



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

MĚŘENÍ LINEÁRNÍ TEPLOTNÍ ROZTAŽNOSTI PLASTOVÝCH HYDROIZOLAČNÍCH FÓLIÍ

THERMAL DILATATION MEASUREMENT OF ELASTOMERIC PLASTIC SHEETS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

JINDŘICH MAHEL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. RNDr. JAROSLAV PETRŮJ, CSc.

BRNO 2011



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce:	FCH-BAK0546/2010	Akademický rok: 2010/2011
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Jindřich Mahel	
Studijní program:	Chemie a chemické technologie (B2801)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)	
Vedoucí práce	doc. RNDr. Jaroslav Petrůj, CSc.	
Konzultanti:		

Název bakalářské práce:

Měření lineární teplotní roztažnosti plastových hydroizolačních fólií

Zadání bakalářské práce:

Vypracování literární rešerše k tématu
Výběr optimálního řešení
Měření lineární roztažnosti dodaných vzorků
Návrhy dalšího postupu

Termín odevzdání bakalářské práce: 6.5.2011

Bakalářská práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Jindřich Mahel
Student(ka)

doc. RNDr. Jaroslav Petrůj, CSc.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2011

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Cílem práce bylo navrhnout a sestavit přístroj pro měření lineární teplotní roztažnosti plastových hydroizolačních fólií. V teoretické části jsou srovnány metody používané pro měření teplotní délkové roztažnosti pevných látek a je zde popsán princip termoelektrického chlazení. Pro měření byl vybrán Abbého komparátor, který byl osazen temperovanou komorou s kaskádou Peltierových článků pro termoelektrické chlazení a ohřev vzorku. Experimentální část práce se zabývá konstrukcí přístroje a samotným měřením v zadaném teplotním intervalu.

ABSTRACT

The aim of the thesis was to design and build an apparatus for measuring linear thermal expansion of plastic waterproofing sheets. In the theoretical part of the thesis the methods used for measuring linear thermal expansion of solids were compared and the principle of thermoelectric cooling was described. For the measuring the Abbe comparator has been chosen, which has been equipped with a tempered chamber with a cascade of thermoelectric Peltier elements for cooling and heating of specimen. The experimental part of the thesis deals with the construction of the device and the actual measuring in the specified temperature range.

KLÍČOVÁ SLOVA

lineární teplotní roztažnost, Abbého komparátor, Peltierovy články, plastové fólie

KEYWORDS

linear thermal expansion, Abbe comparator, Peltier elements, plastic sheets

MAHEL, J. Měření lineární teplotní roztažnosti plastových hydroizolačních fólií. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2011. 42 s. Vedoucí bakalářské práce doc. RNDr. Jaroslav Petrůj, CSc.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

Tímto bych chtěl poděkovat mému vedoucímu doc. RNDr. Jaroslavu Petrůjovi, CSc. za systematické a vstřícné vedení méj diplomové práce a rovněž za přínosné podněty k přemýšlení.

1. ÚVOD	6
2. CÍLE PRÁCE	7
3. TEORETICKÁ ČÁST	8
3.1 Teplotní roztažnost	8
3.1.1 Součinitel teplotní roztažnosti	8
3.2 Měření teplotní délkové roztažnosti	9
3.2.1 Mechanometrické metody	9
3.2.2 Optické metody	12
3.3 Termoelektrické jevy	14
3.3.1 Seebeckův jev	14
3.3.2 Peltierův jev	14
4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	17
4.1 Abbého komparátor	17
4.1.1 Popis přístroje	17
4.2 Temperace vzorku	19
4.2.1 Termoelektrické chlazení a ohřev	19
4.2.2 Chlazení kaskády Peltierových článků	20
4.2.3 Tepelná izolace kaskády a vzorku	23
4.3 Postup měření	24
4.3.1 Obsluha Abbého komparátoru	24
4.3.2 Ovládání řídicí jednotky termoelektrického chlazení	26
4.3.3 Příprava a upevnění vzorku	27
5. VÝSLEDKY A DISKUZE	28
5.1 Roztažnost mědi	28
5.1.1 Stanovení roztažnosti mědi	28
5.1.2 Opravný koeficient	29
5.2 Roztažnost plastové fólie	33
5.2.1 Teplotní rozsah	33
5.2.2 Stanovení roztažnosti plastové fólie	34
5.3 Alternativní způsob vyhodnocení roztažnosti	37
5.3.1 Výpočet roztažnosti mědi	37
5.3.2 Výpočet roztažnosti plastové fólie	37
5.4 Návrh dalšího postupu	39
6. ZÁVĚR	40
7. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	41

1. ÚVOD

S důsledky teplotní roztažnosti, a to jak délkové tak i objemové, se setkáváme každý den. Jedním z materiálů, který nás nejčastěji obklopuje je železobeton (železné armatury zalité v betonu). Najdeme ho doma ve střepech, ale i venku ve velkých mostních konstrukcích. Aby nedocházelo k pnutí a železobetonové konstrukce nepopraskaly, je důležité, aby měly obě látky stejnou teplotní roztažnost.

V jiných případech lze tohoto pnutí naopak s výhodou využít. Spojením dvou plechů z různých kovů (nejčastěji mosaz a ocel) vzniká bimetal, který se v důsledku rozdílné teplotní roztažnosti obou kovů po změně teploty ohýbá. Toho se využívá v teplotních spínačích, např. v rychlovarných konvicích nebo žehličkách, kde se bimetal po zahřátí ohne a přeruší tím obvod. Složitější bimetaly stočené do spirály se používají zase v analogových teploměrech.

Stejná pravidla jako pro kovy a beton platí i pro různé kompozitní nebo sendvičové polymerní materiály. S tímto problémem nás oslovil podnik Fatra a.s. Napajedla, vyvíjející střešní hydroizolační fólie určené jako nosiče solárních článků.

Tyto fólie jsou na střeších vystaveny vysokým výkyvům teplot, proto musí mít teplotní roztažnost co nejmenší a zároveň v celém rozsahu teplot lineární – ideálně stejnou jako solární články. Protože polyolefiny mají roztažnost mnohem větší, vyztužují se fólie polyesterovými sítěmi a skelnými vlákny v různých gramážích.

2. CÍLE PRÁCE

Cílem této práce byl návrh metodiky a stanovení teplotní délkové roztažnosti kompozitních plastových materiálů. Dodané vzorky hydroizolačních fólií z termoplastických polyolefinů byly vyrobeny v podniku Fatra a.s. Napajedla, který požadoval stanovení roztažnosti v teplotním intervalu $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $85\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ke splnění tohoto zadání bylo třeba provést následující kroky:

- Prostudovat mechanometrické a optické metody měření teplotní roztažnosti.
- Vybrat optimální řešení, které bude vhodné i pro polymerní fólie.
- Navrhnout měřicí zařízení, které bude mít dostatečnou přesnost při co nejnižších nákladech jak na pořízení tak i provoz.
- Změřit teplotní roztažnost dodaných fólií v zadaném teplotním rozmezí.

3. TEORETICKÁ ČÁST

3.1 Teplotní roztažnost

Teplotní roztažnost je sklon tělesa ke změně svého objemu v závislosti na změně teploty; tuto vlastnost mají všechny látky. Zvyšuje-li se teplota tělesa při konstantním tlaku, dochází uvnitř molekul k tomu, že se v důsledku rychlejšího pohybu atomů zvětšují maximální hodnoty jejich vzdáleností a minimální se naopak zmenšují. Kvůli tomu se atomy častěji dostávají do větší blízkosti a více na sebe působí odpudivými silami.

K opačnému jevu (zmenšení objemu se zvyšující se teplotou) dochází jen u několika látek, kde tato kontrakce probíhá pouze v omezeném teplotním intervalu. Nejznámější je anomálie vody, která při zahřívání od 0 °C do 3,98 °C zmenšuje svůj objem. Při dalším zahřívání se už chová jako ostatní kapaliny a svůj objem zvětšuje. Další látkou je například křemík, který má záporný koeficient teplotní roztažnosti při teplotách mezi 18 K a 120 K [1].

Tyto teplotní vlastnosti látek charakterizuje součinitel teplotní roztažnosti, jehož rozměrem je převrácená jednotka teploty, tedy K^{-1} nebo $^{\circ}C^{-1}$.

3.1.1 Součinitel teplotní roztažnosti

Změny objemu těles způsobené zvýšením teploty za konstantního tlaku se vyjadřují objemovou roztažností

$$\beta = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_p. \quad (1)$$

Z důvodu snadnějšího experimentálního stanovení je výhodnější zavést délkovou roztažnost

$$\alpha = \frac{1}{l} \left(\frac{\partial l}{\partial T} \right)_p. \quad (2)$$

U isotropních materiálů platí

$$\beta \doteq 3\alpha. \quad (3)$$

Celková změna rozměrů tělesa při ohřevu z teploty T_0 na T_1 je

$$l = l_0 \exp \left(\int_{T_0}^{T_1} \alpha(T) dT \right). \quad (4)$$

Rovnici (4) lze, v případě že $\alpha = \text{konst}$, upravit do tvaru

$$l = l_0 \exp \left[\alpha (T_1 - T_0) \right]. \quad (5)$$

Tuto exponenciální funkci lze rozložit do nekonečné řady

$$l = l_0 \left[1 + \frac{\alpha (T_1 - T_0)}{1!} + \frac{(\alpha (T_1 - T_0))^2}{2!} + \frac{(\alpha (T_1 - T_0))^3}{3!} + \dots \right]. \quad (6)$$

Ve většině případů součinitel délkové roztažnosti nabývá nízkých hodnot $\alpha < 10^{-4} K^{-1}$, proto se kvadratický a další členy řady v praxi zanedbávají a rovnice se zkracuje pouze na první člen [2].

$$l \doteq l_0 \left[1 + \alpha (T_1 - T_0) \right]. \quad (7)$$

3.2 Měření teplotní délkové roztažnosti

Délkovou roztažnost je možné měřit absolutně i relativně. Absolutně tak, že změnu délky tělesa odečítáme přímo úchylkoměrem nebo opticky. Při relativním stanovení se využívá metody vnitřního standardu, kdy srovnáváme délky dvou tyčí, jedné měřené a druhé o známé teplotní roztažnosti, které jsou umístěny vedle sebe a temperovány na stejnou teplotu [3].

3.2.1 Mechanometrické metody

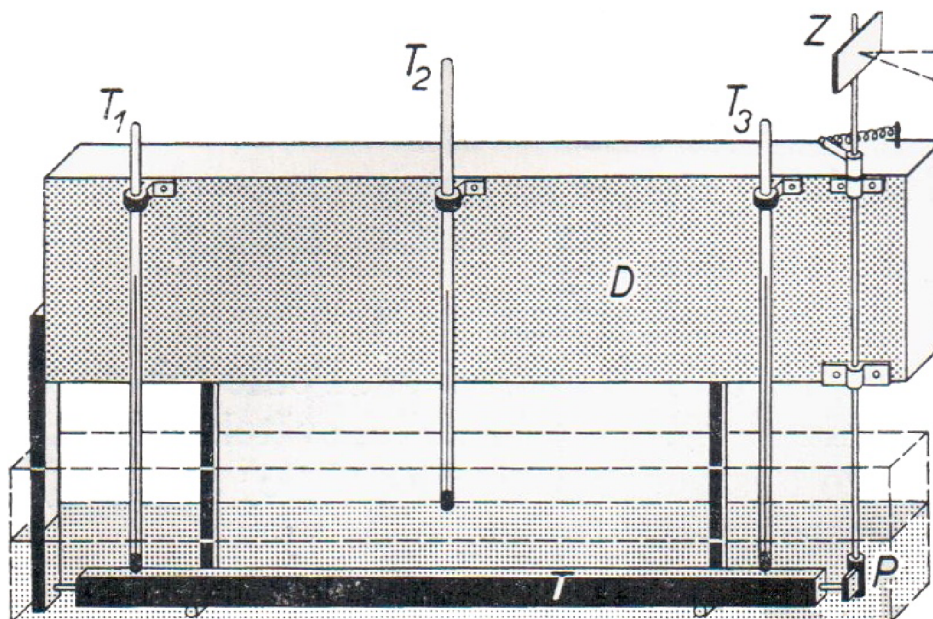
Přístroje pro měření součinitele teplotní délkové roztažnosti se nazývají dilatometry. Liší se navzájem způsobem, kterým se zaznamenává změna délky tělesa. U přístrojů s mechanometrickým odečítáním se dříve používala zrcátková metoda, v dnešní době jsou tyto přístroje vybaveny úchylkoměry, které jsou často digitální a umožňují záznam dat do PC.

3.2.1.1 Edelmanův dilatometr

Toto měřicí zařízení se používá pro absolutní stanovení délkové roztažnosti pevných látek ve tvaru tyčí. Tyto tyče jsou kvůli zvýšení citlivosti měření dlouhé 50 – 100 cm. Měřená tyč je ponořena v temperované vodní (olejové) lázni se stálou cirkulací kapaliny, aby byla teplota ve všech místech stejná (Obrázek 1). Teplota kapaliny bývá měřena obvykle dvěma teploměry umístěnými v lázni poblíž tyče. Tyč je umístěna na dvou válečcích připevněných k nosnému rámu přístroje a jedním koncem se opírá o pevný doraz. Její druhý konec se dotýká hrotu páky otáčivé kolem svislé osy, která je k ní přitlačována pružinou pro zajištění stálého kontaktu. Na druhém konci osy páky je v prostoru nad lázní připevněno zrcátko. Proti zrcátku je ve vzdálenosti R postaven dalekohled se stupnicí. Nezbytným předpokladem pro správnost výsledků je neměnná poloha dalekohledu vzhledem k nosnému rámu dilatometru. Změnou teploty lázně Δt se tyč z původní délky l_0 prodlouží o Δl a páka délky r se spolu se zrcátkem upevněným na jejím horním konci pootočí o úhel φ . Právě toto pootočení je úměrné změně počtu dílů Δn světelného indexu na stupnici z jeho původní (nulové) polohy. Naměřené hodnoty se dosadí do upravené rovnice pro výpočet součinitele teplotní délkové roztažnosti [4]:

$$\alpha = \frac{r}{2Rl_0} \frac{\Delta n}{\Delta t} \quad (8)$$

Edelmanovým dilatometrem lze určit α s přesností asi na 4 % [4]. Tato měřicí aparatura se však nehodí pro měření součinitele teplotní délkové roztažnosti malých vzorků pevných látek. Dnes bývá obvykle metoda odečítání pomocí zrcátka a stupnice nahrazována digitálními úchylkoměry, jejichž výhodou je kromě vyšší přesnosti i možnost záznamu dat do PC. Ve spojení s počítačově řízeným termostatem vodní lázně je pak možné celé měření zautomatizovat a snížit tak náročnost na obsluhu.



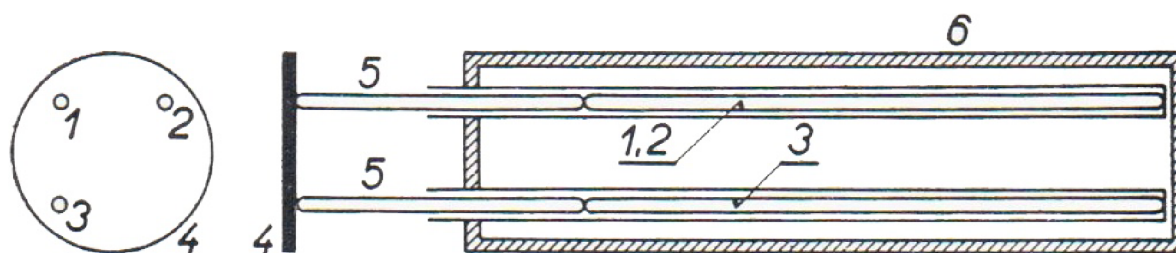
Obrázek 1 - Edelmanův dilatometr [4].

T_{1-3} teploměry, Z zrcátko, D nosný rám, T měřená tyč, P páka.

3.2.1.2 Chevenardův dilatometr

V tomto měřicím zařízení se délková roztažnost stanovuje relativně pomocí vnitřního standardu. Dilatometr je tvořen vytápěnou píčkou, uvnitř které jsou uloženy tři tyčinky (křemenná, srovnávací a zkoumaná). Tyčinky leží v křemenných trubicích, a to tak, že jejich konce tvoří pravoúhlý trojúhelník (Obrázek 2). Konce tyčinek se prostřednictvím pomocných křemenných tyčinek opírají o malé zrcátko, které je umístěno mimo pec. Na zrcátko je namířen paprsek světla z bodového zdroje, který po odrazu dopadá na fotografický papír. Při zahřívání se roztahují obě porovnávané tyčinky různě, kdežto roztažnost křemenné tyčinky je velmi malá a může se proto zanedbat. Tímto fotografickým zápisem vznikne přímka probíhající pod určitým sklonem, z kterého je možné stanovit poměr součinitelů roztažnosti obou kovů. Z toho pak, je-li znám součinitel teplotní délkové roztažnosti srovnávacího kovu, lze vypočítat součinitel teplotní délkové roztažnosti kovu zkoumaného [4].

Použití této aparatury je možné u malých vzorků pevných látek za nízkých i vysokých teplot. Proto je tato metoda vhodná a v praxi využívaná pro měření součinitele teplotní délkové roztažnosti kovů.

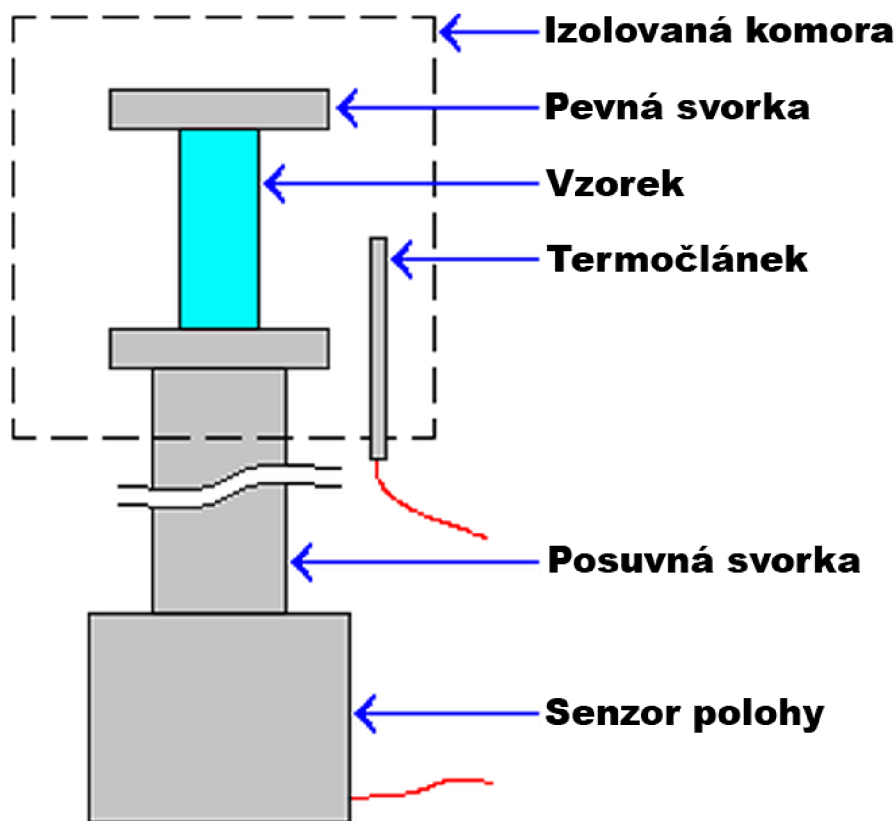


Obrázek 2 - Chevenardův dilatometr [4].

1 křemenná tyčinka, 2 srovnávací tyčinka, 3 zkoumaná tyčinka, 4 zrcátko,
5 pomocné křemenné tyčinky, 6 pícka

3.2.1.3 Termomechanická analýza

Termomechanická analýza (dále jen TMA) zkoumá chování materiálu vystaveného současněmu působení řízeného teplotního režimu a mechanického zatížení (statického nebo dynamického). Toto namáhání musí být velmi malé z důvodu co nejmenšího vlivu na koeficient délkové roztažnosti, ale zároveň dostatečně vysoké pro eliminování okolních vibrací, které mohou způsobovat zlomy na termomechanické křivce [5].

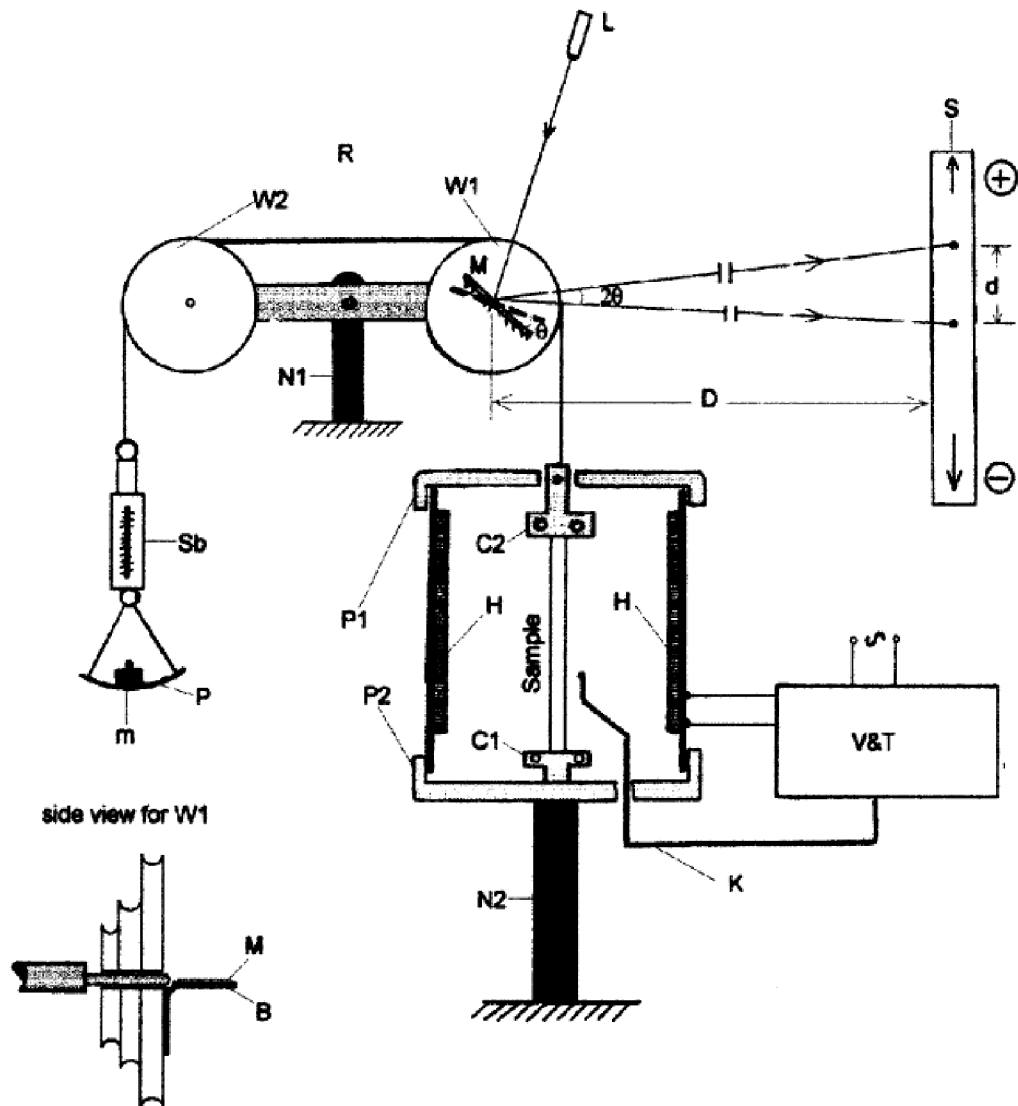


Obrázek 3 - Základní provedení TMA [6]

Měřený vzorek je upevněn mezi horní pevnou a spodní posuvnou svorkou v izolované komoře se zajištěným prouděním vzduchu. Komora je vyhřívána termočlánekem umístěným v bezprostřední blízkosti vzorku, chlazení bývá obvykle zajištěno parami dusíku. Při měření je sledována závislost změny výšky na teplotě při konstantní rychlosti ohřevu a konstantním zatížením vzorku posuvnou svorkou (Obrázek 3). Přesná změna polohy je zaznamenávána indukčním snímačem.

TMA je dále vhodná k měření mnoha dalších vlastností materiálů, např. teploty tavení, krystalizace nebo skelného přechodu. Výhodou této metody je úplná automatizace měření, díky které má velmi nízké nároky na obsluhu.

Zjednodušenou variantou moderních TMA je přístroj, který sestrojil M. M. El-Tonsy (Physics Department, Faculty of Science, Mansoura University, Egypt). Jeho řešení využívá odečet pomocí laseru a zrcátka, stejně jako původní Edelmanův dilatometr (Obrázek 4).



Obrázek 4 - Schéma konstrukce jednoduchého TMA podle M. M. El-Tonsy [7]
 C svorky, H termočlánky, P keramický plášť, N pevná podpora, K teplotní čidlo, V&T okruh regulující a monitorující teplotu, S měřítko, L laser, W kladky, M zrcátko, R kevlarové vlákno, Sb závěsná váha, P miska vah, m zátěž.

3.2.2 Optické metody

Přímé měření pomocí optického odečítání délkových změn je nejjednodušší metodou měření součinitele teplotní délkové roztažnosti. Průhledovým okénkem v temperované komoře se bezprostředně sleduje změna délky vzorku při jeho zahřívání nebo chlazení.

Pomocí dvou mikroskopů spojených s přesným mikrometrickým posunem se měří změna vzdálenosti dvou značek na vzorku, který má obvykle tvar hranolu.

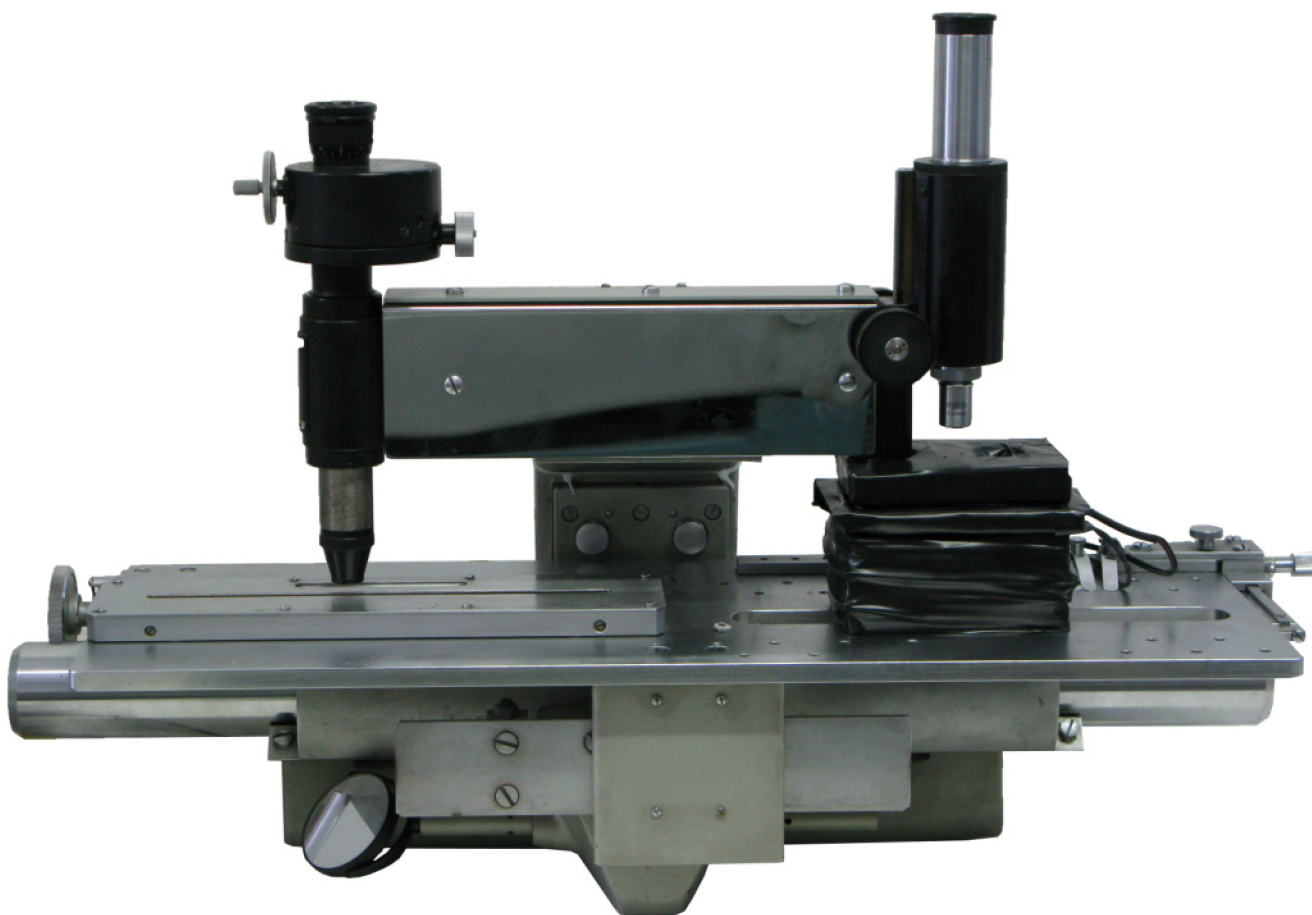
Předností této metody je, že vzorek není během měření ovlivňován měřicím zařízením a metoda se dá použít i k měření za vysokých teplot. Nevýhodou metody je neustálé sledování měření vzorku a nemožnost přímé registrace.

3.2.2.1 *Abbého komparátor*

Abbého komparátor je velmi přesný přístroj určený k měření malých délek bezdotykovou metodou. Přístroj se skládá ze dvou mikroskopů a funguje na klasickém principu komparátoru, kde musí být měřená a srovnávací délka souosa se směrem měření, ve stejné výšce a na společném nosiči. Výhoda tohoto uspořádání je v tom, že malé odchylky od přímého vedení pohybu stolku vzhledem ke srovnávací délce mají jen velmi malý vliv na přesnost měření [8].

Měření délek se provádí změřením posunu stolku pomocí srovnávacího měřítka, který je způsobený přesunutím nitkového kříže z prvního na druhý koncový bod měřeného tělesa.

Kvůli zaručení dlouhodobé stability všech proti sobě nastavených a pro přesnost nezbytných dílů je provedení rámu přístroje velmi masivní (Obrázek 5). Měřený objekt je umístěn vpravo na ocelové desce stolu, v jejíž levé části se nachází skleněné měřítko s dělením délky 200 mm. Deskou stolku jde po uvolnění svorky posunovat ve směru měření. Deska se lehce pohybuje na kuličkových ložiscích po ocelovém nosiči. Po opětovném utažení svorky se přesné jemné nastavení měřicího místa v celkovém rozsahu 9 mm provádí rýhovaným knoflíkem. Nad pozorovaným objektem se nachází posuvný mikroskop, nad měřítkem měřicí mikroskop, přičemž oba jsou připevněny na nosiči ze stejného materiálu jako deska stolku. Tato ocel má navíc téměř stejnou teplotní roztažnost jako sklo měřítka [8]. Nosič je proti tepelnému záření chráněn ochranným krytem, aby se zabránilo ohřevu od měřeného tělesa.



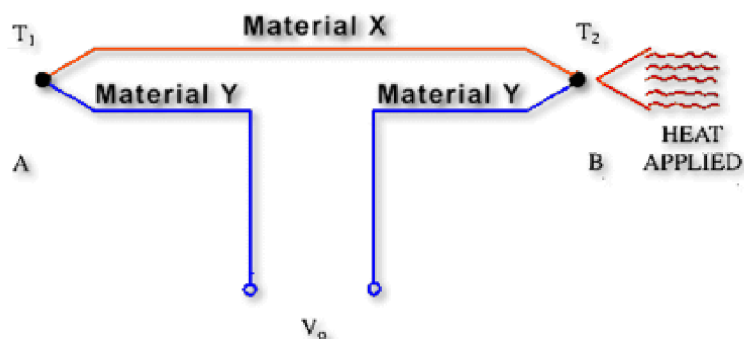
Obrázek 5 - Abbého komparátor osazený izolovanou komorou pro temperaci vzorku.

3.3 Termoelektrické jevy

Při termoelektrických jevech dochází k přeměně tepelné energie na elektrickou a naopak. Zařízení, ve kterých k této přeměně dochází, se nazývají termoelektrické zdroje nebo termoelektrické články. Známe tři základní druhy termoelektrických jevů: Seebeckův, Peltierův a Thomsonův, v souvislosti s termoelektrickým chlazením a ohřevem je důležitá znalost především prvních dvou.

3.3.1 Seebeckův jev

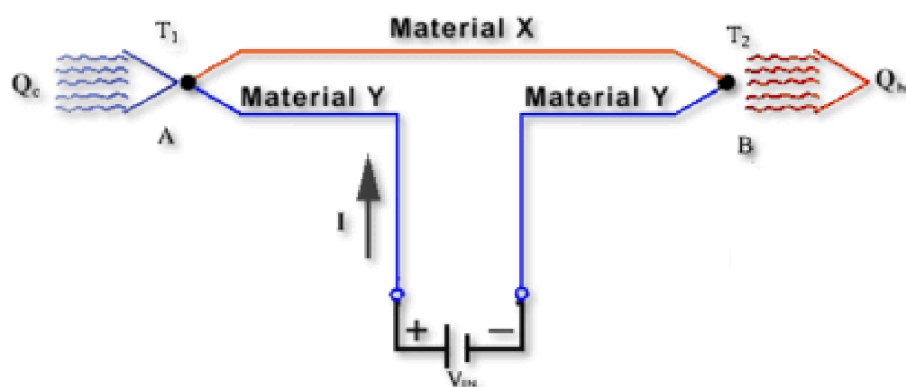
Při Seebeckově jevu dochází k přímé přeměně tepelného rozdílu na elektrické napětí. Tento jev vzniká v uzavřeném obvodu složeném ze dvou rozdílných vodičů nebo polovodičů zapojených v sérii, jejichž spoje mají různou teplotu [9].



Obrázek 6 - Seebeckův jev [10]

3.3.2 Peltierův jev

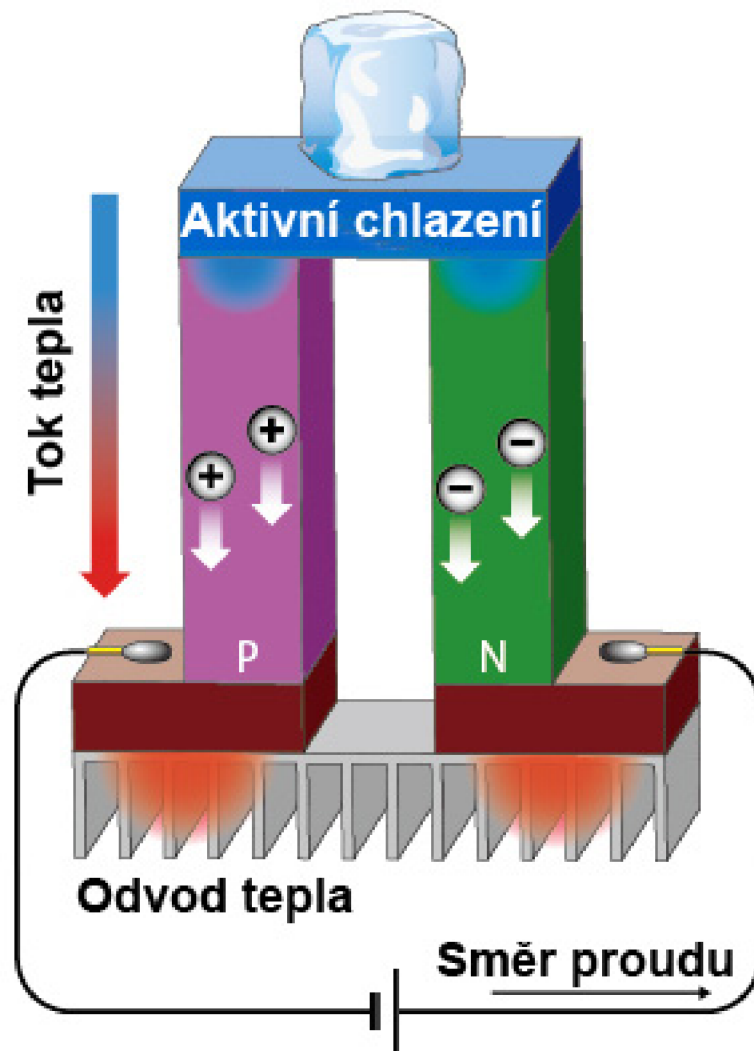
Peltierův jev je opačný k Seebeckovu jevu. Protéká-li stejnosměrný elektrický proud z vnějšího zdroje obvodem se dvěma rozdílnými vodiči zapojenými v sérii, tak vzniká teplotní rozdíl mezi oběma spoji. Teče-li proud z vnějšího zdroje daným spojem stejným směrem, jaký má proud při ohřátí tohoto spoje v Seebeckově jevu, pak se daný spoj ochlazuje. Prochází-li proud směrem opačným, pak se spoj ohřívá [11]. V praxi je Peltierův jev nejčastěji využíván při termoelektrickém chlazení.



Obrázek 7 - Peltierův jev [10]

3.3.2.1 Peltierův článek

Peltierův článek se skládá ze dvou různých polovodičů a spojovacího můstku, který absorbuje a vyzářuje teplo. Základní zapojení Peltierova článku je znázorněno na Obrázku 8.

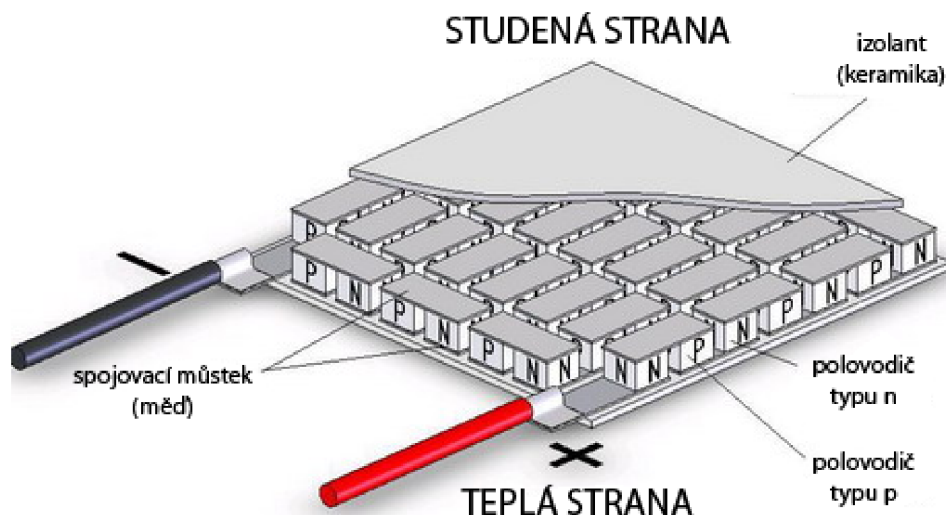


Obrázek 8 - Peltierův článek [12].

P polovodič s děrovou vodivostí, N polovodič s elektronovou vodivostí

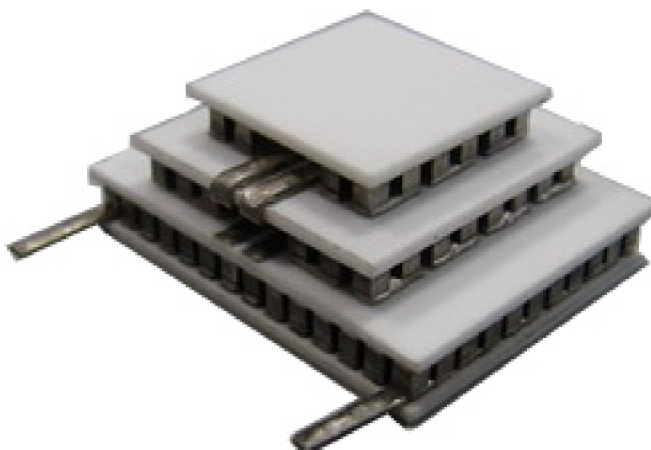
Jako polovodiče jsou na výrobu Peltierových článků používány převážně bizmut-telluridy. Konkrétně jsou to systémy Bi-Te-Se (u polovodičů typu N) a Bi-Sb-Te (u polovodičů typu P). Spojovací můstky jsou vyrobeny z mědi, jejíž použití je kromě nízkého měrného elektrického odporu výhodné i proto, že se dá snadno pájet [12]. Kvůli zamezení difuze mědi do polovodičů bývají měděné můstky často pokoveny vrstvou niklu.

Peltierovy články se obvykle nepoužívají jednotlivě, ale spojují se sériově do větších termobaterií. Jejich chladicí můstky jsou v tomto případě překryty tenkou keramickou destičkou, která zajišťuje rovnoměrný přenos tepla na celou plochu termobaterie. Proti kondenzaci vodní páry uvnitř se termobaterie často hermetizují pomocí silikonového tmelu. Průřez klasické Peltierovy termobaterie je znázorněn na Obrázku 9.



Obrázek 9 - Průřez Peltierovou termobaterií [13]

Pro dosažení vyšších teplotních rozdílů mezi teplou a studenou stranou při zachování vysokého chladícího výkonu se spojují jednotlivé termobaterie do kaskád (Obrázek 10). Při kaskádovém uspořádání je pro zajištění dobrého přestupu tepla důležité spojit jejich dosedací plochy pomocí teplovodivé pasty nebo lepidla.



Obrázek 10 - Kaskáda z Peltierových termobaterií [13]

Jak vyplývá z definice Peltierova jevu, tak při termoelektrickém chlazení je teplo absorbované studenou stranou převáděno na stranu teplou. K dosažení stálého chladícího výkonu je tedy nutné zajistit neustálé odvádění tepla z jeho teplé strany. Pro tento účel je nejvýhodnější použití kapalinového chlazení, které je podrobně popsáno v části 4.2.2.

4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Z mechanometrických metod měření uvedených v kapitole 3.2.1. je pro vzorky polymerních fólií vhodná pouze termomechanická analýza. Použití dilatometrů je nevhodné, protože měřená fólie je měkká a nedokázala by při změně délky pohnout pákou úchylkoměru, nebo by se sama deformovala. Termomechanická analýza je naopak velmi vhodná a v praxi pro tento typ materiálu nejčastěji používaná. Zajišťuje velmi přesné výsledky při zcela automatizovaném měření, její nevýhodou je ale vysoká pořizovací cena přístroje a nutnost použití kapalného dusíku pro chlazení pod 0 °C.

4.1 Abbého komparátor

Pro měření v této práci jsem zvolil optické odečítání délkových změn pomocí Abbého komparátoru. Touto metodou lze při správném postupu dosáhnout velmi přesných hodnot, ale na rozdíl od TMA je potřebné vybavení mnohem levnější. Nevýhodou je ovšem nutnost neustálého sledování měřeného vzorku a tím vysoká časová náročnost.

4.1.1 Popis přístroje

Použitý přístroj pochází od firmy Carl Zeiss Jena a byl vyroben v NDR. Jeho přesnost a další technické parametry udané výrobcem jsou shrnuty v Tabulce 1.

Tabulka 1– Technické parametry Abbého komparátoru Carl Zeiss Jena

Celková nejvyšší nepřesnost měření	$\pm 1,5\mu\text{m}$
Nepřesnost nastavení vlastního měřicího mikroskopu	$\pm 1,5\mu\text{m}$
Skleněné měřítko	
- rozsah	0–200 mm
- dílek stupnice	1 mm
Teploměr v tělese měřítka	
- rozsah	0–50 °C
- dílek stupnice	0,5 °C
Koeficient roztažnosti stolku a měřítka	$10 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
Celkový posun	
- stolku	200 mm
- jemného posunu stolku	9 mm
Stranový posun okulárové hlavy měřicího mikroskopu	1 mm
Posuvný mikroskop	
- příčné zvětšení objektivu	10x
- zvětšení okuláru	20x
- celkové zvětšení	200x
Měřicí mikroskop	
- celkové zvětšení	$5 \times 7 = 35x$

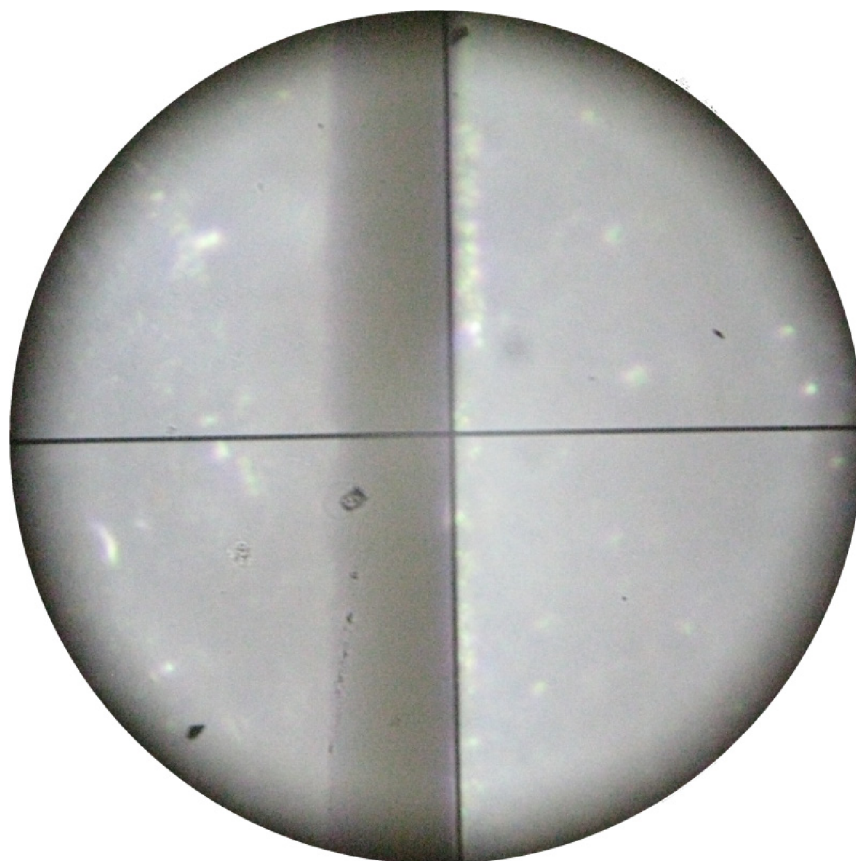
4.1.1.1 Posuvný mikroskop

Posuvný mikroskop byl od výrobce osazen normální mikroskopickou optikou: jedním měřicím okulárem 7x a achromatickým objektivem 3x. Celkové zvětšení vzniklé jako součin zvětšení objektivu a okuláru je tedy 21x. Pro měření délkové roztažnosti, tedy nutnost

pozorovat změny rozměrů v řádech mikrometrů, bylo původní zvětšení nedostatečné. Podle zkušebních měření, provedených na mikroskopu Olympus BX50, bylo nutné dosáhnout zvětšení minimálně 200x.

U mikroskopických objektivů obecně platí, že se zvyšujícím se zvětšením klesá vzdálenost nutná k zaostření na pozorovaný objekt. Z důvodu vyloučení možnosti poškození objektivu teplem vyzařovaným z měřeného tělesa proto nemohl být použit objektiv se zvětšením např. 30x, který by při kombinaci s původním okulárem poskytoval zvětšení 210x. Kompromisním řešením byl objektiv se zvětšením 10x, jehož pozorovací vzdálenost je přibližně 8 mm od vzorku. Byl použit objektiv Meopta, který je díky stejnému rozměru závitu zaměnitelný s objektivy Carl Zeiss.

Pro dosažení požadovaného zvětšení bylo nutné nahradit i původní okulár se zvětšením 7x okulárem Meopta se zvětšením 20x. V okuláru je možné zaměňovat dvě okulárové desky s rýhami, z nichž jedna má dvojitě rýhy s různými vzdálenostmi, a druhá kříž, jehož ramena svírají úhel 90° (Obrázek 11).



Obrázek 11 - Zorné pole posuvného mikroskopu.

4.1.1.2 Měřítka

Skleněné měřítka má na spodní straně dělení délky 200 mm, které leží na dalším matovém skle. Oba díly jsou k sobě pružně přitlačovány kovovým překrytím, ve kterém je zabudován teploměr dělený po 0,5 °C. Chyba polohy každé jednotlivé čárky měřítka je menší než 0,5 um.

Vzhledem k tomu, že stolek a měřítko byly vyrobeny z materiálů, jejichž koeficient roztažnosti je téměř stejný ($10 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), mohou se na výsledku měření projevit pouze chyby vlivem odlišné teplotní roztažnosti vyhřívaného stolku, které lze stanovit změřením roztažnosti objektu o známé teplotní roztažnosti.

4.1.1.3 Měřicí mikroskop s Archimédovou spirálou

Měřítka se odečítá mikroskopem se speciálním spirálovým okulárem. Jeho konstrukce odstraňuje nedostatky okulárových šroubových mikrometrů s děleným měřicím bubnem, kde často vzniká chyba díky mechanickému přenosu. V tomto okuláru je měření prováděno opticky za současného porovnání na více měřítkách:

- zvětšený obraz čísel a dělicích čar skleněného měřítka udávajících svou číslicí celé milimetry a svou polohou v pevném číselníku desetiny milimetrů.
- zvenku otočná deska s Archimédovou dvojitou spirálou, jejíž osa otáčení leží mimo zorné pole rovnoběžně s osou mikroskopu. Otočení spirály udává kruh na levém okraji zorného pole dělený na 100 dílků. Protože úplné otočení znamená posun o 0,1 mm, lze pomocí něho odečítat setiny a tisíce milimetrů.

4.1.1.4 Osvětlení

Měřítka se osvětluje pomocí denního světla nebo stolní lampou. K dosažení rovnoměrného osvětlení se používá zrcadla, jež lze naklánět vzhledem ke zdroji světla.

Měřený objekt je osvětlován z boku pomocí dvou bílých 5mm LED diod napájených z USB portu počítače ovládajícího řídicí jednotku termoelektrického chlazení. Diody jsou z důvodu snížení napětí (na výstupu z USB portu je 5 V), zapojeny v sérii s 91 ohmovým rezistorem. Obě diody je možné rozsvěcovat nezávisle, každá z nich osvětluje jinou stranu temperovaného vzorku.

4.2 Temperace vzorku

Pozorovaný vzorek fólie se umísťuje do malé izolované komory na temperovaný stolek pod posuvný mikroskop Abbého komparátoru. U běžných mikroskopických stolků bývá vyhřívání zajištěno obvykle odporovými termočlánky a chlazení pomocí par kapalného dusíku, který ovšem nebývá vždy k dispozici, což je nevýhodou tohoto postupu.

4.2.1 Termoelektrické chlazení a ohřev

Použitý systém využívá termoelektrický ohřev i chlazení pomocí kaskády Peltierových článků. Toto provedení je konstrukčně složitější, než temperace u běžných mikroskopických stolků, kvůli nutnosti výkonného chlazení pro odvod odpadního tepla ze spodní strany stolku. Složitější konstrukce je ovšem vynahrazena možností dlouhodobého chlazení pod $0 \text{ }^\circ\text{C}$ pouze s využitím elektrické energie, tedy bez nutnosti kapalného dusíku.

Byla použita kaskáda Altec 011 (Obrázek 12) o rozměrech 40x40 mm. Tato kaskáda má zvýšené chladicí schopnosti a její měděné můstky jsou chráněny vrstvičkou niklu proti difuzi mědi do polovodičů. Kaskáda je hermetizována silikonovým tmelem proti vnikání vzdušné vlhkosti.



Obrázek 12 - Kaskáda Peltierových článků Altec 011

Poněvadž horní strana kaskády má rozměry pouze 40x40 mm a často je nutno měřit i delší vzorky, bylo měřené těleso umístěno na měděné destičce o rozměrech 70x40x10 mm (Obrázek 13). Do destičky byly z horní strany vyvrtány čtyři otvory o průměru 2,5 mm, do nichž byly vyřezány závity M3. Původní drsný povrch byl kvůli lepšímu přestupu tepla nejprve vybroušen pod vodou brusným papírem č. 1200 a poté vyleštěn filcovým kotoučem s leštící pastou do vysokého lesku.



Obrázek 13 - Měděná destička o rozměrech 70x40x10 mm

Do dvou otvorů byly zašroubovány závitové tyče, ke kterým se přes hliníkovou lištu pevně přichycuje měřený vzorek.

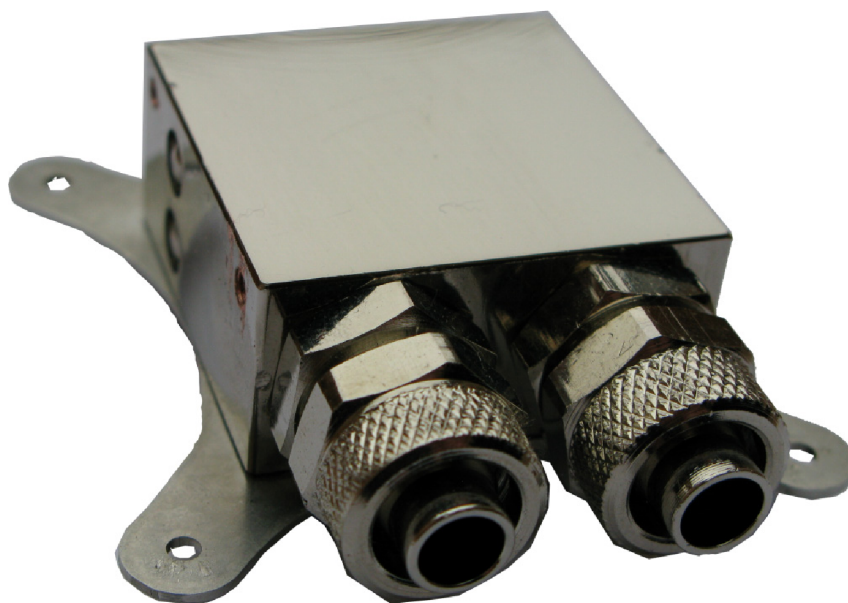
Kaskáda je regulována řídicí jednotkou od firmy Conbrio, která je ovládána přes PC pomocí programu Stolek.exe. Obsluha softwaru je popsána v části 4.3.2.

4.2.2 Chlazení kaskády Peltierových článků

Při režimu chlazení je kaskádou Peltierových článků odváděno teplo z měřeného tělesa na spodní stranu kaskády, kterou je nutno účinně chladit. Nejjednodušším a nejlevnějším řešením by bylo chlazení vzduchem pomocí hliníkového žebrovaného chladiče s ventilátorem. Z prostorových důvodů je však vzduchové chlazení nevhodné, protože hliníkový chladič by měl velmi vysokou montážní výšku a nevešel by se pod posuvný mikroskop Abbého komparátoru.

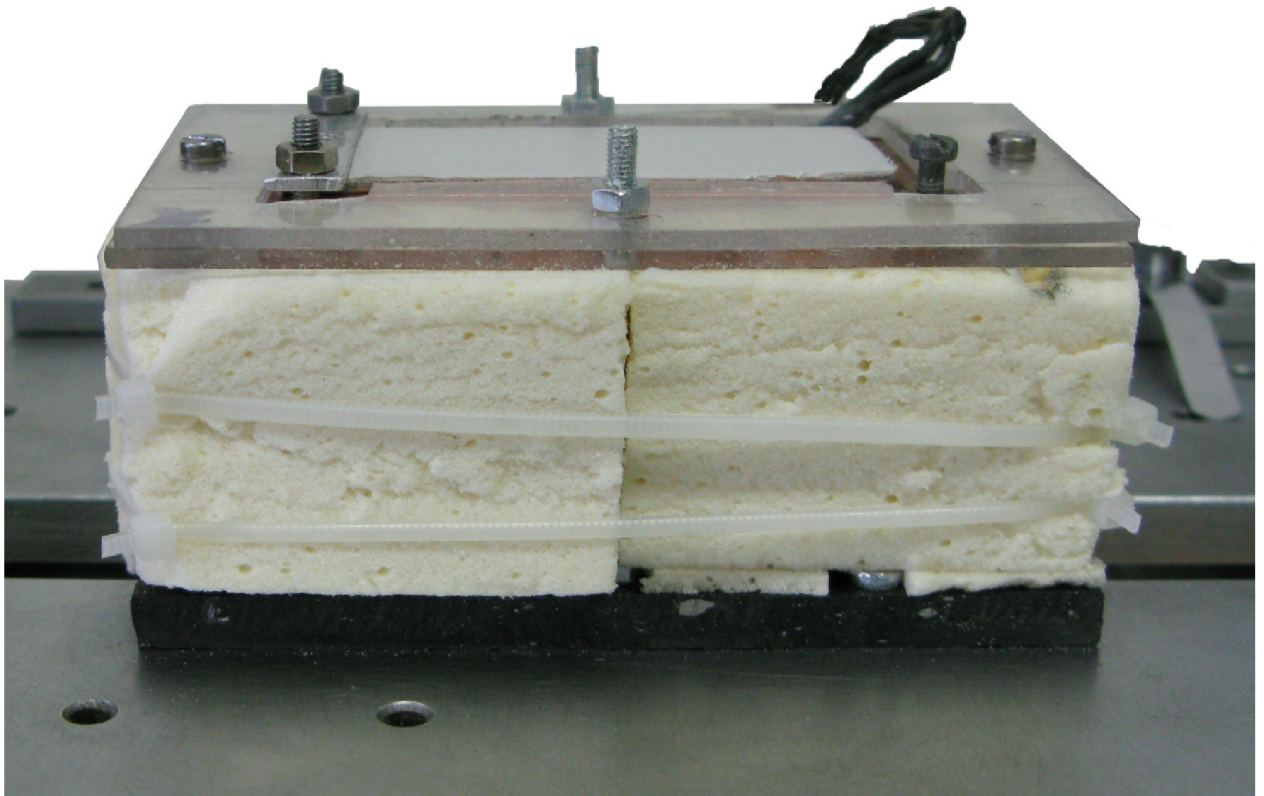
Výhodnější je použití kapalinového chlazení, a to kvůli jeho montážní výšce přibližně jen 20 mm. Cenově dostupné jsou komponenty pro chlazení procesorů v PC, které mají navíc podobné rozměry i výkon jako použitá kaskáda Peltierových článků.

Pro použitou kaskádu Altec 011 je vhodný chladicí blok Alphacool NexXoS GPS-07T (Obrázek 14), který má stejné rozměry. Tento blok byl vyroben z poniklované mědi a má dva výstupy na 1/4" fitinky. Z důvodu pevného uchycení teplotního čidla byl do boční strany chladicího bloku vyvrtán otvor o průměru 2,5 mm, do kterého byl poté vyřezán závit M3. Vzniklý závit slouží k přichycení teplotního čidla, které je ke stěně chladicího bloku přitlačeno šroubem M3x8 s podložkou. Dosedací plocha čidla byla pro lepší přestup tepla potřena silikonovým olejem.



Obrázek 14 – Chladicí blok Alphacool NexXoS GPS-07T

Kaskáda je mezi chladicí blok a měděnou destičku připevněna sevřením pomocí dvou šroubů (Obrázek 15). Pro minimalizování přestupu tepla mezi měděnou destičkou a zbytkem zařízení nemohla být přišroubována přímo, ale musela být umístěna do dvojitého rámečku vyrobeného z plexiskla (PMMA). Chladicí blok i měděná destička jsou připevněny ke spodní desce ze směsného plastu, která je izoluje od posuvného stolku Abbého komparátoru. Lepší přestup tepla mezi kaskádou a chladicím blokem/měděnou destičkou je zajištěn pomocí velmi tenké vrstvy silikonového oleje.



Obrázek 15 – Zaizolovaný chladicí stolek

Chladícím blokem proudí kapalina Innovatek Protect IP na bázi glykolu, která zabraňuje korozi a usazování nečistot v okruhu. Chladicí kapalina byla naředěna destilovanou vodou v poměru 1:3.

Cirkulaci kapaliny v okruhu zajišťuje ponorné čerpadlo Eheim AGB Station 600 s průtokem $600 \text{ l} \cdot \text{h}^{-1}$ a výtlačnou výškou 150 cm (Obrázek 16). Nádoba, ve které je čerpadlo ponořeno, slouží zároveň jako expanzní nádoba pro vyrovnávání změn objemu kapaliny a lze ji využít i pro odvzdušnění okruhu po prvním naplnění.



Obrázek 16 - Ponorné čerpadlo Eheim AGB Station 600

Všechny komponenty jsou propojeny pomocí PVC hadic o vnitřním průměru 8 mm s měděným chladičem Phobya Xtreme NOVA 1080 (Obrázek 17) o rozměrech 395x360x45 mm. Chladič je kvůli lepšímu proudění vzduchu kolem lamel osazen devíti ventilátory Alphacool Cool Move o rozměrech 120x120 mm, připojených paralelně ke 12V spínanému zdroji.



Obrázek 17 - Měděný chladič osazený 9 ventilátory

4.2.3 Tepelná izolace kaskády a vzorku

Kvůli zamezení teplotních ztrát do okolí vzorku, především do těla Abbého komparátoru, bylo nutné celý vyhřívaný stolek zaizolovat. Přestup tepla do ocelového stolku komparátoru by způsobil změnu jeho délky a tím snížil přesnost měření. K izolaci byla použita tvrdá polyuretanová pěna od firmy Kingspan (Obrázek 5). Do horního krytu temperované komory

byly vyříznuty dva otvory pro objektiv posuvného mikroskopu o průměru 17 mm. Z důvodu zachování přesnosti měření jsou tyto otvory otevřené, protože sklíčko vložené mezi vzorek a objektiv by mohlo způsobovat lom světla.

Dalším důvodem pro izolaci byly výkonové ztráty kaskády i vodního chlazení. Bez izolace bylo dosaženo minimální teploty $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, přičemž chladicí blok měl teplotu $28\text{ }^{\circ}\text{C}$. Po kompletním zaizolování bylo dosaženo teploty $-57\text{ }^{\circ}\text{C}$, zatímco na vodním bloku nebyla překročena teplota $26\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.3 Postup měření

4.3.1 Obsluha Abbého komparátoru

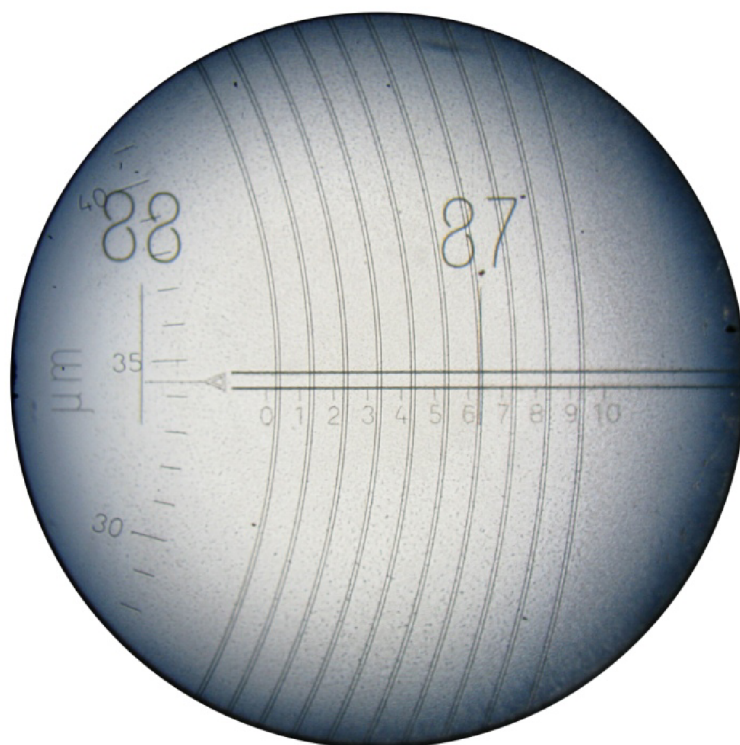
4.3.1.1 Nastavení objektu posuvným mikroskopem

Pro vyloučení chyby paralaxy je při přesném měření nutné co nejpečlivější nastavení měřícího mikroskopu. To se provede otáčením oční čočkou okuláru doleva do té doby, než jsou značky rozmazané. Teprve poté se zaostří pomalým otáčením doprava. Stejně tak se vytáhne tubus posuvného mikroskopu pomocí šroubu posuvu tak daleko, až je objekt nezřetelný, a poté se pomalým přibližováním zaostří. Nastavení je bez paralaxy, jestliže při bočním pohybu hlavy nejsou viditelné žádné boční posuny obrazu měřeného objektu proti značce v okuláru.

Při měření dlouhých přímých linií se používá okulárová deska s dvojitými rýhami, značka se nastavuje symetricky mezi úzké nebo naopak široké dvojité čáry v okuláru. Pokud je díky zvětšení objektivu značka širší než dvojitá čára, popř. je zakřivená nebo se jedná o body, vymění se deska s dvojitou čarou za desku s křížem. Značka na měřeném objektu se pak umístí do středu kříže, který je pro snazší odečítání pootočen o 45° vůči značce na vzorku.

4.3.1.2 Příklad odečítání

Otáčením jemným posunem se nastaví dvojitá čára spirály na čárku u číslice 87 tak, že celý rozsah spirály padne mezi okrajové čárky stupnice. Přitom je díky principu Archimédovy spirály lhostejné, jestli se jemným posunem otáčí doleva nebo doprava. Na pečlivosti nastavení symetrie závisí přesnost měřených hodnot na třetím a čtvrtém desetinném místě. Přesnost měření lze zvýšit zprůměrováním opakovaných nastavení.



Obrázek 18 - Zorné pole měřicího mikroskopu – čtení 87,634(4) mm.

Celé milimetry se odečítají na čarce měřítka, která se nachází uvnitř dělení spirály (na obrázku: 87). Desetiny milimetrů se odečítají na stupnici s čísly 0 až 10, a sice nižší hodnota z obou čísel stupnice, mezi nimiž se čárka měřítka nachází (na obrázku: 6). Dělení kruhu ukazuje setiny a tisíciny milimetrů (na obrázku: 34), desetitisíciny se odhadují (na obrázku: 4).

Obrázek tedy dává tento odečet:

- | | |
|--|------------------|
| • celé milimetry (čárky měřítka) | 87,0000 mm |
| • desetiny milimetrů (stupnice) | 0,6000 mm |
| • setiny a tisíciny milimetru (dělení kruhu) | 0,0340 mm |
| • desetitisíciny milimetru (odhad) | <u>0,0004 mm</u> |

výsledek 87,6344 mm

4.3.1.3 Příklad měření

Pro účely přesného stanovení teplotní roztažnosti se měří vzájemná vzdálenost dvou značek na vzorku fólie o rozměrech 65x23 mm. V tomto případě se nastaví první značka měřeného objektu do středu nitkového kříže okulárové desky posuvného mikroskopu a odečte se v měřícím mikroskopu příslušná hodnota. Ta se, jako např. na Obrázku 18: 87,6344 mm, zaznamená. Po uvolnění aretační matice se rukou nahrubo posune deska stolku, jejíž poloha se po opětovném utážení aretační matice přesně doladí otáčením knoflíku jemného posuvu stolku tak, aby druhá značka opět ležela ve středu nitkového kříže okulárové desky.

V měřicím mikroskopu lze nyní otáčením jemného posunu okuláru nastavit dvojitou čaru spirály přesně na příslušnou dělicí čárku. Jako výsledek obdržíme například:

1. odečet = 87,6344 mm
 2. odečet = 94,0325 mm
- vzdálenost značek = 6,3981 mm.

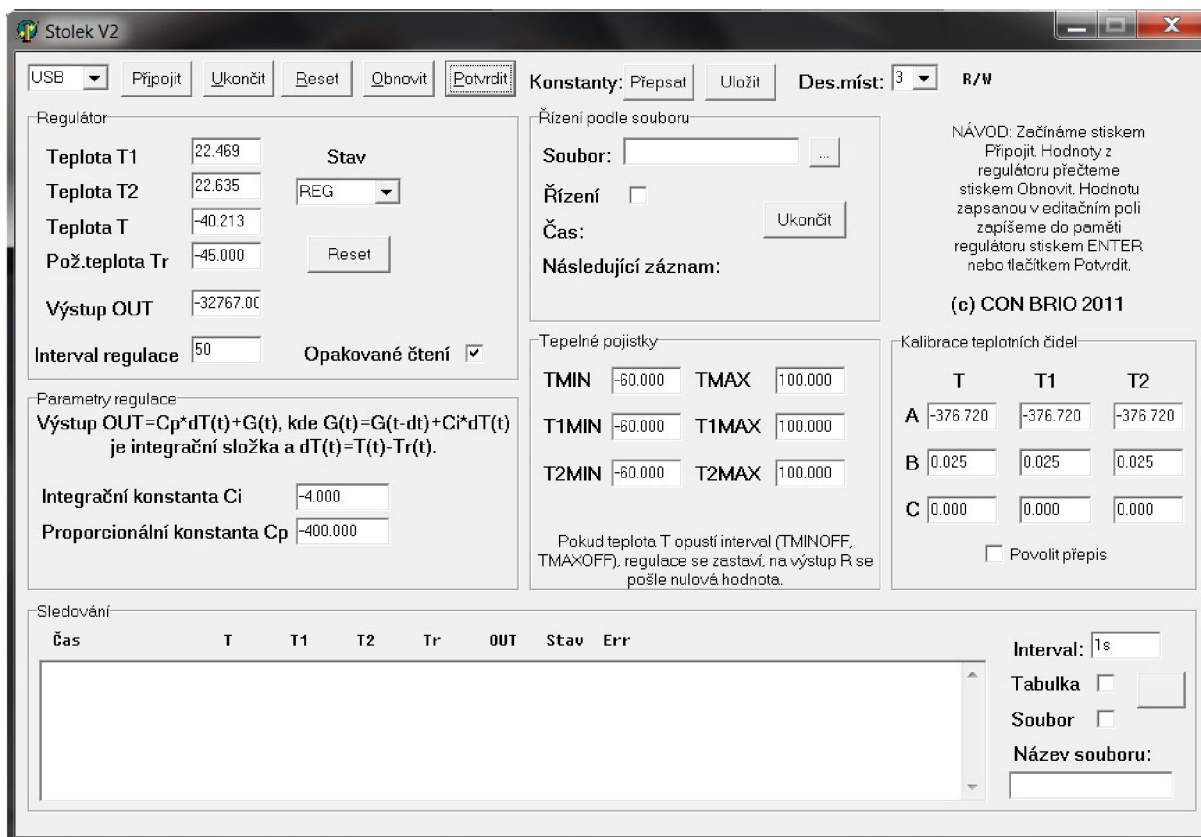
4.3.1.4 Nastavení nuly

Okulárovou hlavou měřicího mikroskopu lze ve vedení posunovat pomocí rýhovaného šroubu do stran. Jedno otočení rýhovaného šroubu odpovídá bočnímu posunu 0,1 mm. Díky tomu lze při každém měření vycházet z celočíselné hodnoty milimetrů. Nastavení nuly umožňuje pohodlné čtení, které dává přímo bez odečítání míst za desetinnou čárkou měřenou hodnotu a vylučuje tak početní chybu [8]. Nastavení se provádí tímto způsobem:

První značka měřeného objektu se nastaví přesně na střed nitkového kříže v posuvném mikroskopu. V měřicím mikroskopu se knoflíkem posuvu nastaví dělicí čárka kruhového dělení proti šípce a pak se okulárovou hlavou pomocí rýhovaného šroubu pro nastavení nuly posouvá tak dlouho, až další dělicí čárka měřítka leží symetricky mezi dvojitou spirálou u dělicí čárky 0 vodorovné stupnice. Nastavení se zaaretuje utažením rýhovaného šroubu na saních měřicí hlavy. Toto nastavení se nesmí v žádném případě během měření měnit.

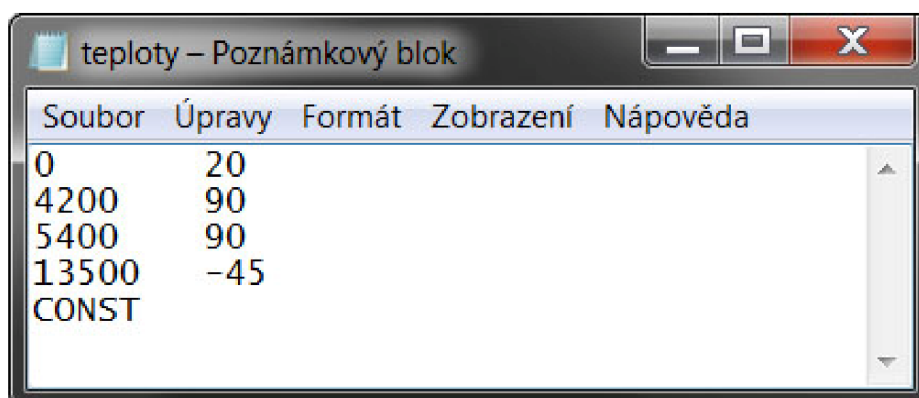
4.3.2 Ovládání řídicí jednotky termoelektrického chlazení

Řídicí jednotka termoelektrického chlazení je ovládána přes PC pomocí programu Stolek.exe (Obrázek 19). Tento program umožňuje jak manuální, tak plně automatické řízení teplotního režimu.



Obrázek 19 - Okno programu Stolek.exe

Při měření roztažnosti bylo využíváno výhradně automatického režimu, nastavovaného pomocí textového souboru, ve kterém byly ve dvou sloupcích požadované časy v sekundách a jim odpovídající hodnoty teplot ve stupních Celsia (Obrázek 20).



Obrázek 20 - Textový soubor s požadovaným teplotním režimem.

4.3.2.1 Teplotní rozsah

Výrobce vzorků požaduje testování v rozsahu teplot $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $85\text{ }^{\circ}\text{C}$, ale při zkušebním provozu docházelo na začátku a konci teplotního intervalu k drobným odchylkám od požadované teploty. Aby byla změna teplot v celém intervalu lineární, vzorky byly měřeny od $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $90\text{ }^{\circ}\text{C}$, přičemž roztažnost byla hodnocena pouze v původně požadovaném rozsahu. Jak bylo uvedeno v části 4.2.3., použitá kaskáda má k dosažení těchto teplot dostatečný výkon a při důkladném zaizolování nedochází k výrazným odchylkám od nastavených hodnot.

4.3.3 Příprava a upevnění vzorku

Dodané hydroizolační fólie byly stočeny v rolích, proto byly před měřením kvůli narovnání rozloženy na rovné podložce po dobu minimálně jednoho měsíce. Poté z nich byly nůžkami vystříhány vzorky o rozměrech $65 \times 23\text{ mm}$, jejichž delší strana byla kolmá na směr výroby. Při stříhání je důležité, aby řez nevedl přes polyesterovou matici, ale vždy mezi dvěma vodorovnými vlákny.

Do připraveného vzorku se pomocí žiletky udělají 2 zářezy kolmé na jeho delší stranu. První z nich se provede asi 2 mm od okraje, druhý v takové vzdálenosti, aby byl po upevnění do přístroje v těsné blízkosti upínací hliníkové lišty (tzn. přibližně 9 mm od druhého okraje).

Na vzorek se nanese tenká vrstva silikonového oleje, který zajistí lepší přestup tepla mezi měděnou destičkou a vzorkem, a zároveň mezi nimi sníží adhezi. Bez použití oleje by vzorek mohl přilnout k destičce, což by nepříznivě ovlivnilo přesnost měření. Při měření byl použit silikonový olej ve spreji Coyote Silkal 93.

Takto připravený vzorek se upne k temperované měděné destičce pomocí hliníkové lišty. Obě matice je nutné dotáhnout stejnoměrně tak, aby vzorek pevně držel, ale zároveň nebyl hliníkovou lištou deformován.

5. VÝSLEDKY A DISKUZE

Pro ověření funkčnosti přístroje bylo nutné změřit referenční vzorek o známé roztažnosti. Pro tyto účely se v praxi [14] používá křemenné sklo s roztažností $\alpha = 0,6 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ [15] nebo měď. Protože roztažnost mědi $\alpha = 16,64 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (při 20 °C) [16] je bližší roztažnosti polymerů, byla pro tento případ vhodnější.

5.1 Roztažnost mědi

Byl měřen měděný hranolek o rozměrech 63x5x2 mm vyfrézovaný ze stejného materiálu jako deska vyhřívaného stolku. Jeho povrch byl pro snazší pozorování a především kvůli nízkému tření o stůl vyleštěn na metalografické brusce.

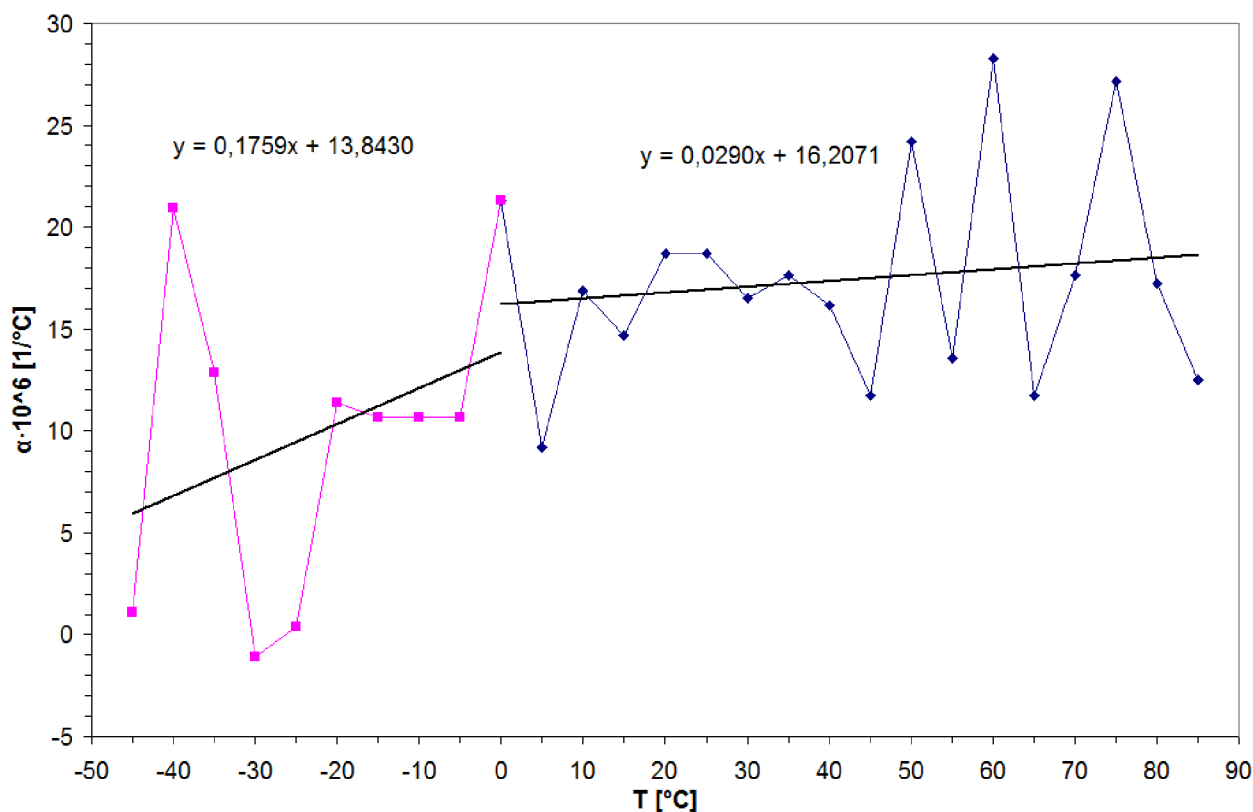
5.1.1 Stanovení roztažnosti mědi

Pro kontrolu opakovatelnosti bylo provedeno celkem šest měření, z toho tři v režimu chlazení a tři v režimu ohřevu. Roztažnost byla stanovována ve stejném teplotním intervalu jako u vzorků fólie, který je podrobněji popsán v části 5.2.1.

Z naměřených dat byl vyhodnocen lokální koeficient délkové roztažnosti

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{dl}{dT} \quad (9)$$

jehož průběh, vyneseny do grafu v závislosti na teplotě, vykazuje velký rozptyl. Vypočtené hodnoty α byly rozděleny na dva intervaly (kladné a záporné teploty), protože při teplotách nižších než 0 °C měla roztažnost strmější průběh (Obrázek 21).



Obrázek 21 - Graf závislosti lokálního koef. délkové roztažnosti mědi na teplotě. Měřeno při prvním chlazení vzorku, oba teplotní intervaly jsou proloženy regresní přímkou.

Pro body v obou intervalech byla pomocí funkce LINREGRESE programu MS Excel provedena lineární regrese, podle jejíž rovnice byly zpětně vypočítány hodnoty roztažností.

Takto získané hodnoty byly srovnány v Tabulce 2 a Tabulce 3 s roztažností čisté mědi (standardní referenční materiál SRM 736), která se podle National Institute of Standards & Technology (NIST) v teplotním intervalu 178 – 350 K vypočítá z rovnice [14]

$$\alpha = 4,788 + 8,8354 \cdot 10^{-2} \cdot T - 2,24845 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 + 2,0939 \cdot 10^{-7} T^3 \quad [10^{-6} \text{ K}^{-1}], \quad (10)$$

a pro teploty v intervalu 350 – 800 K podle rovnice [14]

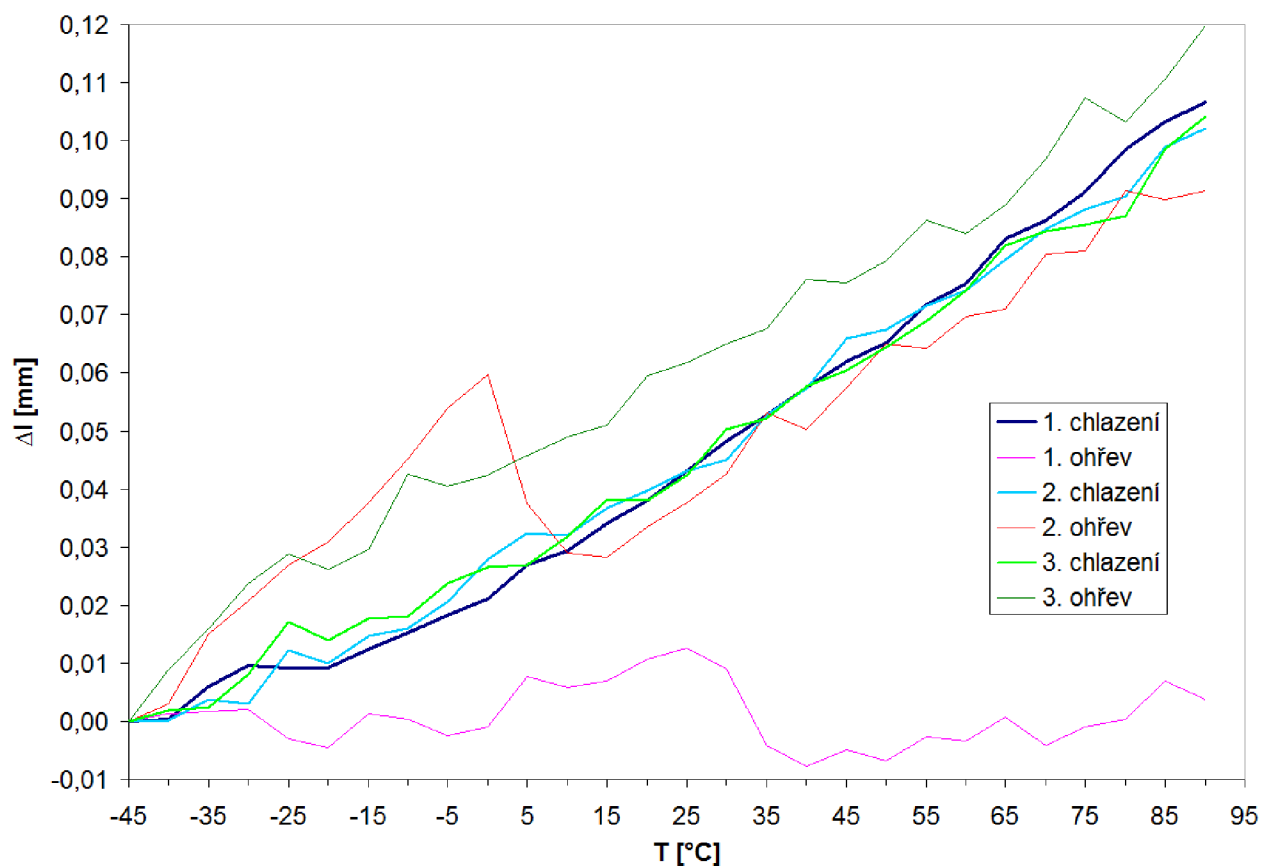
$$\alpha = 13,385 + 1,4668 \cdot 10^{-2} \cdot T - 1,4314 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 + 8,883 \cdot 10^{-9} T^3 \quad [10^{-6} \text{ K}^{-1}]. \quad (11)$$

Použitá měď nebyla čistá jako SRM 736, ale její roztažnost by se neměla výrazně lišit [17].

5.1.2 Opravný koeficient

Z rozdílu vypočítaných a tabelovaných hodnot byl vypočten opravný koeficient k zohledňující chyby přístroje. Tyto data jsou pro režim chlazení shrnuta v Tabulce 2 a pro režim ohřevu v Tabulce 3. Hodnoty korekcí byly pro jednotlivé teploty zprůměrovány.

Hodnoty roztažností i korekcí získané při všech třech režimech ohřevu mají velký rozptyl, proto nebyly při dalších měřeních zohledňovány. Tyto nepřesnosti jsou znázorněny na Obrázku 22 vynesemím naměřených změn délky vzorku v závislosti na teplotě, kde lze vidět špatnou opakovatelnost měření při ohřevu vzorku (tenké čáry).



Obrázek 22 - Změny délky vzorku v závislosti na teplotě

Tabulka 2 - Koefficienty roztažnosti mědi a jejich korekce pro jednotlivé teploty při režimu chlazení

		1. chlazení			2. chlazení			3. chlazení				
T	$\alpha \cdot 10^6$	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	korekce <i>k</i>	
[°C]	tabel.	lokální	regrese	<i>k</i>	lokální	regrese	<i>k</i>	lokální	regrese	<i>k</i>	průměrná	
85	17,21	12,47	18,67	-1,46	11,99	18,03	-0,82	20,88	20,25	-3,04	-1,78	
80	17,17	17,25	18,53	-1,36	30,70	17,69	-0,52	42,16	19,73	-2,56	-1,48	
75	17,13	27,15	18,38	-1,25	8,32	17,35	-0,22	5,47	19,21	-2,08	-1,18	
70	17,09	17,62	18,24	-1,15	12,72	17,01	0,08	4,00	18,69	-1,60	-0,89	
65	17,05	11,75	18,09	-1,04	18,97	16,67	0,38	9,5	18,17	-1,12	-0,59	
60	17,01	28,26	17,95	-0,94	19,33	16,33	0,68	28,23	17,65	-0,64	-0,30	
55	16,97	13,58	17,80	-0,84	10,16	15,99	0,98	19,05	17,13	-0,16	-0,01	
50	16,93	24,23	17,66	-0,73	15,30	15,65	1,28	16,48	16,61	0,31	0,29	
45	16,88	11,75	17,51	-0,63	5,02	15,31	1,58	15,02	16,09	0,79	0,58	
40	16,84	16,16	17,37	-0,53	32,19	14,97	1,87	10,24	15,57	1,27	0,87	
35	16,79	17,63	17,22	-0,43	16,77	14,63	2,17	19,79	15,05	1,74	1,16	
30	16,74	16,53	17,08	-0,34	28,16	14,28	2,46	7,31	14,53	2,21	1,45	
25	16,69	18,73	16,93	-0,24	6,86	13,94	2,75	28,61	14,01	2,68	1,73	
20	16,64	18,73	16,79	-0,15	12,37	13,6	3,04	16,49	13,49	3,15	2,01	
15	16,59	14,69	16,64	-0,05	10,90	13,26	3,33	-1,14	12,97	3,62	2,30	
10	16,53	16,90	16,50	0,03	17,88	12,92	3,61	23,47	12,45	4,08	2,58	
5	16,47	9,19	16,35	0,12	-1,59	12,58	3,89	17,96	11,93	4,54	2,85	
0	16,41	21,31	16,21	0,21	16,41	12,24	4,17	1,43	11,41	5,00	3,13	
Průměr:				-0,60				1,71			1,01	
-5	16,35	10,66	12,96	3,39	27,44	17,76	-1,41	10,62	8,65	7,7	3,23	
-10	16,28	10,66	12,08	4,20	16,42	16,09	0,20	20,54	9,01	7,27	3,89	
-15	16,21	10,66	11,21	5,01	4,66	14,41	1,80	1,80	9,37	6,84	4,55	
-20	16,14	11,39	10,33	5,82	17,52	12,73	3,41	13,93	9,74	6,40	5,21	
-25	16,07	0,37	9,45	6,62	-8,21	11,06	5,01	-12,17	10,10	5,97	5,87	
-30	15,99	-1,10	8,57	7,42	33,69	9,38	6,61	33,04	10,47	5,52	6,52	
-35	15,91	12,86	7,69	8,22	-2,70	7,70	8,20	20,91	10,83	5,08	7,17	
-40	15,82	20,95	6,81	9,01	13,11	6,03	9,79	2,17	11,19	4,63	7,81	
-45	15,73	1,10	5,93	9,80	0,61	4,35	11,38	6,94	11,56	4,17	8,45	
Průměr:				6,61				5,00			5,95	

Tabulka 3 - Koefficienty roztažnosti mědi a jejich korekce pro režim ohřevu

		1. ohřev			2. ohřev			3. ohřev				
T	$\alpha \cdot 10^6$	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		kor.	korekce <i>k</i>	
[°C]	tabel.	lokální	regrese	<i>k</i>	lokální	regrese	<i>k</i>	lokální	regrese	<i>k</i>	průměrná	
-45	15,73	4,87	-4,96	20,68	10,93	38,70	-22,97	32,80	27,41	-11,68	-3,49	
-40	15,82	1,20	-3,23	19,05	44,74	33,16	-17,34	26,18	25,06	-9,24	-1,88	
-35	15,91	1,20	-1,50	17,41	20,11	27,61	-11,71	28,38	22,71	-6,81	-0,28	
-30	15,99	-18,62	0,22	15,77	23,05	22,07	-6,08	18,46	20,37	-4,38	1,33	
-25	16,07	-5,04	1,95	14,12	14,97	16,53	-0,46	-9,47	18,02	-1,95	2,93	
-20	16,14	21,38	3,67	12,47	24,52	10,98	5,16	12,58	15,67	0,48	4,53	
-15	16,21	-3,94	5,40	10,82	27,82	5,44	10,77	47,85	13,32	2,90	6,12	
-10	16,28	-10,18	7,12	9,16	31,49	-0,10	16,39	-7,63	10,97	5,32	7,72	
-5	16,35	5,97	8,85	7,50	21,57	-5,65	22,00	6,33	8,62	7,73	9,31	
Průměr:				14,11				-0,47				-1,96
0	16,41	31,28	1,05	15,37	-81,65	-12,98	29,39	12,94	11,28	5,13	12,47	
5	16,47	-6,51	1,04	15,44	-30,96	-10,69	27,17	11,84	11,81	4,66	11,82	
10	16,53	4,13	1,02	15,51	-2,67	-8,40	24,94	7,43	12,35	4,18	11,16	
15	16,59	13,67	1,01	15,58	19,38	-6,12	22,70	31,30	12,89	3,70	10,50	
20	16,64	7,07	1,00	15,64	15,33	-3,83	20,47	7,80	13,42	3,22	9,83	
25	16,69	-13,11	0,99	15,70	17,90	-1,54	18,23	11,83	13,96	2,74	9,17	
30	16,74	-48,35	0,98	15,76	38,83	0,75	15,99	9,63	14,49	2,25	8,50	
35	16,79	-13,48	0,97	15,82	-10,75	3,04	13,75	31,30	15,03	1,76	7,84	
40	16,84	10,74	0,96	15,88	26,34	5,33	11,51	-1,75	15,56	1,28	7,17	
45	16,88	-7,25	0,94	15,94	27,81	7,61	9,27	13,67	16,10	0,79	6,50	
50	16,93	15,51	0,93	15,99	-2,67	9,90	7,02	25,41	16,63	0,29	5,83	
55	16,97	-2,84	0,92	16,05	19,73	12,19	4,78	-8,00	17,17	-0,20	5,16	
60	17,01	14,77	0,91	16,10	4,68	14,48	2,53	17,70	17,70	-0,69	4,48	
65	17,05	-17,89	0,90	16,15	34,77	16,77	0,28	29,08	18,24	-1,19	3,81	
70	17,09	11,84	0,89	16,20	2,47	19,05	-1,96	38,62	18,77	-1,68	3,14	
75	17,13	5,23	0,88	16,25	38,07	21,34	-4,21	-14,97	19,31	-2,18	2,47	
80	17,17	23,58	0,87	16,31	-5,97	23,63	-6,46	26,87	19,84	-2,67	1,79	
85	17,21	-11,28	0,85	16,36	5,78	25,92	-8,71	34,21	20,38	-3,17	1,12	
Průměr:				15,89				10,37				1,01

Pro průměrné hodnoty korekci *k* při režimu chlazení byly funkcí LINREGRESE programu MS Excel získány rovnice, umožňující jejich výpočet pro teploty nad 0 °C

$$k = -0,0578 \cdot T + 3,1633 \quad [10^{-6} \text{ °C}^{-1}] \quad (12)$$

a pro teploty nižší než 0 °C

$$k = -0,1307 \cdot T + 2,5876 \quad [10^{-6} \text{ °C}^{-1}]. \quad (13)$$

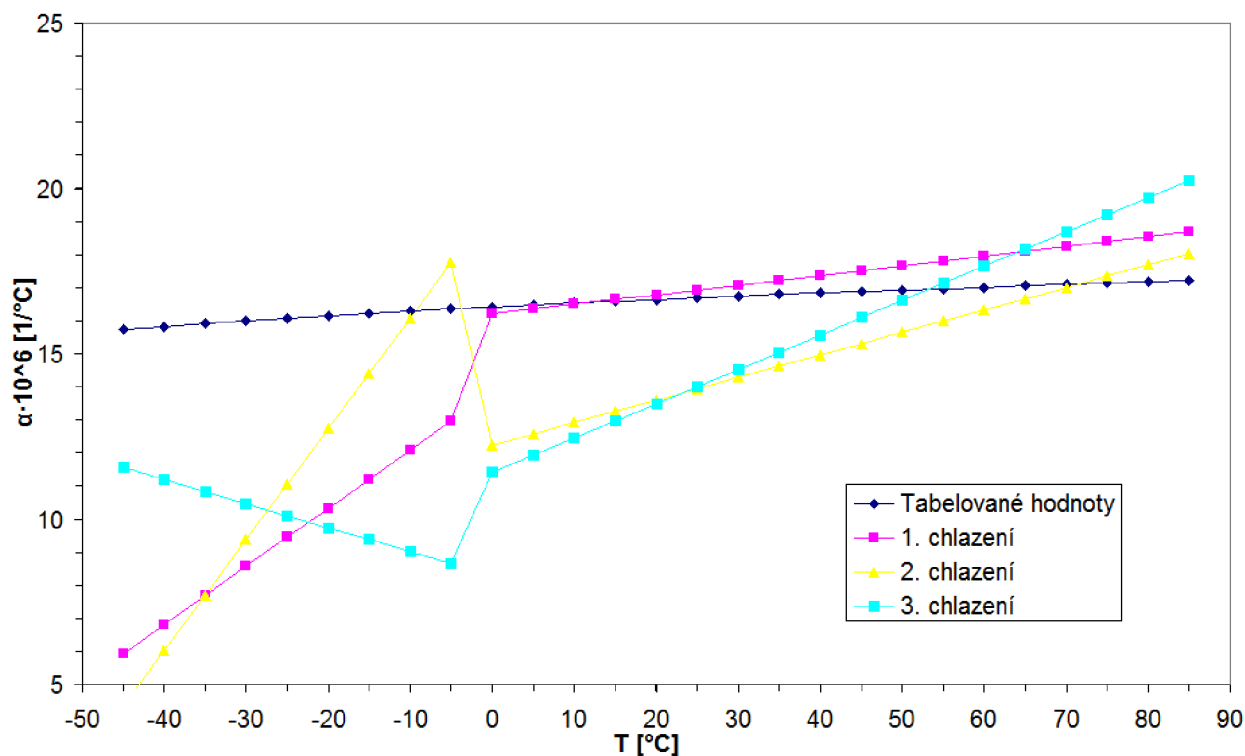
Použití těchto korekcí pro měření plastů je diskutabilní, protože mezi měkkou fólií a měděnou destičkou by nemělo docházet k tak velkému tření jako u vzorku mědi, který byl díky své pevnosti přitlačen k destičce celou svojí délkou. Ke snížení tření nepomohl ani silikonový olej, který při opakovaných ohřevech na vysoké teploty z důvodu snížení viskozity a tlaku vzorku na destičku z jejich styčných ploch nejspíše otekl.

Tento jev je viditelný na Obrázku 23, na kterém jsou pro porovnání s tabelovanými hodnotami vyneseny roztažnosti zpětně vypočítané z regresních rovnic.

Poněvadž hodnoty roztažností z kladné části teplotního intervalu při prvním chlazení poměrně přesně kopírují tabelované hodnoty pro měď, byla z nich také vytvořena korekční rovnice

$$k = -0,0198 \cdot T + 0,2417. \quad (14)$$

Odlišné průběhy hodnot při druhém a třetím chlazení mohly být způsobeny také proniknutím vzdušné vlhkosti mezi vzorek a měděnou destičku a jejím následným nekontrolovatelným zamrznutím.



Obrázek 23 - Graf závislosti roztažnosti mědi na teplotě.

Vedle tabelovaných hodnot jsou vyneseny roztažnosti vypočtené z regresních rovnic všech tří režimů chlazení.

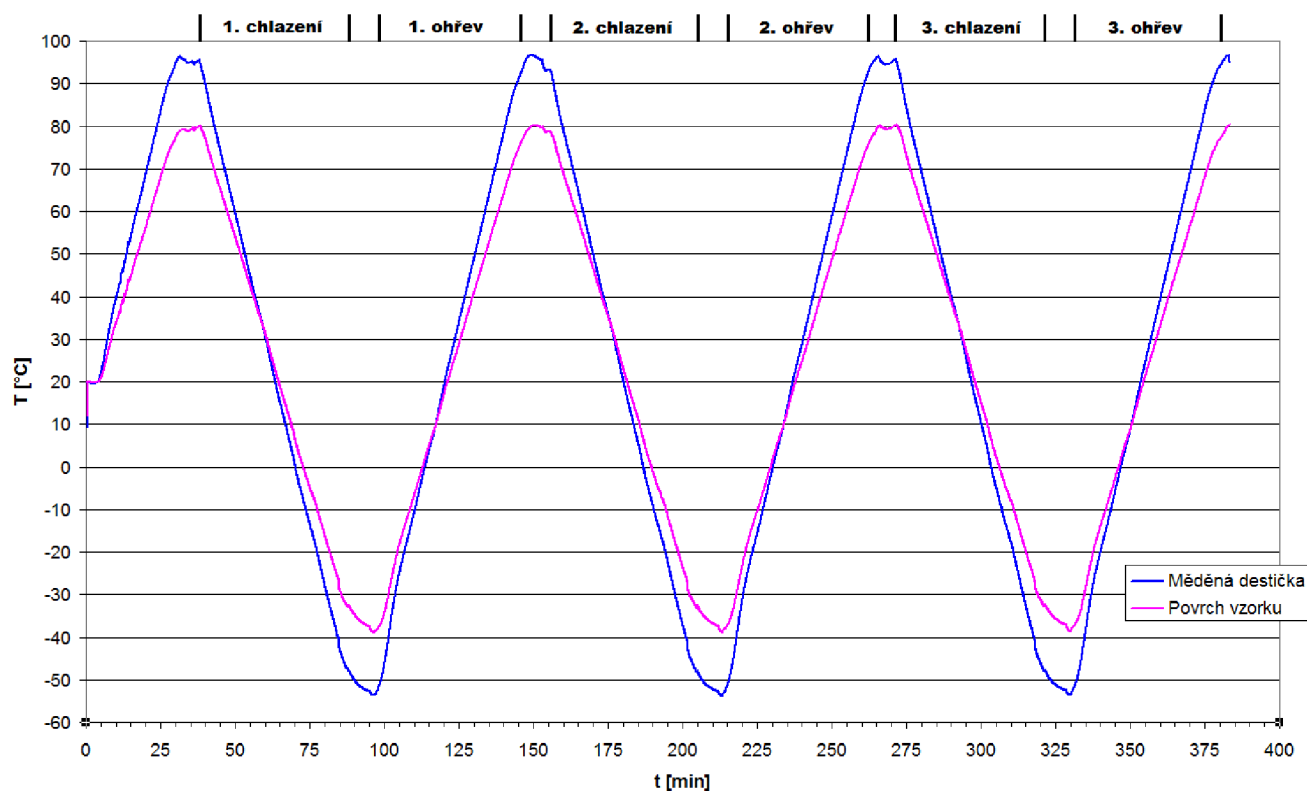
5.2 Roztažnost plastové fólie

Při měření hydroizolační fólie bylo nutné kvůli její nízké tepelné vodivosti měřit teplotu vzorku z jeho obou stran. Pro tyto účely bylo teplotní čidlo připevněno na vrchní straně fólie ze stejného materiálu jako vzorek o rozměrech přibližně 6x6 mm, umístěné v těsné blízkosti vzorku. Teplotní čidlo je k fólii přitlačováno přes šroubek M3 s velkou izolovanou podložkou. Ve výpočtech byl za okamžitou teplotu vzorku považován průměr z teploty na vrchní straně vzorku a teploty měděné destičky.

5.2.1 Teplotní rozsah

Protože jsou hodnoty roztažnosti značně ovlivňovány tepelnou a mechanickou pamětí vzorku, v praxi se měření provádí při kombinovaném teplotním režimu. Jeho podstatou je vymazání paměti vzorku ohřátím na maximální pracovní teplotu a jeho krátká kondicionace [18]. Při měření trvala kondicionační perioda 10 minut, vždy při dosažení krajních hodnot, jinak byla teplota plynule regulována s krokem 3 °C za minutu, se záznamem změn délky tělesa po 5 °C.

Vzorky byly měřeny v teplotních intervalech -45 °C až 90 °C, ale roztažnost byla vyhodnocena pouze v původně zadaném rozsahu -40 °C až 85 °C. Tento postup byl zvolen kvůli eliminování prodlev od požadovaných teplot, vznikajících na začátku a konci intervalu. Pro kontrolu opakovatelnosti byly stejně jako u mědi provedeny tři měření v režimu chlazení a tři v režimu ohřevu. Přesný záznam dosažených teplot v závislosti na čase je znázorněn na Obrázku 24.



Obrázek 24 - Záznam teplot dosažených v závislosti na čase

5.2.2 Stanovení roztažnosti plastové fólie

Bylo měřeno těleso obdélníkového tvaru o rozměrech 65x23 mm, které bylo z dodaných vzorků vystřiženo kolmo na směr výroby tak, aby řez vedl vždy mezi dvěma vlákny polyesterové matrice.

Z naměřených dat byly pomocí rovnice (9) stanoveny lokální koeficienty délkové roztažnosti. Jejich hodnoty byly proloženy regresní přímkou, z jejíž rovnice byly zpětně vypočítány a zkorigovány pomocí rovnice (14). Lineární regrese i korekce byla provedena přes celý teplotní interval, protože vzorky fólie na rozdíl od mědi nevykazovaly náhlou změnu vlastností při teplotách nižších než 0 °C (Obrázek 25). Získaná data jsou pro režim chlazení shrnuta v Tabulce 4 a pro režim ohřevu v Tabulce 5.

Tabulka 4 - Koeficienty roztažnosti plastové fólie a jejich korekce pro režim chlazení

T [°C]	korekce	1. chlazení		2. chlazení		3. chlazení	
		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]	
	<i>k</i>	lokální	reg+kor	lokální	reg+kor	lokální	reg+kor
83,6	-1,41	56,06	43,22	67,58	45,85	39,87	38,39
79,2	-1,33	45,23	44,47	47,36	46,87	53,36	39,92
74,7	-1,24	56,48	45,75	70,83	47,89	56,94	41,41
70,4	-1,15	60,78	46,99	52,88	48,93	70,46	42,91
66,0	-1,07	41,31	48,24	57,42	49,98	29,04	44,42
61,5	-0,98	63,08	49,53	61,09	51,01	52,50	45,92
57,2	-0,89	34,39	50,77	69,56	52,02	41,82	47,38
52,8	-0,80	82,73	52,02	36,28	53,06	23,24	48,86
48,3	-0,71	39,38	53,31	43,14	54,10	47,14	50,38
43,8	-0,63	44,65	54,58	74,67	55,15	68,56	51,87
39,3	-0,54	57,36	55,86	17,52	56,20	40,13	53,39
33,0	-0,41	27,28	57,67	57,16	57,25	45,67	54,92
30,4	-0,36	84,72	58,41	52,61	58,28	58,91	56,39
25,9	-0,27	40,89	59,70	37,42	59,32	64,62	57,90
21,4	-0,18	40,49	60,99	52,97	60,39	51,57	59,44
17,0	-0,09	46,50	62,26	51,46	61,43	75,04	60,95
12,4	0,00	104,26	63,58	69,29	62,50	61,61	62,48
7,8	0,09	53,74	64,88	75,06	63,54	62,18	64,00
3,2	0,18	78,22	66,19	20,82	64,64	55,71	65,58
-1,5	0,27	53,65	67,55	65,57	65,74	49,17	67,16
-6,0	0,36	57,90	68,82	50,80	66,81	59,53	68,69
-10,5	0,45	54,87	70,11	96,37	67,84	66,64	70,21
-14,9	0,54	71,54	71,37	48,08	68,87	78,15	71,66
-19,4	0,63	61,91	72,65	69,70	69,93	60,04	73,21
-24,0	0,72	81,02	73,96	70,60	70,98	77,91	74,73
-28,5	0,81	70,93	75,25	75,31	72,05	76,52	76,25
-33,1	0,90	77,36	76,56	69,08	73,13	73,58	77,80
-37,9	0,99	69,12	77,95	65,23	74,25	59,32	79,40
-42,3	1,08	121,05	79,20	132,58	75,29	132,44	80,92
Průměr:		61,27	61,10	60,64	60,46	59,71	59,54

Tabulka 5 - Koefficienty roztažnosti plastové fólie a jejich korekce pro režim chlazení

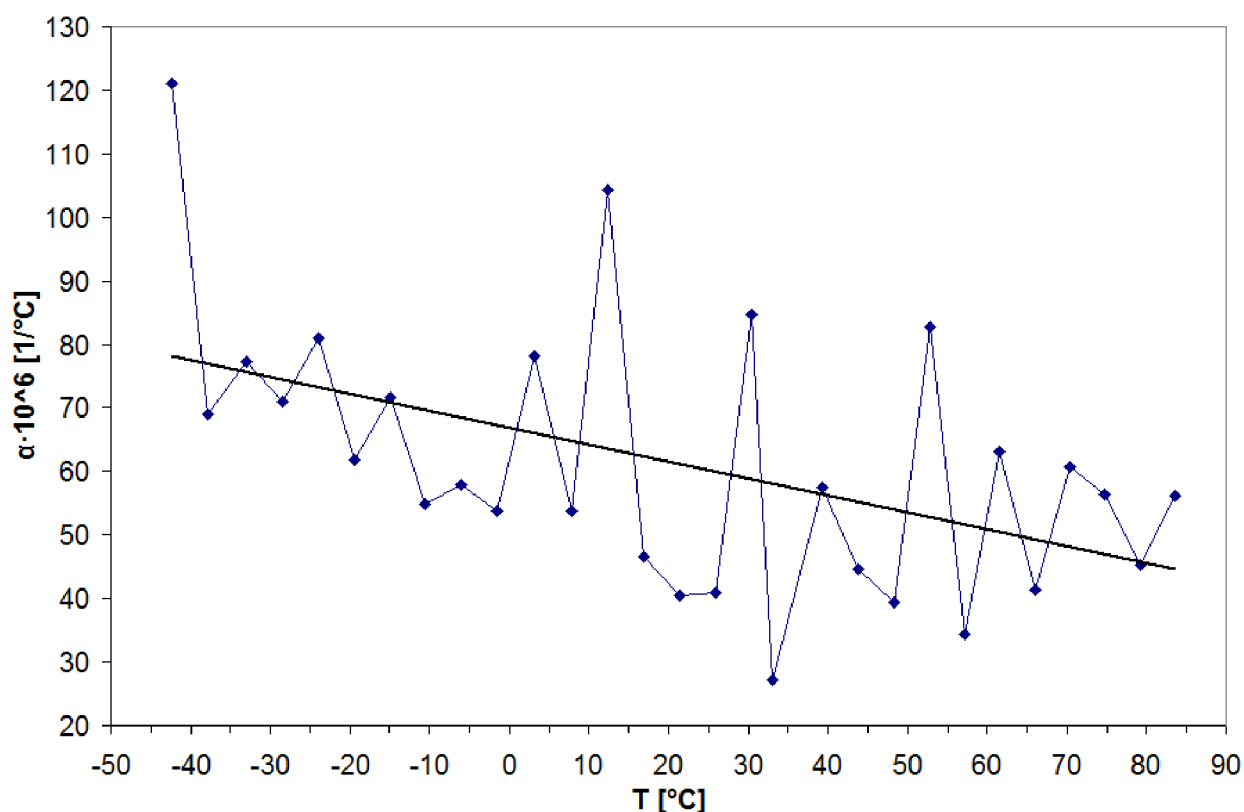
T [°C]	korekce	1. ohřev		2. ohřev		3. ohřev	
		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]		$\alpha \cdot 10^6$ [°C ⁻¹]	
		lokální	reg+kor	lokální	reg+kor	lokální	reg+kor
-43,3	1,10	70,49	89,58	79,37	85,68	91,63	86,84
-39,2	1,02	94,72	87,67	101,18	84,01	74,46	85,14
-35,1	0,94	108,33	85,70	19,47	82,23	65,18	83,28
-30,7	0,85	76,49	83,66	157,87	80,40	125,08	81,39
-26,2	0,76	79,27	81,53	43,96	78,55	67,20	79,48
-21,6	0,67	102,76	79,38	78,00	76,65	100,28	77,49
-17,1	0,58	91,54	77,26	127,01	74,74	69,58	75,50
-12,7	0,49	69,77	75,16	52,23	72,87	84,61	73,59
-8,0	0,40	70,32	72,98	75,71	70,96	71,48	71,59
-3,6	0,31	40,55	70,91	65,64	69,11	50,14	69,68
0,9	0,22	71,33	68,77	85,99	67,22	67,18	67,72
5,5	0,13	64,69	66,60	42,63	65,30	62,46	65,72
10,0	0,04	52,81	64,49	75,19	63,44	52,09	63,80
14,4	-0,04	42,45	62,42	23,60	61,60	50,26	61,88
18,9	-0,13	74,32	60,30	50,48	59,72	59,34	59,93
23,4	-0,22	49,66	58,19	33,23	57,85	37,76	57,99
27,9	-0,31	49,92	56,06	69,89	55,98	48,35	56,03
32,3	-0,40	39,55	53,98	60,94	54,12	50,35	54,09
36,9	-0,49	48,67	51,84	49,32	52,24	67,74	52,13
41,3	-0,58	79,66	49,74	40,97	50,36	42,91	50,21
45,8	-0,67	25,23	47,63	42,58	48,48	61,36	48,25
50,4	-0,76	70,73	45,47	48,06	46,58	29,88	46,29
54,9	-0,84	45,37	43,38	53,27	44,73	64,78	44,35
59,3	-0,93	61,14	41,26	33,05	42,86	60,34	42,43
63,8	-1,02	31,12	39,16	56,45	41,00	33,08	40,48
68,2	-1,11	46,86	37,10	44,30	39,15	43,73	38,56
72,6	-1,20	54,43	35,00	56,25	37,27	34,86	36,60
77,2	-1,29	21,45	32,85	40,09	35,43	39,54	34,65
81,9	-1,38	18,96	30,65	29,16	33,47	35,92	32,63
Průměr:		60,43	60,30	59,86	59,73	60,05	59,92

Hodnoty pro jednotlivé teplotní režimy byly zprůměrovány a funkcí SMODCH.VÝBĚR programu MS Excel byla vyhodnocena jejich směrodatná odchylka σ . Výsledky jsou shrnuty v Tabulce 6, ve které jsou dále (s hvězdičkou) uvedeny hodnoty získané po zkorigování rovnicemi (12) a (13), jejichž použití je však diskutováno na konci části 5.1.2.

Tabulka 6 – Průměrné koeficienty lineární roztažnosti

Průměr z režimu	$\alpha \cdot 10^6$ [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]	σ
Chlazení	60,5	0,8
Ohřevu	60,1	0,3
Chlazení – korigovaný	60,4	0,8
Ohřevu – korigovaný	60,0	0,3
Chlazení – korigovaný*	62,8	0,8
Ohřevu – korigovaný*	62,6	0,3

Pro korigovaný režim chlazení tedy platí, že roztažnost s 95% pravděpodobností ($\pm 2\sigma$) leží v intervalu $(60,4 \pm 1,6) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ a byla naměřena s přesností 2,6 %. Při ohřevu byla stanovena roztažnost $(60,0 \pm 0,6) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ s přesností 1,0 %.



Obrázek 25 - Hodnoty lokálních koeficientů délkové roztažnosti v závislosti na teplotě. Data byla získána při prvním režimu chlazení a jsou proložena regresní přímkou.

5.3 Alternativní způsob vyhodnocení roztažnosti

Další možností je provádět výpočet průměrné roztažnosti na základě změn délek vzorku přes celý teplotní interval vůči délce při nejnižší teplotě. Rovnice (7) se převede na tvar přímky a průměrná hodnota koeficientu délkové roztažnosti se určí lineární regresí z hodnoty její směrnice.

$$\frac{l}{l_0} - 1 = \alpha \Delta T \quad (15)$$

5.3.1 Výpočet roztažnosti mědi

Ve výsledcích se projevily stejné odchylky jako u stanovení lokálního koeficientu roztažnosti v části 5.1.1., tedy pokles při režimech chlazení a špatná opakovatelnost při ohřevu (Tabulka 7).

Tabulka 7 - Průměrné koeficienty roztažnosti mědi

Teplotní režim	$\alpha \cdot 10^6$ [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]	korekce k
1. chlazení	15,2	1,4
2. chlazení	14,6	2,0
3. chlazení	13,9	2,7
1. ohřev	-0,3	16,9
2. ohřev	10,0	6,6
3. ohřev	14,0	2,6
Tabelované hod.	16,6	

Pro režim chlazení platí, že průměrná roztažnost s 95% pravděpodobností ($\pm 2 \sigma$) leží v intervalu $(14,5 \pm 1,3) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ s přesností 9,0 %. Zároveň byl vypočítán opravný koeficient $2,1 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$.

5.3.2 Výpočet roztažnosti plastové fólie

Toto řešení je pro první režim chlazení a ohřevu znázorněno na Obrázku 26, výsledky pro všechna měření jsou shrnuty v Tabulce 8.

Tabulka 8 - Průměrné koeficienty roztažnosti plastové fólie

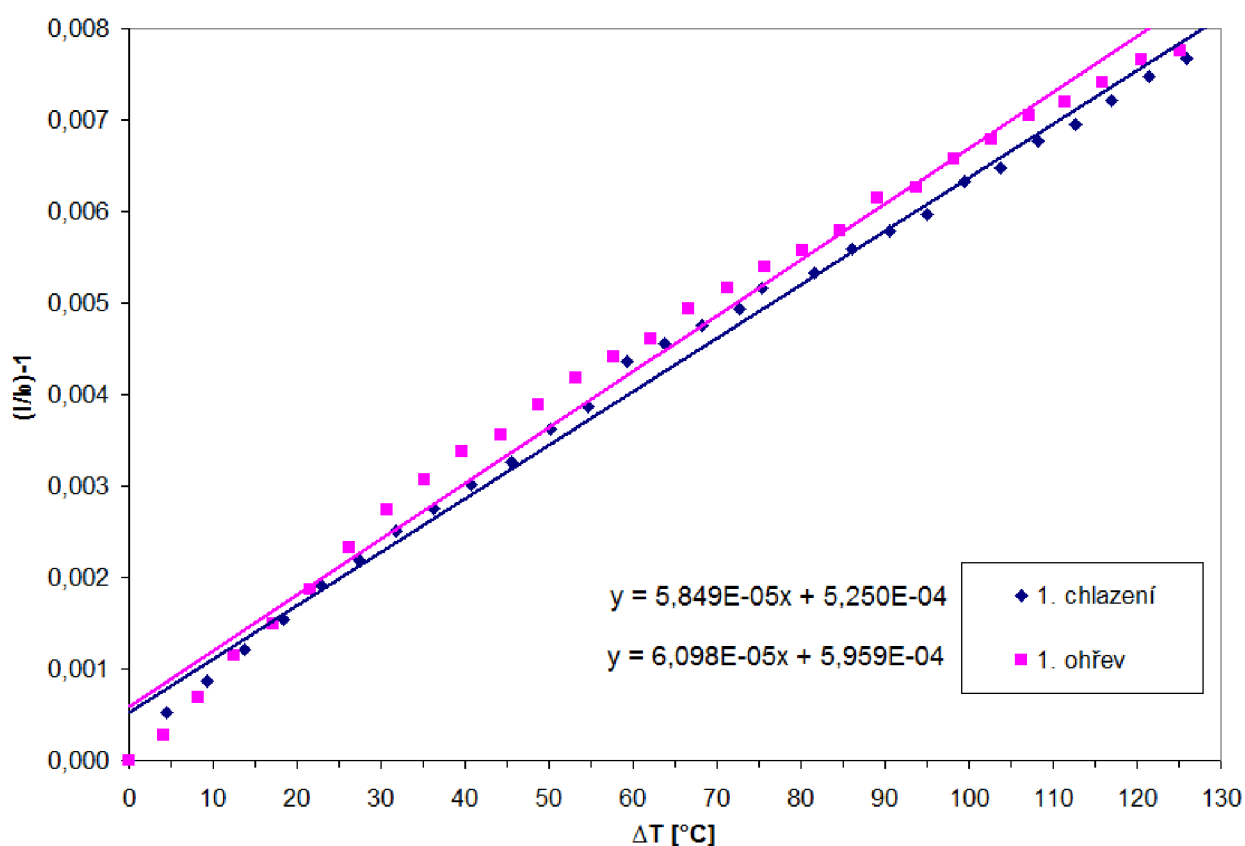
Teplotní režim	$\alpha \cdot 10^6$ [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]	$\alpha \cdot 10^6$ korigované
1. chlazení	58,5	60,6
2. chlazení	57,0	59,1
3. chlazení	58,2	60,3
1. ohřev	61,0	63,1
2. ohřev	59,7	61,8
3. ohřev	60,0	62,1

Pro nekorigované hodnoty všech tří měření z režimu chlazení platí, že průměrná roztažnost s 95% pravděpodobností ($\pm 2 \sigma$) leží v intervalu $(57,9 \pm 1,6) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ a byla naměřena s přesností 2,8 %. Při všech třech nekorigovaných režimech ohřevu byla stanovena roztažnost $(60,2 \pm 1,4) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ s přesností 2,3 %.

Pro všechna tři měření korigovaného režimu chlazení platí odpovídající hodnoty intervalu $(60,0 \pm 1,6) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, pro tři korigované ohřevy $(62,3 \pm 1,4) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

Ve srovnání s hodnotami v Tabulce 6 jsou výsledky velmi dobře konzistentní, přesto pro výpočet doporučuji metodu použitou v 5.2.2, protože lépe zohledňuje korekce na roztažnost přístroje.

Ačkoliv pro dodaný materiál nezpůsobí korekce významnou změnu výsledku, přesto ji doporučuji provádět, protože pro jiné materiály, jejichž roztažnost se blíží mědi, může být tato korekce významná, a tedy navržený postup je univerzální.



Obrázek 26 - Stanovení průměrné roztažnosti plastové fólie ze směrnice regresní přímky.

V grafu jsou pro přehlednost vynesena pouze nekorigovaná data z prvního chlazení a ohřevu.

5.4 Návrh dalšího postupu

Ke zpřesnění měření by bylo vhodné osadit posuvný mikroskop objektivem Carl Zeiss nebo PZO, které mají při stejné pozorovací vzdálenosti větší zvětšení než objektivy Meopta. Pokud by se použily objektivy o stejném zvětšení, bylo by možné pozorovat vzorek z větší vzdálenosti, čímž by se zjednodušila obsluha mikroskopu a nedocházelo by k ovlivňování teploty vzorku okulárem a naopak.

Vysoké odchylky, ke kterým docházelo u mědi při teplotách pod $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, mohly být způsobeny namrzáním vzdušné vlhkosti jak na povrchu vzorku, tak i na styčné ploše mezi vzorkem a destičkou. Tomu by se dalo předejít lepším zaizolováním temperované komory, kterou by při měření pod $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ protékal plynný dusík. Jak bylo zmíněno v části 4.2.3, kompletní uzavření této komory není kvůli přesnosti měření možné. Při jednom z měření byl do komory umístěn sáček s vysušeným silikagelem, který ale namrzání nedokázal zabránit.

Snížení vlivu tření mezi vzorkem a destičkou by bylo možné při upevnění vzorku do dvou čelistí podobně jako u termomechanické analýzy. Jedna z nich by mohla být napínána závažím přes kladku stejně jako na Obrázku 4.

Tato úprava by měla vyřešit i deformace, ke kterým docházelo vlivem jednostranného ohřevu u některých vzorků (chovaly se jako bimetal). K deformacím docházelo pouze někdy, z čehož lze usoudit, že dodaná fólie nebyla homogenní.

Další úpravy přístroje, jako například záznam obrazu pomocí kamery a s tím spojené automatické odečítání změn délky, by už nesplňovaly původní zadání, kterým bylo sestavit jednoduchý a levný měřicí přístroj.

6. ZÁVĚR

Cílem práce bylo navrhnout a sestavit přístroj pro měření lineární teplotní roztažnosti plastových hydroizolačních fólií. Místo běžně používaných metod bylo vybráno optické bezdotykové odečítání délkových změn pomocí Abbého komparátoru, speciálního měřicího přístroje se dvěma mikroskopy.

Měřené vzorky byly temperovány termoelektricky kaskádou Peltierových článků umístěnou v malé izolované komoře. Díky tomu je chlazení plně elektrické, bez pohyblivých částí a jednoduše ovladatelné pomocí PC. Protože je vzorek temperován pouze z jedné strany, nedochází k jeho rovnoměrnému prohřátí. Toto řešení je nedokonalé, ale ve své podstatě lépe vystihuje podmínky, kterým jsou hydroizolační fólie na střechách ve skutečnosti vystaveny.

Jako první byly měřeny vzorky mědi, která má koeficient délkové roztažnosti přesně stanoven pro široký rozsah teplot. Naměřené hodnoty se s tabelovanými shodovaly pouze v první části prvního chlazení vzorku, při opakovaném měření se projeví už dříve diskutované nedostatky přístroje.

Dodané vzorky hydroizolační fólie byly měřeny v zadaném teplotním intervalu, ve kterém měla roztažnost při kladných i záporných teplotách stejný průběh. Opakovatelnost měření byla dobrá (přesnost 2,6 % při režimech chlazení a 1,0 % při ohřevu). Při režimu chlazení byl po korekcích stanoven průměrný koeficient délkové roztažnosti $\alpha = (60,4 \pm 1,6) \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ a při ohřevu $\alpha = (60,0 \pm 0,6) \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

Provádění korekcí je poměrně pracné a pro dodaný materiál nezpůsobí významnou změnu výsledku, přesto je doporučuji, protože pro jiné materiály, jejichž roztažnost se blíží mědi, může být tato korekce významná, a tedy navržený postup je univerzální.

7. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] O'MARA, William C.; HERRING, Robert B.; HUNT, Lee Philip. *Handbook of semiconductor silicon technology : Materials science and process technology series*. New Jersey : Noyes Publications, 1990. 795 s. ISBN 0-8155-1237-6.
- [2] PÍŠEK, F.; JENÍČEK, L.; RYŠ, P. *Nauka o materiálu I : Nauka o kovech*. 2. rozšířené vydání. Praha : Academia, 1968. 1001 s.
- [3] HORÁK, Zdeněk. *Praktická fyzika*. Vydání 3. Praha : SNTL, n.p., 1958. 624 s.
- [4] BROŽ, Jaromír, et al. *Základy fyzikálních měření : I. díl*. Vydání 1. Praha : Státní pedagogické nakladatelství, n.p., 1967. 524 s.
- [5] EHRENSTEIN, G. W.; RIEDEL, Gabriela; TRAWIEL, Pia. *Thermal analysis of plastics : theory and practice*. Munich : Hanser Verlag, 2004. 368 s. ISBN 9781569903629.
- [6] *IDES : The Plastics Web* [online]. 1999 [cit. 2011-04-10]. Coefficient of Linear Thermal Expansion (CLTE). Dostupné z WWW: <http://www.ides.com/property_descriptions/ISO11359-1-2.asp>.
- [7] [EL-TONSY, M. M. Low cost technique for measuring thermal expansion of thin polymer samples. *Polymer testing*. 2003, 22, s. 57-62.]
- [8] *Abbe-Komparator : Modell B*. Jena (DDR) : Carl Zeiss Jena, [197?]. 16 s. Druckschriften-Nr. 32-710d-1.
- [9] MIKYŠKA, L. *Termoelektrické články*. SNTL, Praha, 1964, ISBN 301-05-35.
- [10] BÖTTNER, Harald. *Seebeck and Peltier Effect* [online]. 11/2010 [cit. 2011-02-17]. Fraunhofer-Institut für Physikalische Meßtechnik. Dostupné z WWW: <http://www.ipm.fraunhofer.de/fhg/ipm_en/technologies/thermoelectrics/aboutthermoelectric/s/facts_worth_knowing/te-effekt.jsp>.
- [11] ROWE, D. M. *Handbook of Thermoelectrics*. 1 edition. USA : CRC Press, July 1995. 701 p. ISBN 978-0849301469.
- [12] JING-FENG, Li, et al. High-performance nanostructured thermoelectric materials. *NPG Asia Materials*. October 2010, Volume 2, Issue 4, s. 152-158. ISSN 1884-4049.
- [13] Kryotherm [online]. 2009 [cit. 2011-03-5]. *TEM Construction*. Dostupné z WWW: <<http://www.kryotherm.ru/?tid=23>>.
- [14] *Characterization and Analysis of Polymers*. New Jersey : Wiley-Interscience, 2008. 977 p. ISBN 9780470233009.

[15] LEINVEBER, Jan; ŘASA, Jaroslav; VÁVRA, Pavel. *Strojnické tabulky*. 3. doplněné. Praha : Scientia, 1999. 985 s. ISBN 80-7183-164-6.

[16] Certificate. *Standard Reference Material 736 : Copper - Thermal expansion*. Gaithersburg : National Institut of Standards & Technology, October 7, 1990. 4 s. Dostupné z WWW: <<https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/archive/736.pdf>>.

[17] OKAJI, M., et al. *Measurements of linear thermal expansion coefficients of copper SRM 736 and some commercially available coppers in the temperature range 20 – 300 K by means of an absolute interferometric dilatometer*. *Cryogenics*. 1997, Volume 37, Number 5, p. 251-254

[18] KRUMP, H., LUYT, A.S., HUDEC, I.: Effect of different modified clays on the thermal and physical properties of polypropylenemontmorillonite nanocomposites, *Materials Letters*, vol. 60, s. 2877–2880, 2006.