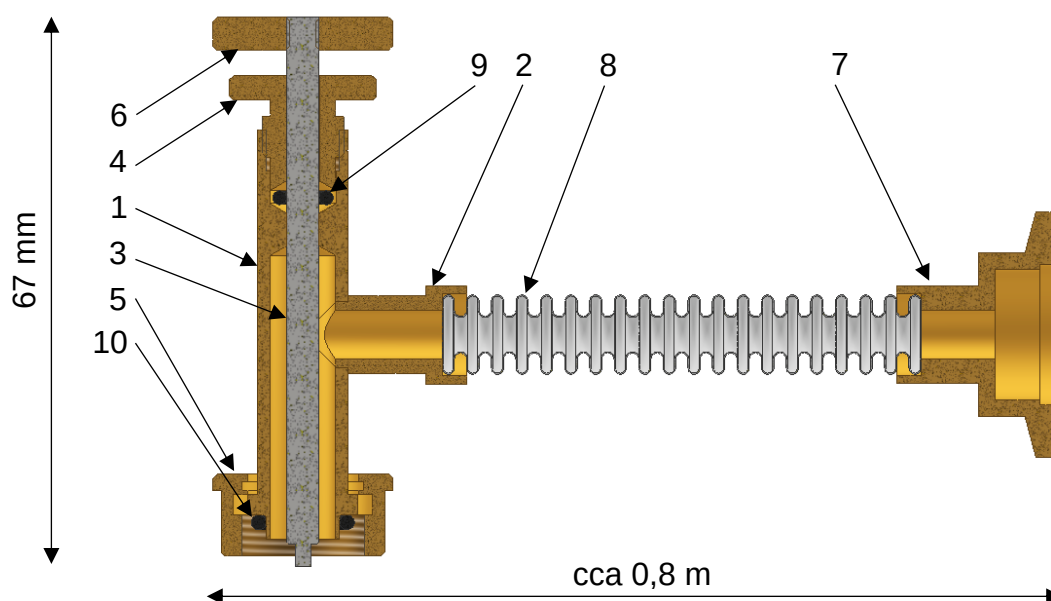
Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
1	Víko	Cu	7	1	KC-04-01
2	Kotva	Cu	1	3	KC-04-02

Spojení víka cely a kotev

Spojení měděného víka cely a měděných kotev bylo provedeno měkkým pájením za použití ruční elektrické páječky. Po očištění místa spoje na víku a na kotvách byly kotvy do víka zasunuty a místo spoje potřeba tavidlem TSF 6516. Spoj byl vytvořen ruční elektrickou páječkou a Sn60Pb40 pájkou.

4.2 Čerpací ventil

Čerpací ventil (obr. 25) byl navržen speciálně pro kryogenní celu za účelem umožnění vakuového čerpání pláště cely bez nutnosti demontáže cely z vrat mikroskopu, čehož je dosaženo připojovacím vlnovcem o délce 750 mm. Pro připojení ventilu k vývěvě slouží nerezový vlnovec (8), opatřený mosaznou koncovkou KF 16 (7). Druhý konec vlnovce je spojen s mosaznou redukcí vlnovce (2). Spoje obou součástí vůči vlnovci jsou provedeny měkkým pájením. K redukci vlnovce (2) je připájeno tělo ventilu (1). Údaje o způsobu pájení jsou uvedeny dále v této kapitole. Do těla ventilu (1) je zašroubován šroub s kuželovou čelní plochou (4), který stlačuje gumový o-kroužek, poskytující tak pohybové vakuové těsnění pro hřídel (3), procházející centrální dírou ve šroubu (4). Na konci hřídele je našroubován pro usnadnění obsluhy knoflík (6). Na těle vlnovce je nasazena matice (5), která spolu s o-kroužkem (10) zajišťuje vakuové spojení čerpacího ventilu s ventilem vakuového pláště (kapitola 4.1.2).



Obr. 25 Čerpací ventil

Pro čerpání vnitřního prostoru termosky je třeba připojit čerpací ventil k vývěvě, poté k ventilu vakuového pláště. Po zašroubování hřídele do zátky ventilu je vnitřní prostor ventilu odčerpán a následně vytažena zátka. Tím dojde k propojení vnitřního prostoru vakuového pláště s vývěvou. Po dosažení požadovaného tlaku je třeba zátku zastrčit, napustit vnitřní prostor ventilu vzduchem a vyšroubovat hřídel. Poté je možné odšroubovat matici a ventil odpojit.

Tab. 16 Kusovník čerpacího ventilu

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
1	Tělo ventilu	Mosaz	20	1	CV-01-01
2	Redukce vlnovce	Mosaz	6	1	CV-01-02
3	Hřídel	Stříbrnice (1.2210)	7	1	CV-01-03
4	Šroub	Mosaz	10	1	CV-01-04
5	Matice	Mosaz	12	1	CV-01-05
6	Knoflík	Mosaz	12	1	CV-01-06
7	Koncovka vlnovce	Mosaz	30	1	CV-02-04
8	Vlnovec	1.4301		1	
9	O-kroužek 4x1,8			1	
10	O-kroužek 9x1,8			1	

Postup pájení těla ventilu

Spojení těla ventilu s redukcí vlnovce bylo provedeno tvrdým pájením na vzduchu (spoj mosaz-mosaz) (obr. 26). Po očištění obou součástí byla redukce ventilu zasunuta do těla ventilu a spoj potřen tavidlem Castolin FP 6000. Po nahřátí součásti plamenem bylo pomocí pájky Ag40CuZnCd ve formě drátu vytvořeno vakuově těsné spojení. Těsnost spoje byla ověřena heliovým hledačem netěsností.



Obr. 26 Čerpací ventil – tvrdé pájení plamenem

Koncovka ventilu

Pro spojení koncovky ventilu (mosaz) s vlnovcem (korozi-vzdorná ocel) (obr. 27) bylo použito měkké pájení plamenem. Nejprve bylo třeba pro pocínování vlnovce z korozi-vzdorné oceli použít 40% kyselinu fosforečnou jako tavidlo. K pocínování byla použita pájka Sn60Pb40 a ruční plynová páječka s ohřevem plamenem. Tavidlo bylo stejně jako v případě kapilár po pájení nutné důkladně omýt. Již pocínovaný konec vlnovce byl poté vložen do tělesa ventilu a s použitím pájecí kapaliny F-1 a pájky Sn60Pb40 zapájen. Těsnost spoje byla opět otestována heliovým hledačem netěsností.

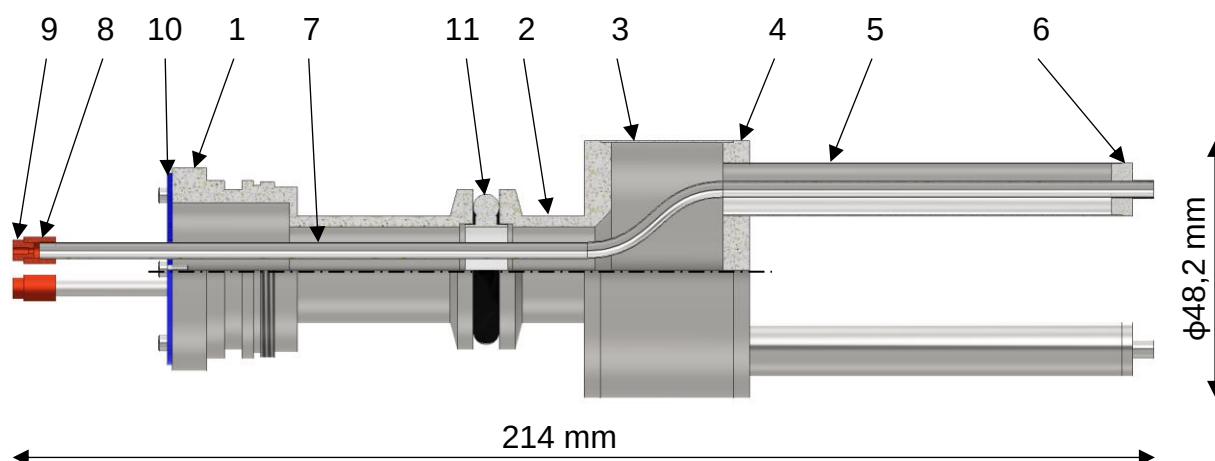


Obr. 27 Spojení koncovky ventilu s vlnovcem měkkým pájením

4.3 LN₂ průchodka

LN₂ průchodka slouží pro přívod (odvod) chladiva do (z) komory mikroskopu skrze vrata vakuové komory mikroskopu prostřednictvím tenkostěnných (tl. 0,15 mm) nerezových kapilár (5) o vnitřním průměru 2,85 mm. Na konci kapilár jsou tvrdým vakuovým pájením připájeny měděné koncovky, které umožňují snadnou montáž a demontáž kapilár pro připojení k tepelnému výměníku.

Sestava LN₂ průchodky je zobrazena na obr. 28. Nerezové kapiláry (7) jsou zavařeny elektronovým svazkem (viz kapitola 3.1) do nerezových koncovek (6), které ukončují komínky (5). Komínky mají délku 75 mm, tvořící optimální izolační délku zabráňující kondenzaci vzdušné vlhkosti, jsou vyrobeny z nerezových trubek vnitřního průměru 9,6 mm s tloušťkou stěny 0,2 mm. Jeden z komínků je vyčleněn pro připojení systému k zásobníku LN₂ (sifonem s vakuovou izolací), druhý komínek pro připojení silikonové hadice nebo vlnovce z korozivzdorné oceli usměrňující proud odcházejícího chladného plynu mimo komoru mikroskopu, nebo připojení k vakuové vývěvě.



Obr. 28 LN₂ průchodka. 1 – náustek KF16, 2 – redukce KF16, 3 – plášť, 4 - deska, 5 – komínek, 6 – koncovka, 7 – kapilára, 8 – kapilára koncovka, 9 – kapilára koncovka 2, 10 – distance kapilár, 11 – KF16 o-kroužek

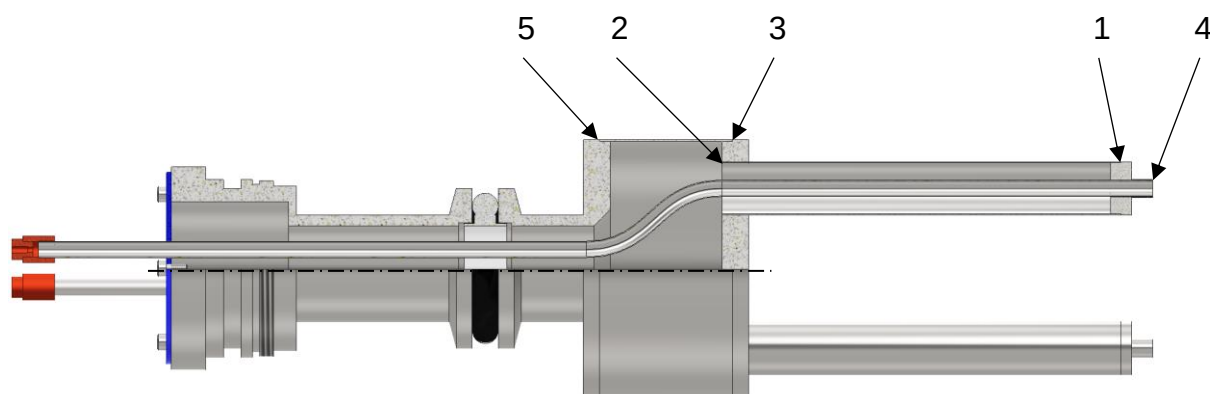
Sestavu LN₂ průchodky tvoří dvě části, které jsou vzájemně spojeny prostřednictvím rychloupínacího spoje KF 16, jehož rychloupínací třmen není v obrázku 28 zobrazen, těsněného gumovým o-kroužkem (11). Pro montáž průchodky na vrata mikroskopu byl využit již existující návrh vakuové průchodky do vrat mikroskopu, který byl upraven pro potřeby LN₂ průchodky. Součásti potřebné pro montáž na komoru (těsnící o-kroužek a matice) jsou součástí původní sestavy vrat. Úprava se týkala uchycení distance kapilár (10), zajišťující vnitřní kapiláry vůči stěnám a úpravu vnějšího konce náustku KF16 pro rychloupínací spoj KF 16.

Tab. 17 Kusovník LN₂ průchodky s označením jednotlivých komponent

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo výkresu
1	Náustek KF16	1.4301	119	1	N2T2-01
2	Redukce KF16	1.4301	87	1	N2T2-02
3	Plášť	1.4301	9	1	N2T2-03
4	Deska	1.4301	66	1	N2T2-04
5	Komínek	1.4301	3	2	N2T2-05
6	Koncovka	1.4301	2	2	N2T2-06
7	Kapilára pr. 3,15	1.4301	2	2	N2T2-07
8	Kapilára koncovka	Cu	1	2	N2T2-08
9	Kapilára koncovka 2	Cu	1	2	N2T2-09
10	Distance kapilár	Techtron	1	1	N2T2-10
11	KF16 O-kroužek			1	

Sestavení LN₂ průchodky

Mimo koncovek kapilár byly všechny spoje LN₂ průchodky byly vytvořeny svařováním elektronovým svazkem ve svářečce MEBW-60/2-E. Koncovky kapilár (Cu) byly s kapilárami spojeny tvrdým vakuovým pájením. Byl využit totožný postup, jako při pájení koncovek kapilár k tepelnému výměníku (kapitola 4.1.3). Pro svary kapilár a koncovek bylo použito urychlovací napětí 55 kV, svařovací proud 0,6 mA a rychlost svařování 10 mm·s⁻¹. Pro zbylé svary průchodky bylo urychlovací napětí 55 kV, svařovací proud 1,8 mA a rychlost svařování 20 mm·s⁻¹. Spoje byly kvůli nepřístupnosti vnitřních částí vytvořeny v pořadí vyznačeném na obr. 29.



Obr. 29 LN₂ průchodka – pořadí svarů

5 VÝPOČETNÍ ČÁST

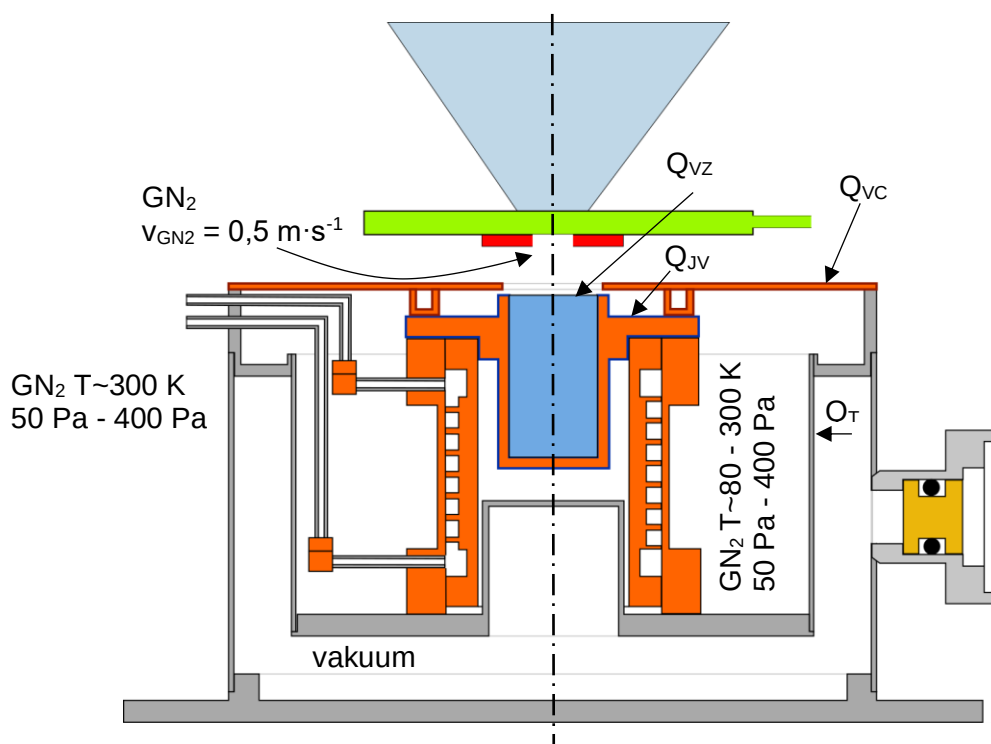
Aby bylo možné provést návrh kryogenní cely s průtokovým systémem chlazení, je nezbytné mít základní představu o velikosti parazitních toků, které navrhovaný systém ovlivňují. Jedná se zejména o odhad parazitních tepelných toků, které přímo ovlivňují teplotu vzorku, což je zásadní pro analýzu kvality jeho tepelného ukotvení s ohledem na jeho požadovanou teplotu a homogenitu teploty. Znalost celkové tepelné zátěže nízkoteplotní části je nezbytná pro odhad robustnosti celého průtokového systému, např. rozměrů termosky, tepelného výměníku, přívodu kryogenního chladiva atd. Bez znalosti hodnot dílčích tepelných toků a jejich vzájemného ovlivňování je prakticky nemožné provést optimalizaci navrženého systému po jeho experimentálním ověření, pokud bude potřeba. V systémech, kde je použito vakuum z důvodu tepelné izolace je také nutno provést kontrolu pevnosti vzhledem k účinkům okolí s atmosférickým nebo vyšším tlakem. Proces vývoje navrhovaného systému, kde je velmi obtížné udělat návrh jen na základě např. praktických experimentálních zkušeností (metodou pokus-omyl), se může stát časově zdlouhavým a ekonomicky nevhodným.

5.1 Výpočet tepelných toků

Výsledná teplota vzorku je ovlivněna parazitními tepelnými toky ke vzorku a dalším částem, které jsou chlazeny tepelným výměníkem. Kvůli obtížnosti výpočtů pro dynamický stav, byly výpočty popsané v následujících kapitolách provedeny pro ustálený stav s mezní teplotou vzorku 80 K (obr. 30). Za ustálený stav je v tomto případě považována komora mikroskopu napuštěná GN_2 o teplotě 300 K a tlaku 400 Pa, která je čerpána přes diferenciální komůrku nacházející se nad kryogenní celou, v důsledku čehož proudí plyn střední rychlostí $0,5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ v prostoru mezi víkem cely a diferenciální komůrkou⁴. Vzorek o teplotě 80 K je umístěn v jímce vzorku, která je ochlazována pomocí tepelného výměníku o teplotě 77 K. Vzorek s tepelným výměníkem je chráněn před proudícím GN_2 pomocí termosky s vakuovou izolací a chlazeným víkem cely na teplotě $\sim 80 \text{ K}$. Víko a termoska udržují v bezprostředním okolí vzorku ochlazený $\text{GN}_2 \sim 80 \text{ K}$ a stíní vzorek s tepelným výměníkem proti tepelnému záření.

⁴ Hodnota rychlosti středního proudění byla stanovena pomocí provedené MKP simulace

Do výpočtu tepelných toků byly zahrnuty všechny tepelné toky, které jsou přiváděny různými mechanismy (viz teoretický úvod) z okolí vzorku na vyšší teplotě. Jedná se konkrétně o tepelný tok na vzorek Q_{VZ} , který je součtem všech tepelných toků ke vzorku (tepelným zářením, proudícím GN_2 , elektronovým svazkem), dále o tepelný tok na jímku vzorku Q_{JV} daný tepelným zářením na jímku, tepelný tok na termosku Q_T , daným tepelným zářením na termosku a tepelný tok na víko cely Q_{VC} , předávaný víku proudícím GN_2 a tepelným zářením. V tabulce 18 je uvedeno shrnutí tepelných toků zatěžující dílčí podsestavy kryogenní cely. Jejich součet představuje celkovou tepelnou zátěž Q_C tepelného výměníku, na kterou má být výměník dimenzován. Suma tepelných příkonů Q_C je zároveň rovna minimálnímu nutnému chladicímu výkonu výměníku.



Obr. 30 Tepelné toky v ustáleném stavu

Tab. 18 Parazitní tepelné toky zatěžující dílčí podsestavy kryogenní cely

Popis	Označení	Q [mW]
Vzorek	Q_{VZ}	29
Jímka vzorku	Q_{JV}	3,7
Víko	Q_{VC}	274,5
Termoska	Q_T	75,6
Celkem	Q_C	382,8

Hodnotám a výpočtu jednotlivých tepelných toků, uvedených v tabulce 18, se věnují následující kapitoly 5.1.1 – 5.1.4. Na výpočet tepelných toků na vzorek je zaměřena kapitola 5.1.1. Tepelnému toku na jímku vzorku se věnuje kapitola 5.1.2, kapitola 5.1.3 popisuje tepelné toky na termosku a kapitola 5.1.4 tepelné toky na víko cely.

5.1.1 Tepelné toky ke vzorku

Celkový tepelný tok ke vzorku Q_{VZ} je dle rovnice 5.1 součtem tepelného toku zářením z ionizačního detektoru Q_{rs1} , zářením z díry v ionizačním detektoru Q_{rs2} , zářením z prstencové obvodové mezery mezi víkem cely a ionizačním detektorem Q_{rs3} , dále pak ohřevem elektronovým svazkem Q_{es} a tepelným příkonem z proudícího GN_2 , značeného Q_{N_2} . Hodnoty jednotlivých tepelných toků jsou shrnuty v tabulce 19.

$$Q_{VZ} = Q_{rs1} + Q_{rs2} + Q_{rs3} + Q_{es} + Q_{N_2} \quad (5.1)$$

Tab. 19 Parazitní tepelné toky ke vzorku

Popis	Označení	Q [mW]
Záření z ionizačního detektoru	Q_{rs1}	1,1
Záření z díry v ionizačním detektoru	Q_{rs2}	0,4
Záření z prstencové obvodové mezery	Q_{rs3}	22,3
Ohřev elektronovým svazkem	Q_{es}	$4 \cdot 10^{-3}$
Tepelný příkon z proudícího N_2	Q_{N_2}	5,2
Celkem	Q_{VZ}	29

Tepelný příkon předávaný vzorku tepelným zářením je vyjádřen rovnicemi 2.1 a 2.3. Vstupní hodnoty pro jednotlivé tepelné toky zářením jsou uvedeny v tabulce 20.

Tab. 20 Výpočet parazitních tepelných toků zářením na vzorek

Označení	Zářič			Přijímač			Výsledky	
	S_1 [mm ²]	T_1 [K]	e_1 [-]	S_2 [mm ²]	T_2 [K]	e_2 [-]	E_{21} [-]	Q [mW]
Q_{rs1}	-	300	0,05	50,27	80	0,97	0,05	1,1
Q_{rs2}	0,79	300	1	-	80	0,97	0,97	0,4
Q_{rs3}	125,66	300	1	50,27	80	0,97	0,97	22,3

Výpočet tepelného toku Q_{N_2} od proudícího plynu vychází z předpokladu, že proudící plyn předá veškeré své teplo povrchu, okolo kterého proudí. Jelikož plyn proudí okolo víka cely i vzorku, byl tepelný tok na vzorek vypočítán dle poměru ploch víka a vzorku. Plocha vzorku odpovídá přibližně 2 % plochy víka, takže i tepelný tok na vzorek Q_{N_2} odpovídá 2 % tepelného toku na víko Q_{pp} , který je vypočítán v kapitole 5.1.4. Tepelný tok Q_{N_2} je tedy roven 5,2 mW.

Tepelný příkon z elektronového svazku

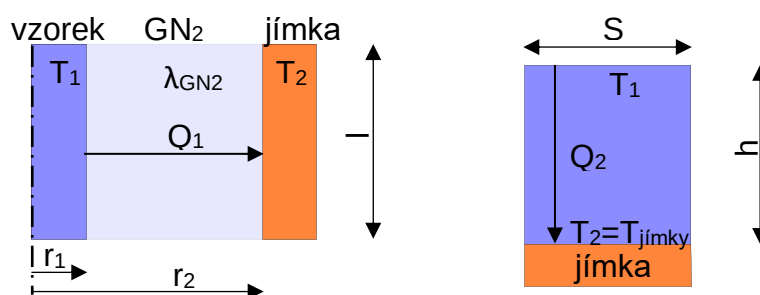
Tepelný příkon z elektronového svazku je dán urychlovacím napětím a hodnotou emisního proudu svazku. Typické hodnoty urychlovacího napětí a proudu svazku jsou $U = 20 \text{ kV}$, $I = 2 \text{ pA}$. Tepelný příkon je roven jejich součinu – rovnice 5.2.

$$Q = U \cdot I \quad (5.2)$$

Výsledný tepelný příkon Q je roven $4 \text{ } \mu\text{W}$, což je v poměru k ostatním hodnotám zanedbatelné.

Nehomogenita teploty vzorku v závislosti na způsobu ukotvení

Jelikož je celková tepelná zátěž vzorku Q_{VZ} koncentrována pouze na horní plochu vzorku, vytvoří se v objemu vzorku teplotní profil (nehomogenita teploty) v závislosti na způsobu ukotvení vzorku k jímce. Pro danou situaci byly analyzovány dvě varianty ukotvení vzorku. První varianta počítá s odvodem tepla rovnoměrně po obvodu vzorku podél celé jeho výšky, jak je znázorněno na obr. 31 vlevo, kde T_1 je teplota vzorku, T_2 je teplota jímky. Tepelný tok Q_{VZ} je jímce předáván vedením skrze vrstvičku GN_2 , který vyplňuje mezeru mezi vzorkem a jímkou (mezera umožňuje snadné založení vzorku). V druhé variantě se předpokládá ideální tepelný kontakt vzorku se dnem jímky viz obr. 31 vpravo, kde T_1 reprezentuje teplotu horního povrchu vzorku a T_2 teplotu dna jímky. Nehomogenita teploty je v obou případech vyjádřena teplotním rozdílem $\Delta T = T_1 - T_2$.



Obr. 31 Odvod tepla ze vzorku: vlevo – odvod tepla po obvodu, vpravo – odvod tepla spodní plochou

Výpočet teplotního rozdílu ΔT_1 na vzorku pro první variantu, lze vypočítat z rovnice vedení tepla skrze válcovou stěnu, za předpokladu ideální výměny tepla na rozhraní válce (rovnice 2.7).

Tab. 21 Výpočet teplotního rozdílu na vzorku dle rovnice 2.7

Q_1 [mW]	λ [mW·m ⁻¹ ·K ⁻¹]	l [mm]	T_2 [K]	r_2 [mm]	r_1 [mm]	T_1 [K]	ΔT_1 [K]
29	7,305	15	80	4	4,1	81,041	1,041

Výsledný teplotní rozdíl pro parametry uvedené v tabulce 21 je $\Delta T_1 = 1,041 \text{ K}$.

Výpočet teplotního spádu ΔT_2 na vzorku pro druhou variantu, kdy odvod tepla ze vzorku probíhá pouze na jeho spodní ploše (za předpokladu ideální výměny tepla na rozhraní vzorek-jímka), je vyjádřen rovnicí vedení tepla válcovou tyčí konstantního průřezu (rovnice 2.5).

Tab. 22 Výpočet teplotního spádu na vzorku dle rovnice 2.5

Q_2 [mW]	λ [W·m ⁻¹ ·K ⁻¹]	T_2 [K]	S [mm ²]	h [mm]	T_1 [K]	ΔT_2 [K]
29	8,8	80	50,27	15	80,933	0,983

Výsledný teplotní spád pro parametry uvedené v tabulce 22 je $\Delta T_2 = 0,983$ K.

Tepelný spád v obou případech je vyšší, než je požadovaná hodnota na přesnost měření $\pm 0,5$ K.

Vzhledem k tomu, že teplo bude ze vzorku odváděno oběma mechanismy současně, bude teplotní spád na vzorku menší. Dále lze předpokládat, že výsledný tepelný tok na vzorek Q_{VZ} bude nižší, protože výpočet předaného tepla od proudícího LN₂ vychází z pesimistické varianty, kdy je veškerý plyn ochlazen víkem cely a vzorkem na teplotu výměníku.

5.1.2 Tepelné toky k jímce vzorku

Celkový tepelný tok Q_{JV} k jímce vzorku je roven tepelnému toku zářením z ionizačního detektoru o teplotě 300 K. Tepelný příkon je vyjádřen rovnicí 2.1, jejíž vstupní parametry jsou uvedeny v tabulce 23.

Tab. 23 Parametry výpočtu tepelného toku Q_{JV} k jímce vzorku

Označení	Zářič			Přijímač			Výsledky	
	S_1 [mm ²]	T_1 [K]	e_1 [-]	S_2 [mm ²]	T_2 [K]	e_2 [-]	E_{21} [-]	Q [mW]
Q_{JV}	-	300	0,05	314,16	80	0,05	0,026	3,7

5.1.3 Tepelné toky k termosce

Mechanismem přivádějícím teplo na termosku Q_T je tepelné záření z vnějšího pláště a dna termosky na teplotách 300 K na vnitřní plášť a dno na teplotě 80 K (rovnice 5.3). Jelikož je ve vnitřní části termosky udržováno tepelně izolační vakuum kryočerpáním, je možné tepelný tok zbytkovým plynem zanedbat. Výpočet tepelných toků záření je totožný, jako u předchozích částí, tedy s využitím rovnice 2.1. Parametry výpočtu jsou uvedeny v tabulce 25.

$$Q_T = Q_{rd} + Q_{rp} \quad (5.3)$$

Tab. 24 Dílčí tepelné toky na nízkoteplotní části termosky

Popis	Označení	Q [mW]
Tepelné záření na vnitřní dno cely	Q_{rd}	21,4
Tepelné záření na vnitřní plášť cely	Q_{rp}	54,2
Celkem	Q_T	75,6

Tab. 25 Parametry výpočtu dílčích tepelných toků na studené části termosky podle rovnice 2.1

Zářič			Přijímač			Výsledky		
Označení	S_1 [mm ²]	T_1 [K]	e_1 [-]	S_2 [mm ²]	T_2 [K]	e_2 [-]	E_{21} [-]	Q [mW]
Q_{rd}	-	300	0,05	1825	80	0,05	0,03	21,4
Q_{rp}	-	300	0,05	3861	80	0,05	0,03	54,2

5.1.4 Tepelné toky k víku cely

Tepelný tok k víku cely Q_{VC} je dle rovnice 5.4 složen z tepelného toku záření na víko Q_{rv} a tepelného toku Q_{pp} , který víku odevzdává proudící GN₂ mezerou mezi víkem a diferenciální komůrkou s ionizačním detektorem. Hodnoty tepelných toků na víko jsou shrnuty v tabulce 26.

$$Q_{VC} = Q_{rv} + Q_{pp} \quad (5.4)$$

Tab. 26 Celková tepelná zátěž víka cely

Popis	Q [mW]	Označení
Tepelné záření na víko	12,9	Q_{rv}
Vedení proudícím plynem v okolí víka	261,6	Q_{pp}
Celkem	274,5	Q_{VC}

Tepelný tok zářením Q_{rv} je dán rovnicí 2.1. Parametry výpočtu jsou uvedeny v tabulce 27.

Tab. 27 Parametry výpočtu tepelného toku zářením Q_{rv} na víko cely

Zářič			Přijímač			Výsledky		
Označení	S_1 [mm ²]	T_1 [K]	e_1 [-]	S_2 [mm ²]	T_2 [K]	e_2 [-]	E_{21} [-]	Q [mW]
Q_{rv}	-	300	1	2827	80	0,01	0,01	12,9

Výpočet tepelného toku Q_{pp} z proudícího plynu okolo víka cely vychází z pesimistického předpokladu, že proudící plyn předá veškeré své teplo danému povrchu při ochlazení z počáteční teploty 300 K na teplotu víka 80 K.

Pro výpočet tepelného toku z proudícího plynu je nejprve třeba vypočítat hmotnostní tok GN_2 m_V dle rovnice 5.5. Plocha průřezu, kterou v tomto případě plyn proudí je prstenec mezi víkem cely a ionizačním detektorem o výšce 3 mm a průměru 36 mm. Tento prstenec je dán průměrem víka v místě, ve kterém je známa rychlost proudění plynu v_{GN_2} z MKP simulace (kapitola 4.1.5).

$$m_V = S_{GN_2} \cdot v_{GN_2} \cdot \rho_{GN_2} \quad (5.5)$$

Kde S_{GN_2} je plocha, kterou plyn proudí a ρ_{GN_2} je hustota daného plynu (v tomto případě dusík) při tlaku 400 Pa a teplotě 300 K.

Tepelný tok Q_{pp} je poté možno s hodnotami z tabulky 28 vypočítat dle rovnice 5.6.

$$Q_{pp} = m_V \cdot c \cdot \Delta T \quad (5.6)$$

kde c reprezentuje měrnou tepelnou kapacitu plynu (GN_2), ΔT reprezentuje rozdíl mezi počáteční a konečnou teplotou GN_2 při proudění okolo víka. Pro dané hodnoty je tepelný tok z proudícího plynu Q_{pp} roven 261,6 mW.

Tab. 28 Vstupní hodnoty pro výpočet tepelného toku z proudícího plynu o teplotě 300 K a tlaku 400 Pa

Popis	Hodnota	Jednotka	Označení
Plocha prstence	$3,393 \cdot 10^{-4}$	m ²	S_{GN_2}
Rychlost proudění plynu	0,5	m·s ⁻¹	V_{GN_2}
Hustota plynu	$6,739 \cdot 10^{-3}$	kg·m ⁻³	ρ_{GN_2}
Hmotnostní průtok plynu	$1,143 \cdot 10^{-6}$	kg·s ⁻¹	m_V
Měrná tepelná kapacita plynu	1040	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	c_p
Rozdíl teplot	220	K	ΔT

5.2 Návrh průtokového systému

Návrh průtokového systému spočívá v návrhu tepelného výměníku a trasy pro přívod a odvod chladiva, tj. kapiláry spojující vstup a výstup výměníku s LN₂ průchodkou. Cílem návrhu trasy je navrhnout správné rozměry kapilár i výměníku a určit tlakový spád, který zajistí požadovaný průtok chladiva (kapaliny nebo plynu), aby bylo možno odvést celkový tepelný tok zatěžující výměník, který byl určen v předchozí výpočetní části.

5.2.1 Návrh tepelného výměníku a výpočet tlakových ztrát [37], [17], [16], [23]

Tepelný výměník byl navržen na základě zkušeností z předchozích návrhů v ÚPT [37], kde výměník tvoří měděný válec se spirálovitou drážkou po obvodu, kterou je nuceno téct chladicí médium. Chladicím médiem je v tomto případě LN₂.

Návrh výměníku je z důvodu složitosti výpočtů dvoufázového proudění rozdělen na dva případy, níže označené jako (A) a (B). V prvním případě (A) je veškeré teplo, které výměník odvádí předáváno pouze GN₂. Tento případ předpokládá, že LN₂ se při přepouštění z Dewarovy nádoby odpaří a do výměníku se dostane jen plyn o teplotě 77 K, a který výměník opouští o vyšší teplotě 83 K.

Druhý případ (B) počítá s tím, že LN₂ o teplotě 77 K se dostane do výměníku, kde se odpaří a na výstupu z výměníku je jen GN₂ o teplotě 77 K. Veškeré teplo, které výměník odvádí je v tomto případě odváděno na úkor výparného tepla LN₂.

Plocha drážky tepelného výměníku musí mít dostatečně velký povrch, aby došlo k efektivnímu přenosu tepla z výměníku do protékajícího chladiva. Pro zvýšení účinnosti přenosu tepla do GN₂ u varianty (A) je výměník navržen tak, aby plyn drážkou proudil v turbulentním režimu, čehož je dosaženo dostatečnou rychlostí toku a relativně malým průřezem drážky.

Výpočet tepelného výměníku

Vstupní parametry a výsledky následujících výpočtů jsou uvedeny v tabulce 29. Prvním krokem pro návrh tepelného výměníku je určení celkové tepelné zátěže, tedy tepelného toku Q , který je třeba odvést. Tepelný tok Q byl s ohledem na výpočet tepelné zátěže výměníku v kapitole 5.1 zvolen $Q = 1 \text{ W}$ z důvodu rezervy. Při znalosti tepelné zátěže výměníku je následně možné provést odhad potřebného hmotnostního toku $\dot{m}_{\text{N}_2}$ na vstupu do chladicího systému pro dosažení požadovaných teplot. Výpočet hmotnostního toku je pro případ (A) dán rovnicí 5.7, kdy výměníkem protéká jen GN₂. Pro (B) je minimální hmotnostní tok kapaliny definován odparem kapaliny na výměníku. Do výměníku vstupuje kapalina o teplotě 77 K a vystupuje plyn o stejné teplotě 77 K. Hmotnostní tok je tak dán výparným teplem kapaliny (rovnice 5.8).

$$\dot{m}_{(A)} = \frac{Q}{c_p \cdot (T_{vs} - T_{vy})} \quad (5.7)$$

kde T_{vs} a T_{vy} je teplota dusíku při vstupu a výstupu z tepelného výměníku a c_p je měrná tepelná kapacita GN₂ při konstantním tlaku, uvedené v kapitole 2.2.3.

$$\dot{m}_{(B)} = \frac{Q}{L_v} \quad (5.8)$$

kde L_v je výparné teplo kapaliny (LN₂).

Dalším krokem je výpočet Reynoldsova čísla Re dle rovnice 5.9 a rychlosti proudění u_d

$$u_d = \frac{4}{\pi \cdot d^2} \cdot \frac{\dot{m}}{\rho} \quad (5.9)$$

kde d je zvolený průměr drážky (trubky) a pro výpočet Reynoldsova čísla je $L_{ch} = d$, ρ je hustota dusíku.

Průměr drážky d je volen na základě Reynoldsova čísla Re tak, aby Re odpovídalo turbulentnímu režimu proudění GN_2 . Za turbulentní režim se považuje proudění s $Re > 3500$.

Dále je možné vypočítat efektivitu tepelného přenosu z tepelného výměníku do chladicího média pomocí Nusseltova čísla Nu

$$Nu_{(A)} = 0,023 \cdot Re^{\frac{4}{5}} \cdot Pr^{\frac{2}{5}} \quad (5.10)$$

kde Pr je tabulované Prandtlovo číslo. Tento vztah je platný pouze pro turbulentní proudění, tedy když je $Re > 3500$.

Pro laminární proudění ($Re < 2300$) a pro velmi dlouhé trubky (kdy $\frac{L}{d} > 0,067 \cdot Re \cdot Pr^{\frac{5}{6}}$) je Nusseltovo číslo Nu

$$Nu_{(B)} = 4 \cdot \left(\frac{Pr_s}{Pr_o} \right)^{0,25} \quad (5.11)$$

kde Pr_s je Prandtlovo číslo pro střed proudu a Pr_o je Prandtlovo číslo pro okraj proudu. Jelikož v tomto případě předpokládáme, že celým výměníkem teče pouze LN_2 o teplotě 77 K, je $Pr_s = Pr_o$ a tím je $Nu_{(B)} = 4$.

Posledním krokem je výpočet přestupového koeficientu α_h a s jeho využitím i maximálního tepelného toku Q_{max} , který je výměník schopen předat chladicímu médiu v důsledku proudění.

$$\alpha_h = \frac{Nu \cdot k}{d} \quad (5.12)$$

$$Q_{max} = \alpha_h \cdot S \cdot \Delta T_V \quad (5.13)$$

kde k je tepelná vodivost dusíku při dané teplotě, S je plocha povrchu drážky a ΔT_V je teplotní rozdíl mezi teplotou chladicího média a tepelného výměníku. Hodnota Q_{max} představuje maximální možný tepelný tok, který je výměník schopen předat chladicímu médiu, bez ohledu na tepelnou kapacitu média, což ji zásadně odlišuje od hodnoty Q pro kterou byl vypočítán hmotnostní tok $\dot{m}$, která naopak představuje pouze tepelný tok, který je tekutina schopna pojmout. Z těchto důvodů je třeba pro návrh efektivního tepelného výměníku dodržet pro všechny rychlosti průtoku a teploty následující

$$Q_{max} \geq Q \quad (5.14)$$

Pro tepelný výměník byly ještě vypočítány tlakové ztráty třením a místní tlakové ztráty pro obě varianty, dle rovnice 5.15 resp. 5.16.

Tab. 29 Vstupní parametry a výsledky výpočtu tepelného výměníku

Případ	d mm	L m	ε 1	T_{vs} K	T_{vy} K	V_L l·h ⁻¹
A	1,5	0,58	100	77	83	0,714
B	1,5	0,58	100	77	77	0,025

Případ	$\dot{m}$ kg·s ⁻¹	η Pa·s	ρ kg·m ⁻³	u_d m·s ⁻¹	Re -	λ_0 -
A	$1,60 \cdot 10^{-4}$	$5,6 \cdot 10^{-6}$	4,4	20,71	24 193	0,038
B	$5,05 \cdot 10^{-6}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$	807,7	$3,5 \cdot 10^{-3}$	26	2,434

Případ	ξ -	p_t kPa	p_z kPa	Pr -	Nu -	α_h W·m ⁻² ·K ⁻¹
A	0,4	13,72	0,376	0,84	71,92	356,9
B	0,4	$4,7 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	2,28	4	387,9

Případ	S m ²	ΔT_v K	Q_{max} W	Q W
A	$2,7 \cdot 10^{-3}$	3	2,9	1
B	$2,7 \cdot 10^{-3}$	3	3,2	1

5.2.2 Výpočet tlakových ztrát průtokového systému [17]

Výpočtem tlakových ztrát je nutné ověřit, zda bude mezní pracovní tlak LN₂ Dewarovy nádoby (50 kPa) dostatečný pro provoz navrženého průtokového systému. Tlakové ztráty se projevují na celé trase, kterou musí chladicí médium protéct, a ovlivňuje je především hustota proudící tekutiny a její rychlost, průměr a délka potrubí (tlakové ztráty třením), změny průměrů či náhlá směru toku (místní tlakové ztráty).

Tlakové ztráty třením Δp_t jsou tvořeny třením kapaliny o stěnu potrubí, lze vyjádřit vztahem 5.15

$$\Delta p_t = \lambda_o \cdot \frac{L}{d} \cdot \frac{u_d^2}{2} \cdot \rho \quad (5.15)$$

kde L je délka počítaného úseku potrubí, λ_o je odporový součinitel, závisející na druhu proudění, d je průměr potrubí, u_d je rychlost proudění a ρ je hustota kapaliny. Pro laminární proudění $Re < 2320$ je $\lambda_o = \frac{64}{Re}$ a pro turbulentní proudění je λ_o závislé na drsnosti stěn potrubí a Reynoldsově čísla a lze jej zjistit z Nikuradzeho diagramu, uvedeného např. v [17].

Místní tlakové ztráty Δp_z jsou tvořeny změnou průřezu potrubí či zakřivením potrubí.

$$\Delta p_z = \xi \cdot \frac{u_d^2}{2} \cdot \rho \quad (5.16)$$

kde ξ je ztrátový součinitel, který je pro různé průřezy a zakřivení uveden v tabulkách [17].

Do místních tlakových ztrát patří také náhlé zvětšení průřezu potrubí, které se u navrženého průtokového systému nachází na výstupu při přechodu z kapiláry výměníku do kapiláry v LN₂ průchodce. Vypočítá se dle rovnice 5.17

$$p_z = \left(1 - \frac{S_1}{S_2}\right)^2 \cdot \frac{u_d^2}{2} \cdot \rho \quad (5.17)$$

kde S_1 a S_2 je průřez vstupního, resp. výstupního potrubí

Pro určení tlakových ztrát bylo třeba také v každém úseku průtokového systému určit rychlost proudění, dle rovnice 5.9.

Výpočet tlakových ztrát průtokového systému byl proveden pro obě varianty (A) i (B) popsané v kapitole 5.2.1. Výsledky pro obě varianty jsou v příloze číslo 1 a 2.

5.3 Výpočet odparu v kryogenní cele po jejím zaplnění LN₂

Předpokládaná doba od založení vzorku po zasunutí kryogenní cely do komory mikroskopu a spuštění LN₂ průtokového chlazení je přibližně 15 minut. Po tuto dobu musí být cela schopna udržovat stabilní teplotu vzorku pouze pomocí LN₂, který do ní byl nalit.

Tento požadavek byl ověřen výpočtem doby, za kterou se LN₂ odpaří z plně zalité cely. Výpočet počítá s celkovým tepelným tokem ke chlazeným částem cely $Q_c = 382,8$ mW a s objemem LN₂ uvnitř cely $V = 31,93$ ml, získaného rozdílem využitelného objemu termosky a objemem tepelného výměníku. Doba odparu t_o je dána rovnicí 5.18.

$$t_o = \frac{V \cdot L_v \cdot \rho_L}{Q_c} \quad (5.18)$$

Kde $L_v = 199,6$ kJ·kg⁻¹ je výparné teplo LN₂ a $\rho_L = 806$ kg·m⁻³ je hustota LN₂.

Doba odparu t_o je pro dané hodnoty rovna 3 hodinám a 44 minutám, což značně převyšuje požadovanou dobu. Výpočet ovšem nepočítá s přívodem tepla prouděním okolního vzduchu na atmosférickém tlaku a pokojové teplotě, kterému bude po značnou část doby před zasunutím do komory mikroskopu cela vystavena.

Doba odparu byla ověřena experimentálně, kdy byla cela zalita LN₂ a ponechána na pokojové teplotě a atmosférickém tlaku. Zásoba LN₂ se z cely odpařila za přibližně 20 minut.

5.4 Pevnostní výpočty [15], [6]

Vzhledem k vakuovému prostoru termosky kryogenní cely, lze termosku považovat za tlakovou nádobu. Úkolem pevnostního výpočtu je určit minimální tloušťku jak vnějšího pláště termosky, který je namáhán vnějším přetlakem 100 kPa, tak vnitřního pláště termosky, který je namáhán vnitřním přetlakem 100 kPa.

Pro vnitřní plášť s vnitřním přetlakem je nejmenší tloušťka stěny s určena rovnicí

$$s = \frac{p \cdot D}{2 \cdot \sigma_D} \quad (5.19)$$

kde p je tlak působící na vnitřní plášť termosky, D je průměr pláště a σ_D je dovolené namáhání, které je dáno vztahem

$$\sigma_D = \frac{\sigma_k}{x} \quad (5.20)$$

kde σ_k je mez kluzu materiálu při pracovní teplotě a x je koeficient bezpečnosti.

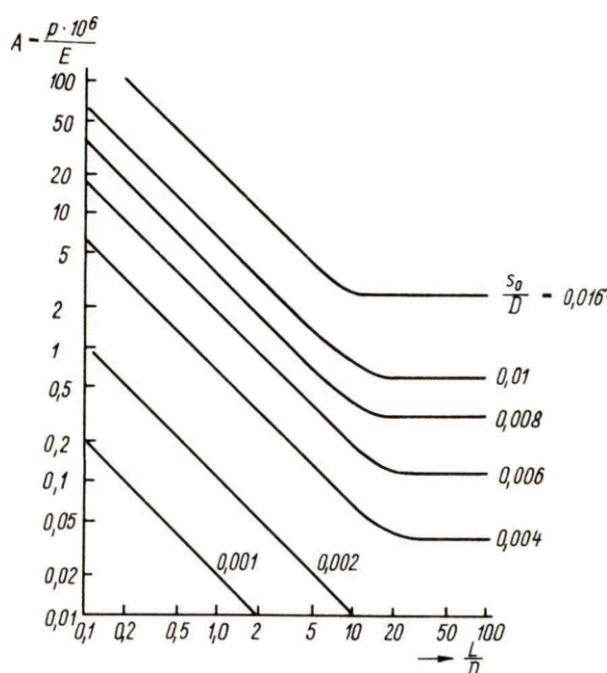
Pro materiál vnitřního pláště (1.4301) je dle materiálového listu [6] mez kluzu $\sigma_k = 230$ MPa. Tlak p je roven atmosférickému tlaku, tedy $p = 0,1$ MPa, průměr vnitřního pláště je $D = 48,2$ mm a koeficient bezpečnosti byl zvolen $x = 4$. Pro dané hodnoty vyjde nejmenší tloušťka stěny $s = 0,04$ mm. Zvolená tloušťka stěny 0,3 mm je tedy více než dostatečná.

Pro vnější přetlak není možné minimální tloušťku stěny vypočítat pouze z pevnostního hlediska, jelikož se stěna může zbortit vlivem elastické nestability. Z tohoto důvodu je třeba provést kontrolu výpočtem na stabilitu. Pro průměry $D < 0,6$ m je třeba nejdříve vypočítat koeficient stability A .

$$A = \frac{10^6 \cdot p}{E} \quad (5.21)$$

Kde E je modul pružnosti materiálu [MPa] a p je přetlak působící na stěnu [MPa]. Modul pružnosti je pro materiál vnějšího pláště (1.4301) $E = 200$ GPa a přetlak p je opět roven atmosférickému tlaku, tedy $p = 0,1$ MPa.

Dle obrázku 32 je se známými rozměry vnějšího pláště $D = 60$ mm a $L_p = 31$ mm možné určit poměr tloušťky stěny s_0 a průměr válcové části nádoby D , ze kterého se určí minimální tloušťka stěny s_0 . Minimální tloušťka vnější stěny termosky je pro uvedené hodnoty rovna $s_0 = 0,15$ mm. Zvolená tloušťka stěny 0,3 mm tedy vyhovuje zadanému namáhání.



Obr. 32 Diagram pro určení koeficientu stability A , pro výpočet stability válcového pláště s vnějším přetlakem. Diagram platí pro součinitel bezpečnosti $x = 4$ [15]

5.5 Volba teplotních snímačů a topení [38], [39], [40]

Vzhledem k omezenému prostoru kryogenní cely byla prvním kritériem pro výběr teplotního snímače jeho velikost. Ta musí být dostatečně malá, aby se snímače daly umístit do všech míst, ve kterých je třeba měřit teplotu. Dalším podstatným kritériem je přesnost měření daného snímače a jeho cena. Rozhodovalo se tak mezi třemi typy v UPT běžně používaných snímačů, diodou LakeShore DT 670, odporovým snímačem Cernox® a odporovým snímačem Pt100.

Dioda LakeShore DT 670 je výhodná především díky možnosti pouze dvou vodičového zapojení (měří se jen úbytek napětí na diodě), které omezí množství potřebných vodičů vedoucích do kryogenní cely, čímž se sníží i tepelný tok, který je těmito vodiči přiváděn. Nevýhodou je pak jejich nedostatečná přesnost $\pm 0,5$ K až 1 K při použití nekalibrovaných diod se standardní křivkou a jejich vysoká cena.

Odporové snímače Cernox® nemají standardní kalibrační křivku. Kalibrované snímače Cernox® vynikají vysokou přesností $\pm 0,016$ K (na teplotě 77 K) a schopností přesně měřit do teplot až 100 mK. Nevýhodou je nutnost čtyřvodičového zapojení, tedy potřeby většího množství vodičů a tím i vyššího tepelného toku přiváděného těmito vodiči. Další nevýhodou je pak jejich vysoká cena. Pro dané použití je tedy jejich použití příliš drahé a nadbytečně přesné.

Jako nejvhodnější byl zvolen odporový snímač Pt100. Snímač dosahuje dostatečné přesnosti $\pm 0,25$ K i se standardní křivkou a při výrazně nižší ceně. Nevýhodou je nutnost čtyřvodičového zapojení.

Topný element

Jelikož bylo jedním z požadavků na návrh i rychlé zvyšování teploty vzorku (až $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$), bylo nutné do návrhu zahrnout i dostatečně výkonný topný element. Výchozí parametry návrhu jsou uvedeny v tabulce 30. Hmotnost výměníku m je zde navýšena z důvodu současného ohřevu vzorku, víka a termosky.

Tab. 30 Výchozí parametry pro návrh topného elementu

	Značka	Hodnota	Jednotka
Hmotnost výměníku	m	0,1	kg
Měrná tepelná kapacita mědi	c_{Cu}	300	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Požadovaný rozdíl teplot	ΔT	100	K
Rychlost přejezdu	v_p	100	$\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$

Z údajů v tabulce 30 je možné vypočítat celkové teplo Q_H dle rovnice 5.22, které je třeba dodat do systému, aby se jeho teplota zvýšila o požadovanou hodnotu ΔT .

$$Q_H = m \cdot c_{Cu} \cdot \Delta T \quad (5.22)$$

kde m je hmotnost ohřívajícího materiálu a c_{Cu} je měrná tepelná kapacita mědi.

Teplo, které je třeba dodat do systému pro jeho ohřev o 100 K je dle rovnice 5.22 rovno $Q_H = 3000 \text{ J}$. Potřebný výkon topení P určíme ze vztahu

$$P = \frac{Q_H}{t} \quad (5.23)$$

kde t je doba, za kterou je toto teplo dodáno do systému.

Výkon topení pro požadovanou rychlost změny teploty je dle rovnice 5.23 roven $P = 50 \text{ W}$.

Z důvodu omezeného prostoru v okolí tepelného výměníku bylo zvoleno provedení topného elementu navinutím odporového drátu na obal tepelného výměníku a jeho uložení v epoxidu, což zajišťuje optimální tepelný kontakt s výměníkem při současně minimální náročnosti na prostor. Topný element je navržen pro použití se standardním laboratorním zdrojem, jehož maximální výstupní napětí je 60 V. Pro napětí zdroje 60 V a požadovaný výkon 50 W je dle rovnice 5.28 odpor drátu $R = 72 \Omega$.

Jako vhodný odporový drát byl zvolen konstantan o průměru vodiče $d_d = 0,2 \text{ mm}$ a tloušťkou izolace 0,02 mm, tedy o celkovém průměru $d_v = 0,24 \text{ mm}$. Konstantanový drát je výhodný především proto, že se jeho elektrická vodivost příliš nemění s teplotou, takže není nutná výrazná korekce napájecího napětí. Měrná elektrická vodivost konstantanu je při teplotě 300 K rovna $C_d = 2,08 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$, ze které je možné vypočítat odpor R_1 pro délku $L_d = 1 \text{ m}$ drátu.

$$R_1 = \frac{L_d \cdot 4}{\pi \cdot d_d^2} \cdot C_d \quad (5.24)$$

Odpor 1 m zvoleného konstantanového drátu je dle rovnice 5.24 roven $R_1 = 15,3 \Omega$.

Při navinutí konstantanového drátu na celou střední část pláště výměníku, který tvoří válec o průměru $D_v = 21,5 \text{ mm}$ a výšce $H_v = 13,3 \text{ mm}$, je možné v jedné vrstvě navinout z závitů o délce drátu L_d o celkovém odporu R . Drát je uložen ve vrstvě epoxidu, která má pod vinutím tloušťku $t_e = 0,05 \text{ mm}$.

$$z = \frac{H_v}{d_v} \quad (5.25)$$

$$L_d = z \cdot \pi \cdot (D_v + d_v + 2 \cdot t_e) \quad (5.26)$$

$$R = R_1 \cdot L_d \quad (5.27)$$

Počet závitů na jednu navinutou vrstvu je $z = 55$, což znamená celkovou délkou drátu $L_d = 3,8 \text{ m}$ a tím daný odpor jedné vrstvy navinutého drátu $R = 58,2 \Omega$. Ze známého odporu je pak možné při maximálním napětí $U = 60 \text{ V}$ vypočítat maximální výkon topení P a procházející proud I .

$$P = \frac{U^2}{R} \quad (5.28)$$

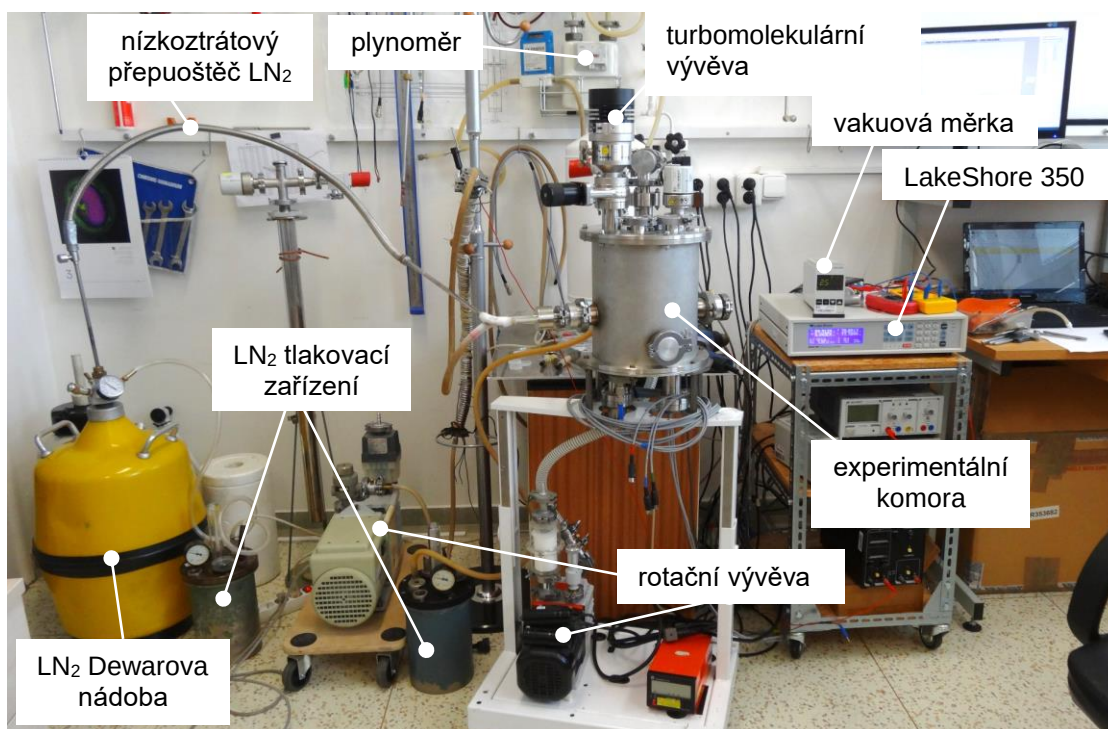
$$I = \frac{U}{R} \quad (5.29)$$

Maximální výkon topení je dle rovnice 5.28 roven $P = 61,9 \text{ W}$, což je hodnota přibližně o 20 % vyšší než požadovaná. Při maximálním výkonu topení bude dle rovnice 5.29 obvodem procházet proud $I = 1,03 \text{ A}$. Vzhledem k tomu, že rozměry i váha vzorku se může lišit, může dojít k situaci, kdy bude vyšší výkon požadován.

6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální sestava je zobrazena na obr. 33. Testy kryogenní cely proběhly v testovací vakuové komoře v ÚPT. Cela byla umístěna ve středu vakuové komory podobným způsobem, jakým bude umístěna v komoře mikroskopu. Pro možnost simulace tepelné zátěže byl v jímce vzorku umístěn měděný váleček o rozměrech vzorku s dvěma paralelně zapojenými topnými odpory Pt1000 o výsledném odporu 500 Ω .

Chlazení nízkoteplotních částí kryogenní cely bylo zajištěno pomocí LN₂ Dewarovy nádoby propojené se zkušební komorou pomocí sifonu s vakuovou izolací. Pro vyvození tlakového spádu nutného pro vyvolání toku LN₂ průtokovým systémem byl v LN₂ Dewarově nádobě zvýšen tlak par nad hladinou kapaliny pomocí externího LN₂ tlakovacího zařízení (LN₂ tlaková nádoba s odporovým topením) viz obr. 33. Tlak v Dewarově nádobě byl v průběhu experimentu 35 kPa. Pro zvýšení tlakového spádu byl průtokový systém na výstupu čerpán rotační vývěvou. Průtok LN₂ a tím i teplota výměníku byla regulována změnou tlaku v Dewarově nádobě a „škrcením“ čerpání rotační vývěvy na výstupu.



Obr. 33 Experimentální sestava s připojenou LN₂ Dewarovou nádobou

Teploty byly měřeny třemi snímači Pt100 na pozici u spodní části výměníku, na jímce vzorku a na spodní straně víka cely (obr. 3). K záznamu teplot byl využit teplotní kontrolér LakeShore 350.

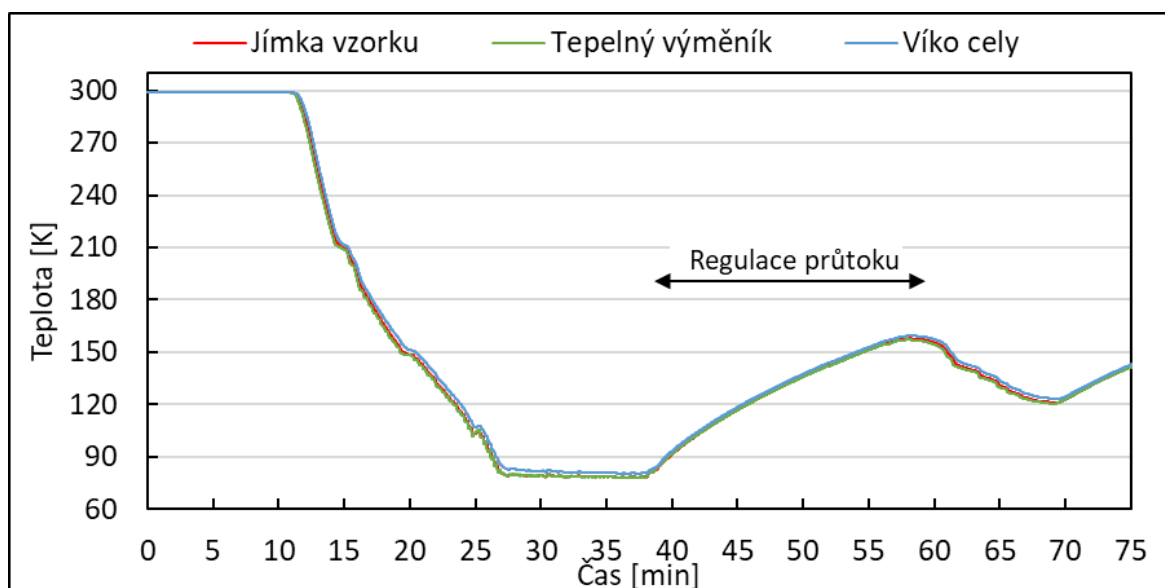
Před provedením experimentu bylo třeba vnitřní prostor termosky odčerpát za zvýšené teploty, aby došlo k odplynění sorbentu a tím se zvýšila jeho účinnost. Statický tlak ve vnitřním prostoru termosky po odčerpání byl 1,2 Pa. Regenerace sorbentu ohřevem je nutná jen v případech, kdy vakuové čerpání pláště nevede ke zlepšení vakua ve vnitřním prostoru. Odčerpání vakuového pláště je doporučeno provádět vždy, když se cela nachází delší dobu na pokojové teplotě (řádově dny).

Ověření funkčnosti cely bylo provedeno dvěma experimenty:

- **Test kryogenní cely ve vakuu (kapitola 6.1)**
První test cely byl proveden ve vakuu a šlo o ověření funkčnosti průtokového chlazení a dosažitelných teplot bez vlivu parazitního tepelného toku vlivem GN_2
- **Test kryogenní cely v prostředí GN_2 (kapitola 6.2)**
Cílem druhého experimentu bylo napodobit reálné podmínky používání kryogenní cely, tedy se simulací fáze zakládání vzorku, zavření vakuové komory, odčerpání vzduchu z komory a následné napouštění komory GN_2 za současného čerpání rotační vývěvou a ustálení tlaku na 400 Pa.

6.1 Test kryogenní cely ve vakuu

Kryogenní cely byla uzavřena v testovací vakuové komoře, kde byl snížen tlak kombinovaným čerpáním rotační olejovou vývěvou a turbomolekulární vývěvou na tlak $\sim 4 \cdot 10^{-3}$ Pa. Prochlazování cely probíhalo v následujícím pořadí. Nejdříve se natlakovala LN_2 Dewarova nádoba a prochládl se LN_2 sifon, který byl následně propojen se vstupním komínkem LN_2 průchodky na plášti testovací komory (obr. 33). Druhý komínek LN_2 průchodky byl připojen k rotační vývěvě. Tato fáze je v obr. 34 viditelná jako rychlý pokles teplot v čase 10 - 27 minut. Tímto způsobem bylo dosaženo mezní teploty 78,1 K pro jímku vzorku, 77,9 K pro tepelný výměník a 80,5 K pro víko cely.



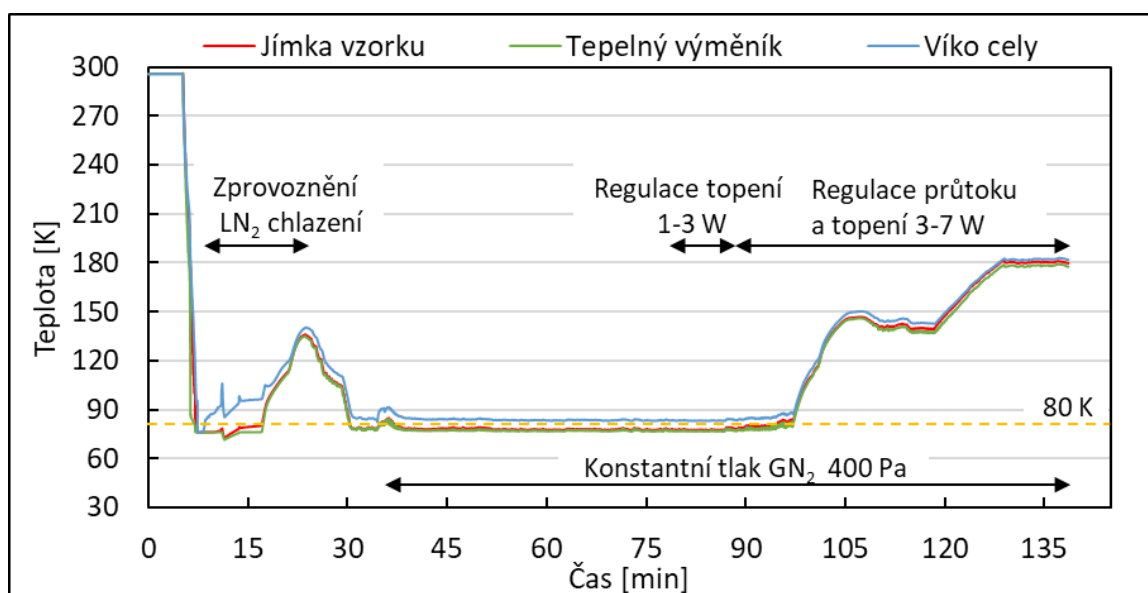
Obr. 34 Záznam teplot při prochlazování cely ve vakuu

Po dosažení mezních teplot bylo čerpání LN_2 průtokového systému seškráceno pro ověření možnosti regulace teploty změnou průtoku N_2 . Změna průtoku v kombinaci s PID regulací topení na výměníku by měla umožnit stabilizaci na libovolné teplotě v požadovaném rozsahu 80 K – 273 K. V tomto experimentu byl testován jen ohřev a chlazení cely změnou průtoku, jak ilustrují křivky v obr. 34 po 38. minutě.

6.2 Test kryogenní cely v prostředí GN₂

V první fázi experimentu, byla vakuová komora otevřena a prostor kryogenní cely byl zalit LN₂. Tato fáze je v obr. 35 viditelná na rychlém poklesu měřených teplot v čase 4 – 7 minuty. Po prochlazení cely bylo zavřeno víko vakuové komory a spuštěno průtokovým systémem s čerpáním rotační vývěvou na výstupu, jak bylo popsáno v předchozí kapitole viz. oblast 15 – 30 minuta v grafu. Jelikož tento postup ještě nebyl zoptimalizován, došlo ke zvýšení teploty nízkoteplotních částí kryogenní cely nad 130 K, jak je patrné v obr. 35. v čase 7 – 23 minut. Po prochlazení LN₂ trasy měřené teploty opět klesly a došlo k ustálení na mezních hodnotách 77,5 K pro jímku vzorku, 77 K pro tepelný výměník a 83,5 K pro víko cely.

V čase od 35. minuty bylo spuštěno čerpání testovací vakuové komory za současného napouštění GN₂ přes škrtkové ventily, které bylo nastaveno tak, aby se v komoře udržoval konstantní tlak GN₂ na hodnotě ~ 400 Pa. Teploty se po mírném zvýšení ustálily opět na přibližně stejných mezních hodnotách, jako ve vakuu. Měřením průtoku odpařeného GN₂ na výstupu průtokového systému byla určena spotřeba LN₂ při ustálených mezních teplotách v čase 60 – 80 minut dosahující přibližně 0,8 l·h⁻¹. V čase 80 – 90 minut byl postupně zvyšován výkon topení do válečku v jímce vzorku z 0 W až na 3 W, se zanedbatelným ovlivněním teplot.



Obr. 35 Záznam teplot při testu v GN₂ (400 Pa)

V poslední fázi experimentu byla testována změna teploty cely regulací průtoku škrcením čerpání RV na výstupu v kombinaci s topením do jímky o výkonu 3 – 7 W bez PID regulace teploty. Podařilo se dosáhnout ustálených teplot na hodnotách cca 140 K a 180 K. Pro přesnější a rychlejší regulaci teploty bude tepelný výměník vybaven odporovým topením popsaným v kapitole 5.5 s dostatečným výkonem.

7 ZÁVĚRY

Tato práce se zabývá návrhem a následným experimentálním ověřením kryogenní cely pro studium vodního ledu v mikroskopu ESEM v Ústavu přístrojové techniky Akademie Věd České republiky.

Teoretická část práce se věnuje podrobnému rozboru zadání včetně předběžného návrhu řešení, popisuje vlastnosti látek za kryogenních teplot a mechanismy přenosu tepla, které se u kryogenní cely uplatňují. Obsahuje také popis technologií spojování materiálů použité pro výrobu kryogenní cely, včetně ukázek a popisu použití pro tuto práci.

Praktická část práce obsahuje rozbor jednotlivých sestav a součástí kryogenní cely, popis jejich funkcí a významu pro konečný výrobek. Součástí praktické části jsou i provedené výpočty potřebné pro návrh některých nízkoteplotních částí kryogenní cely, především tepelného výměníku a topného elementu. Výpočty byly provedeny pro ustálený stav, který odpovídá požadavkům zadání. Celkový tepelný tok na nízkoteplotní části kryogenní cely je dle výpočtů 382,8 mW. Tepelný výměník byl proto z důvodu rezervy dimenzován na tepelný tok 1 W. Pro možnost kontrolovaného ohřevu a stabilizace teploty byl navržen topný element o výkonu až 61,9 W. Tento výkon je dán požadovanou rychlostí změny teploty vzorku, která činí až $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$.

Práce je zakončena experimentálním testováním zkompletované kryogenní cely, při kterém byla ověřena její funkčnost. Byl proveden test ve vakuu, při kterém bylo dosaženo mezní teploty 78,1 K na jímce vzorku, 77,9 K na tepelném výměníku a 80,5 K na víku cely. Druhý test proběhl v prostředí GN_2 , který napodoboval reálné podmínky použití kryogenní cely, včetně fáze vkládání vzorku, zavření vakuové komory, odčerpání vzduchu z komory, po kterém následovalo napouštění komory GN_2 za současného čerpání rotační vývěvou a ustálení tlaku na 400 Pa. Při tomto testu bylo dosaženo mezní teploty 77,5 K na jímce vzorku, 77 K na tepelném výměníku a 83,5 K na víku cely. Při tomto experimentu byla měřena spotřeba LN_2 , která v ustáleném stavu byla přibližně $0,8 \text{ l} \cdot \text{h}^{-1}$. V poslední fázi experimentu byla testována změna teploty cely regulací průtoku LN_2 v kombinaci s topením do jímky vzorku o výkonu 3 – 7 W bez PID regulace teploty. Podařilo se dosáhnout ustálených teplot na hodnotách cca 140 K a 180 K.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ [41]

1. VETRÁKOVÁ, Ľubica, Vilém NEDĚLA, Jiří RUNŠTUK a Dominik HEGER. The morphology of ice and liquid brine in an environmental scanning electron microscope: a study of the freezing methods. *The Cryosphere* [online]. 2019, 13(9), 2385-2405 [cit. 2020-06-21]. DOI: 10.5194/tc-13-2385-2019. ISSN 1994-0424. Dostupné z: <https://tc.copernicus.org/articles/13/2385/2019/>
2. HEGER, Dominik. Dejte to k ledu. Ale ke kterému?. *Vesmír* [online]. Praha: Vesmír, 2019, 98(1), 20-23 [cit. 2020-06-20]. ISSN 0042-4544.
3. EREM AQUASEM II. *Environmentální elektronová mikroskopie ÚPT AVČR* [online]. [cit. 2020-06-07]. Dostupné z: http://eem.isibrno.cz/?page_id=10
4. Animace roztoče. In: *Environmentální elektronová mikroskopie ÚPT AVČR* [online]. [cit. 2020-06-24]. Dostupné z: <http://eem.isibrno.cz/wp-content/uploads/2018/03/roztoc.gif>
5. *Universität Innsbruck* [online]. [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.uibk.ac.at/>
6. 1.4301 Cr-Ni austenitická ocel odolná korozi. *Techportal* [online]. [cit. 2020-06-03]. Dostupné z: https://www.techportal.cz/searchcontent.phtml?getFile=2AXR_TUAMiBFGAgUc6BzY5pKR4a_RmSdJyeRJhvvhWt6GT3USXlrODF32bS3UUhLnzl00RA9x7p75N8MGgz73w
7. Ocel Wiki jakosti. *Thesteel.com* [online]. [cit. 2020-06-09]. Dostupné z: <https://www.thesteel.com/cz/o-materiallech>
8. Charakteristika korozivzdorných materiálů. *Italinox* [online]. [cit. 2020-06-12]. Dostupné z: <https://www.italinox.cz/plechy/charakteristika-materialu/strana-2>
9. Materiálový list 1.2210. *Bogner Edelstahl Czech Republic s.r.o.* [online]. [cit. 2020-06-14]. Dostupné z: http://www.bogner.cz/files/files/Materialovy_list_1.2210.pdf
10. Měděné tyče. *INKOSAS a.s.* [online]. [cit. 2020-06-18]. Dostupné z: <https://www.inkosas.cz/templates/medene-tyce.php>
11. Materiálové normy. *Ferona online* [online]. [cit. 2020-06-16]. Dostupné z: <https://online.ferona.cz/materialove-normy/>
12. AlCu4MgSi materiálový list. *Gleich aluminium* [online]. [cit. 2020-06-16]. Dostupné z: https://gleich.de/files/en_aw_2017.cz.pdf
13. Dural. *Ehlinik.cz* [online]. [cit. 2020-06-18]. Dostupné z: <https://www.ehlinik.cz/dural>
14. Techtron. *EPP Plasty a.s.* [online]. [cit. 2020-06-12]. Dostupné z: <https://www.eppplasty.cz/techtron.php>
15. JELÍNEK, Josef. *Kryogenní technika*. První. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1982. 621.56/.59.
16. BARRON, Randall. *Cryogenic Heat Transfer*. Taylor & Francis, 1999. ISBN 1-56032-551-8.
17. ČERNOCH, Svatopluk. *Strojně technická příručka*. 13., upravené vyd. Praha: SNTL-Nakladatelství technické literatury, 1977.
18. *The CryoComp Package*. Version 3.0. Florence, SC, USA: Eckels Engineering Inc., 1997.

19. KRÁLOVÁ, Magda. Měrná tepelná kapacita. *Techmania Science Center* [online]. [cit. 2020-06-18]. Dostupné z: <https://edu.techmania.cz/cs/encyklopedie/fyzika/struktura-latek/merna-tepelna-kapacita>
20. Liquid nitrogen. *Air Products* [online]. 2019 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <https://www.airproducts.com/~media/Files/PDF/company/safetygram-7.pdf>
21. LEMMON, E. W., I. H. BELL, M. L. HUBER a M. O. MCLINDEN. *NIST Standard Reference Database 23: Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties-REFPROP, Version 10.0, National Institute of Standards and Technology* [software]. Gaithersburg, 2018.
22. HANZELKA, Pavel. *Stavba kryogenních systémů* [přednáška]. Brno: Přednáška předmětu Kryogenika, 2005.
23. TARABA, Bohumil, Mária BEHÚLOVÁ a Helena KRAVÁRIKOVÁ. *Mechanika tekutin: Termomechanika*. 2., nezmen. vyd. Bratislava: Vydavateľstvo STU, 2004. Edícia vysokoškolských učebníc. ISBN 80-227-2041-0.
24. POKORNÝ, Marek. Vedení tepla - kondukce. *Fakulta stavební ČVUT* [online]. 2006 [cit. 2020-06-11]. Dostupné z: http://people.fsv.cvut.cz/www/wald/Pozarni_odolnost/e-text/specialiste/1/1-2_Vedeni_tepla.pdf
25. VLČEK, I., M. ZOBAČ, L. DUPÁK, J. DUPÁK a P. KAPOUNEK. Prototyp stolní elektronové svářečky MEBW-60/2. *Jemná mechanika a optika*. Brno, 2008, **53**, 27–29. ISSN 0447-6441.
26. Elektronové svařování - perspektivní metoda pro speciální materiály. *Digitovarna* [online]. 2016 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <http://www.digitovarna.cz/clanek-84/elektronove-svarovani-perspektivni-metoda-pro-specialni-materialy.html>
27. Svařitelnost materiálů. *Ústav přístrojové techniky AV ČR* [online]. Brno, 2010 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <http://ebt.isibrno.cz/svaritelnost-materialu>
28. Speciální technologie. *Aplikační a vývojové laboratoře mikrotechnologií a nanotechnologií* [online]. [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <http://alisi.isibrno.cz/specialni-technologie>
29. AMBROŽ, Oldřich, Bohumil KANDUS a Jaroslav KUBÍČEK. *Technologie svařování a zařízení: učební texty pro kurzy svářečských inženýrů a technologů*. Ostrava: ZEROSS, 2001. Svařování. ISBN 80-857-7181-0.
30. Elektronová svářečka MEBW-60/2. Speciální technologie ÚPT AVČR [online]. [cit. 2020-06-15]. Dostupné z: <http://ebt.isibrno.cz/cs/elektronova-svarecka-mebw-602>
31. RUŽA, Viliam. *Pájení*. Druhé. Praha: SNTL, 1988.
32. Sn60Pb40 Technical Data Sheet. *Farnell* [online]. [cit. 2020-06-13]. Dostupné z: <http://www.farnell.com/datasheets/319085.pdf>
33. Pájení kovů. *Voestalpine* [online]. [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: https://www.voestalpine.com/highperformancemetals/cs/app/uploads/sites/18/2018/01/4_P%C3%A1jky-a-tavidla.pdf

34. Technical Data Sheet BrazeTec 7200. *Brazetec* [online]. [cit. 2020-06-11]. Dostupné z: https://brazetec.com/Brazetec/en/datenblaetter/show_TD_BrazeTec_7200_EN.pdf
35. Technical Data Sheet BrazeTec D 897.1. *Umicore* [online]. [cit. 2020-06-05]. Dostupné z: https://www.umicore-brasage.fr/wp-content/uploads/2019/08/TD-STM-BT-D_897_1-EN.pdf
36. Tvrdé stříbrné pájky Ag40CuCd. *SAFINA* [online]. [cit. 2020-06-18]. Dostupné z: <http://www.safina.sk/download/2015/ag40cuzncdtechnickulist.pdf>
37. VOŇKA, Jakub. *Design and verification of low temperature part of UHV - STM microscope*. Brno, 2013. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Pavel Urban, Ph.D.
38. PT-100 Series Platinum RTDs. *Lake Shore Cryotronics* [online]. [cit. 2020-06-12]. Dostupné z: <https://www.lakeshore.com/products/categories/overview/temperature-products/cryogenic-temperature-sensors/dt-670-silicon-diodes>
39. DT-670 Silicon Diodes. *Lake Shore Cryotronics* [online]. [cit. 2020-06-16]. Dostupné z: https://www.lakeshore.com/docs/default-source/product-downloads/catalog/lstc_dt670_l.pdf?sfvrsn=fc2ebd1f_4
40. Cernox® Specifications. *Lake Shore Cryotronics* [online]. [cit. 2020-06-16]. Dostupné z: <https://www.lakeshore.com/products/categories/specification/temperature-products/cryogenic-temperature-sensors/cernox>
41. *Citace PRO* [online]. KMa Webdesing, 2004 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <http://citace.lib.vutbr.cz>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Symbol	Veličina	Jednotka
A	Koeficient stability	-
a	Součinitel teplotní vodivosti	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
c_{Cu}	Měrná tepelná kapacita mědi	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
c_d	Měrná elektrická vodivost	$\Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$
c_p	Měrné teplo plynu	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
d	Průměr potrubí	m
d_d	Průměr vodiče	m
d_v	Průměr drátu vč. izolace	m
D	Průměr pláště	m
D_v	Průměr vinutí	m
e	Emisivita	-
E	Modul pružnosti materiálu	MPa
E_{21}	Vzájemná emisivita povrchů	-
ESEM	Environmentální rastrovací elektronový mikroskop	-
GN_2	Plynný dusík	-
g	Gravitační zrychlení	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$
H_v	Výška vinutí	m
h	Vzdálenost ploch při vedení tepla	m
h_t	Koeficient přestupu tepla	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$
I	Napětí	A
L	Délka počítaného úseku potrubí	m
L_d	Délka drátu	m
L_{ch}	Charakteristický rozměr proudění	m
L_p	Výška pláště termosky	m
L_v	Výparné teplo	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$
LN_2	Kapalný dusík	-
l	Výška válcové stěny	m
MKP	Metoda konečných prvků	-
$\dot{m}$	Hmotnostní tok kapaliny	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$
m_v	Hmotnostní průtok plynu okolo víka	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$
Nu	Nusseltovo číslo	-
N_2	Dusík	-
P	Výkon topení	W
PID	Regulace složená z proporcionální, integrační a derivační části	-
Pr	Prandtlovo číslo	-
Pr_o	Prandtlovo číslo pro okraj proudu	-

Symbol	Veličina	Jednotka
Pr_s	Prandtlovo číslo pro střed proudu	-
p	Tlak působící na plášť termosky	Pa
Q	Tepelný příkon	W
Q_{21}	Tepelný tok mezi dvěma plochami	W
Q_C	Celková tepelná zátěž tepelného výměníku	W
Q_{es}	Tepelný tok na vzorek ohřevem elektronovým svazkem	W
Q_H	Teplo potřebné pro ohřev danou rychlostí	W
Q_{JV}	Tepelný tok na jímku vzorku	W
Q_{N_2}	Tepelný tok na vzorek z proudícího GN_2	W
Q_{max}	Tepelný tok, který je výměník schopen předat	W
Q_{pp}	Tepelný tok na víko z proudícího GN_2	W
Q_r	Tepelný tok zářením	W
Q_T	Tepelný tok na termosku	W
Q_{VC}	Tepelný tok na víko cely	W
Q_{VZ}	Tepelný tok na vzorek	W
R	Elektrický odpor	Ω
Ra	Drsnost povrchu	μm
Re	Reynoldsovo číslo	-
r	Poloměr válcové stěny	m
S	Plocha/obsah	m^2
SN_2	Pevná fáze dusíku	-
s	Nejmenší tloušťka stěny	m
T	Termodynamická teplota	K
T_{vs}	Teplota dusíku při vstupu do výměníku	K
T_{vy}	Teplota dusíku při výstupu z výměníku	K
t	Čas	s
t_e	Tloušťka vrstvy epoxidu	m
t_o	Doba odparu	s
U	Proud	V
u_d	Rychlost proudění	$m \cdot s^{-1}$
v_{GN_2}	Rychlost proudění plynu	$m \cdot s^{-1}$
v_p	Rychlost změny teploty	$K \cdot min^{-1}$
x	Koeficient bezpečnosti	-
z	Počet závitů	-

Symbol	Veličina	Jednotka
α_h	Přestupový koeficient	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$
α_v	Součinitel teplotní roztažnosti	K^{-1}
Δp_t	Tlakové ztráty třením	Pa
Δp_z	Místní tlakové ztráty	Pa
ΔT	Rozdíl teplot	K
ΔT_v	Rozdíl mezi teplotou výměníku a média	K
η	Dynamická viskozita	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
λ	Koeficient tepelné vodivosti	$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
λ_o	Odporový součinitel	-
ν	Kinematická viskozita	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
ξ	Ztrátový součinitel místních tlakových ztrát	-
ρ	Hustota média	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_G	Hustota plynu	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_L	Hustota kapaliny	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
σ	Stefanova-Boltzmannova konstanta	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$
σ_D	Dovolené namáhání	MPa
σ_k	Mez kluzu materiálu	MPa

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Ukázka vyloučeného CsCl na hranicích zrn ledových vzorků	13
Obr. 2 Mikroskop ESEM AQUASEM II	15
Obr. 3 Schéma návrhu řešení kryogenní cely	17
Obr. 4 Tepelná vodivost vybraných materiálů	20
Obr. 5 Měrná tepelná kapacita vybraných materiálů	21
Obr. 6 Fázový diagram dusíku	22
Obr. 7 Tepelné záření mezi rovnoběžnými plochami	23
Obr. 8 Tepelné záření na obklopené těleso	23
Obr. 9 Schéma elektronové svářečky	27
Obr. 10 Elektronová svářečka MEBW-60/2-E	29
Obr. 11 Otevřená komora el. svářečky MEBW-60/2-E; ukázka svaru	29
Obr. 12 Laboratorní vakuová pec	31
Obr. 13 3D modely jednotlivých sestav	34
Obr. 14 Kryogenní cela s vyznačením jednotlivých podsestav	35
Obr. 15 Schéma zástavbového prostoru v komoře mikroskopu	36
Obr. 16 Termoska	37
Obr. 17 Termoska – stanovené pořadí svarů	39
Obr. 18 Tepelný výměník	40
Obr. 19 Průřez tepelných výměníkem	41
Obr. 20 Vakuové tvrdé pájení – spojení kapiláry s měděnou koncovkou	42
Obr. 21 Spojení tepelného výměníku s kapilárami měkkým pájením	42
Obr. 22 Zobrazení spoje koncovek kapilár	43
Obr. 23 Jímka vzorku	44
Obr. 24 Víko cely	45
Obr. 25 Čerpací ventil	47
Obr. 26 Čerpací ventil – tvrdé pájení plamenem	48
Obr. 27 Spojení koncovky ventilu s vlnovcem měkkým pájením	49
Obr. 28 LN ₂ průchodka	50
Obr. 29 LN ₂ průchodka – pořadí svarů	51
Obr. 30 Tepelné toky v ustáleném stavu	53
Obr. 31 Odvod tepla ze vzorku	55
Obr. 32 Diagram pro určení koeficientu stability A	64
Obr. 33 Experimentální sestava s připojenou LN ₂ Dewarovou nádobou	67
Obr. 34 Záznam teplot při prochlazování cely ve vakuu	68
Obr. 35 Záznam teplot při testu v GN ₂ (400 Pa)	69

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Základní parametry a požadavky na chlazení vzorku	18
Tab. 2 Chemické složení korozivzdorné oceli 1.4301	19
Tab. 3 Chemické složení oceli 1.2210	19
Tab. 4 Chemické složení mosazi 2.0402	19
Tab. 5 Chemické složení slitiny 3.1325	20
Tab. 6 Konstanty N ₂ při tlaku 100 kPa	22
Tab. 7 Pájka pro měkké pájení	30
Tab. 8 Pájky pro vakuové pájení	32
Tab. 9 Pájky pro tvrdé pájení na vzduchu	33
Tab. 10 Kusovník kryogenní cely	35
Tab. 11 Kusovník termosky s označením jednotlivých komponent	38
Tab. 12 Kusovník ventilu vakuového pláště	38
Tab. 13 Kusovník tepelného výměníku	40
Tab. 14 Základní parametry jímky vzorku	44
Tab. 15 Kusovník víka cely	46
Tab. 16 Kusovník čerpacího ventilu	48
Tab. 17 Kusovník LN ₂ průchodky s označením jednotlivých komponent	51
Tab. 18 Parazitní tepelné toky zatěžující dílčí podsestavy kryogenní cely	53
Tab. 19 Parazitní tepelné toky ke vzorku	54
Tab. 20 Výpočet parazitních tepelných toků zářením na vzorek	54
Tab. 21 Výpočet teplotního rozdílu na vzorku	55
Tab. 22 Výpočet teplotního spádu na vzorku	56
Tab. 23 Parametry výpočtu tepelného toku Q_{JV} k jímce vzorku	56
Tab. 24 Dílčí tepelné toky na nízkoteplotní části termosky	57
Tab. 25 Parametry výpočtu dílčích tepelných toků na studené části termosky	57
Tab. 26 Celková tepelná zátěž víka cely	57
Tab. 27 Parametry výpočtu tepelného toku zářením Q_{IV} na víko cely	58
Tab. 28 Vstupní hodnoty pro výpočet tepelného toku z proudícího plynu	58
Tab. 29 Vstupní parametry a výsledky výpočtu tepelného výměníku	61
Tab. 30 Výchozí parametry pro návrh topného elementu	65

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1	Tabulka parametrů výsledky pro variantu A
Příloha 2	Tabulka parametrů výsledky pro variantu B

SEZNAM VÝKRESŮ

Kryogenní cela	KC-00
Termoska	KC-01-00
Tepelný výměník	KC-02-00
Jímka	KC-03-00
Víko cely	KC-04-00
Čerpací ventil	CV-01-00
LN ₂ průchodka	N2T2-00

Příloha 1: Tabulka parametrů výsledky pro variantu A

	D mm	d mm	L m	T_1 K	m g/s	ρ_d kg/m ³	u_d m/s	λ_0 1	ξ 1	Δp_t kPa	Δp_z kPa
Z přepouštěče do komínku		10	0,01	77	0,16026	807,7	0,00	0,05	0	1,29E-07	0,00E+00
Zúžení v komínku	10	2,85	0,213	77	0,16026	807,7	0,03	0,05	0,46	1,46E-03	1,80E-04
Z komínku do kapiláry uvnitř cely	2,85	1,2	0,5	77	0,16026	807,7	0,18	0,05	0,42	2,59E-01	5,22E-03
Vstup do termosky 1 (90° ohyb)		1,2	0,007	77	0,16026	807,7	0,18	0,05	0,1	3,63E-03	1,24E-03
Vstup do termosky 2 (90° ohyb)		1,2	0,016	77	0,16026	807,7	0,18	0,05	0,1	8,29E-03	1,24E-03
Vstup do výměníku (90° ohyb)		1,2	0,005	77	0,16026	807,7	0,18	0,05	0,1	2,59E-03	1,24E-03
Výstup z výměníku (90° ohyb)		1,2	0,005	83	0,16026	4,203	33,71	0,05	0,1	4,98E-01	2,39E-01
Výstup z termosky 1 (90° ohyb)		1,2	0,004	83	0,16026	4,203	33,71	0,05	0,1	3,98E-01	2,39E-01
Výstup z termosky 2 (90° ohyb)		1,2	0,007	83	0,16026	4,203	33,71	0,05	0,1	6,97E-01	2,39E-01
Z kapiláry uvnitř cely do komínku (rozšíření)	1,2	2,85	0,5	83	0,16026	4,203	33,71	0,05	0,42	4,98E+01	1,62E+00
V LN ₂ průchodce		2,85	0,213	83	0,16026	4,203	5,98	0,05	0,42	2,81E-01	2,39E+00
Σ										5,19E+01	4,73E+00

Příloha 2: Tabulka parametrů výsledky pro variantu B

	D	d	L	T_1	m	ρ_d	u_d	λ_0	ξ	Δp_t	Δp_z
	mm	mm	m	K	g/s	kg/m ³	m/s	1	1	kPa	kPa
Z přepouštěče do komínku		10	0,01	77	0,00505	807,7	0,00	16,2254	0	4,15E-08	0,00E+00
Zúžení v komínku	10	2,85	0,213	77	0,00505	807,7	0,00	4,62423	0,46	1,34E-04	1,78E-07
Z komínku do kapiláry uvnitř cely	2,85	1,2	0,5	77	0,00505	807,7	0,01	1,94704	0,42	1,00E-02	5,18E-06
Vstup do termosky 1 (90° ohyb)		1,2	0,007	77	0,00505	807,7	0,01	1,94704	0,1	1,40E-04	1,23E-06
Vstup do termosky 2 (90° ohyb)		1,2	0,016	77	0,00505	807,7	0,01	1,94704	0,1	3,20E-04	1,23E-06
Vstup do výměníku (90° ohyb)		1,2	0,005	77	0,00505	807,7	0,01	1,94704	0,1	1,00E-04	1,23E-06
Výstup z výměníku (90° ohyb)		1,2	0,005	77	0,00505	4,556	0,98	0,06495	0,1	5,92E-04	2,19E-04
Výstup z termosky 1 (90° ohyb)		1,2	0,004	77	0,00505	4,556	0,98	0,06495	0,1	4,73E-04	2,19E-04
Výstup z termosky 2 (90° ohyb)		1,2	0,007	77	0,00505	4,556	0,98	0,06495	0,1	8,28E-04	2,19E-04
Z kapiláry uvnitř cely do komínku (rozšíření)	1,2	2,85	0,5	77	0,00505	4,556	0,17	0,15426	0,42	1,86E-03	2,89E-05
V LN ₂ průchodce		2,85	0,213	77	0,00505	4,556	0,17	0,15426	0,42	7,92E-04	2,89E-05
Σ										1,52E-02	7,23E-04