



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV AUTOMATIZACE A MĚŘICÍ TECHNIKY

DEPARTMENT OF CONTROL AND INSTRUMENTATION

## ZAŘÍZENÍ NA VÝROBU KRYSTALŮ

EQUIPMENT FOR THE PRODUCTION OF CRYSTALS

### BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ondřej Kališ

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Václav Kaczmarczyk, Ph.D.

BRNO 2025



# Bakalářská práce

bakalářský studijní program **Automatizační a měřicí technika**

Ústav automatizace a měřicí techniky

**Student:** Ondřej Kališ

**ID:** 247388

**Ročník:** 3

**Akademický rok:** 2024/25

**NÁZEV TÉMATU:**

## Zařízení na výrobu krystalů

### POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

1. Seznamte se a vysvětlete teorii vzniku krystalů, jejich členění, charakteristických vlastností a způsobů využití.
2. Proveďte rešerši metod a prostředků pro výrobu krystalů.
3. Popište metodu vhodnou pro využití v jednoduchém zařízení pro tvorbu krystalů.
4. Navrhněte princip zařízení pro automaticky řízenou tvorbu krystalů.
5. Realizujte a otestujte toto zařízení.

### DOPORUČENÁ LITERATURA:

Ivo Kraus, Jaroslav Fiala: Krystalografie, ČVUT v Praze, 2021, ISBN 9788001068687

Dle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 10.2.2025

**Termín odevzdání:** 28.5.2025

**Vedoucí práce:** doc. Ing. Václav Kaczmarczyk, Ph.D.

**Ing. Miroslav Jirgl, Ph.D.**  
předseda rady studijního programu

### UPOZORNĚNÍ:

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

## **Abstrakt**

Práce se zabývá návrhem zařízení na výrobu krystalů. K tomu byla popsána teorie vzniku krystalů, provedena rešerše metod výroby krystalů a vybraná metoda byla adaptována pro použití v zařízeních. Navržená zařízení jsou dvě, odlišují se hlavně počtem automatizovaných částí procesu výroby a tím i složitostí společně s cenou na stavbu. Obě zařízení byla realizována a testována.

## **Klíčová slova**

Krystaly, návrh zařízení, manipulátor, regulace teploty, ESP32-S3, OV2640

## **Abstract**

The thesis deals with the design of an equipment for the production of crystals. For this purpose, the theory of crystal formation was described, research was carried out for methods of crystal production, and the selected method was adapted for use in equipment. There are two designed pieces of equipment, they differ mainly in the number of automated parts of the production process and thus in the complexity together with the price of construction. Both devices were constructed and tested.

## **Keywords**

Crystals, equipment design, manipulator, temperature regulation, ESP32-S3, OV2640

## **Bibliografická citace**

KALIŠ, Ondřej. *Zařízení na výrobu krystalů*. Bakalářská práce. Václav  
KACZMARCZYK (vedoucí práce). Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta  
elektrotechniky a komunikačních technologií, 2025.

## Prohlášení autora o původnosti díla

<b>Jméno a příjmení studenta:</b>	<b>Ondřej Kališ</b>
<b>VUT ID studenta:</b>	<b>247388</b>
<b>Typ práce:</b>	<i>Bakalářská práce</i>
<b>Akademický rok:</b>	<i>2024/25</i>
<b>Téma závěrečné práce:</b>	<i>Zařízení na výrobu krystalů</i>

Prohlašuji, že svou závěrečnou práci jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucí/ho závěrečné práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené závěrečné práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této závěrečné práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne: 28.5.2025

-----  
podpis autora

## **Poděkování**

Rád bych poděkoval svému vedoucímu bakalářské práce panu docentu Václavovi Kaczmarczykovi za odborné vedení, konzultace a podnětné připomínky k práci.

V Brně dne: 28.5.2025

-----  
podpis autora

# Obsah

ÚVOD.....	11
<b>1. TEORIE KRYSTALŮ.....</b>	<b>12</b>
1.1 KRYSTALOGRAFIE.....	12
1.2 RŮST KRYSTALŮ.....	13
1.2.1 Mechanismy růstu.....	14
<b>2. METODY VÝROBY KRYSTALŮ.....</b>	<b>17</b>
2.1 VÝROBA Z TAVENINY.....	17
2.1.1 Czochralského metoda [7].....	17
2.1.2 Verneuilho metoda [8].....	18
2.2 VÝROBA Z VÝPARŮ.....	19
2.2.1 PVD [10].....	19
2.2.2 CVD [10].....	20
2.3 VÝROBA Z ROZTOKU.....	21
2.3.1 Hydrotermální metoda [4].....	21
2.3.2 Vypařování roztoku.....	22
2.3.3 Ochlazování roztoku.....	22
2.3.4 Způsoby získávání a ukotvení zárodku.....	23
<b>3. JEDNODUCHÉ ZAŘÍZENÍ NA VÝROBU KRYSTALŮ.....</b>	<b>25</b>
3.1 VOLBA METODY VÝROBY KRYSTALŮ.....	25
3.2 REGULACE TEPLoty.....	26
3.2.1 DIY klimatická komora [17].....	26
3.2.2 Komerční klimatická komora [18].....	27
3.2.3 Aktivně vyhřívaná komora 3D tiskárny.....	27
3.2.4 Holdenův krystalizátor [19].....	27
3.2.5 Vlastní řešení.....	28
3.3 TEORETICKÝ NÁVRH.....	29
3.3.1 Výpočet izolace.....	30
3.4 REALIZACE ZAŘÍZENÍ.....	31
3.4.1 Komora.....	31
3.4.2 Nádoby a míchání.....	32
3.4.3 Připevnění žárovky.....	33
3.4.4 Elektrické zapojení.....	33
3.4.5 Program pro ESP.....	34
3.4.6 Program pro Arduino.....	36
3.5 TESTOVÁNÍ.....	38
3.5.1 Kalibrace snímačů.....	38
3.5.2 Ladění regulátoru.....	38
3.5.3 Homogenita teploty.....	39
3.5.4 Růst krystalů.....	40
<b>4. AUTOMATIZOVANÉ ZAŘÍZENÍ NA VÝROBU KRYSTALŮ.....</b>	<b>42</b>
4.1 NÁVRH.....	42
4.1.1 Manipulátor.....	42

4.1.2	<i>Teplotní regulace</i> .....	44
4.1.3	<i>Nádrž na roztok</i> .....	44
4.2	KONSTRUKCE .....	45
4.2.1	<i>Komora</i> .....	45
4.2.2	<i>Manipulátor</i> .....	45
4.2.3	<i>Růstové nádoby</i> .....	46
4.2.4	<i>Nádrž a míchání roztoku</i> .....	47
4.3	ELEKTRICKÉ ZAPOJENÍ .....	48
4.3.1	<i>Rozvaděč</i> .....	48
4.3.2	<i>Hlavice</i> .....	49
4.4	PROGRAM .....	50
4.4.1	<i>Regulace teploty</i> .....	50
4.4.2	<i>Instrukční soubor</i> .....	51
4.4.3	<i>Webové rozhraní</i> .....	53
4.4.4	<i>REST API</i> .....	53
4.4.5	<i>Kamera</i> .....	54
4.5	TESTOVÁNÍ .....	54
4.5.1	<i>Růst krystalů</i> .....	55
4.5.2	<i>Analýza průběhů</i> .....	56
4.5.3	<i>Snímání růstu</i> .....	56
	<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>58</b>
	<b>LITERATURA</b> .....	<b>59</b>
	<b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK</b> .....	<b>61</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH</b> .....	<b>62</b>
	<b>PŘÍLOHA A - JEDNODUCHÉ ZAŘÍZENÍ</b> .....	<b>63</b>
A.1	<i>NÁKRES ŘEZŮ XPS NA KOMORU</i> .....	63
A.2	<i>ELEKTRICKÉ SCHÉMA</i> .....	64
A.3	<i>RUŠENÍ OD SNIŽUJÍCÍHO MĚNIČE</i> .....	65
	<b>PŘÍLOHA B - AUTOMATIZOVANÉ ZAŘÍZENÍ</b> .....	<b>66</b>
B.1	<i>ELEKTRICKÉ SCHÉMA</i> .....	66
B.2	<i>FOTOGRAFIE ROZVADĚČ</i> .....	69
B.3	<i>FOTOGRAFIE KOMORA A MANIPULÁTOR</i> .....	73
B.4	<i>PRŮBĚH RŮSTU</i> .....	77
	<b>PŘÍLOHA C - OBSAH ELEKTRONICKÉ PŘÍLOHY</b> .....	<b>78</b>

# Seznam obrázků

1.1	Uspořádání molekul křemene: (a) dvojice molekul, (b) elementární buňka, (c) vnější tvar krystalů [3].....	12
1.2	Znázornění růstu krystalu s kubickou elementární buňkou [3].....	13
1.3	Diagram rychlosti růstu krystalů R v závislosti na hnací síle [4].....	15
1.4	Příklady krystalů: vlevo – nálevkovitý krystal bismutu [6], vpravo – porézni kámen s polykrystalem modré skalice .....	16
2.1	Schéma Czochralského metody [7].....	17
2.2	Vlevo schéma Verneuilho metody, vpravo malá rubínová boule [8] .....	18
2.3	Krystalky ledu na větvi – příklad růstu krystalů z výparů .....	19
2.4	Schématické znázornění použití hydrotermální metody .....	22
2.5	Rozpustnost různých solí ve vodě [14] .....	23
3.1	(a) zhotovená komora s popisky, (b) diagram proudění vzduchu v komoře [17] .....	26
3.2	Holdenův krystalizátor: (1) růstová nádoba, (2) utěsněné víko nádoby, (3) míchadlo, (4) ohřívač, (5) teplotní regulátor, (6) vodní lázeň, (7) držák krystalu, (8) roztok, (9) vodní těsnění. [19].....	28
3.3	Technologické schéma jednoduchého zařízení na výrobu krystalů .....	29
3.4	Vlevo – Komora s víkem; vpravo – míchač .....	33
3.5	Popis teplotního profilu s parametry jako v kódu.....	36
3.6	Snímek termokamerou zachycující zahřátou komoru.....	39
3.7	Průběh teplot během růstu.....	41
3.8	Vlevo – zárodečné krystaly; vpravo – výsledné krystaly .....	41
4.1	Model zařízení bez komory a nádrže .....	43
4.2	Systém nádrže v rozloženém stavu.....	47
4.3	Zjednodušené regulační schéma.....	51
4.4	Výsledný krystal .....	55
4.5	Vylepšená scéna.....	57

## Seznam tabulek

3.1	Odhad tepelných kapacit uvnitř komory.....	31
3.2	Srovnání poklesu teplot v komoře pro různé nastavení ventilátorů .....	40

# ÚVOD

Krystaly jsou nejen fascinující svým vzhledem ale i užitečné. Potřeba čistých monokrystalů pro využití při výrobě elektronických součástek, jako integrované obvody, lasery a oscilátory, ale i v optice, vedla k rozvoji mnoha metod výroby krystalů z široké škály materiálů.

Zařízení navržená v rámci této práce se zaměřují na výrobu krystalů solí hlavně pro dekorativní účely. Jelikož krystaly rostou pomalu a není možné tento proces výrazně zrychlit, je v návrhu brán zvláštní zřetel na snadnou rozšiřitelnost řešení.

První navržené zařízení, označováno jako jednoduché, je konstrukčně nenáročnou teplotní komorou přizpůsobenou pro růst krystalů, na které byly otestovány koncepty přejeté z literatury a vlastní myšlenky. Výroba tohoto zařízení je detailně popsána.

Druhé navržené zařízení navazuje na poznatky z testování jednoduchého zařízení a rozšiřuje je o automatizaci úkonů v průběhu růstu krystalů, a monitorování, podle nichž je označováno jako automatizované zařízení. Vzhledem k rozsahu práce není výroba tohoto zařízení popsána dopodrobna. Zařízení je ovládáno pomocí praktického webového rozhraní, popřípadě může být ovládáno pomocí REST API z jiného systému.

Bakalářská práce je dělena do čtyř kapitol. V kapitole 1 je základní vybraná teorie o krystalech se zvláštním zaměřením na jejich vznik. Kapitola 2 popisuje praktické metody výroby krystalů. Návrh, realizace a testování jednoduchého zařízení jsou v kapitole 3. Kapitola 4 je o návrhu, realizaci a testování automatizovaného zařízení.

# 1. TEORIE KRYSTALŮ

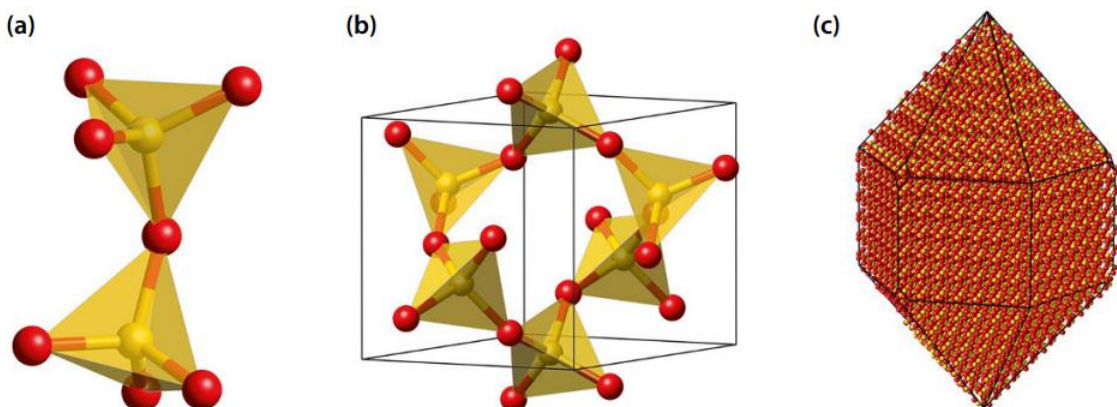
Krystalické látky se při přechodu do pevného skupenství skládají do pravidelných tvarů, v ideálním případě monokrystalů, ale reálně dochází k chybám při skládání do mřížky a vzniká více různě orientovaných zrn, tedy polykrystalu. Opakem ke krystalickým látkám jsou látky amorfní, které nemají pravidelnou strukturu, např. sklo.[1]

Typické pro krystalické látky jsou anizotropní vlastnosti (v různých směrech jsou vlastnosti různé) a jednoznačná teplota tání daná teplotou, při které kinetická energie atomů v mřížce překoná sílu vazeb. Naopak amorfní látky jsou kvůli náhodné struktuře izotropní a mají nejednoznačnou teplotu tání, jelikož jsou tyto látky drženy v pevném skupenství různě silnými vazbami a ty se rozpadají při různých teplotách. Tento jev se nazývá skelný přechod [2].[1]

## 1.1 Krystalografie

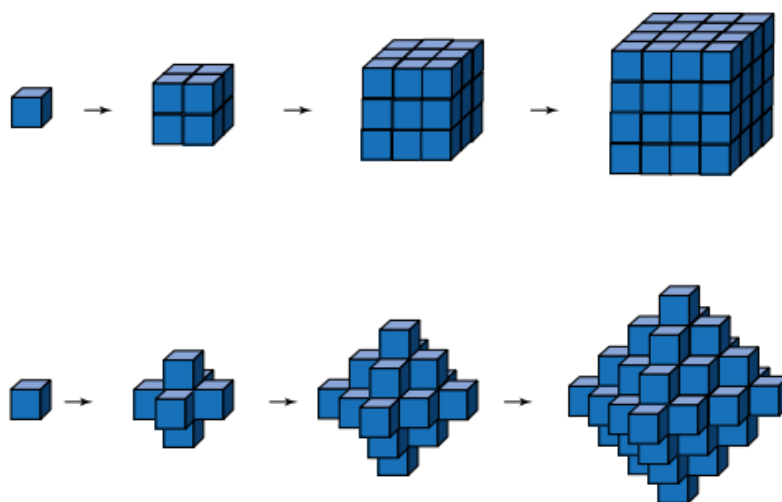
Vědní obor zabývající se studiem krystalů se nazývá krystalografie. Zabývá se souvislostmi mezi tvarem, složením a vlastnostmi krystalických struktur, růstem a rozpouštěním krystalů, při čemž navazuje na mnoho oblastí fyziky. Pokroky v oblasti výroby polovodičů jsou spjaty s aplikací teorie o krystalech. Dále pak syntetické drahokamy a polodrahokamy, umožňují poměrně levnou sériovou výrobu elektronických součástek, jako lasery a krystalové oscilátory. [1]

Jedním z důležitých principů krystalografie je, že mezi stěnami monokrystalu téhož materiálu se vždy nachází stejný úhel, který je dán uspořádáním atomů či molekul do krystalové mřížky. Jedná se o vnější projev vnitřní struktury krystalu, který není na první pohled zřejmý. Vezmeme si jako příklad křemen na obrázku 1.1, tvar molekul křemene  $\text{SiO}_4$  je čtyřstěn, ale při vzniku má tvar mnohostěnu na obrázku 1.1c, který se skládá z elementárních buněk. [3]



Obrázek 1.1 Uspořádání molekul křemene: (a) dvojice molekul, (b) elementární buňka, (c) vnější tvar krystalů [3]

Ačkoliv se krystal skládá ze stejných elementárních buněk může nabývat různých vnějších tvarů v závislosti na morfologických podmínkách při růstu, jako teplota, tlak a hnací síla. Například NaCl (kuchyňská sůl) má elementární buňku kubickou, ale krystalky soli mohou růst ve tvaru krychle nebo osmistěnu, jak je schematicky znázorněno na obrázku 1.2. V některých případech může i stejná látka mít různé krystalické uspořádání v závislosti na podmínkách ve kterých se formovala, například uhlík se za normálních podmínek skládá do plochých šestiúhelníků s názvem grafen, který má výrazně rozdílné vlastnosti než druhá známá varianta uhlíku, diamant, který se skládá do čtyřstěnů za extrémního tlaku a vysoké teploty. [3]



Obrázek 1.2 Znázornění růstu krystalu s kubickou elementární buňkou [3]

## 1.2 Růst krystalů

Růstem krystalů se rozumí skupenský přechod do pevné fáze, kdy se jednotlivé molekuly či atomy skládají do pravidelných struktur, kam je poháněna hnací síla, která se liší podle typu růstového média. Médium může být tavenina, roztok nebo výpary. Zároveň proces tvorby krystalů zpomaluje uvolňování skupenského tepla. [4]

Z pohledu termodynamiky všechny procesy probíhají tak, že volná energie v uzavřeném systému klesá. Z pohledu molekul jejich vnitřní energie klesne, když se spojí s ostatními molekulami do krystalu a tento energetický rozdíl o velikosti skupenského tepla se uvolní do okolí. Skutečnost že se uspořádávají do přesných geometrických tvarů je způsobena vyšším chemickým potenciálem na povrchu tělesa než uvnitř něj, což je analogické k povrchovému napětí u kapalin, které udržuje povrch kapky minimální, stejně tak molekuly v krystalech „neplývají“ povrchem, když se mají šanci usadit někde, kde povrch nevzroste. Konkrétní mechanismus růstu krystalu závisí na velikosti hnací síly. [4]

Hnací silou je konkrétně  $\Delta\mu = \mu_m - \mu_k$ , tedy rozdíl chemického potenciálu molekul látky mezi růstovým médiem a krystalickou fází, což lze vyjádřit v jednotkách lépe uchopitelných pro člověka podle typu růstového média:

- Tavenina – velikost hnací síly je dána úrovní ochlazení pod teplotu tání a velikostí skupenského tepla. V případě taveniny je možné hnací sílu ovlivňovat dvěma způsoby, změnou teploty taveniny a v některých případech i změnou tlaku, která má vliv na teplotu tání

$$\Delta\mu = L \frac{T_t - T}{T_t}, \quad (1.1)$$

kde  $L$  je skupenské teplo tání. [4]

- Výpary – to co pohání desublimaci je parciální tlak dané látky  $p$ , který je nad tlakem nasycení výparů  $p_s$  neboli úroveň přesycení  $\sigma = \frac{p - p_s}{p_s}$ , která lze zvýšit ochlazením výparů. Chemický potenciál je pak

$$\Delta\mu = k_B T \log\left(\frac{p}{p_s}\right) = k_B T \ln(1 + \sigma) \approx k_B T \sigma \quad (1.2)$$

pro malé hodnoty přesycení, kde  $k_B$  je Boltzmannova konstanta. [4]

- Roztok – hnací silou je zde koncentrace rozpuštěné látky  $C$  nad koncentrací nasyceného roztoku  $C_s$ , která lze zvýšit např. ochlazením roztoku, nebo odstraněním rozpouštědla. Konkrétně je

$$\Delta\mu = k_B T \log\left(\frac{C}{C_s}\right) = k_B T \ln(1 + \sigma) \approx k_B T \sigma. \quad [4] \quad (1.3)$$

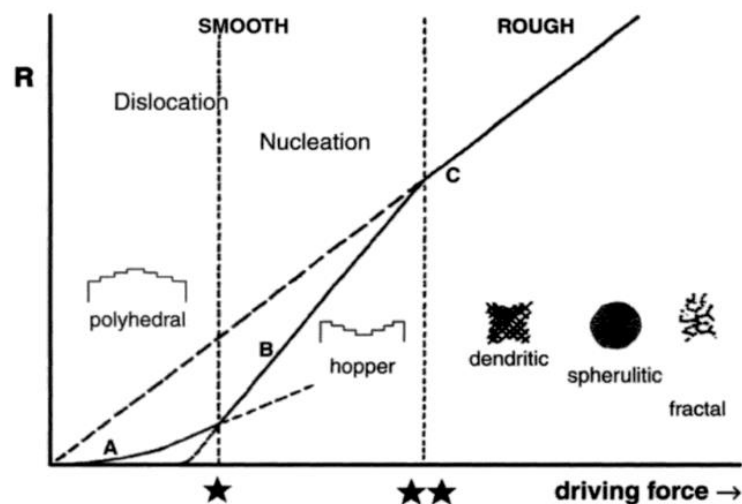
### 1.2.1 Mechanismy růstu

V této podkapitole je popsáno, jaký má hnací síla vliv na způsob, jakým krystaly rostou i s typickými příklady, se kterými se člověk může setkat. Jako hlavní rozcestník při popisu chování růstu poslouží obrázek 1.3.

Každý krystal svůj růst začíná z tzv. nukleačních bodů, které mohou být například na povrchu materiálu s podobnou velikostí krystalové mřížky, popřípadě to mohou být i částice prachu. K nukleaci může dojít i na povrchu hrubého porézního materiálu, jak je vidět na obrázku 1.4 vpravo. Když nejsou v daném prostředí přítomny žádné takové látky, k růstu nedochází, dokud hnací síla nepřeroste úroveň, při které dojde ke spontánní krystalizaci. Příkladem takové spontánní krystalizace je vznik sněžných vloček, kdy vznik miniaturních krystalků ledu následuje dendritický růst (vlivem velké hnací síly), který dává vločkám jejich zubatý tvar.

Velikost hnací síly při růstu krystalu má vliv na jeho morfologii. Při malé hnací síle roste krystal ve tvaru mnohostěnu rovnoměrně, což je způsobeno poměrně rovnoměrným rozložením hnací síly v okolí povrchu krystalu. Při rychlejším působení hnací síly nedochází k dostatečnému samovolnému promíchání média a krystal roste rychleji u hran než uprostřed stěn, což se projevuje nálevkovitým tvarem krystalů. Obzvlášť zřetelný je

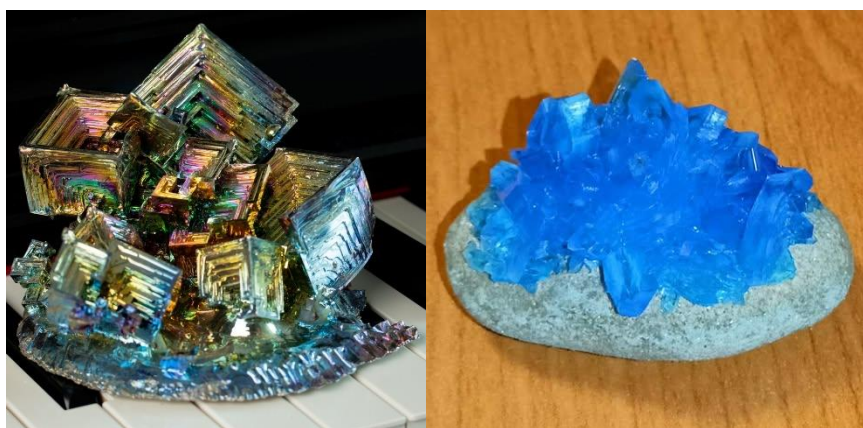
tento jev u krystalů bismutu, viz obrázek 1.4 vlevo. Při ještě větších hnacích silách dochází k nárazovému růstu hrubých krystalů, jmenovitě pak dendritických (stromečkovitých/jehlicovitých), sferulitických (vysoce porézní kulovitých) a fraktálních (šupinovitých) struktur. Typicky k takovému růstu dochází, když se médium ochladí rychleji než krystal při růstu zahřátý skupenským teplem, což umožňuje následný rychlý růst hrubého krystalu, často jehlicovitého, jelikož ve větší vzdálenosti od krystalu v nepromíchaném médiu je hnací síla větší než poblíž povrchu krystalu a dojde k řetězové reakci. Tímto způsobem vznikají špičaté krystaly ledu doprovázející zamrzání povrchu vodní hladiny. [1][4]



Obrázek 1.3 Diagram rychlosti růstu krystalů  $R$  v závislosti na hnací síle [4]

Při růstu dochází ke vzniku dislokací, tedy chybám v pravidelnosti krystalu. Četnost dislokací je do určité míry ovlivněná rychlostí růstu krystalu. Mezi obvyklé dislokace patří volné místo, kdy na místě v krystalu kde by měla být molekula, nic není. Tato dislokace nemá výrazné projevy, které by narušovaly strukturu krystalu. Další častá dislokace je vložená polovína, která, jak bylo v polovině 20. století zjištěno, dává kovům tvářitelnost tedy možnost být trvale (plasticky) deformován, aniž by došlo k porušení krystalické struktury materiálu. Tento jev byl na makroskopické úrovni demonstrován na bublinách v [5]. [4]

V souhrnu pro kontrolovaný růst monokrystalů je nutné ovládat na čem krystal začíná růst, udržovat přiměřeně malou hnací sílu, aby nedocházelo ke vzniku velkého množství dislokací, dále pak udržovat hnací sílu v růstovém médiu co možná nejvíce rovnoměrnou. Toho můžeme dosáhnout mícháním média nebo se můžeme spolehnout na samovolnou difúzi za předpokladu, že růst probíhá dostatečně pomalu.



Obrázek 1.4 Příklady krystalů: vlevo – nálevkovitý krystal bismutu [6], vpravo – porézní kámen s polykrystalem modré skalice

## 2. METODY VÝROBY KRYSTALŮ

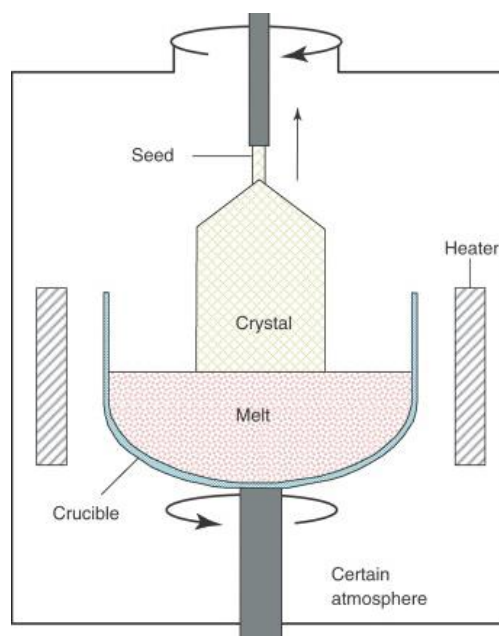
V průmyslové výrobě i laboratořích je z mnoha důvodů potřeba vyrábět krystaly. K tomu slouží různé metody, které se liší v typu růstového média, materiálech, co lze danou metodou produkovat, rychlostech a použití vyprodukovaných krystalů.

### 2.1 Výroba z taveniny

#### 2.1.1 Czochralského metoda [7]

Czochralského metoda (v literatuře označovaná *Cz*) je využívána k velkoobjemovému růstu monokrystalů polovodičů (typicky křemík, germanium, arsenid galitý) v podobě boulí. Princip této metody je znázorněn na obrázku 2.1.

Na tyči je připevněn zárodek (*seed*) s vhodně zvolenou orientací. Začne se jeho ponořením do taveniny tvořené velmi čistým kovem (může obsahovat i dopanty) a následným tažením vzhůru současně s rotací, přičemž dochází k tuhnutí taveniny na zárodku, který se zpočátku tahá pomaleji a vytahovaný monokrystal se tak rozšiřuje, dokud nedosáhne žádané šířky. Následně se udržuje požadovaná šířka regulací rychlosti tahání a zahříváním taveniny. Během celého procesu se otáčí tyč s krystalem a kelímek s taveninou v protisměru, což je klíčem k bezdislokačnímu růstu monokrystalu.



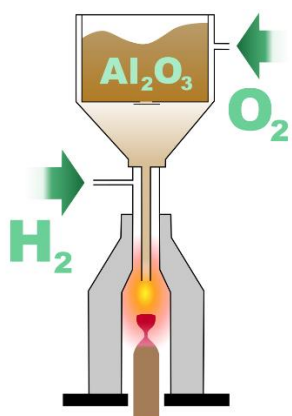
Obrázek 2.1 Schéma Czochralského metody [7]

V dnešní době se používají různé modifikace této metody, které umožňují její použití pro náročnější materiály, např. LEC (*Liquid-encapsulated Cz*), při které je tavenina a vytahovaný krystal pokryt tekutou látkou. Ta brání těkavým látkám ve vypařování z krystalu při vysokých teplotách, které jsou pro tento proces nutné.

### 2.1.2 Verneuilho metoda [8]

Verneuilho (*Verneuil*) metoda se používá k výrobě syntetických drahokamů, primárně pro optické účely, z oxidu hlinitého spolu s malým množstvím oxidů kovů, které dávají drahokamům jejich barvu. Princip je znázorněn na obrázku 2.2 vlevo.

Popis si uvedeme na příkladu rubínu. V násypce se nachází oxid hlinitý s určitou příměsí oxidů chromu v podobě velmi jemného prášku. Do násypky je vháněn kyslík, který sebou bere trochu prášku a pokračuje ke konci hořáku, kde spolu s vodíkem shoří velmi horkým plamenem. To způsobí, že se prášek roztaví na miniaturní kapičky, které dopadnou na podporu se zárodečným krystalem orientovaným požadovaným způsobem a za působení žáru od kyslíko-vodíkového plamene ztuhnou na tomto zárodku. Pro tuto metodu není nutné použít zárodek a v takovém případě dopadají kapičky na podporu, kde se čeká na spontánní vznik krystalu, není pak ale jisté, jaká bude orientace krystalu. Nevýhodou této metody jsou bublinky kyslíku uvnitř krystalu a poměrně velké množství dislokací.



Obrázek 2.2 Vlevo schéma Verneuilho metody, vpravo malá rubínová boule [8]

## 2.2 Výroba z výparů

Metody výroby krystalů z výparů (*vapor*) jsou primárně zaměřeny na tvorbu tenkých vrstev na substrátu (materiál na kterém roste krystalická vrstva), což je souhrnně označováno pojmem epitaxe. Ačkoliv existují i metody epitaxe s pevným a kapalným skupenstvím v rámci této práce se jimi nebudeme zabývat. Následující podkapitoly popisují dvě skupiny metod epitaxe, které mají své uplatnění ve výrobě polovodičových součástek a patří mezi metody používané při fotolitografii, přičemž tloušťka vrstvy může být i jenom jedna vrstva částic. [9]

Výroba tenkých vrstev na substrátu jiného materiálu (tzv. heteroepitaxe) se potýká se dvěma fyzikálně limitujícími problémy. Různá teplotní roztažnost látek může při přechodu z teploty během výroby na teplotu normální způsobit pnutí, které zapříčiní popraskání nebo až odpadnutí vrstvy. Tento problém lze např. do určité míry potlačit výrobou při teplotě blízké normální, nebo přidáním mezivrstvy s teplotní roztažností mezi substrátem a materiálem žádané vrstvy. Druhým problémem je kompatibilita materiálů substrátu a vrstvy z hlediska nesouladu mezi velikostmi krystalových mřížek, což limituje, jaké materiály mohou být na sebe vrstveny, popřípadě jak moc je kompromitována kvalita vrstvy. Účinným řešením je přidání mezivrstvy z materiálu s rozměrem krystalové mřížky někde mezi oběma vrstvami. [9]



Obrázek 2.3 Krystalky ledu na větvi – příklad růstu krystalů z výparů

### 2.2.1 PVD [10]

Fyzikální depozice z plynné fáze (*physical vapor deposition*) je široká skupina metod, které jsou založené na společném principu. Jeho základem jsou tři části – tvorba výparů z pevné látky, transport k substrátu a desublimace na substrát. Důležité pro správný průběh těchto metod je velmi dobré vakuum uvnitř aparátu ( $10^{-4}$  Pa a lepší).

Vypařování látek může být způsobeno zahříváním materiálu, vyražením atomů ionty (*sputtering*) nebo laserem.

Transport probíhá samovolně jako proud molekul (*molecular beam epitaxy*) nebo s nosným inertním plynem.

Desublimace na povrch substrátu je poháněna rychlým ochlazením výparů o substrát, a tedy dojde k přesycení, následně kondenzaci na povrchu a ztuhnutím do krystalové mřížky v orientaci odpovídající orientaci substrátu.

Tento proces lze demonstrovat na jednoduchém příkladu s vodou. Vodou nasycený vzduch (nosné médium) z našich plic je vytlačován (transport) a při kontaktu se studeným sklem (substrát) kondenzuje, a když je sklo dostatečně studené, vznikne tenká vrstva ledu (krystal). Jelikož je zde velký nesoulad na molekulární úrovni (amorfní sklo a krystalky ledu), vazby jsou velmi slabé a je možné tuto epitaxiálně vyrostlou vrstvu ledu snadno oddělit, například škrabkou z plastu, která by sama o sobě sklo ani led nepoškodila.

Materiály, pro které jsou tyto metody vhodné, jsou kovy (i ušlechtilé), elementární, kompozitní a organické polovodiče, oxidy kovů.

### 2.2.2 CVD [10]

Chemická depozice z plynné fáze (*chemical vapor deposition*) je hojně využívána, jelikož umožňuje materiálům, které není možné nebo snadné vypařit, se vytvořit až přímo na substrátu. Typicky jsou použity dva reaktanty v plynném skupenství, které společně z kondenzují a reagují na substrátu za vzniku vrstvy žádaného materiálu a vedlejších produktů, které jsou odčerpány vakuovou vývěvou. V porovnání s PVD má CVD výhody, jako jsou nízké požadavky na zahřívání a všeobecně jednodušší vypařování. Nevýhodou je horší kontrola nad tvorbou vrstvy.

Příklad takové reakce je depozice arsenidu galitého reakcí trimethylu galitého a arsenu



přičemž vznikne plynný methan. Konkrétně se jedná o proces MOCVD (*Metalorganic CVD*), který je využíván právě pro reakci při nízkých teplotách.

## 2.3 Výroba z roztoku

Pokud je možné pevnou látku rozpustit v rozpouštědle je v podstatné většině případu možné z ní vytvořit krystal. Nejčastěji se jako rozpouštědlo používá voda.

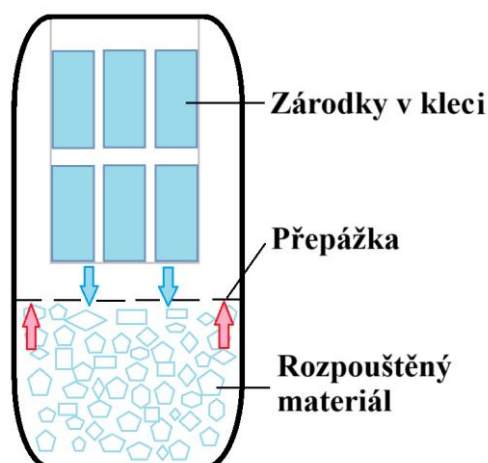
Speciálním případem je *flux method*. kdy se jako rozpouštědlo používá roztavená sloučenina (*flux*), např. kovy nebo soli, a v ní se rozpustí látka, která se následně vysráží jako krystal. Použití této metody je spíše nepraktické a využívá se pro látky, které není možné rozpustit jinak a tavení není možné, nebo vyžaduje příliš vysoké teploty, jelikož kvalita krystalu vyrobeného touto metodou je všeobecně horší než u ostatních metod. Na druhou stranu takto vzniklé krystaly mohou velmi blízce připomínat krystaly vzniklé v zemské kůře, jelikož i ty vznikly mnohdy vysrážením z magmatu[4]. [11]

### 2.3.1 Hydrotermální metoda [4]

Jak název metody naznačuje rozpouštědlem je voda, která je zahřívána v autoklávu. Autokláv konstrukčně připomíná tlakový hrnec a také je využíván k zvýšení teploty varu vody. To co dává použití této metody význam je, že ve vodě je možné při několika stech stupních Celsia rozpustit mnoho různých materiálů, jako například drahokamy a křemen, což jsou i hlavní krystaly touto metodou vyráběné. Prakticky se také jedná o napodobení přirozeného procesu růstu krystalů v geodách a zatopených jeskyních.

Jádrem metody je autokláv, tedy nádoba z kovu (typicky nerezové oceli), jejímž hlavním úkolem je vydržet vysoký tlak, zpravidla až v nižších stovkách barů, čímž jsou dány vysoké požadavky na těsnění při pracovních teplotách. Jelikož některé roztoky mohou být silně korozivní vkládá se dovnitř autoklávu vložka z inertního materiálu, např. teflon. Pro laboratorní účely může být autokláv vybaven průhledem, jinak by nebylo možné sledovat děj probíhající uvnitř autoklávu.

Jelikož k nasycení roztoku dochází až po uzavření a natlakování autoklávu, musí být už v době uzavření přítomen jak rozpouštěný materiál (*nutrient*), tak i zárodečný krystal (*seed*), avšak je zapotřebí, aby se rozpustil jen nutrient. Tento problém se v praxi řeší téměř výhradně teplotním gradientem uvnitř autoklávu, jak je naznačeno na obrázku 2.4. Zahříváním spodní části nádoby dochází ke konvexnímu proudění, které vynáší teplejší nasycený roztok ze spodní části do horní části, kde dojde k ochlazení a tím i přesycení roztoku, což způsobí růst krystalů. Aby proudění nevynášelo do horní části malá zrnka rozpouštěného materiálu, je použita přepážka či filtr.



Obrázek 2.4 Schématické znázornění použití hydrotermální metody

Tato metoda je hlavním způsobem výroby objemových krystalů křemene velmi dobré kvality využívané při výrobě piezoelektrických součástek a krystalových oscilátorů. Jako zárodky se používají desky ze syntetického křemene a rozpouštěným materiálem je přírodní křemen. Praktická ukázka využití této metody je na videu [12] v továrně japonské firmy Atmix.

### 2.3.2 Vypařování roztoku

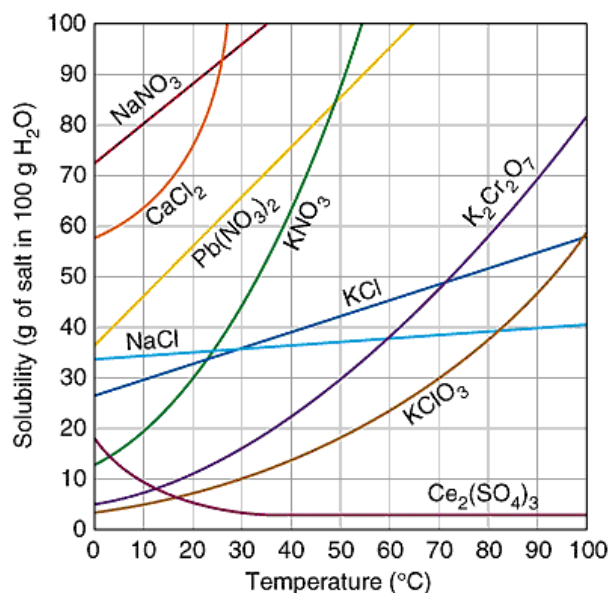
Nejjednodušší metoda výroby krystalů z roztoku je právě vypařováním nasyceného roztoku, čímž dochází k jeho přesycení. Díky principiální jednoduchosti je to metoda hojně užívaná v experimentech na základních a středních školách, ale má své využití i pro tvorbu krystalů z organických makromolekul k rentgenové difrakční analýze, která umožňuje zjistit jejich strukturu, na což stačí i monokrystaly o rozměrech ve zlomcích milimetrů [13]. Výhodou této metody je, že může probíhat při téměř libovolné teplotě a v průběhu růstu krystalů může být snadno nasycený roztok přidáván, což umožňuje růst velkých krystalů i při malé rozpustnosti. Nevýhodou je náročnost řízení rychlosti vypařování.

### 2.3.3 Ochlazování roztoku

Další způsob jak přesycovat roztok, je jeho ochlazování, což se reguluje podstatně lépe než rychlost vypařování.

Jako příklad růstového cyklu je uvedena kamenná sůl  $KCl$ , jejíž rozpustnost v závislosti na teplotě je na obrázku 2.5. Růst začíná zahřátím 100 ml vody na vysokou teplotu, třeba  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ , kdy je možné v ní rozpustit 52 g soli. Po rozpuštění soli je teplota ještě o pár stupňů navýšena, aby spolehlivě nezůstaly v roztoku žádné malé krystalky a až po snížení teploty pod  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  je vložen zárodečný krystal ukotvený jedním ze způsobů zmíněných v následující kapitole a dochází k pomalému řízenému ochlazování, zpočátku pomaleji a až je krystal větší může se ochlazovat o něco rychleji. Až teplota klesne

na teplotu, kdy už není možné ochlazovat dále, ať už se jedná o teplotu okolí při pasivním chlazení nebo o limit chladicího aparátu při aktivním chlazení, je růst u konce a stačí jen vyjmout krystal a otřít z něj zbytky roztoku. V tomto příkladě je uvažováno, že dolní hranice je 20 °C a při té je v nasyceném roztoku rozpuštěno 33 g soli. Pokud při vyjmutí nebyl roztok už přesycen nebo jen lehce přesycen, musí vyrostlý krystal vážit téměř 19 g. V případě, že je požadován větší krystal, je možné proces opakovat a místo zárodečného krystalu se použije již narostlý krystal.



Obrázek 2.5 Rozpustnost různých solí ve vodě [14]

### 2.3.4 Způsoby získávání a ukotvení zárodku

Při růstu monokrystalů je téměř vždy zapotřebí využít zárodečného krystalu, popř. vhodného substrátu, jinak by muselo dojít ke spontánní krystalizaci, což je téměř nemožné použít bez vzniku mnoho různě orientovaných krystalků.

Zárodečný krystal je možné vybrat ze vstupní suroviny v případě, že je ve formě malých krystalků.

Při výrobě křemene hydrotermální metodou jsou zárodky desky vyřezané z velkých monokrystalů dobré kvality [12]. Výhodou je velká růstová plocha a tomu i odpovídající rychle nabývající objem krystalů hned od začátku.

Zárodky lze vyrábět také odpařováním nebo ochlazováním nasyceného roztoku až dojde ke spontánní krystalizaci a růstu malých krystalků na dně nádoby. Tyto krystalky je třeba zavčas vyndat, osušit a najít ty, které mají pravidelný tvar, než začnou srůstat do sebe. [15]

V případě že je požadovaný růst krystalu do všech směrů jako vhodná metoda uchycení se nabízí přivázání krystalů na niť nebo silon a zavěšení doprostřed

roztoku [15]. Nedostatkem tohoto způsobu je, že provázek zůstane uvnitř krystalu a nelze jej vyjmout.

Další možností je upevnění zárodků na plochu např. lepidlem, ale to má za následek omezení tvaru z jedné strany. Oproti zavěšení na provázek je výhodou, že nezůstane nic uvnitř krystalu a je možné to po růstu odříznout či jinak odstranit. Také toto ukotvení dává lepší možnosti otáčení s krystalem pro zajištění homogenního přesycení roztoku za účelem zrychlení růstu bez defektů. Aparát s růstem krystalů na točném se nazývá *rotary crystallizer*. [16]

### 3. JEDNODUCHÉ ZAŘÍZENÍ NA VÝROBU KRYSTALŮ

V této kapitole je rozebrán návrh zařízení od volby použité metody přes rešerši prostředků nutných pro implementaci dané metody až po výslednou realizaci.

Všeobecné cíle návrhu jsou jednoduchá a levná konstrukce, možná rozšiřitelnost řešení a energeticky efektivní provoz. V zařízení je automatizace omezená cenou a jednoduchostí řešení.

#### 3.1 Volba metody výroby krystalů

Při volbě metody jsou hlavní omezující hlediska používaný materiál a využití krystalů. Vyrobené krystaly budou sloužit dekorativním účelům, na což jsou vhodné soli, kvůli jejich pestrobarevnosti a také dobré dostupnosti v dostatečně čisté podobě, jelikož se užívají v mnoha odvětvích. Krystaly solí jsou nenáročné na růst [15] a jsou rozpustné ve vodě i při pokojové teplotě. Díky tomu je jejich výroba poměrně bezpečná.

Po zúžení metod na metody výroby z roztoků je dalším krokem srovnání jednotlivých metod v kapitole 2.3.

Hlavním důvodem pro použití hydrotermální metody je nutnost vysokých teplot k rozpuštění látek ve vodě, což u solí není potřeba. Užitečný by mohl být princip s teplotním rozdílem popsany na obrázku 2.4, jelikož to umožňuje růst velkých krystalů solí s nízkou rozpustností bez nutnosti manipulace s roztokem, avšak udržování teplotního rozdílu v malé nádobě je energeticky neefektivní.

Odpařování vody je dobrá metoda, jelikož stačí udržovat přibližně konstantní teplotu roztoku a regulací relativní vlhkosti je možné ovládat rychlost růstu, má to však i své komplikace. Vysoká relativní vlhkost, nutná pro pomalý růst, vede ke kondenzaci, což nesevřdí mechanickým dílům a elektronice, dále pak samotná regulace vlhkosti je komplikovaná v nehomogenním prostředí a ventilační systém komplikuje regulaci teploty a zvyšuje energetické ztráty. Použití této metody má potenciál při výrobě krystalů ze solí s nízkou změnou rozpustnosti s teplotou, jako např. kuchyňská sůl viz obrázek 2.5.

Ochlazování roztoku umožňuje ovládnutí přesycení roztoku pouhou teplotní regulací, ale komplikace je u solí s nízkou změnou rozpustnosti s teplotou. Aby bylo možné vyrábět velké krystaly i z těchto solí je potřeba opakování mnoha růstových cyklů, což sebou nese zvýšené riziko kontaminace roztoku miniaturními krystalky.

Z porovnání metod vychází nejlépe použitelné ochlazování roztoku, jelikož není těžké se vyvarovat solím, které jsou pro tuto metodu nevhodné a je možné dosáhnout výborné kontroly nad procesem.

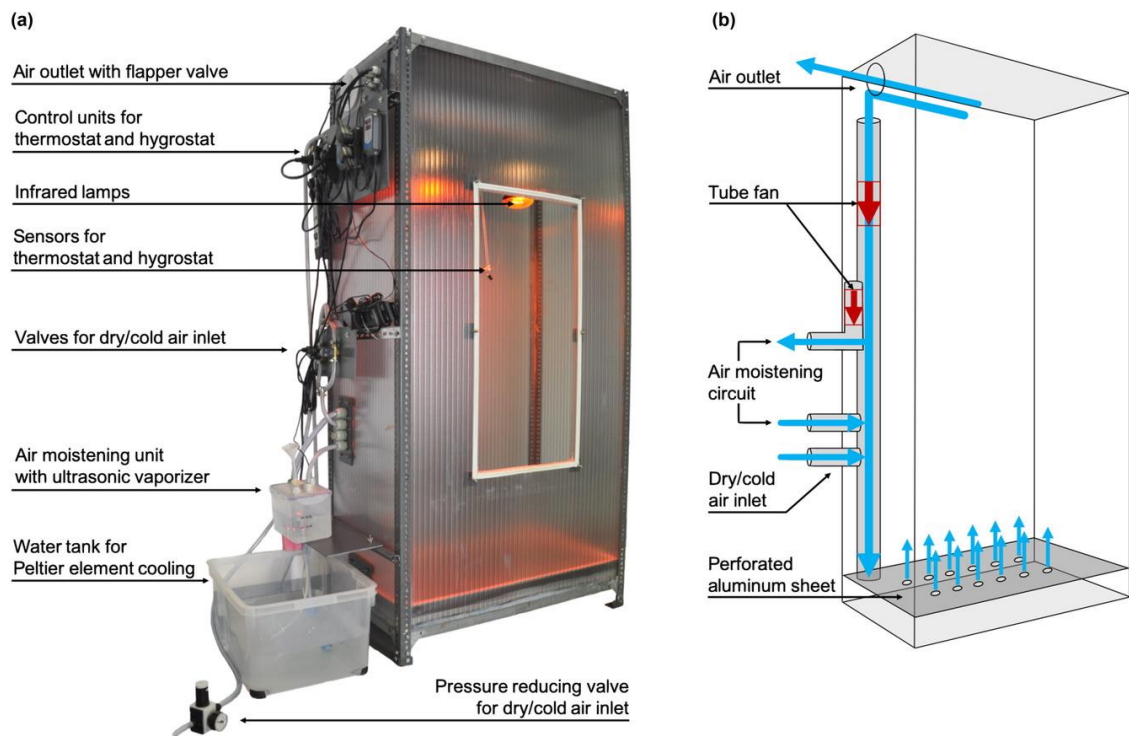
## 3.2 Regulace teploty

Nejdůležitější součástí zařízení využívající vybranou metodu je regulace teploty růstového média, proto jsou v následujících podkapitolách popsány některé způsoby, jak se v praxi reguluje teplota, z nichž se inspiruje vlastní realizace.

### 3.2.1 DIY klimatická komora [17]

Cílem autorů článku [17] bylo vytvořit cenově dostupné zařízení, které umožňuje simulovat různé klima pomocí regulace teploty a vlhkosti v objemu přibližně 1 m<sup>3</sup>. Je navržena z materiálů, které jsou běžně dostupné a montáž nevyžaduje speciální nářadí.

Ohřev zajišťoval infračervený zářič, k chlazení a snižování vlhkosti byl využíván stlačený vzduch a vlhkost zvyšovali pomocí ultrazvukového zvlhčovače. Pro chlazení pod teplotu okolí použili Peltierův článek.



Obrázek 3.1 (a) zhotovená komora s popisky, (b) diagram proudění vzduchu v komoře [17]

Izolaci komory tvoří pouze komůrkový polykarbonát, což vede k poměrně velkým ztrátám (600 W s oteplením pouze o 25 °C), ovšem pro účely, na které byla tato komora navržena, jsou přijatelné.

Pro účely této práce je zajímavé využití zářiče k přenosu tepla do prostoru, ačkoliv jsou výraznými bodovými zdroji tepla, jak autoři článku sami hodnotí v závěru, a tak přispívají k nehomogenitě. Naopak snaha ochlazovat vnitřek komory pomocí Peltierova článku se ukázala jako spíše málo účinná.

### **3.2.2 Komerční klimatická komora [18]**

Existuje vícero způsobů, jak se v klimatických komorách reguluje teplota. Laicky řečeno se jedná o trouby a mrazničky s certifikací, že splňují požadované standardy dle použití. Jejich funkcionalita se zdaleka neomezuje jen na regulaci teploty.

Vzhledem k náročným požadavkům na tyto převážně laboratorní zařízení je kvalitní a rychlá regulace v robustní ocelové schránce vyvážená cenou v řádu stovek tisíc korun (nejlevnější).

Typicky se využívá chladících kompresorů a plošných topných elementů v kombinaci s ventilačním systémem pro zajištění homogenity. Nutnou součástí je i kvalitní izolace komory.

### **3.2.3 Aktivně vyhřívána komora 3D tiskárny**

3D tisk materiálů, které mají velký koeficient tepelné roztažnosti, vyžaduje udržování zvýšené teploty uvnitř tiskového prostoru, aby se předešlo kroucení výtisku.

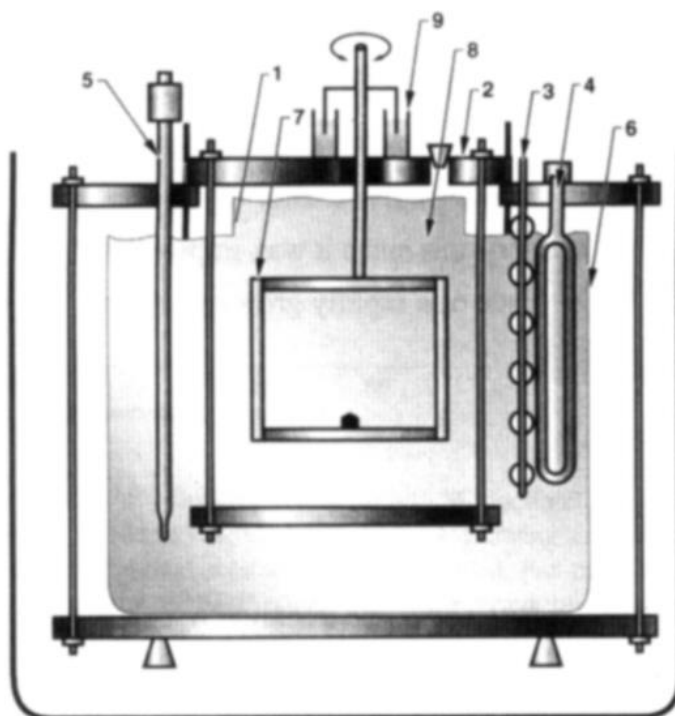
Vyhřívání může být pasivní – není zde zvlášť topný element pro ohřev vzduchu a regulace teploty vzduchu se tak řeší pouze přísunem studenějšího vzduchu zvenčí, nebo může být aktivní – je ohříván přímo vzduch.

Při aktivním ohřevu se často (Qidi, Bambu Lab X1E, Creality K1 atd.) využívají PTC ohříváče s ventilátorem které jsou poměrně bezpečné, jelikož čím teplejší jsou, tím méně topí.

### **3.2.4 Holdenův krystalizátor [19]**

Jedná se o jeden z prvních návrhů zařízení na výrobu krystalů s uchycením zárodečného krystalu do otáčejícího držáku. Tento princip byl dále využíván k urychlení růstu krystalů KDP až na 50 mm/den, což je zhruba 50 krát rychlejší než jiné používané metody.

Na obrázku 3.2 je náčrt tohoto zařízení. Pro řízení teploty roztoku bylo použita vodní lázeň s míchadlem, čímž byla zajištěno rovnoměrné předávání tepla s roztokem, který je sám míchán držákem na krystal.



Obrázek 3.2 Holdenův krystalizátor: (1) růstová nádoba, (2) utěsněné víko nádoby, (3) míchadlo, (4) ohřivač, (5) teplotní regulátor, (6) vodní lázeň, (7) držák krystalu, (8) roztok, (9) vodní těsnění. [19]

### 3.2.5 Vlastní řešení

Řešení s komorou se zdá nejvhodnější, jelikož je cílem růst mnoho menších krystalů s možností flexibility ve výběru růstových nádob. Výhodou je, že pro libovolné množství nádob, které lze vejít do komory, je pouze jeden systém teplotní regulace.

Pro ohřev byla zvolena žárovka, která je v principu dost podobná infračerveným zářičům, a tak by měla distribuovat teplo po komoře pomocí záření. Podstatná část tepla však odchází z žárovky vedením, a proto bylo počítáno i s nutností ventilátoru, který dále homogenizuje teplotu pomocí proudění. Chlazení není nutné a spoléhá se pouze na odvod tepla skrz izolaci komory.

Na izolaci byl vybrán extrudovaný polystyren, jelikož má velmi dobré izolační vlastnosti, slušnou odolnost na vlhkost, snadno a bezpečně se s ním pracuje. Důležitá je i jeho pevnost, díky které může být komora vyrobena jenom z polystyrenu bez nutnosti dalších zpevnění.

### 3.3 Teoretický návrh

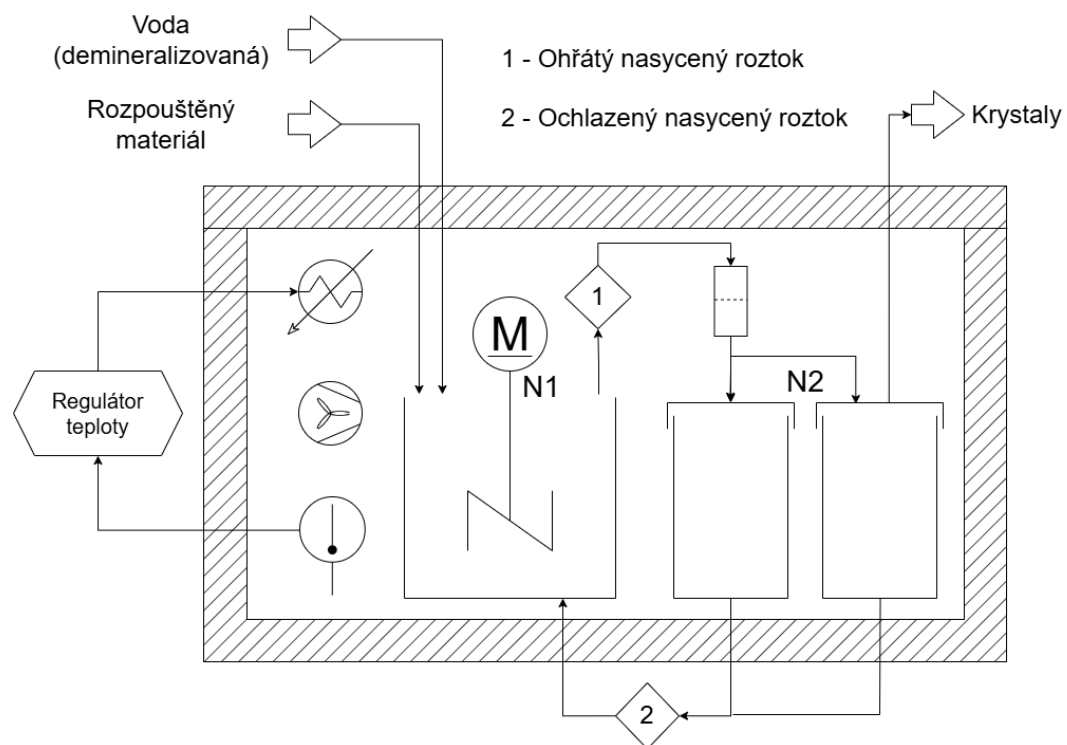
Metodu růstu krystalů s ochlazováním roztoku je možné implementovat více způsoby a nelze jednoznačně říci, která je nejlepší. Při volbě rozhodly hlavně zkušenosti autora z experimentů s růstem krystalů odpařováním roztoku.

Pro popis navržené implementace poslouží technologické schéma na obrázku 3.3. S ohledem na omezenou cenu zařízení provádí všechny manipulace s roztokem operátor.

Prvně se do nádoby N1 nasype požadované množství rozpouštěného materiálu a naplní se vodou, následně se regulátor postará o zahřátí komory na požadovanou teplotu. Mícháním vody se rozpustí rozpouštěný materiál až do nasycení roztoku pro danou teplotu. Pro zaručené nasycení musí být množství rozpouštěného materiálu větší, než je nutné pro nasycení a zbytek co se nerozpustil se využije při dalším cyklu.

Dalším krokem je přefiltrování nasyceného roztoku pro zbavení nerozpustných pevných částic a miniaturních krystalků, po kterém se roztok nalije do nádob N2. V této fázi vůbec nevadí, že roztok o něco ochladne při manipulaci, jelikož je to stejně požadováno pro rychlejší začátek růstu a prevenci rozpuštění zárodečných krystalů v téměř nasyceném roztoku. Regulátor začíná s pomalým snižováním teploty a vloží se zárodečné krystaly. Několik týdnů probíhá růst. Nakonec obsluha vyjme narostlé krystaly a otre je od kapek roztoku.

Na další cykly se může využít zbylý roztok, kterému stačí dodat jen tolik materiálu kolik ho bylo odebráno v podobě krystalů.



Obrázek 3.3 Technologické schéma jednoduchého zařízení na výrobu krystalů

### 3.3.1 Výpočet izolace

Určování tloušťky izolace je možné dělat jako iterační proces kdy se zvolí tloušťka, ve které je izolace vyráběna, vypočítají se maximální tepelné ztráty, z průměrných provozních ztrát a minimálního chlazení se určí, zda daná tloušťka vyhovuje či nikoliv.

Tepelné ztráty v ustáleném stavu se vypočítají jako

$$\Delta P = \frac{S}{d} \lambda \Delta T, \quad (3.1)$$

kde  $S$  je plocha izolace,  $d$  je tloušťka izolace,  $\lambda$  je měrná tepelná vodivost a  $\Delta T$  je rozdíl teplot na obou stranách materiálu.

Pro určení plochy je nutné znát vnitřní rozměr komory a ten byl zvolen na  $200 \times 300 \times 200$  mm ( $V \times \check{S} \times H$ ), což je dostatek na 6 300ml nádob. Ovšem stěny komory nejsou jedna plocha, a tak není všechna izolace využívána stejně. Hrany komory je možné zanedbat a nepočítat je, ale tím předpoklad vyjde jako lepší než skutečnost, naopak počítat je celé do plochy vyjde předpoklad horší. Jako nejjednodušší aproximace se jeví tedy plochy stěn rozšířit o polovinu tloušťky stěny po všech stranách, tedy

$$S = 2 \left( (V + d)(\check{S} + d) + (V + d)(H + d) + (H + d)(\check{S} + d) \right), \quad (3.2)$$

což po dosazení zvolené tloušťky 50 mm dává

$$S = 2(0.25 \cdot 0.35 + 0.25 \cdot 0.25 + 0.25 \cdot 0.35) = 0.475 \text{ m}^2. \quad (3.3)$$

Zvolené XPS desky od firmy Styrotrade mají podle technického listu měrnou tepelnou vodivost 0.034 W/mK.

Maximální provozní teploty se očekávají 50 °C při teplotě okolí 20 °C a rozdíl teplot tedy činí 30 °C.

Po dosazení těchto hodnot do rovnice (3.1) je odhad tepelných ztrát

$$\Delta P = \frac{0.475}{0.05} 0.034 \cdot 30 \doteq 10 \text{ W}, \quad (3.4)$$

ačkoliv lze předpokládat, že skutečná komora na tom bude hůř vlivem netěsností, což se nedá snadno určit, a proto je nadhodnocen předpokládaný maximální ztrátový výkon 15 W a k tomuto výsledku je dimenzován topný element.

Odhad průměrných ztrát je určen z běžné pracovní teploty, která je přibližně 10 °C nad teplotou okolí, jako 5 W, čímž je splněn požadavek na energetickou účinnost řešení.

Pro určení, zda budou stačit ztráty izolací na ochlazování, je nutné stanovit odhad tepelné kapacity obsahu komory, který je v tabulce 3.1. Hodnoty měrné tepelné kapacity jsou převzaty z fyzikálních tabulek a údajů od výrobce. Hmotnosti skla a vody vychází z předpokladu, že je v komoře 6 plných sklenic, hmotnost XPS je polovina vypočtené hmotnosti, jelikož teplota v průřezu mezi vnitřní a vnější stranou lineárně klesá, čemuž je úměrný příspěvek k tepelné kapacitě komory, a tedy užitečná hmotnost je pak integrál hmotnostních dílů násobený „užitečností“ jdoucí lineárně od nuly k jedné. Geometricky je to plocha trojúhelníku.

Tabulka 3.1 Odhad tepelných kapacit uvnitř komory

Materiál	Měrná tepelná kapacita [J/kgK]	Hmotnost [kg]	Tepelná kapacita [J/K]
Voda	4180	1.8	7524
Sklo	840	1.3	1092
XPS	2060	0.5	1030
		<b>Celkem:</b>	<b>9646</b>

Jako požadovaná rychlost ochlazování se volí 1 °C/den, což je zaručeně více než dostačující. Vynásobením celkové tepelné kapacity a rychlosti ochlazování dostáváme změnu energie, tedy požadovaný ztrátový výkon na ochlazování komory

$$\Delta P_1 = C\dot{T} = 9646 \cdot 1 \doteq 9.6 \frac{\text{kJ}}{\text{den}} \doteq 0.11 \text{ W}, \quad (3.5)$$

kde  $C$  je tepelná kapacita a  $\dot{T}$  je první derivace teploty podle času.

Dále se uvažuje stálý běh ventilátoru uvnitř s výkonem 0.5 W, který se musí také odvádět skrz izolace. Úpravou rovnice (3.1) a dosazením dostáváme

$$\Delta T = \frac{d}{S\lambda} (\Delta P_1 + \Delta P_2) = \frac{0.05}{0.475} \cdot \frac{1}{0.034} (0.11 + 0.5) \doteq 2 \text{ °C}. \quad (3.6)$$

To znamená, že při běžícím ventilátoru a požadovaném poklesu teploty 1 °C/den lze regulovat do 2 °C nad teplotu okolí, což je dostačující, avšak řízeným spínáním ventilátoru by šlo jít ještě výrazně níže.

## 3.4 Realizace zařízení

Realizace je rozdělena do podkapitol postupně se zabývajících konstrukcí, elektrickým zapojením a kódem. Při volbě materiálů a komponent se cílilo na nízkou cenu a snadné použití pro případ, že by se někdo snažil toto zařízení také vyrobit. Součástí popisu jsou občas zmíněny vhodnější způsoby realizace, než které byly zvoleny.

### 3.4.1 Komora

Na výrobu komory byl použit extrudovaný polystyren v tloušťce 50 mm, který se běžně prodává ve formě desek o rozměrech 1250×600 mm. Nákres řezů pro tyto rozměry je v příloze A.1.

Řezání polystyrenu bylo provedeno pomocí okružní pily, což bylo sice poměrně rychlé a snadné, ale zanechalo to za sebou viditelné škrábance. Na vzhled by bylo lepší použít zalamovací nůž, ale je to značně pracnější a není tak snadné udržet kolmí řez.

Na lepení byl použit Mamut glue od firmy Den Braven, kvůli okamžité síle lepeného spoje. Problém však nastal s velkou viskozitou tohoto lepidla, která zapříčinila, že se nepodařilo spoje řádně stlačit v celé délce. Lepší volbou by bylo lepidlo přímo určené na polystyren za předpokladu, že by byl polystyren s hladkým (nestrukturovaným)

povrchem, nebo nízkoexpanzní PUR pěna, která má velmi dobré izolační vlastnosti, ale vyžaduje při vytvrzování stlačit spoje ztužidly.

Lepení bylo provedeno slepením dna s krátkými boky a následně dlouhými boky.

Z víka byl ze spodní strany odříznut obvod, tak aby se dalo zasadit do otvoru v komoře, jak je vidět na obrázku 3.4, ale toto řešení má určité nedostatky. Opakovaným nasazováním víka se polystyren drolí a tyto kousky pak mohou kontaminovat roztok uvnitř, navíc není zaručeno konzistentní utěsnění komory. Lepší řešení by bylo použít širokou samolepící molitanovou pásku a víko posadit na ni.

Do jednoho z boků v horní části byl vyvrtán otvor na kabely. Tím, že je otvor nahoře, je omezen vliv konvekce na proudění vzduchu skrz něj.

### **3.4.2 Nádoby a míchání**

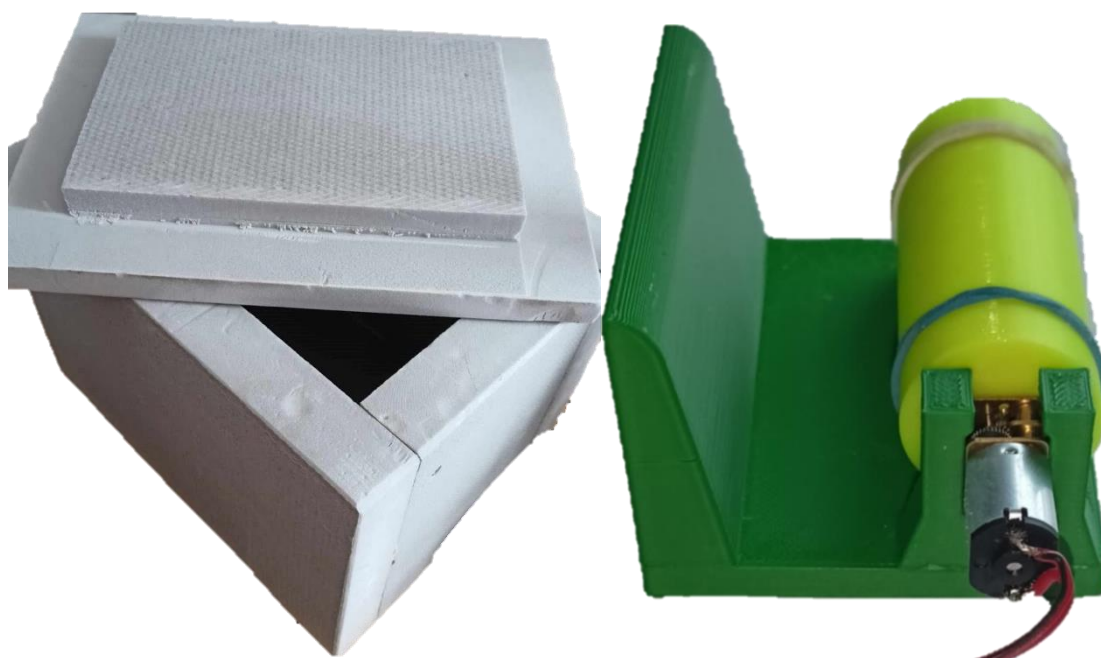
Od růstové nádoby se očekává hladký povrch na vnitřní straně, kvůli předcházení růstu krystalů na stěnách nádoby. Běžně se pro tyto účely používá borosilikátové sklo, ale to není nutné a pro potřeby tohoto zařízení stačí zavařovací sklenice. Konkrétně byly zvoleny 330ml sklenice Sturzglas, které nemají zúžení u ústí. Pro zavěšení zárodečného krystalu byly přivázány umělohmotným provázkem (později transparentním vlasem o průměru 0.14 mm) na víčka z PETG.

Nádoba, ve které se nasycuje roztok, by měla být dostatečně velká, aby se do ní vešlo požadované množství roztoku a bylo možné v ní realizovat míchání. PET láhev je pro tento účel ideální, zvládne bezpečně teplotu 50 °C, je možné si vybrat z širokého sortimentu, a přitom se v podstatě jedná o odpad.

Roztok byl míchán otáčením lahve na rotujícím válečku, což se prokázalo jako účinné řešení. Tato míchačka je na obrázku 3.4. Podstavec je vytisknut z ASA, aby bezpečně vydržel vyšší teploty a váleček z TPU tvrdosti 98A, což je příliš tvrdé a neměl tak požadované tření s lahví, proto byly použity gumičky, stačil by tedy též z ASA. Použitý motor je DC mikromotor s převodovkou N20 deklarovaný na 50 RPM při 12 V.

Vhodný tvar PET lahve je válcový bez zúžení v prostřední části. Model míchačky je součástí elektronické přílohy.

Hlavní výhodou této míchačky je, že nepřijde do styku s roztokem, čímž se omezuje šance na jeho kontaminaci.



Obrázek 3.4 Vlevo – Komora s víkem; vpravo – míchač

### 3.4.3 Připevnění žárovky

Zvolená halogenová žárovka typu MR16 do patice GU5,3 s výkonem 35 W při napájecím napětí 12 V má reflektor, čímž směřuje vyzařované teplo v jednom směru, proto byla umístěna v horní polovině kratšího boku.

Aby bylo možné měnit orientaci žárovky, byla keramická patice připevněna na 3D tisknutý otočný kloub s aretací z ASA, jehož model je v elektronické příloze. Držák kloubu má velkou plochu na přilepení k polystyrenu.

Při plném výkonu a vyšší teplotě v komoře změknu ASA přímo u patice a došlo k jeho deformaci vlivem uvolnění vnitřního pnutí materiálu. Na funkci to sice nemělo vliv, ale je doporučeno tisknout tuto část z ještě více teplotně odolného materiálu jako PC, PA6 nebo ABS a ASA s přidanými uhlíkovými či skelnými vlákny. Alternativně je možné použít žárovku s menším výkonem, ale není jisté, jak velký vliv by to mělo na její teplotu. Provedením testů bylo zjištěno, že by stačila i žárovka s výkonem 20 W, což je blíže odhadovaným 15 W potřebným pro požadované ohřátí komory z kapitoly 3.3.1.

### 3.4.4 Elektrické zapojení

V této podkapitole je vysvětleno elektrické zapojení a jak s ním došlo. Schéma se nachází v příloze A.2.

Celé zařízení je napájeno z 12V síťového adaptéru s nominálním výkonem 60 W. Pro napájení mikrokontroleru je nutné napětí 5 V, a proto byl použit modul snižujícího měniče s čipem LM2596, který ruší 100 mV špička-špička odpovídající spínací frekvenci měniče

150 kHz na výstupu, jak je vidět na obrázku v příloze A.3. Aby se rušení potlačilo byl použit LC filtr s mezní frekvencí 10 kHz, který potlačí toto rušení přibližně 200 krát.

Mikrokontrolery byly použity dva. ESP32-S3 na vývojovém kitu XIAO od firmy Seeed Studio byl používán při testování regulace. Klon Arduino UNO, který je zakreslen ve schématu byl určen do provozní aplikace, jelikož je více rozšířen a program vytvořený pro něj v Arduino IDE umožňuje bez nutnosti velkých změn použít téměř libovolný podporovaný mikrokontroler.

Jako snímač teploty byl původně používán analogový čip LMT87, avšak po zjištění, že ADC ESP32-S3 při zapnuté Wifi preventivně nemá deklarovanou přesnost výrobcem (hodnoty se nahodile měnily přibližně  $\pm 10$  mV), byl zvolen jako vhodnější kandidát digitální DS18B20 komunikující po One-Wire sběrnici, na které jich může být zapojený libovolný počet. Má přesnost  $\pm 0.5$  °C v rozsahu -10 až 85 °C s minimální rozlišitelnou hodnotou změny 0.0625 °C. Použité provedení je ve vodotěsném nerezovém pouzdře zalité epoxidem s 1 m dlouhým kabelem. Jediný datový vodič sběrnice vyžaduje pull-up rezistor. Pro testování byli používány tři tyto snímače.

Na spínání žárovky byl zvolen P-kanálový MOSFET IRF9640, který vyžaduje pro plné sepnutí  $U_{GS} -10$  V, což by sice zvládnul výstup mikrokontroleru logickou nulou, avšak by nezvládnul úplně vypnout logickou jedničkou, proto byl použit spínací NPN tranzistor, který ovládá napětí 12 V pro hradlo MOSFETu. Výhodou tohoto zapojení je, že při nulovém napájení NPN tranzistoru je MOSFET vypnutý.

Použité konektory jsou JST-XH, které spolehlivě drží a lze je poměrně snadno krimpovat i bez speciálního vybavení.

### 3.4.5 Program pro ESP

Cílem bylo vytvořit program, který umožní testování zařízení v mnoha podobách bez nutnosti úprav kódu pomocí webového rozhraní. Tato podkapitola popisuje činnost mikrokontroleru, spíše než jednotlivé řádky kódu. Kompletní kód psaný pro framework ESP-IDF v prostředí Visual Studio Code je součástí elektronické přílohy spolu s ukázkou, jak vypadá rozhraní v podobě HTML souboru. Při programování byl hlavním zdrojem informací [20] a vzorové kódy, na které odkazují.

Vycházelo se z příkladu od Espressif s názvem „Simple HTTP File Server Example“, který má implementovaný základní web server spolu s možností nahrávat soubory do paměti FLASH, která byla během úprav odstraněna.

Základem webové stránky je formulář, kde se nastavují jednotlivé parametry prováděného testu: název testu, označení měřených teplot, perioda zaznamenávání hodnot, počet zaznamenaných hodnot, požadovaná teplota, změna požadované hodnoty za den, konstanty PID regulátoru a přibližné výkonové omezení. K tomu je ještě přidán datum a čas startu testu a po stisku tlačítka *Start test* odeslán v podobě URI jako GET požadavek na server, např.:

```
/test/start?testName=CrystalGrowth&data1Name=Temperature1&data2Name=Temperature2&data3Name=Temperature3&period=20&sampleCount=100&temp=50&gr
```

```
adient=-0.5&constP=6&constI=0.008&constD=0&maxPower=20&date=20.5.2025-8_43_49
```

Tam je následně přijat a pokud už nějaký test neprobíhá, tak se query (vše po ?) rozloží na jednotlivé parametry a uloží se do příslušných proměnných.

Rozdělování času procesoru zajišťuje FreeRTOS, který umožňuje efektivní multitasking bez nutnosti velkého úsilí programátora. Regulace a zaznamenávání hodnot běží v jedné smyčce volané fixně jednou za sekundu. Volání této smyčky nejde o moc zrychlit, jelikož doba měření DS18B20 při požadované přesnosti trvá 700 ms.

Regulace je realizována jednoduchou diskretní implementací PID (tedy PSD, ale s ohledem na rychlou periodu vzorkování oproti časovým konstantám systému není úplně špatně používat spojitě označení)

$$u(k) = k_p e(k) + k_i T_{vz} \sum_{i=0}^k e(k) + \frac{k_D}{T_{vz}} (e(k) - e(k-1)), \quad (3.7)$$

kde  $u$  je požadovaný akční zásah ve wattech,  $k_x$  jsou konstanty příslušných složek regulátoru,  $e$  je odchylka od požadované hodnoty a  $T_{vz}$  je perioda vzorkování.

Pro integrační složku byl navíc realizován anti-windup ve formě zastavení integrace, když proporcionalní složka překročí maximální výkon, a omezení integrační složky do intervalu nula až maximální výkon. Prakticky to pak znamená, že se integrační složka začne uplatňovat až při přiblížení požadované hodnotě a zároveň se nemůže probudit, kdyby zůstala komora otevřená.

Derivační složka, tak jak je implementovaná, výrazně zesiluje šum. Pro spolehlivou regulaci nebylo nutné ji vůbec používat, jelikož se komora chová dominantně jako systém 1. řádu při regulaci teploty vzduchu, kdyby však byla prováděna regulace teploty roztoku v nádobách bylo by o něco výhodnější použít i filtrovanou derivační složku.

Požadovaný akční zásah se převádí na střidu lineární interpolací, čímž se zanedbává vliv nelinearity žárovky. Z hlediska regulace to nijak zvlášť nevádí, jelikož integrační složka zvládne spolehlivě vykompenzovat ztráty skrz izolaci, ale zaznamenaná hodnota výkonu je potom jen orientační a nelze tak srovnávat teoretické a měřené ztráty. Bylo by sice možné změřit voltampérovou charakteristiku žárovky a tu následně přepočítat na převod mezi výkonem a střidou, není to však z hlediska kvality regulace a funkčnosti zařízení podstatné.

Na konci testu, v jehož průběhu se jednou za nastavenou periodu ukládaly hodnoty (žádaný výkon a teploty ze tří teplotních čidel) do pole, se všechny hodnoty spolu s nastavenými parametry testu zapíše do formátu .csv, který je možné následně pomocí webového rozhraní stáhnout do zařízení. Výhodou tohoto formátu je jednoduché načtení do MATLABu a zároveň poměrně slušné využití paměti, kde zápis 4 čísel na 4 platná místa zabírá pouhých 24 bytů, čímž se do 8MB PSRAM, kterou vybraný mikrokontroler disponuje přibližně 200 000 záznamů, tedy 140 dní měření s periodou 60 sekund (při průběžném zapisování do CSV by se vešlo přibližně o 50% více, popřípadě při zápisu až při odesílání více než jeden rok).

Test je pomocí webového rozhraní možné kdykoliv v průběhu zastavit a čas do jeho konce je zobrazován pod formulářem.

Pro vizualizaci byl vytvořen MATLAB skript, který vykreslí měřená data do grafů spolu s názvy, parametry regulátoru a časem spuštění testu. Skript je součástí elektronické přílohy.

### 3.4.6 Program pro Arduino

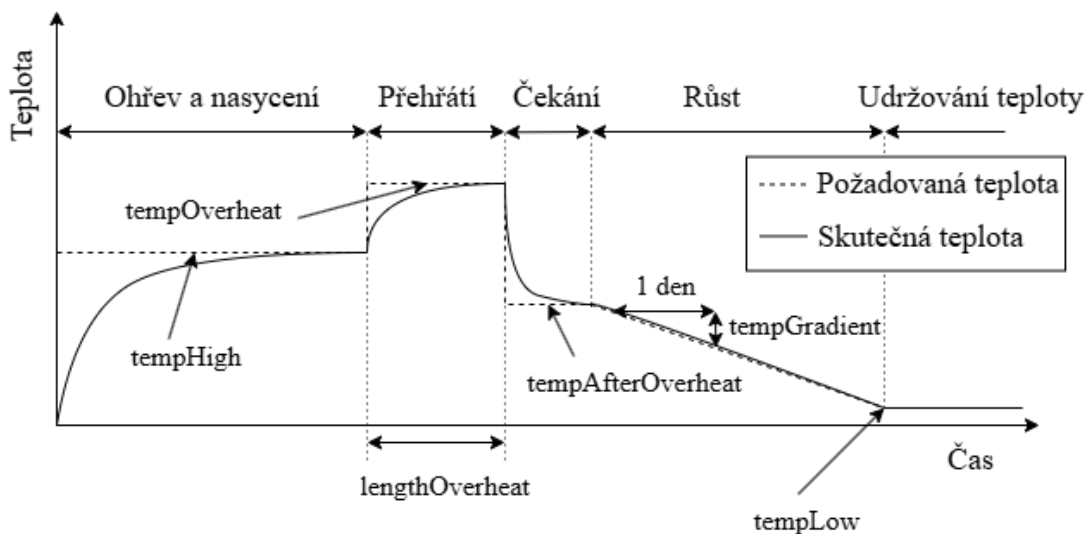
Cílem bylo vytvořit minimální funkční kód schopný regulovat teplotu v komoře s jednoduše nastavitelným teplotním profilem v průběhu růstového cyklu. Kód je součástí elektronické přílohy.

Jelikož byla snaha omezit hardware nutný pro běh, tak nastavení teplotního profilu vyžaduje změnu v kódu a jeho nahrání do mikrokontroleru, ale vzhledem k tomu že změny nejsou nutné provádět často není to bráno jako příliš velký nedostatek.

Celý teplotní profil realizovaný formou konečného stavového automatu je spolu s nastavovanými parametry na obrázku 3.5. Nutno poznamenat, že graf nemá žádné měřítko, jelikož ve skutečnosti fáze růstu trvá řádově déle než všechno ostatní. Skutečná teplota vypadá taky jinak a je zde jenom pro demonstrační účely.

Interakce mezi obsluhou a zařízením je založená na blikání indikační LED (s periodou 4 sekundy a délkou signalizující aktuální stav) a mačkání tlačítka, jak je napsáno v následujícím odstavci.

Na začátku je vložena lahev s vodou a rozpouštěným materiálem do komory, po čemž začne ohřev. Až se komora ohřeje na teplotu blízkou požadované indikační LED svítí neustále a je tedy čas zapnout míchání (nemíchá se po celou dobu, aby se šetřily kartáčky DC motoru), které by mělo probíhat alespoň 30 minut (ideální spíš 2 hodiny). Následně



Obrázek 3.5 Popis teplotního profilu s parametry jako v kódu

obsluha přelije roztok skrz filtr do nahřátých nádob a zmáčknutím tlačítka započne fáze

přehřívání, kdy se zahřívá roztok nad teplotu nasycení, čímž je umožněno malým shlukům nerozpuštěných částic se rozpustit. Tato fáze může být prakticky vynechána, ačkoliv podle doporučení z [16] může být vhodné ji protáhnout až na 48 hodin, to však pro účely těchto experimentů není zdaleka nutné a postačí jen několik hodin. Až nastavený čas přehřívání skončí začne se komora ochlazovat na teplotu o pár stupňů Celsia nižší než teplota, na které se roztok nasycoval, jelikož nikdy není zaručené úplné nasycení roztoku, a je tedy dobré předcházet rozpuštění zárodečných krystalů mírným podchlazením.

Až se hodnota teploty dostane blízko k požadované, opět se indikační LED rozsvítí bez přestání, operátor vloží zárodečné krystaly přivázané na provázku k víčku do nádob a po stisku tlačítka započne fáze růstu s definovaným sklonem teplotního profilu až do doby, než klesne na spodní teplotu, která by měla být několik stupňů nad maximální denní teplotou okolí. Po konci růstu se teplota udržuje na konstantní hodnotě, aby se předešlo opakovaným rozpouštěním a růstu vlivem mírných změn teploty v okolí. Následně by měl operátor vyjmout krystaly. Dalším stiskem tlačítka začne opět fáze ohřívání.

Jelikož celý cyklus může trvat několik týdnů až měsíců, tak nevyhnutelně hrozí nahodilé výpadky napájení. Proto bylo implementováno průběžné ukládání aktuálního stavu do EEPROM, kterou ATMEGA328P disponuje. Důsledkem tohoto opatření je, že se po restartu začne tam, kde se skončilo před restartem, což není vždy žádoucí, proto byla přidána možnost restartovat cyklus stiskem tlačítka při zapínání mikrokontroleru.

## 3.5 Testování

V následujících podkapitolách jsou rozebrány vybrané prováděné testy. Jelikož by na grafech nebylo moc vidět nejsou až na výjimku do textu grafy vkládány. Soubory s daty jsou součástí elektronické přílohy a s použitím MATLAB skriptu k nim přiloženým je možné si dané grafy vykreslit.

### 3.5.1 Kalibrace snímačů

Cílem kalibrace bylo zajistit, aby dané tři snímače DS18B20 při stejné teplotě měřili stejnou hodnotu, toto je možné jen díky poměrně malému driftu, na který se můžeme spolehnout díky velmi podobnému zatížení všech tří snímačů. Zkalibrované hodnoty byly použity čistě pro účely hodnocení.

Aby se zajistila stejná teplota všech čidel, byla společně obmotána lepící páskou a vložena do nádoby s vodou. Bohužel i přesto se v datech projevil vliv vzdálenosti jednotlivých snímačů od zdroje tepla a stěn nádoby-

Test probíhal ve dvou částech, pomalý ohřev na 50 °C a následný sestup na pokojovou teplotu. Při ohřevu teplota jednoho ze snímačů stoupá zpočátku dříve než ostatní a v prvních 10 minutách vystoupá o 0.3 °C více než ostatní, je toto měření považováno za neprůkazné. Tento efekt byl v druhé části značně potlačen vypnutím zdroje tepla, ale zpočátku ochlazování teplota tohoto snímače též klesá rychleji, proto pro výpočet korekce byla použita až část průběhu od 30 do 22 °C.

Korekce se počítá pouze nultého řádu (*offset*), jelikož rozsah teplot je příliš malý na dělení korekcí vyšších řádů. Vypočítala se jako průměr rozdílů od referenční hodnoty, za kterou se označila hodnota ze snímače 1

$$K_x = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^{n-1} (T_{ref,i} - T_{x,i}). \quad (3.8)$$

Konkrétně tyto hodnoty vyšly  $K_2 = -0.07$  °C,  $K_3 = 0.26$  °C.

### 3.5.2 Ladění regulátoru

Jelikož se z větší části chová systém jako prvního řádu s velkou časovou konstantou není těžké odladit regulátor iterativně. Pro účely jednoduchosti výsledného zařízení bylo pro regulaci používáno jenom jedno čidlo teploty.

Prvních několik testů s čidlem teploty, podle kterého se regulovalo, ponořeným v nádobě s vodou ukázalo, že vlivem podstatně větší časové konstanty mezi teplotou vzduchu v komoře a tekutinou v nádobě oproti časové konstantě mezi teplotou žárovky a teplotou vzduchu docházelo k velkým překmitům teploty vzduchu nad požadovanou hodnotu (až 5 °C). Optimální řešení by bylo přidat další snímač na teplotu vzduchu a vytvořit rozvětvený regulační obvod s pomocnou regulovanou veličinou, avšak s omezením na jedno teplotní čidlo nezůstává nic lepšího než regulovat teplotu vzduchu a důsledně si uvědomovat, že teplota tekutiny zaostává o přibližně hodinu za teplotou vzduchu a je ještě o něco málo menší vlivem odvodu tepla z komory. Pro omezení tohoto

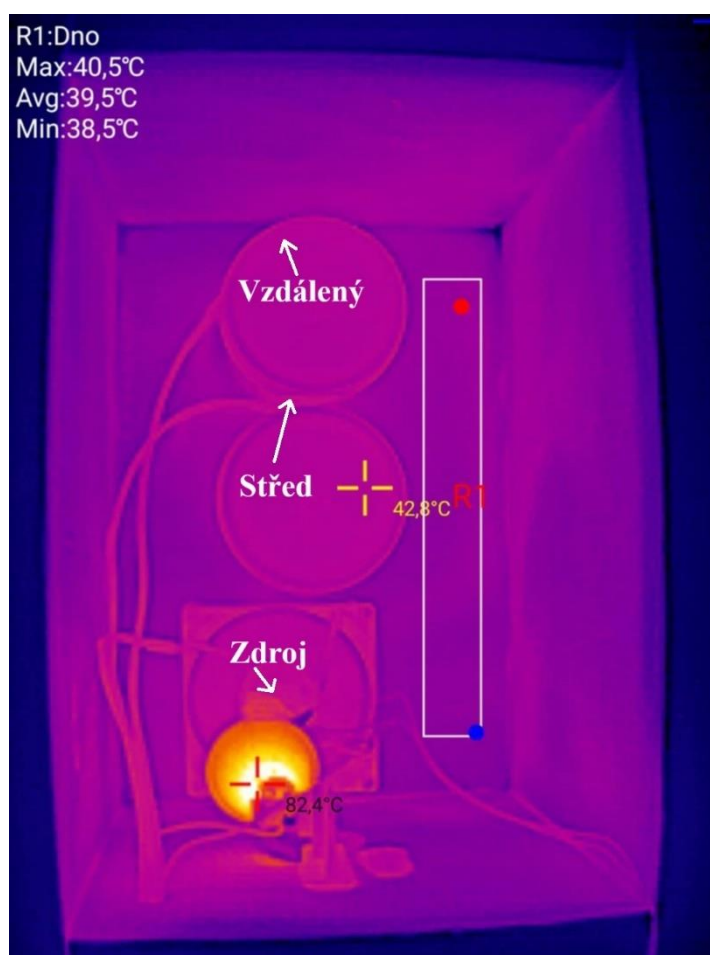
času byl instalován ventilátor s průtokem vzduchu 48.25 m<sup>3</sup>/h místo ventilátoru s průtokem vzduchu 23.45 m<sup>3</sup>/h, který byl původně zamýšlen.

Finální odladěné hodnoty jsou  $P = 6$  a  $I = 0.008$ .

### 3.5.3 Homogenita teploty

Cílem testů homogenity bylo ověřit, jak platí, případně neplatí, předpoklad přibližně stejné teploty napříč komorou. Zároveň byl testován vliv orientace ventilátoru a přidání dalšího ventilátoru na homogenitu teploty.

Aby se rozdíly v teplotě projeví ještě o něco více byly všechny prováděné testy se sklopenou žárovkou a s požadovanou hodnotou 50 °C. Rozmístění nádob spolu s popisky poloh snímačů jsou na obrázku 3.6.



Obrázek 3.6 Snímek termokamerou zachycující zahřátou komoru

V tabulce 3.2 je srovnání z pěti provedených testů, kde jsou teploty v posledních dvou sloupcích brány oproti teplotě měřené u zdroje. Ze srovnání vychází nejlépe ventilátor směřovaný vzhůru směrem ke zdroji, čímž se podporuje konvekce a teplý vzduch se pak přesouvá na opačný konec vrchní částí komory, kde má volný průchod. To podporuje i snímek z termokamery, na kterém jsou v obdélníku napravo naměřené nejvyšší teploty

dál od zdroje. Naopak při foukání do strany, kdy se sice podařilo dostat teplý vzduch poměrně účinně doprostřed komory ale na opačný konec už ne.

I z průběhu teploty při testu s ventilátorem nahoru se dříve nahříval vzdálenější snímač než prostřední, ačkoliv po ustálení byl stejně jako ve všech ostatních pokusech nejstudenější.

Tento test má však jeden nedostatek. Při měření s ventilátorem nasměřovaným nahoru a dolů je snímač teploty u zdroje zakryt, proti přímému působení žárovky, proto tyto hodnoty jsou částečně chybné. Nemá to však vliv na rozdíl teplot mezi středem a vzdáleným koncem, který je podstatnější.

Tabulka 3.2 Srovnání poklesu teplot v komoře pro různé nastavení ventilátorů

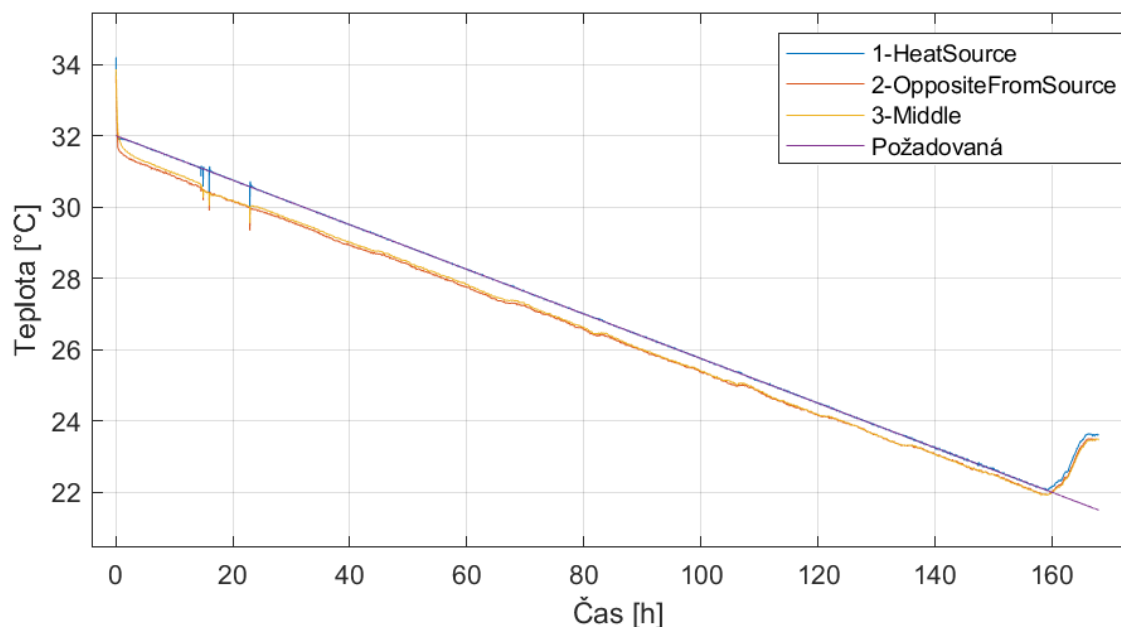
Nastavení (čas [h])	Teplota u zdroje [°C]	Teplota uprostřed [°C]	Teplota vzdálená [°C]
<b>Bez ventilátoru (6)</b>	50.00	-6.93	-8.57
<b>Do strany (2.5)</b>	50.06	-0.79	-1.51
<b>Nahoru (2.8)</b>	50.06	-0.47	-0.75
<b>Dolů (2)</b>	50.07	-1.32	-1.77
<b>Dva do strany (3)</b>	50.03	-0.33	-1.26

### 3.5.4 Růst krystalů

Po několika nepovedených pokusech o růst krystalů se zadařilo a průběh tohoto pokusu je v této podkapitole rozebrán. Důvodů proč se první pokusy nevydařily je hned několik. V první řadě nebyl dobře nasycen roztok, kvůli čemuž byla později navržena a použita míchačka popsaná v kapitole 3.4.2. Dalším problémem byl velmi znečištěný rozpouštěný materiál neznámými látkami, které v roztoku působily jako černý prach a podle zeleného nádechu roztoku modré skalice šlo nejspíše o chlorid měďnatý. V rámci prevence rozpouštění zárodečných krystalů se též zvýšil rozdíl mezi teplotou ohřevu a teplotou následného růstu.

Aby bylo možné prohlédnout si průběh teplot během růstu, tak byl tento pokus prováděn na ESP.

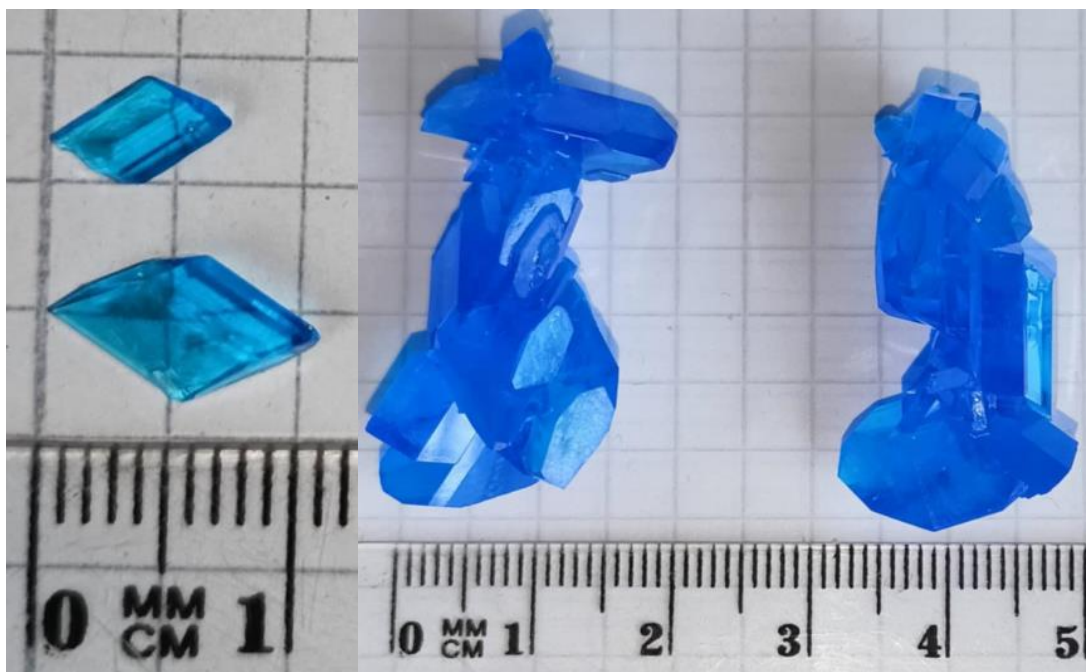
Jako první se ohřál roztok spolu s nerozpuštěnou modrou skalicí (pentahydrát síranu měďnatého) v PET lahvi a po několika hodinách nahřívání se začalo míchat otáčením lahve. Přibližně po 30 minutách byl roztok přefiltrován do dvou nádob, na které se položila víčka s připevněnými zárodečnými krystaly, tak aby se nepotopily. Následně byl zapnut pomocí webového rozhraní další test, jehož výsledky jsou na obrázku 3.8. Po přibližně 12 hodinách byly krystaly teprve ponořeny do roztoku a započal šestidenní růst s teplotním sklonem 1.5 °C/den. V průběhu teploty je toto vložení vidět krátkým propadem teploty. O několik hodin později byly zkontrolovány, zda růst probíhá v pořádku. Na konci klesla požadovaná teplota pod teplotu okolí, která zároveň vzrostla.



Obrázek 3.7 Průběh teplot během růstu

Fotografie z průběhu jsou součástí elektronické přílohy, fotografie krystalů jsou na obrázku 3.8.

Sklon  $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{den}$  se prokázal jako příliš přehnaný, jelikož došlo k růstu velkého množství krystalků na dně nádoby. Zároveň porostl provázek krystaly, na kterém byly zárodečné krystaly zavěšeny. Po tomto pokusu začal být používán tenký vlasec místo umělohmotného provázku.



Obrázek 3.8 Vlevo – zárodečné krystaly; vpravo – výsledné krystaly

## 4. AUTOMATIZOVANÉ ZAŘÍZENÍ NA VÝROBU KRYSTALŮ

Po prověření základních principů na jednoduchém zařízení přichází na řadu omezení činnosti člověka, díky tomu je možné nechat komoru v průběhu celého růstu zavřenou.

V následujících podkapitolách jsou postupně rozebrány hlavní myšlenky návrhu, jejich implementace a realizace v zařízení.

### 4.1 Návrh

Části procesu nutné k automatizaci oproti jednoduchému zařízení jsou čerpání nasyceného roztoku do nádob a vkládání zárodečných krystalů. Další vhodné automatizovatelné části jsou přečerpání roztoku zpátky do nádrže, aby se omezil kontakt operátora s roztokem, a průběžné snímání růstu, čímž se mohou detekovat problémy během několika hodin od začátku namísto týdnů až měsíců bez monitorování.

#### 4.1.1 Manipulátor

Jako nejvíce přímočaré řešení všech těchto problémů se jeví použít manipulátor schopný manipulace s krystaly, přečerpávání roztoku do jednotlivých nádob a fotografování. Další nespornou výhodou je levnější rozšiřitelnost řešení, jelikož s větším manipulátorem nepřibývá o moc více nákladů.

Jelikož připevnění krystalů na víko nádoby se osvědčilo je tato metoda opět použita a manipulace s krystaly se tak zjednodušuje na manipulaci s víky, což dává určitou flexibilitu ve způsobu jejich uchopení. Manipulátor musí být tedy schopný víko uchopit, zvednout, přečerpat roztok (současně měřit výšku hladiny) a položit víko zpátky s možností nepotopit krystal do roztoku. Pro tyto činnosti je nutný i vertikální pohyb.

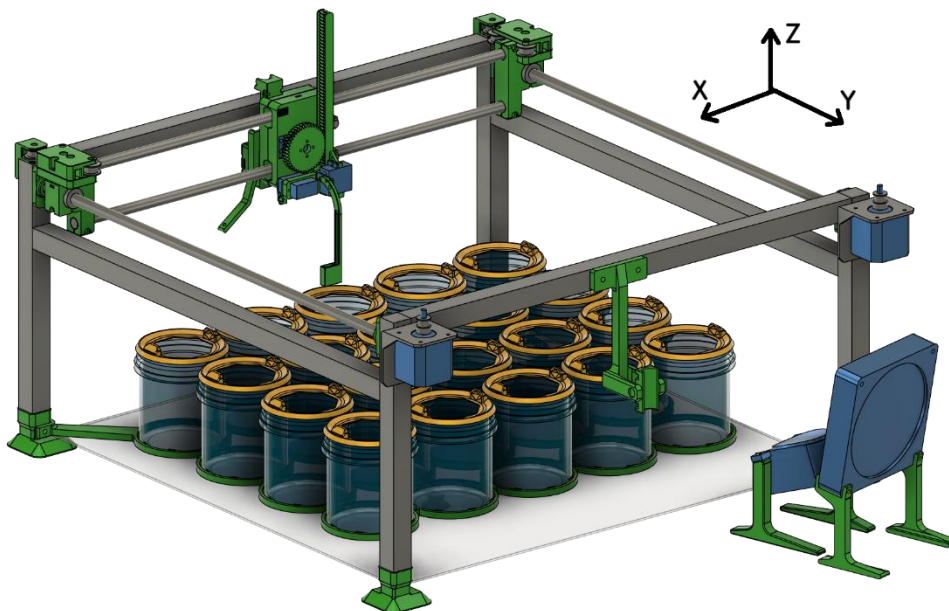
Navržené řešení je na obrázku 4.1, popřípadě je model součástí elektronické přílohy. Vnitřní prostor navrženého manipulátoru má rozměry 500×500 mm. Hlavní pohyb v osách X a Y je realizován pomocí dvou statických krokových motorů s rozložením kladek a řemene s označením H-Bot, který je velmi podobný známému systému CoreXY. Jeho hlavním nedostatkem je asymetrické zatěžování pojezdu, a projevuje se jako tzv. *racking*, což má negativní vliv na přesnost a opakovatelnost. Na druhou stranu vyžaduje kratší řemen a méně kladek. Jelikož do této aplikace není požadována příliš velká přesnost a nižší cena s komplexností jsou výhodné.

Lineární pohyby zajišťují lineární kuličková ložiska na pochromovaných ocelových tyčích.

Část, kterou pohybuje XY manipulátor, je pro účely této práce označována názvem hlavice. Hlavní komponenty na hlavici jsou dva koncové spínače pro homing os X a Y, řídicí mikrokontroler s kamerou a pohon s podpěrami osy Z.

Pro osu Z, tedy pohyb ve vertikálním směru, byl navržen hřebenový převod poháněný hobby servomotorem s rozsahem pohybu 100 mm, což s výškou nádoby 90 mm je tak akorát. Na konci hřebene je část označovaná jako koncový efektor, který zajišťuje uchopení vík s krystaly, pomocí hobby servomotoru na jedné straně a koncového spínače na straně druhé pro zpětnou vazbu o úspěšnosti uchopení. Vyklonění hadičky se snímačem přítomnosti hladiny je realizováno dalším hobby servomotorem.

O něco větší komplikací se prokázal návrh elektrického propojení mezi manipulátorem a rozvaděčem, jelikož pro dodržení návrhových zásad pro pohyblivé uložení vybraných kabelů by s kabelovým řetězem bylo nutné zvýšit předpokládanou výšku komory. Problém kabelových řetězů je, že by správně měly být montované horizontálně, pokud tedy nejsou určeny na boční montáž. Jako prostší alternativa ke kabelovým řetězům je obmotání svazku kabelů plastovou spirálou a patřičné připevnění na obou koncích. Omezuje se tím náročnost na prostor, jelikož není nutné vytvořit stejný ohyb ve tvaru 'U'. Nedostatkem tohoto řešení je nulová kontrola nad způsobem, jak se svazek ohýbá při pohybu. V této konkrétní aplikaci bylo také nutné umožnit svazku větší volnost pohybu na statické straně, aby při přiblížení hlavice manipulátoru k uchycení měl svazek kam uhnout.



Obrázek 4.1 Model zařízení bez komory a nádrže

#### 4.1.2 Teplotní regulace

S teplotní regulací se navazuje na testy z kapitoly 3.5.

Stejné výpočty pro tloušťku izolace byly použity i v kapitole 3.3.1, proto zde nejsou rozepsány. Vnitřní rozměry komory byly po návrhu manipulátoru a patřičných rezervách pro nádrž stanoveny na 400×730×600 mm (V×Š×H). Maximální oteplení oproti okolí bylo očekáváno 40 °C a po zvážení několika možností byla zvolena izolace s tloušťkou 100 mm s předpokládaným tepelným odporem 0.9 W/°C a maximálními ztrátami 36 W. Průměrné měsíční náklady čistě za energii pokrývající ztráty byly vypočteny na 66 Kč za předpokladu 5 Kč/kWh. Sice by nějak zvlášť nevadilo o něco snížit tloušťku izolace, ale byla takto zvolena za účelem omezení teplotní nehomogenity v komoře.

V jednoduchém zařízení byl použit topný element žárovka, která se projevila jako výrazný bodový zdroj tepla, takže bylo nutné na ni foukat ventilátorem k zajištění alespoň obstojné homogenity. Lepší volbou je mít topný element v jehož návrhu se počítá s foukáním, proto byl vybrán PTC ohřívač, který se hojně využívá v aktivním vytápění uzavřených 3D tiskáren. Jeho součástí je přímo ventilátor zvládající účinně dostávat teplo od topného elementu do okolí. Drobným nedostatkem je však rychlost vyfukovaného vzduchu, která není příliš velká a teplý vzduch by se tak neměl šanci dostat přes celou komoru, proto byl navíc opatřen velkým ventilátorem, který teplý vzduch odfoukne mnohem dál.

I konkrétní způsob regulace teploty vyžaduje změnu oproti jednoduchému zařízení s ohledem na výrazné zvětšení komory. Hlavní regulovaná teplota je stále teplota roztoku v nádobách a v rozpouštěcí nádrži, ale navíc je dobré využít regulaci pomocné veličiny, konkrétně teploty vzduchu u ohřívače, jelikož než by se ohřál vzduch u nádob mohla by teplota vzduchu u ohřívače překročit bezpečnou teplotu pro polystyren (přibližně 75 °C). Jiný způsob, jak nad tím přemýšlet je rozdělení systému s několika výrazně rozdílnými časovými konstantami na řízení rychlejšího subsystému a pomalejšího subsystému, kdy časová konstanta teploty ohřívače je necelá minuta, zatímco teplota u nádob je s teplotou ohřívače propojena časovou konstantou delší než hodina.

Avšak jeden ohřívač vzduchu by velmi pomalu ohříval několik litrů roztoku v nádrži, proto je topný element i v nádrži spolu s čidlem teploty, který se řídí odděleně.

Ze znalosti teploty okolí je možné odhadovat tepelné ztráty izolací a kompenzovat je. Všeobecně to lze nazvat kompenzace měřitelné poruchy. Ušetří se tak část práce integrační složky regulátorů při odstranění regulační odchylky.

#### 4.1.3 Nádrž na roztok

Hlavním cílem návrhu systému rozpouštěcí nádrže byla snadná a rychlá výměna roztoku.

Uvnitř nádrže se nachází teplotní čidlo, topný element, hadička pro nasávání roztoku a vrtule míchače.

Aby bylo možné snadno vyměňovat roztok, bylo zvoleno řešení s výměnou celé nádrže, kterou je HDPE kanystr. Hlavním omezujícím faktorem při návrhu uchycení

komponent byl malý rozměr otvoru do kanystru ( $\varnothing 30$  mm), skrz který je nutné všechno zasunout do nádrže a přitom zajistit, aby se míchač nezamotal do ostatních věcí. Toho bylo dosaženo vložkou ve tvaru banánu, která po zasunutí vykloní nasávací hadičku a topný element s teplotním čidlem dostatečně daleko od míchače.

## 4.2 Konstrukce

V této kapitole je popsáno realizované řešení. Fotografie celého zařízení jsou v B.3

### 4.2.1 Komora

Při výrobě komory výrazně pomohly zkušenosti z výroby komory pro jednoduché zařízení, jmenovitě použití lepidla a změna systému víka.

Komora byla vyrobena ze tří  $1250 \times 600 \times 100$  mm XPS desek od firmy StyroTrade. Pro nařezání desek byla použita truhlářská formátovací pila.

Na lepení desek byla použita nízkoexpanzní montážní PUR pěna, která má srovnatelné izolační vlastnosti s polystyrenem a výborně se s ním pojí. Jelikož do vytvrzení nemá příliš silnou adhezi, bylo nutné každý spoj patřičně zmáčknout ztužidly, popřípadě zatěžkat. Lepení probíhalo ve třech krocích: slepení částí desek a víka, slepení kratších boků se dnem, slepení delších boků se dnem a kratšími boky. Pěna byla vždy aplikována, tak aby trocha vylezla po zmáčknutí spoje, po vytvrzení byly tyto zbytky odřezány.

Ve víku byly vyfrézovány tři drážky pro kompresní molitanovou pásku, která tam byla následně přilepena.

Pro kabely byly vyvrtány dva otvory o průměru 8 mm v dolní polovině kratší strany.

### 4.2.2 Manipulátor

Požadavky na přesnost a rychlost manipulátoru nejsou moc striktní, proto byla často zvolena levnější spíše než kvalitnější varianta.

Rám manipulátoru je tvořen hliníkovými profily  $20 \times 20$  mm typu T-Slot. Ty jsou pospojovány ocelovými šrouby  $M6 \times 30$  se zaoblenou hlavou, kde hlava šroubu je nasunuta v drážce a utahuje se dírou vyvrtanou v prvním profilu do otvoru v ose druhého profilu s vyřezaným závitem. Toto spojení je velmi pevné a spolehlivé, ač vyžaduje jen vrtání a řezání závitu do hliníky. Problémem pak je ortogonalita spojení, která je závislá pouze na kolmosti řezu profilu, což se v tomto případě projevilo zkosením čtverce rámu ( $500 \times 500$  mm) o přibližně 2 mm, ale nezpůsobilo to žádné komplikace.

Lineární vedení bylo realizováno lineárními kuličkovými ložisky LM10UU v kombinaci s pochromovanými hlazenými ocelovými tyčemi o průměru 10 mm.

Držáky krokových motorů jsou z oceli, jinak je většina konstrukčních prvků vytisknuta z ASA. Hojně byly v návrhu využívány šrouby M3 a čtvercové matice schované do výtisku pro spojování částí, které byly nutné vytisknout zvlášť.

Použitý řemen je GT2 šířky 6 mm vyztužený skelnými vlákny. Napínání řemene bylo provedeno při instalaci. Jeden konec je pevně přišroubován pomocí samořezného vrutu s talířovou hlavou. Druhý konec byl napnut a zajištěn pomocí stahovacího pásku.

Instalované krokové motory jsou NEMA 17 s označením 42HD4027-01.

Osa Z, jak již bylo popsáno v 4.1.1, je hřebenový převod poháněn hobby servomotorem. Aby mohlo být ozubené kolo co nejmenší, a přitom byl zajištěn posuv o alespoň 100 mm byl vybrán PowerHD LF-20MG-270, kterými má rozsah pohybu 270°. Oproti levnějším servomotorům se vyznačuje malou mrtvou zónou a tím pádem i dobrou opakovatelností pohybů z různých směrů. Hřeben je sevřen mezi ozubeným kolem na servomotoru a dvěma ložisky o průměru 10 mm, které omezují jeho pohyb na čistě lineární díky drážce.

Na koncovém efektoru byly namontovány dva hobby servomotory MG90S s rozsahem pohybu 180°. Jejich účel je popsán v 4.1.1. Jako snímač hladiny roztoku bylo použito kapacitní tlačítko s čipem TTP223B, který není vhodný na detekci konstantní přítomnosti roztoku, ale v kombinaci s pohybem v ose Z je vždy sepnut jen krátce, takže to ničemu nevádí. Původně byl zamýšlen i k detekci přítomnosti roztoku v nádrži, ale to bohužel není možné a naštěstí ani není nutné, jelikož stačí detekovat, že se nečerpá roztok pomocí snímače v nádobě.

### 4.2.3 Růstové nádoby

Hlavní změna na růstových nádobách je jejich upevnění pro manipulaci s krystaly, víko bylo upraveno pro uchopení manipulátorem a zároveň bylo nutné přidat průzor pro focení růstu.

Upevnění zajišťuje síť ok, do kterých se vkládají nádoby. Jelikož by nebylo možné vytisknout tuto síť celou je rozdělena do několika částí, které se zacvakají do sebe. Toto spojení je až překvapivě pevné, protože bylo navrženo s širokými výstupky. Nádoby stojí 12 mm nad dnem komory na hliníkové tahokovové mříži, aby mohl lépe proudit vzduch kolem nádob.

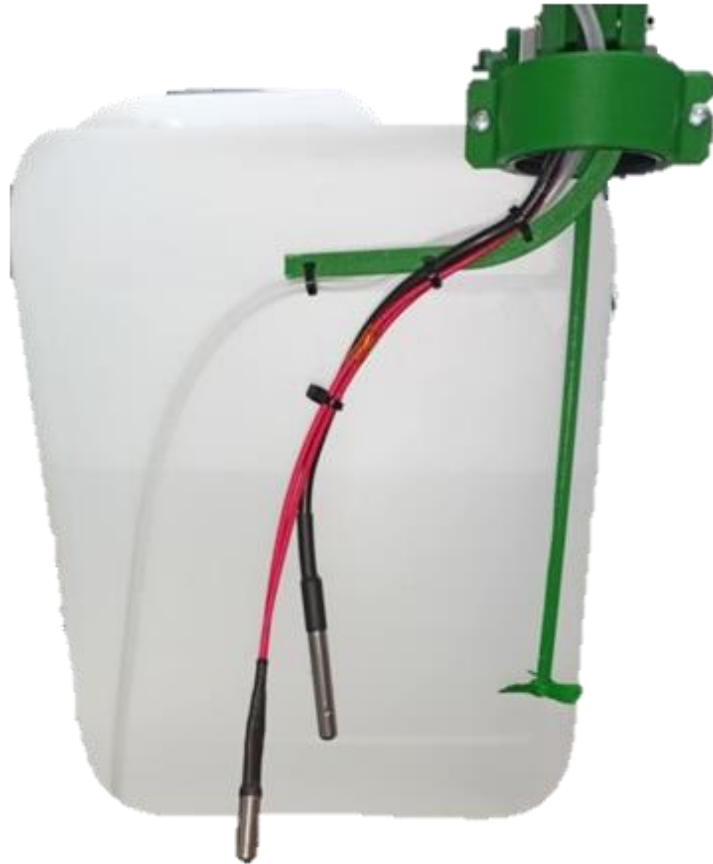
Výstupky pro uchopení víka mají tvar čtyřbokého jehlanu, což zajišťuje vystředění při uchopení manipulátorem. To je nutné pro kompenzaci drobných nepřesností v polohování manipulátoru a poloze nádob.

Průzor je tvořen osmiúhelníkovým otvorem, přes který je ze spodní strany nalepen odpovídající osmiúhelník z 2 mm polystyrenového plexiskla. Tento tvar byl zvolen kvůli jednoduché výrobě (čtverec s ořezanými rohy). Jelikož je v nádobě během růstu konstantně vlhkostí přesycený vzduch, bylo nutné zabránit zamlžení plexiskla, na což byl použit sprej proti mlžení skel.

#### 4.2.4 Nádrž a míchání roztoku

Realizace podle návrhu v kapitole 4.1.3 je na obrázku 4.2. Model je součástí elektronické přílohy.

Ocelové pouzdro na červeném kabelu je keramický topný element s výkonem 30 W při napájení 12 V běžně používaný v hotendu 3D tiskárny. Není vyráběn jako vodotěsný, proto byl v místech předělu izolace zalepen a přetažen smršťovací bužírkou.



Obrázek 4.2 Systém nádrže v rozloženém stavu

Míchač je realizován malou vrtulkou, která má za úkol tlačit vodu ve vertikálním směru, což je nutné pro zvedání hustějšího nasyceného roztoku ode dna. Osa vrtulky je spojena spojkou s hřídelí DC mikromotoru N20 s otáčkami 2000 RPM při napájení 12 V s nulovou zátěží. Takto vysoké otáčky byly zvoleny, kvůli omezenému rozměru vrtulky, která se musí prostrčit otvorem v kanystru.

## 4.3 Elektrické zapojení

Komponenty, které jsou v rozvaděči se nachází na listech 1 a 2, zatímco schéma desky s mikrokontrolerem, která se nachází na hlavici manipulátoru je na listu 3. Vše, co bylo možné, bylo umístěno do rozvaděče, aby se předcházelo namáhání komponent zvýšenou teplotou v komoře. Při návrhu byla snaha maximálně využívat prodávané moduly. Schéma zapojení se nachází v příloze B.1.

### 4.3.1 Rozvaděč

V této podkapitole jsou prvně mechanické úpravy rozvaděče a následně se rozebírá jak a proč je co zapojeno. Navíc je zde i pár vět o nejistotě měření výkonu ohřívače. Fotografie zapojeného rozvaděče jsou v příloze B.2.

Zvolený rozvaděč má vnější rozměry 300×400×165 mm, rozměry montážní desky 245×345 mm a je vyroben z plastu. Do dveří rozvaděče byly vyvrtány dva otvory pro odvětrávání, přičemž do spodního otvoru byl namontován ventilátor. Další komponenty procházející skrz stěny rozvaděče jsou síťový adaptér C14, pojistková pouzdra, hlavní spínač, doutnavka a indikační RGB LED. Všechny kabely vedoucí do komory jsou protaženy průchodkami.

Za hlavním spínačem je doutnavka signalizující, že je rozvaděč pod proudem, a jelikož se očekávalo měření na zapnutém rozvaděči, byly všechny živé části vybaveny kryty proti neúmyslnému dotyku.

Na montážní desce jsou umístěny zdroje, dvě 35mm DIN lišty, na které byly připevňovány všechny komponenty pomocí vytisknutých adaptérů.

Do cesty napájení zdrojů byla umístěna trubičková pojistka na 2 A pro případ, že by nějaký ze zdrojů selhal ve zkratu, ale nestačilo by to na odbavení jističe. Jako zdroj 12 V byl zvolen průmyslový spínaný zdroj S-250-12 s maximálním výkonem 250 W a pro napájení logiky 5 V byl zvolen průmyslový spínaný zdroj S-20-5 s maximálním výkonem 20 W.

Dále jsou použity trubičkové pojistky: 16 A pro napájení PTC ohřívače s nominálním výkonem 120 W, 8 A pro všechno ostatní na 12 V, 5 A pro všechno na 5 V (je to více než za normálního stavu zvládne dodávat zdroj, ale očekává se, že zvládne s poklesem napětí dodávat i vyšší proud).

Pro spínání 12 V komponent byly použity moduly s MOSFETem GA6L, které podle výrobce zvládnou spínat až výkony 400 W při použití chlazení. Jejich spínání bylo realizováno pomocí optočlenů s pull-down rezistorem. Optočleny byly spínány z I2C IO extenderu s čipem PCF8574. Pro spínání MOSFETů ohřívačů byly použity budící optočleny HCPL-3120 kvůli omezení přepínacích ztrát.

Na ovládání krokových motorů byl zvolen řadič A4988, který umožňuje mikrokrokování až na šestnáctinu kroku. Signály EN a DIR jsou ovládány z extenderu, zatímco STEP je připojen přímo na mikrokontroler v komoře.

Kvůli řízení ohřivačů byl přidán PWM modul PCA9685 s 16 kanály. Navíc je na něm připojena indikační RGB LED zabudovaná v předním panelu. V návrhu bylo počítáno s přidáním ventilačních otvorů do komory pro chlazení a regulaci vlhkosti, přičemž PWM modul měl sloužit i k ovládání hobby servomotorů, které by tyto otvory ucpávali, když by nebyly zapotřebí. Tato část však nebyla zrealizována, jelikož chlazení je dostačující a vlhkost v průběhu růstu nijak zvlášť nestoupá.

Aby bylo možné použít systém kompenzace měřitelné chyby, bylo nutné měřit výkon dodávaný ohřivačem, k čemuž slouží obvod převodníku proudu na napětí ACS712 založený na Hallovu jevu. Výstupní napětí z něj je měřeno přes RC člunek pomocí ADS1015. Časová konstanta RC člunku je 3.3 s, což tlumí 50 Hz PWM signál, kterým je ohřivač spínán, přibližně 160 krát.

Jelikož nejvíce na chybách měření výkonu záleží v ustáleném stavu, kdy jsou měřené hodnoty poměrně nízké, nezáleží příliš na chybách multiplikativních, ale mnohem víc se projevují chyby aditivní, mezi které patří: offset ADS1015 (0.5 LSB – 1 mV – 10 mA – 120 mW); změna napětí zdroje 5 V, která se odhaduje na maximálně  $\pm 6$  mV, čímž se ovlivní hodnota napětí při nulovém proudu o polovinu napájecího napětí (3 mV – 30 mA – 360 mW). Kompenzuje se však chybně měřená veličina, kdy se porovnávají teploty měřené dvěma teplotními čidly s absolutní chybou 0.5 °C, což při uvažování pouze chyby 0.5 °C už mění kompenzovaný výkon o 450 mW. Z těchto několika chyb to vypadá, že přesnost měření výkonu a kompenzace není příliš dobré, avšak kompenzace spoléhá na odhadu teplotní vazby mezi vnitřkem komory a okolím, která je vysoce závislá na reálném umístění komory a pohybu vzduchu kolem, což může mít mnohem větší vliv na kvalitu kompenzace než případné chyby měření.

Střední hodnota výkonu se z naměřeného proudu vypočítá jako

$$W_s = dW_{max} = dI_{max}U_{max} = I_sU_{max}, \quad (4.1)$$

kde  $d$  je střída od 0 do 1,  $I_s$  je střední (měřená) hodnota proudu,  $U_{max}$  je napájecí napětí, tedy 12 V.

Jako teplotní snímače jsou použity DS18B20 po pozitivní zkušenosti z jednoduchého zařízení a k nim je přidán i snímač teploty s vlhkostí SHT30 s přesností měření teploty  $\pm 0.3$  °C a relativní vlhkosti  $\pm 2$  %, který je používán jako hlavní snímač teploty.

### 4.3.2 Hlavice

V této podkapitole je rozebráno elektrické spojení hlavice s rozvaděčem a komponenty na hlavici.

Kabely vedoucí na hlavici jsou napájeny 5V, dva FTP kabely pro komunikaci a spínané signály, napájení osvětlení pro kameru. Ve svazku s nimi vede i silikonová hadička na čerpání roztoku.

Vývojový kit XIAO ESP32-S3 SENSE byl dovybaven hliníkovým chladičem pro zlepšení předávání tepla do okolí a zrovna tak i kamera OV2640, která se obzvlášť hodně hřeje při focení.

Deska s mikrokontrolerem slouží primárně pro připojení dalších komponent.

Jelikož použitý vývojový kit disponuje pouze 9 volnými GPIO, bylo nutné omezit jejich využívání na minimum. Proto bylo použito sériové zapojení tří koncových spínačů ve stavu NC a detekce, který byl zmáčknut se nechává na softwaru.

Použité kapacitní tlačítko s čipem TTP223B bylo upraveno přidáním 33 pF SMD kondenzátoru na předurčené místo, aby se omezila jeho citlivost a pro detekci hladiny byl na snímací vývod připájen pevný měděný vodič umístěný o několik milimetrů výše než konec silikonové hadičky.

V těsné blízkosti k napájecím nožičkám vývojového kitu byl přidán keramický blokovací kondenzátor a k servomotorům byl přidán větší elektrolytický kondenzátor s malým ESR.

## 4.4 Program

V této kapitole jsou popsány zajímavé části kódu psaného v ESP-IDF. Kompletní kód je součástí elektronické přílohy. Velmi často je v kódu využívána zkratka CGC, což znamená komora na růst krystalů (*crystal growth chamber*). Při programování byl hlavním zdrojem informací [20] a vzorové kódy, na které odkazují.

Základem pro vytvořenou aplikaci byl vzorový kód s názvem *HTTP Restful API Server Example*. Ten má zaimplementovanou jednoduchou obsluhu několika HTTP požadavků a k tomu webové rozhraní založené na frameworku Vuetify.

Kód je rozdělen do čtyř souborů: *esp-rest-main.c* s inicializací, *rest\_server.c* s definicemi obslužných funkcí pro REST API, *cgc-hal.c* s funkcemi pro interakci s hardwarem a *cgc-app.c* s hlavními funkcemi aplikace. Dále s tím jsou i dva hlavičkové soubory s prototypy funkcí.

Pro chod aplikace je využívána SD karta, která je součástí použitého vývojového kitu. Jsou z ní načítány instrukční soubory, kterými se řídí provoz zařízení, dále jsou na ni ukládány fotografie a průběhy veličin.

### 4.4.1 Regulace teploty

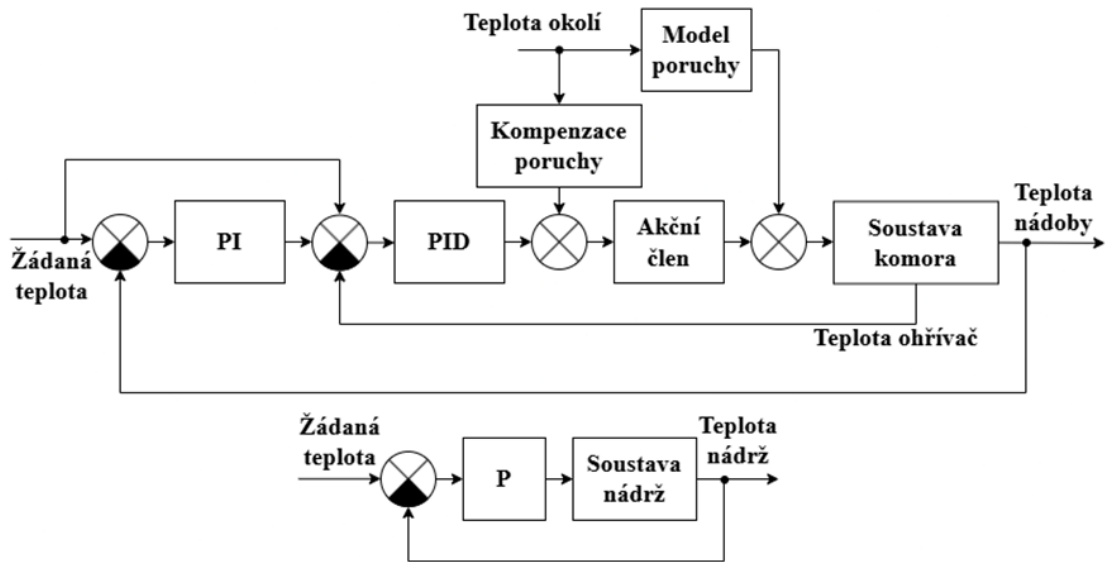
Hlavní způsob kontroly nad procesem je regulace teploty, proto jí byla věnována zvláštní pozornost. Základní myšlenky k návrhu regulace jsou v kapitole 4.1.2, zjednodušené schéma regulace je na obrázku 4.3. V následujících odstavcích jsou popsány detaily implementace.

Blok s názvem akční člen v sobě zahrnuje i regulaci výkonu pomocí měření střední hodnoty proudu do ohřívače a jeho přepočtu na výkon podle vzorce (4.1). Použitý regulátor je PI. Měřený proud je filtrovaný s časovou konstantou 3.3 sekundy. Navíc je implementováno zabránění přesycování I složky.

Při regulaci teploty komory vnitřní smyčka reguluje teplotu ohřívače na modifikovanou požadovanou teplotu o vliv PI regulátoru pro teplotu nádob. PI regulátor je zde zvolen kvůli okamžité reakci P složky, která při větší odchylce tlačí vnitřní smyčku

k rychlejší odezvě a I složka zajistí vykompenzování nevyhnutelného teplotního rozdílu mezi teplotou u ohřivače a teplotou nádob.

Aby D složka regulátoru ve vnitřní smyčce nezesilovala tolik šum byla použita implementace s diskretním filtrem druhého řádu. Díky tomu se odezva na skok odchylky (dané kvantizačním šumem teplotních čidel) promění z výrazného impulsu pro obyčejné D na odezvu na impuls systému druhého řádu, tedy takovou vlnku se stejnou plochou, jakou by měl impuls. To je nutné pro omezení kolísání žádaného výkonu a s tím i omezení teplotních cyklů ohřivače.



Obrázek 4.3 Zjednodušené regulační schéma

Model poruchy je velmi zjednodušeně aproximován jako tepelné ztráty izolací v ustáleném stavu (ideální stav, kdy všude kolem komory je pevná teplota okolí), ale realisticky to je daleko od pravdy, primárně protože vzduch kolem komory se chová jako další vrstva izolace a zrovna tak podložka, na které leží. Tyto vlivy není jednoduše možné měřit či modelovat, jelikož jsou proměnné. Z těchto důvodů byly tepelné ztráty prostě stanoveny na  $0.75 \text{ W/}^\circ\text{C}$  vycházející z testování. Výsledný výkon, kterým se potom kompenzuje je vypočítán podle vztahu

$$W_{komp} = 0.75 \cdot (T_{\text{žádaná}} - T_{\text{okolí}}), \quad (4.2)$$

kde  $T_{\text{okolí}}$  je filtrovaná teplota okolí měřená pomocí DS18B20.

Regulace teploty v nádrži má pouze P regulátor, jelikož úkolem této regulace je jen ohřát roztok v nádrži.

Všechny I složky mají anti-windup.

#### 4.4.2 Instrukční soubor

Variabilita chodu aplikace je zprostředkována pomocí instrukčních souborů. Jedná se o textový soubor, který obsahuje instrukce s argumenty v pořadí, ve kterém se mají

vykonat. Načítání a zpracování instrukcí zajišťuje konečný stavový automat. V následujících odrážkách je popsáno, co jednotlivé instrukce dělají. V hranatých závorkách jsou argumenty.

- TempConstant [cílová teplota] – regulace na konstantní teplotu. V případě, že se jedná o první použití zároveň začne zaznamenávat výsledky do .csv souboru.
- TempGradual [°C/den] [cílová teplota] – požadovaná hodnota se začne měnit se specifikovaným sklonem, dokud nedojde k cílové teplotě, potom zastaví.
- TempTankOn – reguluje se navíc teplota v nádrži a zároveň se míchá v pravidelných intervalech.
- TempTankOff – prvně se 120 sekund míchá, následně konec regulace teploty v nádrži a míchání
- TempWait – pozastaví načítání instrukcí, dokud se teplota u nádob neustálí v okolí  $\pm 0.2$  °C od požadované na alespoň 10 minut, v případě, že se reguluje i teplota v nádrži čeká se i na ni. Dokud má požadovaná hodnota nenulový sklon tak zůstává pozastaveno.
- TempOff – zastaví regulaci teploty.
- Wait [hodiny] – pozastaví načítání instrukcí na dobu specifikovanou argumentem.
- Pause [zpráva pro operátora] – pozastaví, dokud nepřijde požadavek na pokračování. Navíc se rozsvítí indikační LED žlutě a do informačního řetězce se vloží zpráva z argumentu.
- RegContainers [název souboru] – argumentem je název souboru .csv na SD kartě, ve kterém se nachází pozice nádob, s nimiž se bude při pohybech pracovat. Tyto pozice si načte do paměti a postupně ověří, že se na všech specifikovaných pozicích nachází víko nádoby.
- FillContainersDipSeeds – postupně naplní roztokem všechny nádoby a při pokládání víka udělá pohyb, kterým zajistí ponoření zárodečných krystalů.
- FillContainersNoDip – postupně naplní roztokem všechny nádoby a při pokládání víka udělá pohyb, po kterém zůstanou zárodečné krystaly mimo roztok.
- DipSeeds – ponoří zárodečné krystaly do roztoku.
- EmptyContainers – vyčerpá nádoby.
- CameraPeriodic [hodiny] – jednou za specifikovaný čas vyfotí všechny nádoby.
- CameraStop – ukončí focení nádob.

Navíc mohou být v instrukčním souboru i prázdné řádky, popřípadě řádky začínající symbolem #, kterým jsou označeny komentáře.

S těmito instrukcemi je možné realizovat v podstatě jakýkoliv růstový cyklus, dokonce i libovolný teplotní profil složením mnoha lineárních částí.

V případě, že se nepodaří v jakékoliv části uchopit víko je průběh pozastaven, rozsvítí se indikační LED žlutě a do informačního řetězce je vložena hláška o problematické

pozici. K tomu stejnému dojde i v případě, že se nepodařilo v dostatečně krátkém čase napustit/vyčerpat nádobu.

Když dojde k neřešitelné závažné chybě je proces ukončen, rozsvítí se indikační LED červeně a do informačního řetězce je vložena chybová hláška.

#### 4.4.3 Webové rozhraní

Pro ovládání zařízení bylo vytvořeno webové rozhraní, ve kterém je možné manuálně ovládat manipulátor za účelem odladění pozic nádob, manipulace se soubory na SD kartě, spouštění programů v podobě instrukčních souborů a monitorování měřených veličin.

Rozhraní je rozděleno do tří sekcí: Home, Controls a Files.

V sekci Home se vypisuje informační řetězec s aktuálním stavem probíhajícího programu. Dále je zde možné zvolit instrukční soubor, který se má vykonat a tlačítko start pro spuštění, popřípadě stop pro vypnutí. Níže jsou vypisované aktuální měřené teploty, žádaná teplota, vlhkost, výkon a žádaný výkon.

V sekci Controls jsou tři posuvníky s číselnými poli, kterými se nastavují pozice X, Y a Z, na které po stisknutí potvrzovacího tlačítka manipulátor najede. Níže jsou čtyři tlačítka pro uchopení a položení víka, zvednutí a sklopení napouštěcí hadičky.

V sekci Files je rozhraní pro vypisování souborů na SD kartě, které je možné stáhnout a odstranit, dále je možné filtrovat tento seznam podle typu souboru na obrázky, instrukční soubory, výsledky, poziční soubory. Navíc je možné v souborech i vyhledávat, či řadit podle názvu, velikosti a data vzniku. Soubory je možné i nahrávat.

#### 4.4.4 REST API

Důležitou součástí zařízení je možnost jej jednoduše začlenit do nadřazených výrobních systémů. S tímto cílem byly při navrhování HTTP požadavků a jejich obsluhy dodržovány zásady REST API (*representational state transfer*), tedy hlavně bezstavová komunikace mezi serverem a klientem. Na konci je popsán i realizovaný příklad využití navrženého rozhraní pomocí MATLABu.

Vytvořené prostředky jsou popsány v následujících odrážkách. Jedná se pouze o nutné prostředky pro funkčnost zařízení, nejsou zde však všechny, jelikož některé nejsou pro začlenění do systému podstatné. Pro detaily o implementaci viz kód v elektronické příloze.

- POST /api/v1/home/start/filename – spustí instrukční soubor s názvem filename.
- POST /api/v1/home/stop – ukončí probíhající vykonávání instrukcí.
- POST /api/v1/home/retry – v případě, že byl chod zastaven kvůli řešitelným problémům, nechá vykonat poslední instrukci znovu.
- POST /api/v1/home/continue – pokračování ve vykonávání instrukcí po instrukci Pause.
- GET /api/v1/home/data – v odpovědi je JSON soubor s posledními měřenými veličinami a stavový řetězec začínající jedním ze slov: INFO, WARN, ERROR,

PAUSED. Z tohoto řetězce je možné zjistit aktuální stav zařízení v průběhu vykonávání instrukcí.

- GET /api/v1/files/getfiles – v odpovědi je JSON soubor se seznamem souborů v rootu SD karty v podobě pole kontejnerů obsahujících název souboru, jeho velikost a čas poslední úpravy souboru v sekundách od epochy.
- POST /api/v1/files/upload/filename – uloží data v těle zprávy do souboru s názvem filename na SD kartu.
- GET /api/v1/files/download/filename – odpoví daty ze souboru s názvem filename na SD kartě
- DELETE /api/v1/files/delete/filename – vymaže soubor s názvem filename z SD karty.

Stavové kódy odpovědi jsou 200 při úspěšném vykonání, 400 při neznámém nebo chybném požadavku, 404 při požadavku s neexistujícím souborem a 500 při chybě na straně serveru (nešlo vytvořit soubor, chyby při přijímání a posílání dat).

Tyto prostředky byly z části použity při tvorbě MATLAB skriptu, který má za úkol zjistit kdy byla provedena vykonání instrukčních souborů a z toho následně uživatel jeden den vybere. MATLAB stáhne k tomuto dni příslušné průběhy veličin a fotografie, popřípadě může vymazat stažené soubory z SD karty. Vytvořený skript je součástí elektronické přílohy.

Užitečnost tohoto skriptu se prověřila při testování, když vznikaly stovky fotografií a jejich stahování pomocí webového rozhraní by bylo velmi zdlouhavé. Navíc bylo přidáno zpracování sekvence fotografií do jednoho .gif souboru.

#### 4.4.5 Kamera

Použitá kamera je OV2640 s rozlišením 2MP a zorným polem 65°. Nastavení kamery vyžadovalo poměrně hodně ladění pro dosažení optimálních výsledků.

Aby měly fotografie konzistentní kvalitu, bylo nutné jí nastavit fixní parametry a vypnout automatické vylepšování obrazu, které má inkonzistentní výsledky. Konkrétní nastavení naleznete v *cgc-app.c* na řádce 325 a následující.

### 4.5 Testování

V průběhu testování byla odladěna funkčnost programu, kvalita regulace a nastavení kamery s osvětlením. Finální test byl růst krystalů, kterému je primárně věnována tato kapitola. Použitý MATLAB skript pro vykreslování grafů z výsledkových .csv souborů je spolu s několika výsledky a použitými instrukčními soubory v elektronické příloze.

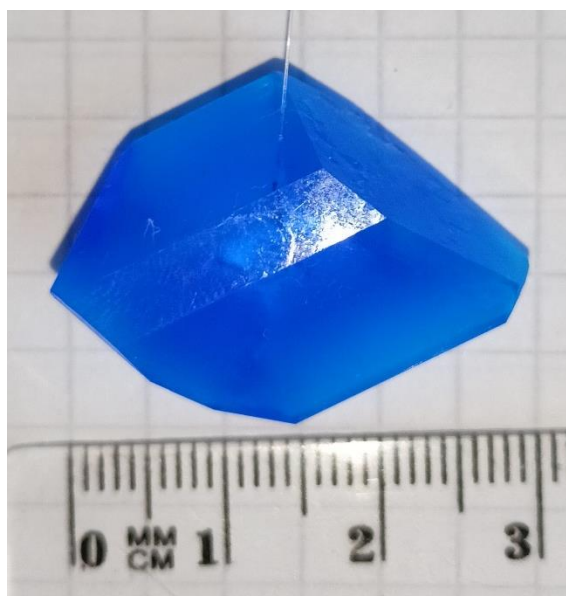
Celkem se do souboru s výsledky zaznamenávalo každých 10 sekund 10 hodnot: teplota u nádob, teplota ohříváče, teplota v nádrži, teplota okolí, požadovaná teplota u nádob a v nádrži, požadovaná teplota ohříváče, výkon PTC ohříváče, žádaný výkon PTC ohříváče, střední hodnota napětí na ohříváči nádrže a relativní vlhkost u nádob.

#### 4.5.1 Růst krystalů

Prováděný růst krystalů probíhal v 8 nádobách. Nachystaný roztok se skládal ze 2.7 l demineralizované vody a 1200 g modré skalice. Část modré skalice byla vyčištěna rekrytalizací, zbytek byl rozpuštěn v demineralizované vodě a výsledný roztok byl filtrován přes dva kávové filtry. Fotodokumentace k tomuto procesu je součástí elektronické přílohy.

Na kanystr s roztokem a nerozpuštěnou modrou skalicí byl nainstalován systém nádrže, růstové nádoby byly otřeny od prachu a víka s připevněnými zárodečnými krystaly byla posazena na nádoby.

První pokus skončil rozpuštěním zárodečných krystalů vlivem špatně nastavených teplotních rezerv a časů pro nasycování roztoku i ustálení teploty. Po úpravě těchto parametrů byl zahájen druhý pokus s novými zárodečnými krystaly, který dopadl podstatně lépe. Z osmi krystalků zůstaly připevněny pouze dva, z nichž jeden vyrostl opravdu hodně (viz obrázek 4.4) a druhý o něco méně. Ostatní se pravděpodobně v prvních několika hodinách částečně rozpustily (na první fotografii po ponoření vypadají všechny vlasce napnuté a na dalších se o kousek posunuly a uvolnily) a spadly na dno nádoby, jelikož v každé nádobě se našel alespoň jeden krystal. Možnými příčinami pro tento částečný neúspěch jsou příliš krátké časy nasycení a nedostatečné přesycení změnou teploty, které zmařily i první pokus.



Obrázek 4.4 Výsledný krystal

### 4.5.2 Analýza průběhů

Grafy průběhů hodnot během růstu jsou v příloze B.4. V následujících odstavcích jsou popsány zvláštnosti v průbězích.

Teplota v nádobách a v nádrži začíná na 35 °C, jelikož byly už ohřáté z předchozího neúspěšného pokusu. Po čtyřhodinovém přehřívání se klesá na teplotu pro růst, kdy sice dojde k podkmitu o 1 °C, ale nevádí to vlivem velkých časových konstant pro teplotu roztoku a k ponoření krystalů dochází až po přiblížení k požadované hodnotě. Následný růst probíhal 6 dní, po kterých se udržovala konstantní teplota a byly vyjmuty krystaly. Po vyjmutí krystalů se komora ohřála o několik stupňů a roztok byl přečerpán zpět do nádrže.

Teplota okolí v průběhu růstu kolísá s amplitudou 3 °C, což nijak významně nenarušuje regulaci kvůli kompenzaci teplotních ztrát.

Zvláštní výkyvy v průběhu výkonu vznikaly chybou v kódu, která byla následně opravena. Tyto výkyvy jsou však spíše vizuální, jelikož probíhaly jen přibližně desetkrát za hodinu a trvaly jen několik sekund. Šlo o chybu ve způsobu návratu do cyklicky probíhajícího FREE-RTOS tasku s regulací výkonu, kdy při návratu z odstaveného stavu došlo k opakovanému volání cyklu.

Vlhkost uvnitř komory je ovlivněna změnami teplot uvnitř komory, odpařováním roztoku při přečerpávání a v neposlední řadě i pohybem vzduchu kolem komory.

### 4.5.3 Snímání růstu

V této kapitole je diskutováno, jak by bylo možné zlepšit scénu, osvětlení a snímač pro lepší snímání krystalů během růstu.

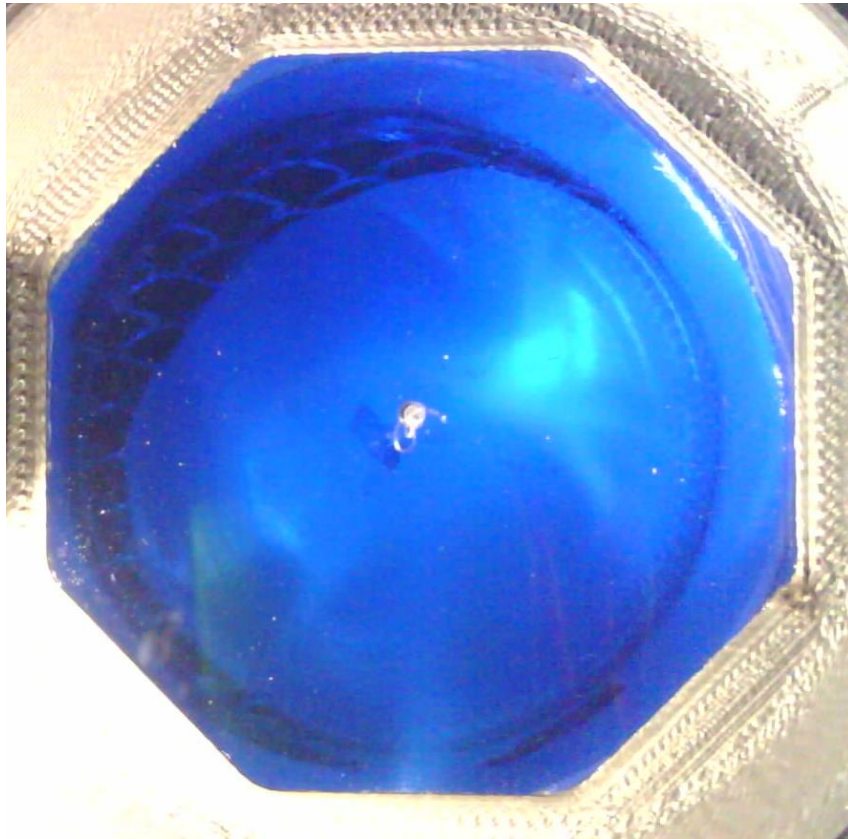
Během provedení růstu se ukázalo, že je roztok příliš temný a byla chyba nezakrytá mřížka, na které nádoby stály, což výrazně zhoršilo pozorovatelnost tvaru krystalu. Původní osvětlení scény je přibližně pod 45° od směru, ze kterého je scéna snímána, aby nedocházelo k oslňování kamery odrazem na plexiskle, to však vrhalo stín uvnitř nádoby. Z růstu byl MATLAB skriptem vygenerován GIF, který je v elektronické příloze. Na něm jsou tyto nedostatky poměrně dobře vidět.

V první řadě je tedy nutné zakrytí mřížku na dně nádoby jednou barvou. Nejlepší variantou je pravděpodobně bílá, jelikož krystal odráží světlo do stran a jen vzácně do kamery, a tím pádem je oproti pozadí temný.

Dále je dobré dát světlo z boku nádoby směřované dolů, aby se osvětlila bílá plocha a tím se při snímání zlepšilo oddělení objektu od pozadí.

Pro snímání tvaru krystalu je rovněž nevhodná díra ve víku, skrz kterou je krystal zavěšen, jelikož cloní v nejdůležitějším místě obrazu. Lepší řešení by bylo natáhnout provázek pod plexisklem, na který by se zavěsil krystal.

Část těchto myšlenek byla otestována a výsledek je na obrázku 4.5.



Obrázek 4.5 Vylepšená scéna

# ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce je navrhnout a realizovat automatizované zařízení na výrobu krystalů.

První dvě kapitoly se zabývají všeobecným úvodem do problematiky výroby krystalů a metodami výroby krystalů. Vybraná metoda s ochlazováním roztoku je popsána v kapitole 2.3.3.

Implementace vybrané metody vyžaduje dobrou regulaci teploty, proto byla provedena rešerše prakticky používaných řešení teplotní regulace v kapitole 3.2. Zbytek kapitoly 3 se věnuje návrhu, realizaci a testování jednoduchého zařízení na výrobu krystalů, které sloužilo primárně jako prototyp pro automatizované zařízení.

Výroba krystalů pomocí jednoduchého zařízení proběhla úspěšně až na drobné výhrady popsané v kapitole 3.5.4 i s nápady na zlepšení, které byly použity při návrhu a výrobě automatizovaného zařízení v kapitole 4.

Hlavním cílem automatizovaného zařízení na výrobu krystalů bylo vyloučit činnost člověka v růstovém cyklu, čímž je zajištěna lepší kontrola nad procesem. Z tohoto důvodu byl navržen a zkonstruován 3-osý kartézský manipulátor, který zajišťoval manipulaci s roztokem a krystaly. Navíc byl vybaven i kamerou, kterou byl v průběhu výroby snímán růst krystalů.

Proces výroby je dán předloženými instrukcemi v podobě instrukčního souborů, jehož funkce je detailně popsána v kapitole 4.4.2.

V průběhu výroby jsou zaznamenávány měřené veličiny pro zpětnou kontrolu správnosti průběhu.

Zařízení je ovládáno pomocí intuitivního webového rozhraní nebo může být začleněno do výrobního systému pomocí REST API popsaného v kapitole 4.4.4. Pro účely zpracování velkého množství snímků z kamery byl vytvořen MATLAB skript, který pomocí HTTP ze zařízení uloží snímky a vytvoří z nich sekvence zachycující průběh růstu krystalů.

V závěrečné kapitole 4.5 je popsáno testování zařízení a analýza výsledků. Podařilo se vyrobit 30 mm velký monokrystal modré skalice, což odpovídá rychlosti růstu 1.5 mm/den. V práci nebyl brán zvláštní zřetel na implementaci metod zrychlování růstu krystalů, jelikož toho lze dosáhnout z velké části pomocí přidávání chemických látek, které přesycený roztok stabilizují, a nebo použitím čistších vstupních surovin.

Vytvořené zařízení je tedy funkční, ovšem nabízí se možnost dodělání mnoha různých vylepšení. Konkrétně může realizovat pokračování v probíhajícím procesu po výpadku napájení, implementaci růstu na rotačním krystalizátoru (viz kapitola 2.3.4), vytvoření systému pro jednoduchou údržbu zařízení či řídit rychlost růstu krystalů ze snímků v průběhu výroby.

## LITERATURA

- [1] KRAUS, Ivo a FIALA, Jaroslav. *Krystalografie*. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2021. ISBN 978-80-01-06868-7.
- [2] *Glass transition*. Online. In: Wikipedia: the free encyclopedia. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Glass\\_transition](https://en.wikipedia.org/wiki/Glass_transition). [cit. 2024-12-20].
- [3] HOFFMANN, Frank. *Introduction to crystallography*. Cham: Springer, [2020]. ISBN 978-3-030-35109-0.
- [4] BYRAPPA, Kullaiiah a OHACHI, Tadashi, MICHAELI, Walter; WARLIMONT, Hans a WEBER, Eicke (ed.). *Crystal Growth Technology*. William Andrew, 2003. ISBN 978-0-8155-1453-4.
- [5] *Why are metals so stretchy? (2^13 sub special)* [@AlphaPhoenix]. Online. 2020. Dostupné z: YouTube, <https://youtu.be/sn1Y6zIS91g?t=404>. [cit. 2024-12-21].
- [6] *Lab-Grown Bismuth Crystal*. Online. Evolution. 2017. Dostupné z: <https://theevolutionstore.com/lab-grown-bismuth-crystal-2-78lbs/>. [cit. 2024-12-21].
- [7] BASSANI, Franco; LIEDL, Gerald L. a WYDER, Peter (ed.). *Encyclopedia of Condensed Matter Physics*. Academic Press, 2005. ISBN 978-0-12-369401-0.
- [8] *Verneuil method*. Online. In: Wikipedia: the free encyclopedia. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Verneuil\\_method](https://en.wikipedia.org/wiki/Verneuil_method). [cit. 2024-12-22].
- [9] *Epitaxy*. Online. In: Wikipedia: the free encyclopedia. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Epitaxy>. [cit. 2024-12-28].
- [10] HERMAN, Marian A.; RICHTER, Wolfgang a SITTER, Helmut. *Epitaxy: Physical Principles and Technical Implementation*. Springer, 2004. ISBN 978-3-642-08737-0.
- [11] *Flux method*. Online. In: Wikipedia: the free encyclopedia. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Flux\\_method](https://en.wikipedia.org/wiki/Flux_method). [cit. 2024-12-28].
- [12] *How to make pure, synthetic quartz* [@Nikkei Asia]. Online. 2018. Dostupné z: YouTube, <https://youtu.be/lzHqhNoyx2o?t=186>. [cit. 2024-12-29].
- [13] MOLINSKI, Tadeusz F. a MORINAKA, Brandon I. Integrated approaches to the configurational assignment of marine natural products. *Tetrahedron*. 2012, vol. 68, no. 46, s. 9307-9343. ISSN 0040-4020.
- [14] *Solubility....* Online. SFScience. 2024. Dostupné z: <https://sfscience.net/2024/05/solubility/>. [cit. 2024-12-29].
- [15] HOLDEN, Alan a MORRISON, Phylis. *Crystals and crystal growing*. MIT Press, 1982. ISBN 0-262-58050-0.

- [16] *How to Grow BIG Crystals at Home FAST!!!* [@Les' Lab]. Online. 2024. Dostupné z: YouTube, <https://www.youtube.com/watch?v=uSSoSIcXW0&t=64s>. [cit. 2024-12-31].
- [17] DAREHSHOURI, Sahand; MICHELSEN, Nils; SCHÜTH, Christoph a SCHULZ, Stephan. A low-cost environmental chamber to simulate warm climatic conditions. Online. *Vadose Zone Journal*. 2020, vol. 19, no. 1. ISSN 1539-1663. Dostupné z: <https://doi.org/10.1002/vzj2.20023>. [cit. 2025-05-25].
- [18] Climate Chambers: Types, Designs, Uses and Benefits. Online. In: *IQS Directory*. Industrial Quick Search. Dostupné z: <https://www.iqsdirectory.com/articles/environmental-chamber/climate-chambers.html>. [cit. 2025-05-17].
- [19] ZAITSEVA, Natalia a CARMAN, Leslie. Rapid growth of KDP-type crystals. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 2001, vol. 43, no. 1, s. 1-118.
- [20] ESPRESSIF. *ESP-IDF Programming Guide*. Online. 2025. Dostupné z: <https://docs.espressif.com/projects/esp-idf/en/v5.4.1/esp32s3/index.html>. [cit. 2025-05-26].

# SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

## Zkratky:

LEC	modifikovaná Czochralského metoda
PVD	fyzická depozice z plynné fáze
CVD	chemická depozice z plynné fáze
MOCVD	metalorganická chemická depozice z plynné fáze
LED	světlo emitující dioda
KDP	Dihydrogenfosforečnan draselný
DC	stejnoseměrný proud
RPM	otáčky za minutu
PTC	pozitivní teplotní koeficient
I2C	inter-integrated circuit
HTTP	hypertext transfer protokol
API	aplikační rozhraní

## Symboly:

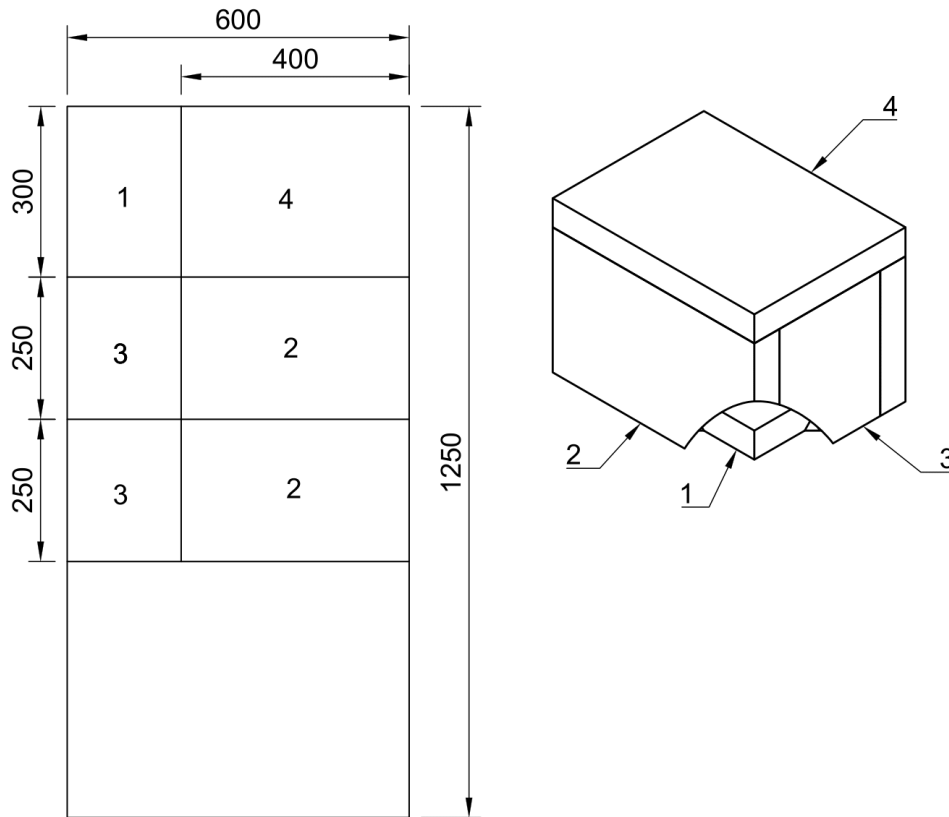
$\mu$	chemický potenciál	(Jmol <sup>-1</sup> )
$L$	skupenské teplo tání	(J)
$T$	teplota nebo perioda	(K / s)
$p$	tlak	(Pa)
$C$	koncentrace nebo tepelná kapacita	(- / JK <sup>-1</sup> )
$\sigma$	přesycení	(-)
$k_B$	Boltzmannova konstanta	(JK <sup>-1</sup> )
$P$	výkon	(W)
$S$	plocha	(m <sup>2</sup> )
$d$	tloušťka nebo střída	(m / -)
$\lambda$	měrná tepelná vodivost	(Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
$V, \check{S}, H$	výška, šířka, hloubka	(m)
$U$	napětí	(V)
$I$	proud	(A)

# SEZNAM PŘÍLOH

<b>PŘÍLOHA A - JEDNODUCHÉ ZAŘÍZENÍ.....</b>	<b>63</b>
A.1    NÁKRES ŘEZŮ XPS NA KOMORU .....	63
A.2    ELEKTRICKÉ SCHÉMA.....	64
A.3    RUŠENÍ OD SNIŽUJÍCÍHO MĚNIČE .....	65
<b>PŘÍLOHA B - AUTOMATIZOVANÉ ZAŘÍZENÍ.....</b>	<b>66</b>
B.1    ELEKTRICKÉ SCHÉMA.....	66
B.2    FOTOGRAFIE ROZVADĚČ .....	69
B.3    FOTOGRAFIE KOMORA A MANIPULÁTOR .....	73
B.4    PRŮBĚH RŮSTU .....	77
<b>PŘÍLOHA C - OBSAH ELEKTRONICKÉ PŘÍLOHY .....</b>	<b>78</b>

# Příloha A - Jednoduché zařízení

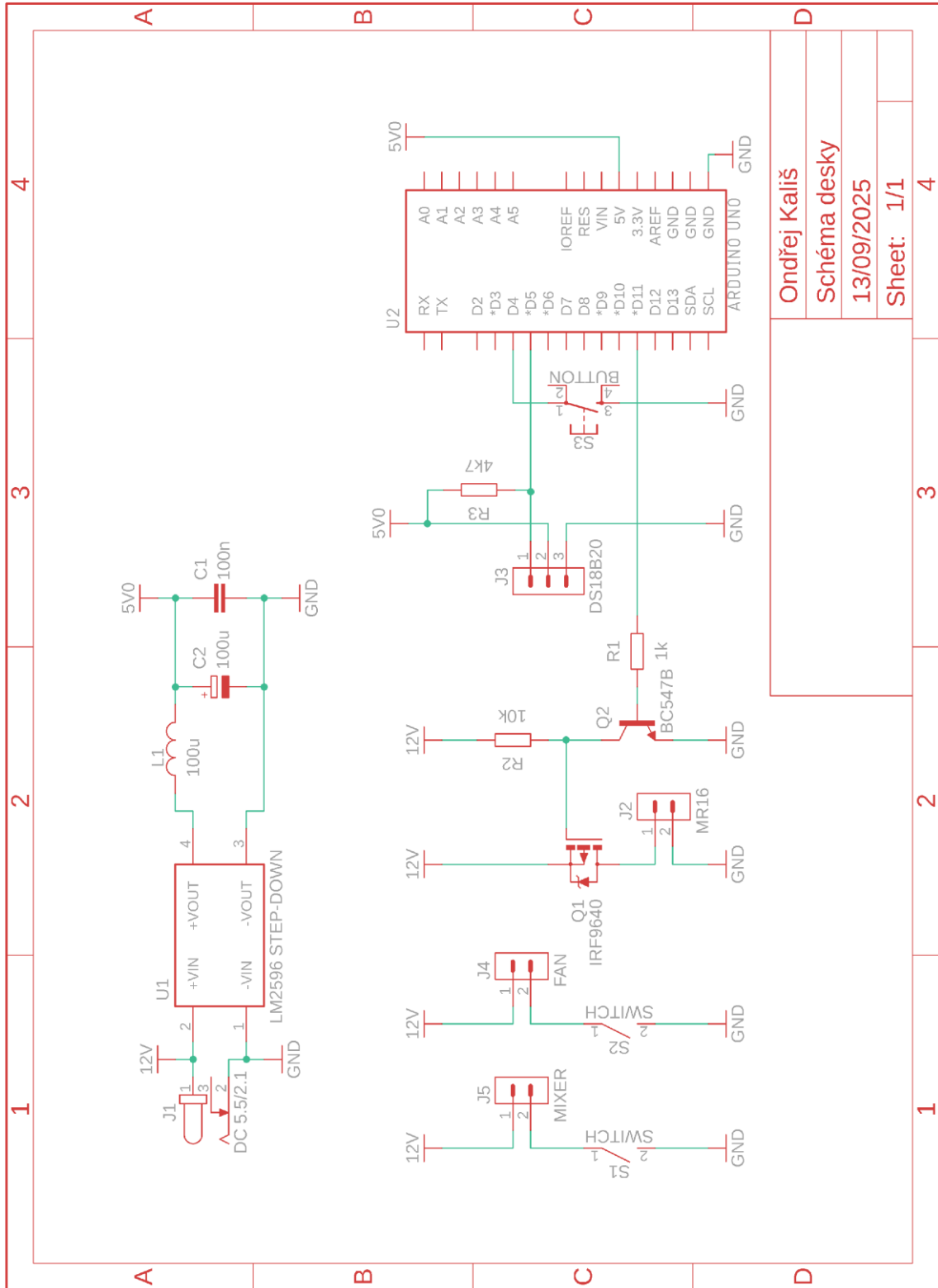
## A.1 Nákres řezů XPS na komoru



4	Víko	1	400×300
3	Boky krátké	2	250x200
2	Boky dlouhé	2	400x250
1	Dno	1	300x200
Č.	Název	Kusy	Rozměry

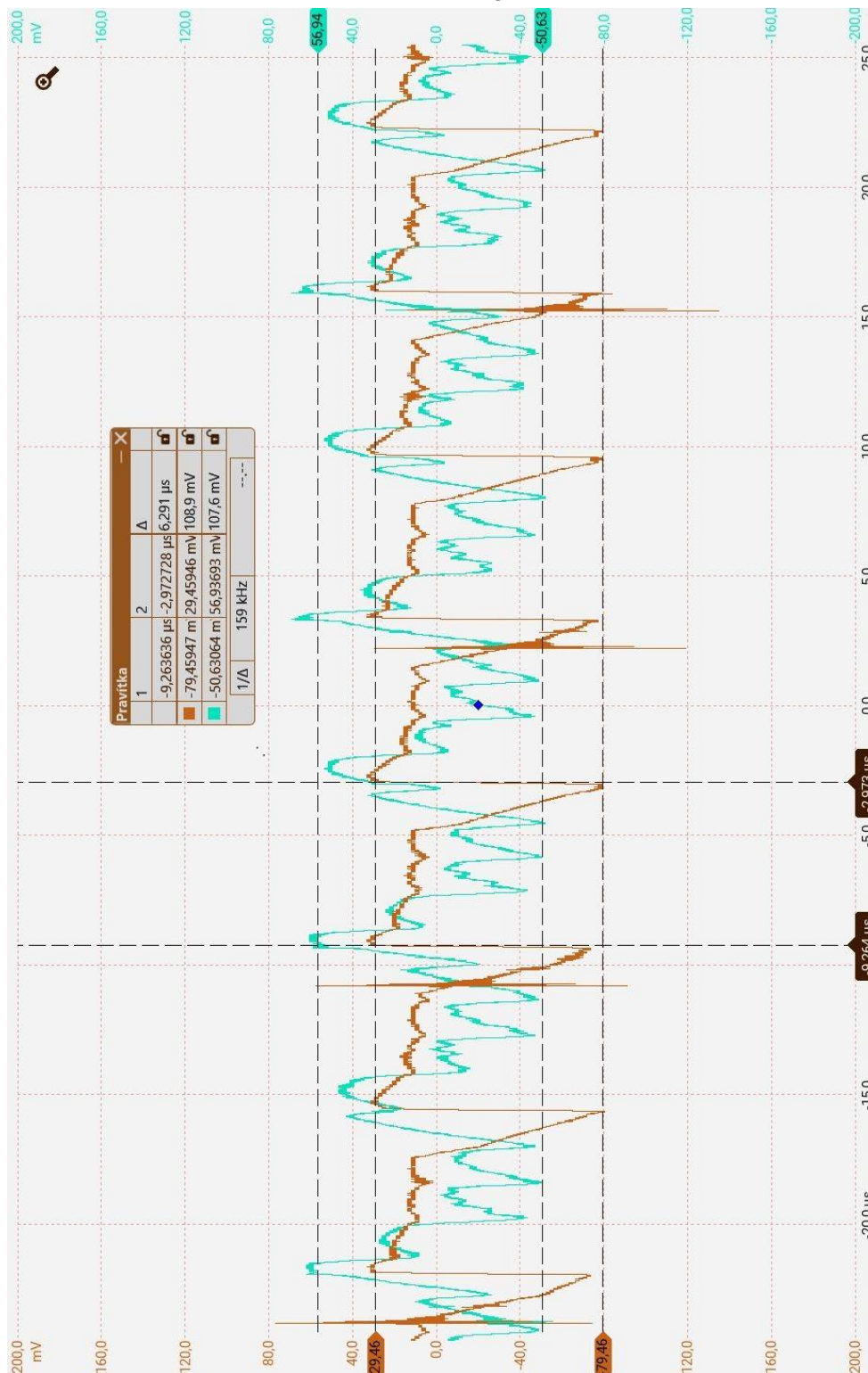
Dept.	Technical reference	Created by <b>Ondřej Kališ</b>	Approved by	
		Document type <b>Nákres řezů</b>	Document status	
		Title <b>Komora</b>	DWG No. <b>1</b>	
	Rev.	Date of issue	Sheet	
	1	24.6.2024	1/1	

## A.2 Elektrické schéma



Ondřej Kališ  
 Schéma desky  
 13/09/2025  
 Sheet: 1/1

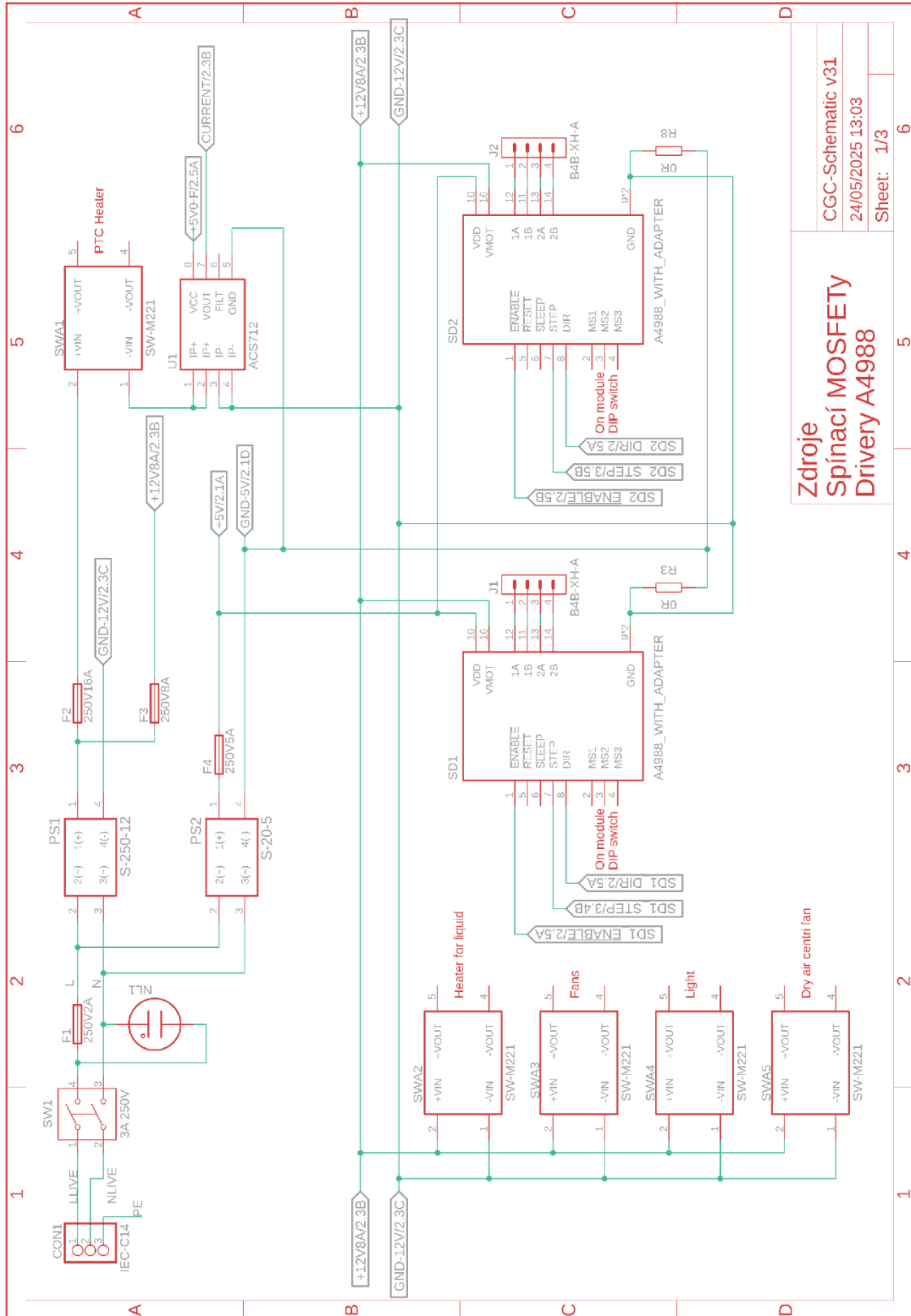
### A.3 Rušení od snižujícího měniče



Hnědá – rušení na vstupu; tyrkysová – rušení na výstupu

# Příloha B - Automatizované zařízení

## B.1 Elektrické schéma



Zdroje  
Spínací MOSFETY  
Drivery A4988

CGC-Schematic v31  
24/05/2025 13:03  
Sheet: 1/3

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

6

5

4

3

2

1

A

B

C

D

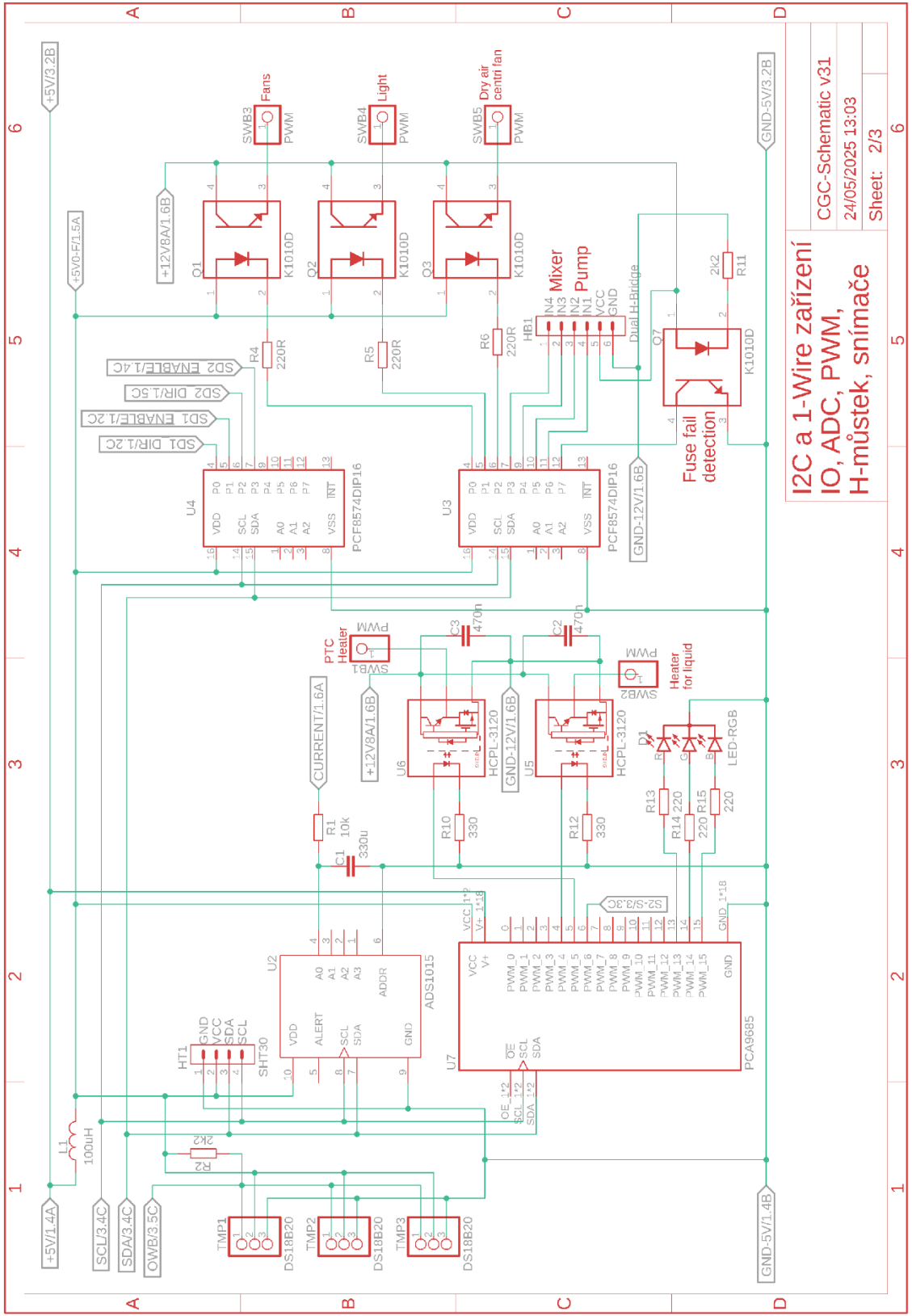
6

5

4

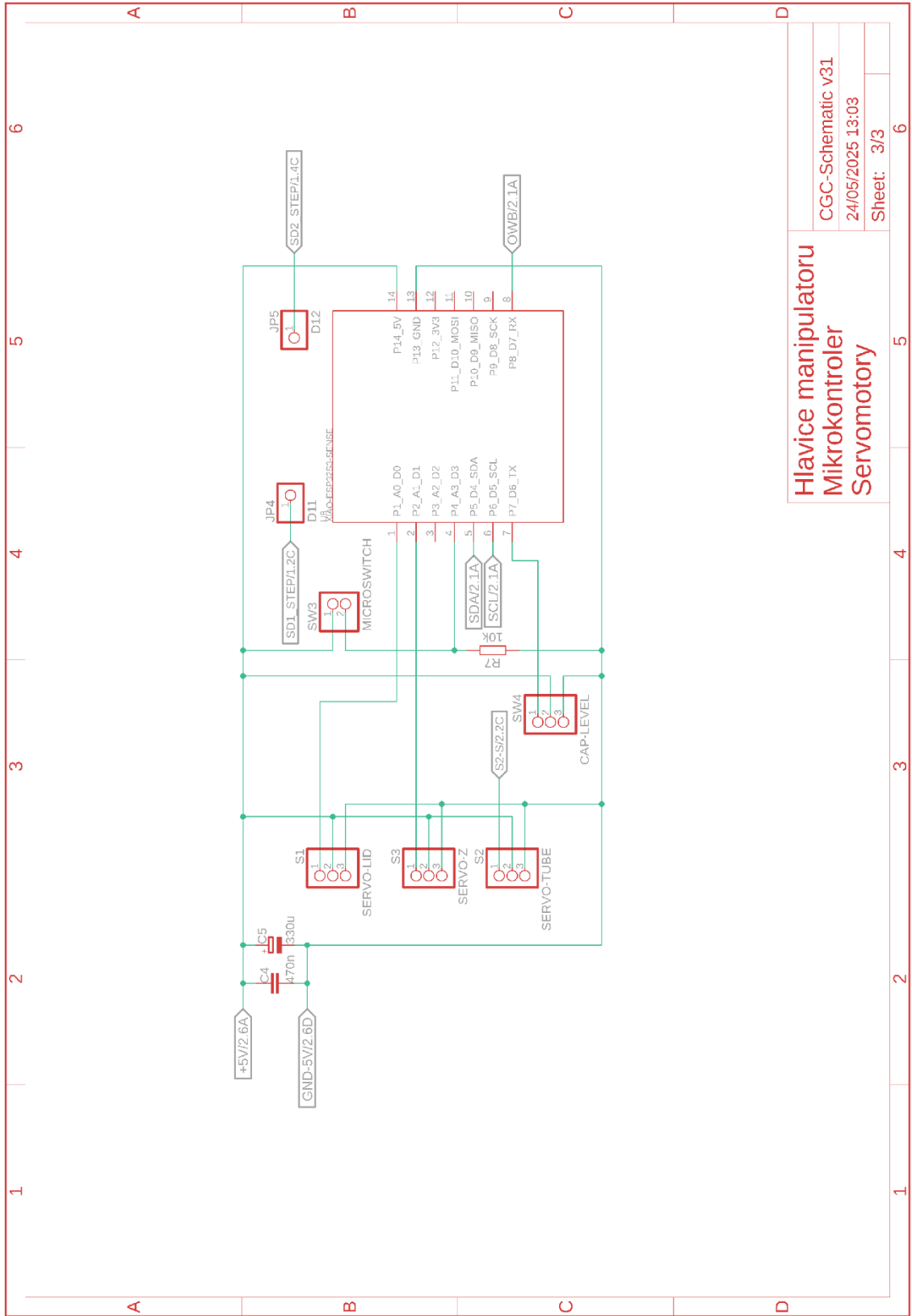
3

2



**I2C a 1-Wire zařízení**  
 IO, ADC, PWM,  
 H-můstek, snímače

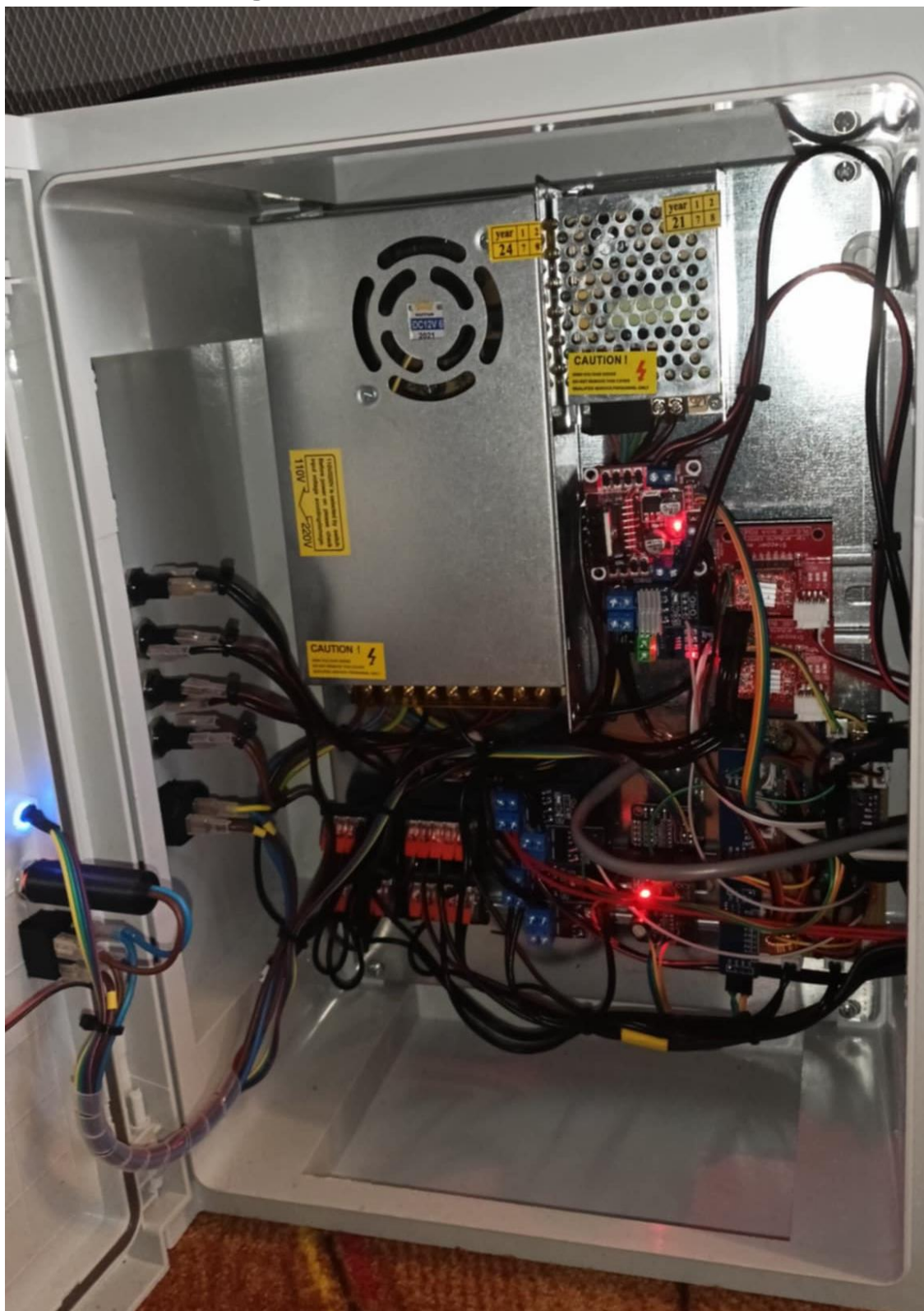
CGC-Schematic v31  
 24/05/2025 13:03  
 Sheet: 2/3



**Hlavice manipulatoru  
Mikrokontroler  
Servomotory**

CGC-Schematic v31	6
24/05/2025 13:03	
Sheet: 3/3	

## B.2 Fotografie rozvaděč





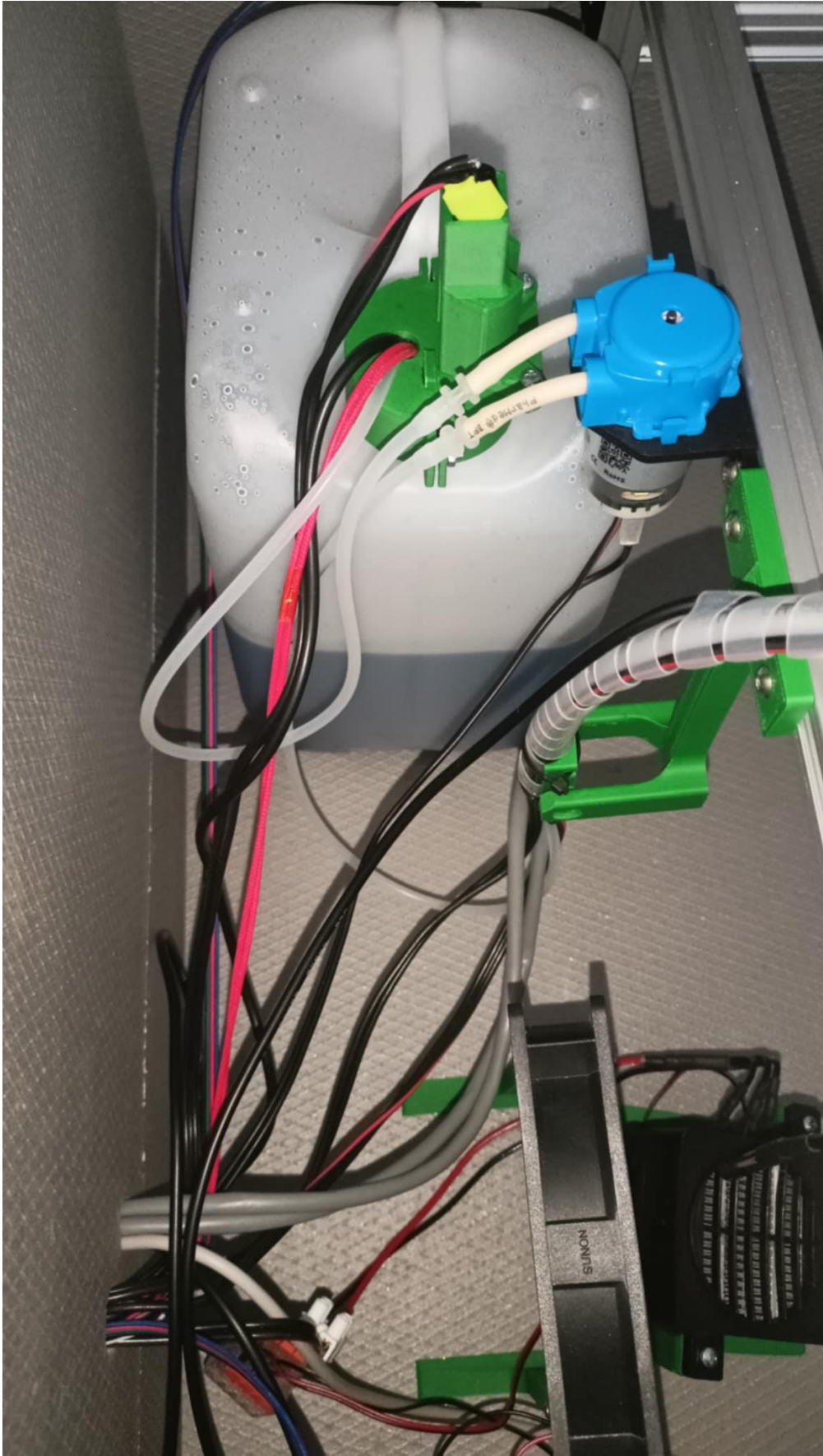




### B.3 Fotografie komora a manipulátor

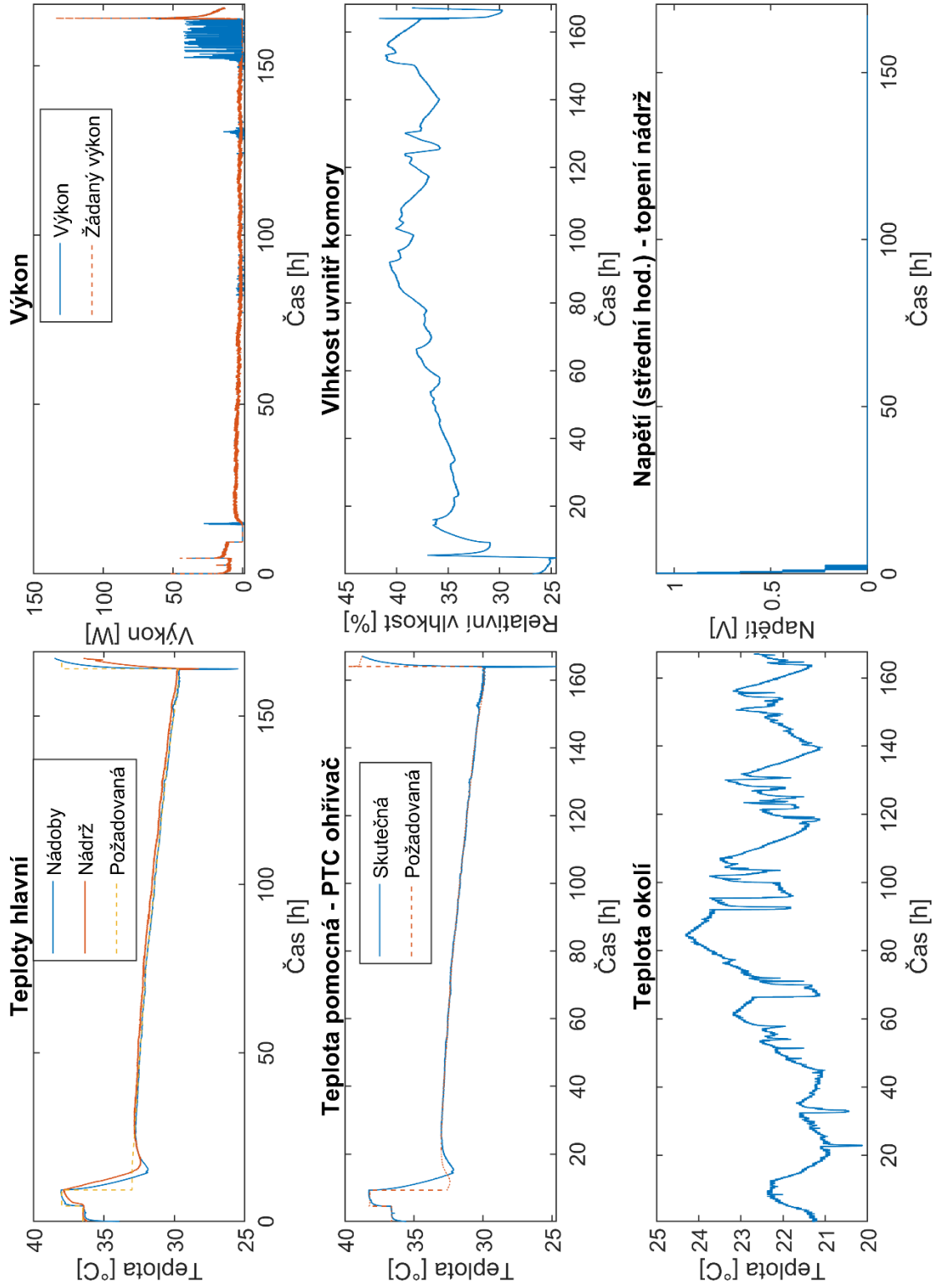








## B.4 Průběh růstu



## Příloha C - Obsah elektronické přílohy

/	kořenový adresář přiloženého média
└─ BP-Kalis.pdf.....	elektronická verze práce
└─ CrystalGrowthWithArduino.....	aplikace na Arduino
└─ ESP-IDF-Jednoduche zarizeni.....	aplikace na ESP32-S3
└─ ESP-IDF-Automatizovane zarizeni.....	aplikace na ESP32-S3
└─ Fotografie-Jednoduche zarizeni.....	ukázka komory
└─ Modely-Jednoduche zarizeni.....	tisknuté modely
└─ Modely-Automatizovane zarizeni.....	tisknuté modely
└─ Testovani-Jednoduche zarizeni.....	výsledky testů
└─ TestViewer.m.....	skript pro prohlížení výsledků
└─ Testovani-Automatizovane zarizeni.....	výsledky testů
└─ ResultViewer.mlx.....	skript pro prohlížení výsledků