

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

# FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

# ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

# NÁVRH DUSÍKOVÉ DEWAROVY NÁDOBY PRO ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPY

DESIGN OF A NITROGEN DEWAR VESSEL FOR ELECTRON MICROSCOPES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Tomáš Brauner

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

**BRNO 2023** 



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav fyzikálního inženýrství
Student:	Tomáš Brauner
Studijní program:	Základy strojního inženýrství
Studijní obor:	Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce:	Ing. Pavel Urban, Ph.D.
Akademický rok:	2022/23

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

#### Návrh dusíkové Dewarovy nádoby pro elektronové mikroskopy

#### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Téma je zaměřeno na návrh dusíkové Dewarovy nádoby pro chlazení držáku vzorku a antikontaminačního štítu uvnitř vakuové komory elektronového mikroskopu. Součástí Dewarovy nádoby bude chlazený palec tepelně ukotvený na dno nádoby s kapalným dusíkem. Na koncovku palce budou připojeny kotevní prvky zajišťující tepelnou vazbu držáku vzorku a antikontaminačního štítu na chlazený palec. Držák vzorku vůči Dewarově nádobě bude elektricky izolován. Základními parametry, které má Dewarovu nádoba zajistit, jsou: spodní mezní teplota chlazeného držáku alespoň –160°C (113 K), možnost ohřevu držáku na –120°C (153 K), doba výdrže náplně kapalného dusíku minimálně 6 hodin. Téma bude řešeno v Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. v týmu Skupiny kryogeniky a supravodivosti.

#### Cíle bakalářské práce:

Konstrukční návrh Dewarovy nádoby jež bude sestávat z tepelných a pevnostních výpočtů, volby materiálů, návrhu technologie spojování dílčích částí, zpracování výkresové dokumentace.
 Sestavení dílů Dewarovy nádoby a ověření její funkčnosti s ohledem na požadované parametry.

#### Seznam doporučené literatury:

VOŇKA, Jakub. Materials and their application in low temperature parts of STM micro-

scope: bachelor's thesis. Brno: Brno University of Technology, Faculty of Mechanical

Engineering, Institute of Physical Engineering, 2011.

JELÍNEK, Josef a Zdeněk MÁLEK. Kryogenní technika. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1982.

EKIN, Jack. Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements. Oxford University PressOxford, 2006. ISBN 0198570546.

BARRON, Randall F. Cryogenic Heat Transfer. CRC Press, 1999. ISBN 9780429161261.

WEISEND, J. G. Principles of Cryostat Design. In: WEISEND II, J.G., ed. Cryostat Design. Cham: Springer International Publishing, 2016. International Cryogenics Monograph Series. ISBN 978-3-319-31148-7.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2022/23

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc. ředitel ústavu doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D. děkan fakulty



Tato bakalářská práce byla vypracována v

# Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i.

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

### ABSTRAKT

Pro pozorování biologických preparátů v elektronových mikroskopech ve stavu blízkém jejich přirozené podobě je nutné vzorek zchladit na kryogenní teploty, nejčastěji s využitím kapalného dusíku (LN<sub>2</sub>). Za tímto účelem byla navržena LN<sub>2</sub> Dewarova nádoba s chlazeným palcem, která bude sloužit pro chlazení držáku vzorků a antikontaminačního štítu skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) kombinovaného se zdrojem fokusovaného iontového svazku (FIB). Parametry navržené LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby byly ověřeny měřením na zhotoveném funkčním vzorku. Při odhadované maximální tepelné zátěži 2 W na konci chlazeného palce byla dosažena teplota jeho konce 90,8 K. Odpovídající doba výdrže náplně LN<sub>2</sub> o objemu 0,91 l je přibližně 11 h. Experimentálně získané hodnoty jsou ve shodě s hodnotami získanými na základě provedených teoretických výpočtů. Navržená LN<sub>2</sub> Dewarova nádoba s chlazeným palcem s rezervou splňuje parametry specifikované v zadání této práce.

#### KLÍČOVÁ SLOVA

Dewarova nádoba, kryogenika, elektronová mikroskopie, chlazení vzorku, přenos tepla

## ABSTRACT

Observation of biological samples in electron microscopes in a state closest to the native state requires reaching cryogenic temperatures, most often with the use of liquid nitrogen (LN<sub>2</sub>). For this purpose a Dewar vessel with cooled copper thumb for cooling the sample holder and anticontamination shield inside the vacuum chamber of the scanning electron microscope (SEM) and focused ion beam (FIB) source was designed. Characteristics of the designed LN<sub>2</sub> Dewar vessel were validated by measuring executed on the real functional sample. The reached temperature at the tip of the thumb under estimated heat load 2 W was 90,8 K. Corresponding refilling interval of LN<sub>2</sub> is about 11 h. Experimentally measured data correlate with theoretically calculated characteristics. The designed Dewar vessel with a cooled thumb fulfills the required properties specified in the thesis assignment with a margin.

#### **K**EYWORDS

Dewar vessel, cryogenics, electron microscopy, sample cooling, heat transfer

### **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

Τ

BRAUNER, Tomáš. *Návrh dusíkové Dewarovy nádoby pro elektronové mikroskopy*. Brno, 2023. Dostupné také z: https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/150736. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Pavel Urban.

Т

# ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že tato práce je mým původním dílem, zpracoval jsem ji samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím informačních zdrojů uvedených v seznamu.

V Brně dne 25. května 2023

.....

Podpis

## Poděkování

Т

Děkuji tímto svému vedoucímu Ing. Pavlu Urbanovi, Ph.D. za odborný dozor a pomoc při psaní této práce.

Zvláštní poděkování patří členům týmu Kryogeniky a supravodivosti: Ing. Pavlu Hanzelkovi a Ing. Vojtěchu Krutilovi za uvedení do problematiky a místních postupů.

Poděkování patří i Ing. Ivanu Vlčkovi, Ph.D. a Ing. Liboru Dupákovi, Ph.D. ze skupiny Elektronové technologie za zpracování technologický požadavků pro konstrukci.

# OBSAH

Úvod	8
1 Teoretický úvod	
1.1 Mechanismy přenosu tepla	
1.1.1 Přenos tepla vedením (kondukcí)	
1.1.2 Přenos tepla zářením (radiací)	
1.1.3 Kombinace tepelných toků	
1.2 Tlak v závitech	
1.3 Teplotní spád na šroubových spojích	
1.3.1 Výpočet podle Gmelina	
1.3.2 Výpočet podle Ekina	15
2 Konstrukční řešení	
2.1 LN <sub>2</sub> Dewarova nádoba	
2.1.1 Spojení nádob u hrdla	
2.1.2 Vnější nádoba	
2.1.3 Vnitřní nádoba	
2.1.4 Funkce spodního dna vnitřní nádoby	
2.2 Chlazený palec	
2.2.1 Svislá část palce	
2.2.2 Zalomená část palce	23
3 Výpočetní část	25
3.1 Tepelný příkon chlazeným palcem	25
3.2 Výpočet teplotních spádů na šroubových spojích	
3.3 Výpočet odparu LN <sub>2</sub>	
3.4 Výpočet síly působící v centrovacím ústrojí palce	
3.4.1 Teoretický úvod	
3.4.2 Výpočet	
3.5 Pevnost válcových nádob	
3.6 Pevnost šroubů v přírubě vnější nádoby	
4 Experimentální ověření	
Závěr	
Seznam použitých zdrojů	41
Seznam použitých zkratek a symbolů	42
Seznam příloh	46

Т

# Úvod

Т

V Ústavu přístrojové techniky Akademie věd ČR (ÚPT AV ČR) ve skupině Mikroskopie pro biomedicínu vznikl požadavek na Dewarovu nádobu pro chlazení držáku vzorku a antikontaminačního štítu skenovacího elektronového mikroskopu (SEM), který slouží pro studium biologických vzorků. Celý návrh a následná realizace byla provedena v týmu Kryogeniky a supravodivosti ÚPT AV ČR.

V elektronové mikroskopii se využívá kryogenních teplot pro pozorování biologických preparátů, protože zachovávají zobrazovanou strukturu ve své přirozené podobě. Pro chlazení má být použit dusík ve zkapalněném stavu (LN<sub>2</sub>), u kterého se pohybuje teplota varu okolo 77 K. Pro snímání povrchu vzorku je použit SEM, který je doplněný zdrojem fokusovaných iontů tzv. FIB (Focused Ion Beam). Koncentrovaný svazek FIB se využívá k obrobení vrstev povrchu vzorku až v jednotkách nanometru. Systém skládající se ze SEM, FIB a chladícího ústrojí vzorku (Cryo) je označován jako tzv. Cryo-FIB-SEM. [1]

Cílem práce je navrhnout LN<sub>2</sub> Dewarovu nádobu s chlazeným palcem zastávající funkci chladícího ústrojí v systému Cryo-FIB-SEM. Dewarova nádoba bude naistalována na vakuovou komoru SEM (Obr. 1). Držák vzorku bude připojen k chlazenému palci prostřednictvím flexibilního měděného svazku s vysokou tepelnou vodivostí (tzv. braidu). Braid umožňuje polohování vzorku vůči SEM a FIB. Antikontaminační štít bude k palci připojen pevnou tepelnou kotvou.

Jako Dewarova nádoba je označována vícestěnná evakuovaná nádoba obecně určená pro přechovávání kapalin s nižším bodem varu, než je teplota okolí (kryokapalin) [2]. Ve vnitřní nádobě se nachází přechovávaná kryokapalina. Mezi stěnami vnitřní nádoby a vnějšího pláště bývá tepelně izolační vakuum o tlaku řádově 10<sup>-4</sup> Pa a nižší. Zbytkový plyn ve vakuovém prostoru je pohlcován adsorbentem, například aktivním uhlím, kterým se plní chlazené schránky tepelně ukotvené na dno vnitřní nádoby. Nádoby jsou vůči sobě vymezeny centrovacím ústrojím s dostatečnou pevností a nízkou tepelnou vodivostí. Z důvodu minimalizace přenosu tepla zářením je potřeba volit materiály s nízkou tepelnou emisivitou, nebo povrch náležitě upravit.

Základními parametry, které má Dewarova nádoba zajistit, jsou: spodní mezní teplota chlazeného držáku alespoň 113 K, možnost ohřevu držáku na 153 K a doba výdrže náplně LN<sub>2</sub> minimálně 6 hodin. Záměrem je co nejvíce zredukovat tepelné příkony do vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub>, které zapříčiní odpar náplně. Pokud bude mít chlazený palec příliš malý tepelný odpor, vzorek dosáhne nižší teploty, než je požadovaná, což by zadavateli nevadilo. Problém nastane v momentě, kdy je potřeba vzorek ohřát na vyšší z požadovaných teplot. Čím menší je tepelný odpor chladícího ústrojí, tím výkonnější topení je potřeba použít, což zapříčiní větší tepelný tok do vnitřní nádoby a tudíž rychlejší odpar LN<sub>2</sub>. Proto je potřeba optimalizovat tepelný spád na chlazeném palci a braidu.

Jak je vidět na schematickém Obr. 1, připojovací port mikroskopu je nakloněný o nezanedbatelný úhel  $\beta = 30^{\circ}$ , a proto byl zvolen návrh se zalomením palce a šroubovým spojem, aby bylo dno nádoby orientováno vodorovně. Připojení Dewarovy nádoby v neprochlazeném stavu může způsobit lehké zhoršení úrovně vakua v komoře mikroskopu, ale po jejím prochlazení by měla kryočerpáním naopak vakuum zlepšovat. Pro potřeby použití Dewarovy nádoby u systému Cryo-FIB-SEM je na zvážení, zda nádobu nekonstruovat tak, aby měla oddělené vakuum vůči mikroskopu a do komory mikroskopu se po ohřátí Dewarovy nádoby nemohly dostat plynné nečistoty nebo vlhkost.



Obr. 1 Schématické znázornění montáže LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby s chlazeným palcem na komoru SEM včetně pevně připojeného antikontaminačního štítu a držáku vzorku s flexibilním připojením pomocí braidu;  $KZ_1 - KZ_4$  označují teplotní snímače

7

#### 1 TEORETICKÝ ÚVOD

#### 1.1 MECHANISMY PŘENOSU TEPLA

Cílem výpočtů je určení všech tepelných toků do vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub>, aby bylo možné spočítat celkovou časovou výdrž kryokapaliny. Lze předpokládat, že největší tepelný příkon do nádoby bude vedením chlazeným palcem. Dewarova nádoba bude provozována v oblasti vysokého vakua (HV) a proto může být vedení zbytkovým plynem zanedbáno. Hlavními mechanismy přenosu tepla tedy budou pouze dvě složky a to vedení a tepelné záření.

#### 1.1.1 PŘENOS TEPLA VEDENÍM (KONDUKCÍ)

K přenosu tepla vedením dochází ve všech látkách za předpokladu, že není teplota konstantní v celém objemu. Tento jev popisuje Fourierův zákon [3], z jehož předpisu vyplývá, že směr tepelného toku je orientován v opačném směru gradientu teploty. Pro jednorozměrné vedení (tyč konstantního průřezu) platí výraz (1.1).

$$Q = -\lambda(T) \cdot S \cdot \frac{dT}{dx}$$
(1.1)

V rovnici (1.1) je  $\lambda(T)$  tepelná vodivost a *S* je plocha průřezu vodivého tělesa. Při odlišných aplikacích, kdy nejde o přesný výpočet tepelného toku nebo je změna teploty v malém rozsahu, je možné  $\lambda$  považovat za konstantní a počítat se střední hodnotou tepelné vodivosti. V oblasti kryogenních teplot (~ 77 K) ale většinou nemůže být závislost tepelné vodivosti  $\lambda$  na teplotě zanedbána. Po přepsání vztahu do integrálního tvaru dostaneme následující výraz (1.2).

$$\frac{Q}{S} \cdot \int_{x_1}^{x_2} dx = -\int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) \, dT \tag{1.2}$$

Předpis závislosti tepelné vodivosti na teplotě nebývá přesně znám a proto se počítá s tabelovanými hodnotami integrální tepelné vodivosti K(1.3), která je při zvolené vztažné teplotě  $T_0$  rovna nule [4].

$$K(T_z) = \int_{T_0}^{T_z} \lambda(T) \, dT \tag{1.3}$$

Za tohoto předpokladu je možné vztah (1.2) upravit a tím získat výsledný tepelný tok na tyči o délce *L*. Délka *L* je definována jako rozdíl souřadnic  $x_2$  a  $x_1$ .

$$\frac{Q}{S} \cdot L = -[K(T_2) - K(T_1)]$$
(1.4)

Následně po vyjádření tepelného toku platí vztah (1.5)

$$Q = -\frac{S}{L} \cdot [K(T_2) - K(T_1)]$$
(1.5)

#### 1.1.2 PŘENOS TEPLA ZÁŘENÍM (RADIACÍ)

Nízkoteplotní části LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby s chlazeným palcem jsou obklopeny povrchy na vyšší teplotě blízké pokojové (~ 300 K), tudíž dochází k přenosu tepla zářením.

Každý povrch teplejší než 0 K emituje energii ve formě elektromagnetických vln o širokém frekvenčním rozsahu. Hustota radiačního toku  $\phi_B$  je pro dokonale černá tělesa dle Stefanova-Boltzmannova zákona (1.6) úměrná čtvrté mocnině teploty tělesa [5].

$$\phi_{\rm B} = \sigma \cdot T^4 \tag{1.6}$$

17

Zde  $\sigma$  značí Stefanovu Boltzmanovu konstantu  $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$  a *T* je absolutní teplota tělesa. Pokud se jedná o tzv. šedé těleso, které není dokonalým zářičem, je potřeba do tohoto vztahu zahrnout i poměrný součinitel emisivity povrchu *e* (vztah (1.7)) [6].

$$\phi_{\rm B} = \sigma \cdot e \cdot T^4 \tag{1.7}$$

Dle Prvního Kirchhoffova zákona může být toto záření pohlceno, odraženo, nebo může ozařovaným materiálem projít. Vzhledem k charakteru použitých materiálů, by nemělo docházet k prostupnosti záření. Pro určení absorbovaného tepelného toku je tedy potřeba zavést poměrný součinitel tzv. absorptivitu, která udává poměr mezi absorbovaným a dopadajícím tokem energie záření. Podle Druhého Kirchhoffova zákona je při tepelné rovnováze emisivita daného povrchu považována za rovnou absorptivitě, neboli těleso je tak dokonalým zářičem, jak dokáže záření pohlcovat. [6]

Pro konfiguraci zobrazenou na Obr. 2, kdy je teplota obklopeného tělesa  $T_1$  jiná než teplota obklopujícího tělesa  $T_2$ , platí pro tepelný tok Q přibližný vztah (1.8). Místo emisivity zde vystupuje vzájemná emisivita  $E_{12}$ , která zohledňuje velikosti teplosměnných ploch a jejich emisivity viz (1.9). Stejně jako prostá emisivita, i emisivita vzájemná nabývá hodnoty mezi 0 a 1. [2]

$$Q = \sigma \cdot E_{21} \cdot S_1 \cdot (T_2^4 - T_1^4) \tag{1.8}$$

$$E_{21} = \frac{1}{\frac{1}{e_1} + \frac{S_1}{S_2} \cdot \left(\frac{1}{e_2} - 1\right)}$$
(1.9)

Z předpisu vyplývá, že při interakci dvou povrchů, kdy je povrch  $S_2$  mnohem větší než povrch  $S_1$ , je vzájemná emisivita rovna emisivitě  $e_1$ .



Obr. 2 Přenos tepla zářením

#### 1.1.3 KOMBINACE TEPELNÝCH TOKŮ

Pro výpočet celkového tepelného příkonu palcem do  $LN_2$  je třeba přenos tepla vedením palce a zářením z obklopujících povrchů uvažovat současně, viz Obr. 3. Po přepisu jednotlivých rovnic v diferenciálním tvaru (viz rovnice (1.10) a (1.11), kdy (1.10) je shodná s (1.1)) je vidět, že tuto soustavu analyticky řešit jednoduchým způsobem nelze a je třeba využít řešení numerického.



Obr. 3 Kombinace tepelných toků vedením a tepelným zářením tyčí konstantního průřezu; upraveno dle [7]

Vedení elementem tyče:

$$Q = -\lambda(T) \cdot S \cdot \frac{dT}{dx}$$
(1.10)

Radiace na element:

$$dQ = 0 \cdot dx \cdot \sigma \cdot E_{21} \cdot (T_R^4 - T^4) \tag{1.11}$$

dT značí elementární změnu teploty na přijímajícím tělesu, dx elementární délku, O obvod průřezu,  $E_{21}$  vzájemnou emisivitu,  $T_{\rm R}$  teplotu vyzařujícího tělesa a T teplotu absorbujícího tělesa.

#### 1.2 TLAK V ZÁVITECH

Osa vstupu do mikroskopu svírá s vodorovnou rovinou úhel  $\beta$  (viz Obr. 1) a aby byl zachován požadavek na rozebíratelnost, je chlazený palec rozdělen šroubovými spoji. Pro dosažení co nejmenšího teplotního spádu na šroubových spojích, je třeba vyvinout co největší přítlačnou sílu na styčné plochy, která se odvíjí od dovoleného tlaku v závitech. U rozhraní ocel-ocel je v naprosté většině kritičtější napětí ve šroubu. Pokud je užita měď jako materiál pro matici a ocel pro šroub, hrozí riziko vytrhnutí neboli stržení závitu v matici.

Maximální dovolený tlak  $p_{dov}$  lze vyjádřit rovnicí (1.12) [8]. Jedná se o konzervativní odhad reálné hodnoty, která není běžně tabelována.

$$p_{\rm dov} = 0.25 \cdot R_{\rm ep} \tag{1.12}$$

 $R_{ep}$  je mezí kluzu materiálu matice. V následujícím vztahu (1.13) je definován tlak na povrchu metrického závitu, pro výpočet středního průměru závitu  $d_2$  platí vztah (1.14) [9].

$$p = \frac{2F}{\pi \cdot d_2 \cdot n_z \cdot P} \tag{1.13}$$

$$d_2 = D - \frac{P}{2} \tag{1.14}$$

Zde značí  $n_z$  počet funkčních otáček závitu, D je průměr vnějšího závitu, P je stoupání závitu a F je síla působící v jeho ose.

Po úpravách a za předpokladu, že tlak v závitech se rovná tlaku dovolenému, dostaneme vyjádření síly působící v ose šroubu (1.15).

$$F = \frac{p_{\rm dov} \cdot \pi \cdot d_2 \cdot n_z \cdot P}{2} \tag{1.15}$$

Pro vyvození této síly je potřeba šroub předepnout utahovacím momentem  $M_U$ , který se skládá ze dvou složek (1.18). První složkou je zvedací moment  $M_{zv}$  (1.16), vyvolaný třecí silou v závitu a druhou složkou je moment  $M_O$  (1.17) vznikající na mezikruhové dosedací ploše šroubu a matice [9].

$$M_{\rm zv} = \frac{F \, d_2}{2} \left[ \frac{P \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) + \pi \cdot f \cdot d_2}{\pi \cdot d_2 \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) - f \cdot P} \right] \tag{1.16}$$

Úhel profilu závitu je značen  $\alpha$  a f je třecí součinitel mezi styčnými plochami matice a šroubu v závitu.

$$M_0 = \frac{F \cdot f_0 \cdot d_0}{2} \tag{1.17}$$

 $f_0$  značí součinitel tření mezi dosedací plochou hlavy šroubu a matice,  $d_0$  je střední průměr styčné plochy.

$$M_{\rm U} = M_{\rm zv} + M_0 \tag{1.18}$$

#### 1.3 TEPLOTNÍ SPÁD NA ŠROUBOVÝCH SPOJÍCH

Šroubové spoje představují tepelný odpor při vedení tepla, v jehož důsledku na nich vznikne teplotní spád  $\Delta T$ . Pokud povrch není dokonale hladký, bude docházet ke kontaktu ploch na nerovnostech, které po vzájemném styku zamezí přiblížení zbytku povrchu a proto reálná styčná plocha z mikroskopického a makroskopického hlediska nemá stejnou velikost. Pro výpočet tepelného odporu mezi dvěma styčnými plochami neexistuje jednoznačný vztah. Zdroje popisující experimentálně určené hodnoty teplotních odporů se značně liší. [10]

#### 1.3.1 VÝPOČET PODLE GMELINA

7

V publikaci [10] autoři tvrdí, že na tepelný odpor má vliv kvalita povrchů, tlak mezi nimi a typ materiálu. Významného zlepšení je možné dosáhnout při pozlacení kontaktních ploch a vložením mezivrstvy v podobě měkkého kovu nebo vakuového tuku.

V článku byl vypočten tepelný odpor  $R_G$  čistých měděných ploch, který je v tomto případě definovaný v závislosti na tlaku a velikosti styčné plochy. Relevantní výsledky pro naši aplikaci jsou obsaženy v Tab. 1.

Materiál	Teplota	<b>R</b> G <sup>-1</sup>	Styčná plocha	Tlak
	Ĩ	-	S	<b>p</b> c
[–]	[K]	$[\mathbf{W}\cdot\mathbf{m^{-2}}\cdot\mathbf{K^{-1}}]$	[cm <sup>2</sup> ]	[MPa]
Cu/Cu	77	2050	0,79	2,8
Cu/Cu	77	8400	0,79	11

Tab. 1 Tepelný odpor R<sub>G</sub> podle Gmelina [10]

Pro výpočet tlaku mezi plochami je užit následující vztah (1.19).

$$p_{\rm c} = \frac{\sum F_{\rm i}}{S} \tag{1.19}$$

V čitateli se nachází suma sil od šroubů, které působí kolmo ke styčným plochám a *S* ve jmenovateli značí velikost styčné plochy.

Rozsah tepelné vodivosti  $R_{G}^{-1}$  a kontaktního tlaku  $p_{c}$  v tabulce je veliký. Za předpokladu, že existuje lineární závislost mezi oběma naměřenými hodnotami, je možné

po výpočtu styčného tlaku (1.19) pro něj určit tepelnou vodivost  $R_{G}^{-1}$ , potažmo tepelný odpor  $R_{G}$  pomocí lineární interpolace.

Pro výpočet teplotního spádu platí vztah (1.20).

$$\Delta T = \frac{Q \cdot R_{\rm G}}{S} \tag{1.20}$$

Zde Q značí tepelný tok, S plochu styku a  $\Delta T$  rozdíl teplot jednotlivých ploch.

#### 1.3.2 VÝPOČET PODLE EKINA

Oproti zdroji [10] ke kapitole 1.3.1, v knize [11] je autor názoru, že tepelný odpor  $R_E$  je závislý jen na síle, která stlačuje povrchy k sobě a na použitém materiálu. Hodnoty publikované v knize [11] jsou experimentálně určené hodnoty z různých zdrojů. Odpovídající hodnota pro naši aplikaci je uvedena v Tab. 2.

Tab. 2 Tepelný odpor R<sub>E</sub> podle Ekina [11]

Materiál	Teplota	$R_{ m E}^{-1}$
[-]	[K]	$[\mathbf{W} \cdot \mathbf{K}^{-1}]$
Cu/Cu	77	0,3

Tepelný odpor je uveden pro stlačující sílu 445 N a pro přepočet při jiné přítlačné síle  $F_c$  je doporučeno vynásobit odpor poměrem  $445/F_c$ , což značí určitou lineární závislost tepelné vodivosti na síle. Síla mezi plochami  $F_c$  je rovna sumě sil od všech šroubů (1.21)

$$F_{\rm c} = \sum F_i, \tag{1.21}$$

kde Fi značí sílu od jednotlivých šroubů na spoji.

Tepelný odpor  $R_E$  není definovaný v závislosti na ploše, ale jen na síle a proto je výpočetní vztah pro určení  $\Delta T$  dán rovnicí (1.22), kde Q značí tepelný tok.

$$\Delta T = Q \cdot R_{\rm E} \cdot \frac{445}{F_{\rm c}} \tag{1.22}$$

# 2 KONSTRUKČNÍ ŘEŠENÍ

T

Výsledný návrh LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby s chlazeným palcem je zobrazen na Obr. 4. Při návrhu bylo vycházeno z předchozích zkušeností týmu Kryogeniky a supravodivosti.

Návrh lze rozdělit na dvě samostatné části, LN<sub>2</sub> Dewarovu nádobu a chlazený palec. Vnější rozměry nádoby jsou omezeny dalšími komponenty mikroskopu. LN<sub>2</sub> Dewarova nádoba se skládá z válcové vnější nádoby a vnitřní válcové nádoby na LN<sub>2</sub>. Průměr vnější nádoby je 102 mm a je vysoká 208 mm. Objem vnitřní nádoby činí 0,91 l.

Pro zajištění vertikální orientace nádoby a současně zachování požadavku rozebíratelnosti bylo nutné rozdělit chlazený palec na svislou a zalomenou část a zároveň ho připevnit ke dnu vnitřní nádoby. Celkově se tedy ode dna až po konec chlazeného palce na chladícím ústrojí nachází dva šroubové spoje. Délka zalomené části palce je 340 mm.

Po konzultaci se skupinou Mikroskopie pro biomedicínu bylo rozhodnuto, že LN<sub>2</sub> Dewarova nádoba bude mít své vlastní oddělené vakuum od mikroskopu, aby nedocházelo ke znečištění komory SEM se vzorkem odpařenými a desorbovanými plyny z vakuového prostoru Dewarovy nádoby. Nádoba je však uzpůsobena pro jednoduchou přestavbu na verzi bez odděleného vakua realizovaného pomocí vlnovce v oblasti svislého palce. Pokud není řečeno jinak, použitým materiálem pro výrobu všech součástí je korozivzdorná ocel. V rámci bakalářské práce byla zpracována výkresová dokumentace (ukázka je uvedena v příloze).



340 mm

Obr. 4 Řez LN<sub>2</sub> Dewarovou nádobou s chlazeným palcem

#### 2.1 LN<sub>2</sub> DEWAROVA NÁDOBA

#### 2.1.1 SPOJENÍ NÁDOB U HRDLA

Aby byl uzavřen vakuový prostor LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby, je třeba spojit vnější a vnitřní nádobu v horní i spodní části. Spoj v horní části je realizován svarem v oblasti hrdla (viz Obr. 5) a zároveň je nosným spojem hmotnosti celé vnitřní nádoby i s kryokapalinou (cca 1,5 kg). Na obklopující trubku (2) vnější nádoby je pomocí elektronového svazku přivařena koncovka hrdla (3), která slouží jako mezičlánek mezi tenkostěnným nerezovým hrdlem (1) (o průměru 14,7 mm s tloušťkou stěny 0,15 mm) a obklopující trubkou (2). Koncovka hrdla (3) zároveň slouží jako platforma pro uzávěr hrdla (pozice 5 - 10) usměrňující odpařovaný dusík nebo umožňující přilévání dusíku do vnitřní nádoby. Spoj mezi hrdlem (1) a koncovkou hrdla (3) je realizován svarem pomocí mikro-plazmového oblouku. Výška zúžené stěny koncovky hrdla (3) je navržena cíleně delší společně s hrdlem (1) aby v případě zjištění problému při testování bylo možné tento spoj destruktivně odebrat a bez dalších technologických úprav realizovat spoj nový.



Obr. 5 Uzávěr hrdla zobrazený ve čtvrtečním řezu

Na koncovku (3) je přišroubováno tělo uzávěru (5) pomocí mosazné matice (4). Z obrázku je patrné, že nejmenší průměr matice (4) je větší než největší průměr těla uzávěru (5). Aby spoj fungoval, je zapotřebí vsunout do drážky (d) drát, který zajistí, že se matice z těla uzávěru (5) nevysune. Tento postup je zvolen, aby byl spoj nedestruktivně rozebíratelný. Matici

7

nelze nasunout vrchní částí těla uzávěru (5), protože zde jsou do stran připájeny natvrdo niklovou pájkou dva vývody (6). Na jeden z nich je většinou připojen průtokoměr pro měření odparu  $LN_2$  a na druhý je našroubován přetlakový pojistný ventil.

Střední a zároveň největší otvor v těle uzávěru (5) slouží pro doplňování  $LN_2$ . V ustáleném stavu je nepropustně utěsněn, aby bylo možné měřit odpar  $LN_2$  jedním z bočních vývodů (6). Těsnost je zajištěna přimáčknutím pryžového o-kroužku (7) koncovou mosaznou maticí (8) přes vysokou podložku (9), čímž se zajistí elastický průměr otvoru, do kterého se pro uzavření vloží zátka (10).

#### 2.1.2 VNĚJŠÍ NÁDOBA

Plášť nádoby je vyroben z plechu tloušťky 0,5 mm, který je srolovaný do válce, svařen elektronovým svazkem a vykroužen do kulatého průřezu. Horní část nádoby je zobrazena na Obr. 6. K vrchnímu dnu (7) jsou přivařeny dva komínky. První z nich (1) slouží k vyvedení vodičů pro snímače teploty a topná tělíska. Vodiče jsou vedeny skrz vakuovou průchodku (2), která je přišroubovaná k CF přírubě na koleni komínku (1). Těsnost je zajištěna měděným těsněním (3).

Druhý z komínků (4) je uzavřen přetlakovou pojistnou zátkou (5). K přetlaku může dojít, pokud vzniknou netěsnosti ve vnitřní nádobě, dusík se uvolní do vakuového prostoru a začne se vypařovat. Další riziko skýtá vyhřívání Dewarovy nádoby (jsou zapnutá topná tělíska s cílem zbavit se co nejrychleji přebytečného LN<sub>2</sub> ve vnitřní nádobě) nebo kompletní odpaření LN<sub>2</sub>. V obou případech dojde k ohřívání adsorbentu a následné desorbci zbytkového plynu, který by mohl svým tlakem zapříčinit ztrátu stability vnitřní nebo vnější nádoby stejně jako odpařený dusík v případě netěsnosti vnitřní nádoby.

V ose pláště je pak umístěna trubka (6) obklopující tenkostěnné hrdlo, se kterým bude svařena, čímž se oddělí vakuový prostor od okolí v horní části nádoby (více v kapitole 2.1.1).



Obr. 6 Pohled na řez horní částí vnější nádoby

Na Obr. 7 je vidět spodní část vnější nádoby, kde je ke spodní straně pláště měděnou pájkou natvrdo připájena příruba (8) sloužící k připojení dna (9) šroubovými spoji. Těsnost spoje je zajištěna pryžovým o-kroužkem (10). Na dno (9) je elektronovým svazkem přivařena

trubka obklopující svislou část palce (11). Po přišroubování malé příruby, která je součástí svislé části palce (Obr. 13), do rotačně symetrických děr na menším průměru (12), dojde k uzavření vakuového prostoru ve spodní části nádoby.



Obr. 7 Pohled na řez spodní částí vnější nádoby

#### 2.1.3 VNITŘNÍ NÁDOBA

Stejně jako u vnější nádoby je plášť vyroben z plechu tloušťky 0,5 mm, který je srolovaný do válce, svařen elektronovým svazkem a vykroužen do kulatého průřezu. Horní dno nádoby je z technologických a konstrukčních důvodů tvořeno dvěma soustřednými deskami (1, 2). Obě desky mají technologické drážky pro usnadnění svařování mikroplazmovým obloukem. Středem je vedeno hrdlo (3). Před svařením hrdla s vnější nádobou (viz Obr. 5) jsou plášť a horní dno vnitřní nádoby obaleny hliníkovou fólií pro dosažení nízké absorptivity tepelného záření.



Obr. 8 Řez horní částí vnitřní nádoby

Spodní dno nádoby je vyrobeno z mědi, a to především kvůli její výborné tepelné vodivosti, protože je součástí tepelně vodivého řetězce. Spoj s pláštěm je realizován dvěma technologiemi a je znázorněn na Obr. 9. K měděnému dnu (4) je stříbrnou pájkou natvrdo připájen nerezový prstenec (5). Drážka (r) slouží pro vložení pájky. Prstenec je následně přivařen elektronovým svazkem k plášti (6). Ve dně jsou vytvořeny zvlášť závity pro umístění schránek pro adsorbent (kapitola 2.1.4) a pro připojení svislé části palce (kapitola 2.2.1).



Obr. 9 Řez spodní částí vnitřní nádoby

#### 2.1.4 FUNKCE SPODNÍHO DNA VNITŘNÍ NÁDOBY

Chlazené měděné dno vnitřní nádoby je platformou pro více prvků konstrukce. Uprostřed dna je uchycena svislá část palce pomocí hvězdice (1) (více v kapitole 2.2) a svorníků (2) s maticemi, které společně s centrovacím prstencem (3) tvoří centrovací ústrojí vnitřní nádoby. Šrouby (4) s vymezovacími podložkami slouží pro připevnění centrovacího prstence (3) ke spodnímu dnu vnější nádoby. Mezi jednotlivé cípy hvězdice jsou umístěny schránky s adsorbentem (5). Pro rychlejší odpaření zbytku  $LN_2$  po dokončení užívání Dewarovy nádoby, jsou na dně umístěna dvě odporová topení (6) o celkovém nominálním výkonu 75 W. Rozložení je voleno na opačných stranách dna pro rovnoměrné prohřívání. Topení je možné využít i pro vyhřátí adsorbentů při jeho odplyňování. Pro měření teploty jsou zvoleny platinové snímače Pt100. První z nich ( $KZ_1$ ) je umístěn na dno a pro změření tepleného spádu mezi dnem a přišroubovanou hvězdicí palce (více v kapitolách 1.3 a 3.2) je druhý snímač ( $KZ_2$ ) umístěn na povrch hvězdice.



Obr. 10 Pohled v řezu zespodu na dno vnitřní nádoby zobrazující hvězdici palce (1), svorníky (2) s maticemi, schránky s adsorbentem (5), topení (6), teplotní snímače (*KZ*<sub>1</sub>, *KZ*<sub>2</sub>)

Т

#### SCHRÁNKA S ADSORBENTEM

Odčerpání vakuového prostoru Dewarovy nádoby není dokonalé, přítomnost zbytkového plynu volně v prostoru je nežádoucí, protože zvyšuje přenos tepla sdílením volným pohybem molekul [3]. Aby se tomuto jevu zabránilo, je třeba použít adsorbent a chladit ho na co nejnižší teplotu. Zbytkový plyn se váže na chlazený povrch Van Der Waalsovými silami a tvoří monomolekulární vrstvu. Pro správné fungování adsorbentu je tedy zásadní velká plocha povrchu. Bylo zvoleno řešení v podobě schránek naplněných aktivním uhlím jako adsorbentem, které jsou přišroubovány na měděné dno vnitřní nádoby. Uhlí má pórovitou strukturu, díky tomu má vysoký poměr efektivního povrchu ku hmotnosti. Pro aktivní uhlí je udávána hodnota

$$1,2 \cdot 10^3 \ \frac{m}{g}$$
. [2]

Navržená schránka je vyobrazena na Obr. 11. Skládá se z měděné vaničky (1) a mosazného sítka (2). Mosaz pro sítko je zvolena pro svou vyšší tvrdost oproti mědi, díky které se jednodušeji vrtají jednotlivé díry. Sítko je k vaničce připájeno měkkou cínovou pájkou. K měděnému dnu vnitřní nádoby (kapitola 2.1.3) je schránka přišroubována šroubem v její ose.



Obr. 11 Schránka na adsorbent ve tříčtvrtečním řezu

#### CENTROVACÍ ÚSTROJÍ VNITŘNÍ NÁDOBY

Vzhledem k tomu, že vnitřní nádoba je svařena s vnější nádobou v oblasti hrdla (popsáno v kapitole 2.1.1), při nadměrném náklonu nádoby hrozí narušení svaru a následné narušení izolačního vakua. Proto bylo navrženo centrovací ústrojí, které vymezuje vnitřní nádobu vůči nádobě vnější.



Obr. 12 Centrovací ústrojí zobrazeno při zprůhlednění vnějšího pláště s přírubou

77

Konstrukce centrovacího ústrojí (Obr. 12) sestává ze speciálně navržených svorníků (1) a prstence (2). Svorníky mají dvojí funkci, jednak slouží k upevnění svislé části palce ke dnu vnitřní nádoby a současně jako opěrné hroty centračního prstence (2). Svorníky mají díky své primární funkci, kterou je připojení hvězdice palce k měděnému dnu (více v kapitole 2.1.3) kruhové rozmístění. Pro centrování nádob jsou svorníky navrženy s tenkými hroty na jejich konci. Tenké hroty se opírají o vnitřní průměr sklolaminátového prstence (2), který je přišroubovaný přes distanční válečky (3) ke dnu vnější nádoby (4), čímž je zamezeno pohybu vnitřní nádoby do stran. V kombinaci se spojem u hrdla jsou bezpečně omezeny všechny stupně volnosti pohybu vnitřní nádoby. Materiál prstence je volen především s důrazem na nízkou tepelnou vodivost.

#### 2.2 CHLAZENÝ PALEC

Pro přenos tepelné energie ze vzorku do nádoby s LN<sub>2</sub> je zvolena měď především pro svou výbornou tepelnou vodivost. Kvůli nakloněnému portu na mikroskopu, požadavku na svislou orientaci vnitřní nádoby a podmínce rozebíratelnosti je palec rozdělen šroubovým spojem pod úhlem na dvě části: svislou a zalomenou. Pro jednoduchost výroby a minimální vnější povrch je průřez palce kruhový. V prostoru okolo palce je udržováno vakuum, a proto je po celé své délce obklopen obklopující trubkou nebo komorou mikroskopu (viz Obr. 1).

#### 2.2.1 SVISLÁ ČÁST PALCE

Svislá část palce je zobrazena na Obr. 13. Připojení svislé části palce ( $P_1$ ) ke dnu vnitřní nádoby je realizováno rovnoměrně rozmístěnými šroubovými spoji. Pro usnadnění odčerpávání vakuového prostoru mikroskopu je navržena odvzdušňovací díra kolmá k osám šroubů. Aby bylo dosaženo co největší kontaktní plochy a současně se na dno vešly i schránky s adsorbentem, byla navržena jako mezičlánek mezi palcem a dnem šesticípá hvězdice (I). Spoj mezi palcem ( $P_1$ ) a hvězdicí (I) je pájený natvrdo stříbrnou pájkou. Na konci paprsků jsou díry pro připojení ke dnu svorníky s maticemi. Na povrchu hvězdice se nachází teplotní snímač  $KZ_2$ .



Obr. 13 Čtvrtinový řez svislou částí palce ( $P_1$ )

Oddělení vakua mikroskopu od vakua Dewarovy nádoby zajišťuje vlnovec (2) na který je niklovou pájkou natvrdo připájen prstenec (3) a ten je následně naměkko cínovo-olověnou pájkou připájen k palci ( $P_1$ ). Tento postup je zvolen, aby se nejdříve realizovala tvrdá pájení mezi palcem ( $P_1$ ) s hvězdicí (1) a vlnovcem (2) s prstencem (3). Při měkkém pájení prstence (3) k palci ( $P_1$ ) pak nedojde k narušení již předem pájených spojů při vyšší teplotě. Na druhý konec vlnovce (2) je přivařená malá příruba (4) s dvěma drážkami pro těsnící o-kroužky, která se přišroubuje ke dnu vnější nádoby, čímž dojde k uzavření spodní části vakuového prostoru nádoby.

Varianta Dewarovy nádoby bez odděleného vakua od mikroskopu je totožná až na absenci vlnovce (2), malé příruby (4) a prstence (3).

#### 2.2.2 ZALOMENÁ ČÁST PALCE

Svislá a zalomenou část palce ( $P_1$  a  $P_2$ ) jsou spojeny dvěma šrouby pod úhlem 120° (viz Obr. 14). Druhá část ( $P_2$ ) je relativně dlouhá, takže i mírné natočení ve šroubovém spoji způsobí poměrně výrazné vyosení palce na výstupu z obklopující trubky. Z tohoto důvodu jsou průchozí díry pro šrouby navrženy s malou vůlí pro případnou úpravu orientace při nepřesnostech výroby. Oblast označená číslem 5 je připravena pro centrovací ústrojí palce, které je z obou stran fixováno pojistnými kroužky. Pro menší namáhání centrovacího ústrojí palce při teplotní kontrakci vnitřní nádoby po prochlazení LN<sub>2</sub> je palec lokálně zúžen, což zapříčiní snížení jeho tuhosti (více v kapitole 3.4).

Palec je osazen dvěma platinovými snímači teploty Pt100 pro experimentální měření teplotního spádu. První z nich ( $KZ_3$ ) se nachází hned za šroubovým spojem a druhý ( $KZ_4$ ) je téměř na konci palce v blízkosti spoje palce s braidem. Pro připojení držáku vzorku braidem a antikontaminačního štítu jsou navrženy čtyři závitové díry na konci palce.



Obr. 14 Zalomená část palce (P2)

#### CENTROVACÍ ÚSTROJÍ ZALOMENÉ ČÁSTI PALCE

Т

Z důvodu teplotní kontrakce po prochlazení vnitřní nádoby  $LN_2$  bude docházet k vyosení chlazeného palce vzhledem k obklopující trubce. Z tohoto důvodu a pro zamezení samovolného kmitání je palec centrován. Centrovací ústrojí sestává z vnějšího kroužku (1), který je uchycen v obklopující trubce palce (~ 300 K) a vnitřního kroužku (2), který je nasunut na chlazeném palci (pozice 5 Obr. 14). Vzájemné centrování obou kroužků je zajištěno výpletem z polyesterového provazce nasyceného epoxidovou pryskyřicí. Výplet se po vytvrzení vyznačuje vysokou pevností v tahu a současně nízkou tepelnou vodivostí.



Obr. 15 Centrování chlazeného palce

# 3 VÝPOČETNÍ ČÁST

#### 3.1 TEPELNÝ PŘÍKON CHLAZENÝM PALCEM

Pro výpočet tepelného příkonu chlazeným palcem do LN<sub>2</sub> je využit program *BarSer1*, který byl vyvinut v ÚPT. Program počítá tepelné toky a ustálené teploty na soustavě za sebe řazených tyčí ve vakuu, přičemž počátek i konec této soustavy jsou ukotveny na konstantních teplotách. Do výpočtu je schopen zahrnout záření na tyče i tepelné toky vstupující do jednotlivých uzlů mezi nimi [12]. Rozměry palce nejsou konstantní po jeho délce. Je tedy potřeba jej rozdělit na samostatné bloky (tyče) o stejných a nebo alespoň podobných rozměrech. Rozdělení je znázorněno na Obr. 16 a odpovídající schématické překreslení na Obr. 17. Na šroubových spojích bude docházet k teplotním spádům, které tento výpočet nezahrnuje. Více je rozebráno v kapitole 3.2.



Obr. 16 Rozdělení chlazeného palce pro výpočet tepelného příkonu

Т



Obr. 17 Schématické znázornění blokového rozdělení chlazeného palce

Cílem výpočtu je vypočítat celkový tepelný tok palcem do vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub> ( $Q_{vh}$ ) a určit teplotu na konci palce  $T_v$ , neboli na místě pro připojení braidu od vzorku a antikontaminačního štítu. Celkový tepelný tok palcem  $Q_{vh}$  sestává z tepelného toku vedením přes braid od vzorku ( $Q_{vb}$ ), tepelného toku vedením od antikontaminačního štítu ( $Q_{va}$ ), tepelného toku radiací na jednotlivé bloky palce ( $Q_{rB5} - Q_{rB1}$ ) a zúžení palce ( $Q_{rz}$ ), tepelného toku vedením z centrovacího ústrojí palce ( $Q_{vc}$ ) a od vlnovce ( $Q_{vv}$ ). Teplota na začátku palce u dna je značena  $T_d$  a je považována za rovnu teplotě LN<sub>2</sub> (~ 77 K).

Vstupními parametry do programu *BarSer1* jsou rozměry bloků (Tab. 3) a tepelné toky v uzlech palce  $Q_{vv}$  a  $Q_{vc}$  (Tab. 4), které je potřeba předem určit. Pro jejich výpočet byl využit program *BarOne1*, který funguje stejně jako program *BarSer1* s tím rozdílem, že neuvažuje soustavu tyčí, nýbrž jen jednu [7]. Dalším vstupním parametrem je teplota trubky obklopující palec (~ 300 K). Vnitřní povrch obklopující trubky je mnohokrát větší než povrch chlazeného palce, a proto je vzájemná emisivita považována za rovnou absorptivitě palce (kapitola 1.1.2). Všechny části palce jsou vyrobeny z mědi, jejich povrchy jsou mechanicky leštěny a proto je absorptivita všech částí palce považována za konstantní a to 4 % [13].

Název	Průřez	Obvod	Délka
[-]	[mm <sup>2</sup> ]	[mm]	[mm]
Blok 1	177	47,1	64,7
Blok 2	380	69,1	17,5
Blok3	177	47,1	57,9
Zúžení	36	34,8	10,0
Blok 4	177	47,1	101,5
Blok 5	177	47,1	158,5

Tab. 3 Vstupní parametry programu BarSer1: rozměry jednotlivých bloků palce

Tab.	4	Vstu	ıpní	parametr	у	programu	Б	arSer1:
$Q_{\rm vc}$ –	tep	elný	tok	vedením	z	centrovacíl	10	ústrojí,
$Q_{\rm vv}$ –	tep	elný	tok v	vedením o	d	vlnovce		

$Q_{ u u}$	$Q_{vc}$
[mW]	[mW]
275	101

Т

Aktuálně ještě není známo celkové uspořádání všech prvků mikroskopu, které budou na palec napojeny. Ze zkušebních výpočtů bylo určeno, že by se měl tepelný příkon od mikroskopu  $Q_m (Q_{vb} + Q_{va})$  pohybovat v rozmezí 1 W až 2 W. Dále tedy budou uváděny výsledky výpočtů pro obě hodnoty příkonu  $Q_m$ . Jako orientační budou zmíněny i výsledky pro nulový příkon  $Q_m$ , kdy odpar LN<sub>2</sub> je způsoben pouze zátěží způsobenou konstrukcí samotné LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby včetně palce. Výsledky z programu *BarSer1* jsou zapsány v Tab. 5.

Qm	$Q_{ m vh}$	Tv
[W]	[W]	[K]
0	0,73	78,4
1	1,73	83,5
2	2,73	89,0

Tab. 5 Výsledky programu *BarSer1* pro výpočet teploty na konci palce  $(T_v)$  a celkového tepelného příkonu palcem do vnitřní nádoby  $(Q_{vh})$  za předpokladu různých tepelných příkonů od mikroskopu  $(Q_m)$ 

Požadovaná nejnižší teplota na vzorku v mikroskopu je rovna 113 K. Rozdíl oproti hodnotě  $T_v$  při tepelném příkonu 2 W od mikroskopu je asi 24 K. Aby bylo dosaženo požadované teploty držáku vzorku, je nutné dimenzovat připojovací braidy a šroubové spoje tak, aby na nich nevznikl teplotní spád přesahující 24 K.

#### 3.2 VÝPOČET TEPLOTNÍCH SPÁDŮ NA ŠROUBOVÝCH SPOJÍCH

Cílem výpočtů je určit teplotní spády na šroubových spojích palce, které jsou důsledkem tepelných odporů na spojích při vedení tepla palcem. Šroubové spoje jsou znázorněny na Obr. 18. Nachází se mezi dnem a hvězdicí palce (A) a mezi svislou a zalomenou částí palce (B). Jak je psáno v kapitole 1.3, pro výpočet teplotního spádu na styku dvou povrchů, je potřeba znát sílu  $F_c$  nebo tlak  $p_c$  mezi nimi. Z důvodu nedokonalé rovinnosti a drsnosti obou ploch byl zvolen výpočet podle Ekina, kde se počítá jen s celkovou silou a případné nerovnoměrné rozložení tlaku by nemělo být v rozporu s teorií.

Pro určení teplotních spádů je potřeba vypočítat sílu  $F_c$  mezi styčnými plochami spojů. Síly na jednotlivých závitech jsou vypočítány pomocí vztahu (1.15) a následně sečteny pro celý šroubový spoj. U spoje *B* je jiná délka funkčních délek závitu pro každý ze šroubů, a proto jsou odlišovány značením ( $B_1$  a  $B_2$ ). Všechny závity jsou metrické o průměru 4 mm a stoupání 0,7 mm. Mez kluzu mědi je uvažována 60 MPa. Střední průměr závitu  $d_2$  o velikosti 3,65 mm je spočítán užitím vztahu (1.14). Pro jednotlivé šrouby jsou pomocí jednoduché souvislosti, kdy funkční délka závitu  $l_z$  podělena jeho stoupáním *P* se rovná počtu funkčních otáček závitu  $n_z$ .



Obr. 18 Označení šroubových spojů pro výpočet teplotních spádů na chlazeném palci

Pro určení utahovacího momentu, kterým je potřeba působit pro vyvinutí síly v ose šroubu, je vrcholový úhel metrického závitu  $\alpha = 60^{\circ}$  a třecí součinitel mezi mědí a ocelí f = 0,17 [9]. Stejný třecí součinitel je uvažován pro výpočet obou momentů,  $M_{zv}$  podle (1.17) i  $M_0$  podle (1.18). Střední průměr styčné plochy  $d_0$  se stanoví jako aritmetický průměr díry pro svorník a vnějšího styčného průměru matice (spoj *A*) nebo díry pro šroub a vnějšího průměru jeho hlavy (spoj B). Díra pro svorník má průměr 4,2 mm a díry pro šrouby na palci mají průměr 4,5 mm pro možné vystředění palce v obklopující trubce (více v kapitole 2.2.2). Vnější průměr styčné plochy na matici činí 5,8 mm (spoj *A*), průměr hlavy šroubu je 7 mm (spoj B). Výsledná síla *F*, celkový utahovací moment pro její vyvození  $M_U$  a potřebné mezivýpočty jsou zapsány v Tab. 6, Tab. 7 a Tab. 8 v závislosti na typu spoje.

Tab. 6 Výpočty závitu A; hodnoty jsou zaokrouhleny;  $l_{zA}$  – délka funkčního závitu,  $n_{zA}$  – počet funkčních otáček závitu,  $F_A$  – síla v ose šroubu,  $d_{OA}$  – střední průměr styčné plochy,  $M_{zvA}$  – zvedací moment,  $M_{OA}$  – moment způsoben třením mimo samotný závit,  $M_{UA}$  – celkový utahovací moment pro generování síly  $F_A$ 

lzA	nzA	FA	d <sub>OA</sub>	MzvA	Моа	MUA
[mm]	[–]	[N]	[mm]	[Nm]	[Nm]	[Nm]
5	7,1	430	5,0	0,20	0,18	0,39

Tab. 7 Výpočty závitu  $B_1$ ; hodnoty jsou zaokrouhleny;  $l_{zB1}$  – délka funkčního závitu,  $n_{zB1}$  – počet funkčních otáček závitu,  $F_{B1}$  – síla v ose šroubu,  $d_{OB1}$  – střední průměr styčné plochy,  $M_{zvB1}$  – zvedací moment,  $M_{OB1}$  – moment způsoben třením mimo samotný závit,  $M_{UB1}$  – celkový utahovací moment pro generování síly  $F_{B1}$ 

l <sub>zB1</sub>	$n_{zB1}$	$F_{\rm B1}$	d <sub>OB</sub>	M <sub>zvB1</sub>	Мов1	$M_{\rm UB1}$
[mm]	[–]	[N]	[mm]	[Nm]	[Nm]	[Nm]
13	18,6	1118	5,8	0,53	0,55	1,08

T

Tab. 8 Výpočty závitu  $B_2$ ; hodnoty jsou zaokrouhleny;  $l_{zB2}$  – délka funkčního závitu,  $n_{zB2}$  – počet funkčních otáček závitu,  $F_{B2}$  – síla v ose šroubu,  $d_{OB2}$  – střední průměr styčné plochy,  $M_{zvB2}$  – zvedací moment,  $M_{OB2}$  – moment způsoben třením mimo samotný závit,  $M_{UB2}$  – celkový utahovací moment pro generování síly  $F_{B2}$ 

$l_{zB2}$	$n_{zB2}$	$F_{B2}$	dob	M <sub>zvB2</sub>	Мов2	$M_{ m UB2}$
[mm]	[–]	[N]	[mm]	[Nm]	[Nm]	[Nm]
8	11,4	688	5,8	0,33	0,34	0,66

Jak vyplývá ze vztahu (1.22), teplotní spád je lineárně závislý na hodnotě tepelného toku. Reálný tepelný příkon do konce palce od součástí z mikroskopu ( $Q_{vb}$ ,  $Q_{va}$ ) dosud nejsou známy, a proto jsou počítány dva stavy (více v kapitole 3.1). Vzhledem k nejistotě těchto výpočtů a faktu, že je důležitý jen celkový teplotní spád na palci, je uvažován tepelný tok stejný pro oba spoje a jeho velikost je rovna celkovému tepelnému toku do vnitřní nádoby  $Q_{vh}$ . Tyto hodnoty jsou spočteny v kapitole 3.1. Síla, kterou jsou jednotlivé díly tlačené k sobě  $F_c$ , se určí pomocí vztahu (1.21), kdy se sečtou síly od všech šroubů na konkrétním spoji. Protože síly od šroubů u spoje *B* nejsou kolmé ke styčným plochám, je nutné sílu  $F_{cB}$  převést jen na její kolmou složku  $F_{cBy}$  pomocí známého úhlu  $\beta = 30^{\circ}$  (viz Obr. 20). Po užití vztahu (1.22) již dostaneme teplotní spád na jednotlivých spojích ( $\Delta T_A a \Delta T_B$ ) a po jejich sečtení i celkový teplotní spád na šroubových spojích  $\Delta T$  chlazeného palce (Tab. 9).

Tab. 9 Výpočty teplotních spádů na šroubových spojích; hodnoty jsou zaokrouhleny;  $Q_m$  – tepelný příkon od mikroskopu,  $Q_{vh}$  – celkový tepelný příkon od palce do vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub>,  $F_{cA}$  – styčná síla ve šroubovém spoji A,  $F_{cB}$  – styčná síla ve šroubovém spoji B,  $F_{cBy}$  – kolmá styčná síla ve spoji B,  $\Delta T_A$  – tepelný spád na spoji A,  $\Delta T_B$  – tepelný spád na spoji B,  $\Delta T$  – celkový tepelný spád na šroubových spojích

Qm	$Q_{ m vh}$	FcA	F <sub>cB</sub>	FcBy	$\Delta T_{\rm A}$	$\Delta T_{\rm B}$	ΔT
[W]	[W]	[N]	[N]	[N]	[K]	[K]	[N]
0	0,73				0,4	0,7	1,1
1	1,73	2580	1806	1564	1,0	1,6	2,6
2	2,73				1,6	2,6	4,3

Po započítání výsledných teplotních spádů  $\Delta T$  k výsledkům z kapitoly 3.1, získáme předpokládanou teplotu na konci palce  $T_v$ . Pro příkon od mikroskopu  $Q_m = 1$  W vychází teplota na konci palce  $T_v = 86,1$  K a pro příkon  $Q_m = 2$  W je  $T_v = 93,3$  K. Za předpokladu užití odpovídajícího braidu a jeho správného ukotvení budou splněny požadavky na chlazení vzorku na 113 K. Návrh braidu a součástí v komoře SEM zde není diskutován, protože není součástí zadaného tématu.

#### 3.3 VÝPOČET ODPARU LN2

Jedním ze základních požadavků je výdrž náplně LN<sub>2</sub> minimálně  $t_L = 6$  hod. Do vnitřní nádoby jsou přiváděny tepelné toky vedením od chlazeného palce  $Q_{vh}$ , vedením tenkostěnným hrdlem  $Q_{vn}$  a tepelnou radiací od vnějšího pláště  $Q_R$  (znázorněno na Obr. 19). Přenos tepla

77

centrovacím ústrojím vnitřní nádoby (2.1.4) je zanedbán z důvodu zvolení materiálu s nízkou tepelnou vodivostí a realizace jen malé styčné plochy.



Obr. 19 Znázornění tepelných toků do vnitřní nádoby s LN2

Přiváděné teplo zapříčiní vypařování LN<sub>2</sub> přeměnou na výparné teplo *L*. Pokud je znám celkový tepelný příkon do vnitřní nádoby  $Q_L = Q_{vn} + Q_R + Q_{vh}$  je možné pomocí vztahu (3.1) spočítat odpar LN<sub>2</sub> náplně. Tepelný tok vedený chlazeným palcem  $Q_{vh}$  je spočítán v kapitole 3.1. Pro tepelný příkon radiací na plášť vnitřní nádoby  $Q_R$  je možné využít vztah (1.8). Problém ale nastává u výpočtu vedení tenkostěnným hrdlem  $Q_{vn}$ . V zásadě se jedná o prosté vedení tepla s tím rozdílem, že hrdlo je chlazeno již odpařeným kapalným dusíkem ve formě plynu (GN<sub>2</sub>), což společně se závislostí tepelné vodivosti na teplotě způsobí nelineární změnu teploty v podél hrdla.

$$V_{\rm L} = \frac{Q_{\rm L}}{L \cdot \rho_{\rm L}} \tag{3.1}$$

 $V_L$ značí rychlost odparu LN<sub>2</sub>, L je výparné teplo a  $\rho_L$  je hustota kapalného dusíku.

Pro výpočet celkového příkonu  $Q_L$  je použit program *Kryom3*, který byl vyvinut v ÚPT pro numerické výpočty tepelných toků v kryostatech [14]. Vstupními hodnotami do programu jsou prakticky všechny rozměry vnější i vnitřní nádoby včetně hrdla. Absorptivita vnitřní nádoby je považována za 4 %. Tato hodnota je zvolena zhruba dvakrát vyšší než tabelovaná [13], protože především dno je velice členité, což zvyšuje schopnost absorbovat teplo. Emisivita vnitřního povrchu vnější nádoby je odhadována na 11 % z důvodu výrazné členitosti. Povrch vnitřní nádoby je roven 580 cm<sup>2</sup> a uvažován na konstantní teplotě 77 K, vnitřní povrch vnější nádoby je roven 780 cm<sup>2</sup> a uvažován na teplotě 300 K. Délka hrdla o tloušťce stěny 0,15 mm je rovna 67 mm. V Tab. 10 je uveden celkový tepelný tok  $Q_L$ 

Т

v závislosti na příkonu od mikroskopu  $Q_m$  a z něj vyplývajícího celkového tepelného toku palcem  $Q_{vh}$  (spočítaný v kapitole 3.1).

Pokud je znám celkový tepelný příkon do vnitřní nádoby  $Q_L$ , je již možné spočítat odpar LN<sub>2</sub> ( $V_L$ ) pomocí vztahu (3.1), kde výparné teplo  $L = 1,996 \cdot 10^5$  J/kg a hustota LN<sub>2</sub> je  $\rho_L = 806$  kg/m<sup>3</sup>. Celkový objem vnitřní nádoby je 0,91 l, pokud jej tedy podělíme odparem  $V_L$ , dostaneme časovou délku dolévacího intervalu  $t_L$ . Vstupní hodnoty pro výpočet  $V_L$  a  $t_L$ společně s výslednými hodnotami jsou uvedeny v Tab. 10.

Tab. 10 Celkový tepelný tok do vnitřní nádoby  $Q_L$  vypočítaný programem *Kryom3* v závislosti na příkonu od mikroskopu  $Q_m$ ;  $Q_{vh}$  – celkový tepelný příkon od palce do vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub>, L – výparné teplo dusíku,  $\rho_L$  – hustota LN<sub>2</sub>,  $V_L$  – vypočítaný odpar LN<sub>2</sub>,  $t_L$  – vypočítaný dolévací interval LN<sub>2</sub>

$Q_m$	$Q_{vh}$	$Q_L$	$V_L$	tL
[W]	[ <b>W</b> ]	[W]	[l/hod]	[hod]
0	0,73	1,59	0,036	25,6
1	1,73	2,58	0,058	15,8
2	2,73	3,63	0,081	11,2

Celková výdrž (interval dolévání  $t_L$ ), i v případě většího příkonu od mikroskopu  $Q_m = 2$  W vychází téměř dvojnásobná oproti požadavku (6 hodin).

#### 3.4 VÝPOČET SÍLY PŮSOBÍCÍ V CENTROVACÍM ÚSTROJÍ PALCE

#### 3.4.1 TEORETICKÝ ÚVOD

Jak je popsáno v kapitole 2.2.2, palec je na výstupu z obklopující trubky centrován. Pokud je bod A na palci zafixován a bod B na palci (viz Obr. 20) se kvůli teplotní kontrakci po prochlazení  $LN_2$  posune v ose pláště směrem nahoru, dojde ke vzniku ohybového momentu a z toho vyplývajícího normálového napětí v ohýbaném průřezu v ose X.



Obr. 20 Řez palcem pro znázornění mechanismu ohybu palce při teplotních kontrakcích

Aby se předešlo zbytečnému namáhání centrovacího ústrojí, bylo navrženo lokální zúžení chlazeného palce, které snižuje jeho tuhost pro pohyb ve směru osy *Y* a tudíž i snižuje působící sílu v centrovacím ústrojí. Díky zúžené části se lokálně zvýší napětí a z toho vyplývá riziko překročení meze kluzu, nicméně teplotní kontrakce je odhadována natolik nízká, že napětí, které vyvolá by překročit mez kluzu nemělo.

Při teplotní kontrakci vnitřní nádoby dojde i k posunutí palce ve směru osy X a proto je vybrání pro uložení vnějšího kroužku centrovacího ústrojí (kap. 2.2.2) v obklopující trubce navrženo s rezervou větší, než je předpokládaný posun v záporném směru osy X.

Síla  $F_n$  působící v centrování palce je závislá na jeho průhybu. Je možné jej modelovat pomocí výpočtů pro průhyb vetknutého nosníku. Část palce o plném průřezu je podstatně delší než zúžená část, a proto může být ohybový moment v zúžené části považován za konstantní. Zároveň je tuhost zúžené části natolik menší než tuhost části nezúžené, že část nezúžená může být považována za nekonečně tuhou, jak je znázorněno na Obr. 21 a Obr. 22.





Obr. 21 Průhyb palce (nosníku) se zúžením ohýbané části

Obr. 22 Rozměry průřezu ohýbané části palce (nosníku)

Vztah pro energii napjatosti vetknutého nosníku [9]

$$W = \int \frac{M^2}{2EJ_z} dx \tag{3.2}$$

M značí ohybový moment, E je Youngův modul pružnosti materiálu,  $J_z$  je kvadratický moment průřezu a dx vyjadřuje elementární délku nosníku.

Po rozepsání ohybového momentu, kdy uvažujeme jeho velikost za konstantní, dostaneme následující rovnici.

$$W = \int_{0}^{l_1} \frac{(F_{\rm n} \cdot L_{\rm c})^2}{2EJ_{\rm z}} dx$$
(3.3)

 $F_n$  je síla na konci nosníku,  $L_c$  je jeho celková délka. Pro vypočet kvadratického momentu průřezu ohýbané části využijeme vztahu (3.4) [9].

$$J_z = \frac{bt^3}{64} \tag{3.4}$$

77

Jak je znázorněno na Obr. 22, hodnoty b a t jsou horizontálními a vertikálními rozměry ohýbaného průřezu.

Pro průhyb y v místě působení momentu *M* platí (3.5).

$$y = \frac{\partial W}{\partial F_{\rm n}} = \int_{0}^{l_1} \frac{F_{\rm n} \cdot L_{\rm c}^2}{E \cdot J_{\rm z}} dx = \frac{F_{\rm n} \cdot L_{\rm c}^2 \cdot l_1}{E \cdot J_{\rm z}}$$
(3.5)

Po vyjádření síly dostaneme vztah (3.6).

$$F_{\rm n} = \frac{y \cdot E \cdot J_{\rm z}}{L_{\rm c}^2 \cdot l_{\rm 1}} \tag{3.6}$$

Při malém rozsahu teplot se pro výpočet délkové změny  $\Delta h$  způsobené změnou teploty užívá následujícího vztahu (3.7)

$$\Delta h = \gamma \cdot \Delta T_D \cdot h, \tag{3.7}$$

kde  $\gamma$  značí koeficient lineární roztažnosti, *h* je počáteční délka a  $\Delta T_D$  rozdíl teplot. Při výpočtech teplotní kontrakce do kryogenních teplot je nutné uvažovat závislost koeficientu roztažnosti  $\gamma$  na teplotě a proto se pro jednoduchost využívá tabelovaných vztahů pro relativní změnu délky z pokojové teploty (293 K). Pro výpočet kontrakce do teploty 77 K je možné použít tabelovanou hodnotu pro teplotu 80 K (3.8). [2]

$$\Delta h = h_{293} - h_{80} = 1,89 \cdot 10^{-3} \cdot h_{293} \tag{3.8}$$

Označení  $h_{293}$  a  $h_{80}$  odpovídá délkovým rozměrům při 293 a 80 K.

Posunutí v ose Y (dle Obr. 20) je dáno vztahem (3.9) za předpokladu, že úhel  $\beta$  je svírán mezi osou Y a směrem posunu bodu B kvůli teplotní kontrakci.

$$\Delta h_{\rm y} = \cos(\beta) \cdot \Delta h \tag{3.9}$$

Za předpokladu, že  $y = \Delta h_v$ , je síla působící na centrovací ústrojí v ose Y rovna  $F_n$  (3.10).

$$F_{\rm n} = \frac{\Delta h_{\rm y} \cdot E \cdot J_{\rm z}}{L_{\rm c}^2 \cdot l_{\rm 1}} \tag{3.10}$$

Výsledná síla nesmí překročit mez pevnosti centrovacího ústrojí palce (viz kap. 2.2.2), v opačném případě by došlo k nefunkčnosti ústrojí.

#### 3.4.2 VÝPOČET

Pro výpočet je důležité si správně určit ohýbanou délku palce  $l_1$ . Celé zúžení je dlouhé 10 mm, nicméně na jeho začátku a konci se nachází zaoblení o poloměru 2 mm. Neovlivněná délka je tedy 6 mm. Reálná ohýbaná délka pro náš výpočetní model bude tedy něco mezi těmito dvěma hodnotami, a proto byla zvolena  $l_1 = 8$  mm. Rozměr ohýbaného průřezu b = 15 mm je roven průměru palce a t = 2,4 mm. Počáteční výška vnitřní nádoby je značena h. Pro výpočet její změny  $\Delta h$  při změně teploty je použit vztah (3.8) a pro přepočet posuvu bodu B na její složku v ose Y za předpokladu, že  $\beta = 30^{\circ}$ , bylo užito vztahu (3.9). Tyto předem vypočítané hodnoty jsou společně se zbytkem vstupních hodnot pro výpočet výsledné síly v centrovacím ústrojí zapsány v Tab. 11. V posledním sloupci tabulky je zapsána i výsledná síla  $F_n$ , která byla spočtena pomocí rovnice (3.10).

Tab. 11 Parametry palce pro výpočet výsledné síly v centrovacím ústrojí palce  $F_n$ ;  $h - výška vnitřní nádoby, <math>\Delta h$  – kontrakce vnitřní nádoby,  $\Delta h_y$  – kontrakce vnitřní nádoby ve směru osy Y, E – Youngův modul pružnosti mědi,  $J_z$  – kvadratický moment ohýbaného průřezu,  $L_c$  – délka palce od zúžení po centrovací ústrojí,  $l_1$  – výpočetní délka zúžení

h	Δh	$\Delta h_{ m y}$	E	Jz	Lc	$l_1$	Fn
[mm]	[mm]	[mm]	[MPa]	[m <sup>4</sup> ]	[mm]	[mm]	[N]
170	0,32	0,28	1,1E+05	1,728E-11	116	8	4,9

Pomocí experimentu se siloměrem bylo zjištěno, že nosnost užitého provazce v centrovacím ústrojí je přibližně 50 N. Vzhledem k rozmístění provazců na ústrojí, nemůže nastat situace, kdy by celou sílu přenášel jen jediný z nich (viz Obr. 15). Bezpečnost vzhledem k pevnosti provazce je tedy v řádu desítek a není třeba toto číslo přesně vyjadřovat.

Pro ověření správnosti vypočtených výsledků byla provedena dvě ověření, kdy byla porovnávána hodnota tuhosti, která je dána jako podíl působící síly  $F_n$  ku průhybu  $\Delta h_y$ . První ověření bylo realizováno v prostředí analýzy napětí programu Autodesk Inventor a druhé měřením pomocí úchylkoměru na reálném výrobku palce. Porovnávala se tuhost a odchylka od vypočítané hodnoty. Výsledky jsou zapsány v Tab. 12. Vzhledem k relativně malým odchylkám může být vypočítaná hodnota prohlášena za správnou.

Tab. 12 Porovnání hodnot tuhosti palce v závislosti na metodě zjištění s vyjádřením odchylky vůči analyticky spočtené hodnotě

Metoda	Tuhost	Odchylka
[-]	[N/mm]	[%]
Výpočet	17,70	_
Inventor	17,95	1,7
Měření	19,70	12

#### 3.5 PEVNOST VÁLCOVÝCH NÁDOB

Z konfigurace nádob vyplývá, že vnitřní nádoba bude namáhána vnitřním přetlakem a vnější nádoba vnějším přetlakem. S ohledem na nezbytné zkoušky vakuové těsností musí vnitřní nádoba odolat obousměrnému přetlaku. Pokud bude plyn z povrchu adsorbentu desorbován mohou být namáhání až opačného rázu. Bezpečnost vůči ztrátě stability nádob byla počítána podle normy ČSN 69 0010-4.5. V závislosti na dostupných materiálech byla zvolena tloušťka nerezového plechu 0,5 mm.

#### 3.6 PEVNOST ŠROUBŮ V PŘÍRUBĚ VNĚJŠÍ NÁDOBY

Při desorpci plynů z povrchu adsorbentu může dojít k přetlaku vůči okolní atmosféře ve vnější nádobě. Experimentálně byl určen pojistný přetlak bezpečnostního ventilu  $p_v = 0,2$  MPa. Za předpokladu namáhání vnější nádoby vnitřním přetlakem vzniká riziko porušení šroubů spojujících vnější přírubu se dnem nádoby (znázorněno v kap. 2.1.2).

Pro výpočet je síla předpětí uvažována nulová, protože šrouby na přírubě jsou dotahovány jen pro docílení lícování příruby a dna. Celková síla působící na dno nádoby těsně před uvolněním ventilu se tedy vypočítá vynásobením změřeného tlaku  $p_v$  plochou  $S_p$ , na kterou působí.

$$F_{\rm v} = S_{\rm P} \cdot p_{\rm v}$$

Pro výpočet síly na jednom šroubu  $F_i$  je síla  $F_v$  podělena počtem šroubů n. Po podělení síly  $F_i$  výpočtovým průřezem šroubu  $A_s$  [9] dostaneme výsledné napětí ve šroubu  $\sigma_i$  (Tab. 13).

Tab. 13 Výpočet napětí v ose šroubu  $\sigma_i$  a vstupní hodnoty;  $p_v$  – potřebný přetlak pro uvolnění pojistného ventilu;  $S_p$  – plocha dna namáhaného přetlakem;  $F_v$  – síla působící na dno vyvíjena přetlakem; n – počet šroubů na přírubě;  $F_i$  – síla na jednom šroubu;  $A_s$  – výpočetní průřez šroubu

<i>p</i> v	Sp	$F_{ m v}$	п	Fi	As	$\sigma_{ m i}$
[MPa]	[mm <sup>2</sup> ]	[N]	[–]	[N]	[mm <sup>2</sup> ]	[MPa]
0,2	7854	1571	8	196	8,8	22,4

Předepsaná mez kluzu šroubu od výrobce je 210 MPa. Bezpečnosti vůči meznímu stavu pružnosti je přibližně 10, nedojde tedy k makroskopickým změnám.

### 4 EXPERIMENTÁLNÍ OVĚŘENÍ

Na funkčním vzorku bylo provedeno měření s cílem ověřit celkový odpar a teplotu na konci chlazeného palce. Pro testovací měření bylo potřeba vyrobit trubkový protikus k obklopující trubce palce (viz Obr. 23), aby mohl být prostor okolo palce uzavřen a odčerpán. Samotnému měření předcházelo vyhřívání adsorbentu pomocí topení na dně vnitřní nádoby, aby byl schopen řádně plnit svou funkci (viz kapitola 2.1.4). Vakuový prostor Dewarovy nádoby byl připojen na vývěvu a během odčerpávání byla zapnuta i topení, což způsobilo uvolnění plynů vázaných na povrchu adsorbentu a jejich odčerpání. Po odplynění adsorbentu použitím turbomolekulární vývěvy bylo ve vakuovém prostoru Dewarovy nádoby dosaženo tlaku v řádu 10<sup>-4</sup> Pa. Po odčerpání Dewarovy nádoby byla vývěva přepojena na vakuový prostor palce. Zde zůstala připojena po čas celého měření a na začátku měření dosáhla rovněž vakua řádu 10<sup>-4</sup> Pa. Pro měření teploty bylo využito snímačů  $KZ_1$  až  $KZ_4$ , jejichž umístění jsou popsána v kapitole 2.2 nebo vyobrazena schematicky v Obr. 1.



Obr. 23 Měřící sestava

Pro zpracování dat od teplotních snímačů byl použit teplotní kontroler Lake Shore model 350. Měření průtoku GN<sub>2</sub> (odpařeného LN<sub>2</sub>) bylo zajištěno elektronickým průtokoměrem Omega FMA-A2307. Elektrická zátěž na topeních byla generována zdrojem Agilent. Data byla zaznamenávána softwarem vytvořeným v ÚPT v prostředí LabView.

První část měření se týkala prochlazování Dewarovy nádoby. Na Obr. 24 je časový záznam průběhu teplot na jednotlivých snímačích teploty a hodnoty průtokoměru, který měřil průtok GN<sub>2</sub>. Průtokoměr byl připojen až později, protože odpar na počátku měření by sahal mimo rozsah přístroje. Na obrázku je zřetelně vidět přechod z filmového varu LN<sub>2</sub> do varu bublinového asi v 16. minutě, který se projevil prudkým poklesem teplot. Do ustáleného stavu se nádoba dostala po asi 50 minutách od nalití LN<sub>2</sub> do vnitřní nádoby. Je zde vidět, že při nulové

zátěži od mikroskopu je naměřená teplota na konci palce  $T_v = 80,8$  K. Průtok GN<sub>2</sub> v ustáleném stavu je  $V_G = 0,45$  l/min, což po přepočtu odpovídá odparu LN<sub>2</sub>  $V_L = 0,038$  l/hod a celkové tepelné zátěži dusíkové nádoby  $Q_L = 1,72$  W.



V druhé části měření byla simulována tepelná zátěž od mikroskopu ( $Q_m$ ). Pro tyto účely bylo umístěno na konec palce odporové topení. Postupně byla topením generována zátěž shodná s předpokládanými hodnotami, tedy 1 W a 2 W. Celý průběh je zobrazen na Obr. 25. Z průběhu je vidět, že teplota na dně nádoby byla prakticky konstantní na hodnotě cca 78,5 K.



Obr. 25 Záznam průběhu teplot na začátku palce ( $KZ_1$ ), na konci palce ( $KZ_4$ ) a průtoku GN<sub>2</sub> v závislosti na tepelné zátěži na konci palce

Ustálené hodnoty pro oba stavy jsou uvedeny v Tab. 14 společně s přepočtem průtoku GN<sub>2</sub> ( $V_G$ ) na odpar LN<sub>2</sub> ( $V_L$ ) pomocí vztahu (4.1), kde  $\rho_{G77}$  a  $\rho_{G293}$  jsou hustoty GN<sub>2</sub> při teplotách 77 a 293 K a atmosférickém tlaku. Hustota LN<sub>2</sub> je značena  $\rho_L$ . Vztah počítá se skutečností, že odpařený objem LN<sub>2</sub> není roven celkovému objemu GN<sub>2</sub>, který proteče

Т

průtokoměrem, protože v nádobě je objem  $LN_2$  po odpaření nahrazen plynnou fází  $GN_2$  a tak je hodnota na průtokoměru menší než je objem odpařeného  $LN_2$ .

$$V_{\rm L} = \frac{V_{\rm G} \cdot \rho_{\rm G293}}{\rho_{\rm L} - \rho_{\rm G77}} \tag{4.1}$$

Tab. 14 Ustálené hodnoty z měření při různých hodnotách tepelného příkonu od mikroskopu  $Q_m$ ; hodnoty jsou zaokrouhleny;  $KZ_1$  – teplota na dně vnitřní nádoby,  $KZ_2$  – teplota na povrchu hvězdice,  $KZ_3$  – teplota na začátku palce  $P_2$ ,  $KZ_4$  – teplota na konci palce  $P_2$ ,  $V_G$  – průtok GN<sub>2</sub>,  $V_L$  – odpar LN<sub>2</sub>,  $t_L$  – dolévací časový interval LN<sub>2</sub>

Q <sub>m</sub>	$KZ_1$	KZ <sub>2</sub>	KZ3	KZ4	VG	$V_{ m L}$	tL
[W]	[K]	[K]	[K]	[K]	[l/min]	[l/hod]	[hod]
0	78,5	78,3	80,5	80,8	0,45	0,038	23,7
1	78,7	78,6	82,0	85,4	0,69	0,060	15,2
2	78,9	78,9	83,7	90,8	0,95	0,082	11,1

Při kontrole měřením byl teplotní spád na spoji A (Obr. 18) pomocí snímačů  $KZ_1$  a  $KZ_2$  neměřitelný. Rozdíl teplot naměřený na snímačích  $KZ_3$  a  $KZ_4$  zahrnuje kromě vlivu šroubového spoje B (Obr. 18) i teplotní spád po délce palce. Po jeho výpočtu pomocí tepelného odporu a následného odečtení od naměřené hodnoty, vychází teplotní spád na samotném spoji B. Při příkonu  $Q_m = 1$  W je roven 2,13 K a při příkonu  $Q_m = 2$  W odpovídá 2,59 K. Naměřené teplotní spády na šroubových spojích jsou tedy menší než ty vypočtené, což jen ukazuje na nejistotu výpočtů.

Z dopočtené hodnoty  $V_L$  je pak možné pro celkový objem vnitřní nádoby 0,91 l zjistit výdrž náplně  $t_L$ . Pro příkon  $Q_m = 1$  W byla zjištěna výdrž  $t_L = 15,2$  hod a pro  $Q_m = 2$  W výdrž  $t_L = 11,1$  hod. Teplota na konci palce  $T_v = KZ_4$  byla naměřena 85,4 a 90,8 K v závislosti na příkonu  $Q_m$  o velikosti 1 W a 2 W.

### ZÁVĚR

Tato práce se zabývá návrhem a realizací LN<sub>2</sub> Dewarovy nádoby s chlazeným palcem pro chlazení držáku vzorku a antikontaminačního štítu elektronového mikroskopu Cryo-FIB-SEM na základě požadavku skupiny Mikroskopie pro biomedicínu ÚPT AV ČR. Návrh byl vypracován v rámci týmu Kryogeniky a supravodivosti ÚPT AV ČR.

Dewarova nádoba obsahuje chlazený měděný palec (celkové délky 410 mm) tepelně ukotvený ke dnu nádoby na kapalný dusík (LN<sub>2</sub>). Konec palce umožňuje tepelné spojení držáku vzorku a antikontaminačních štítů s palcem pomocí pevných nebo pružných měděných spojek. Dewarovu nádobu lze provozovat ve dvou verzích, složitější verze má oddělený vakuový prostor Dewarovy nádoby, čímž se zabrání kontaminaci komory mikroskopu odpařenými kondenzáty při zahřátí Dewarovy nádoby. Jednodušší verze má tepelně izolační vakuový prostor spojený s komorou mikroskopu. Konstrukce odnímatelného dna vnějšího pláště se spojovací přírubou a odnímatelným palcem umožňuje přizpůsobení Dewarovy nádoby různým typům mikroskopů upravením odnímatelných částí. Vnější válcový vakuový plášť má průměr 102 mm a výšku 208 mm. Objem vnitřní nádoby LN<sub>2</sub> je 0,91 l.

Teoretická část (kap. 1) je zaměřena na popis mechanismů přenosu tepla zářením a vedením společně s jejich výpočetními vztahy. Následuje výčet vztahů pro výpočet sil v závitech a rovnice pro určení teplotních spádů na šroubových spojích. Uvedené výpočetní vztahy jsou nezbytné pro výpočet teploty na konci palce  $T_v$ , celkového tepelného toku  $Q_L$  do  $LN_2$  a z něj vyplývající výdrže náplně  $LN_2$ .

Konstrukční část (kap. 2) je věnována detailnímu popisu konkrétních částí Dewarovy nádoby, jako je uzávěr tenkostěnného hrdla pro plnění a řízené odvádění odpařeného LN<sub>2</sub>, centrovací ústrojí pro vymezení prostoru mezi vnitřní a vnější nádobou, aby nebylo porušeno svařené hrdlo, schránky adsorbentu, které jsou společně s dalšími prvky uchyceny na chlazené měděné dno vnitřní nádoby s LN<sub>2</sub>, centrovací ústrojí palce zamezující vyosení palce vůči obklopující trubce při teplotních kontrakcích, atd.

Výpočetní část (kap. 3) je zaměřena především na analýzu tepelných toků do vnitřní nádoby, aby bylo možné určit celkový odpar LN<sub>2</sub> a teplotu  $T_v$  na konci chlazeného palce v závislosti na odporu materiálu palce a na teplotních spádech na šroubových spojích. Aktuálně není známo, jaké konkrétní prvky budou použity v kryogenní části vakuové komory Cryo-FIB-SEM a následně připojeny na chlazený palec. Z orientačních výpočtů bylo zjištěno, že se reálný tepelný příkon od mikroskopu  $Q_m$  bude pohybovat mezi 1 W a 2 W a proto jsou výsledky pro obě hodnoty uváděny zvlášť. Jako orientační jsou uváděny výsledky i pro nulový příkon  $Q_m$ . Součástí jsou i výpočty tuhosti ohýbané části palce, pevnostní výpočty tlakových nádob a šroubových spojů na přírubě vnější nádoby. Výsledky výpočtů jsou shrnuty v Tab. 9 a Tab. 10.

V experimentálním ověření (kap.4) je zaznamenáno testovací měření na již funkčním vzorku Dewarovy nádoby. Kontrolovány jsou teploty na jednotlivých částech palce a odpar LN<sub>2</sub>. Z odparu je dopočítána časová výdrž LN<sub>2</sub> náplně. Stejně jako výpočty, i měření je zaznamenáno pro dva různé příkony od mikroskopu  $Q_{\rm m}$ . Srovnání vypočtených a naměřených hodnot je uvedeno v Tab. 15.

	Výr	oočet	Mě	ření
Qm	Tv	tL	$T_{ m v}$	tL
[W]	[K]	[hod]	[K]	[hod]
0	79,5	25,6	80,8	23,7
1	86,2	15,7	85,4	15,2
2	93,3	11,2	90,8	11,1

Tab. 15 Porovnání vypočtených a naměřených charakteristik Dewarovy nádoby;  $Q_m$  – tepelný příkon od mikroskopu;  $T_v$  – teplota na konci palce;  $t_L$  – časová výdrž LN<sub>2</sub> náplně

Vypočítané hodnoty časové výdrže  $t_L$  působí lehce optimističtěji než ty naměřené, což může být způsobeno některým ze zjednodušení výpočetních modelů. Naopak teplota  $T_v$  na konci chlazeného palce byla naměřena spíše nižší, než vypočítána. Rozdíl je pravděpodobně způsoben neumístěním snímače  $KZ_4$  až na konec palce.

Aby bylo možné dosáhnout teploty držáku vzorku v požadovaném rozsahu 113 – 153 K, je nutno dále optimalizovat braid pro připojení držáku vzorku, parametry antikontaminačního štítu a topného tělesa držáku vzorku, což je již nad rámec této bakalářské práce.

Т

## SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- RIGORT, Alexander a Jürgen M. PLITZKO. Cryo-focused-ion-beam applications in structural biology. *Archives of Biochemistry and Biophysics*. 2015, 581, 122-130. ISSN 00039861. Dostupné z: doi:10.1016/j.abb.2015.02.009
- [2] JELÍNEK, Josef a Zdeněk MÁLEK. Kryogenní technika. První vydání. Praha: STNL, 1982.
- [3] HORÁK, Z. a F. KRUPKA. Fyzika příručka pro fakulty strojního inženýrství. První vydání. Praha: STNL, 1966.
- [4] WEISEND, J.G. *Handbook Of Cryogenic Engineering*. První vydání. Philadelphia: Taylor & Francis, 1998. ISBN 1-56032-332-9.
- [5] HOTTEL, Hoyt C. Přenos tepla zářením. První vydání. Praha: STNL, 1979.
- [6] ŠTĚTINA, Josef. Přenos tepla zářením (přednáška). V rámci předmětu 6TT Termomechanika [online]. 2021 [cit. 2023-03-07]. Dostupné z: https://www.youtube.com/watch?v=0RzwAIWHO9w&feature=youtu.be
- [7] HANZELKA, Pavel. BarOne1\_Popis. Ústav přístrojové techniky, Brno, 2016.
- [8] MUSIL, Adam. *Jeřábová kladnice*. Brno, 2018. Bakalářská práce. VUT FSI. Vedoucí práce Jan Brandejs.
- [9] SHIGLEY, Joseph Edward. Konstruování strojních součástí. První vydání. Brno: VUTIUM, 2010. ISBN 9788021426290.
- [10] GMELIN, E., M. ASEN-PALMER, M. REUTHER a R. VILLAR. Thermal boundary resistance of mechanical contacts between solids at sub-ambient temperatures. *Journal of Physics D: Applied Physics*. [online], 1999, (32), 19-43. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/32/6/004
- [11] EKIN, Jack W. *Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements*. New York: Oxford University Press, 2006. ISBN 978–0–19–857054–7.
- [12] HANZELKA, Pavel. BarSer1\_Popis. Ústav přístrojové techniky, Brno, 2016.
- [13] FROLEC, Jiří, Tomáš KRÁLÍK, Věra MUSILOVÁ, Pavel HANZELKA, Aleš SRNKA a Josef JELÍNEK. A database of metallic materials emissivities and absorptivities for cryogenics. *Cryogenics*. 2019, 97, 85-99. ISSN 00112275. Dostupné z: doi:10.1016/j.cryogenics.2018.12.003
- [14] HANZELKA, Pavel. Kryom3\_Popis. Ústav přístrojové techniky, Brno, 1998.

**BRNO 2023** 

77

# SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

h <sub>293</sub>	[mm]	Výška vnitřní nádoby při 293 K
$h_{80}$	[mm]	Výška vnitřní nádoby při 80 K
f	[—]	Třecí součinitel mezi styčnými plochami matice a šroubu v závitu
fo	[-]	Součinitel tření mezi dosedací plochou hlavy šroubu a matice
$ ho_L$	[kg·m <sup>-3</sup> ]]	Hustota LN <sub>2</sub>
$\sigma_i$	[MPa]	Normálové napětí v ose šroubu
$\phi_{\scriptscriptstyle B}$	$[W \cdot m^{-2}]$	Hustota radiačního tepelného toku
$A_{\rm s}$	$[mm^2]$	Výpočetní průřez šroubu
b	[mm]	Šířka ohýbaného průřezu nosníku/palce
D	[mm]	Vnější průměr závitu
$d_2$	[mm]	Střední průměr závitu
do	[mm]	Střední průměr styčné plochy šroubu a matice
$d_{\mathrm{OA}}$	[mm]	Střední průměr styčné plochy šroubu a matice A
$d_{\rm OB1}$	[mm]	Střední průměr styčné plochy šroubu a matice $B_1$
$d_{\rm OB2}$	[mm]	Střední průměr styčné plochy šroubu a matice $B_2$
dT	[K]	Elementární změna teploty
dx	[m]	Elementární délka
е	[—]	Emisivita
Ε	[GPa]	Youngův modul pružnosti materiálu
$E_{21}$	[—]	Vzájemná emisivita
F	[N]	Síla v ose závitu
$F_{\mathrm{A}}$	[N]	Síla v ose závitu A
$F_{\rm B1}$	[N]	Síla v ose závitu $B_1$
$F_{\rm B2}$	[N]	Síla v ose závitu $B_2$
$F_{\rm c}$	[N]	Síla mezi plochami na šroubových spojích
$F_{\mathrm{i}}$	[N]	Síla od jednoho šroubu
Fn	[N]	Síla na konci nosníku/v centrovacím ústrojí
$F_{ m v}$	[N]	Síla působící na dno vyvíjena přetlakem ve vnější nádobě
h	[mm]	Výška vnitřní nádoby
$J_{ m z}$	[m <sup>4</sup> ]	Kvadratický moment průřezu nosníku
K(T)	$[W \cdot m^{-1}]$	Integrální tepelná vodivost v závislosti na teplotě
$KZ_1$	[K]	Teplotní snímač na dně vnitřní nádoby a jeho teplota

E		
-		

$KZ_2$	[K]	Teplotní snímač na hvězdici palce a jeho teplota
KZ <sub>3</sub>	[K]	Teplotní snímač na zalomené části palce u šroubového spoje a jeho teplota
$KZ_4$	[K]	Teplotní snímač na konci zalomeného palce a jeho teplota
L	$[J \cdot kg^{-1}]$	Výparné teplo dusíku
$l_1$	[mm]	Délka ohýbané části palce/nosníku
$l_2$	[mm]	Délka dokonale tuhé části palce/nosníku
$L_{\rm c}$	[m]	Celková délka tyče/nosníku
$L_c$	[mm]	Celková délka palce/nosníku
$l_{z}$	[mm]	Funkční délka závitu
$l_{zA}$	[mm]	Funkční délka závitu šroubu A
$l_{\rm zB1}$	[mm]	Funkční délka závitu šroubu $B_1$
$l_{zB2}$	[mm]	Funkční délka závitu šroubu $B_2$
М	[N·m]	Ohybový moment
$M_{\rm O}$	$[N \cdot m]$	Moment vznikající na mezikruhové dosedací ploše šroubu a matice
MOA	[N·m]	Moment vznikající na mezikruhové dosedací ploše šroubu a matice A
$M_{\rm OB1}$	[N·m]	Moment vznikající na mezikruhové dosedací ploše šroubu a matice $B_1$
$M_{\rm OB2}$	[N·m]	Moment vznikající na mezikruhové dosedací ploše šroubu a matice $B_2$
$M_{ m U}$	[N·m]	Utahovací moment
$M_{\rm UA}$	[N·m]	Utahovací moment šroubu A
$M_{\rm UB1}$	[N·m]	Utahovací moment šroubu $B_1$
$M_{\rm UB2}$	[N·m]	Utahovací moment šroubu $B_2$
$M_{zv}$	[N·m]	Zvedací moment
$M_{\rm zvA}$	[N·m]	Zvedací moment šroubu A
$M_{\rm zvB1}$	[N·m]	Zvedací moment šroubu $B_1$
$M_{\rm zvB2}$	[N·m]	Zvedací moment šroubu $B_2$
n	[-]	Počet šroubů na přírubě vnější nádoby
$n_z$	[-]	Počet funkčních otáček závitu
$n_{\rm zA}$	[-]	Počet funkčních otáček závitu A
$n_{\rm zB1}$	[-]	Počet funkčních otáček závitu $B_1$
n <sub>zB2</sub>	[-]	Počet funkčních otáček závitu $B_2$
p	[MPa]	Tlak v závitech
Р	[mm]	Stoupání závitu
$p_{c}$	[MPa]	Tlak mezi plochami na šroubových spojích

$p_{ m dov}$	[MPa]	Dovolený tlak v závitech
Q	[W]	Tepelený tok
$Q_m$	[W]	Celkový tepelný příkon od mikroskopu $(Q_{vb} + Q_{va})$
$Q_{rB}$	[W]	Tepelný tok radiací na jednotlivé bloky palce
$Q_{ m va}$	[W]	Tepelného toku vedením od antikontaminačního štítu
$Q_{ m vb}$	[W]	Tepelný tok vedením přes braid od vzorku
$Q_{ m vc}$	[W]	Tepelný tok vedením z centrovacího ústrojí chlazeného palce
$Q_{ m vh}$	[W]	Celkový tepelný tok palcem do vnitřní nádoby s LN2
$Q_{ m vv}$	[W]	Tepelný tok vedením od vlnovce
$R_{\rm E}$	$[K \cdot W^{-1}]$	Tepelný odpor na šroubových spojích podle Ekina
R <sub>ep</sub>	[MPa]	Mez kluzu materiálu závitu
R <sub>G</sub>	$[K \cdot m^2 \cdot W^{-1}]$	Tepelný odpor na šroubových spojích podle Gmelina
S	[m <sup>2</sup> ]	Plocha průřezu tělesa pro přenos tepla různými mechanismy
$S_p$	$[mm^2]$	Plocha dna namáhaného přetlakem
Т	[K]	Teplota
t	[mm]	Výška ohýbaného průřezu nosníku
$T_0$	[K]	Vztažná teplota pro výpočet integrální vodivosti
$T_{\rm d}$	[K]	Teplota na začátku palce
$t_{\rm L}$	[hod]	Dolévací interval LN <sub>2</sub>
$T_{\rm v}$	[K]	Teplota na konci palce
$V_{\rm G}$	[l·min <sup>-1</sup> ]	Průtok GN <sub>2</sub>
$V_{ m L}$	[l·hod <sup>-1</sup> ]]	Odpar LN <sub>2</sub>
W	[J]	Energie napjatosti
у	[mm]	Průhyb nosníku/palce
$\Delta T_{\rm A}$	[K]	Teplotní spád na šroubovém spoji A
$\Delta T_{\rm B}$	[K]	Teplotní spád na šroubovém spoji B
$\Delta T_{\rm D}$	[K]	Rozdíl teplot při teplotní dilataci/kontrakci
λ(T)	$[W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$	Součinitel tepelné vodivosti v závislosti na teplotě
$\Delta h_y$	[mm]	Složka v ose Y rozdílu výšky vnitřní nádoby
$\varDelta h$	[mm]	Rozdíl výšky vnitřní nádoby
$\Delta T$	[K]	Teplotní spád na šroubových spojích
α	[rad]	Úhel profilu metrického závitu
β	[rad]	Úhel svíraný mezi dvěma částmi chlazeného palce

- $\gamma$  [-] Koeficient lineární roztažnosti
- $\sigma$  [W·m<sup>-2</sup>·K<sup>-4</sup>] Stefanova Boltzmanova konstanta

45

Τ

# SEZNAM PŘÍLOH

#### VÝKRESY:

Vrchní dno vnější nádoby	KrzDew1_08
Zalomená část palce	KrzDew1_13
Tělo uzávěru hrdla	KrzDew1_23