

**Západočeská univerzita v Plzni
Fakulta elektrotechnická**

DISERTAČNÍ PRÁCE

**Chování taveniny při tavení kovových a nekovových
materiálů elektromagnetickou indukcí ve studeném
kelímku**

Ing. Jan Hrbek

Praha, 2021



**FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ
ZÁPADOČESKÉ UNIVERZITY
V PLZNI**

Disertační práce

k získání akademického titulu doktor v oboru

Elektroenergetika

Ing. Jan Hrbek

**Chování taveniny při tavení kovových a nekovových
materiálů elektromagnetickou indukcí ve studeném
kelímku**

Školitel: prof. Ing. Jiří Kožený, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem disertační práci vypracoval samostatně a použil jsem prameny, které cituji a uvádím v seznamu literatury. V předložené vědecké práci jsou použity obvyklé vědecké postupy.

V Praze, 31.8. 2021

.....
Jan Hrbek

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval mému školiteli prof. Ing. Jiřímu Koženému, CSc. a konzultantům doc. Ing. Davidu Rotovi, Ph.D. a doc. Ing. Igoru Poznyakovi, CSc. za podněty, které mi dávali v průběhu doktorského studia.

Rád bych poděkoval i kolegům z výzkumné skupiny v Centru výzkumu Řež Mgr. Bencemu Mészárosovi, Mgr. Mykhaylu Paukovovi a Bc. Martinu Kudláčovi za jejich podporu, diskuze k problematice řešené v předkládané práci a mnohé konzultace v oblastech, které jsou jim bližší.

Poděkování patří také kolegům z oddělení Jaderný palivový cyklus v Centru výzkumu Řež Ing. Vojtěchu Galekovi a Petru Pražákovi za sdílení názorů na studované problémy z jiného úhlu pohledu. Rád bych rovněž poděkoval vedoucímu tohoto oddělení Ing. Janu Prehradnému, Ph.D. za podporu při psaní disertační práce.

Obrovský dík patří mé manželce Hance, bez jejíž podpory, pochopení a trpělivosti by tato práce nikdy nevznikla.

Abstrakt

Předložená dizertační práce se věnuje návrhu a testování metod měření vlastností materiálů při teplotách vyšších než 2000 °C. Jedná se o metody určování teploty likvidu a hustoty. Testování navržených metod spočívá v porovnání naměřených a referenčních dat uváděných v literatuře při použití různých směsí obsahujících Al_2O_3 a ZrO_2 . Dále je v práci stanoven tepelný tok z taveniny směsi ZrO_2 a Fe_2O_3 do kalorimetru a studována závislost tloušťky skull vrstvy na teplotě při indukčním tavení oxidů ve studeném kelímku. Práce rovněž obsahuje návrh experimentů, který je nezbytný pro jejich následnou úspěšnou realizaci.

Motivací k volbě této problematiky je nutnost znalosti vlastností a chování materiálů při vysokých teplotách pro zvyšování spolehlivosti zařízení a pokrok techniky. Konvenčně používané metody však vykazují nevýhody, proto je vhodné hledat postupy jiné, které budou mít nevýhody odlišné a budou se tak navzájem doplňovat.

Disertační práce je rozdělena do deseti kapitol. První kapitola se zaměřuje na vysvětlení motivace ke zpracování tématu a na definování cílů práce. Druhá část stručně popisuje konvenčně používané metody pro určování hustoty a teploty likvidu materiálů. Následuje kapitola 3 zabývající se indukčním tavením ve studeném kelímku a jednotlivými fázemi celého procesu tavení. V této kapitole je proveden i přibližný výpočet množství startovacího materiálu potřebného pro úspěšnou startovací fázi plánovaných experimentů. Navrhované metody pro měření vlastností taveniny a použité přístroje jsou popsány ve 4. kapitole. Kapitoly 5 a 6 se věnují návrhu experimentů – první z nich se zabývá stanovením výkonu dodávaného do taveniny potřebného pro dosažení požadovaných parametrů, a druhá pak matematickým modelem respektujícím elektromagnetické pole. Výstupem z matematického modelu je geometrie indukčního systému zabezpečující dosažení výkonu stanoveného v předchozím kroku. Dále je proveden popis uskutečněných experimentů v kapitole 7. V kapitole 8 jsou uvedeny výsledky chemických analýz vzorků získaných během experimentů. Následuje kapitola 9 obsahující vyhodnocení určených veličin z experimentů. Na závěr jsou shrnuty výsledky práce, a naznačen směr budoucího výzkumu.

Navržené metody se ukázaly být použitelné pro stanovování požadovaných parametrů s dostatečnou přesností. Rovněž byla identifikována možná vylepšení metody měření hustoty, která by vedla ke snížení nejistoty měření a zvýšila jeho přesnost.

Klíčová slova

Indukční tavení, studený kelímek, matematické modelování, hustota, teplota likvidu, tepelný tok, skull vrstva, Al_2O_3 , ZrO_2 , Fe_2O_3 .

Abstract

The presented thesis is devoted to designing methods for measuring the properties of materials at temperatures higher than 2000 °C and their verification. These are methods for determining liquidus temperature and density. Confirmation of the proposed methods compares the measured and reference data reported in the literature using different mixtures containing Al_2O_3 and ZrO_2 . Furthermore, the heat flux from the melt of a mixture of ZrO_2 and Fe_2O_3 to the calorimeter is determined. The dependence of the skull layer thickness on the temperature during induction melting of oxides in a cold crucible is studied. The thesis also contains a design of experiments necessary for their successful realization.

The motivation for choosing this issue is the need to know the properties and behavior of materials at high temperatures to increase the reliability of the equipment and the progress of technology. However, the conventionally used methods have disadvantages, so it is advisable to look for other ways that will have different weaknesses and will thus complement each other.

The thesis is divided into ten chapters. The first chapter focuses on explaining the motivation to work on the topic and defining the objectives of the work. The second part briefly describes the conventionally used methods for determining the density and liquidus temperature of materials. Chapter 3 deals with induction melting in the cold crucible and individual phases of the whole melting process. This chapter shows an approximate calculation of the amount of starting material needed for the successful starting phase of the planned experiments. The description of the proposed methods for measuring the melt properties and the characterization of the used equipment are mentioned in the chapter 4. Chapters 5 and 6 are devoted to the design of experiments - the first of them deals with determining the power supplied to the melt needed to achieve the required parameters, and the second one with a mathematical model respecting the electromagnetic field. The result of the mathematical model is the geometry of the induction system, ensuring the achievement of the power obtained from the calculation in the previous step. Chapter 7 gives a description of the experiments. Chapter 8 presents the results of chemical analyzes of samples obtained during experiments. The ninth part contains an evaluation of the determined quantities from the experiments. Finally, the results of the work are summarized, and the direction of future research is indicated.

The proposed methods have proven to be applicable for determining the required parameters with sufficient accuracy. Possible improvements to the density measurement method were also identified, which would reduce the measurement uncertainty and increase its accuracy.

Keywords

Induction melting, cold crucible, mathematical modeling, density, liquidus temperature, heat flux, skull layer, Al_2O_3 , ZrO_2 , Fe_2O_3 .

Obsah

1	Úvod	8
1.1	Motivace	8
1.2	Cíle disertační práce	9
2	Aktuální stav problematiky	10
2.1	Měření hustoty	10
2.1.1	Hydrostatická metoda	10
2.1.2	Metoda maximálního tlaku bubliny	11
2.1.3	Metoda přisedlé kapky	13
2.1.4	Levitační metody	13
2.2	Měření teploty likvidu	14
2.2.1	Termogravimetrie (TG)	15
2.2.2	Diferenční termická analýza (DTA)	15
2.2.3	Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)	16
3	Indukční tavení oxidů ve studeném kelímku	18
3.1	Proces indukčního tavení ve studeném kelímku	19
3.1.1	Příprava studeného kelímku na experiment	22
3.1.2	Test indukčního systému bez taveniny	24
3.1.3	Startovací fáze	24
3.1.4	Fáze formování taveniny	29
3.1.5	Fáze homogenizace taveniny	30
3.1.6	Fáze stabilizace	31
3.1.7	Stanovení velikosti výkonu v tavenině	31
4	Použité metody a přístroje	34
4.1	Použité metody	34
4.1.1	Stanovení teploty likvidu	34
4.1.2	Určení tloušťky skull vrstvy	35
4.1.3	Měření hustoty v kapalné fázi	36
4.1.4	Stanovení tepelného toku z taveniny	39
4.1.5	Nejistoty měření	40
4.2	Použité přístroje	42
4.2.1	Indukční systém se studeným kelímkem IS-1	42
4.2.2	Skenovací elektronový mikroskop	43
4.2.3	Rentgenový práškový difraktometr	44
4.2.4	Pyrometry	44

4.2.5	Ostatní přístroje	44
5	Stanovení potřebného výkonu v tavenině	45
5.1	Tepelné ztráty sáláním	46
5.2	Tepelný výkon stěnou studeného kelímku	46
6	Matematický model	52
6.1	Metoda konečných prvků	54
6.2	Použitý matematický model	58
6.3	Návrh experimentálního uspořádání pomocí matematického modelu	62
7	Experimenty	77
7.1	Experimenty I01–I16	77
7.1.1	Metodika experimentů I01–I16	77
7.1.2	Shrnutí experimentů I01–I16	120
7.2	Experimenty T01 a T02	121
7.2.1	Metodika experimentů T01 a T02	121
7.2.2	Shrnutí experimentů T01 a T02	131
8	Analýzy	132
8.1	Skenovací elektronová mikroskopie s energiově disperzní spektroskopií (SEM/EDX)	132
8.2	Rentgenová strukturní analýza (XRD)	147
9	Vyhodnocení experimentů	158
9.1	Vyhodnocení teplot likvidu	158
9.2	Závislost tloušťky skull vrstvy na teplotě taveniny	163
9.3	Hustota v kapalně fázi	165
9.4	Hustota tepelného toku z taveniny	169
10	Závěr	172

Seznam použitých symbolů

a	m	hloubka vniku
\mathbf{B}	T	magnetická indukce
c	$-^1$	koefficient citlivosti
c_p	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	měrná tepelná kapacita
$c_{p,w}$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	měrná tepelná kapacita vody
C_s	–	konstanta
\mathbf{D}	$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$	elektrická indukce
d	m	tloušťka pásu pásového vedení
d	m	vzdálenost vnější hranice modelu
d_1	m	vnitřní průměr induktoru
d_2	m	vnitřní průměr studeného kelímku
d_{ing}	m	průměr ingotu
d_m	m	průměr taveniny
d_{p1}	m	průměr trubice induktoru
d_{p2}	m	průměr trubice studeného kelímku
d_s	m	průměr měřicího hrotu
d_{seg}	m	vnitřní průměr trubice studeného kelímku
\mathbf{E}	$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$	intenzita elektrického pole
f	Hz	frekvence
\mathbf{F}_L	$\text{N} \cdot \text{m}^{-3}$	objemová hustota Lorentzovy síla
g	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$	gravitační zrychlení
\mathbf{H}	$\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$	intenzita magnetického pole
h	m	výška, hloubka
h	m	výška pásu pásového vedení
h_1	m	výška induktoru
h_3	m	výška segmentů studeného kelímku
h_b	m	výška dna studeného kelímku
h_{cc}	m	výška stěny studeného kelímku
h_{kal}	m	hloubka ponoření kalorimetru
h_m	m	výška taveniny
$H_{T,1} - H_{25}$	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$	změna entalpie mezi teplotou T a 25°C
I	A	elektrický proud
I_2	A	proud sekundárním obvodem

¹Rozměr závisí na rozměru zdroje nejistoty.

²Nejistota měření má stejný rozměr jako veličina pro níž je vyjádřena.

I_1	A	proud induktorem
J	$A \cdot m^{-2}$	proudová hustota
k	–	koeficient rozšíření zdroje nejistoty
K_0	$A \cdot m^{-1}$	hustota plošného proudu
k_U	–	koeficient statistického rozdělení
l	m	délka pásu pásového vedení
L_2	H	indukčnost vsázky
L'_2	H	indukčnost vsázky přepočtená na stranu induktoru
L_{bb}	H	indukčnost pásového vedení
L_I	H	indukčnost induktoru se vsázkou
L_{ind}	H	indukčnost induktoru
$L_{ind,bb}$	H	indukčnost induktoru a pásového vedení
$L_{ind,bb,cc}$	H	indukčnost induktoru, pásového vedení a studeného kelímku
M	H	vzájemná indukčnost
m	kg	hmotnost
\dot{m}	$kg \cdot s^{-1}$	hmotnostní průtok
m_1	kg	hmotnost prázdného pyknometru
m_2	kg	hmotnost pyknometru se vzorkem
m_3	kg	hmotnost pyknometru se vzorkem a kapalinou
m_4	kg	hmotnost pyknometru s kapalinou
m_{ing}	kg	hmotnost ingotu
m_k	kg	hmotnost dvojkužele v kapalině
m_m	kg	hmotnost taveniny
M_o	$g \cdot mol^{-1}$	molární hmotnost směsi
m_v	kg	hmotnost dvojkužele na vzduchu
m_{z1}	kg	hmotnost závaží při prvním vážení
m_{z2}	kg	hmotnost závaží při druhém vážení
m_{Zr}	kg	hmotnost Zr
M_{Zr}	$g \cdot mol^{-1}$	molární hmotnost Zr
m_ζ	kg	vliv povrchového napětí na hmotnost
n	–	počet měření
N	–	počet závitů induktoru
N_s	–	počet sekcí studeného kelímku
p	–	transformační převod
p	Pa	tlak
P_b	W	tepelný výkon odváděný z taveniny dnem studeného kelímku
P_c	W	tepelné ztráty konvekcí z hladiny taveniny
P_{cc}	W	Jouleovy ztráty ve studeném kelímku
P_{ccm}	W	kalorimetricky měřený tepelný výkon odváděný ze studeného kelímku
P_i	W	tepelný výkon v i -té chladičí větvi
P_{ind}	W	Jouleovy ztráty v induktoru
$P_{ind,bb}$	W	Jouleovy ztráty v induktoru a pásovém vedení
P_{kal}	W	tepelný výkon odváděný kalorimetrem

P_m	W	tepelný výkon v tavenině
p_m	$W \cdot m^{-3}$	hustota Jouleových ztrát
P_{TL}	W	celkový tepelný výkon odváděný z taveniny
P_r	W	tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny
$P_{r,o}$	W	tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny přenášené mimo prostor studeného kelímku
P_w	W	tepelný výkon odváděný z taveniny stěnou studeného kelímku
P_z	W	tepelné ztráty
Q	C	elektrický náboj
$q_{Al_2O_3}$	$J \cdot g^{-1}$	energie pro ohřev 1 g Al_2O_3
q_{kal}	$W \cdot m^{-2}$	hustota tepelného toku odváděného kalorimetrem
q_r	J	energie uvolněná při chemické reakci
Q_{st}	J	energie při startovací fázi
Q_w	$l \cdot min^{-1}$	průtok segmentem studeného kelímku
q_w	$W \cdot m^{-2}$	hustota tepelného toku stěnou studeného kelímku
q_{ZrO_2}	$J \cdot g^{-1}$	energie pro ohřev 1 g ZrO_2
r	m	poloměr
r_1	m	poloměr taveniny
r_2	m	poloměr taveniny se skull vrstvou
R_2	Ω	odpor vsázky
R'_2	Ω	odpor vsázky přepočtený na stranu induktoru
r_3	m	poloměr taveniny se skull vrstvou a vzduchovou mezerou
r_4	m	poloměr taveniny se skull vrstvou, vzduchovou mezerou a stěnou trubice studeného kelímku
R_{bb}	Ω	odpor pásového vedení
R_{cc}	Ω	odpor studeného kelímku převedený na stranu induktoru
R_I	Ω	odpor induktoru se vsázkou
R_{ind}	Ω	odpor induktoru
$R_{ind,bb}$	Ω	odpor induktoru a pásového vedení
S_{ing}	m^2	plocha podstavy ingotu
S_{kal}	m^2	povrch ponořené části kalorimetru
S_m	m^2	plocha hladiny taveniny
T	$^{\circ}C$	teplota
t	s	doba ohřevu
T_0	$^{\circ}C$	počáteční teplota
t_1	s	okamžik ponoření kalorimetru
t_c	s	doba výpočtu
T_{cu}	$^{\circ}C$	teplota na rozhraní vzduchové mezery a stěny studeného kelímku
T_{ext}	$^{\circ}C$	teplota okolí
T_l	$^{\circ}C$	teplota likvidu
T_m	$^{\circ}C$	teplota taveniny
T_s	$^{\circ}C$	teplota solidu
T_{sk}	$^{\circ}C$	teplota na rozhraní skull vrstvy a vzduchové mezery
T_w	$^{\circ}C$	teplota chladicí vody

u	-2	nejistota měření
U	-2	rozšířená nejistota měření
u_A	-2	nejistota měření typu A
u_B	-2	nejistota měření typu B
u_C	-2	kombinovaná nejistota měření
U_I	V	napětí induktoru
U_{LT}	$^{\circ}\text{C}$	rozšířená nejistota měření teploty likvidu
v	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	rychlost
V_m	m^3	objem taveniny
V_{sk}	m^3	objem skull vrstvy
V_{st}	m^3	objem nutný pro nastartování procesu indukčního tavení
V_t	kg	objem dvojkužele
w_w	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	rychlost proudění vody
X_{bb}	Ω	reaktance pásového vedení
Z	Ω	impedance

α	K^{-1}	součinitel teplotní roztažnosti
α_a	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	ekvivalentní koeficient přenosu tepla sáláním
$\alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	K^{-1}	součinitel teplotní roztažnosti Al_2O_3
α_o	K^{-1}	součinitel teplotní roztažnosti směsi
α_w	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	součinitel přestupu tepla do chladicí vody
α_{ZrO_2}	K^{-1}	součinitel teplotní roztažnosti ZrO_2
γ	$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$	elektrická konduktivita
δ	m	mezera mezi pásy pásového vedení
δ_a	m	šířka vzduchové mezery
$\delta_{b,sk}$	m	tloušťka skull vrstvy na dně studeného kelímku
$\Delta_f H_T^0$	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$	reakční entalpie při teplotě T
δ_{sk}	m	tloušťka skull vrstvy
$\delta_{w,sk}$	m	tloušťka skull vrstvy na stěně studeného kelímku
ΔH	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$	změna entalpie při změně fáze
ΔT	$^{\circ}\text{C}$	rozdíl teplot
Δz_{max}	-1	maximální odchylka zdroje nejistoty
ε	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	permitivita
ε_0	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	permitivita vakua
ε_{cc}	—	emisivita stěny studeného kelímku
ε_{cu}	—	emisivita mědi
ε_m	—	emisivita hladiny taveniny

ε_r	–	relativní permitivita
ε_{sk}	–	emisivita skull vrstvy
$\varepsilon_{sk,cu}$	–	emisivita při výměně tepla mezi skull vrstvou a stěnou studeného kelímku
η	Pa · s	dynamická viskozita
λ_a	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti vzduchové mezery
λ_{air}	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti vzduchu
$\lambda_{Al_2O_3}$	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti Al ₂ O ₃
λ_{cu}	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti mědi
λ_{sk}	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti skull vrstvy
λ_w	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti vody
λ_{ZrO_2}	W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti ZrO ₂
μ	H · m ⁻¹	permeabilita
μ_0	H · m ⁻¹	permeabilita vakua
μ_r	–	relativní permeabilita
ν_w	m ² · s ⁻¹	kinematická viskozita vody
ξ	–	koefficient přenosu tepla sáláním mimo prostor studeného kelímku
ρ	C · m ⁻³	objemová hustota náboje
ρ	kg · m ⁻³	hustota
ρ	Ω · m	rezistivita
ρ_a	kg · m ⁻³	hustota vzduchu
ρ_{Cu}	Ω · m	rezistivita mědi
ρ_l	kg · m ⁻³	hustota srovnávací kapaliny
ρ_m	kg · m ⁻³	hustota taveniny
ρ_m	Ω · m	rezistivita taveniny
ρ_o	kg · m ⁻³	hustota směsi
ρ_{sk}	kg · m ⁻³	hustota skull vrstvy
ρ_w	kg · m ⁻³	hustota vody
σ	N · m ⁻¹	povrchové napětí
σ	W · m ⁻² · K ⁻⁴	Stefan-Boltzmannova konstanta
σ_{sk}	m	směrodatná odchylka měření tloušťky skull vrstvy
Φ	Wb	magnetický indukční tok
χ	–	směrodatná odchylka
Ψ	C	elektrický indukční tok
ω	rad · s ⁻¹	úhlová frekvence ($\omega = 2\pi f$)
Nu	–	Nusseltovo číslo
Pr	–	Prandtlovo číslo
Re	–	Reynoldsovo číslo

1

Úvod

1.1 Motivace

Studium fyzikálních vlastností a chování materiálů za různých podmínek je zásadní pro návrh nových zařízení, která budou vykazovat lepší parametry než stávající, ale i pro popis zařízení používaných desítky let, ve kterých může dojít k různým stavům za velmi nestandardních podmínek. Takové zařízení je například jaderná elektrárna při podmínkách těžké jaderné havárie s tavením aktivní zóny reaktoru. Pro zvýšení bezpečnosti provozu jaderných elektráren jsou tyto stavy modelovány pomocí softwarových balíků a na základě výsledků modelů jsou zaváděna opatření pro snížení pravděpodobnosti vzniku takové havárie a redukci jejích případných dopadů na okolí a personál elektrárny. Pro vytvoření modelů jsou nutná vstupní data, na nichž závisí přesnost získaného výsledku. Dostupnost vstupních dat pro materiály při teplotách překračujících 2000 °C představuje značný problém [1].

V obou zmíněných případech jsou hlavní mírou náročnosti podmínky, za kterých mají být materiály zkoumány. Mnohé perspektivní materiály se připravují za vysokých teplot, rovněž k jaderným haváriím s tavením aktivní zóny reaktoru dochází za extrémních podmínek. Jak ukázala havárie jaderné elektrárny Fukušima I, i při současném stavu bezpečnostních systémů a znalostí může k havárii dojít. Havárie jaderné elektrárny s tavením aktivní zóny má velice malou pravděpodobnost vzniku, ale její dopady mohou být značné z pohledu ekonomického, ekologického a především společenského. Proto je třeba materiály zkoumat i za takových podmínek, ať už pro zvyšování bezpečnosti jaderných elektráren provozovaných v současnosti, pro návrh elektráren budoucích nebo pro pokrok techniky.

V práci jsou testovány metody, které jsou perspektivní z pohledu studia vlastností a chování materiálů i během těžké jaderné havárie. Pro jejich aplikaci v této oblasti je však nejprve nutné ověřit jejich spolehlivost na neaktivních látkách.

1.2 Cíle disertační práce

Práce si klade tři hlavní cíle. Prvním je návrh a otestování metody pro měření hustoty směsí oxidů v kapalně fázi při vysoké teplotě (vyšší než 2000 °C), druhým hlavním cílem je ověření použitelnosti vyhodnocování solidifikačních křivek pro stanovení teploty likvidu těchto směsí. Třetím hlavním záměrem práce je určení hustoty tepelného toku z taveniny na bázi oxidů stěnou kalorimetru.

Dále práce zahrnuje několik dílčích cílů. Prvním z nich je stanovení přibližného výkonu dodaného tavenině a potřebného pro úspěšné provedení experimentu. Druhým dílčím cílem je tvorba matematického modelu pro řešení elektromagnetického pole při indukčním tavení oxidů ve studeném kelímku, který bude využit pro návrh uspořádání experimentu. Do třetice se práce zaměřuje na ověření platnosti závislosti tloušťky skull vrstvy na teplotě taveniny.

2

Aktuální stav problematiky

Získání informací o fyzikálních vlastnostech materiálů a jejich chování při vysokých teplotách přináší problém ve volbě vhodné metody a materiálů, které jsou pro realizaci metody použitelné. V této kapitole jsou popsány konvenční metody měření hustoty materiálů v kapalně fázi a určování teploty likvidu. U metod jsou uvedeny jejich výhody a nevýhody.

2.1 Měření hustoty

Při popisu jednotlivých metod měření hustoty látek je nutné přihlídnout ke skupenství daného materiálu při teplotě, pro niž je hustota určována. V této části jsou popsány základní metody stanovování hustoty materiálů v kapalně fázi.

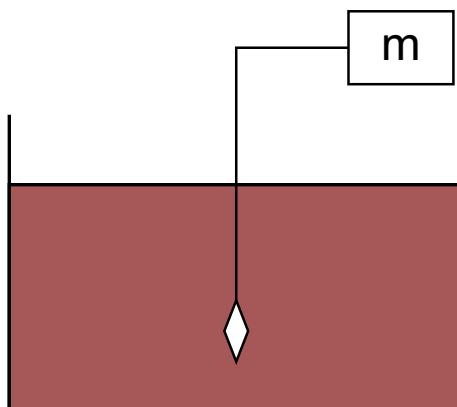
2.1.1 Hydrostatická metoda

Metoda spočívá ve dvojnásobném vážení platinového dvojkužele (v zahraniční literatuře je zmiňována i platinová koule) na vzduchu a v měřené kapalině [2]. Tvar dvojkužele se volí proto, aby případné bubliny unikly po jeho povrchu z taveniny a neovlivňovaly přesnost měření. Při definovaném objemu dvojkužele a známé objemové roztažnosti platiny lze z rozdílu hmotností stanovit hustotu taveniny. Schématicky je metoda znázorněna na Obr. 2.1.

Měření ovlivňuje povrchové napětí taveniny, jelikož dvojkužel je zavěšen na PtRh drátku. Tento vliv je možné eliminovat provedením vážení s menším a větším závažím, aby se indikátor vah ustálil v prvním případě vlevo od nuly, a ve druhém napravo od nuly. Pro první případ platí

$$m_k = m_{z1} + m_\varsigma, \quad (2.1)$$

kde m_k je hmotnost dvojkužele v kapalině, m_{z1} reprezentuje hmotnost závaží a m_ς zohledňuje vliv povrchového napětí.



Obr. 2.1: Schématické znázornění hydrostatické metody měření hustoty materiálu v kapalně fázi. Dvojkůžel zavěšený na PtRh drátku připojeném k analytickým vahám.

Pro druhý případ lze napsat

$$m_k + m_\zeta = m_{z2}, \quad (2.2)$$

kde m_{z2} je hmotnost závaží při druhém vážení.

Výslednou hmotnost platinového dvojkůželu bez vlivu povrchového napětí působícího na závěs lze vyjádřit ve tvaru

$$m_k = \frac{m_{z1} + m_{z2}}{2}. \quad (2.3)$$

Hustota taveniny

$$\rho = \frac{m_v - m_k}{V_t}, \quad (2.4)$$

kde m_v je hmotnost dvojkůžele ve vzduchu a V_t označuje jeho objem při teplotě měřené kapaliny [3].

Tato metoda je poměrně jednoduchá na praktické provedení, nicméně pro měření hustoty zamýšlených materiálů nepoužitelná hned ze dvou důvodů. Prvním důvodem je nízká teplota tání platiny, případně rhodia, která je 1769°C v případě platiny a 1960°C pro rhodium [4]. Teploty, při nichž má být měření provedeno, jsou výrazně vyšší než teplota tání obou zmiňovaných kovů. Při použití kovu s vyšší teplotou tání, například wolframu, by byl problém s oxidací kovu v tavenině, ke které dochází přibližně od 400°C [5]. Druhým důvodem je výrazné víření taveniny popsané v části 3.1.5, které by výrazně ovlivnilo výsledky.

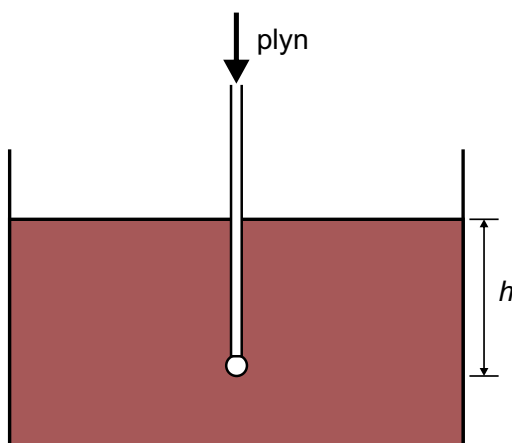
2.1.2 Metoda maximálního tlaku bubliny

Tato metoda využívá k určení hustoty kapaliny měření hydrostatického tlaku. Princip metody je schematicky naznačen na Obr. 2.2.

Do kapaliny je ponořena kapilára, kterou je do ní zaváděn plyn. Na konci kapiláry se vytváří bublina [6]. Maximální tlak k vytvoření bubliny lze vyjádřit

$$p = \rho gh + \frac{2\sigma}{r}, \quad (2.5)$$

kde p je tlak, ρ hustota, g gravitační zrychlení, h hloubka, v níž se bublina vytváří, σ povrchové napětí kapaliny a r poloměr bubliny.



Obr. 2.2: Schématické znázornění metody maximálního tlaku bubliny pro měření hustoty materiálu v kapalné fázi. Kapilára ponořená do kapaliny a bublina vytvořená plynem vháněným do kapiláry. Bublina je vytvořena v hloubce h .

První člen pravé strany rovnice (2.5) reprezentuje hydrostatický tlak a její druhý člen tlak způsobený povrchovým napětím bubliny. Člen obsahující tlak způsobený povrchovým napětím bubliny, pro jehož stanovení je nutná znalost obvykle neznámých parametrů σ a r , je možné odstranit měřením v různých hloubkách kapaliny za předpokladu, že oba parametry jsou nezávislé na hloubce.

Následně lze hustotu kapaliny získat z

$$\rho = \frac{p_1 - p_2}{g(h_1 - h_2)}, \quad (2.6)$$

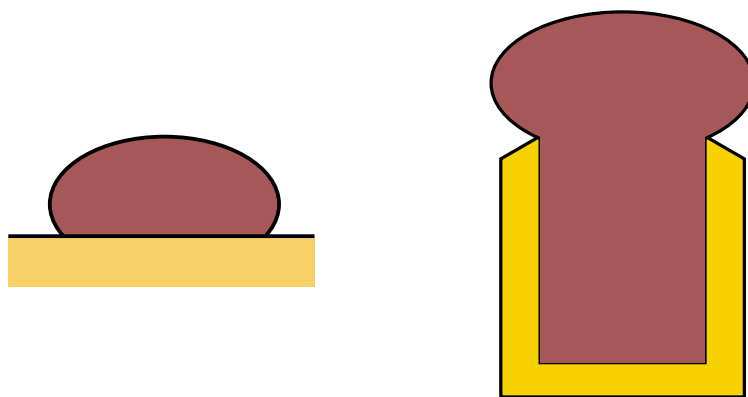
kde $(p_1 - p_2)$ je rozdíl tlaků k vytvoření bubliny v různých hloubkách a $(h_1 - h_2)$ rozdíl hloubek, v nichž byla bublina vytvořena.

V případě této metody je nutné brát v úvahu teplotní roztažnost kapiláry, která bude ovlivňovat hloubku, v níž bude tlak potřebný k vytvoření bubliny měřen. V případě měření materiálů při vysokých teplotách je i u této metody problém ve volbě materiálů, konkrétně materiálu kapiláry. Rovněž volba nádoby, ve které se roztavený materiál nachází, je komplikovaná. Při použití indukčního tavení ve studeném kelímku bude měření ovlivněno intenzivním mícháním taveniny, což způsobí nepřijatelnou chybu. Volba jiné nádoby naráží na stejný problém jako volba materiálu kapiláry.

2.1.3 Metoda přisedlé kapky

Metodu přisedlé kapky lze v literatuře nalézt ve dvou provedeních – bez kelímku a s kelímkem. V prvním případě se vzorek měřeného materiálu o definované hmotnosti umístí na podložku a následně je roztaven. Jeho objem při určité teplotě se poté počítá ze zaznamenaného tvaru vytvořené kapky [6]. Průřez kapkou a podložkou při použití metody bez kelímku je vyobrazen na Obr. 2.3 vlevo.

Varianta s kelímkem je totožná, s tím rozdílem, že se vzorek nenachází na podložce, ale v kelímku. V tomto případě musí být zajištěno, aby byl kelímek maximálně naplněn a vytvořila se nad ním kapka z měřeného materiálu, jak je naznačeno na Obr. 2.3 vpravo.



Obr. 2.3: Schématické znázornění metody přisedlé kapky pro měření hustoty materiálu v kapalném stavu. Vlevo – kapka z roztaveného zkoumaného materiálu na podložce, vpravo – kapka vytvořená nad kelímkem z roztaveného zkoumaného materiálu.

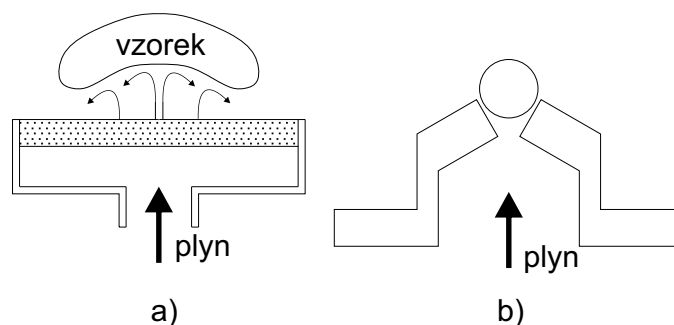
Komplikace při použití obou variant může způsobovat předpokládaná geometrická symetrie kapky, která nemusí být při měření zcela zachována. Další obtíží této metody je volba materiálů podložky, případně kelímku. Tento problém odstraňují metody levitační.

2.1.4 Levitační metody

Jedná se o nejpoužívanější metody stanovování hustoty materiálů při vysokých teplotách v kapalném stavu. Jednotlivé metody se liší v technických detailech a způsobu dosažení levitace měřeného vzorku, ale princip je pro všechny metody stejný. Roztavený vzorek měřeného materiálu levituje a jeho tvar je zaznamenáván vizuálním systémem. Hustota je počítána ze známé hmotnosti vzorku a z jeho objemu získaného analýzou záznamu jeho tvaru. Metodami levitace mohou být elektrostatická, magnetická, elektromagnetická, aerodynamická nebo levitace na vrstvě plynu.

Elektrostatická levitace využívá k překonání gravitace Coulombovu sílu působící mezi nabitým vzorkem a paralelními elektrodami. Magnetická levitace využívá magnetických vlastností vzorku, konkrétně jeho magnetizace. To může způsobovat komplikace při vysokých teplotách, kdy může docházet ke změně magnetických vlast-

ností materiálu vzorku. Při elektromagnetické levitaci je vzorek levitován vysokofrekvenčním elektromagnetickým polem. Vířivé proudy vznikající ve vzorku interagují s elektromagnetickým polem, přičemž dochází ke vzniku Lorenzovy síly, kterou je vzorek nadnášen. Aerodynamická levitace používá proud inertního plynu ke vznosu vzorku. Levitace na vrstvě plynu využívá téhož s tím rozdílem, že plyn je protlačován porézní membránou umístěnou pod vzorkem a vytvoří tak plynový polštář, na kterém se vzorek vznáší. Rozdíl mezi levitačními metodami využívajícími proud plynu je patrný z Obr. 2.4, který schématicky znázorňuje obě možnosti dosažení levitace [7]. Na Obr. 2.4 a) je vyobrazen způsob levitace na vrstvě plynu, na Obr. 2.4 b) pak princip aerodynamické levitace. Způsoby roztavení vzorku mohou být různé, např. indukční ohřev nebo ohřev pomocí laserového paprsku.



Obr. 2.4: Schématické znázornění dvou nejpoužívanějších metod pro levitaci roztavených oxidů. a) – levitace na vrstvě plynu, roztavený vzorek levituje na plynovém polštáři vytvořeném z plynu protlačeného porézní membránou; b) – aerodynamická levitace – vzorek levitující v proudě plynu.

Jak bylo zmíněno výše, levitační metody odstraňují problémy s volbou materiálu, protože vzorek nepřichází do kontaktu s konstrukčními materiály. Tyto metody jsou v dnešní době značně využívány pro studium fyzikálních vlastností materiálů; mimo hustotu jde analýzou geometrie vzorku měřit i povrchové napětí nebo viskozitu. Nevýhodou zmíněných metod je závislost na tvarové stálosti vzorku – nastane-li změna chování materiálu a začne-li docházet k rychlým změnám tvaru vzorku během měření, nelze tyto metody použít.

2.2 Měření teploty likvidu

Pro určování teploty likvidu používám vyhodnocování ochlazovacích křivek, princip této metody je popsán v části 4.1.1. Níže jsou stručně vysvětleny další metody vhodné pro tento účel.

K výzkumu některých fyzikálních a chemických vlastností v závislosti na teplotě lze využít techniky takzvané termické analýzy. Mezi tyto techniky patří termogravimetrie (TG), diferenční termická analýza (DTA) a diferenční skenovací kalorimetrie (DSC). Dalšími metodami spadajícími do termické analýzy jsou např. dilatometrie a termomechanická analýza. Posledními dvěma jmenovanými lze studovat součinitel délkové roztažnosti, resp. součinitel objemové roztažnosti, v závislosti na teplotě,

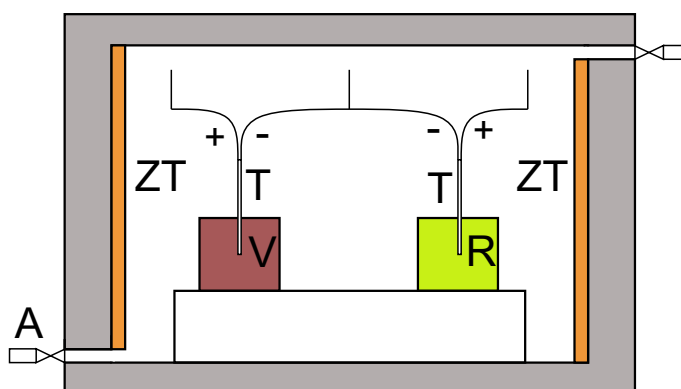
proto jim nebude v této části věnován prostor. Metody TG, DTA, DSC nebo jejich kombinace jsou využívány k měření entalpie, tepelné kapacity nebo určování fázových diagramů [8], [9], [10], [11].

2.2.1 Termogravimetrie (TG)

Termogravimetrie je metodou termické analýzy, při níž je konstantní rychlostí měněna teplota vzorku za současného precizního měření jeho hmotnosti. Změna hmotnosti indikuje chemickou reakci probíhající ve vzorku při dané teplotě [8]. Touto metodou nelze měřit teplotu likvidu látky, ale většinou se používá v kombinaci s metodami DTA nebo DSC pro komplexnější popis chování vzorku v závislosti na teplotě.

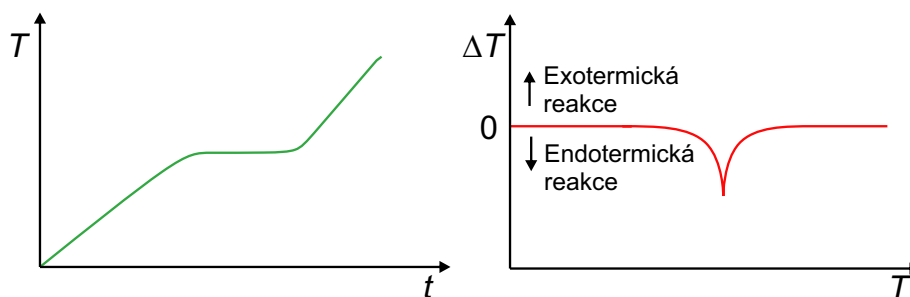
2.2.2 Diferenční termická analýza (DTA)

Při tomto druhu analýzy jsou porovnávány teploty vzorku a referenčního materiálu při změně teploty. Tyto teploty by se měly rovnat do okamžiku, při němž dojde k termodynamickému ději uvnitř vzorku. Dějem může být změna krystalické struktury, změna fáze nebo chemická reakce [11]. Proto je DTA vhodná pro měření teploty likvidu, i solidu a dalších změn v látce projevujících se tepelnými změnami. Schématický náčrt zařízení pro DTA je znázorněn na Obr. 2.5. Vzorek (V) je zahříván stejnou rychlostí jako referenční materiál (R) za stálého měření teploty termočlánky (T) a zaznamenávání rozdílu teplot ΔT . Celý proces probíhá v peci se zdrojem tepla (ZT) za nepřetržitého průtoku plynu (A). Plyn může vytvářet inertní atmosféru, ale nemusí.



Obr. 2.5: Schématické znázornění DTA.

Výhodou této metody, oproti například vyhodnocování ohřívacích nebo ochlazovacích křivek, je poměrně snadno identifikovatelný záznam změny na průběhu rozdílu teplot ΔT v závislosti na teplotě T . Rozdíl je vidět na Obr. 2.6, kde je patrné, že změna se projeví výrazněji při použití DTA než při vyhodnocování ohřívací křivky. Na průběhu z DTA jsou zřetelněji rozeznatelné změny než na ohřívací křivce, kde v reálném případě může změna poměrně snadno zaniknout v různých zvláště křivky způsobených jinými jevy než studovanými.

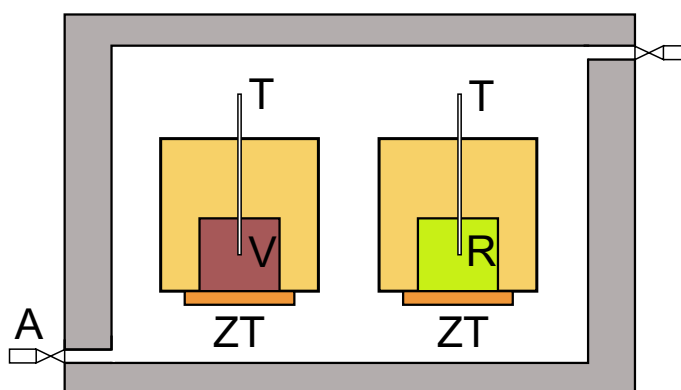


Obr. 2.6: Rozdíl mezi průběhem ohřívací křivky (vlevo) a záznamem z DTA (vpravo).

DTA je převážně metodou kvalitativní. Lze tedy stanovit teplotu, při níž ke změně dochází, ale informace například o velikosti entalpie spotřebované nebo uvolněné během změny chybí. Rovněž může být problém, že dochází-li k více změnám současně, mohou tyto změny splynout, případně jinak znemožnit korektní vyhodnocení měření.

2.2.3 Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

Diferenční skenovací kalorimetrie je metoda podobná DTA, ovšem na rozdíl od ní lze touto metodou kvantifikovat entalpii, jež se uvolňuje během změny nebo již je nutné materiálu dodat, aby ke změně došlo.



Obr. 2.7: Schématické znázornění DSC.

I v případě DSC dochází ke konstantnímu ohřívání vzorku a referenčního materiálu za stálého měření teploty. Vzorek i referenční materiál má vlastní zdroj tepla. Regulátor řídí zdroje tepla tak, aby vzorek a referenční materiál měly po celou dobu analýzy shodnou teplotu. Pokud ve vzorku dojde k chemické nebo fyzikální změně uvolňující nebo vyžadující energii, musí být snížen nebo zvýšen výkon zdroje tepla. Změna výkonu zdroje tepla je zaznamenávána, a proto je možné stanovit množství energie potřebné nebo uvolněné během děje v závislosti na teplotě [10]. Princip DSC je schématicky naznačen na Obr. 2.7. Vzorek (V) a referenční materiál (R) jsou zahřívány stejnou rychlostí, každý vlastním zdrojem tepla (ZT), za stálého měření

teploty termočlánky (T). Celý proces probíhá za nepřetržitého průtoku plynu (A). Plyn může vytvářet inertní atmosféru, ale nemusí.

3

Indukční tavení oxidů ve studeném kelímku

Indukční tavení oxidů ve studeném kelímku je technologický proces využívaný k tavení materiálů s vysokou teplotou tání. Charakteristickým rysem je chlazený kelímek, kterým je odváděn tepelný výkon z taveniny. Na rozhraní mezi kelímkem a taveninou je tvořena tenká vrstva, která je v pevné fázi, a izoluje tak taveninu od kelímku. Tím chrání kelímek před tepelným namáháním a taveninu před znečištěním materiálem kelímku. Z toho důvodu je možné touto technologií dosáhnout vysoké čistoty produktu tavení [12]. Tenká vrstva na rozhraní mezi taveninou a studeným kelímkem je označována jako skull vrstva.

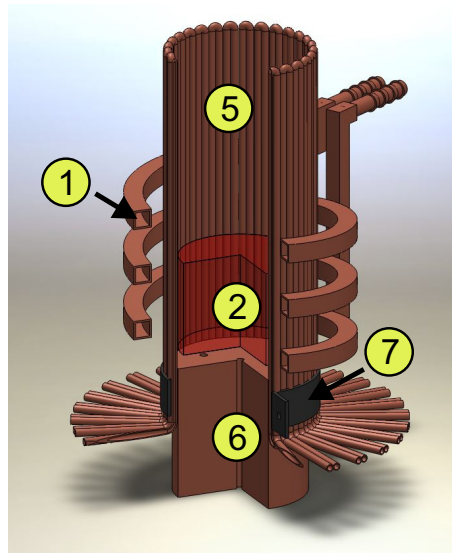
Studený kelímek existuje v různých provedeních. Tato práce se zabývá pouze indukčním tavením ve studeném kelímku segmentovém, jehož geometrické uspořádání je vyobrazeno na Obr. 3.1. Ten sestává ze segmentů, dna a objímky. Segmenty studeného kelímku jsou trubice protékané chladicím médiem, v uvažovaném případě vodou. Studený kelímek lze provozovat v provedení se dnem chlazeným vodou přímo, nebo pomocí odvádění tepla přes segmenty studeného kelímku. Ve všech experimentech popisovaných v této práci bylo využito druhé varianty, vzhledem k tomu, že průměr studeného kelímku nebyl v žádném z experimentů tak velký, aby bylo nutné dno chladit přímo.

Používaný indukční systém zahrnuje i pracovní komoru s polohovacím zařízením umožňujícím změnu polohy kelímku vůči induktoru, chladicí systém a systém sběru dat. Na Obr. 3.2 je vyobrazeno schématické uspořádání indukčního systému a na Obr. 3.7 fotografie pracovní komory před experimentem.

Na schématickém uspořádání indukčního systému na Obr. 3.2 je vidět instrumentace termistory a průtokoměry na všech větvích chladicího systému, lze tedy kalorimetricky měřit odváděný tepelný výkon dle

$$P_i = c_p \dot{m} \Delta T, \quad (3.1)$$

kde P_i je tepelný výkon odváděný vodou v i -té chladicí větvi, c_p měrná tepelná



Obr. 3.1: Indukční pec se segmentovým studeným kelímkem (5) včetně induktoru (1), dna (6), vsázky (2) a objímky (7).

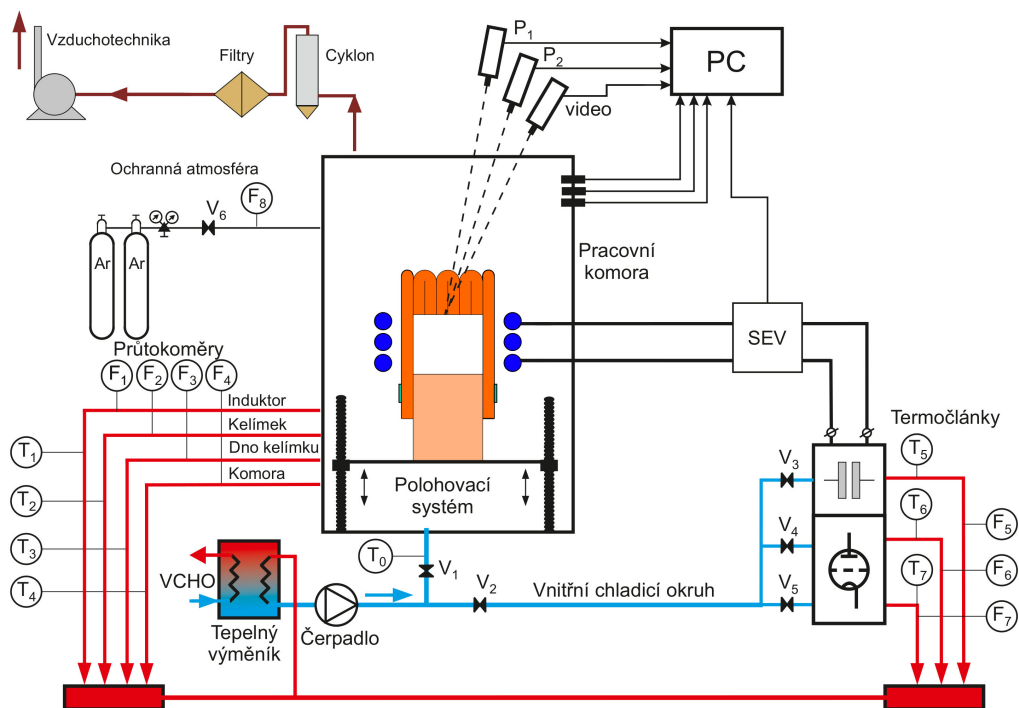
kapacita při konstantním tlaku, \dot{m} hmotnostní průtok média a ΔT rozdíl teplot na vstupu a výstupu chladicí větve.

3.1 Proces indukčního tavení ve studeném kelímku

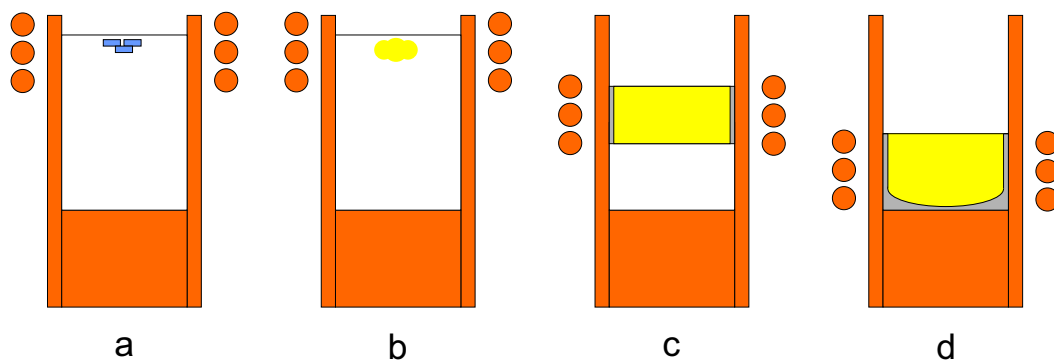
Indukční tavení oxidů ve studeném kelímku lze použít v různých modifikacích a v různých režimech k různým účelům, např. k růstu krystalů nebo odlévání taveniny. Pro účely této práce je uvažován proces, při němž je roztaven vstupní materiál, tavenina je homogenizována a následně dochází k ustálení veličin popisujících tepelné chování na stanovené hodnotě.

Tento proces lze rozdělit na 4 fáze – startovací fázi, formování taveniny, její homogenizaci a stabilizaci. Schématicky je průběh experimentu, při němž je tavenina formována změnou vzájemné polohy studeného kelímku a induktoru, znázorněn na Obr. 3.3.

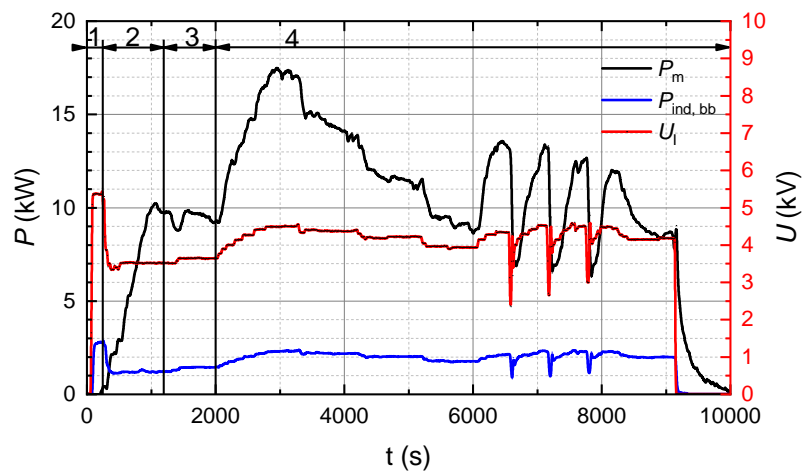
Na Obr. 3.4 a Obr. 3.5 jsou vyobrazeny ukázkové průběhy výkonu v tavenině, ztrát v induktoru, napětí na induktoru a teploty během experimentu, konkrétně experimentu I10. V průbězích jsou označeny i jednotlivé fáze, první tři souhlasí s výše uvedeným popisem, poslední fáze je označena jako samotné měření. Důvodem je, že cílem konkrétního experimentu bylo měření hustoty při teplotách od 2400 °C do 2100 °C a následné stanovení teploty likvidu dané směsi. Fáze stabilizace probíhala před každým měřením.



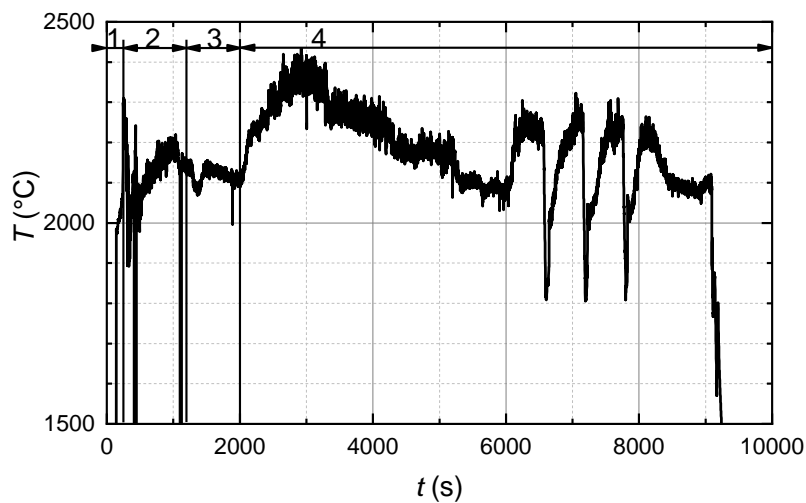
Obr. 3.2: Schématické uspořádání indukční pece se studeným kelímkem. T_0 – T_7 – termočlánky, F_1 – F_8 – průtokoměry, V_1 – V_6 – ventily, VCHO – vnější chladicí okruh, P_1 – P_2 – pyrometry, SEV – senzory elektrických veličin, PC – počítač.



Obr. 3.3: Vývoj objemu roztaveného materiálu ve studeném kelímku. a – startovací materiál uložený ve směsi; b – roztavené množství oxidu dostatečné k přímému indukčnímu ohřevu; c – tavenina během formování; d – zformovaná tavenina



Obr. 3.4: Průběh výkonu v tavenině P_m , ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a napětí na induktoru během experimentu včetně označení fází procesu. 1 – startovací fáze, 2 – formování taveniny, 3 – homogenizace taveniny, 4 – samotné měření.



Obr. 3.5: Průběh teploty T měřené pyrometrem na hladině taveniny během experimentu včetně označení fází procesu. 1 – startovací fáze, 2 – formování taveniny, 3 – homogenizace taveniny, 4 – samotné měření.

3.1.1 Příprava studeného kelímku na experiment

Po každém experimentu je nutné studený kelímek rozebrat, vyčistit a zkontrolovat případná poškození. Fotografie na Obr. 3.6 zachycuje rozebraný, vyčištěný studený kelímek používaný pro experimenty I13–I16. Pro experimenty I01–I12 byl používán studený kelímek identický, ale po 12 experimentech na něm již byly patrné známky opotřebení, proto byl nahrazen kelímkem novým.



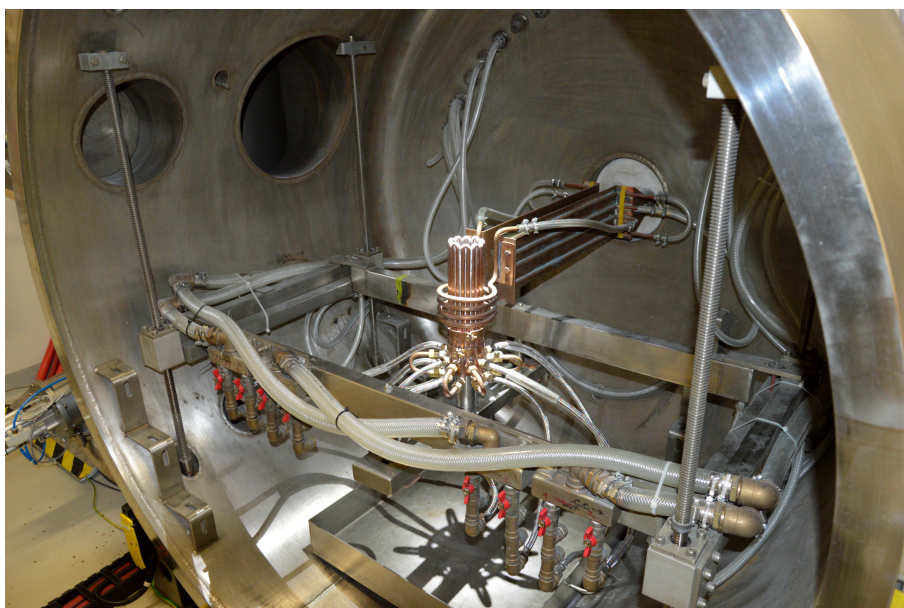
Obr. 3.6: Rozebraný studený kelímek před sestavením pro experiment.

Sestavený studený kelímek připojený k chladicímu systému před experimentem je na Obr. 3.7.

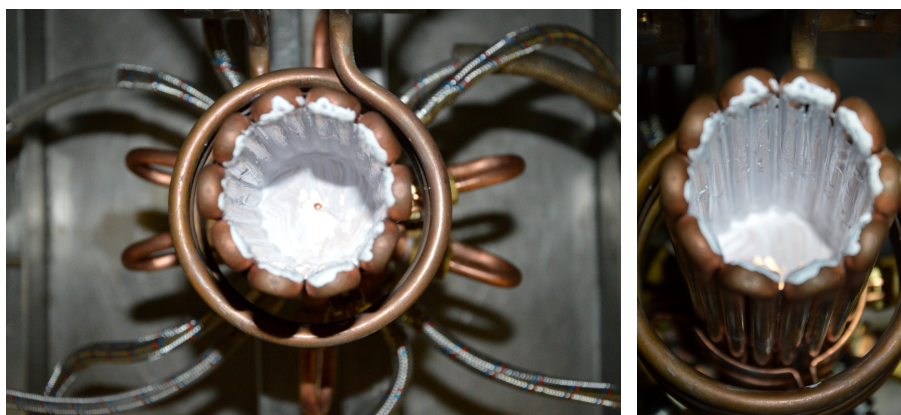
Před plněním studeného kelímku je nutné ho vymazat, aby nedošlo k úniku vsázky z kelímku během plnění a v prvních fázích experimentu. To se provádí nanášením vhodného oxidu ve formě pasty na vnitřní, popřípadě vnější, stranu stěny kelímku. Pasta je vytvořena smícháním práškového oxidu s vodou. Fotografie takto vymazaného kelímku jsou pro ilustraci uvedeny na Obr. 3.8. Vhodný oxid a způsob vymazání musí být volen s ohledem na chování materiálu samotného, velikost jeho částic v prášku a další vlastnosti, neboť některé varianty mohou být hygroskopické. Rovněž musí být přihlíženo ke složení tavené směsi, aby nedošlo ke kontaminaci taveniny. Pokud se žádný materiál obsažený v tavené směsi nejeví jako vhodný, lze použít materiál jiný, ale je žádoucí vymazat studený kelímek z vnější strany jeho stěny.

Tento krok se běžně provádí až po otestování indukčního systému bez taveniny, popsaného v části 3.1.2, a následuje až po dokončení úkonů popsaných v části 3.1.2. Patří ale k přípravě studeného kelímku na experiment, z toho důvodu byl ponechán v této sekci.

Pro experimenty I01–I16 byl pro vymazání studeného kelímku použit Al_2O_3 .



Obr. 3.7: Pohled do pracovní komory před experimentem.

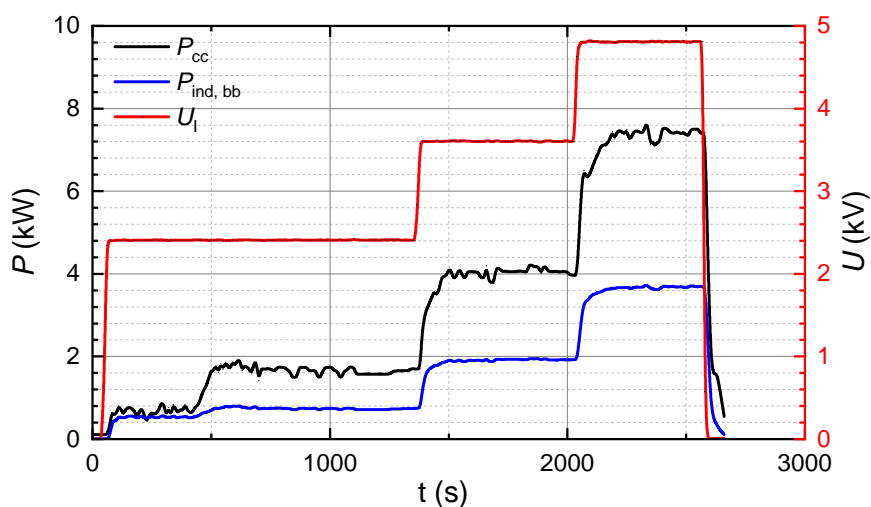


Obr. 3.8: Studený kelímek po vymazání směsí Al_2O_3 a vody.

3.1.2 Test indukčního systému bez taveniny

Tato část je prováděna před každým experimentem a má dva hlavní cíle – ověřit funkčnost indukčního systému a stanovit elektrický odpor prázdného studeného kelímku převedený na stranu induktoru. První důvod má čistě bezpečnostní charakter, při experimentech se pracuje s vysokým napětím a vysokými teplotami, proto je vhodné vyzkoušet systém bez taveniny a odhalit tak případné netěsnosti chladicího systému nebo jiné problémy bez přítomnosti taveniny s vysokou teplotou. Druhý motiv má základ ve snaze stanovit výkon generovaný v tavenině a odlišit tak Jouleovy ztráty vznikající v měděných komponentech studeného kelímku a v tavenině. Toto detailněji popisují v 3.1.7.

Ilustrativní průběh ztrát v induktoru $P_{\text{ind,cc}}$, studeném kelímku P_{cc} a napětí na induktoru U_I během měření s prázdným studeným kelímkem je vyobrazen na Obr. 3.9.



Obr. 3.9: Průběh ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$, studeném kelímku P_{cc} a napětí na induktoru U_I během měření s prázdným studeným kelímkem před experimentem I13.

3.1.3 Startovací fáze

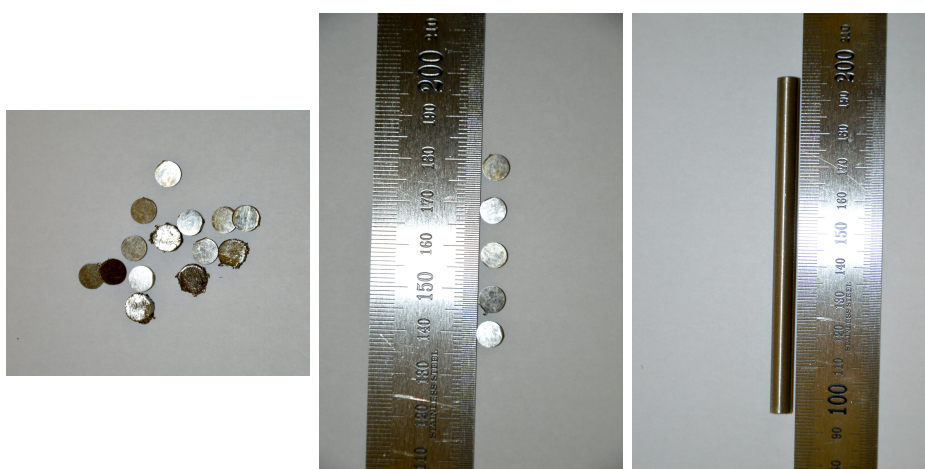
Oxidy elektropozitivních prvků jsou v pevné fázi elektricky nevodivé [13]. Jedná se o iontové krystaly, jejichž základem je všesměrová iontová vazba [14]. Krystaly tohoto typu jsou charakteristické tím, že za pokojové teploty neobsahují prakticky žádné volné elektrony a nositeli elektrického náboje jsou jen ionty [15]. Převažuje u nich tedy iontová elektrická vodivost. Ionty jsou ovšem za pokojové teploty pevně umístěny v uzlových polohách krystalu a jejich pohyblivost je limitovaná. Při vyšších teplotách je difúze iontů rychlejší, proto u iontových krystalů s rostoucí teplotou elektrická vodivost roste.

Startovací fáze je proto velmi důležitou částí procesu indukčního tavení elektricky nevodivých materiálů, ve které dochází ke změně stavu směsi oxidů, v důsledku čehož

se její elektrická vodivost zvyšuje. K realizaci startovací fáze lze využít ohřevu pomocí elektrického oblouku, plynového hořáku, přenosu tepla z kovového či grafitového prstence ohřátého indukčně nebo odporově, případně tepla spalování kovu, jehož oxid je složkou taveniny. Tato reakce je exotermická [16]. Ve všech experimentech, které jsou prezentované v této práci, byla využita poslední zmiňovaná možnost.

Tato část procesu tavení je na Obr. 3.4 a Obr. 3.5 označena číslem 1. Z Obr. 3.4 je patrné, že v této fázi je induktorové napětí U_I vysoké, aby byla doba pro získání počátečního objemu roztaveného oxidu v okolí startovacího materiálu krátká. Velikost tepelného výkonu odváděného kelímkem je v této fázi nízká, vzhledem ke značnému množství práškové směsi izolující taveninu od stěny kelímku.

Startovací materiál, konkrétně zirkonium používané v experimentech I01–I16, je vidět na fotografii na Obr. 3.10. Po naplnění studeného kelímku požadovaným množstvím směsi je vložen startovací materiál (Obr. 3.11 vlevo) a pro snížení tepelných ztrát je překryt malým množstvím směsi (Obr. 3.11 vpravo).



Obr. 3.10: Fotografie startovacího materiálu před experimentem. V tomto případě se jedná o Zr.



Obr. 3.11: Startovací materiál umístěný ve studeném kelímku (vlevo) a překrytý vrstvou práškové směsi (vpravo).

Startovací fáze využívající energie uvolněné při oxidační reakci kovu musí být před realizací pečlivě navržena na základě chemických a fyzikálních vlastností daných materiálů.

Důležitým parametrem při navrhování startovací fáze je reakční entalpie, což je energie uvolněná oxidací jednoho molu dané látky při teplotě za níž k reakci dochází.

Vzhledem k tomu, že v experimentech I01–I16 byly taveny směsi obsahující Al_2O_3 a ZrO_2 v různých poměrech, přichází v úvahu použití kovového Al nebo Zr, neboť oba mají afinitu ke kyslíku – elektronegativita Al je rovna 1,5, v případě Zr 1,4, přičemž elektronegativita O je 3,4.

V práci jsem pro přehlednost zvolil označení jednotlivých směsí Al_2O_3 a ZrO_2 . Označení všech používaných směsí spolu s jejich hmotnostními a molárními poměry je uvedeno v Tab. 3.1.

Tab. 3.1: Označení používaných směsí a jejich hmotnostní a molární zlomky.

Označení směsi	Hmotnostní zlomky (hm.%)	Molární zlomky (%)
Z50	50 hm.% ZrO_2 + 50 hm.% Al_2O_3	45,3 % ZrO_2 + 54,7 % Al_2O_3
Z60	60 hm.% ZrO_2 + 40 hm.% Al_2O_3	55,4 % ZrO_2 + 44,6 % Al_2O_3
Z80	80 hm.% ZrO_2 + 20 hm.% Al_2O_3	76,8 % ZrO_2 + 23,2 % Al_2O_3

Na Obr. 3.13 je vyobrazen fázový diagram systému Al + O. Z důvodu omezeného přístupu kyslíku ke startovacímu materiálu se pohybuje poměr Al a O při startovací fázi na levé části fázového diagramu (odhaduji v rozmezí 0,1 až 0,3 O/(Al + O)). Z fázového diagramu je vidět, že až do teploty 900 K se nachází sloučenina ve strukturách FCC(1) (face-centered cubic, odpovídá Al [17]) + RHO (rhombohedral, odpovídá Al_2O_3 v modifikaci α [18]) [19]. Dále je patrné, že mezi teplotami 900 K a 2100 K se nachází materiál pouze se strukturou RHO, jedná se tedy o Al_2O_3 , ale v pevné fázi.

Z výše uvedeného vyplývá, že při přístupu kyslíku začne Al oxidovat už při nízkých teplotách, což vede k tomu, že se na jeho povrchu vytvoří vrstva Al_2O_3 a ta omezí další oxidaci kovu. Dojde k tzv. pasivaci. K tomu by mělo být přihlédnuto při návrhu startovací fáze, neboť nedojde-li k dostatečně rychlému startu, některé kusy startovacího materiálu se pasivují. Pokud by se v takovém případě povedlo proces nastartovat, mohly by se tyto pasivované kusy nacházet v tavenině. Teplota taveniny, kterou tvoří směs Al_2O_3 a ZrO_2 , může být nižší než teplota tání čistého Al_2O_3 . Proto by v této formě mohly kusy startovacího materiálu zůstat až do roztavení vrstvy Al_2O_3 na jejich povrchu. V takovém případě by došlo k jejich oxidaci a uvolnění energie v tavenině například při zvyšování teploty taveniny během měření. Pokud by teplota likvidy dané směsi byla vyšší než teplota tání čistého Al_2O_3 , došlo by k roztavení vrstvy Al_2O_3 na povrchu dříve a tím i k uvolnění energie v tavenině. To by mohlo způsobit předčasné ukončení experimentu.

Fázový diagram systému Zr + O je vyobrazen na Obr. 3.12. Opět je nutné uvažovat omezený přístup kyslíku, proto se poměr Zr a O pohybuje na pravé části fázového diagramu (odhaduji v rozmezí 0,7 až 0,9 Zr/(Zr + O)). V této oblasti se nachází materiál ve struktuře HCP(1) (hexagonal close-packed, odpovídá Zr v modifikaci α [4]), případně přechází do BCC(2) (body-centered cubic, odpovídá Zr v modifikaci β [4]). Z toho je patrné, že v případě použití Zr s omezeným přístupem kyslíku nebude docházet k pasivaci a k oxidaci bude docházet až při teplotě vyšší než 2000 °C. Z tohoto důvodu jsem pro experimenty I01–I16 použil jako startovací materiál Zr.

Při návrhu startovací fáze je hlavním cílem stanovit množství startovacího materiálu, které uvolní energii dostatečnou k roztavení potřebného objemu směsi oxidů,

aby mohl dále probíhat proces tavení indukčně. V případě použití Zr jako startovacího materiálu lze psát



kde q_r je energie uvolněná při reakci, která odpovídá reakční entalpii.

$$Q_{\text{st}} = \frac{\Delta_f H_T^0 m_{\text{Zr}}}{M_{\text{Zr}}}, \quad (3.3)$$

kde Q_{st} je energie uvolněná oxidací Zr o hmotnosti m_{Zr} , M_{Zr} je molární hmotnost Zr a $\Delta_f H_T^0$ reakční entalpie ZrO_2 při teplotě T [22].

Energie potřebná k roztavení objemu V_{st} dostatečného pro nastartování procesu tavení lze zapsat ve formě

$$Q_{\text{st}} = ((H_{T,1} - H_{25}) + \Delta H) \frac{V_{\text{st}} \rho_o}{M_o} + P_z t, \quad (3.4)$$

kde člen $(H_{T,1} - H_{25})$ reprezentuje změnu entalpie tavené směsi mezi teplotou T , při níž je směs v kapalné fázi, a 25°C , ΔH změnu entalpie tavené směsi při změně fáze, ρ_o je hustota směsi, M_o její molární hmotnost, P_z jsou tepelné ztráty a t doba ohřevu [22].

Pro úspěšnou startovací fázi je nutné, aby se pravé strany rovnic (3.3) a (3.4) rovnaly. Jak již bylo zmíněno výše, startovací materiál je překryt vrstvou práškové směsi oxidu za účelem snížení tepelných ztrát, proto je člen reprezentující tepelné ztráty dále zanedbán. Po vyjádření potřebného množství startovacího materiálu získáme

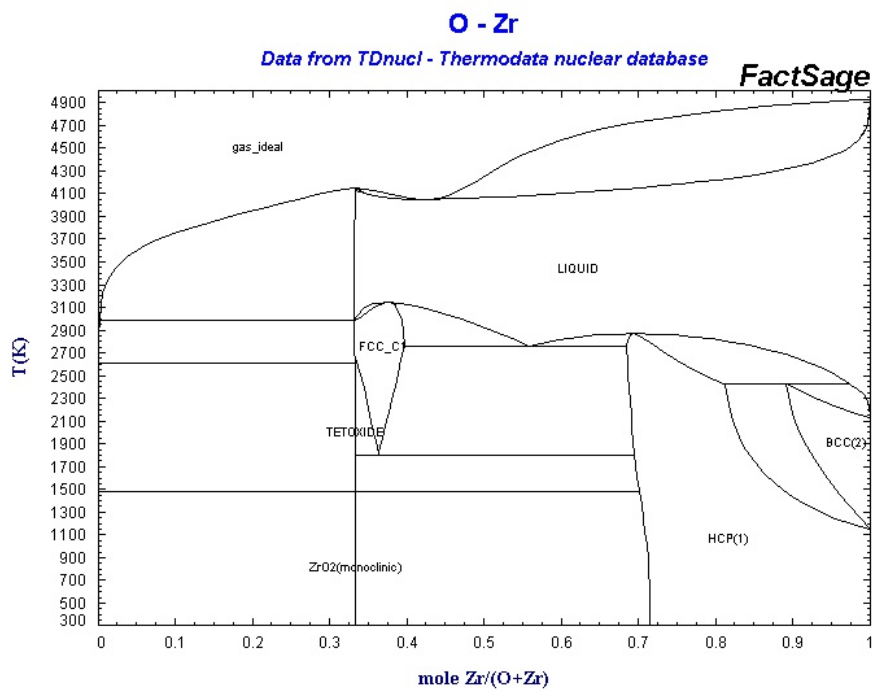
$$m_{\text{Zr}} = ((H_{T,1} - H_{25}) + \Delta H) \frac{V_{\text{st}} \rho_o}{M_o} \frac{M_{\text{Zr}}}{\Delta_f H_T^0}. \quad (3.5)$$

Výpočet ilustruji na stanovení množství startovacího materiálu pro směs Z50. Teplota likvidu této směsi odpovídá 1945°C , pro výpočet byla použita teplota 2027°C . Této teplotě odpovídají následující hodnoty potřebných parametrů.

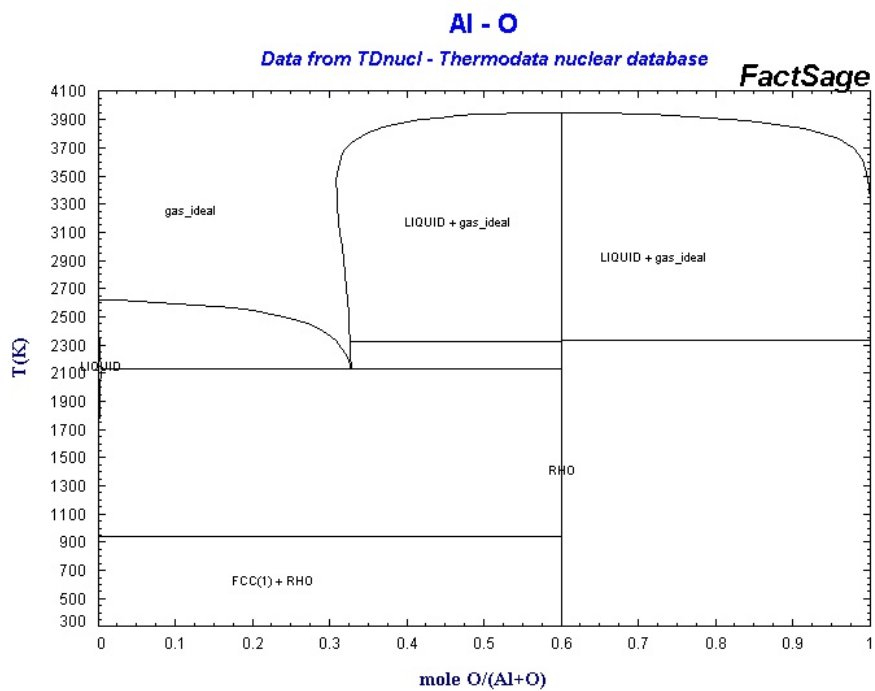
Tab. 3.2: Hodnoty použité pro stanovení množství startovacího materiálu pro směs Z50 [23], [24], [25].

Veličina	Hodnota
$(H_{2027,1} - H_{25})_{\text{ZrO}_2}$	160,873 kJ/mol
$(H_{2027,1} - H_{25})_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	251,013 kJ/mol
ΔH_{ZrO_2}	87,027 kJ/mol
$\Delta H_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	111,086 kJ/mol
$\Delta_f H_{2027}^0$ pro oxidaci Zr	1101,717 kJ/mol
M_{Zr}	91,224 g/mol
M_{ZrO_2}	123,22 g/mol
$M_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	101,961 g/mol
ρ_o při 2027°C	3,6 g/cm ³

Minimální velikost objemu V_{st} potřebného pro nastartování procesu byla stanovena na základě podmínek uvedených v [16] na 4 cm^3 . Pro výpočet byla použita hodnota vyšší, konkrétně 6 cm^3 .



Obr. 3.12: Fázový diagram systému Zr + O [20].



Obr. 3.13: Fázový diagram systému Al + O [21].

Energii potřebnou pro ohřev 1 g ZrO_2 z $25^\circ C$ na $2027^\circ C$ a změnu jeho fáze lze vyjádřit

$$q_{ZrO_2} = \frac{((H_{2027,1} - H_0) + \Delta H)}{M_{ZrO_2}} = \frac{153,425 + 87,027}{91,224} = 1,951 \text{ kJ/g}. \quad (3.6)$$

Stejným způsobem lze totéž určit pro 1 g Al_2O_3

$$q_{Al_2O_3} = \frac{((H_{2027,1} - H_0) + \Delta H)}{M_{Al_2O_3}} = \frac{251,013 + 111,086}{101,96} = 3,551 \text{ kJ/g}. \quad (3.7)$$

Pro směs Z50 lze psát

$$0,5 \cdot q_{ZrO_2} + 0,5 \cdot q_{Al_2O_3} = 0,5 \cdot 1,951 + 0,5 \cdot 3,551 = 2,751 \text{ kJ/g}. \quad (3.8)$$

Nutno podotknout, že takto provedený výpočet pro směs je zjednodušený. Nejvýraznější zjednodušení je v použití výpočtu změny entalpie při změně fáze čistých látek a jejich následné poměrové sečtení podle zastoupení ve směsi. Totéž jsem provedl i se změnou entalpie mezi teplotou likvidu a $25^\circ C$.

Po dosažení z (3.2) do (3.5) dostáváme

$$m_{Zr} = 2,751 \cdot \frac{6 \cdot 3,6 \cdot 91,224}{1101,717} = 4,9 \text{ g}. \quad (3.9)$$

Výsledkem z (3.9) je, že pro nastartování procesu bude nutné použít 4,9 g Zr. Pro experimenty jsem použil 5 g startovacího materiálu.

3.1.4 Fáze formování taveniny

Formování taveniny navazuje na fázi startovací. Jeho cílem je vytvořit taveninu v požadovaném množství. Toho je docíleno buď přisypáváním směsi do studeného kelímku, nebo pohybem kelímku relativně vůči induktoru, případně kombinací těchto dvou možností. V této fázi je důležitá správná regulace generátoru. Na Obr. 3.4 je vyobrazen případ, kdy je formování taveniny prováděno pohybem kelímku relativně vůči induktoru. Jak je vidět z Obr. 3.4, dochází v ní k značnému nárůstu výkonu v tavenině P_m při téměř konstantním napětí induktoru U_1 . To je způsobeno zvyšováním objemu roztaveného materiálu ve studeném kelímku.

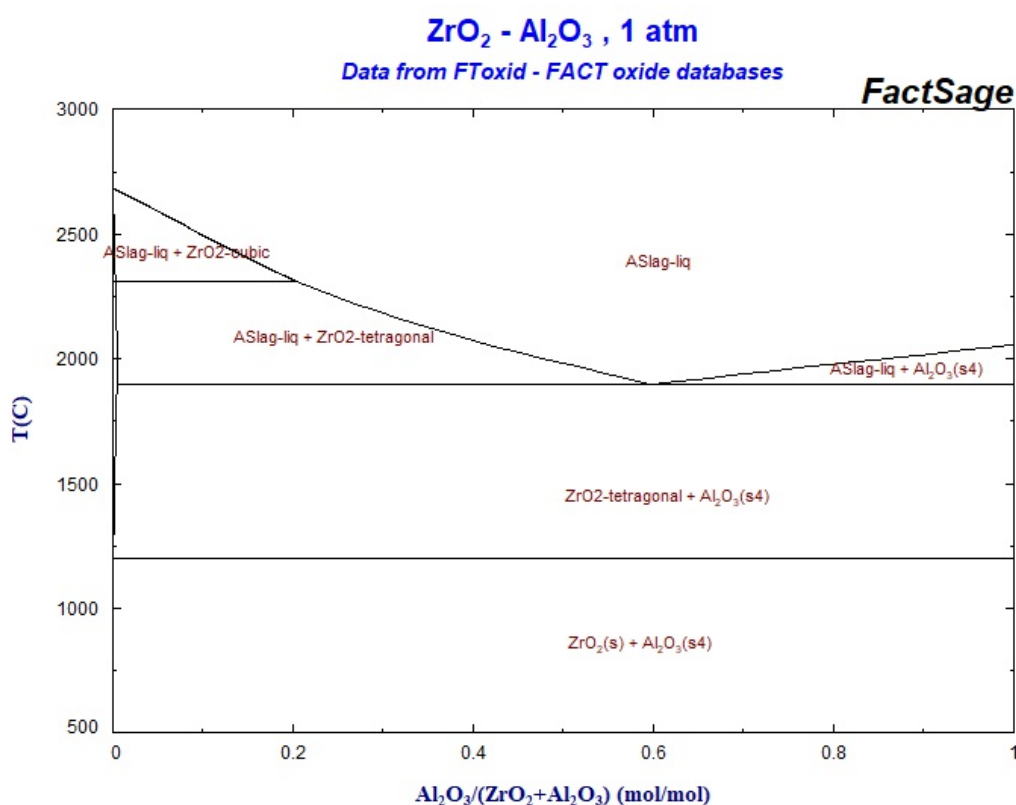
Pro úspěšné zvládnutí této fáze experimentu je nutné udržet vazbu mezi induktorem a roztaveným materiálem, což může být problematické vzhledem k výrazné redukci objemu při tavení, kdy roztavený materiál má několikanásobně vyšší hustotu než prášková směs¹. Při formování taveniny změnou polohy kelímku dochází k tomu, že materiál snižuje objem a zároveň se postupně protavuje práškovou směsí nacházející se pod ním, což vyžaduje precizní pohyb kelímkem vůči induktoru, aby byla vazba mezi nimi zachována. V opačném případě dojde k zatuhnutí již roztaveného materiálu a experiment skončí předčasně.

V experimentech I01–I16 bylo využíváno obou způsobů získání požadovaného množství taveniny. V případě směsí Z60 a Z50 je rozdíl mezi teplotou likvidu a teplotou solidu malý – podle Obr. 3.14 je to $136^\circ C$ pro směs Z60 a $52^\circ C$ pro směs Z50. To

¹Reálně u směsí Al_2O_3 a ZrO_2 je hustota přibližně 4–6x vyšší v závislosti na stlačení prášku při plnění studeného kelímku před experimentem.

v praxi znamená, že tavenina přechází do pevné fáze a naopak i při poměrně malých změnách teploty. K nim může lokálně docházet například spotřebováním části energie taveniny na změnu fáze dalšího materiálu v pevné fázi a tím i k lokálnímu poklesu teploty taveniny. Tyto změny mají výrazný vliv na chování taveniny ve studeném kelímku.

Z výše uvedeného je patrné, že existuje poměrně vysoké riziko, že dojde během formování změnou relativní polohy studeného kelímku vůči induktoru k vyprsknutí taveniny, případně jiným komplikacím. Přesto byl tento způsob v několika experimentech aplikován. V případě směsi Z80 je situace odlišná, rozdíl mezi teplotou solidu a likvidu je v tomto případě 378 °C.



Obr. 3.14: Pseudobinární fázový diagram systému ZrO₂ + Al₂O₃ [26].

3.1.5 Fáze homogenizace taveniny

Cílem této fáze je promíchání taveniny. Míchání taveniny při tavení oxidů ve studeném kelímku způsobují tři různé síly vznikající v tavenině:

- Lorenzova síla, která je výsledkem interakce vířivých proudů v tavenině s elektromagnetickým polem,
- vztlková síla, která vzniká v důsledku nerovnoměrného rozložení hustoty v objemu taveniny způsobeného teplotní závislostí hustoty,

- termokapilární konvekce v důsledku nerovnoměrného rozložení koeficientu povrchového napětí závisícího na teplotě hladiny taveniny [27].

Výsledné chování taveniny je ovlivněno všemi třemi výše uvedenými jevy. Na rozdíl od tavení kovů, při němž převažuje vliv Lorenzovy síly, může mít, v případě tavení oxidů ve studeném kelímku, větší vliv síla vztlaková [28], [29]. Proto by měly být při modelování chování taveniny zohledněny všechny tři jevy ovlivňující její proudění.

3.1.6 Fáze stabilizace

Každému úkonu, kdy je cílem měřit parametry při daných podmínkách, by měla předcházet stabilizace, aby bylo docíleno rovnovážného stavu mezi přiváděným a odváděným teplem a měření nebylo ovlivněno přechodovými ději. Ty jsou způsobeny materiálovými vlastnostmi taveniny a chováním indukčního systému. Například při zvýšení výkonu v tavenině P_m nedochází k okamžitému nárůstu teploty, nýbrž k postupnému zvyšování teploty. Rovněž při zvyšování teploty dochází ke změně tloušťky skull vrstvy [30], tím se mění objem taveniny.

3.1.7 Stanovení velikosti výkonu v tavenině

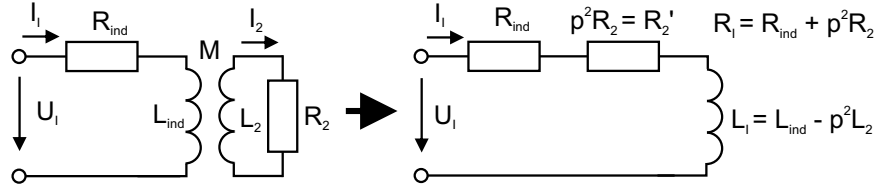
Problém stanovení velikosti výkonu v tavenině spočívá v tom, že tepelný výkon odváděný studeným kelímkem zahrnuje teplo odváděné z taveniny a zároveň Jouleovy ztráty vznikající přímo v měděných komponentech studeného kelímku. Snahou je tyto složky oddělit.

Zjednodušený výpočet pro stanovení velikosti výkonu v tavenině vychází ze tří předpokladů:

- při ustáleném stavu procesu je systém v rovnováze, výkon dodávaný tavenině tedy kompenzuje teplo odváděné studeným kelímkem a ztráty sáláním z hladiny taveniny,
- použití (3.1) pro stanovení ztrát v induktoru a tepelných výkonů odváděných studeným kelímkem,
- převedení sekundárního indukčně vázaného obvodu na primární stranu (Obr. 3.15).

Na Obr. 3.15 je vyobrazeno schéma indukčního systému induktor–vsázka [31]. Primární obvod induktoru sestává z ideální cívky s indukčností L_{ind} a ideálního rezistoru s elektrickým odporem R_{ind} . S primárním obvodem je indukčně vázaný sekundární obvod, jenž je reprezentován ideální cívku s indukčností L_2 a ideálním rezistorem s elektrickým odporem R_2 . Sekundární obvod zastupuje vliv vsázky. Vsázka může být prázdný studený kelímkem, nebo studený kelímkem včetně taveniny. Induktor má se vsázkou vzájemnou indukčnost M .

Sekundární obvod lze převést na primární stranu, čehož jsem využil při stanovení výkonu v tavenině P_m . Převedení sekundárního obvodu na primární stranu není v této práci uvedeno, je možné jej najít např. v [31] nebo [32]. Výsledkem je



Obr. 3.15: Indukčně vázané obvody induktoru a vsázky.

použití transformačního převodu p mezi dvěma indukčně vázanými obvody, což vede k výrazům pro elektrický odpor a indukčnost induktoru včetně vsázky ve tvaru

$$R_I = R_{\text{ind}} + R'_2 = R_{\text{ind}} + p^2 R_2, \quad (3.10)$$

$$L_I = L_{\text{ind}} - L'_2 = L_{\text{ind}} - p^2 L_2, \quad (3.11)$$

kde výrazy R'_2 a L'_2 jsou elektrický odpor a indukčnost sekundárního obvodu převedené na primární stranu pomocí transformačního převodu p , který lze vyjádřit

$$p = \frac{\sqrt{\omega^2 M^2}}{\sqrt{R_2^2 + \omega^2 L_2^2}}, \quad (3.12)$$

kde ω je úhlová frekvence.

V případě indukční pece se studeným kelímkem představují parametry R'_2 a L'_2 elektrický odpor a indukčnost studeného studeného kelímku nebo studeného kelímku s taveninou. Toho využívám při stanovení elektrického odporu studeného kelímku bez taveniny převedeného na stranu induktoru před každým experimentem. Průběhy ztrát odváděných z induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a ze studeného kelímku P_{cc} z takového měření jsou vyobrazeny na Obr. 3.9.

Během experimentů I01–I11 nebyla k dispozici proudová sonda, proto jsem vycházel ze znalosti elektrického odporu induktoru s pásovým vedením $R_{\text{ind,bb}}$, který jsem spočetl numericky a následně výsledek ověřil analytickým výpočtem. Proud induktorem I_I jsem stanovil z

$$I_I = \sqrt{\frac{P_{\text{ind,bb}}}{R_{\text{ind,bb}}}}. \quad (3.13)$$

Spočtenou velikost proudu induktorem I_I jsem použil pro stanovení elektrického odporu prázdného studeného kelímku převedeného na stranu induktoru dle

$$R_{\text{cc}} = \frac{P_{\text{cc}}}{I_I^2}. \quad (3.14)$$

Stanovení elektrického odporu studeného kelímku je nutné provádět po ustálení hodnot měřených ztrát a ideálně při nejvyšším možném výkonu v daných podmínkách, aby se minimalizovala chyba měření.

Při samotném experimentu, kdy se nachází ve studeném kelímku tavenina, lze psát tepelnou bilanci

$$P_{\text{cc}} + P_{\text{m}} = P_{\text{ccm}} + P_{\text{r,o}}, \quad (3.15)$$

kde P_{cc} je výkon generovaný přímo v materiálu studeného kelímku elektromagnetickým polem, P_m výkon dodávaný tavenině, P_{ccm} tepelný výkon kalorimetricky měřený na chladicí větvi studeného kelímku a $P_{r,o}$ tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny přenášené mimo prostor studeného kelímku. P_{ccm} sestává z Jouleových ztrát vznikajících v materiálu studeného kelímku, výkonu odváděného z taveniny stěnou studeného kelímku a také výkonu vyzářeného z hladiny taveniny a absorbovaného stěnou studeného kelímku.

Dosazením z (3.14) a (3.13) do (3.15) a přeskupením jejich členů dostáváme

$$P_m = P_{ccm} - R_{cc} \frac{P_{ind,bb}}{R_{ind,bb}} + P_{r,o}. \quad (3.16)$$

Člen zohledňující ztráty sáláním z hladiny taveniny mimo prostor studeného kelímku lze určit z

$$P_{r,o} = \xi \varepsilon_m \sigma (T_m^4 - T_{ext}^4) S_m, \quad (3.17)$$

kde ε_m je emisivita hladiny taveniny, σ Stefan-Boltzmannova konstanta, T_m teplota hladiny taveniny, T_{ext} okolních předmětů, S_m plocha hladiny taveniny a ξ koeficient zohledňující fakt, že část tepla předávaného sáláním z hladiny taveniny dopadá na stěnu studeného kelímku nad hladinou. Tento koeficient lze stanovit z

$$\xi = \frac{d_m}{4\varepsilon_{cc}(h_{cc} - h_m) + d_m}, \quad (3.18)$$

kde d_m je průměr taveniny, ε_{cc} emisivita stěny studeného kelímku, h_{cc} výška stěny studeného kelímku a h_m výška taveniny [33].

Pro experimenty I12–I16 byla k dispozici proudová sonda s odpovídajícím rozsahem, proto nebylo potřeba používat pro stanovení elektrického proudu induktorem známou hodnotu elektrického odporu induktoru $R_{ind,bb}$, ale hodnotu proudu měřenou přímo. Vztah (3.16) byl pro tyto čtyři experimenty upraven do tvaru

$$P_m = P_{ccm} - R_{cc} I_I^2 + P_{r,o}. \quad (3.19)$$

Během experimentů I12–I16 jsem prováděl kontrolní výpočet i prvním popsáním způsobem, při němž byla velikost proudu induktorem určována nepřímo. Velikost elektrického proudu induktorem I_I se lišila o méně než 10 % a rozdíl ve velikosti výkonu přenášeného do taveniny byl menší než 1 %. Takto nízký rozdíl byl způsoben tím, že rozdíl, například kladný, ve velikosti R_{cc} způsobil zápornou změnu v I_I , který byl následně použit pro výpočet P_{cc} , oba vlivy se tedy minimalizovaly.

4

Použité metody a přístroje

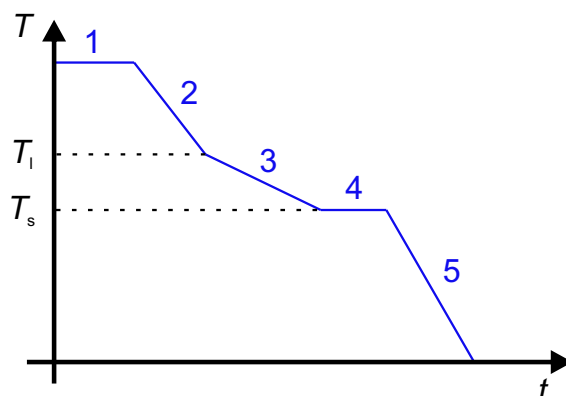
4.1 Použité metody

V práci převážně využívám experimentální metody, jež jsou popsány později v této kapitole. Pro návrh experimentu jsem použil matematické modelování, princip použité metody konečných prvků je stručně vysvětlen v části 6.1.

4.1.1 Stanovení teploty likvidu

Pro stanovení teploty likvidu v této práci využívám vyhodnocování ochlazovacích (solidifikačních) křivek. Jedná se o základní metodu vyhodnocování změn fází materiálů. Spočívá ve sledování teploty v závislosti na čase, jejím záznamu a následném vyhodnocení odchylek od trendu průběhu teploty. Tyto odchylky mohou být způsobené vlivem uvolnění nebo spotřebování tepla při změně fáze. Je použitelná především pro určení teplot likvidu a solidu, které obvykle doprovázejí výraznější změny trendu teploty [9].

Ilustrativní příklad ochlazovací křivky je vyobrazen na Obr. 4.1. V tomto případě se jedná o dvousložkový kondenzovaný systém úplně mísitelných látek o jiném než eutektickém složení. Tato směs se nachází v kapalně fázi (1) a postupně je snižována teplota (2) až do teploty, při níž se začne vylučovat pevná fáze jedné složky a dojde ke změně směrnice křivky. Tato teplota se nazývá teplotou likvidu T_l a je definována jako teplota, nad kterou je směs zcela v kapalně fázi a je nejvyšší možnou teplotou, při níž mohou koexistovat kapalná a pevná fáze v termodynamické rovnováze [34]. Teplota poté klesá se stejnou směrnici (3) až dosáhne teploty solidu T_s , což se projeví opět změnou směrnice křivky [35]. V ideálním případě by měla křivka (4) být rovnoběžná s osou x až do chvíle, než dojde k solidifikaci směsi v celém měřeném objemu. Teplota solidu je definována jako teplota, pod níž je směs zcela v pevně fázi. Následně se směrnice křivky opět mění a nyní už dochází k chladnutí směsi zcela v pevně fázi (5) [36].



Obr. 4.1: Ideální průběh ochlazovací křivky dvousložkového kondenzovaného systému plně mísitelných složek v jiném než eutektickém poměru.

Vzhledem k nízké citlivosti této metody je vhodná pouze k měření teplot likvidu nebo solidu, nikoli však už k určování změn krystalických modifikací materiálu v pevné fázi. Ty jsou ve většině případů touto metodou neidentifikovatelné.

Existuje modifikace této metody, v níž je průběh ohřívání nebo chladnutí zaznamenáván jako časová derivace teploty dT/dt v závislosti na teplotě T . V takovém případě jsou změny lépe rozeznatelné [9].

4.1.2 Určení tloušťky skull vrstvy

Pro výpočet hustoty taveniny je nutné znát objem skull vrstvy, jak je vysvětleno v následující části. Její tloušťka se však může lišit v závislosti na teplotě. Měření hustoty každé směsi je provedeno při dvou experimentech – jednou při rostoucí teplotě, podruhé při klesající teplotě. Proto je zachována informace o tloušťce skull vrstvy každé směsi při nejvyšší a nejnižší teplotě, při nichž se měření provádí. Problém by mohl nastat při stanovení rozměrů skull vrstvy v teplotách mezi těmito dvěma případy.

Budeme-li uvažovat materiálové parametry nezávislé na tloušťce skull vrstvy δ_{sk} , mělo by pro tloušťku skull vrstvy v ustáleném stavu platit

$$\delta_{sk}\Delta T = C_s, \quad (4.1)$$

kde ΔT je rozdíl mezi teplotou taveniny a teplotou solidu tavené směsi a C_s je konstanta [30]. Cílem je toto tvrzení experimentálně ověřit.

Pro ověření jsem navrhl čtyři experimenty, při nichž je po ustálení teploty přidán Cr_2O_3 , který obarví část v kapalně fázi. Tato část má po solidifikaci fialovou barvu a bude dobře rozeznatelná od části, která je v době přidání Cr_2O_3 v tuhé fázi, tedy skull vrstvy. Cr_2O_3 je přidáno při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C v experimentech se směsí Z50.

Tloušťka skull vrstvy takto připravených ingotů je studována pomocí stereoskopu kalibrovaného pro měření vzdáleností. Jelikož se profil skull vrstvy mění v závislosti na výšce ingotu, jsou porovnávány její tloušťky ve třech různých výškách nad dnem

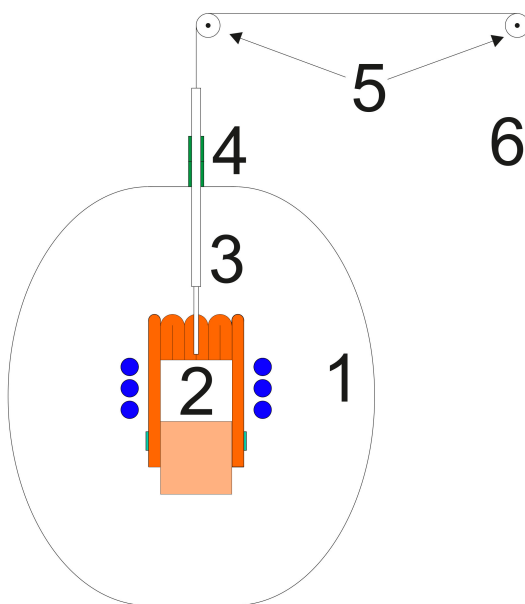
studeného kelímku. V každé výšce je určen interval, v němž je provedeno deset měření tloušťky skull vrstvy. K tomu jsem přistoupil z důvodu odstranění vlivu odchylek, takže aritmetický průměr ze získaných hodnot by měl odpovídat střední tloušťce skull vrstvy v dané výšce nade dnem studeného kelímku. Tloušťka skull vrstvy má značně nahodilý charakter a kolísá kolem střední hodnoty.

Tímto způsobem lze experimentálně ověřit platnost rovnice (4.1).

4.1.3 Měření hustoty v kapalně fázi

Existuje mnoho metod pro měření hustoty v kapalně fázi při vysokých teplotách, princip nejpoužívanějších z nich je stručně vysvětlen v části 2.1. Cílem této práce je ověřit navrženou metodu, která vychází z jiné základní myšlenky než konvenční metody, proto nebude mít stejná omezení jako ony.

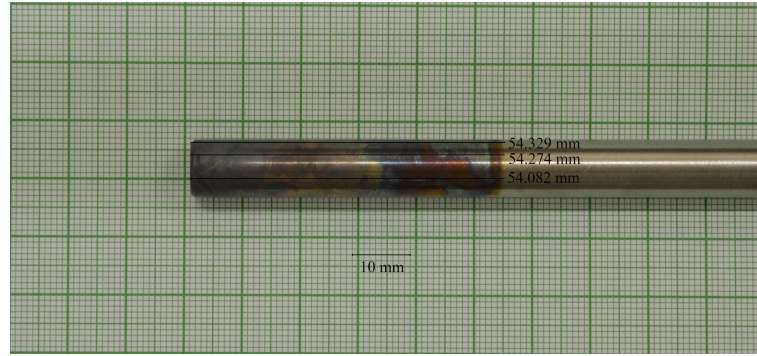
Princip testované metody spočívá v měření výšky taveniny h_m . Toho je dosaženo ponořením měřicího hrotu do taveniny na dobu 2s. Na měřicím hrotu dojde k povrchové oxidaci, která změní barvu části ponořené do taveniny [37]. Schématické naznačení měření výšky taveniny je znázorněno na Obr. 4.2.



Obr. 4.2: Odebírání vzorků QS a měření výšky taveniny. 1 – pracovní komora, 2 – tavenina, 3 – odběrový/měřicí hrot, 4 – ložiska, 5 – systém kladek, 6 – ocelové lano

Po experimentu jsou pořízeny dvě fotografie s rozlišením 4000x6016 pixelů každého použitého měřicího hrotu a milimetrového papíru. Fotografie jsou vyhodnoceny softwarem vytvořeným pro tento účel. Ten určuje vzdálenost části s odlišnou barvou v pixelech a následně jí přepočítá na milimetry z kalibrace provedené pomocí milimetrového papíru. Ilustrativní příklad vyhodnocení měřicího hrotu vyobrazuje Obr. 4.3. Jedná se jen o názornou ukázkou, při reálném vyhodnocování je milimetrový papír

vyfotografován samostatně ve výšce měřeného povrchu hrotu, aby nedošlo ke zkreslení výsledků způsobenému rozdílnou vzdáleností kalibračního milimetrového papíru a měřeného povrchu od objektivu fotoaparátu.



Obr. 4.3: Vyhodnocení výšky taveniny.

Dalším vstupním parametrem nutným pro výpočet hustoty taveniny je hustota skull vrstvy. Její určení je založené na pyknometrickém měření ve vodě [38]. K tomuto účelu jsou použity analytické váhy. Z každého ingotu jsou z různých oblastí odebrány tři vzorky skull vrstvy a na všech je provedeno pět měření pro určení její hustoty.

Hustota skull vrstvy ρ_{sk} je stanovena z

$$\rho_{sk} = \frac{m_1 - m_2}{m_4 - m_3 - m_1 + m_2} (\rho_l - \rho_a) + \rho_a, \quad (4.2)$$

kde m_1 je hmotnost prázdného pyknometru, m_2 je hmotnost pyknometru s měřeným vzorkem, m_3 je hmotnost pyknometru s měřeným vzorkem a srovnávací kapalinou doplněnou do přesného objemu, m_4 je hmotnost pyknometru se srovnávací kapalinou doplněnou do přesného objemu, ρ_l je hustota srovnávací kapaliny při dané teplotě a ρ_a je hustota vzduchu odpovídající teplotě, při níž je měření prováděno.

Objem ingotu je určen při pokojové teplotě měřením ve vodním sloupci. Ze známého objemu ingotu a jeho výšky je stanovena plocha jeho podstavy S_{ing} .

Tloušťka skull vrstvy δ_{sk} je měřena pomocí stereoskopu kalibrovaného pro měření vzdáleností v různých oblastech ingotu. S pomocí získaných údajů o tloušťce skull vrstvy je nahrazen skutečný tvar ingotu za válec s ekvivalentním průměrem d_{ing} a ekvivalentní tloušťkou skull vrstvy na stěně studeného kelímku $\delta_{w,sk}$. To je provedeno tak, aby nedošlo ke změně objemu skull vrstvy ani ingotu. K tomu jsem využil odpovídající software. Stejným způsobem je měřena tloušťka skull vrstvy na dně studeného kelímku $\delta_{b,sk}$.

Objem taveniny je určen z

$$V_m = \frac{\pi (d_{ing} - 2 \cdot \delta_{w,sk})^2}{4} h_m - \frac{\pi d_s^2}{4} h_m, \quad (4.3)$$

kde d_{ing} je průměr ingotu, $\delta_{w,sk}$ tloušťka skull vrstvy mezi stěnou studeného kelímku a taveninou, h_m výška taveniny a d_s průměr nerezového měřicího hrotu.

Objem skull vrstvy je spočten jako

$$V_{sk} = S_{ing} (h_m + \delta_{b,sk}) - V_m, \quad (4.4)$$

kde S_{ing} je plocha podstavy ingotu a $\delta_{\text{b,sk}}$ je tloušťka skull vrstvy na dně studeného kelímku.

Vzhledem ke známé hmotnosti ingotu m_{ing} , výše spočtenému objemu skull vrstvy V_{sk} a její pyknometricky změřené hustotě ρ_{sk} , lze hmotnost taveniny určit z

$$m_{\text{m}} = m_{\text{ing}} - V_{\text{sk}}\rho_{\text{sk}}. \quad (4.5)$$

Hustota taveniny je pak spočtena z

$$\rho_{\text{m}} = \frac{m_{\text{m}}}{V_{\text{m}}}. \quad (4.6)$$

Chybu měření výšky taveniny může způsobovat teplotní roztažnost měřicího hrotu. Pro odhad možné chyby vnesené do výpočtu jsem vytvořil matematický model, jehož cílem bylo vyřešit tranzientní přestup tepla z taveniny do hrotu. Rovněž jsem provedl experiment pro zjištění vlivu doby ponoření hrotu do taveniny na jeho deformaci.

V modelu uvažuji následující podmínky:

- počáteční teplota hrotu před ponořením $T_0 = 30^\circ\text{C}$,
- teplota taveniny $T_{\text{m}} = 2600^\circ\text{C}$,
- výška taveniny $h_{\text{m}} = 50\text{ mm}$,
- geometrie hrotu odpovídá realitě,
- po kontaktu s taveninou se nevytvoří krusta na hrotu,
- materiálové parametry hrotu jsou funkcí teploty.

Materiálové vlastnosti hrotu jsem uvažoval jako teplotně závislé, protože je řešen velký rozsah teplot a v takovém případě se může vliv teplotní závislosti projevit. K tání nerezové oceli 304, z níž je hrot vyroben, dochází při teplotě $T = 1450^\circ\text{C}$, proto nejsou dostupné teplotní závislosti jejich fyzikálních vlastností pro vysoké teploty, které uvažuji ve výpočtu. Teplotní závislost hustoty je dostupná v intervalu teplot $-269,15^\circ\text{C}$ až $1426,85^\circ\text{C}$, měrné tepelné kapacity v rozsahu teplot $-269,15^\circ\text{C}$ až $1037,85^\circ\text{C}$ a součinitele tepelné vodivosti pro teploty $-272,15^\circ\text{C}$ až $613,85^\circ\text{C}$ [39]. Pro teploty vyšší jsem použil extrapolaci hodnot dostupných.

Pro srovnání jsem vytvořil dvě verze modelu, první nerespektuje změnu fáze ani při překročení teploty tání, druhá zahrnuje i změnu fáze.

Podle modelu nerespektujícího změnu fáze hrotu by mělo dojít k překročení teploty tání materiálu u 91 % ponořené části hrotu po uplynutí doby 1,1 s. V modelu zahrnujícím i změnu fáze se za stejnou dobu přemění skupenství 78 % ponořené části hrotu.

Během experimentu, při němž jsem pozoroval vliv doby ponoření hrotu do taveniny při teplotě 2600°C na jeho deformaci, jsem čtyři vzorky rozměrově odpovídající používaným hrotům ponořil postupně na 2 s, 3 s, 5 s a 7 s.

Při ponoření na dobu 2 s a 3 s nebyly patrné známky natavení sledovaného vzorku a na jeho povrchu byla vytvořena krusta. Hrot si v těchto případech zachoval přesný

tvár i v detailech. Patrné náznaky natavení se projevíly při ponoření na dobu 5 s, vzorek byl po vytažení z taveniny bez krusty. Po 7 s v tavenině byl zaznamenán úbytek hmoty materiálu vzorku o 5,4 % (vztaženo k hmotnosti ponořené části vzorku, nikoli celého vzorku).

Z porovnání výsledků získaných z modelu a experimentálně lze učinit závěr, že se při ponoření hrotu z nerezové oceli do taveniny pravděpodobně vytvoří na jeho povrchu krusta, která má nízkou tepelnou vodivost a vysokou teplotu likvidu (teplotu likvidu tavené směsi). Tato vrstva chrání hrot před roztavením minimálně 3 s, při 5 s už dochází na povrchu hrotu k natavení. Z toho lze usoudit, že právě při 5 s dosahuje teplota povrchu hrotu 1450 °C.

Tvorbě krusty napovídá i fakt, že stejným způsobem probíhá odběr vzorků QS a ty spočívají v rychlé solidifikaci taveniny na odběrovém hrotu.

Z výše uvedeného lze považovat případ, při němž je po 2 s od ponoření teplota celého objemu ponořené části rovna 1450 °C, za konzervativní z pohledu odhadu chyby vzniklé zanedbáním tepelné roztažnosti hrotu. V reálné situaci je teplota nižší a tedy i změna výšky hrotu bude menší. Při použití koeficientu teplotní roztažnosti pro nerezovou ocel 304 pro nejvyšší teplotu, pro kterou jsou data dostupná (tj. 1427 °C), a rozdílu teplot odpovídajícímu teplotě tání nerezové oceli 304 a počáteční teplotě 30 °C dojde o prodloužení ponořené části hrotu o 3 %.

Z výše uvedených důvodů a z představy, že oxidace povrchu hrotu probíhá rychleji než jeho ohřev a následná dilatace, jsem vliv tepelné roztažnosti zanedbal, je však započten do nejistoty měření.

4.1.4 Stanovení tepelného toku z taveniny

Schematický náčrt měření tepelného toku z taveniny je znázorněn na Obr. 4.4. Experimentální aparatura sestává z indukčního systému se studeným kelímkem, kalorimetru a systému sběru dat včetně senzorů.

Na vstupní větvi kalorimetru je připojen ultrazvukový průtokoměr a odporový snímač teploty. Výstupní větev je osazena odporovým snímačem teploty. Signály ze senzorů jsou svedeny do měřicích karet umístěných v zařízení cDAQ-9188. V software LabView jsem vytvořil aplikaci pro ukládání a zobrazování měřených dat v průběhu měření.

Tepelný výkon odváděný kalorimetrem lze získat z

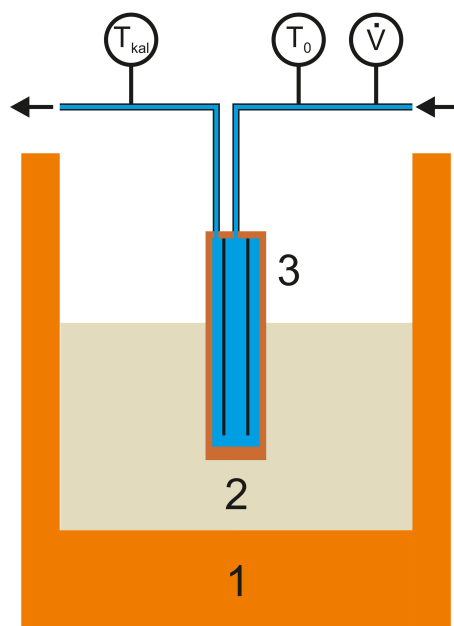
$$P_{\text{kal}} = c_p \dot{m} (T_{\text{kal}} - T_0) , \quad (4.7)$$

kde c_p je měrná tepelná kapacita, \dot{m} hmotnostní průtok, T_{kal} teplota na výstupu kalorimetru a T_0 teplota na jeho vstupu.

Kalorimetr je do taveniny ponořován pomocí polohovacího zařízení, které je detailně popsáno v [40]. Toto zařízení zaznamenává mimo jiné i polohu, proto je možné stanovit povrch ponořené části kalorimetru a dopočítat tak hustotu tepelného toku q_{kal} jako

$$q_{\text{kal}} = \frac{P_{\text{kal}}}{S_{\text{kal}}} , \quad (4.8)$$

kde S_{kal} je povrch ponořené části kalorimetru.



Obr. 4.4: Měření tepelného toku z taveniny. 1 – studený kelímek, 2 – tavenina, 3 – kalorimetr. \dot{V} – průtokoměr, T_0 – odporový snímač teploty na vstupu a T_{kal} na výstupu kalorimetru.

4.1.5 Nejistoty měření

V této části je popsán postup, kterým jsou stanoveny nejistoty měření určovaných veličin.

Nejistota měření u je kvantitativní ukazatel jeho přesnosti. Jedná se o interval, ve kterém skutečná hodnota měřené veličiny s danou pravděpodobností leží.

Výsledek opakovaného měření při dodržení stejných podmínek je reprezentován aritmetickým průměrem n naměřených hodnot ve formě

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i, \quad (4.9)$$

kde y_i je hodnota naměřená při i -tém opakování.

Existují dva způsoby hodnocení standardní nejistoty měření:

- nejistota typu A (u_A), která spočívá ve statistické analýze získaných hodnot měřené veličiny a zohledňuje náhodné chyby,
- nejistota typu B (u_B) vycházející z identifikace příčin nejistoty měření.

Standardní nejistota typu A je stanovena analýzou výsledků opakovaného měření požadované veličiny Y ze vztahu

$$u_{Ay} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}, \quad (4.10)$$

kde n je počet měření, y_i reprezentuje i -tou naměřenou hodnotu veličiny Y a \bar{y} má význam aritmetického průměru z naměřených dat veličiny y .

Standardní nejistota typu A je výběrovou směrodatnou odchylkou výběrových průměrů [41]. Pro stanovení tohoto typu nejistoty by mělo platit $n \geq 10$. Pokud není možné tento požadavek splnit, je nutné výsledek (4.10) vynásobit bezpečnostním faktorem k_{UA} , jehož velikost v závislosti na počtu měření lze nalézt např. v [42].

Standardní nejistota typu B

$$u_{Bz,j} = \frac{U_{Bz,j}}{k}, \quad (4.11)$$

kde $U_{Bz,j}$ je rozšířená nejistota j -tého zdroje získaná například z kalibračního protokolu přístroje a k značí koeficient rozšíření zdroje nejistoty.

Případně je možné určit nejistotu typu B jejího zdroje na základě jeho variability podle

$$u_{Bz,j} = \frac{\Delta z_{j,\max}}{\chi}, \quad (4.12)$$

kde $\Delta z_{j,\max}$ označuje maximální odchylku daného zdroje nejistoty a χ směrodatnou odchylku příslušného statistického rozdělení. Typy rozdělení a hodnoty koeficientů χ jsou uvedeny například v [41].

Matematický model odhadu měřené veličiny lze vyjádřit jako

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_j, \dots, x_p), \quad (4.13)$$

kde x_j jsou odhady vstupních veličin.

Výsledná nejistota typu B se určí ze vztahu

$$u_{By} = \sqrt{\sum_{j=1}^p c_j^2 u_{Bz,j}^2}, \quad (4.14)$$

kde $u_{Bz,j}$ je nejistota j -tého zdroje nejistoty a c_j jeho koeficient citlivosti.

Koeficient citlivosti j -tého zdroje nejistoty se určí z

$$c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}. \quad (4.15)$$

Kombinovaná nejistota měření je získána z

$$u_{Cy} = \sqrt{u_{Ay}^2 + u_{By}^2}. \quad (4.16)$$

Z (4.16) dostáváme tzv. standardní kombinovanou nejistotu. Ta udává (v případě normálního rozdělení hustoty pravděpodobnosti) interval určený pravděpodobností 68,3%. Proto se uvádí rozšířená nejistota měření spočtená jako

$$U_y = k_U u_{Cy}, \quad (4.17)$$

kde k_U je koeficient příslušného rozdělení. U normálního rozdělení se obvykle užívá $k_U = 2$, při jehož započtení pokrývá vyčíslená nejistota interval 95%.

Jedná-li se o nepřímé měření, pak je postup podobný s tím rozdílem, že se určuje závislost

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k, \dots, X_q), \quad (4.18)$$

kde Y je výstupní veličina a X_k jsou veličiny vstupní.

Nejistotu odhadu y určované veličiny Y lze vyjádřit z

$$u_y = \sqrt{\sum_{k=1}^q c_k^2 u_{x,k}^2}, \quad (4.19)$$

kde c_k je koeficient citlivosti k -té vstupní veličiny a $u_{x,k}$ je nejistota odhadu x_k vstupní veličiny X_k [43].

Koeficient citlivosti c_k vstupní veličiny X_k se stanoví z

$$c_k = \frac{\partial Y}{\partial X_k}. \quad (4.20)$$

Nejistota vyjádřená podle (4.19) zahrnuje nejistoty typu A i B všech veličin X_k vstupujících do určení výstupní veličiny Y . I v tomto případě je vhodné uvádět rozšířenou nejistotu měření.

Popsaný postup výpočtu nejistoty nepřímého měření je platný pro výstupní veličiny Y , jejichž vstupní veličiny nejsou korelované. Pokud by ke korelaci vstupních veličin docházelo, musel by se vztah (4.19) upravit. V žádném z měření prováděných v rámci této práce nebyla korelace mezi vstupními veličinami identifikována.

4.2 Použité přístroje

4.2.1 Indukční systém se studeným kelímkem IS-1

Experimenty jsou prováděny s použitím Indukčního systému se studeným kelímkem IS-1, jehož parametry jsou uvedeny v Tab. 4.1. Indukční systém sestává z vysokofrekvenčního elektronkového generátoru (1), pracovní komory vybavené polohovacím systémem (2), tepelného výměníku, systému sběru dat a ovládacího panelu (3). Indukční systém umožňuje tavení v inertní atmosféře, vakuu nebo na vzduchu. Pracovní komora je připojena na aktivní vzduchotechniku. Pohled na IS-1 je znázorněn na Obr. 4.5.

Tab. 4.1: Hlavní parametry indukčního systému IS-1.

Vstupní elektrický výkon	250 kVA
Výstupní elektrický výkon	160 kW
Pracovní frekvence	1,5 – 2,0 MHz
Maximální anodové napětí	11 kV
Tlak vakuového systému	0,01 Pa

Systém sběru dat umožňuje záznam hodnot elektrických veličin a kalorimetricky měřených tepelných výkonů ve všech chladicích větvích indukčního systému. V experimentech I12–I16 se k měření proudu induktorem používá proudová sonda Tektronix TRCP3000 umožňující měřit elektrický proud až 3 kA do frekvence 16 MHz v kombinaci s digitálním osciloskopem Tektronix TDS 3054C.



Obr. 4.5: Pohled na indukční systém IS-1 (v popředí). 1 – vysokofrekvenční elektronkový generátor, 2 – pracovní komora vybavená polohovacím systémem, 3 – ovládací panel.

4.2.2 Skenovací elektronový mikroskop

Pro prvkovou analýzu a mikrostrukturní analýzu je používán skenovací elektronový mikroskop FEG-SEM-FIB LYRA 3GMU – TESCAN.

Základní parametry elektronového mikroskopu LYRA 3GMU jsou:

- zdroj elektronů: Field Emission Gun (FEG),
- urychlovací napětí: 0,05 – 30 kV,
- detektory: SE, BSE, in-lens SE, in-lens BSE, LVSTD, EBIC, RSTEM,
- in-lens SE detektor: rozlišení 1 nm při napětí 30 kV,
- chemická analýza, spektrometry: Energy Dispersive (EDX), Wave Dispersive (WDX) spectrometers,
- krystalografická analýza: EBSD (Electron BackScatter Diffraction),
- GIS (Gas Injection System) pro lokální depozici Pt, W, C,
- FIB (Ga-zdroj),
- vysokoteplotní stolek pro in-situ EBSD pozorování s možností ohřevu až 950 °C.

4.2.3 Rentgenový práškový difraktometr

Rentgenová prášková difrakce je prováděna v Ústavu anorganické chemie AV ČR. Laboratoř je vybavena dvěma rentgenovými práškovými difraktometry PANalytical X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer). První z nich je vybaven kobaltovou rentgenkou a rychlým lineárním pozičně citlivým detektorem X'Celerator. Druhý přístroj je vybaven měděnou rentgenkou a detektorem PIXCel. Ten umožňuje kromě analýz v konvenční reflexní geometrii analyzovat vzorky i v transmisní geometrii.

4.2.4 Pyrometry

Při experimentech I01–I16 jsou používány pro bezkontaktní měření teploty hladiny taveniny dva pyrometry Fluke Endurance E1RH-F2-V-0-1. V experimentech T01 a T02 je používán pyrometr jeden.

Použitý typ pyrometru využívá princip poměrového měření teploty, který spočívá v detekci tepelného záření na dvou různých vlnových délkách. Poměr spektrálních hustot záření na obou vlnových délkách se mění v závislosti na teplotě. To ovšem platí pouze pro případ, kdy zářící povrch má stejnou emisivitu na obou vlnových délkách. Z toho důvodu se většinou volí blízké vlnové délky. Použitím principu poměrového měření teploty odpadá potřeba ke stanovení teploty definovat emisivitu zářícího povrchu.

4.2.5 Ostatní přístroje

Ověření numerických výpočtů elektrických parametrů provádím na RLC metru IET Labs 7600 Plus. Video záznam hladiny je pořizován digitální kamerou Sony FDR-AX700. Všechny fotografie vybavení, experimentů, ingotů, vzorků jsou pořizovány fotoaparátem Nikon D3200 s objektivem AF-S DX NIKKOR 18–105 mm f/3.5-5.6G ED VR. Vážení chemikálií, ingotů a vzorků je prováděno na váhách RADWAG WLY 30/F1/R a analytických váhách RADWAG AS 60/220.R2. Tloušťka skull vrstvy je měřena stereoskopem s označením Stereoskopický mikroskop Model SMZ 171 T-LED s kamerou MOTICAM S12. Pro odběr vzorků je používáno odběrové zařízení vyvinuté pro tento účel. Rovněž jsem při řešení této práce využíval komerční software LabView a ANSYS. Pro sběr dat jsem zvolil zařízení cDAQ-9188 od National Instruments s potřebnými měřicími kartami a senzory různých výrobců.

5

Stanovení potřebného výkonu v tavenině

Hlavním úkolem při návrhu experimentu je stanovení výkonu, který je potřeba dodat tavenině pro dosažení (případně udržení) její požadované teploty, a následně návrh geometrie indukčního systému tak, aby byl tento výkon tavenině dodán.

Tato kapitola se věnuje tématu prvnímú a je v ní uveden zjednodušený výpočet výkonu potřebného pro udržení teploty taveniny $T_m = 2400^\circ\text{C}$ při tavení směsi Z60. Výsledky z takto zjednodušeného výpočtu dobře korespondují s numerickým výpočtem [44], časová náročnost na jejich získání je však mnohonásobně nižší než v případě numerického výpočtu.

Tepelná bilance procesu indukčního tavení ve studeném kelímku je znázorněna na Obr. 5.1. Tepelný výkon odváděný z taveniny P_{TL} lze vyjádřit ve formě

$$P_{\text{TL}} = P_w + P_b + P_r + P_c, \quad (5.1)$$

kde P_w označuje tepelný výkon odvedený stěnou studeného kelímku, P_b je tepelný výkon odváděný dnem studeného kelímku, P_r reprezentuje tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny a P_c značí tepelné ztráty konvekcí z hladiny taveniny.

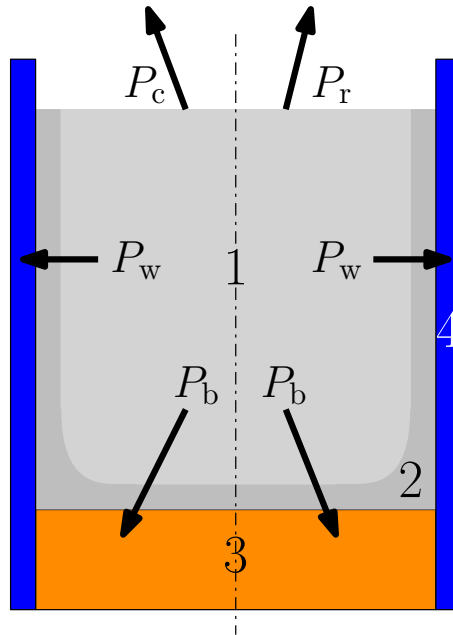
Vzhledem k použití studeného kelímku s vnitřním průměrem 57 mm byly zanedbány ztráty dnem studeného kelímku P_b . K tomuto zjednodušení jsem přistoupil na základě předpokládaného profilu skull vrstvy ve vertikálním řezu, který je vyobrazen na Obr. 6.10 a Obr. 6.11.

Lze očekávat, že ztráty konvekcí z hladiny taveniny budou zanedbatelné oproti ztrátám sáláním. Tato úvaha vychází z faktu, že ztráty konvekcí závisí na rozdílu teplot hladiny taveniny a okolí a ztráty sáláním závisí na rozdílu čtvrtých mocnin těchto teplot. Vzhledem k velikosti dosahovaných teplot můžeme předpokládat, že $P_r \gg P_c$. Z tohoto důvodu jsem ztráty konvekcí z hladiny zanedbal.

Po zavedení výše uvedených zjednodušení přejde vztah (5.1) do tvaru

$$P_{\text{TL}} = P_w + P_r. \quad (5.2)$$

Při ustáleném stavu teplotního pole musí platit rovnost mezi tepelným výkonem



Obr. 5.1: Tepelná bilance indukčního tavení ve studeném kelímku. P_c – tepelné ztráty konvekcí z hladiny taveniny, P_r – tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny, P_w – tepelné ztráty stěnou studeného kelímku, P_b – tepelné ztráty dnem studeného kelímku, 1 – tavenina, 2 – skull vrstva, 3 – dno a 4 – stěna studeného kelímku.

dodaným tavenině P_m a odváděným z taveniny P_{TL} . Pro stanovení potřebného výkonu v tavenině je proto nutné určit P_{TL} .

5.1 Tepelné ztráty sáláním

Tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny lze vyčíslit z rovnice

$$P_r = \varepsilon_m \sigma (T_m^4 - T_{\text{ext}}^4) S_m, \quad (5.3)$$

kde ε_m označuje emisivitu hladiny taveniny, σ je Stefan-Bolzmanna konstanta, T_m teplota hladiny taveniny, T_{ext} teplota okolí a S_m plocha hladiny taveniny.

Při použití hodnot $\varepsilon_m = 0,5$ [45], $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$, $T_m = 2673,15 \text{ K}$ (tj. $2400 \text{ }^\circ\text{C}$), $T_{\text{ext}} = 303,15 \text{ K}$ (tj. $30 \text{ }^\circ\text{C}$) a $S_m = 2,38 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$ obdržíme

$$\begin{aligned} P_r &= \varepsilon_m \sigma (T_m^4 - T_{\text{ext}}^4) S_m = \\ &= 0,5 \cdot 5,67 \cdot 10^{-8} \cdot (2673,15^4 - 303,15^4) \cdot 2,38 \cdot 10^{-3} = 3438 \text{ W}. \end{aligned} \quad (5.4)$$

Pro potřeby výpočtu je použita velikost ztrát sáláním z hladiny taveniny $P_r = 3500 \text{ W}$.

5.2 Tepelný výkon stěnou studeného kelímku

Do výpočtu tepelného výkonu stěnou studeného kelímku P_w jsem zavedl zjednodušení vycházející z převedení tvaru skull vrstvy v horizontálním řezu, který je znázorněn

na Obr. 5.2, na průřez kruhový. Fotografie dokumentuje reálný tvar skull vrstvy v různých výškách taveniny. Z fotografie je zřejmé, že ve spodních oblastech (Obr. 5.2 vlevo) je profil kruhový, v částech nacházejících se výše (Obr. 5.2 uprostřed a vpravo) je patrný vliv segmentů studeného kelímku. I přesto je z fotografie zřetelně vidět, že rozdíl oproti tvaru kruhu je nepatrný. I v případě oblasti hladiny taveniny je rozdíl malý (rozdíl poloměru taveniny mezi místem mezi segmenty a uprostřed segmentu je přibližně 1 mm).



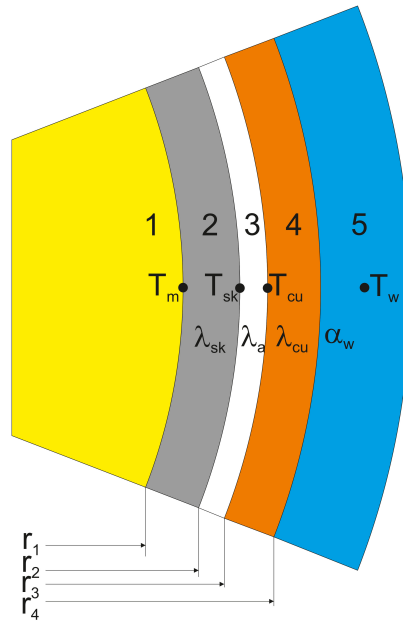
Obr. 5.2: Horizontální řez ingotem po experimentu v různých vzdálenostech ode dna studeného kelímku, kde kapalná fáze byla obarvena přidáním Cr_2O_3 .

Řešená geometrie je znázorněna na Obr. 5.3, kde jsou v jednotlivých oblastech uvedeny i materiálové parametry definující danou oblast pro výpočet. Z obrázku je patrné, že do výpočtu byla zařazena oblast mezi skull vrstvou a segmentem studeného kelímku obsahující vzduch. K tomu jsem přistoupil z důvodu přiblížení výpočtu realitě. Vzhledem k dosahovaným teplotám a rozměrům skull vrstvy a předpokládané vzduchové mezery není možné tento jev pozorovat v průběhu experimentu. Nicméně při použití měřené tloušťky skull vrstvy a známých součinitelů tepelné vodivosti použitých oxidů by vycházel odváděný výkon stěnou studeného kelímku výrazně vyšší, než bylo pozorováno při předchozích experimentech. K vytvoření vzduchové mezery může docházet vlivem teplotní roztažnosti použitých oxidů. Při snížení teploty oxidu dojde k snížení jeho objemu a to by mohlo vést k vytvoření vzduchové mezery. Tato úvaha je v souladu s [45].

Přenos tepla strukturou odpovídající geometrickému uspořádání uvedenému na Obr. 5.3 lze odvodit z Fourierova zákona, který je uveden např. v [46], [47]. Hustota tepelného toku stěnou studeného kelímku q_w je vyjádřena jako

$$q_w = \frac{(T_m - T_w)2\pi}{\frac{1}{\lambda_{sk}} \ln \frac{r_2}{r_1} + \frac{1}{\lambda_a} \ln \frac{r_3}{r_2} + \frac{1}{\lambda_{cu}} \ln \frac{r_4}{r_3} + \frac{1}{\alpha_w \cdot r_4}}, \quad (5.5)$$

kde T_m je teplota taveniny, T_w teplota chladicí vody, λ_{sk} součinitel tepelné vodivosti skull vrstvy, r_1 poloměr taveniny, r_2 poloměr taveniny se skull vrstvou, λ_a součinitel tepelné vodivosti mezery mezi segmentem studeného kelímku a skull vrstvou, r_3 poloměr taveniny se skull vrstvou a vzduchovou mezerou, λ_{cu} součinitel tepelné vodivosti měděného segmentu studeného kelímku, r_4 poloměr taveniny se skull vrstvou,



Obr. 5.3: Výřez řešenou geometrií pro výpočet potřebného výkonu dodaného do taveniny. 1 – tavenina, 2 – skull vrstva, 3 – tenká vzduchová mezera, 4 – stěna studeného kelímku, 5 – chladicí voda.

vzduchovou mezerou a stěnou trubice studeného kelímku a α_w součinitel přestupu tepla ze stěny studeného kelímku do chladicí vody.

Úpravou (5.5) získáme vztah pro výpočet tepelného výkonu odváděného stěnou studeného kelímku ve tvaru

$$P_w = \frac{(T_m - T_w)2\pi h_m}{\frac{1}{\lambda_{sk}} \ln \frac{r_2}{r_1} + \frac{1}{\lambda_a} \ln \frac{r_3}{r_2} + \frac{1}{\lambda_{cu}} \ln \frac{r_4}{r_3} + \frac{1}{\alpha_w \cdot r_4}}, \quad (5.6)$$

kde h_m je výška taveniny.

Při pohledu na (5.6) a Obr. 5.3 je zřejmé, že rozměry h_m , r_3 a r_4 jsou známé, stejně tak součinitel tepelné vodivosti měděného segmentu λ_{cu} a teploty T_m a T_w . Ostatní rozměry a parametry je nutné určit.

Tloušťku skull vrstvy se vzduchovou mezerou jsem ve výpočtu uvažoval 1 mm. Tímto krokem jsem stanovil rozměr r_1 .

Dá se předpokládat, že ve vzduchové mezeře bude docházet k přenosu tepla mezi skull vrstvou a segmentem studeného kelímku především sáláním a vedením. Pro zjednodušení výpočtu je vyjádřen součinitel tepelné vodivosti vzduchové mezery λ_a zohledňující přenos tepla vedením i sáláním. Ten byl určen z

$$\lambda_a = \lambda_{air} + \alpha_a \cdot \delta_a, \quad (5.7)$$

kde λ_{air} je součinitel tepelné vodivosti vzduchu, α_a je ekvivalentní koeficient přenosu tepla sáláním a δ_a je šířka vzduchové mezery.

Šířku vzduchové mezery lze určit z

$$\delta_a = 0,5 \cdot d_2 \cdot \alpha_o (T_m - T_{sk}), \quad (5.8)$$

kde d_2 je vnitřní průměr studeného kelímku ($d_2 = 2 \cdot r_3$), α_o je součinitel teplotní roztažnosti tavené směsi při teplotě $0,5 \cdot (T_m + T_{sk})$, T_m je teplota taveniny a T_{sk} teplota na rozhraní skull vrstvy a vzduchové mezery [22].

Teplotu na rozhraní skull vrstvy a vzduchové mezery je možné dle [22] stanovit jako

$$T_{sk} = 0,8 \cdot T_m = 1865,4^\circ\text{C}. \quad (5.9)$$

Použitý součinitel teplotní roztažnosti taveného materiálu by měl odpovídat teplotě $2132,7^\circ\text{C}$. Jelikož se nejedná o čistou látku, ale směs, výsledný součinitel teplotní roztažnosti jsem získal z aritmetického průměru hodnot odečtených pro obě složky směsi – $\alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 9,1 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ při 2000°C , $\alpha_{\text{ZrO}_2} = 12,7 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ při 2127°C [48]. Hodnoty pro teploty bližší požadované teplotě nebyly získány z důvodu nedostatku dat.

S použitím výše uvedeného jsem stanovil součinitel teplotní roztažnosti tavené směsi na $\alpha_o = 10,9 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, což vede na

$$\begin{aligned} \delta_a &= 0,5 \cdot d_2 \cdot \alpha_o (T_m - T_{sk}) = \\ &= 0,5 \cdot 57 \cdot 10^{-3} \cdot 10,9 \cdot 10^{-6} (2400 - 1865,4) = 1,66 \cdot 10^{-4} \text{ m}. \end{aligned} \quad (5.10)$$

Ekvivalentní koeficient přenosu tepla sáláním vzduchovou mezerou mezi skull vrstvou a segmentem studeného kelímku lze stanovit z

$$\begin{aligned} \alpha_a &= \frac{\varepsilon_{sk,cu} \cdot \sigma}{T_{sk} - T_{cu}} (T_{sk}^4 - T_{cu}^4) = \frac{0,45 \cdot 5,67 \cdot 10^{-8}}{2138,5 - 373,2} (2138,5^4 - 373,2^4) = \\ &= 298,7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}. \end{aligned} \quad (5.11)$$

Velikost emisivity $\varepsilon_{sk,cu}$ byla stanovena ze vztahu pro sdílení tepla sáláním mezi dvěma rovnoběžnými stěnami [49]. Jednou stěnou je skull vrstva s emisivitou ε_{sk} a druhou stěna studeného kelímku s ε_{cu} . Velikosti emisivit se rovnají $\varepsilon_{sk} = 0,7$ a $\varepsilon_{cu} = 0,55$ [22]. Emisivita respektující výměnu tepla mezi oběma plochami je určena z

$$\varepsilon_{sk,cu} = \frac{\varepsilon_{sk}\varepsilon_{cu}}{\varepsilon_{sk} + \varepsilon_{cu} - \varepsilon_{sk}\varepsilon_{cu}} = \frac{0,7 \cdot 0,55}{0,7 + 0,55 - 0,7 \cdot 0,55} = 0,45. \quad (5.12)$$

Vztah (5.12) je platný pro rovinné rovnoběžné plochy. V tomto případě je plocha stěny studeného kelímku větší než plocha skull vrstvy, což by mělo být ve výpočtu zahrnuto. Tento efekt jsem zanedbal s přihlédnutím k tomu, že obě plochy jsou vzdáleny pouze o $1,66 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ a celý prezentovaný výpočet potřebného výkonu v tavenině je orientační.

Vzduchová mezera je ohraničena teplotami $T_{sk} = 1865,4^\circ\text{C}$ a $T_{cu} = 100^\circ\text{C}$. Závislost součinitele tepelné vodivosti vzduchu na teplotě v tomto rozsahu teplot lze považovat bez výraznější ztráty na přesnosti za lineární a jeho velikost odpovídající střední teplotě tohoto intervalu 983°C je $\lambda_{air} = 0,074 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [50].

Dosazením výše získaných hodnot do (5.7) obdržíme

$$\lambda_a = \lambda_{air} + \alpha_a \cdot \delta_a = 0,074 + 298,7 \cdot 1,66 \cdot 10^{-4} = 0,12 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}. \quad (5.13)$$

Součinitel tepelné vodivosti skull vrstvy je stanoven aritmetickým průměrem velikostí tohoto součinitele obou složek směsi odpovídajících střední teplotě skull vrstvy

2133 °C. Pro uvažovanou teplotu byla lineární interpolací určena velikost $\lambda_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 7,86 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ a lineární extrapolací potom $\lambda_{\text{ZrO}_2} = 2,20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [48].

Publikované hodnoty součinitele tepelné vodivosti Al_2O_3 odpovídají teplotám 1873 °C a 2273 °C. V případě ZrO_2 jsou uveřejněné velikosti součinitele tepelné vodivosti pro rozsah teplot 373 °C až 1673 °C, pro jeho stanovení při teplotě 2133 °C jsem lineárně extrapoloval tento teplotní interval.

Použitím výše uvedeného vychází součinitel tepelné vodivosti skull vrstvy $\lambda_{\text{sk}} = 5,03 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Velikost součinitele přestupu tepla α_w jsem určil na základě výpočtu s využitím kritériální rovnice a podobnostních čísel. Vstupní parametry výpočtu jsou uvedeny v Tab. 5.1.

Tab. 5.1: Parametry použité pro výpočet velikosti součinitele přestupu tepla α_w .

Označení	Hodnota	Popis
Q_w	$10,21 \cdot \text{min}^{-1}$	průtok segmentem studeného kelímku
d_{seg}	6,0 mm	vnitřní průměr trubice studeného kelímku
ν_w	$0,805 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	kinematická viskozita vody při 30 °C [51]
λ_w	$0,62 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	součinitel tepelné vodivosti vody při 30 °C [51]
$c_{p,w}$	$4199,4 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	měrná tepelná kapacita vody při 30 °C [51]
ρ_w	$995,6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	hustota vody při 30 °C [51]

V prvním kroku je nutné vyčíslit velikost rychlosti proudění vody trubicí studeného kelímku

$$w_w = \frac{\frac{Q \cdot 10^{-3}}{60}}{\pi \cdot \frac{d_{\text{seg}}^2}{4}} = \frac{\frac{10,2 \cdot 1 \cdot 10^{-3}}{60}}{\pi \cdot \frac{6,0 \cdot 10^{-3}^2}{4}} = 6,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}. \quad (5.14)$$

Ze znalosti rychlosti proudění vody trubicí w_w , vnitřního průměru trubice studeného kelímku d_{seg} a kinematické viskozity vody ν_w lze určit Reynoldsovo číslo ve tvaru

$$Re = \frac{w_w \cdot d_{\text{seg}}}{\nu_w} = \frac{6,0 \cdot 6,0 \cdot 10^{-3}}{0,805 \cdot 10^{-6}} = 44814. \quad (5.15)$$

Prandtlovo číslo stanovíme na základě známých velikostí kinematické viskozity vody ν_w , měrné tepelné kapacity vody $c_{p,w}$, hustoty vody ρ_w a součinitele tepelné vodivosti vody λ_w jako

$$Pr = \frac{\nu_w \cdot c_{p,w} \cdot \rho_w}{\lambda_w} = \frac{0,805 \cdot 10^{-6} \cdot 4199,4 \cdot 995,6}{0,62} = 5,46. \quad (5.16)$$

Z velikosti Reynoldsova čísla lze určit charakter proudění. Pro ustálené turbulentní proudění v trubici platí, že $Re > 10^4$ [49]. Vzhledem k tomu, že z výpočtu vyšlo $Re = 44814$, lze proudění považovat za turbulentní. Pro turbulentní proudění v trubici je v [51] uvedena kritériální rovnice ve tvaru

$$Nu = 0,023 \cdot Re^{0,8} \cdot Pr^{0,4} = 0,023 \cdot 44814^{0,8} \cdot 5,46^{0,4} = 239, \quad (5.17)$$

kde Nu je Nusseltovo číslo.

Součinitel přestupu tepla α_w je možné stanovit z Nusseltova čísla Nu , součinitele tepelné vodivosti vody λ_w a vnitřního průměru trubice studeného kelímku d_{seg} jako

$$\alpha_w = \frac{Nu \cdot \lambda_w}{d_{seg}} = \frac{239 \cdot 0,62}{6 \cdot 10^{-3}} = 24533 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}. \quad (5.18)$$

Všechny rozměry a parametry potřebné pro výpočet tepelného výkonu odváděného z taveniny stěnou studeného kelímku byly určeny a jejich souhrn je uveden v Tab. 5.2.

Tab. 5.2: Parametry použité pro výpočet velikosti tepelného výkonu odváděného z taveniny stěnou studeného kelímku.

Označení	Hodnota	Popis
r_1	27,5 mm	poloměr taveniny
r_2	28,3 mm	poloměr taveniny se skull vrstvou
r_3	28,5 mm	vnitřní poloměr studeného kelímku
r_4	30,5 mm	vnitřní poloměr stud. kelímku se stěnou trubice
h_m	50,0 mm	výška taveniny
T_m	2400 °C	teplota taveniny
T_w	30 °C	teplota chladicí vody
λ_{sk}	5,03 W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti skull vrstvy při 2132 °C
λ_a	0,12 W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti mezery při 983 °C
λ_{cu}	381,21 W · m ⁻¹ · K ⁻¹	součinitel tepelné vodivosti mědi při 90 °C [52]
α_w	24533 W · m ⁻² · K ⁻¹	součinitel přestupu tepla do chladicí vody

Dosazením z Tab. 5.2 do (5.6) dostaneme

$$\begin{aligned} P_w &= \frac{(T_m - T_w)2\pi h_m}{\frac{1}{\lambda_{sk}} \ln \frac{r_2}{r_1} + \frac{1}{\lambda_a} \ln \frac{r_3}{r_2} + \frac{1}{\lambda_{cu}} \ln \frac{r_4}{r_3} + \frac{1}{\alpha_w \cdot r_4}} = \\ &= \frac{(2400 - 30)2\pi \cdot 50 \cdot 10^{-3}}{\frac{1}{5,03} \ln \frac{28,3}{27,5} + \frac{1}{0,12} \ln \frac{28,5}{28,3} + \frac{1}{383,09} \ln \frac{30,5}{28,5} + \frac{1}{24533 \cdot 30,5 \cdot 10^{-3}}} = \\ &= 12898,76 \text{ W} \doteq 13000 \text{ W}. \end{aligned} \quad (5.19)$$

Velikost odváděného tepelného výkonu z taveniny získáme dosazením z (5.4) a (5.19) do (5.2)

$$P_{TL} = P_w + P_r = 13000 + 3500 = 16500 \text{ W}. \quad (5.20)$$

Z uvedeného výpočtu vyplývá, že pro kompenzaci tepelných ztrát při teplotě 2400 °C a daném geometrickém rozložení je nutné do taveniny dodat výkon 16,5 kW.

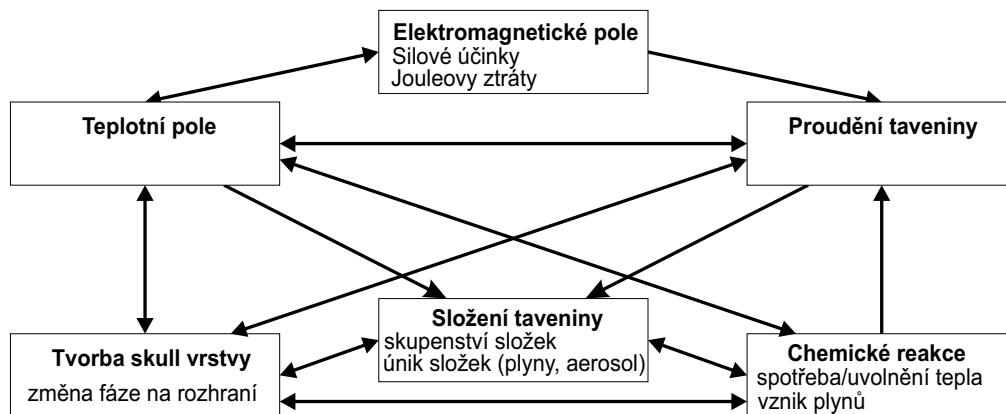
6

Matematický model

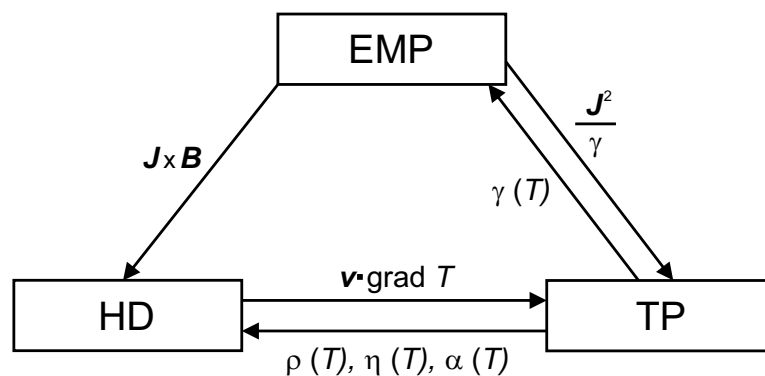
Indukční tavení oxidů ve studeném kelímku je komplexní proces, do něhož zasahuje značné množství aspektů z mnoha vědních oborů. Při procesu tavení dochází k interakci elektromagnetického pole s taveninou a konstrukčními prvky studeného kelímku, tím dochází ke vzniku Jouleových ztrát a změně teploty v těchto oblastech. Změna teploty spolu s Lorenzovou silou vznikající působením elektromagnetického pole v tavenině, v níž jsou tímto polem indukované proudy, vedou k pohybu taveniny. Pohyb taveniny a změna její teploty ovlivňují formování skull vrstvy, kde dochází k tuhnutí a tavení materiálu, což jsou exotermické nebo endotermické reakce doprovázené uvolňováním nebo absorbováním energie. V tavenině může docházet k různým chemickým reakcím či fyzikálním dějům, které budou rovněž ovlivňovat teplotní pole v tavenině, elektromagnetické pole či proudění taveniny. Například byl pozorován výrazný nárůst teploty taveniny téměř okamžitě po přidání Cr_2O_3 do taveniny obsahující Al_2O_3 a ZrO_2 během experimentů, jejichž cílem bylo popsat tloušťku skull vrstvy v závislosti na teplotě. Schématické znázornění alespoň některých možných vzájemných působení je vyobrazeno na Obr. 6.1.

Z popisu v předchozím odstavci je zřejmé, že vytvoření modelu popisujícího chování taveniny z celkového pohledu není možné. Po zanedbání některých jevů a zavedení zjednodušení procesu lze vytvořit model sdružující elektromagnetické pole, teplotní pole a proudění taveniny, které na sebe vzájemně působí způsobem uvedeným na Obr. 6.2.

Nehledě na to, některé děje mají nahodilý charakter. Nemusí se jednat o komplikované chemické reakce, například i průběh teploty a rychlosti proudící taveniny lze modelovat středními hodnotami, pokud je časový interval, ve kterém k výpočtu střední hodnoty dochází, dostatečně velký. Ve skutečnosti však stavové veličiny při turbulentním proudění popisují jejich střední hodnoty a fluktuace, jež mají stochastický charakter. Ze zmíněného vychází, že při tvorbě modelu takto složitého systému musí být vždy přijata určitá zjednodušení, ať už se jedná o považování tloušťky skull vrstvy jako neměnné a zanedbání přeměn, ke kterým v ní dochází, nebo zanedbání vzájemného provázání některých fyzikálních polí.



Obr. 6.1: Možná vzájemná ovlivňování fyzikálních polí a jevů při indukčním tavení oxidů ve studeném kelímku.



Obr. 6.2: Sdružení elektromagnetického pole (EMP), teplotního pole (TP) a proudění (HD) po zjednodušení procesu tavení oxidů ve studeném kelímku.

Závěry obdržené řešením matematického modelu mohou být v takovém případě užitečné jako přiblížení reality, ale vždy budou obsahovat zjednodušení, která více či méně ovlivní výsledky. Na druhou stranu je užitečné matematické modelování procesu provádět, protože to poskytuje alespoň představu o chování systému.

Komplikací při modelování indukčního tavení ve studeném kelímku je i nedostatečné popsání materiálů z pohledu jejich vlastností v závislosti na teplotě.

Úspěšně se modelováním konkrétních problémů indukčního tavení oxidů ve studeném kelímku zabývali, případně zabývají, Institute of Electrotechnology (Leibniz University Hannover), University of Latvia a Saint-Petersburg Electrotechnical University.

Vzhledem k výše uvedenému, tato práce si nedává za cíl vytvořit matematický model procesu indukčního tavení ve studeném kelímku, ale zaměřuje se na experimentální výsledky a matematické modelování využívá jako nástroj pro návrh experimentů.

V době dokončování této práce připravuji model zahrnující elektromagnetické pole, teplotní pole a proudění taveniny, který bude v budoucnu využíván pro získání představy o chování různých tavených směsí. V prvním kroku k vytvoření tohoto modelu jsem vytvořil několika modelů sdružující elektromagnetické pole a proudění taveniny u indukční kelímkové pece a následně jsem ověřil získané výsledky měřením na nízkoteplotních taveninách [53], [54]. Zmíněný model je však nad rámec této práce.

6.1 Metoda konečných prvků

Části 6.1 a 6.2 obsahují teoretický základ k matematickému modelování a použitým metodám. Popis je prováděn obecně, nicméně k realizaci matematického modelu jsem použil balík ANSYS Electromagnetic Suite, proto se popis omezuje na použité metody a principy při řešení problému právě tímto nástrojem. Potřebný tepelný výkon v tavenině byl stanoven pomocí přibližného výpočtu a matematický model slouží k navržení experimentu tak, aby potřebný výkon byl do taveniny dodán. Proto se v této práci omezím pouze na modelování elektromagnetického problému.

ANSYS Electromagnetic Suite využívá k numerickému řešení rovnice (6.23) na dané oblasti metodu konečných prvků (FEM). V této části uvedu základní myšlenky této metody.

Řešené fyzikální pole je na dané oblasti Ω popsáno parciální diferenciální rovnicí s odpovídajícími okrajovými podmínkami na hranici oblasti Γ . Obecně lze takovou rovnici zapsat ve tvaru

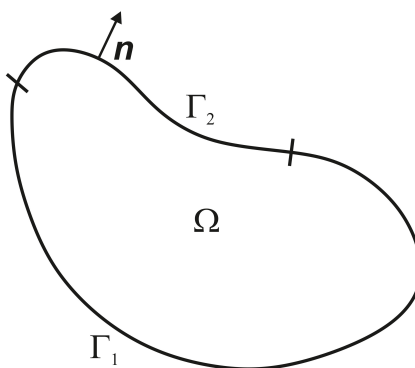
$$\mathcal{L}\varphi = f, \quad (6.1)$$

kde \mathcal{L} označuje diferenciální operátor, f je budící funkce a φ hledaná veličina [55]. Pro jednoduchost byla uvedena forma rovnice se skalární budící funkcí f i hledanou veličinou φ , obecně se však může jednat o funkce skalární, vektorové i tenzorové.

Metoda konečných prvků nejčastěji vychází z Ritzovy nebo Galerkinovy metody [56], které fungují na principu nahrazení přesného řešení φ z rovnice (6.1) jeho aproximací. Ritzova metoda patří mezi metody variační a převádí řešení dané rovnice na hledání minima energetického funkcionálu. Galerkinova metoda náleží k metodám vážených reziduí [57].

Metoda konečných prvků spočívá v nahrazení spojitě oblasti konečným počtem elementů a v každém elementu aproximuje hledanou funkci funkcí jinou [58]. Postup řešení stručně nastíním.

Na Obr. 6.3 je naznačená řešená oblast Ω a její hranice Γ rozdělená na dvě části Γ_1 a Γ_2 . Pro jednoduchost, je naznačena 2D oblast, obecně se však může jednat o oblast jedno-, dvoj- nebo trojrozměrnou.



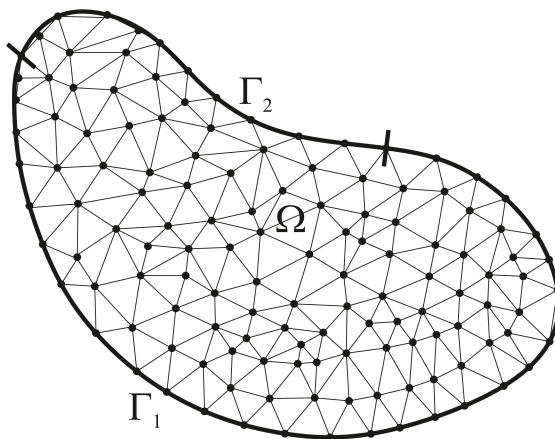
Obr. 6.3: Oblast Ω s hranicí Γ rozdělenou na Γ_1 a Γ_2 . Část hranice oblasti Γ_1 je popsána Dirichletovou okrajovou podmínkou a Γ_2 Neumannovou okrajovou podmínkou.

Na Obr. 6.3 je část hranice Γ_1 charakterizována Dirichletovou okrajovou podmínkou, která přiřazuje dané části hranice známou hodnotu funkce φ . Lze jí zapsat jako $\varphi(\Gamma_1) = h_1$, kde h_1 je známá funkce. Část hranice Γ_2 je popsána Neumannovou okrajovou podmínkou, která přiřazuje této části hranice známou hodnotu změny funkce φ ve směru vnější normály. To lze zapsat jako $\partial\varphi(\Gamma_2)/\partial\mathbf{n} = h_2$, kde h_2 je opět známá funkce. Při použití Neumannovy okrajové podmínky se většinou využívá tzv. nulová Neumannova okrajová podmínka, kdy se derivace funkce φ ve směru vnější normály rovná nule.

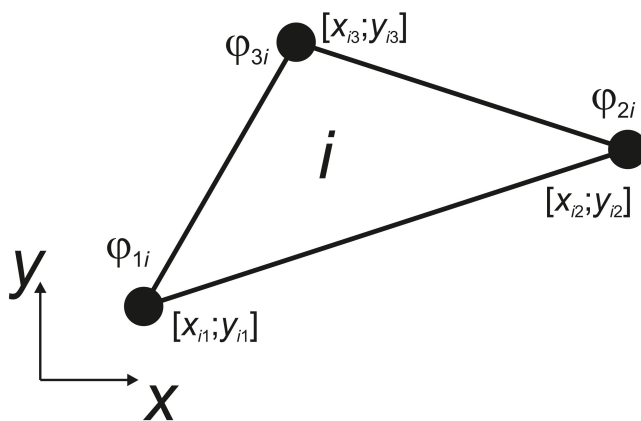
Takto definovaná oblast se rozdělí na konečný počet elementů. Diskretizace definiční oblasti Ω je důležitou částí řešení. Na volbě diskretizační sítě závisí přesnost výsledku, ale také rychlost výpočtu a náročnost řešení na hardware počítače, který bude úlohu počítat. Existují algoritmy pro vytvoření optimální sítě pro danou úlohu. Příklad diskretizované oblasti je znázorněn na Obr. 6.4, kde je využito sítě složené z trojúhelníkových elementů.

Na Obr. 6.5 je v detailu vyobrazen i -tý trojúhelníkový element z Obr. 6.4. Dalším krokem je volba aproximační funkce uvnitř elementů. K tomu jsou využívány polynomy různého řádu [59], obvykle prvního nebo druhého, nedochází-li k prudkým změnám fyzikálního pole popisovaného funkcí φ [60]. Existují však i aplikace, které umožňují pracovat s polynomem až desátého řádu, např. aplikace Agros2D [61]. Pro názorné popsání elementu na Obr. 6.5 jsem zvolil aproximační polynom 1. řádu ve tvaru (6.2), ze kterého lze určit velikost funkce φ v jakémkoliv bodu uvnitř tohoto elementu.

$$\varphi_i = a_{0i} + a_{1i}x + a_{2i}y. \quad (6.2)$$



Obr. 6.4: Oblast Ω s hranicí Γ diskretizovaná trojúhelníkovou sítí.



Obr. 6.5: i -tý trojúhelníkový element diskretizované oblasti Ω .

Vyjádřením aproximačního polynomu pro hodnoty ve všech třech uzlech získáme

$$\begin{aligned}\varphi_{1i} &= a_{0i} + a_{1i}x_{i1} + a_{2i}y_{i1} \\ \varphi_{2i} &= a_{0i} + a_{1i}x_{i2} + a_{2i}y_{i2} \\ \varphi_{3i} &= a_{0i} + a_{1i}x_{i3} + a_{2i}y_{i3}.\end{aligned}\tag{6.3}$$

Vyřešením soustavy rovnic (6.3) pro neznámé koeficienty a_{0i} , a_{1i} a a_{2i} a jejich dosazením do rovnice (6.2) získáme vyjádření funkce φ v i -tém elementu v závislosti na hodnotách φ v uzlových bodech.

V dalším kroku je nutné vyjádřit soustavu rovnic pro výpočet funkce φ . K tomu je stanoven funkcionál $\mathcal{F}\{\varphi\}$ pro danou funkci φ . Cílem je funkcionál minimalizovat, čehož se dosáhne tím, že se jeho derivace podle funkce φ_i v každém vrcholu položí rovná nule. Z této procedury vzejde výsledná soustava algebraických rovnic ve tvaru

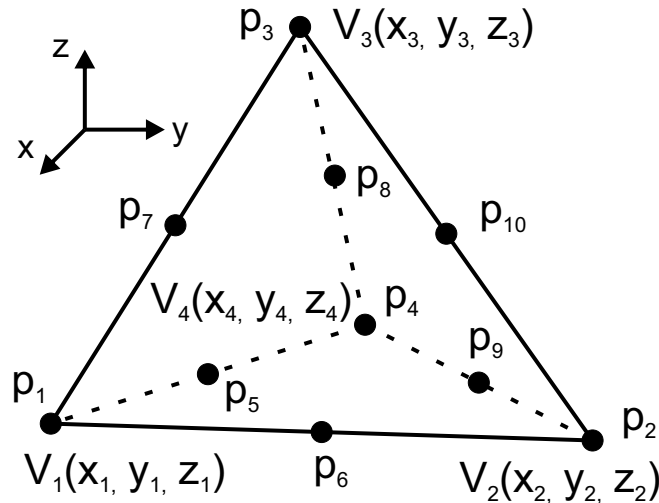
$$\mathbf{K}\boldsymbol{\varphi} = \mathbf{b},\tag{6.4}$$

kde \mathbf{K} označuje matici koeficientů, $\boldsymbol{\varphi}$ je sloupcový vektor hodnot funkce φ v uzlových bodech a \mathbf{b} je sloupcový vektor zohledňující budící funkci f . Matice \mathbf{K} a vektor \mathbf{b} budou zahrnovat i okrajové podmínky na hranici Γ . Tato soustava rovnic je obecně nelineární a prvky matice \mathbf{K} mohou záviset na prvcích vektoru $\boldsymbol{\varphi}$, potom je nutné využít iterační metody řešení.

Matice \mathbf{K} je symetrická a řídká, čehož se využívá při řešení soustavy rovnic (6.4).

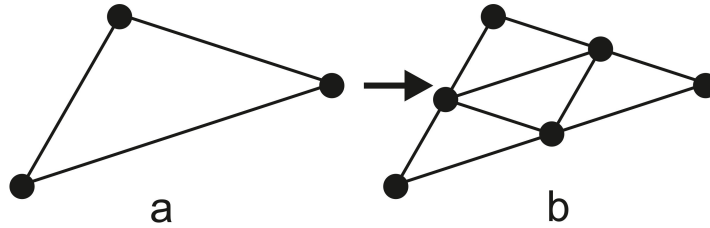
Balík ANSYS Electromagnetic suite využívá k diskretizaci trojdimenzionální oblasti čtyřstěny (Obr. 6.6) a aproximační polynom 2. řádu [62]. Aproximační polynom 2. řádu pro aproximaci funkce φ má tvar

$$\varphi = a_0 + a_1x + a_2y + a_3z + a_4x^2 + a_5y^2 + a_6z^2 + a_7xy + a_8xz + a_9yz.\tag{6.5}$$



Obr. 6.6: Čtyřstěn používaný pro diskretizaci 3D oblasti s vyznačenými uzly pro aproximaci polynomem 2. řádu.

Diskretizační síť v balíku ANSYS Electromagnetic Suite je optimalizována pomocí h -adaptivity [62]. Ta spočívá ve zjemňování sítě v oblastech, kde velikost chyby přeroste maximální přípustnou mez [63]. V takové oblasti jsou elementy rozděleny na větší počet elementů s menší velikostí, jak naznačuje Obr. 6.7.



Obr. 6.7: Rozdělení elementu na čtyři elementy menší velikosti.

Diskretizační síť může uživatel upravit vytvořením rozhraní uvnitř oblasti, ve které by bylo nutné síť zjemnit. Já jsem této techniky využil pro vytvoření dvou rozhraní v částech modelu, jež reprezentovaly měděné prvky. Důvodem byla hloubka vniku v těchto oblastech rovná přibližně $50 \mu\text{m}$. První rozhraní jsem vytvořil v tloušťce rovné polovině hloubky vniku a druhé v tloušťce rovné hloubce vniku, což zajistilo dostatečně jemnou síť v této oblasti bez potřeby více adaptivních kroků.

ANSYS Electromagnetic Suite využívá k řešení soustavy rovnic Gaussovu eliminační metodu pro řídké matice nebo metodu ICCG (Incomplete Choleski Conjugate Gradient), která využívá metodu sdružených gradientů s předpodmíněním metodou neúplného Choleského rozkladu [62]. Běžně ANSYS Electromagnetic řeší soustavy rovnic Gaussovou eliminační metodu pro řídké matice, ICCG je nasazována jen ve speciálních případech.

6.2 Použitý matematický model

Při řešení daného problému vycházím z makroskopické teorie elektromagnetického pole, které popisují vektory intenzity elektrického pole \mathbf{E} , magnetické indukce \mathbf{B} , elektrické indukce \mathbf{D} a intenzity magnetického pole \mathbf{H} . První dvě zmíněné veličiny jsou tzv. primární vektory pole a druhé dva pomocné vektory, jež zahrnují i reakci materiálu na přítomnost elektromagnetického pole.

Obecně jsou tyto veličiny funkcí polohového vektoru \mathbf{r} a času t , lze je tedy vyjádřit jako $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$, $\mathbf{B}(\mathbf{r}, t)$, $\mathbf{D}(\mathbf{r}, t)$ a $\mathbf{H}(\mathbf{r}, t)$. Makroskopické chování elektromagnetického pole popisuje soustava Maxwellových rovnic v integrálním tvaru ve formě

$$\oint_c \mathbf{H} \, d\mathbf{l} = I + \frac{d\Psi}{dt}, \quad (6.6)$$

kde \mathbf{H} označuje vektor intenzity magnetického pole, I reprezentuje elektrický proud a zlomek $d\Psi/dt$ vyjadřuje hustotu posuvného proudu [64].

$$\oint_c \mathbf{E} \, d\mathbf{l} = -\frac{d\Phi}{dt}, \quad (6.7)$$

kde \mathbf{E} je vektor intenzity elektrického pole a zlomek $d\Phi/dt$ vyjadřuje indukované napětí [65].

$$\oint_S \mathbf{D} \, d\mathbf{S} = Q, \quad (6.8)$$

kde \mathbf{D} značí vektor elektrické indukce a Q je elektrický náboj.

$$\oint_S \mathbf{B} \, d\mathbf{S} = 0, \quad (6.9)$$

kde \mathbf{B} označuje vektor magnetické indukce.

Aplikováním Stokesovy věty na rovnice (6.6) a (6.7) a Gaussovy věty [66] na rovnice (6.8) a (6.9) získáme soustavu Maxwellových rovnic v diferenciálním tvaru

$$\text{rot } \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t}, \quad (6.10)$$

$$\text{rot } \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (6.11)$$

$$\text{div } \mathbf{D} = \rho, \quad (6.12)$$

$$\text{div } \mathbf{B} = 0, \quad (6.13)$$

kde \mathbf{J} reprezentuje vektor proudové hustoty a ρ je objemová hustota elektrického náboje.

Rozhraní oddělující různá prostředí nepatří mezi regulární body pole. Pro tyto body je nutné popsat elektromagnetické pole podmínkami na rozhraní.

Pro harmonicky proměnné vektorové veličiny elektromagnetického pole, můžeme soustavu rovnic přepsat do tvaru vyjádřeného fázory

$$\text{rot } \underline{\mathbf{H}} = \underline{\mathbf{J}} + j\omega \underline{\mathbf{D}}, \quad (6.14)$$

$$\text{rot } \underline{\mathbf{E}} = -j\omega \underline{\mathbf{B}}, \quad (6.15)$$

$$\text{div } \underline{\mathbf{D}} = \underline{\rho}, \quad (6.16)$$

$$\text{div } \underline{\mathbf{B}} = 0, \quad (6.17)$$

kde ω je úhlová frekvence ($\omega = 2\pi f$) a f je frekvence.

Uvažujeme-li homogenní izotropní prostředí a slabé magnetické, popř. elektrické pole, můžeme vztahy mezi veličinami zapsat jako

$$\underline{\mathbf{B}} = \mu \underline{\mathbf{H}}, \quad (6.18)$$

$$\underline{\mathbf{D}} = \varepsilon \underline{\mathbf{E}}, \quad (6.19)$$

$$\underline{\mathbf{J}} = \gamma \underline{\mathbf{E}}, \quad (6.20)$$

kde $\mu = \mu_0 \mu_r$ je permeabilita, $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$ znační permitivitu a γ je elektrická konduktivita.

Aplikací vztahů (6.19) a (6.20) na rovnici (6.14) a její následnou úpravou získáme

$$\text{rot } \underline{\mathbf{H}} = (\gamma + j\omega\varepsilon) \underline{\mathbf{E}}. \quad (6.21)$$

Převedení závorky obsahující materiálové parametry na levou stranu a aplikace operátoru rotace vede na

$$\text{rot } \frac{1}{(\gamma + j\omega\varepsilon)} \text{rot } \underline{\mathbf{H}} = \text{rot } \underline{\mathbf{E}}. \quad (6.22)$$

Za výraz na pravé straně (6.22) dosadíme z (6.15) a upravíme dle (6.18). Získáme tak rovnici popisující elektromagnetické pole pomocí intenzity magnetického pole $\underline{\mathbf{H}}$ ve formě

$$\text{rot } \frac{1}{(\gamma + j\omega\varepsilon)} \text{rot } \underline{\mathbf{H}} = -j\omega\mu \underline{\mathbf{H}}. \quad (6.23)$$

Tato rovnice se nazývá Helmholtzova [67]. Jejím řešením získáme rozložení fázoru intenzity magnetického pole $\underline{\mathbf{H}}$ v čase a prostoru definiční oblasti.

Pro řešení časově proměnných magnetických polí s trojdimenzionální geometrií využívá balík ANSYS Electromagnetic Suite právě rovnici (6.23) [68].

Jak již bylo zmíněno výše, při použití veličin pole $\underline{\mathbf{H}}$, $\underline{\mathbf{B}}$, $\underline{\mathbf{E}}$ nebo $\underline{\mathbf{D}}$ namísto potenciálů, je nutné zahrnout do výpočtu i podmínky na rozhraní různých prostředí. Podmínky na rozhraní pro intenzitu magnetického pole získáme z (6.6) pro tečnou složku vektoru $\underline{\mathbf{H}}$ ve tvaru

$$\text{rot } \underline{\mathbf{H}} = \underline{\mathbf{K}}_0, \quad (6.24)$$

kde $\underline{\mathbf{K}}_0$ značí hustotu plošného proudu. Ten je při konečných vodivostech obou prostředí roven nule [69], proto lze psát

$$H_{2t} = H_{1t}. \quad (6.25)$$

Pro normálovou složku vektoru intenzity magnetického pole $\underline{\mathbf{H}}$ obdržíme podmínku na rozhraní z (6.9) ve formě

$$\text{div } \underline{\mathbf{B}} = 0. \quad (6.26)$$

To lze zapsat jako $B_{2n} - B_{1n} = 0$, což lze upravit s využitím (6.18) do tvaru

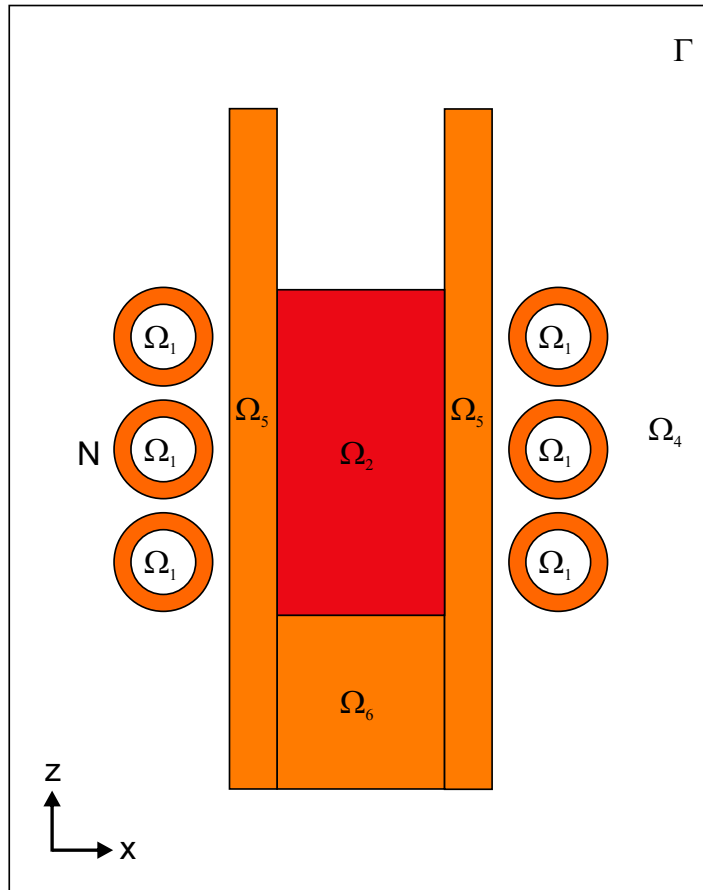
$$\mu_2 H_{2n} = \mu_1 H_{1n}. \quad (6.27)$$

Rovněž je nutné na vnější hranici Γ řešené oblasti Ω definovat okrajovou podmínku. Ta byla stanovena na základě fyzikálního chování elektromagnetického pole a v tomto případě se jedná o nulovou Neumannovu okrajovou podmínku pro vektor intenzity magnetického pole ve tvaru

$$\frac{\partial \underline{\mathbf{H}}}{\partial \mathbf{n}} (\Gamma, t) = 0, \quad (6.28)$$

kde \mathbf{n} je jednotkový vektor ve směru vnější normály.

Pro tento případ je uvažována nulová počáteční podmínka, tedy $\underline{\mathbf{H}}(t=0) = 0$.



Obr. 6.8: Schématicky naznačená indukční pec se segmentovým studeným kelímkem (Ω_5 – segmenty studeného kelímku) včetně induktoru (Ω_1 – trubice induktoru + chladicí médium) s N závity, dna (Ω_6) a vsázky (Ω_2). Okolí modelu (Ω_4) omezuje vnější hranice (Γ).

6.3 Návrh experimentálního uspořádání pomocí matematického modelu

Matematického modelování je v této práci využito pro návrh uspořádání experimentálního zařízení. Pro přehlednost omezím návrh pouze na počet závitů induktoru, aby bylo dosaženo požadovaných parametrů během experimentů. Obecně je však možné matematického modelování využít i pro stanovení ostatních parametrů jako jsou velikost studeného kelímku, velikost mezery mezi závity induktoru atd.

Požadované parametry systému jsou uvedeny v Tab. 6.1. Zmíněný rozsah indukčnosti L_I je dán kapacitou kondenzátorové baterie a rozsahem pracovní frekvence generátoru, který je $f = 1,5 - 2,0$ MHz. Požadovaná hodnota Jouleových ztrát v tavenině P_m vychází z výpočtu předpokládaného potřebného tepla pro dosažení teploty, při níž má měření probíhat. Maximální hodnota napětí na induktoru U_I je dána maximálním napětím generátoru. Ve výpočtu je uvažována tavenina ve složení Z60 a měděný studený kelímek i induktor.

Tab. 6.1: Požadované parametry pro experiment

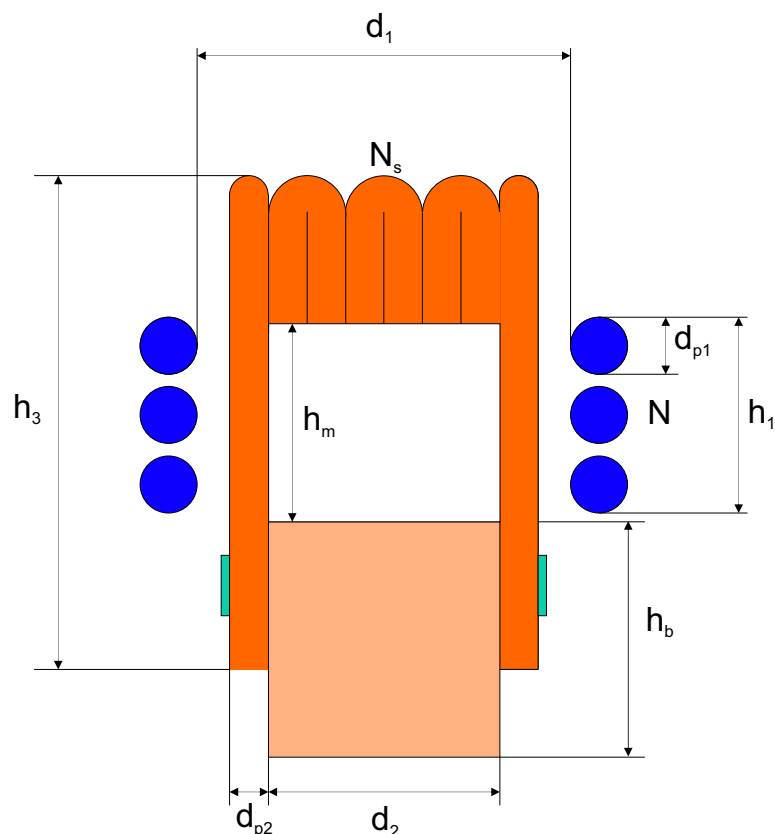
Veličina	Požadovaná hodnota	Poznámka
P_m (kW)	16,5	minimální požadovaná hodnota
L_I (μH)	1,4 – 2,3	rozmezí pro zajištění rezonance
U_I (V)	6600	maximální napětí na induktoru

Geometrické uspořádání je znázorněno na Obr. 6.9 a odpovídající rozměry jsou uvedeny v Tab. 6.2.

Rezistivita směsi byla odhadnuta z důvodu nedostatku dat o fyzikálních vlastnostech oxidů a jejich směsích při vysokých teplotách. Při odhadu jsem vycházel z velikosti rezistivity $\rho = 0,01 \Omega \cdot \text{m}$ pro Al_2O_3 při teplotě 2200°C [70]. Při této teplotě je ZrO_2 stále v pevné fázi, použil jsem proto pro výpočet velikost rezistivity $\rho = 0,001 \Omega \cdot \text{m}$ odpovídající teplotě 2710°C [28], což je teplota tání ZrO_2 [4]. Pro získání orientační hodnoty rezistivity směsi jsem použil přepočtení přes molární zastoupení jednotlivých složek ve směsi Z60.

Vertikální řez geometrií řešeného problému v software ANSYS Electromagnetic Suite je vyobrazen na Obr. 6.11. Tvar a rozměry taveniny a skull vrstvy byly použity dle zkušeností z předchozích experimentů, reálný tvar je vyobrazen na Obr. 6.10. Skull vrstva má bílou barvu a fialovou barvu má materiál, který byl během experimentu v kapalně fázi. Jeho obarvení bylo docíleno přidáním Cr_2O_3 , přičemž nedošlo k promíchání Cr_2O_3 se skull vrstvou v pevné fázi.

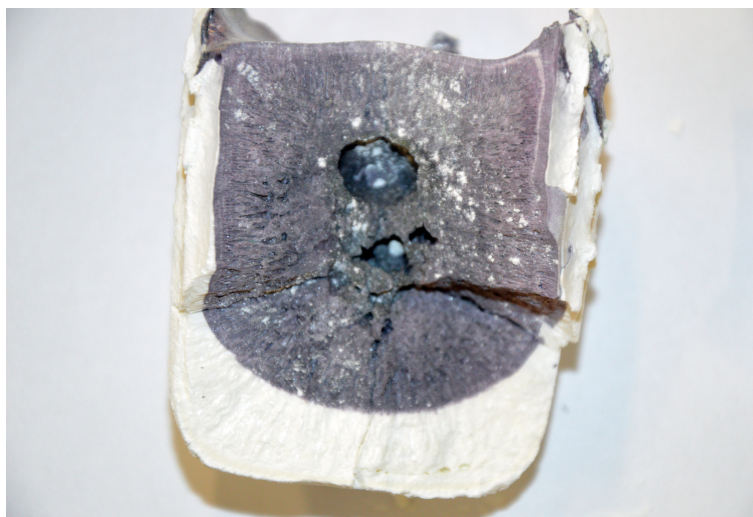
Dále je pro korektní řešení nutné stanovit vzdálenost d vnější hranice, na níž bude stanovena okrajová podmínka, od modelu tak, aby nedošlo k ovlivnění výsledků. Průběh závislosti Jouleových ztrát v tavenině P_m , v induktoru P_{ind} a ve studeném kelímku P_{cc} na vzdálenosti hranice od modelu je vyobrazeno na Obr. 6.12. Totéž pro Jouleovy ztráty ve všech prvcích modelu v součtu je znázorněno na Obr. 6.13. Tento výpočet byl proveden pro induktor se čtyřmi závity. Pro všechny výpočty byla zvolena jako ukončovací podmínka chyba energie i rozdíl energie mezi dvěma po sobě jdoucími kroky nižší než 1 %, s minimálním počtem kroků 2 a maximálním 20.



Obr. 6.9: Řez modelem studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 6.2.

Tab. 6.2: Rozměry modelu a použité materiálové parametry.

Označení	Požadovaná hodnota	Poznámka
Induktor		
d_1 (mm)	110	vnitřní průměr induktoru
d_{p1} (mm)	10	průměr trubice induktoru
h_1 (mm)	50	výška induktoru
N (-)	2 – 4	počet závitů
ρ_{Cu} ($\Omega \cdot m$)	$1,83 \cdot 10^{-8}$	rezistivita mědi [39]
Studený kelímek a tavenina		
N_s (-)	10	počet sekcí studeného kelímku
d_2 (mm)	57	vnitřní průměr studeného kelímku
d_{p2} (mm)	10	průměr trubice studeného kelímku
h_3 (mm)	310	výška segmentů studeného kelímku
h_b (mm)	125	výška dna studeného kelímku
h_m (mm)	45	výška taveniny bez skull vrstvy
ρ_{Cu} ($\Omega \cdot m$)	$1,83 \cdot 10^{-8}$	rezistivita mědi [39]
ρ_m ($\Omega \cdot m$)	0,004	rezistivita taveniny S60



Obr. 6.10: Reálný tvar taveniny a skull vrstvy.

Při výpočtu závislosti Jouleových ztrát na vzdálenosti hranice od modelu byla zaznamenávána i doba t_c potřebná pro výpočet. Závislost doby výpočtu t_c na vzdálenosti vnější hranice od modelu je zobrazena na Obr. 6.14.

Na základě informací získaných z výše uvedených výpočtů byla stanovena vzdálenost vnější hranice od modelu na 1000 mm. V této vzdálenosti nedochází k ovlivnění výsledků výpočtu umístěním hranice s okrajovou podmínkou a zároveň je výpočet nejméně časově náročný.

Ještě před výpočtem byla samostatně spočtena impedance pásového vedení. K tomuto řešení mě vedla snaha o zjednodušení modelu v software ANSYS Electromagnetic Suite. Vzhledem k rozměrům pásového vedení by se v numerickém výpočtu výrazně zvýšil počet elementů v modelu, což by vedlo ke značnému nárůstu doby potřebné na výpočet. Zároveň by měla být uvažována impedance pásového vedení, ale není to zásadní parametr systému. Pásové vedení sestává ze dvou pásů (jeden na každé straně induktoru) a délka jednoho pásu je $l = 590$ m, výška pásu $h = 150$ mm, mezera mezi pásy $\delta = 50$ mm, tloušťka pásu $d = 3$ mm, rezistivita materiálu pásu $\rho_{Cu} = 1,83 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ a frekvence $f = 1,8$ MHz.

Odpor pásového vedení získáme ze vztahu

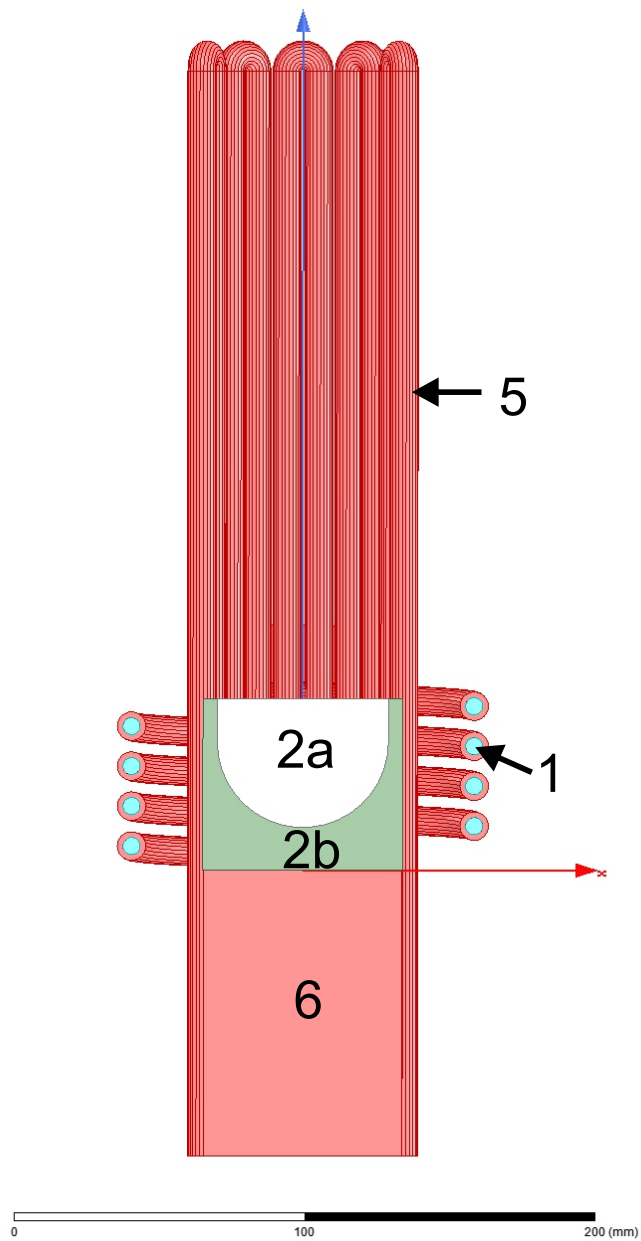
$$R_{bb} = \frac{\rho_{Cu} 2l}{ah} \varphi \left(\frac{2d}{a} \right) = \frac{\rho_{Cu} 2l}{ah} \frac{(\sinh \frac{2d}{a} + \sin \frac{2d}{a})}{(\cosh \frac{2d}{a} - \cos \frac{2d}{a})}. \quad (6.29)$$

Reaktance pásového vedení lze vypočítat z

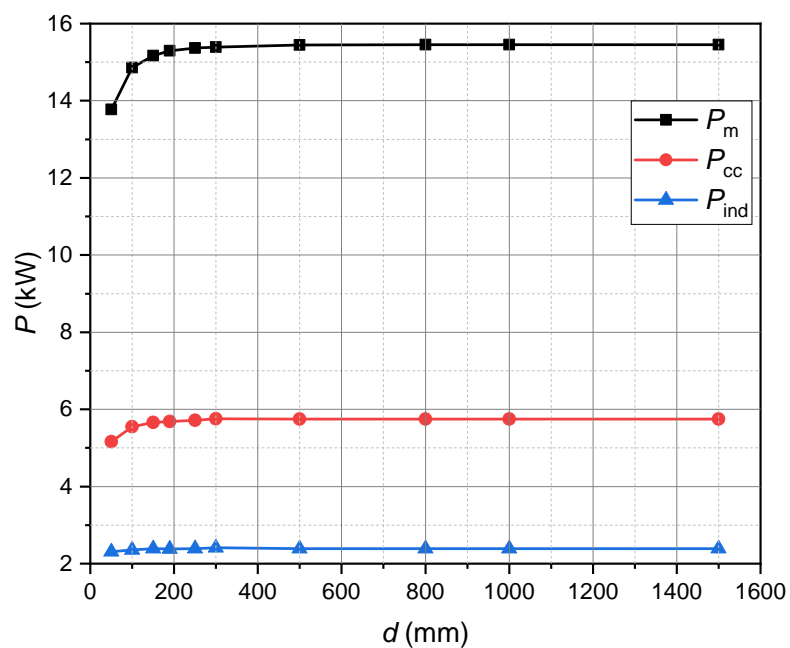
$$X_{bb} = \frac{\rho_{Cu} 2l}{ah} \psi \left(\frac{2d}{a} \right) + \omega \mu_0 \mu_r \frac{l \delta}{h} = \frac{\rho_{Cu} 2l}{ah} \frac{(\sinh \frac{2d}{a} - \sin \frac{2d}{a})}{(\cosh \frac{2d}{a} - \cos \frac{2d}{a})} + \omega \mu_0 \mu_r \frac{l \delta}{h}, \quad (6.30)$$

kde první člen reprezentuje vlastní reaktanci pásového vedení a druhý člen reaktanci mezery mezi pásy [71]. Hloubka vniku a lze vyjádřit jako

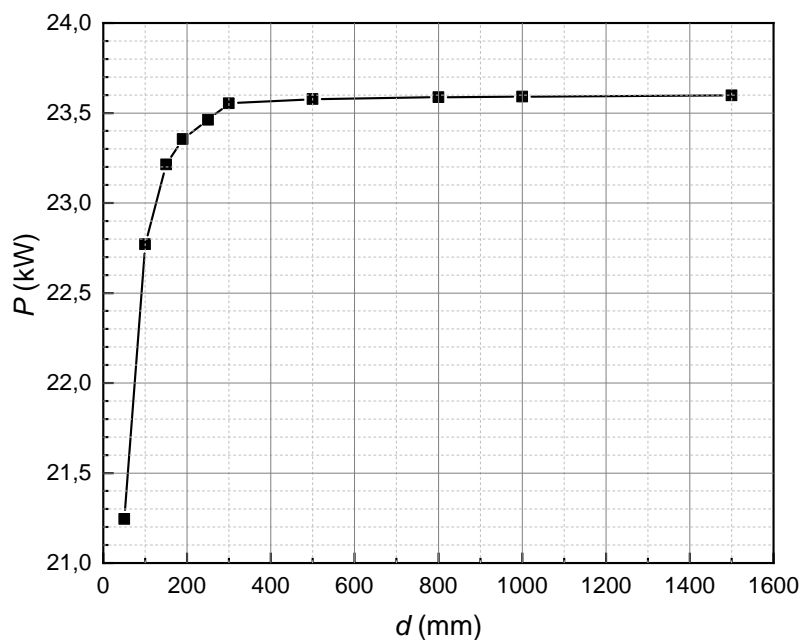
$$a = \sqrt{\frac{2\rho_{Cu}}{2\pi f \mu_0 \mu_r}}. \quad (6.31)$$



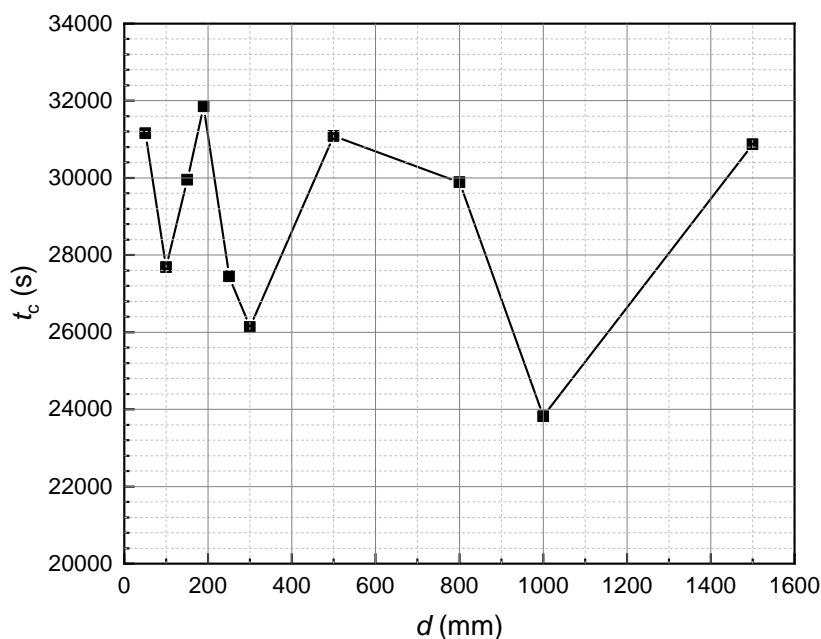
Obr. 6.11: Vertikální řez geometrií řešeného uspořádání. 1 – induktor, 2a – tavenina, 2b – skull vrstva, 5 – segmenty studeného kelímku, 6 – dno studeného kelímku.



Obr. 6.12: Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m , ve studeném kelímku P_{cc} a v induktoru P_{ind} na vzdálenosti vnější hranice od modelu d .



Obr. 6.13: Závislost Jouleových ztrát v celém modelu na vzdálenosti vnější hranice od modelu d .



Obr. 6.14: Závislost doby řešení t_c na vzdálenosti vnější hranice od modelu d .

Vzhledem k velké hodnotě argumentu funkcí $\varphi\left(\frac{2d}{a}\right)$ a $\psi\left(\frac{2d}{a}\right)$ vychází velikosti obou funkcí rovné 1. Lze tedy vztahy upravit do tvaru

$$R_{bb} = \frac{\rho_{Cu}2l}{ah}, \quad (6.32)$$

z

$$X_{bb} = \frac{\rho_{Cu}2l}{ah} + \omega\mu_0\mu_r \frac{l\delta}{h}. \quad (6.33)$$

Indukčnost pásového vedení lze vyčíslit z jeho reaktance jako

$$L_{bb} = \frac{X_{bb}}{2\pi f}. \quad (6.34)$$

Z výše uvedeného vychází elektrický odpor pásového vedení $2,8\text{ m}\Omega$ a jeho reaktance $2,8\Omega$, což odpovídá indukčnosti $0,25\text{ }\mu\text{H}$ při frekvenci $f = 1,8\text{ MHz}$.

Porovnání výsledků jednotlivých variant výpočtů s různým počtem závitů je uvedeno v Tab. 6.3. Ve výpočtu byla rovněž použita frekvence $f = 1,8\text{ MHz}$.

Tab. 6.3: Výsledky matematického modelu odpovídající jednotlivým variantám induktoru.

N (-)	P_m (kW)	P_{cc} (kW)	P_{ind} (kW)	U_I (V)	L_I (μH) ¹
2	85,92	31,63	19,79	6600	0,72
3	55,84	20,14	9,08	6600	1,12
4	34,71	12,48	5,45	6600	1,69

Z výsledků je patrné, že pro splnění požadovaných parametrů systému je nutné použít induktor se čtyřmi závity. Takový induktor je uvažován v dalších výpočtech.

Stejným způsobem jsem provedl výpočet pro test indukčního systému bez taveniny, protože se dá předpokládat změna parametrů systému v průběhu experimentu, kdy při startovací fázi je vsázka elektricky nevodivá a se změnou objemu roztaveného materiálu bude docházet ke změně elektrického odporu a indukčnosti taveniny. Rovněž bude tyto parametry ovlivňovat poloha studeného kelímku vůči induktoru, kde na ně bude mít vliv vzdálenost dna studeného kelímku od induktoru. Výsledky jsou prezentovány v souhrnné tabulce Tab. 6.4 na konci této části.

Dalším krokem bylo určit závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m na napětí induktoru U_I a proudu induktorem I_I . Tyto závislosti jsou vyobrazeny na Obr. 6.15 a Obr. 6.16. Ze závislostí je patrné, že pro získání požadované velikosti Jouleových ztrát v tavenině $P_m = 16,5 \text{ kW}$ nebude potřeba napětí induktoru vyšší než $U_I = 4550 \text{ V}$. Je však nutné vzít v úvahu, že se výsledky z výpočtu nemusí shodovat s experimentem, jelikož rezistivita taveniny ρ_2 není známá a byla odhadnuta na základě znalosti rezistivit složek taveniny. I tyto hodnoty je nutné brát s rezervou, jelikož rezistivita se výrazně mění v závislosti na čistotě vstupních materiálů. Nicméně, požadovaná velikost Jouleových ztrát v tavenině by měla být dosažena při napětí induktoru rovnému přibližně dvou třetin maximální hodnoty, proto by neměl být problém daného výkonu v tavenině dosáhnout.

Pro verifikaci získaných hodnot jsem před experimentem provedl měření indukčnosti induktoru pomocí RLC metru IET Labs 7600 Plus. Porovnání hodnot získaných z matematického modelu, měření na RLC metru a experimentu I05 je provedeno v Tab. 6.4 na konci této části. Indukčnost určenou během experimentu jsem stanovil na základě znalosti kapacity kondenzátorové baterie C a měření rezonanční frekvence f .

Rozložení magnetické indukce \mathbf{B} , proudové hustoty \mathbf{J} , hustoty Jouleových ztrát p_m a objemové hustoty Lorentzovy síly \mathbf{F}_L v tavenině je patrné z Obr. 6.17 – Obr. 6.27. Tyto obrázky byly získány pro $U_I = 4406,8 \text{ V}$, to odpovídá $I_I = 269,4 \text{ A}$.

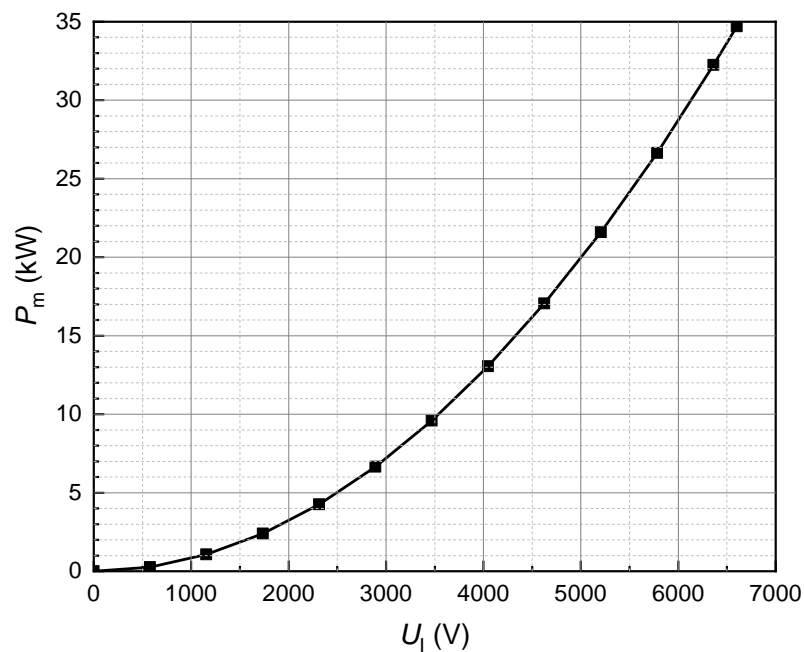
Na Obr. 6.17 a Obr. 6.19 je znázorněno rozložení modulu magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině při vertikálním a horizontálním řezu. Z obou obrázků je patrné, že rozložení není zcela symetrické podle osy z , to je způsobeno vlivem provedení navinutí induktoru v modelu a vlivem studeného kelímku na rozložení magnetické indukce v tavenině. Tento vliv je zřejmý z Obr. 6.18.

Obr. 6.20 a Obr. 6.21 vyobrazují rozložení modulu proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině při vertikálním a horizontálním řezu. I z těchto obrázků je patrná výše zmíněná nesymetrie.

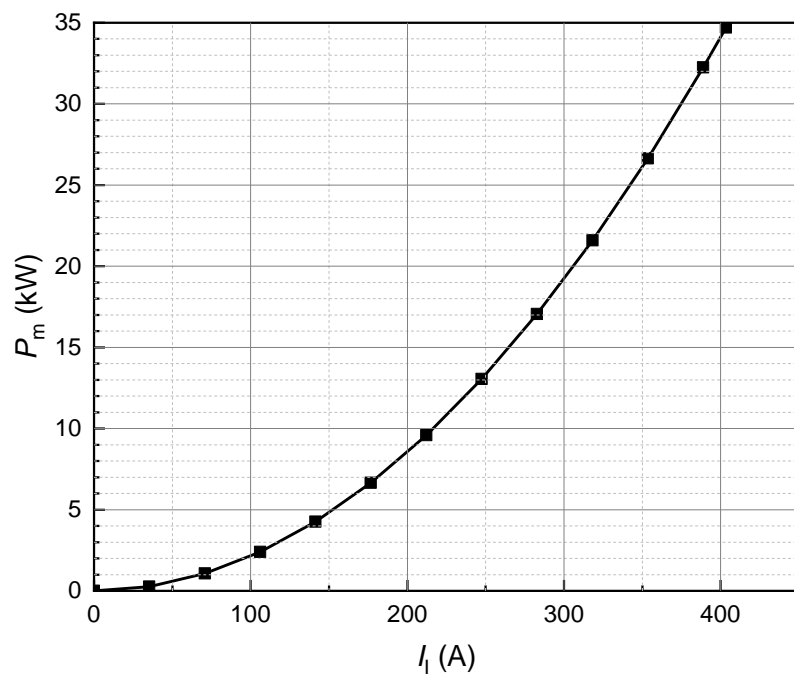
Obr. 6.22, Obr. 6.23 a Obr. 6.24 znázorňují rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině při vertikálním a horizontálním řezu bez skull vrstvy a vertikální řez taveninou včetně skull vrstvy. Z Obr. 6.24 je zřejmé, že v modelu byla oblast skull vrstvy realizována materiálem s nízkou konduktivitou a v této vrstvě nedochází ke vzniku Jouleových ztrát.

Na Obr. 6.25 je vyobrazeno rozložení reálné části vektorů magnetické indukce \mathbf{B} a na Obr. 6.26 reálná část vektorů proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině. Obr. 6.27 znázorňuje rozložení hustoty Lorentzovy síly \mathbf{F}_L v tavenině.

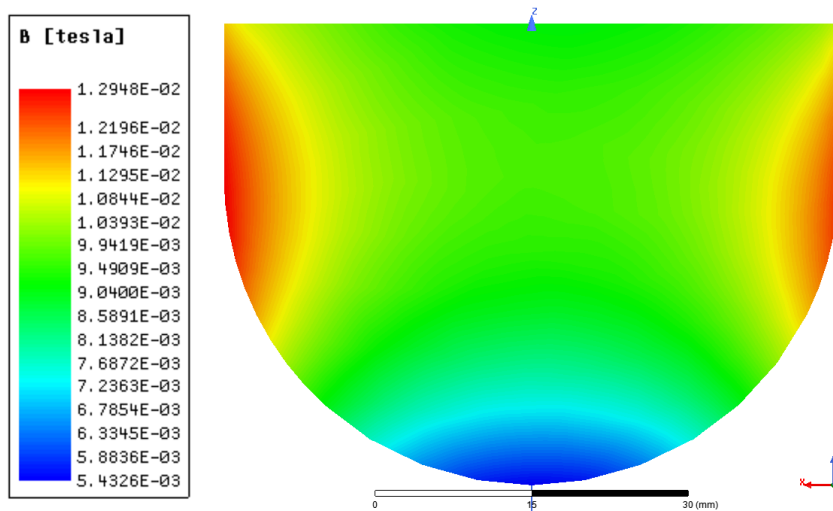
¹ L_I zahrnuje indukčnost induktoru, pásového vedení, studeného kelímku a taveniny.



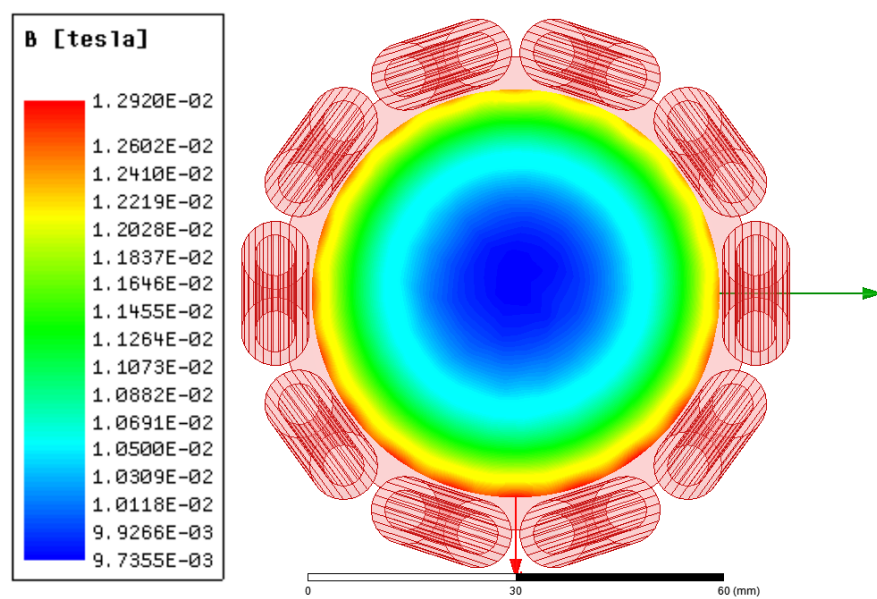
Obr. 6.15: Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m na napětí induktoru U_I při použití induktoru se čtyřmi závity.



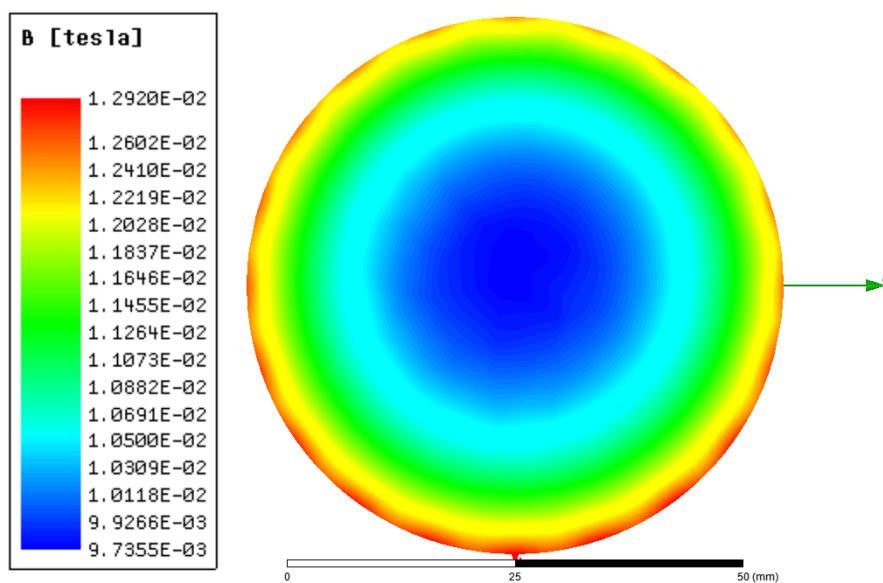
Obr. 6.16: Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m na proudu induktorem I_I při použití induktoru se čtyřmi závity.



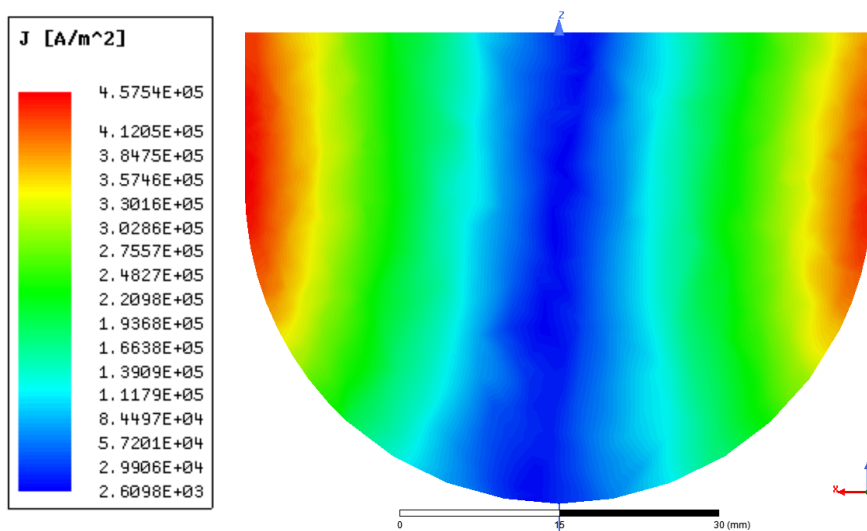
Obr. 6.17: Rozložení modulu magnetické indukce B v tavenině; vertikální řez.



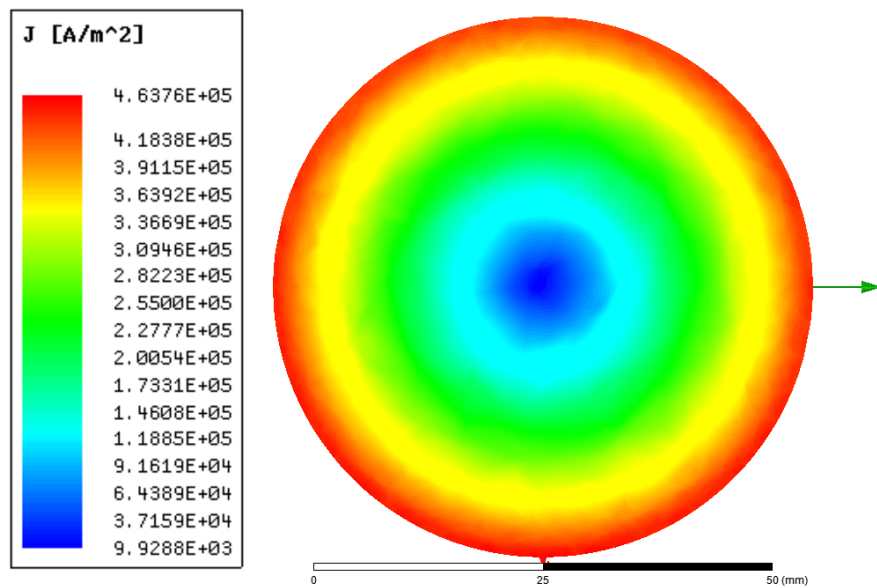
Obr. 6.18: Rozložení modulu magnetické indukce B v tavenině; horizontální řez. Znázorněno umístění segmentů studeného kelímku.



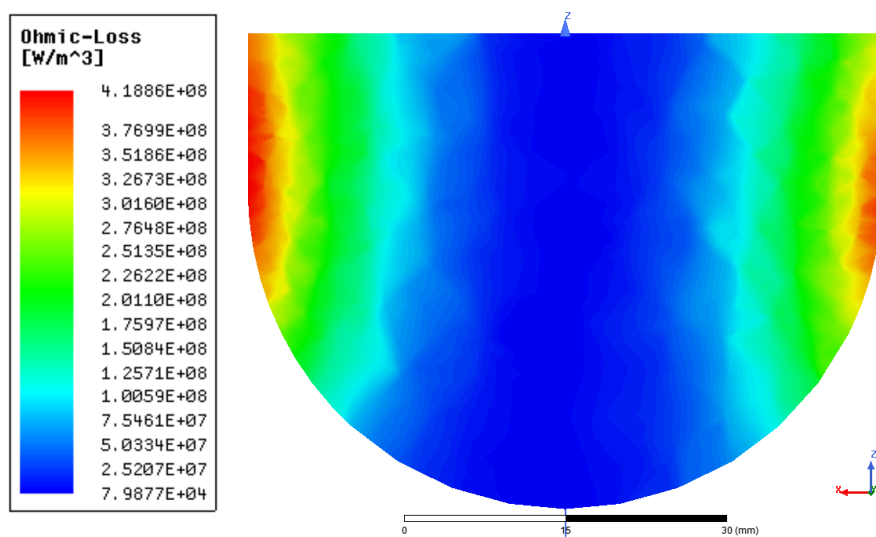
Obr. 6.19: Rozložení modulu magnetické indukce B v tavenině; horizontální řez.



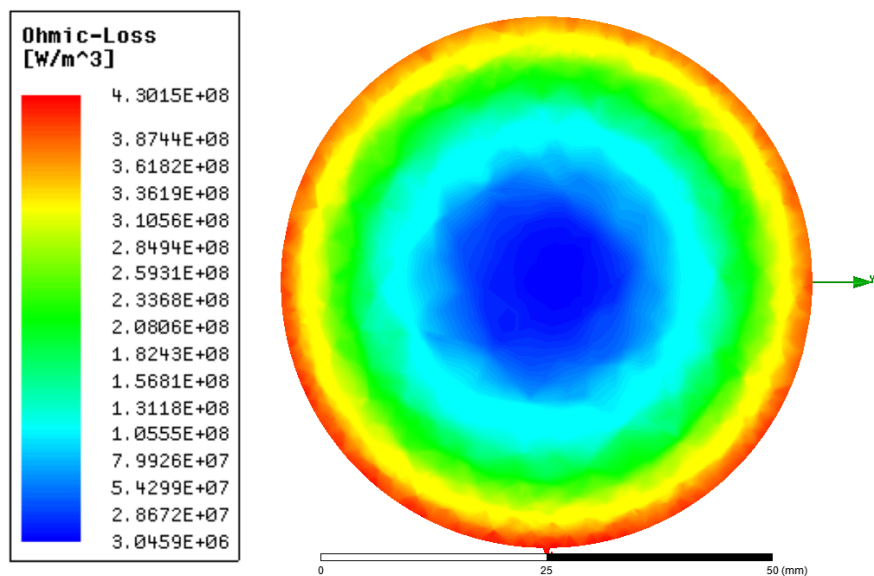
Obr. 6.20: Rozložení modulu proudové hustoty J v tavenině; vertikální řez.



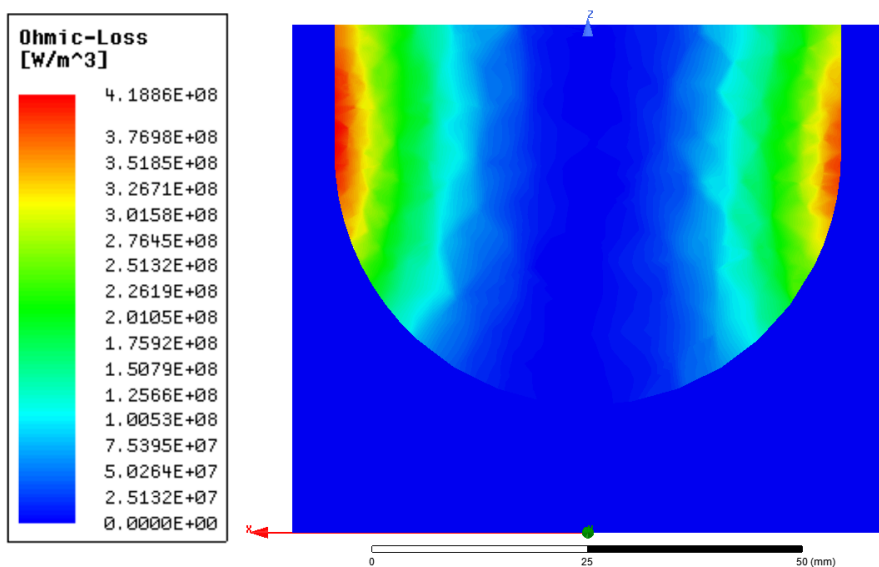
Obr. 6.21: Rozložení modulu proudové hustoty J v tavenině; horizontální řez.



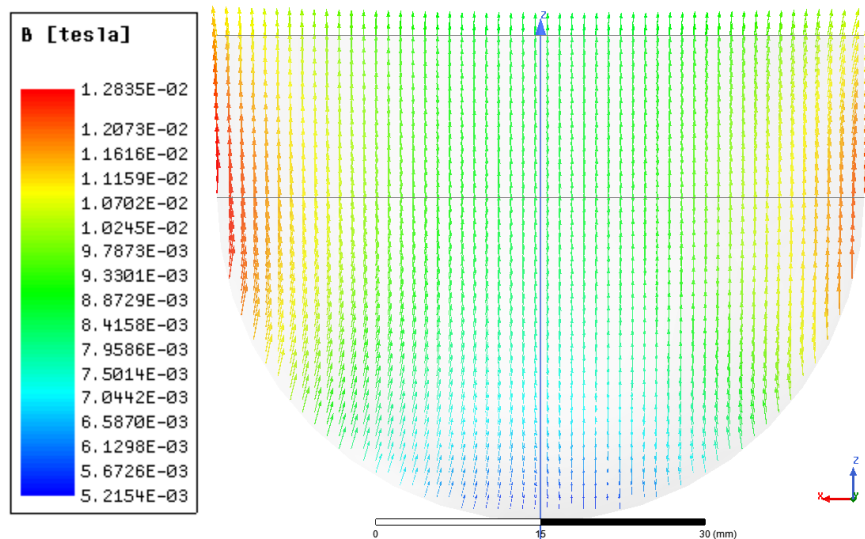
Obr. 6.22: Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině; vertikální řez.



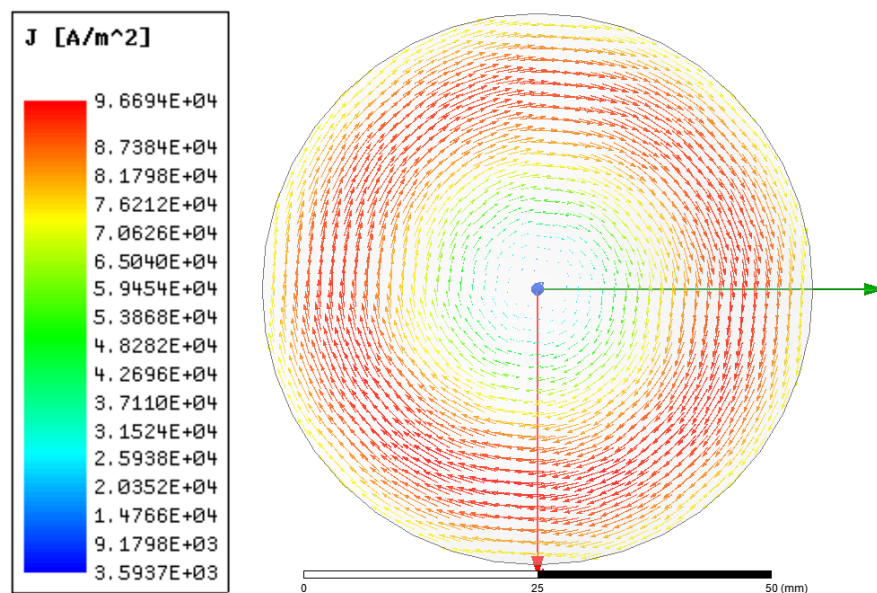
Obr. 6.23: Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině; horizontální řez.



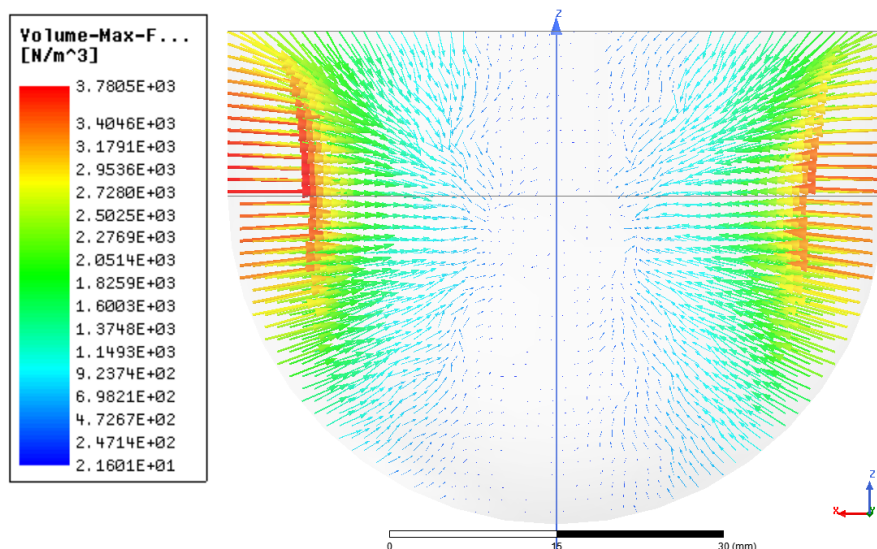
Obr. 6.24: Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině se skull vrstvou; vertikální řez.



Obr. 6.25: Rozložení reálné části vektorů magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině; vertikální řez.

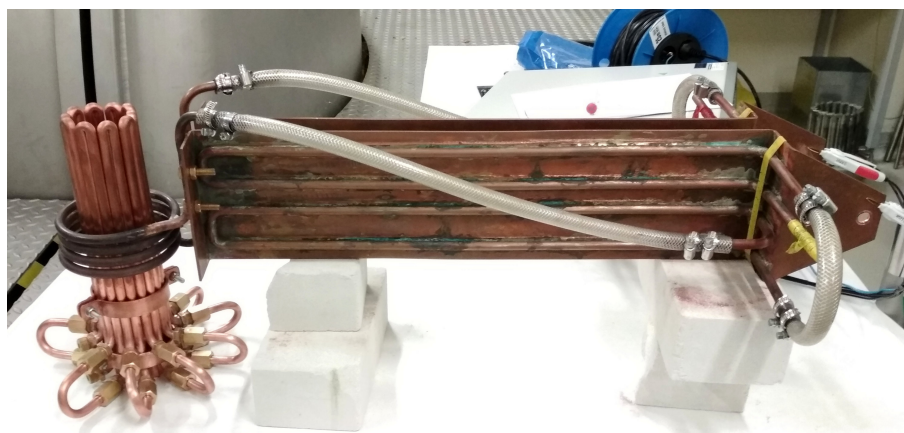


Obr. 6.26: Rozložení reálné části vektorů proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině; horizontální řez.



Obr. 6.27: Rozložení hustoty Lorentzovy síly \mathbf{F}_L v tavenině; vertikální řez.

Fotografie na Obr. 6.28 zachycuje měření indukčnosti induktoru s pásovým vedením a studeným kelímkem pomocí RLC metru.



Obr. 6.28: Měření indukčnosti induktoru s pásovým vedením a studeným kelímkem RLC metrem.

V Tab. 6.4 jsou porovnány indukčnost induktoru L_{ind} , indukčnost induktoru s pásovým vedením $L_{ind,bb}$, indukčnost induktoru s pásovým vedením a studeným kelímkem $L_{ind,bb,cc}$ a indukčnost induktoru s pásovým vedením, studeným kelímkem a taveninou L_I získané numerickým řešením matematického modelu (indukčnost pásového vedení byla získána analytickým výpočtem), měřením pomocí RLC metru a z experimentu I05. Rovněž byly porovnány ztráty v induktoru a pásovém vedení $P_{ind,bb}$ a ve studeném kelímku P_{cc} . Ztráty ve studeném kelímku P_{cc} jsem měřil během testování indukčního systému s prázdným studeným kelímkem pro proud odpovídající matematickému modelu. Taktéž byl porovnán výkon v tavenině P_m z experimentu samotného s výkonem získaným řešením matematického modelu.

Tab. 6.4: Porovnání výsledků získaných z matematického modelu, měření RLC metrem a experimentu I05.

–	model	RLC metr	experiment I05
$L_{\text{ind}} (\mu\text{H})$	1,809	1,689	–
$L_{\text{ind,bb}} (\mu\text{H})$	2,059	2,045	–
$L_{\text{ind,bb,cc}} (\mu\text{H})$	1,701	1,772	1,787
$L_{\text{I}} (\mu\text{H})$	1,696	–	1,786
$P_{\text{m}} (\text{kW})$	14,5	–	15,7
$P_{\text{ind,bb}} (\text{kW})$	2,5	–	2
$P_{\text{cc}} (\text{kW})$	5,2	–	4,2

7

Experimenty

V rámci práce jsem prováděl dva druhy experimentů. První sada zahrnovala 16 experimentů se směsí Al_2O_3 a ZrO_2 v různých poměrech a sloužila ke stanovení teploty likvidu dané směsi, její hustoty a tloušťky skelné vrstvy v závislosti na teplotě taveniny. Druhá sada experimentů sloužila k měření hustoty tepelného toku z taveniny do kalorimetru.

Vzhledem k tomu, že první sada obsahuje 16 experimentů, jejichž postup se lišil jen v detailech, je průběh tohoto typu experimentů popsán v části 7.1.1. Rozdíly oproti popsanému postupu jsou zmíněny u každého experimentu. Pokud během experimentu došlo k neočekávaným okolnostem, jsou také popsány u každého experimentu.

Druhá sada sestává z dvou experimentů a jejich popis je proveden separátně v části 7.2.1.

7.1 Experimenty I01–I16

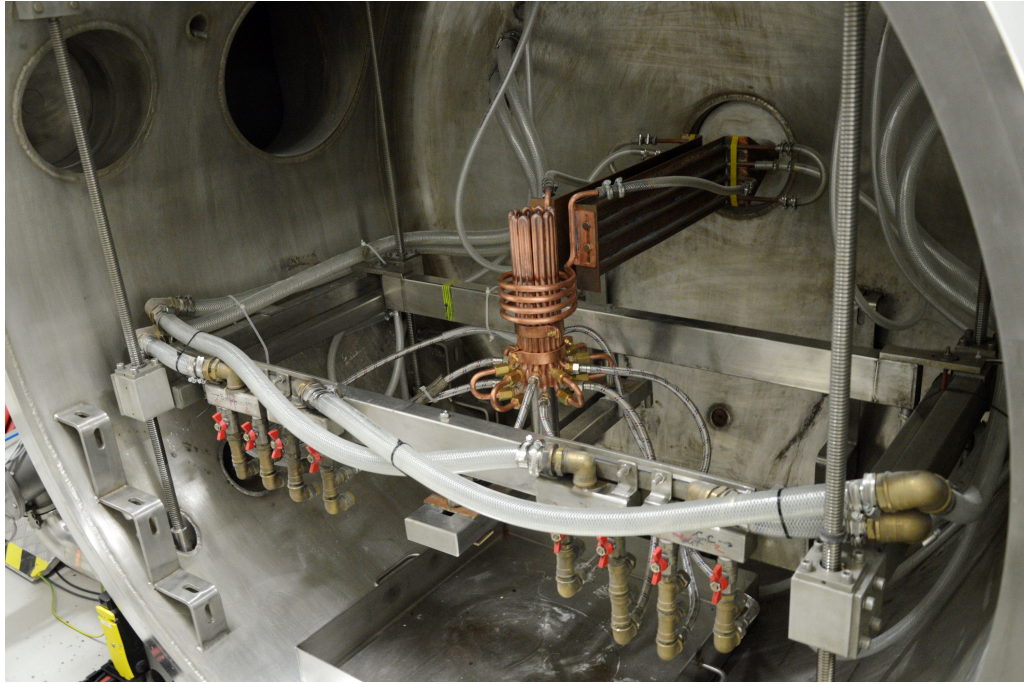
7.1.1 Metodika experimentů I01–I16

Pohled do pracovní komory před experimentem I05 je zachycen na Obr. 7.1.

Geometrie studeného kelímku s induktorem použitá pro experimenty I01–I16 je znázorněna na Obr. 7.2 s odpovídajícími rozměry v Tab. 7.2.

Před každým experimentem samotným jsem provedl test indukčního systému bez taveniny pro ověření jeho funkčnosti a stanovení elektrického odporu prázdného studeného kelímku, jak je popsáno detailně v části 3.1.2. Všechny experimenty byly vykonány na vzduchu, bez použití inertní atmosféry nebo vakua.

Následovalo naplnění kelímku práškovou směsí oxidů, vložení startovacího materiálu do prášku a nastavení startovací polohy studeného kelímku vůči induktoru. Dalším krokem byla startovací fáze, podrobně popsaná v části 3.1.3. Fotografie startovacího materiálu (Zr) použitého při experimentech I01–I16 jsou znázorněny na



Obr. 7.1: Celkový pohled do pracovní komory před experimentem ze série I01–I16.

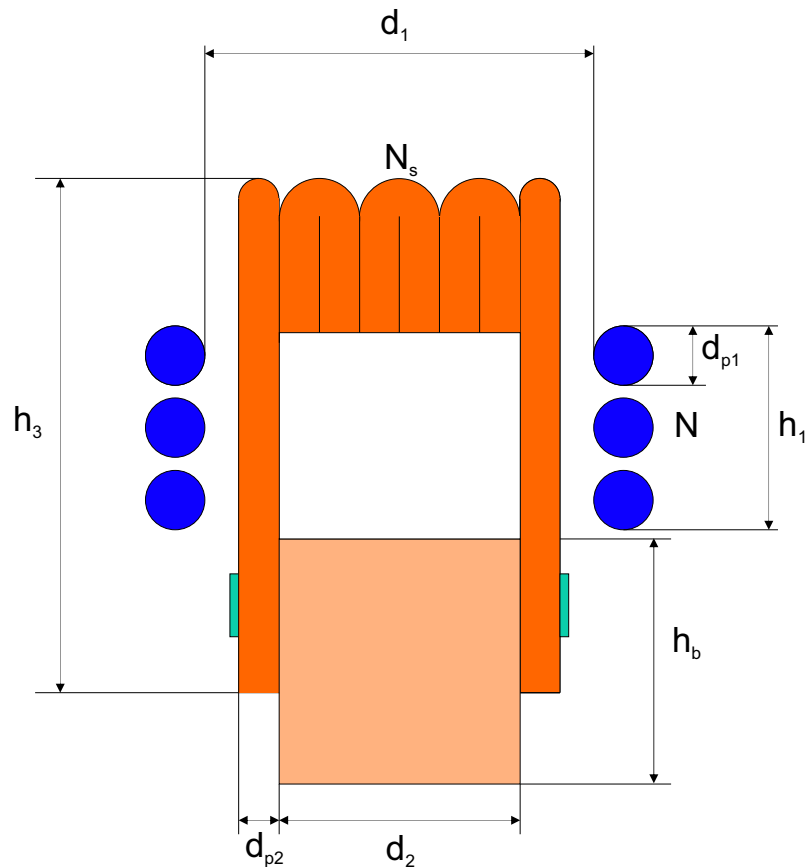
Obr. 7.3. Po startovací fázi bylo zahájeno formování taveniny, dopodrobna popsané v části 3.1.4. Během formování taveniny jsem prováděl posun kelímku vzhůru vůči induktoru až dosáhl tzv. nulové polohy. Ta odpovídá situaci na Obr. 7.2, tedy spodní hrana induktoru je ve stejné úrovni s horní hranou dna studeného kelímku. V této poloze probíhala homogenizace taveniny spočívající v dosažení ustálených parametrů systému a jeho udržování na těchto parametrech po určitou dobu, která byla určena před experimenty na 600 s, ale v některých případech byla (podle chování taveniny ve studeném kelímku během této fáze) prodloužena až na 900 s. Homogenizace taveniny je podrobněji popsána v části 3.1.5.

Tab. 7.1: Označení složení a jejich hmotnostní a molární podíly ve směsi $ZrO_2 + Al_2O_3$

Označení	Hmotnostní podíly (hm.%)	Molární podíly (%)
Z50	50 hm.% ZrO_2 + 50 hm.% Al_2O_3	45,3 % ZrO_2 + 54,7 % Al_2O_3
Z60	60 hm.% ZrO_2 + 40 hm.% Al_2O_3	55,4 % ZrO_2 + 44,6 % Al_2O_3
Z80	80 hm.% ZrO_2 + 20 hm.% Al_2O_3	76,8 % ZrO_2 + 23,2 % Al_2O_3

Pro ilustraci chování taveniny při různých teplotách jsou uvedeny Obr. 7.5 a Obr. 7.6. Z fotografií je patrné, že míchání taveniny s rostoucí teplotou nabírá na intenzitě.

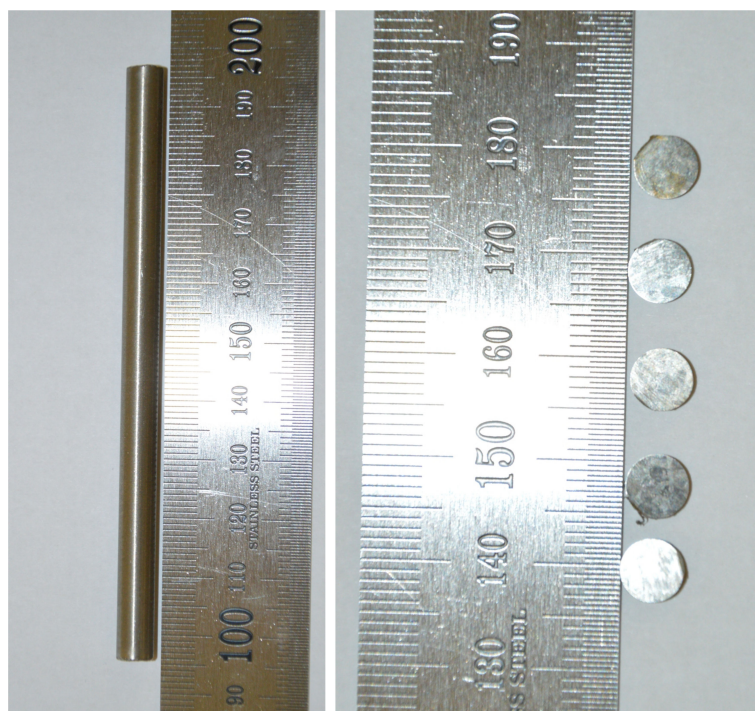
Systém sběru dat, pyrometr, kameru zaznamenávající hladinu taveniny a zařízení pro odběr vzorků taveniny a měření její výšky při experimentech I01–I16 je znázorněn na Obr. 7.4.



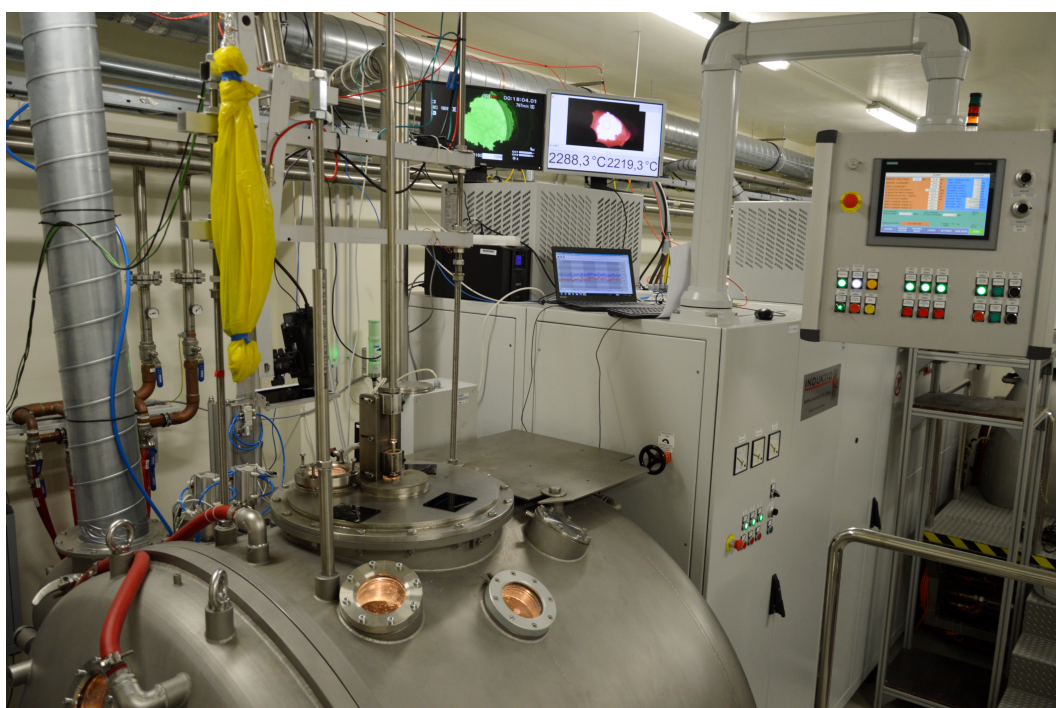
Obr. 7.2: Geometrie studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 7.2.

Tab. 7.2: Rozměry studeného kelímku s induktorem odpovídající Obr. 7.2.

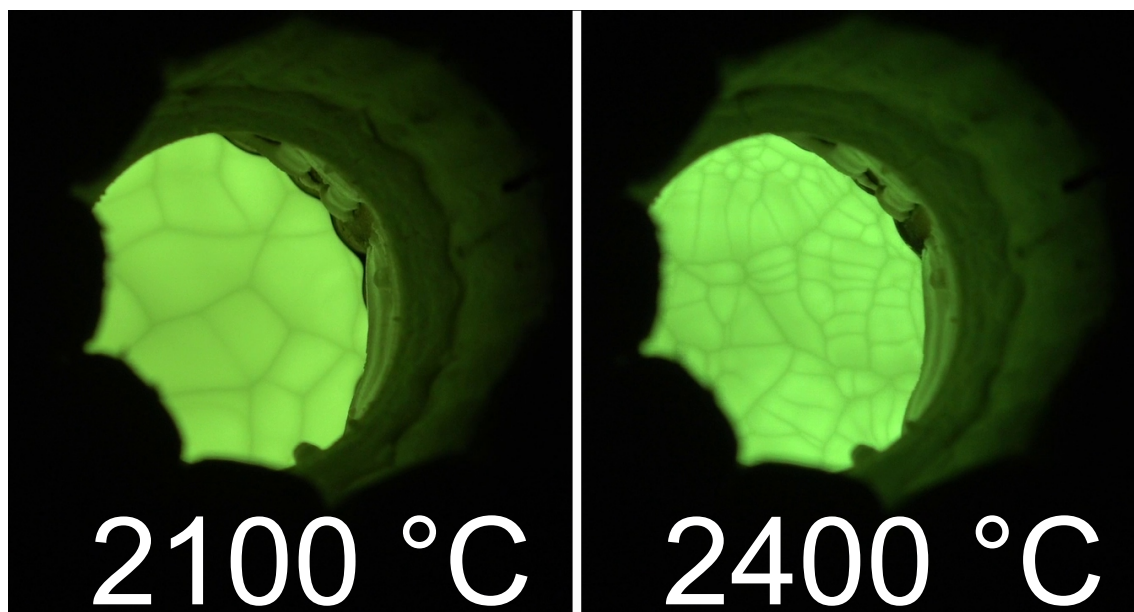
Označení	Rozměr	Poznámka
Induktor		
d_1 (mm)	110	vnitřní průměr induktoru
d_{p1} (mm)	10	průměr trubice induktoru
h_1 (mm)	50	výška induktoru
N (-)	4	počet závitů
Studený kelímek a tavenina		
N_s (-)	10	počet sekcí studeného kelímku
d_2 (mm)	57	vnitřní průměr studeného kelímku
d_{p2} (mm)	10	průměr trubice studeného kelímku
h_3 (mm)	310	výška segmentů studeného kelímku
h_b (mm)	125	výška dna studeného kelímku



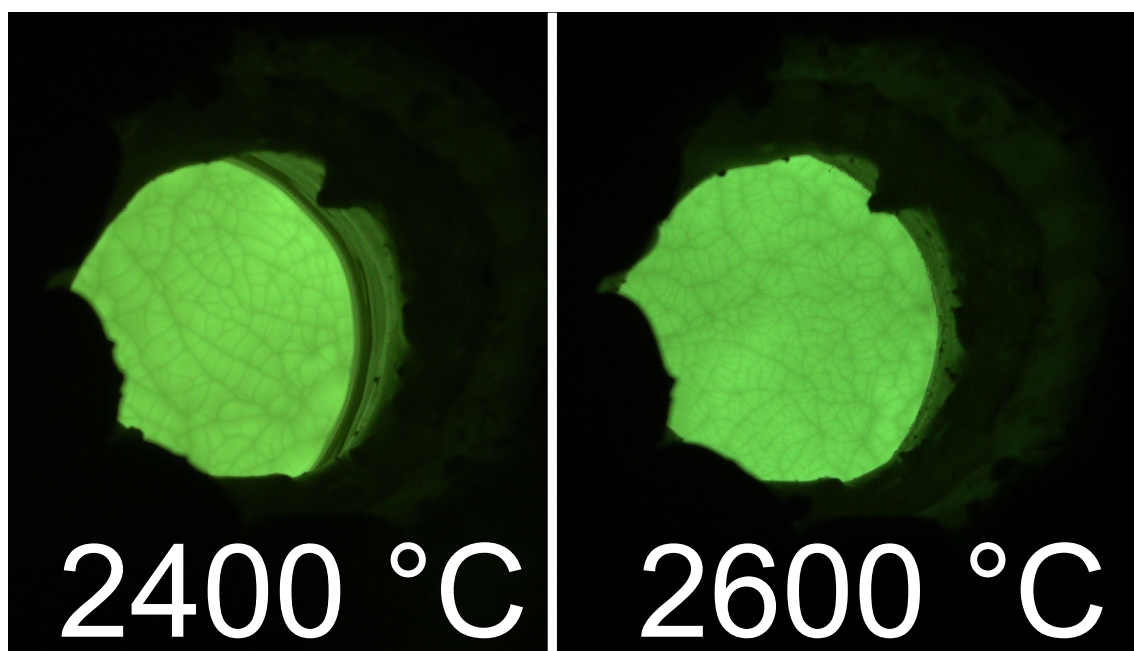
Obr. 7.3: Startovací materiál (Zr) pro experimenty I01–I16, vcelku (vlevo) a nařezané pro experiment (vpravo).



Obr. 7.4: Pohled na systém sběru dat a vybavení pro odběr vzorků z taveniny a měření výšky taveniny během experimentu I05.



Obr. 7.5: Rozdíl mezi směsí Z50 při 2100 °C a 2400 °C.

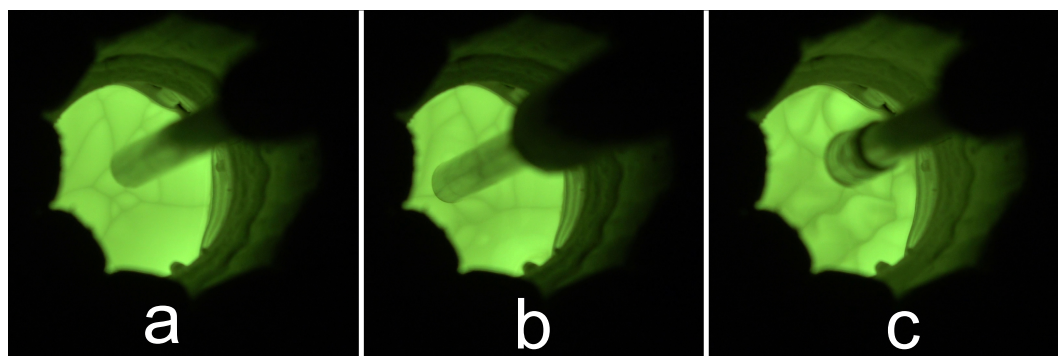


Obr. 7.6: Rozdíl mezi směsí Z80 při 2400 °C a 2600 °C.

Při experimentech jsem prováděl měření teploty likvidu konkrétní směsi, metoda měření a vyhodnocení je popsána v části 4.1.1, dále určení tloušťky skull vrstvy při dané teplotě (popis v 4.1.2) a stanovení hustoty směsi v závislosti na teplotě, jež je popsáno v části 4.1.3. Měření plánovaná v jednotlivých experimentech jsou uvedena v poznámkách k experimentu jako jeho cíl. Vzhledem k tomu, že byly parametry měřeny v závislosti na teplotě, byl experiment minimálně jednou proveden se zvyšující se teplotou a minimálně jednou se snižující se teplotou. Toto rozhodnutí mělo dva důvody. Pokud by bylo chování materiálu nelineární, mohl by být popis parametru při provedení pouze jednoho způsobu neúplný. Bylo také nutné určit tloušťku skull vrstvy pro stanovení hustoty taveniny. Na základě informací z literatury [30] a jejich experimentálním ověření na směsi Z50 byla stanovena závislost tloušťky skull vrstvy v závislosti na teplotě. Pro získání konkrétních hodnot však bylo nutné změřit tuto tloušťku pro nejnižší a nejvyšší teplotu dané směsi a z nich poté dopočítat velikosti pro ostatní teploty, při nichž je měření prováděno.

Pro chemické analýzy byly během experimentů odebírány vzorky taveniny. Odebírání vzorku spočívá v ponoření měděného odběrového hrotu do taveniny, tím dojde k rychlému zchladnutí a zatuhnutí taveniny v blízkém okolí hrotu. Odběr vzorku je zaznamenán na Obr. 7.7. Takto ztuhlý materiál obvykle zůstane uchycený na hrotu a je možné jej z taveniny vytáhnout. Příklad odebraného vzorku (QS1 z experimentu I04) je znázorněn na Obr. 7.8. Odběr vzorků jsem prováděl před začátkem měření výšky taveniny a po jeho ukončení. Rovněž jsem odebral vzorky po ukončení experimentu z ingotu. Získané vzorky byly následně analyzovány skenovací elektronovou mikroskopií s energiově disperzní spektroskopií (SEM/EDX) a rentgenovou strukturní analýzou (XRD).

Na časových průbězích je odebírání vzorku z taveniny označeno QSX, kde X je číslo vzorku z konkrétního experimentu. Měření teploty likvidu je označeno LTY, kde Y je pořadové číslo měření v daném experimentu. Měření výšky taveniny pro následné určení její hustoty bylo prováděno vždy mezi odběry vzorků taveniny, pro zachování přehlednosti nebyla vyznačena v časových průbězích.



Obr. 7.7: Odběr vzorku QS1 v průběhu experimentu I10 při teplotě 2160 °C.
a – měděný hrot nad hladinou taveniny, b – měděný hrot ponořený do taveniny,
c – vzorek taveniny na měděném hrotu.

Ukázkové vzorky připravené pro SEM/EDX analýzu jsou zachyceny na Obr. 7.9, 5 vzorků v levé části fotografie bylo připraveno po odběru z taveniny a 1 vzorek vpravo byl získán z ingotu.



Obr. 7.8: Vzorek QS1 odebraný v průběhu experimentu I04 při teplotě 2100 °C.

Před každým měřením došlo ke stabilizaci parametrů po dobu 600 – 900 s.

Na závěr vybraných experimentů proběhla stabilizace na stanovené teplotě a před ukončením experimentu jsem přidal do taveniny malé množství Cr_2O_3 . Ten obarvil materiál v kapalně fázi a po experimentu bylo možné rozlišit skull vrstvu od taveniny.



Obr. 7.9: Vzorčky připravené pro SEM/EDX analýzu.

Experiment I01

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a následně určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

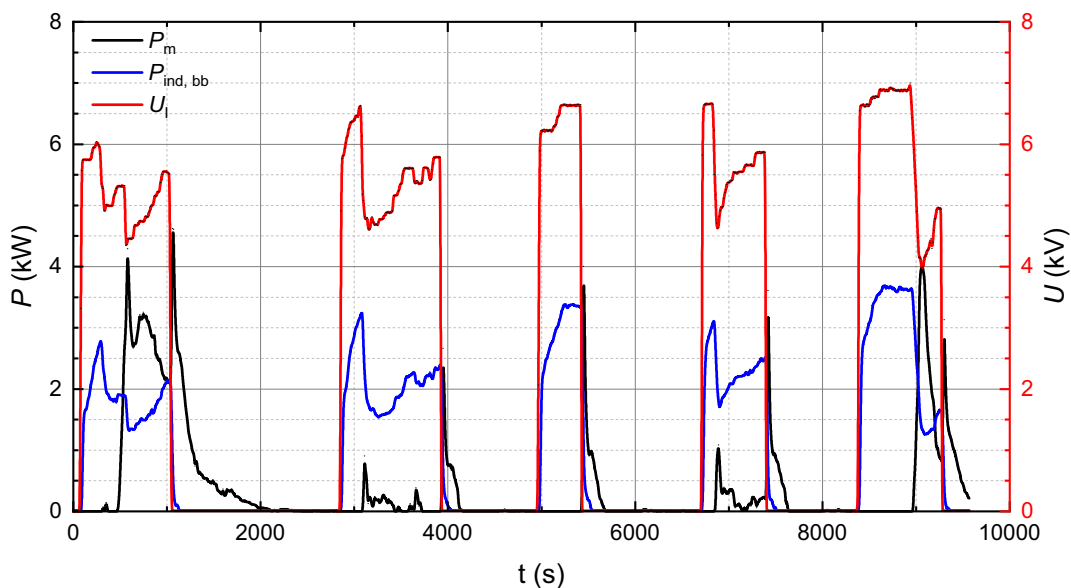
Tavená směs: Z50, $m = 493,5$ g

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0$ g

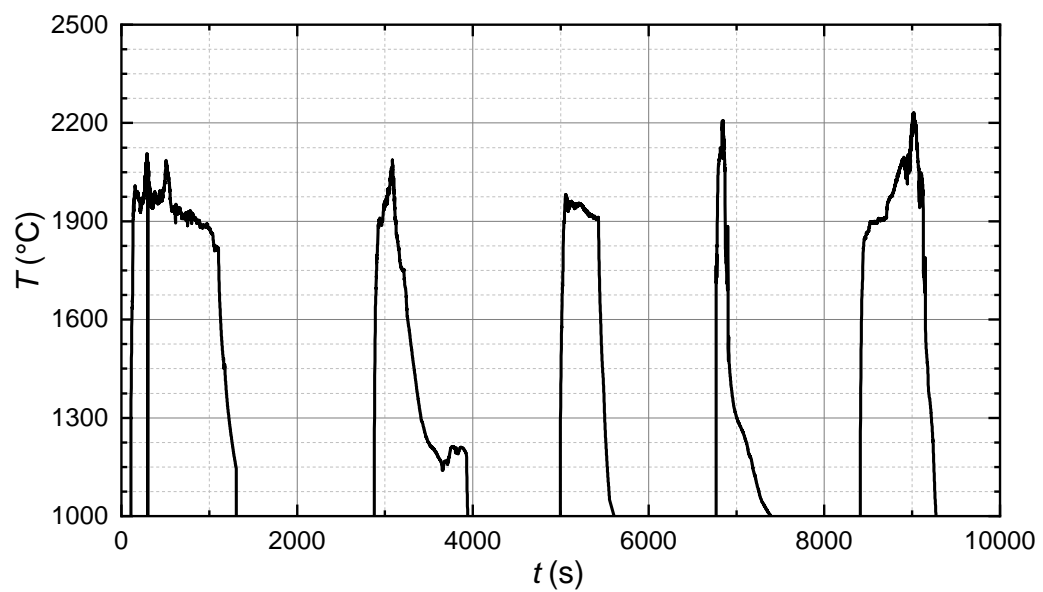
Průběh experimentu: Při experimentu nebyl zformován stabilní objem taveniny. Třikrát došlo ke ztrátě vazby mezi induktorem a taveninou. Po každém neúspěšném pokusu byla přetavená část materiálu odstraněna, doplněna nová směs a startovací materiál a byl učiněn další pokus o zformování taveniny. Po třetím zatuhnutí roztaveného materiálu bylo již příliš riskantní v experimentu pokračovat, proto byl experiment ukončen, studený kelímek rozebrán, vyčištěn a připraven pro experiment I02.

Hmotnost ingotu: $m = 457,5$ g

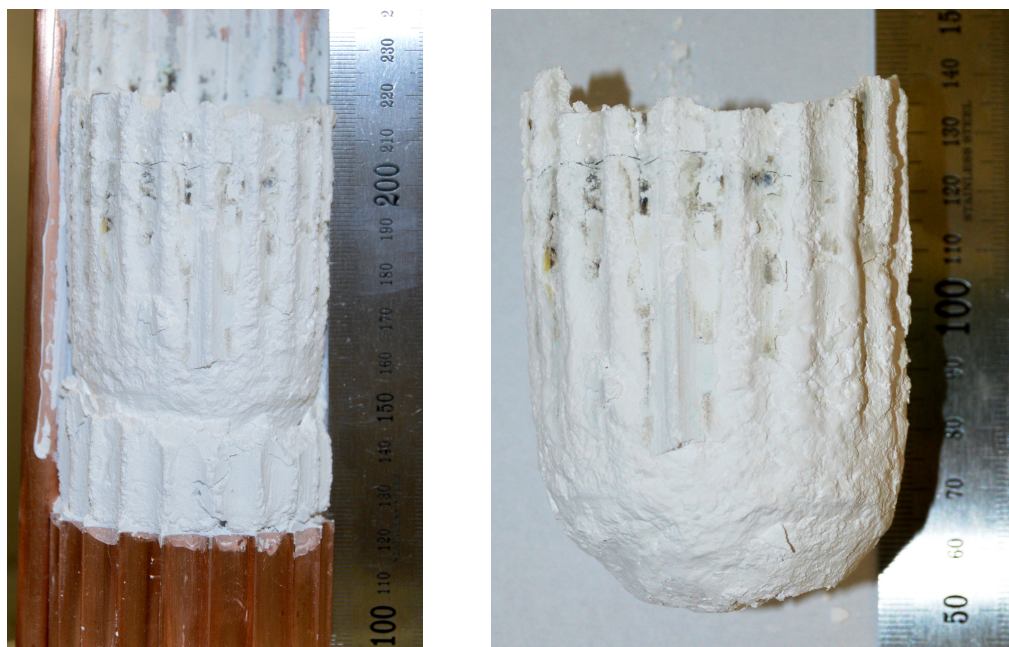
Závěr: Z Obr. 7.13 je patrné, že patrně došlo i ke kontaminaci taveniny během pokusů o její zformování. Na kontaminaci taveniny ukazuje zbarvení ingotu, jehož barva by měla být totožná s barvou ingotu na Obr. 7.16. Cíle experimentu nebyly splněny.



Obr. 7.10: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I01.



Obr. 7.11: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I01.



Obr. 7.12: Ingot po experimentu I01.



Obr. 7.13: Rozbitý ingot z experimentu I01.

Experiment I02

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a následně určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

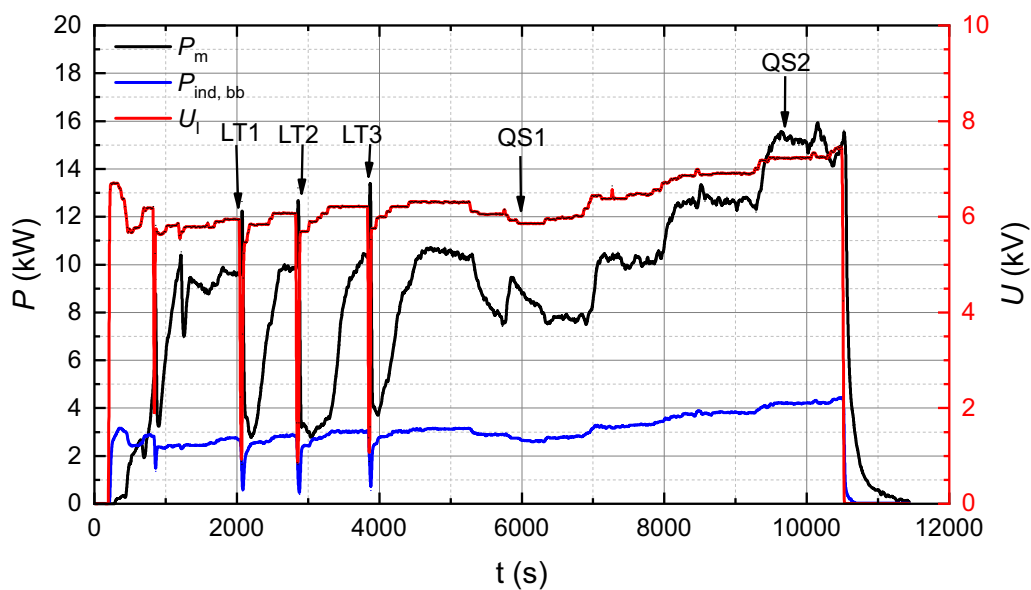
Tavená směs: Z50, $m = 493,0 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

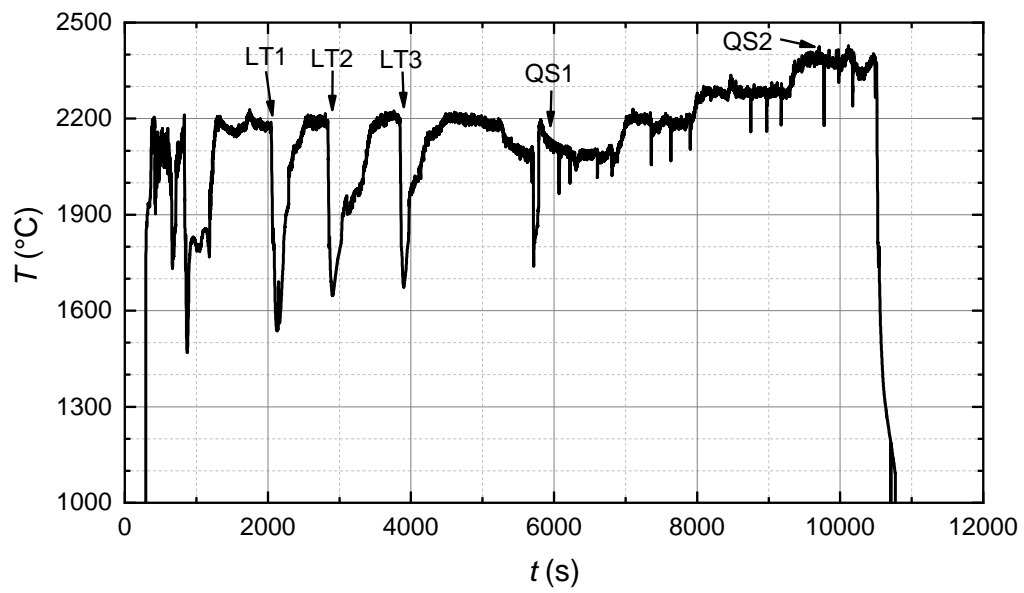
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 324,5 \text{ g}$

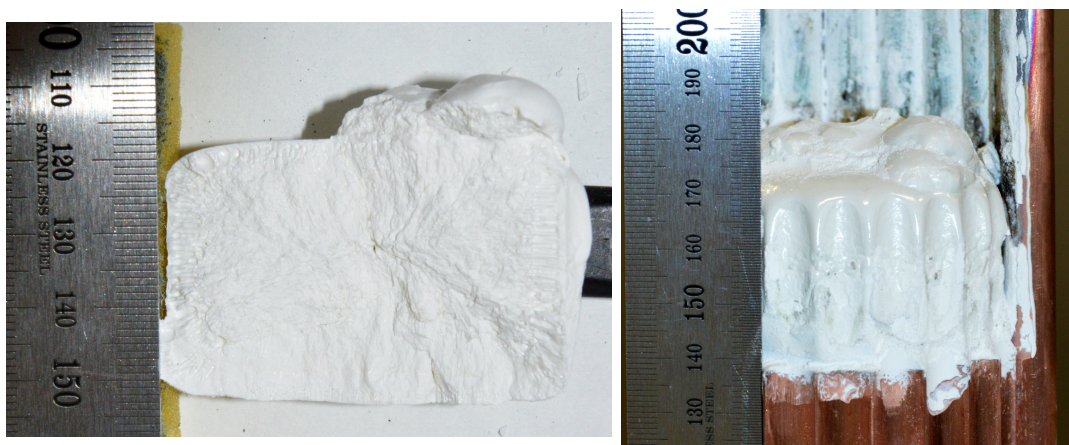
Závěr: Cíle experimentu byly zcela splněny.



Obr. 7.14: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I02.



Obr. 7.15: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I02.



Obr. 7.16: Ingot po experimentu I02.

Experiment I03

Cíl experimentu: Cílem experimentu je určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C a následně opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

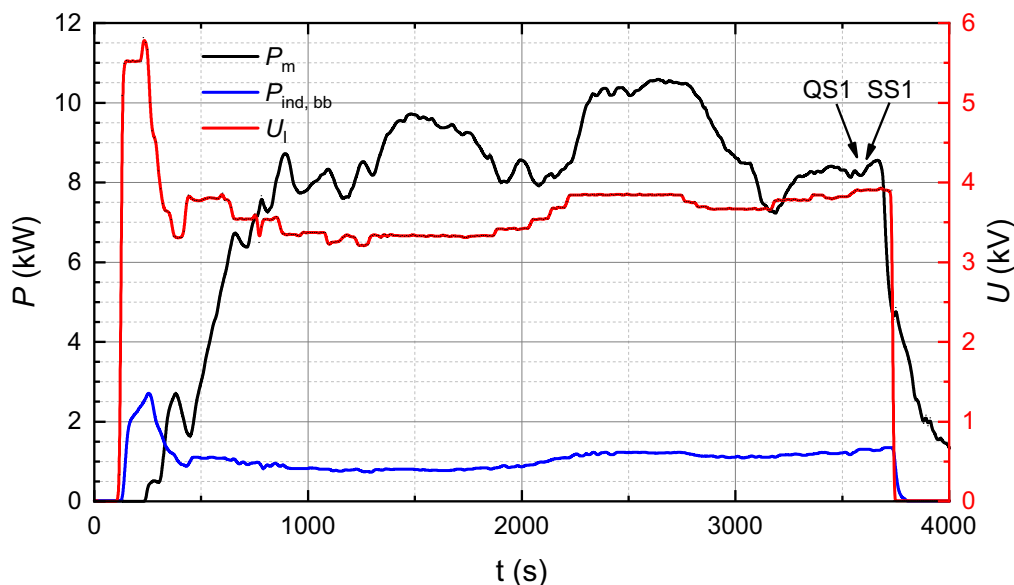
Tavená směs: Z60, $m = 774,5 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

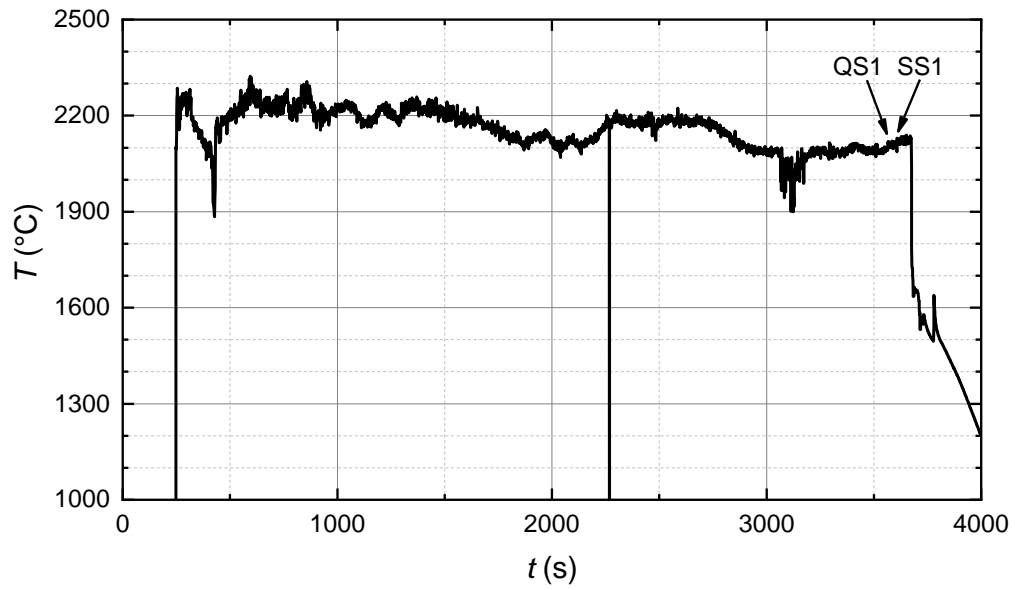
Průběh experimentu: Po zformování taveniny a stabilizaci při teplotě 2100 °C byl odebrán vzorek taveniny. Při odběru vzorku došlo k roztavení měděného odběrového hrotu. Roztavená měď vytvořila kouli o průměru 12 mm a usadila se na dně, což bylo způsobeno vyšší hustotou roztavené mědi než taveniny. Umístění mědi po zatuhnutí taveniny a rozpůlení ingotu je patrné z Obr. 7.23. Menší koule o velikosti přibližně 2 až 3 mm se vytvořila na hladině taveniny. To bylo pravděpodobně způsobeno její nízkou hmotností a prouděním taveniny. Měď na hladině je vyznačena na Obr. 7.20. Na Obr. 7.21 je z pohledu na ingot patrné, že došlo ke kontaminaci taveniny, část objemu mědi zoxidovala na CuO, který obarvil roztavenou část směsi. Roztavení měděného hrotu nebylo během experimentu rozpoznáno, proto byl učiněn jeden pokus o změření výšky taveniny nerezovým hrotem. Tento úkon je na časových průbězích označen SS1. Při tomto kroku došlo k zachycení roztavené mědi usazené na dně studeného kelímku na nerezový hrot a vzhledem k tomu, že roztavená měď byla vetknutá do skull vrstvy na dně studeného kelímku, došlo po vytažení nerezového hrotu k povytažení taveniny se skull vrstvou nad dno studeného kelímku o přibližně 20 mm. Proto došlo k zastavení experimentu z bezpečnostních důvodů a při následných analýzách byl identifikován důvod celé situace.

Hmotnost ingotu: $m = 693,5 \text{ g}$

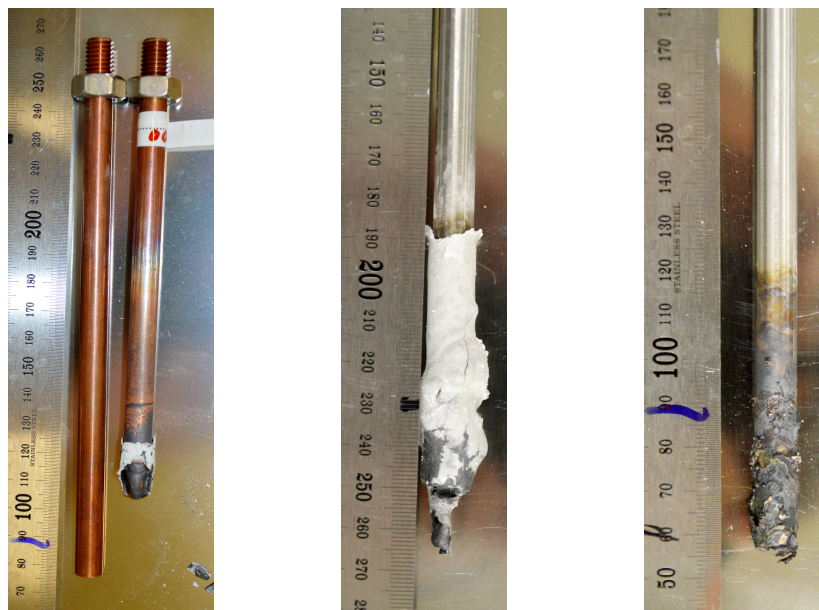
Závěr: Cíle experimentu nebyly splněny.



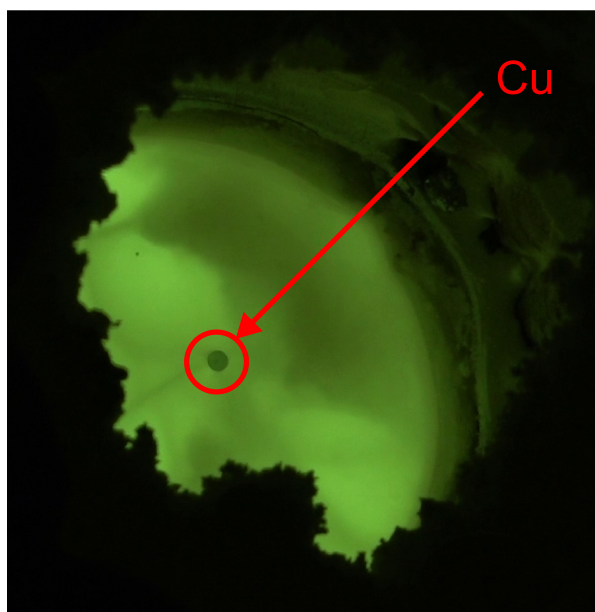
Obr. 7.17: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I03.



Obr. 7.18: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I03.



Obr. 7.19: Použitý měděný hrot při experimentu I03 v porovnání s hrotem nepoužitým (vlevo), použitý nerezový hrot se vzorkem zatuhlé směsi s CuO a mědi (uprostřed) a očištěný použitý nerezový hrot s patrnými náznaky zachycené mědi (vpravo).



Obr. 7.20: Roztavená měď na hladině taveniny.



Obr. 7.21: Rozpůlený ingot z experimentu I03.



Obr. 7.22: Ingot z experimentu I03 po rozebrání studeného kelímku (vlevo) a po rozpůlení (vpravo).



Obr. 7.23: Pohled na spodní část ingotu z experimentu I03 bez skull vrstvy (vlevo) a na měď usazenou ve spodní části ingotu (vpravo).

Experiment I04

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a následně stanovit výšku taveniny pro určení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

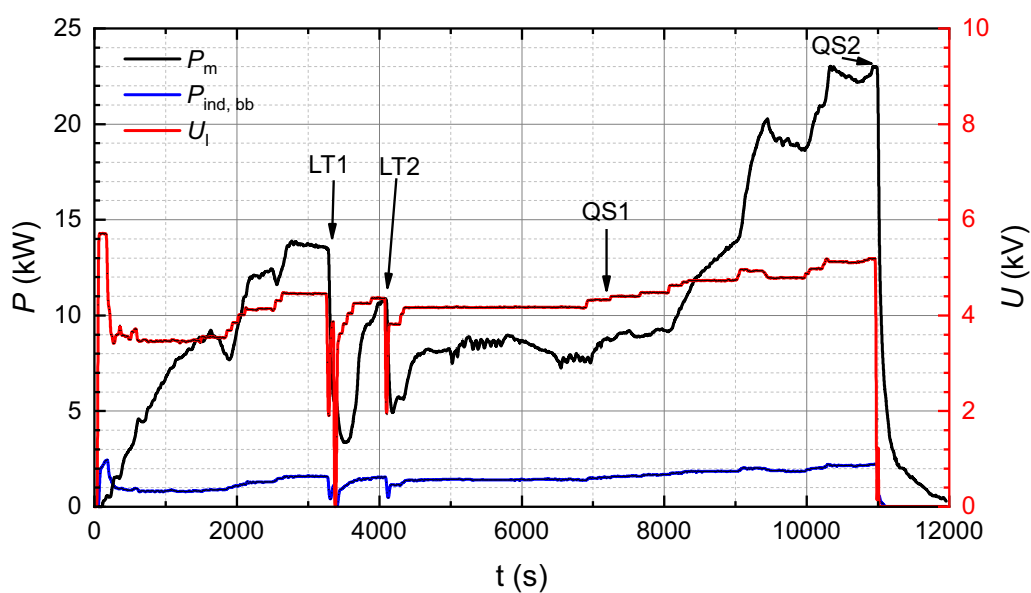
Tavená směs: Z60, $m = 863,0 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

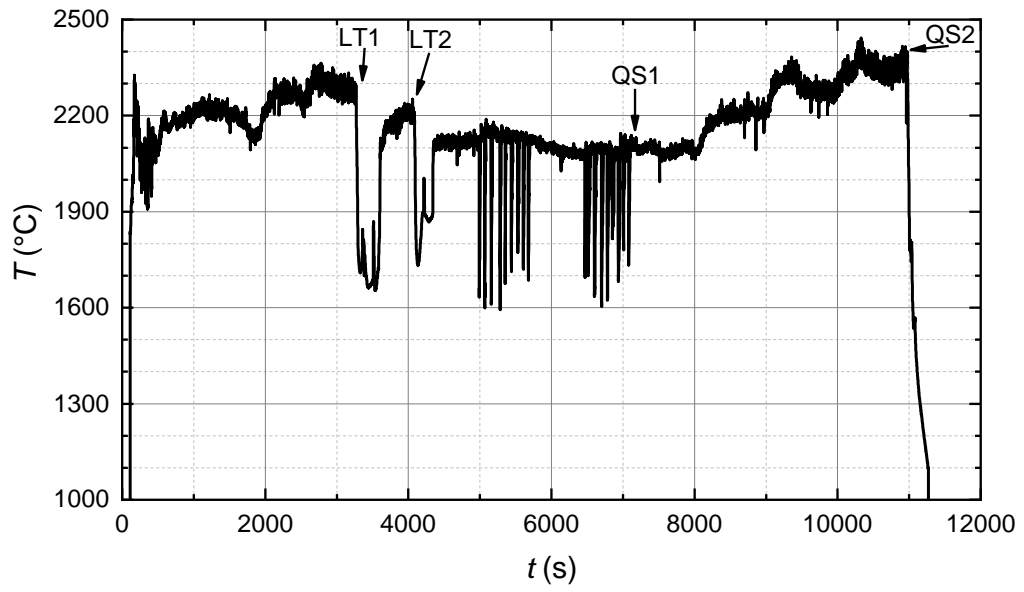
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 820,0 \text{ g}$

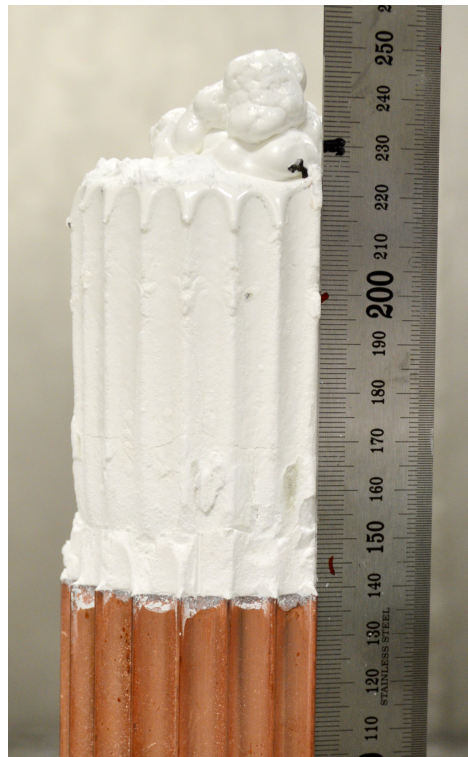
Závěr: Cíle experimentu byly zcela splněny.



Obr. 7.24: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I04.



Obr. 7.25: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I04.



Obr. 7.26: Ingot z experimentu I04.

Experiment I05

Cíl experimentu: Cílem experimentu je změřit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C a následně opakovaně určit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při snižující se teplotě.

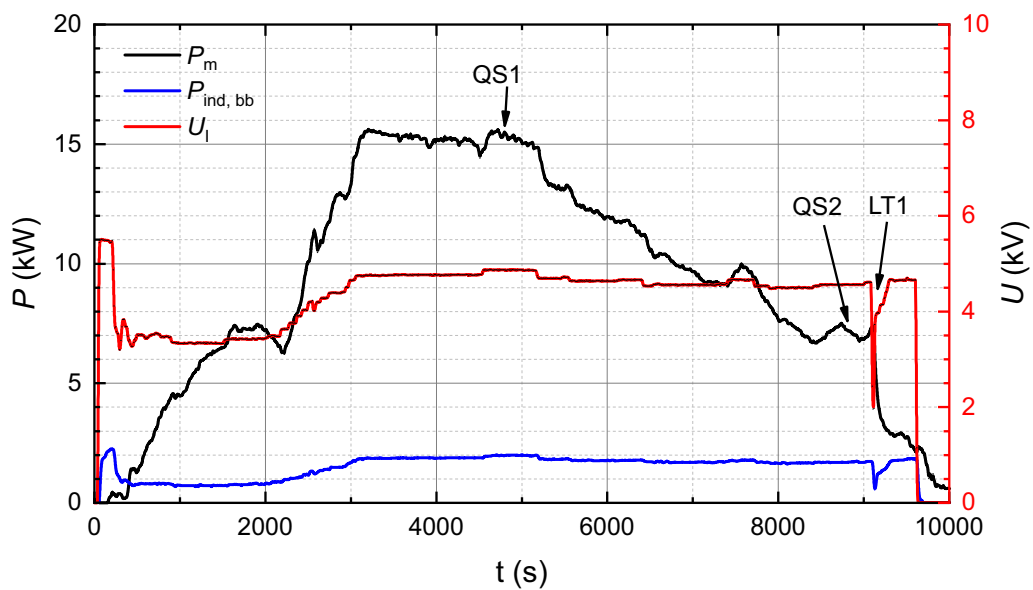
Tavená směs: Z60, $m = 733,0 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

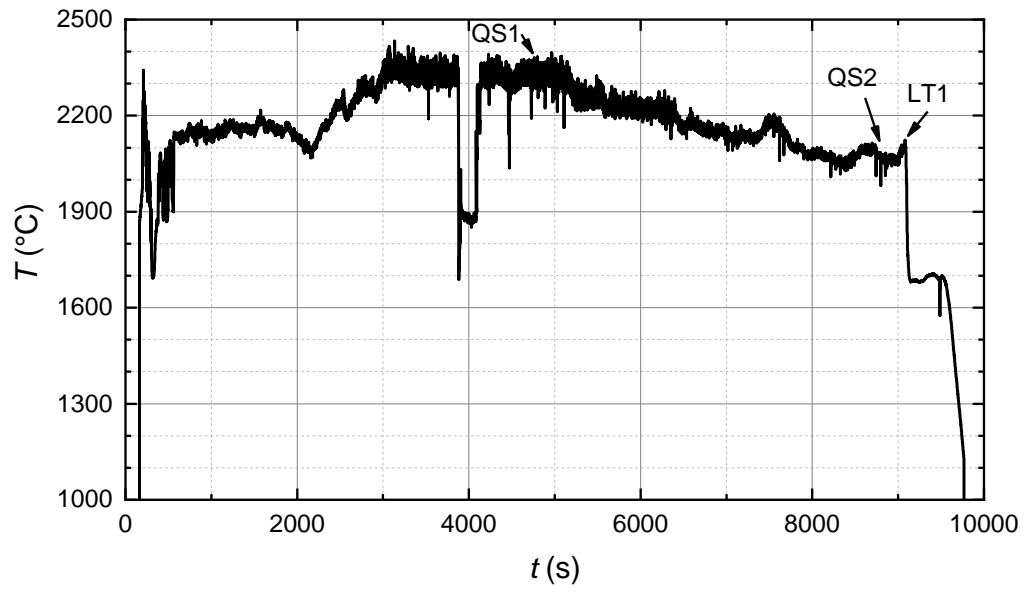
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 517,5 \text{ g}$

Závěr: Cíle experimentu byly z větší části splněny. Měření teploty likvidu proběhlo jen jednou, neboť teplota při měření klesla příliš nízko (1700 °C) a nebylo možné znovu materiál roztavit. Cíl v podobě měření výšky taveniny byl splněn.



Obr. 7.27: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind, bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I05.



Obr. 7.28: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I05.



Obr. 7.29: Rozpůlený ingot z experimentu I05.

Experiment I06

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a následně určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2400 °C, 2500 °C a 2600 °C. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

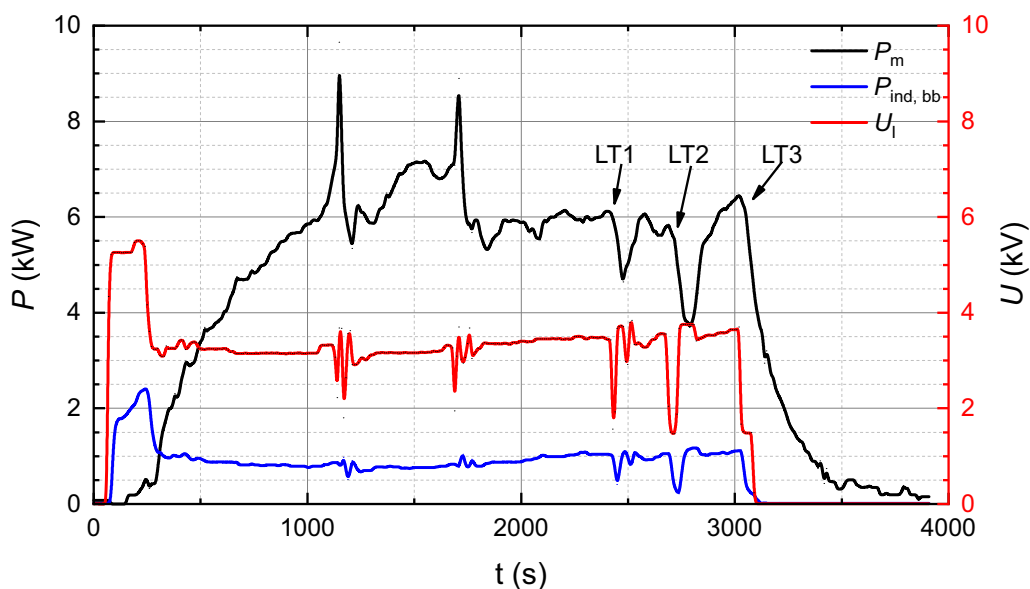
Tavená směs: Z80, $m = 947,0$ g

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0$ g

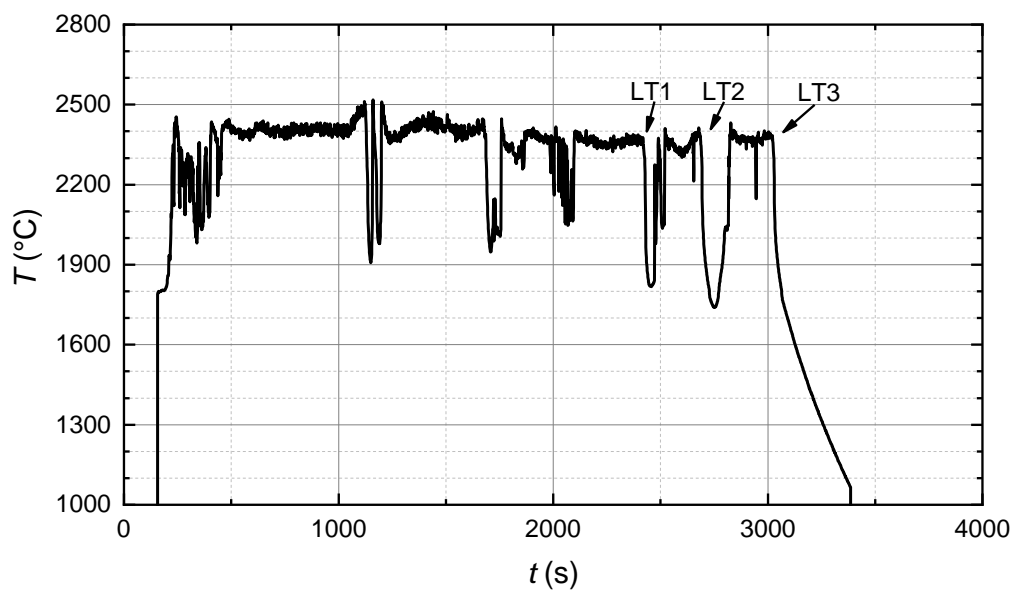
Průběh experimentu: Po zformování taveniny a její homogenizaci došlo k vyprsknutí taveniny mimo prostor studeného kelímku a byla poškozena větev chladicího systému zásobující studený kelímek chladičem. Z tohoto důvodu nebylo možné experiment dokončit. Nicméně po vyhodnocení vážnosti situace a velikosti úniku chladicí vody byly přehodnoceny cíle experimentu a před ukončením experimentu byla třikrát změřena teplota likvidu použité směsi.

Hmotnost ingotu: $m = 363,0$ g

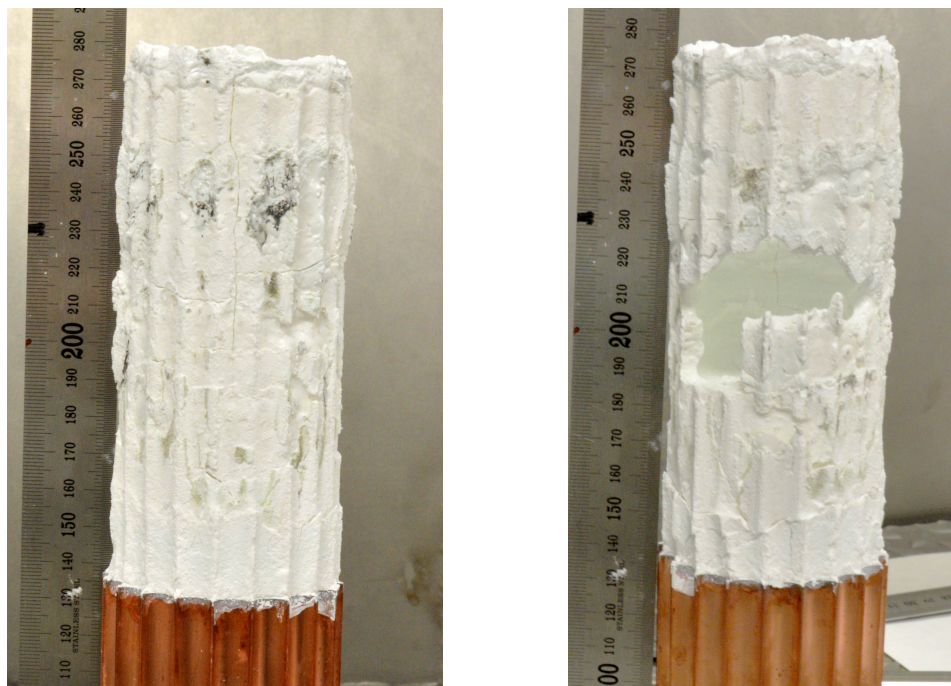
Závěr: Teplota likvidu byla změřena. Z důvodu poškození chladicího systému nebylo možné provést měření výšky taveniny.



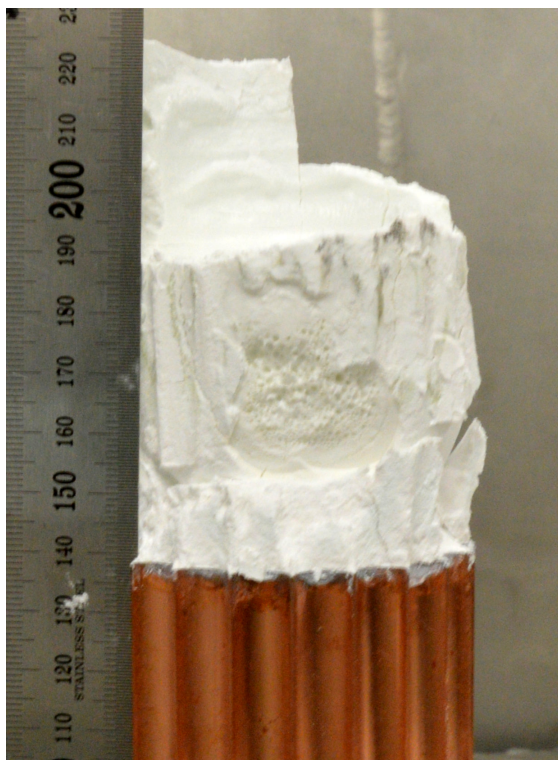
Obr. 7.30: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind, bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I06.



Obr. 7.31: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I06.



Obr. 7.32: Ingot získaný z experimentu I06 včetně materiálu usazeného na stěně studeného kelímku (vlevo) a s patrným otvorem v materiálu na stěně studeného kelímku (vpravo).



Obr. 7.33: Ingot z experimentu I06 po odstranění materiálu usazeného na stěnách studeného kelímku.

Experiment I07

Cíl experimentu: Cílem experimentu je určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2400 °C, 2500 °C a 2600 °C a následně opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při zvyšující se teplotě.

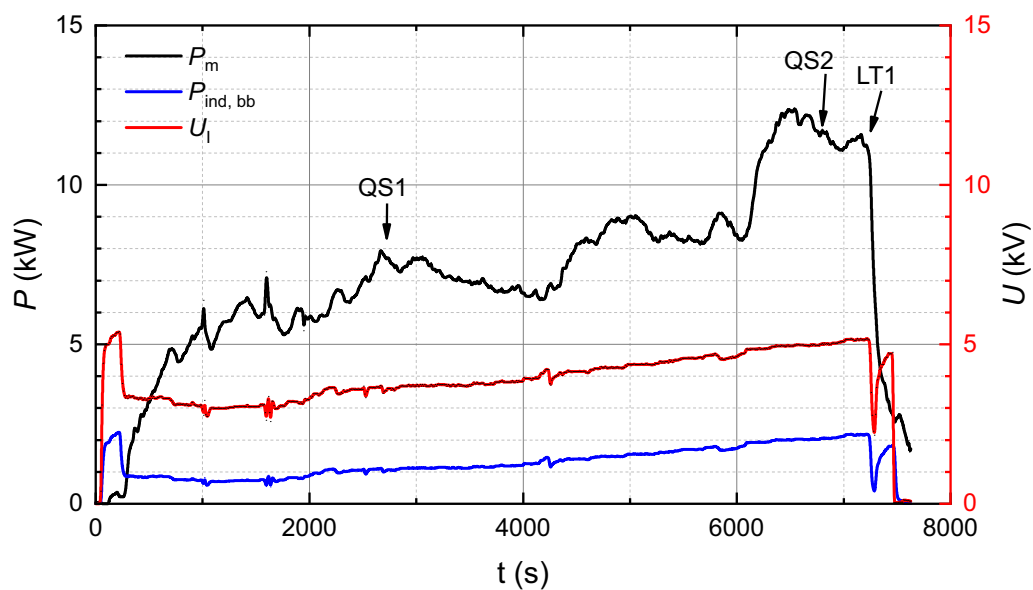
Tavená směs: Z80, $m = 945,0 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

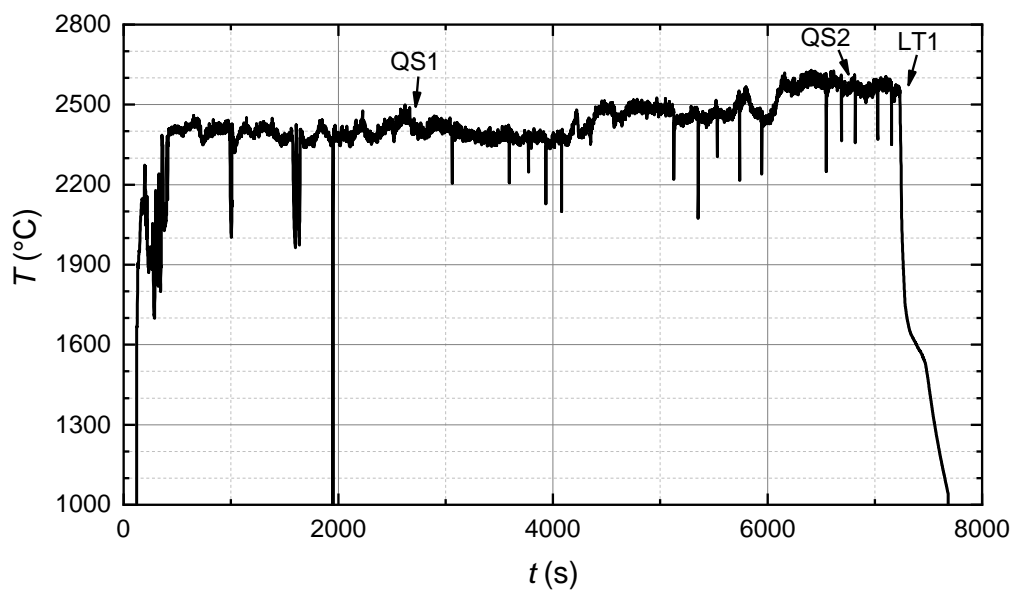
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 362,0 \text{ g}$

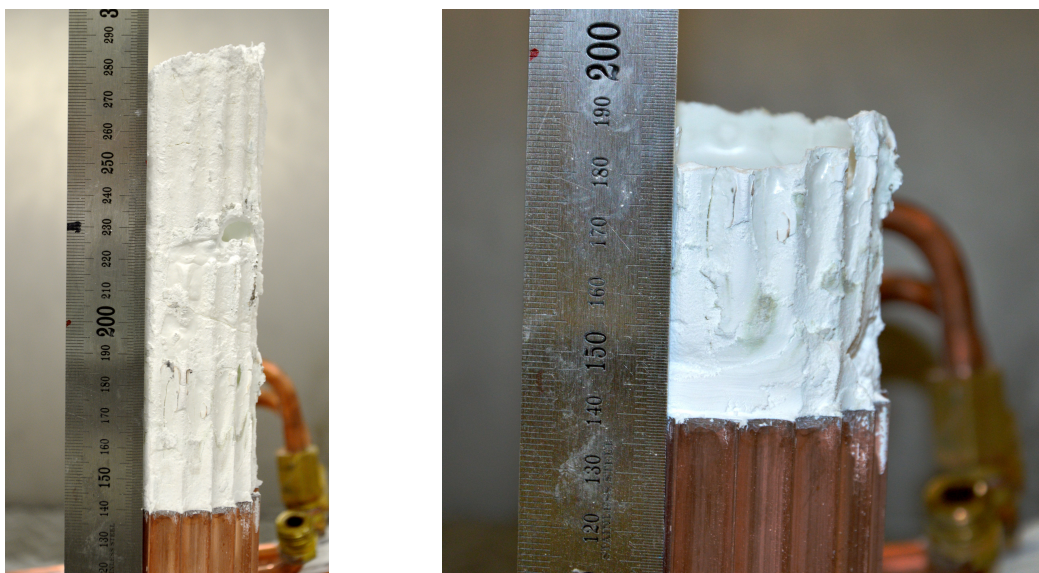
Závěr: Cíle experimentu byly splněny. Teplota likvidu byla změřena jen jednou.



Obr. 7.34: Časový průběh napětí induktoru U_l , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind, bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I07.



Obr. 7.35: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I07.



Obr. 7.36: Ingot získaný z experimentu I07 včetně materiálu usazeného na stěně studeného kelímku (vlevo) a samotný ingot (vpravo).

Experiment I08

Cíl experimentu: Cílem experimentu je určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2400 °C, 2500 °C a 2600 °C a následně opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při snižující se teplotě.

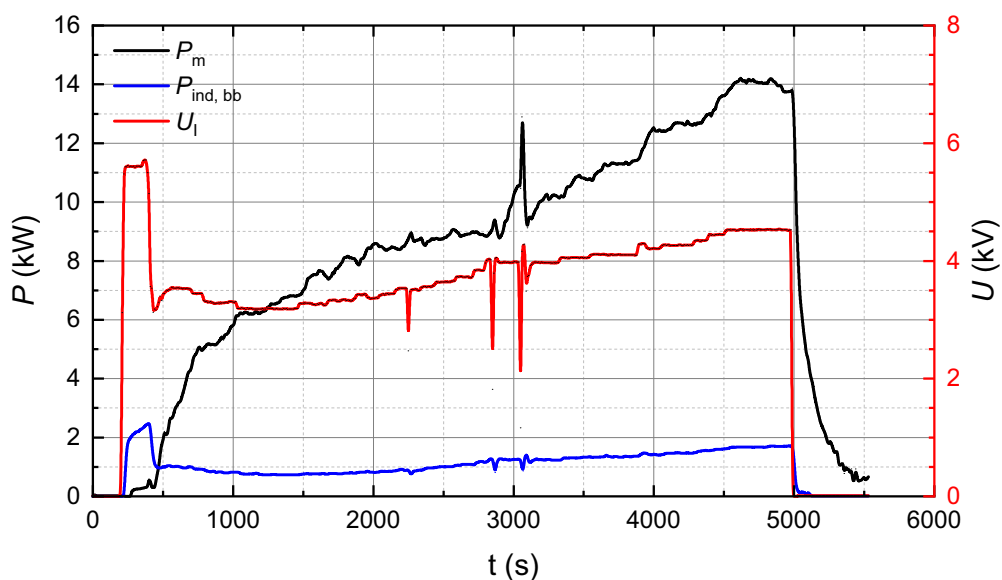
Tavená směs: Z80, $m = 963,0 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

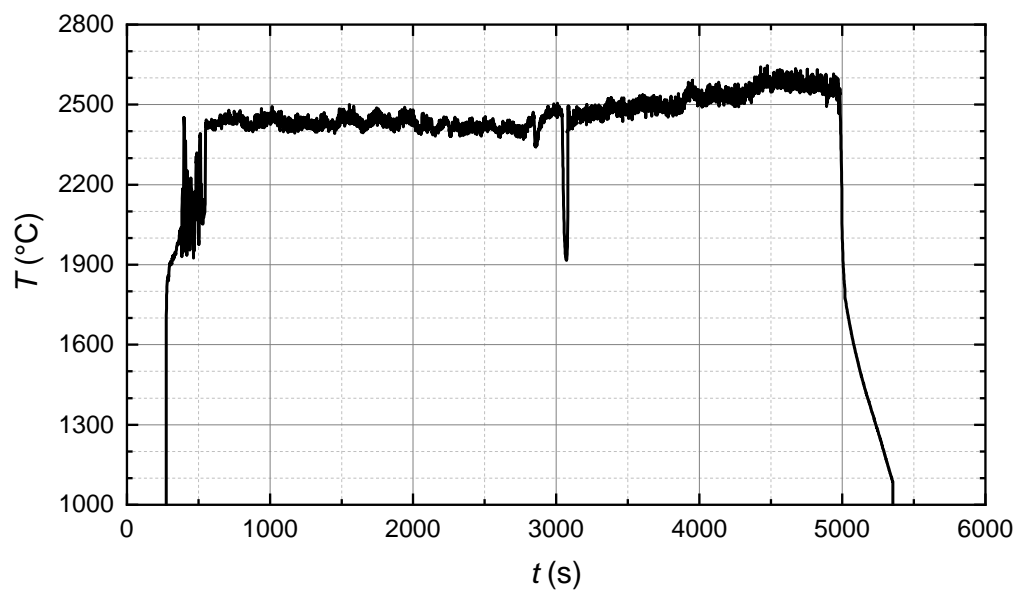
Průběh experimentu: Po zformování taveniny, její homogenizaci a stabilizaci na teplotě 2600 °C došlo k jejímu vyprsknutí mimo prostor studeného kelímku. Tavenina zasáhla induktor, na němž se objevil výboj, což vedlo k odstavení generátoru. Byl učiněn pokus o pokračování experimentu, ale teplota taveniny již byla příliš nízká, proto tento pokus nebyl úspěšný.

Hmotnost ingotu: $m = 557,0 \text{ g}$

Závěr: Cíle experimentu nebyly splněny.



Obr. 7.37: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I08.



Obr. 7.38: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I08.



Obr. 7.39: Ingot z experimentu I08.

Experiment I09

Cíl experimentu: Cílem experimentu je připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2200 °C.

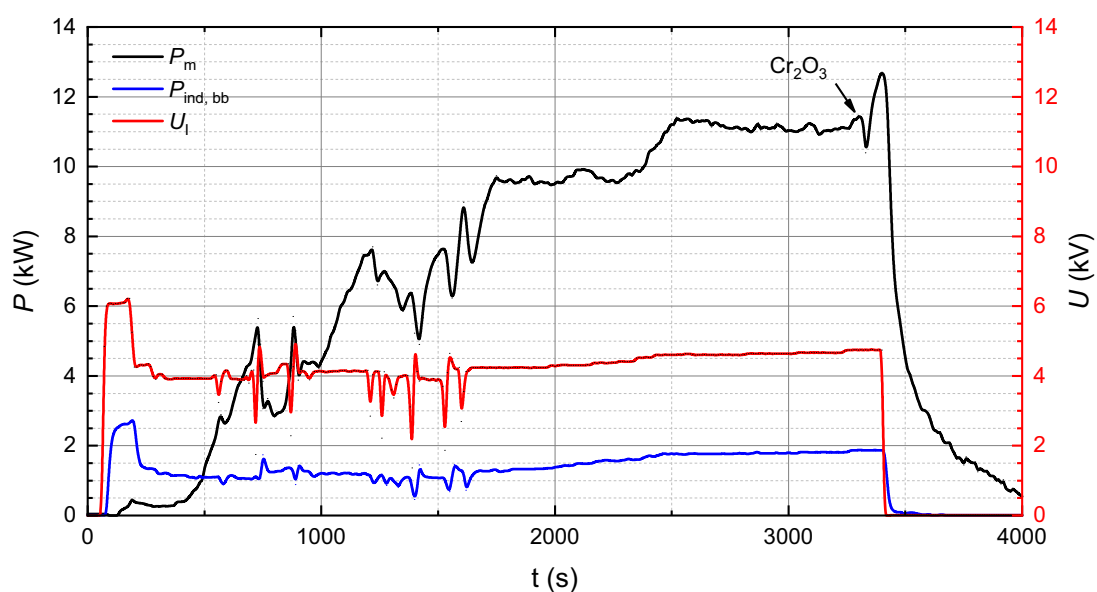
Tavená směs: Z50, $m = 688,0 \text{ g}$ (+ 9,0 g Cr_2O_3)

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

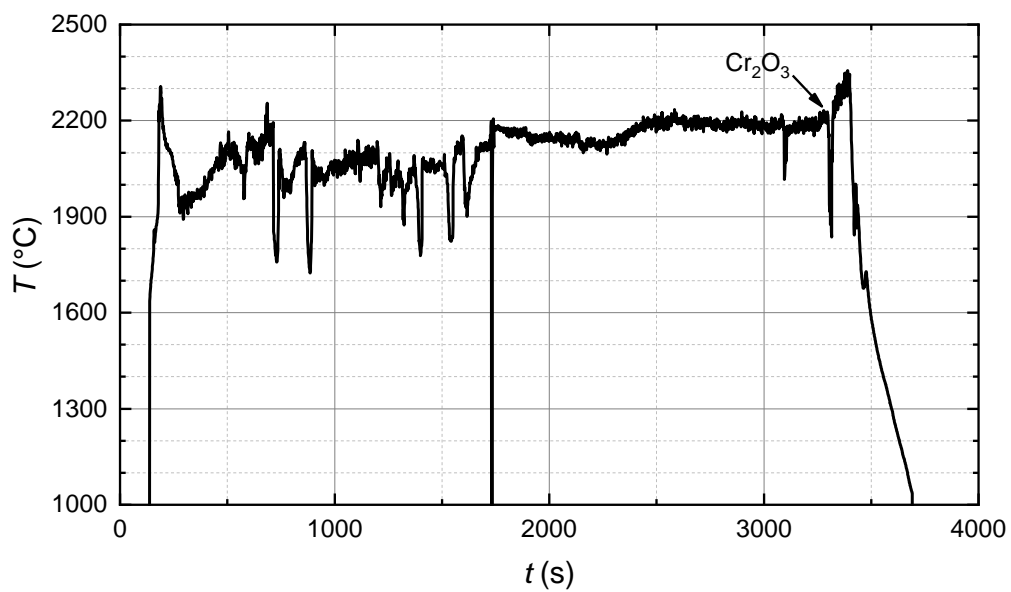
Průběh experimentu: Po zformování taveniny, její homogenizaci a stabilizaci teploty na 2200 °C bylo přidáno 9,0 g Cr_2O_3 . Teplota taveniny začala růst, proto byl generátor vypnut, aby nedošlo k výraznějšímu ovlivnění tloušťky skull vrstvy. Teplota taveniny, při níž byl experiment ukončen, byla 2356 °C.

Hmotnost ingotu: $m = 443,0 \text{ g}$

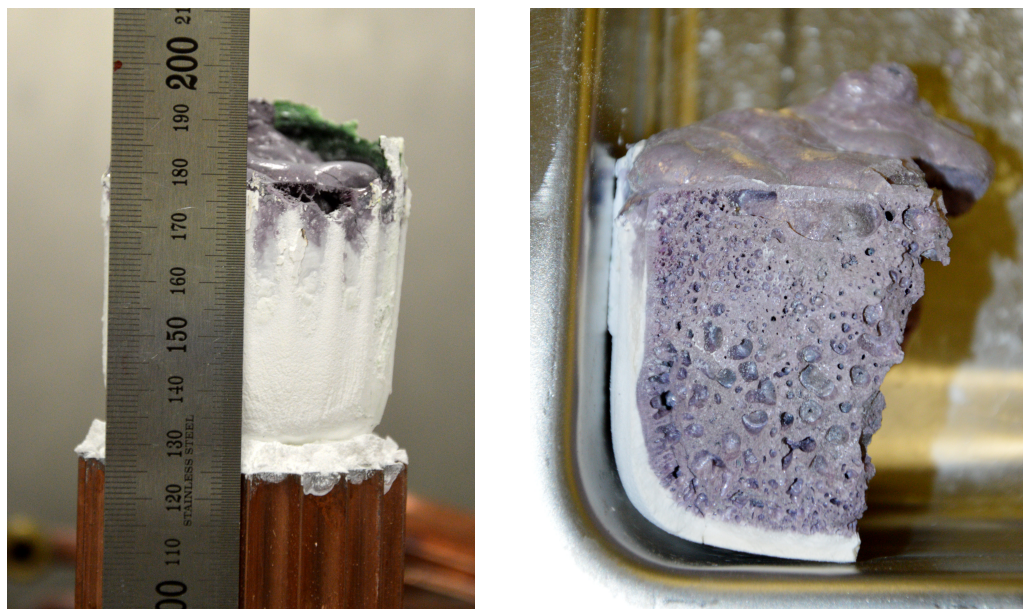
Závěr: Cíl experimentu byl zcela splněn.



Obr. 7.40: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I09.



Obr. 7.41: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I09.



Obr. 7.42: Ingot získaný z experimentu I09 (vlevo) a rozčtvrcený ingot s patrnou skull vrstvou (vpravo).

Experiment I10

Cíl experimentu: Cílem experimentu je stanovit výšku taveniny pro určení její hustoty a to při teplotách 2100 °C, 2200 °C, 2300 °C a 2400 °C a následně opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při snižující se teplotě. Dalším cílem je připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2100 °C.

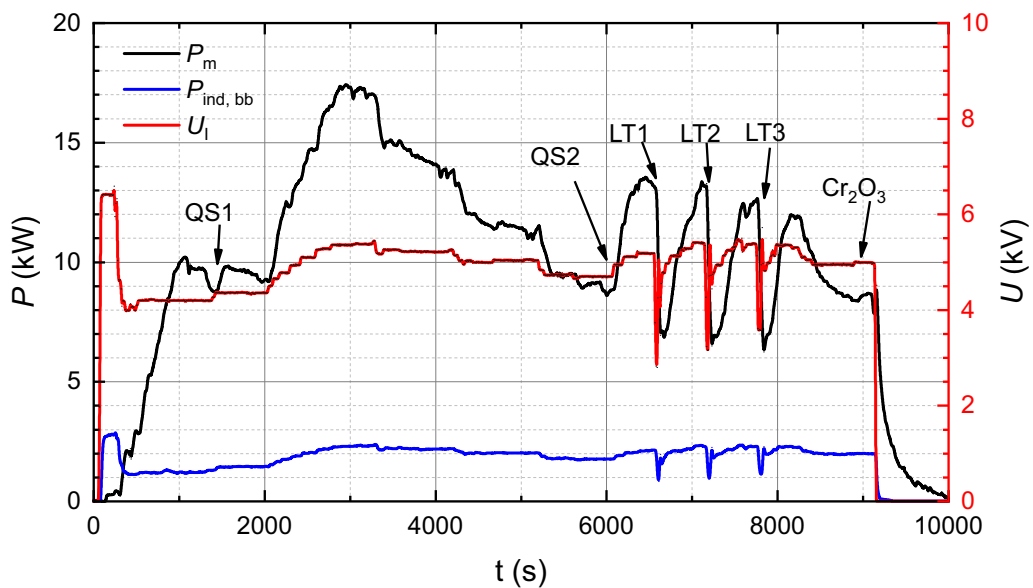
Tavená směs: Z50, $m = 602,0 \text{ g}$ (+ 7,0 g Cr_2O_3)

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

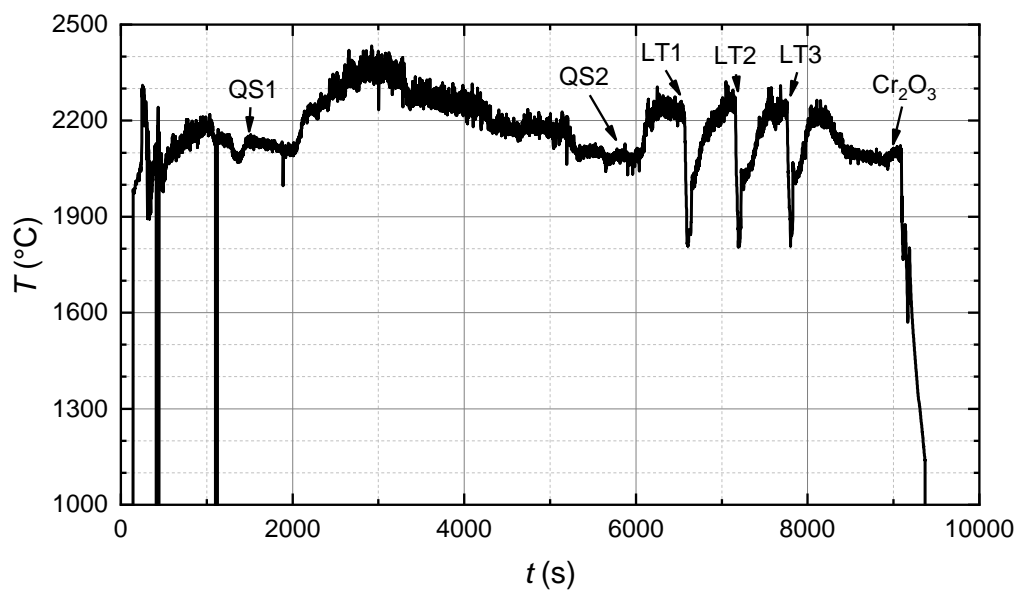
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1. Na závěr experimentu bylo po stabilizaci teploty přidáno do taveniny 7,0 g Cr_2O_3 .

Hmotnost ingotu: $m = 459,0 \text{ g}$

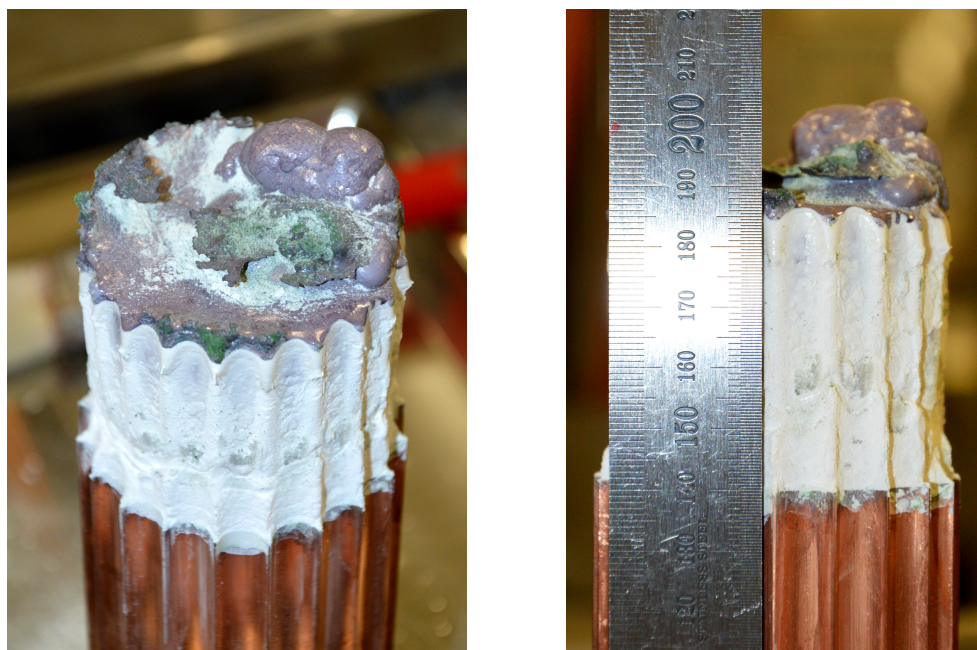
Závěr: Cíle experimentu byly zcela splněny.



Obr. 7.43: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I10.



Obr. 7.44: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I10.



Obr. 7.45: Ingot získaný z experimentu I10.

Experiment I11

Cíl experimentu: Cílem experimentu je určit výšku taveniny pro stanovení její hustoty a to při teplotách 2400 °C, 2500 °C a 2600 °C a opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi. Měření je prováděno při snižující se teplotě.

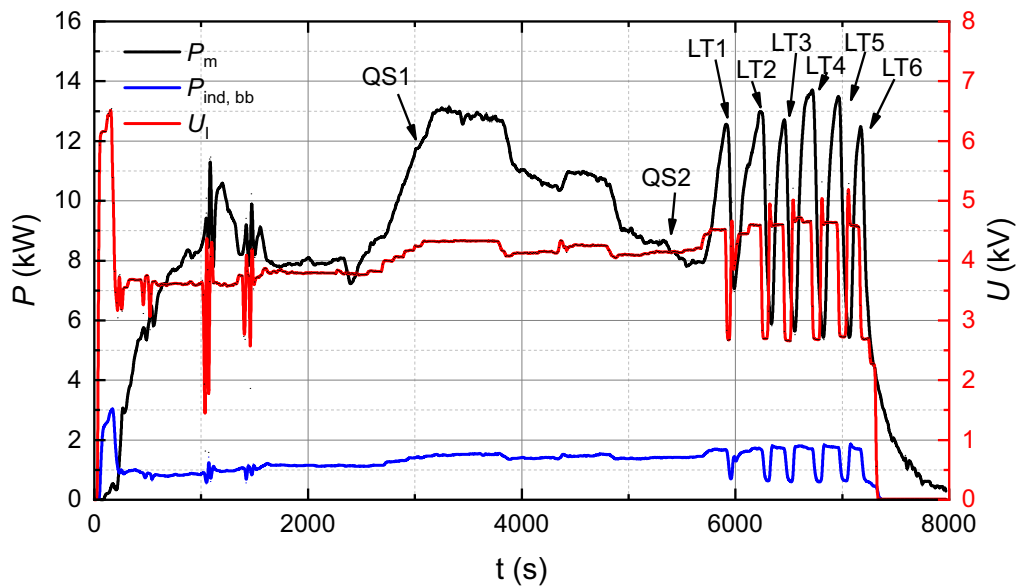
Tavená směs: Z80, $m = 767,5$ g

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0$ g

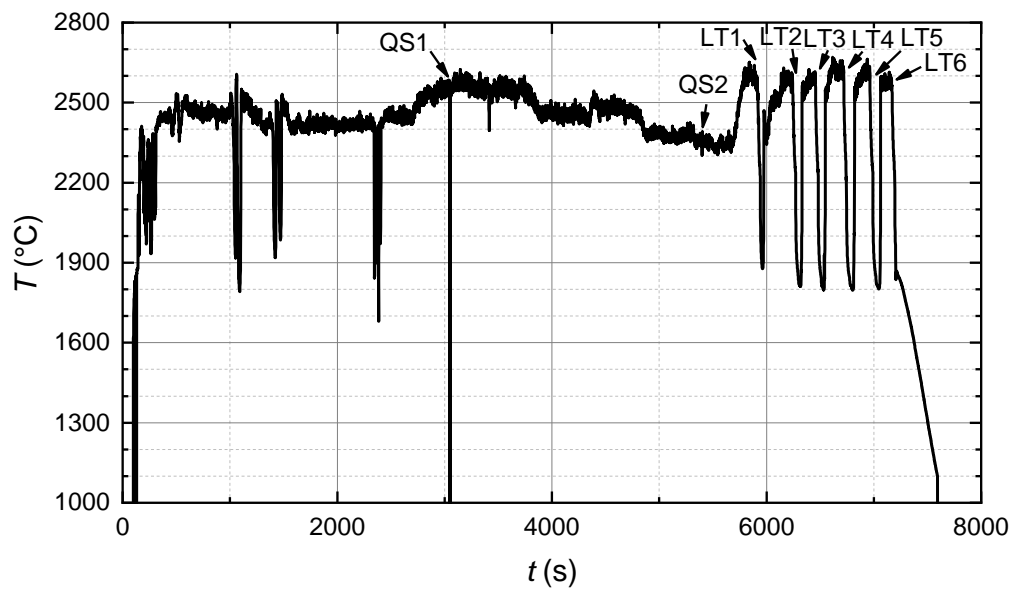
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 516,5$ g

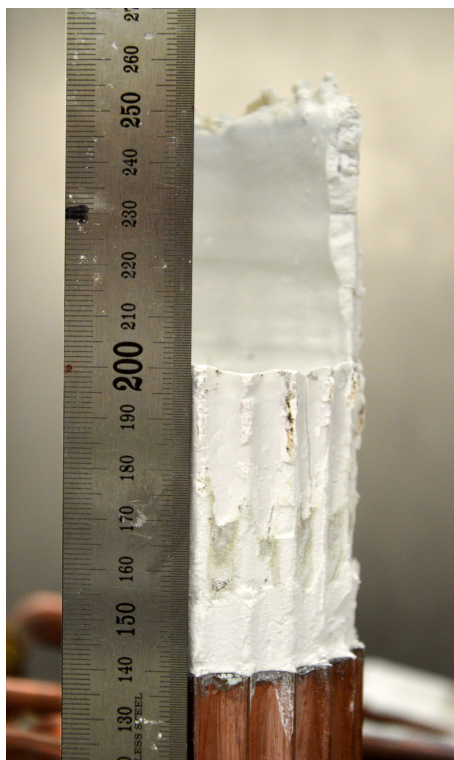
Závěr: Cíl experimentu byl zcela splněn.



Obr. 7.46: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I11.



Obr. 7.47: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I11.



Obr. 7.48: Ingot z experimentu I11.

Experiment I12

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi.

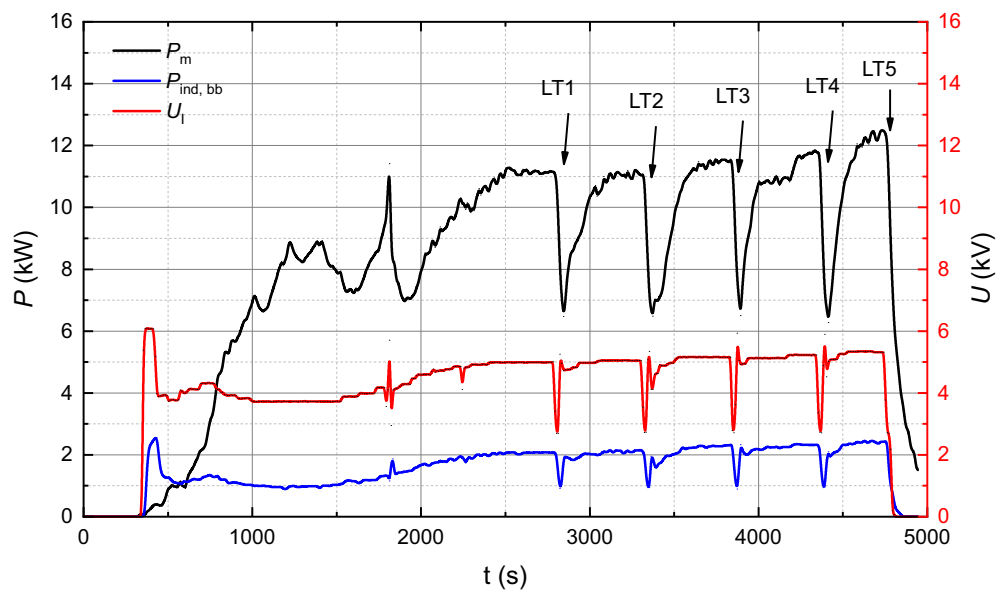
Tavená směs: Z60, $m = 713,2 \text{ g}$

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

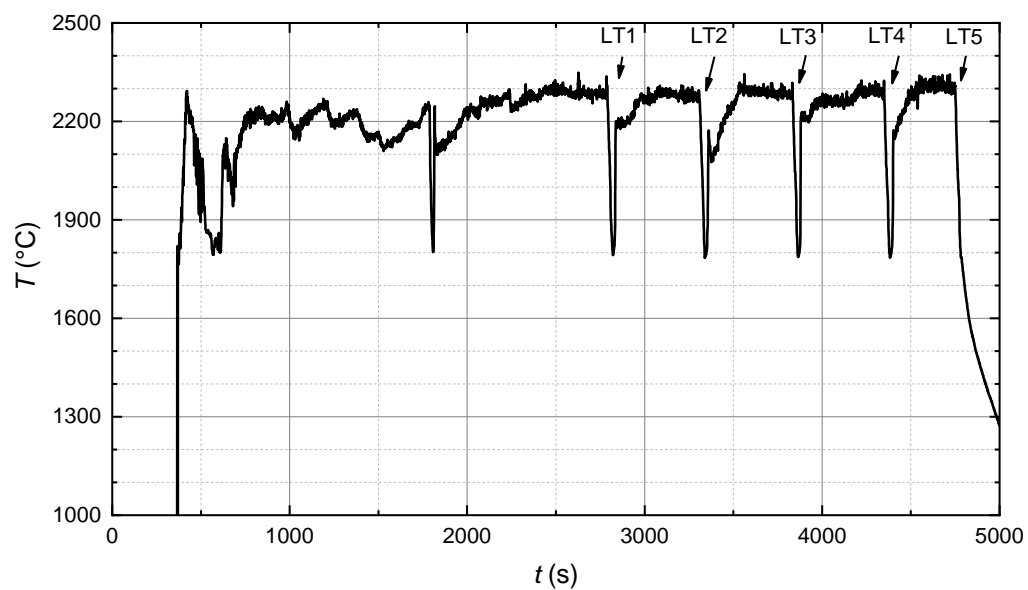
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1.

Hmotnost ingotu: $m = 373,5 \text{ g}$

Závěr: Cíl experimentu byl zcela splněn.



Obr. 7.49: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I12.



Obr. 7.50: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I12.



Obr. 7.51: Ingot z experimentu I12.

Experiment I13

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2300 °C.

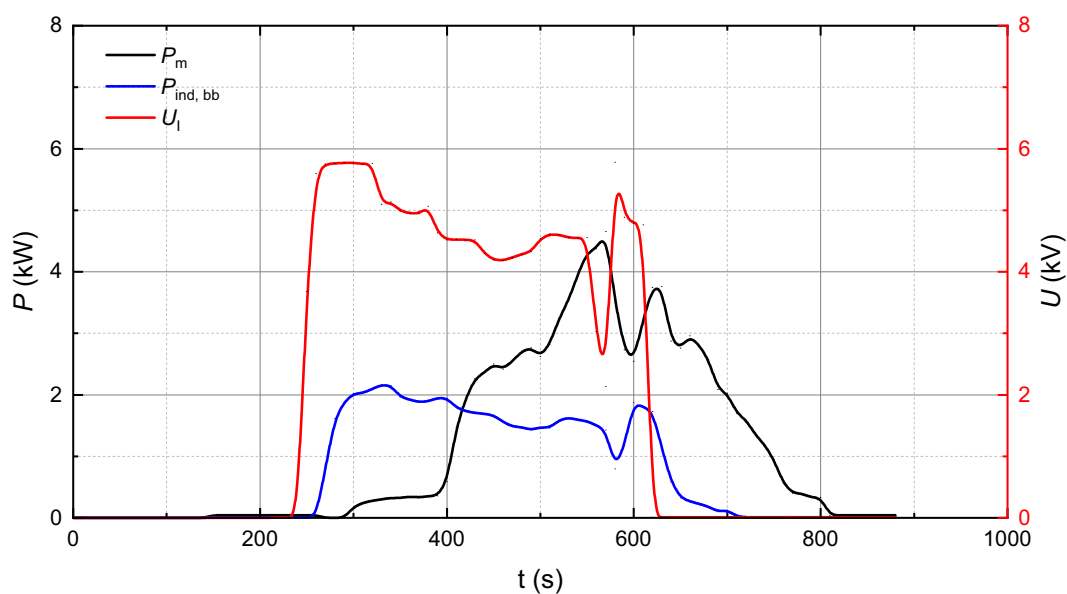
Tavená směs: Z50, $m = 637,7$ g

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0$ g

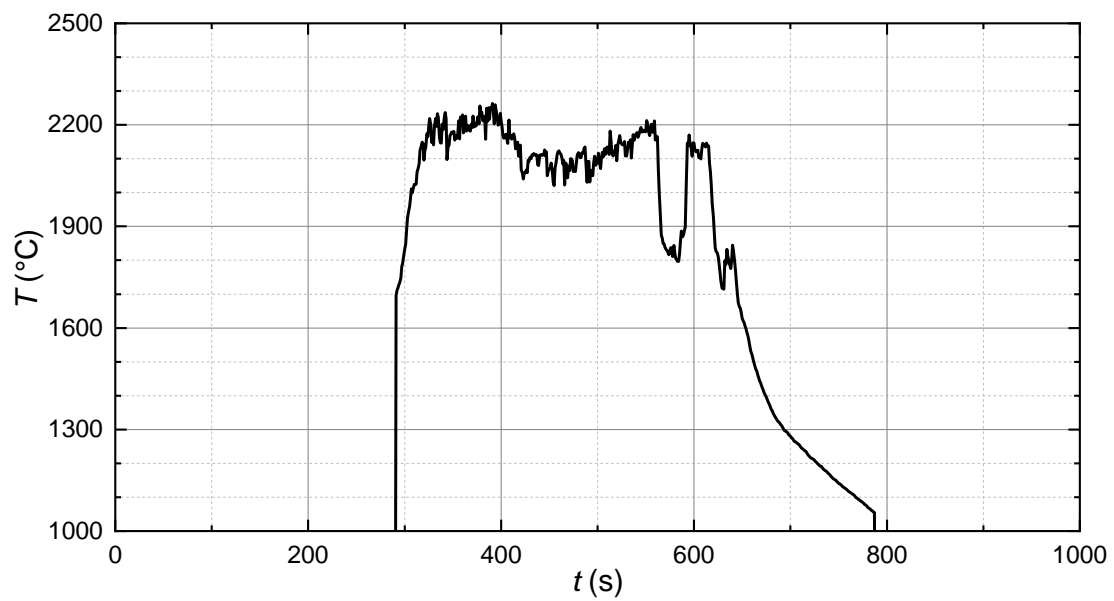
Průběh experimentu: Po startovací fázi, během formování taveniny došlo dvakrát k vyprsknutí taveniny, přičemž byl zasažen induktor a generátor byl odstaven ochrannými prvky. Byl učiněn neúspěšný pokus o pokračování v experimentu a experiment byl ukončen.

Hmotnost ingotu: $m = 169,0$ g

Závěr: Cíle experimentu nebyly splněny.



Obr. 7.52: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I13.



Obr. 7.53: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I13.



Obr. 7.54: Ingot získaný z experimentu I13 na neroztavené směsi po rozebrání studeného kelímku (vlevo) a samostatně (vpravo).

Experiment I14

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2300 °C.

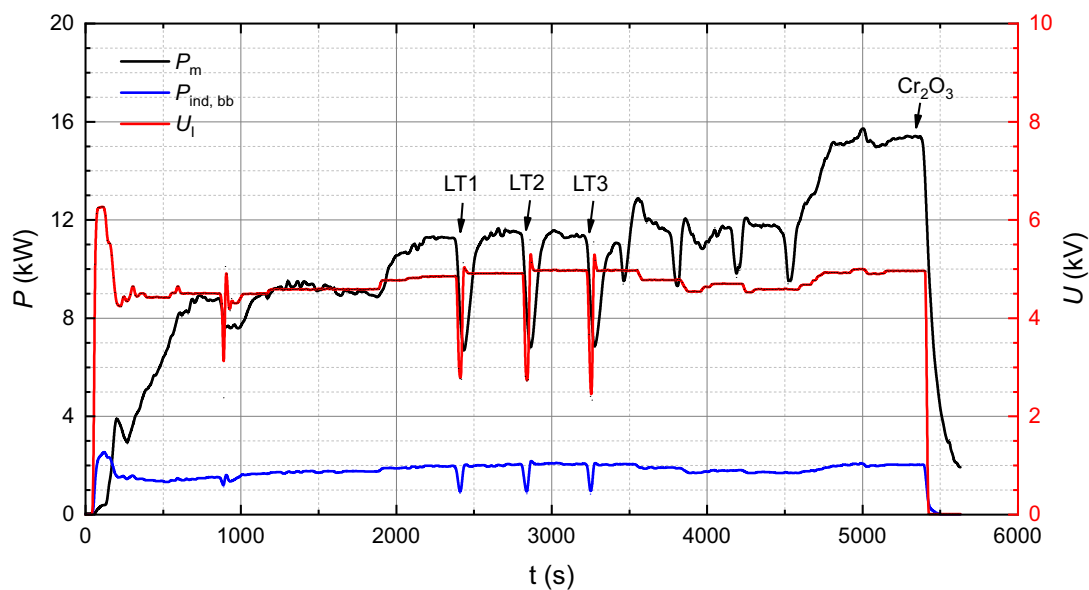
Tavená směs: Z50, $m = 705,9 \text{ g}$ (+ 19,5 g Cr_2O_3)

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

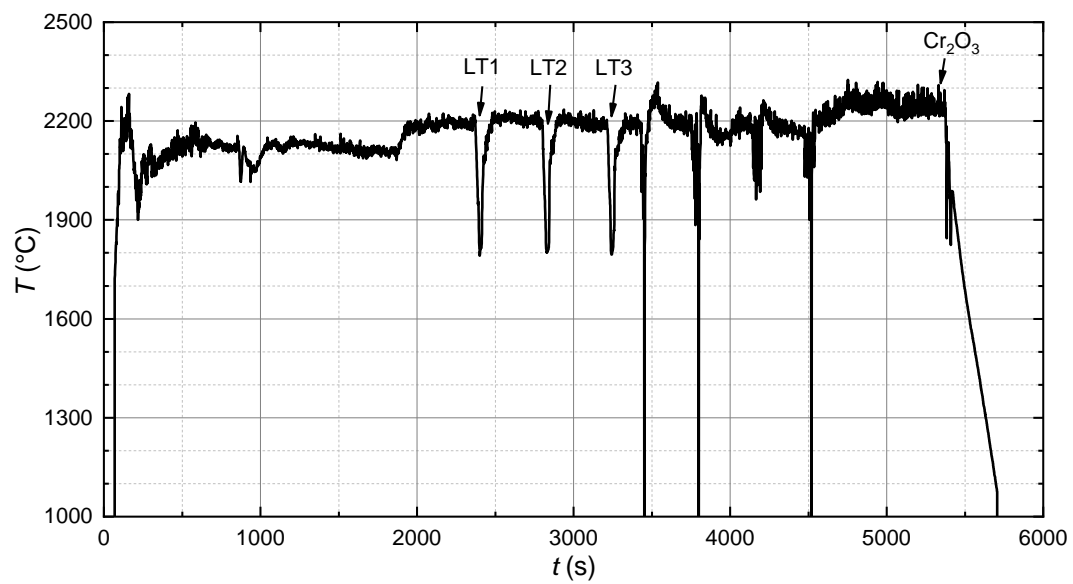
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1. Na závěr experimentu bylo po stabilizaci teploty na 2300 °C přidáno 19,5 g Cr_2O_3 .

Hmotnost ingotu: $m = 606,8 \text{ g}$

Závěr: Cíle experimentu byly zcela splněny.



Obr. 7.55: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I14.



Obr. 7.56: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I14.



Obr. 7.57: Ingot získaný z experimentu I14.

Experiment I15

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2400 °C.

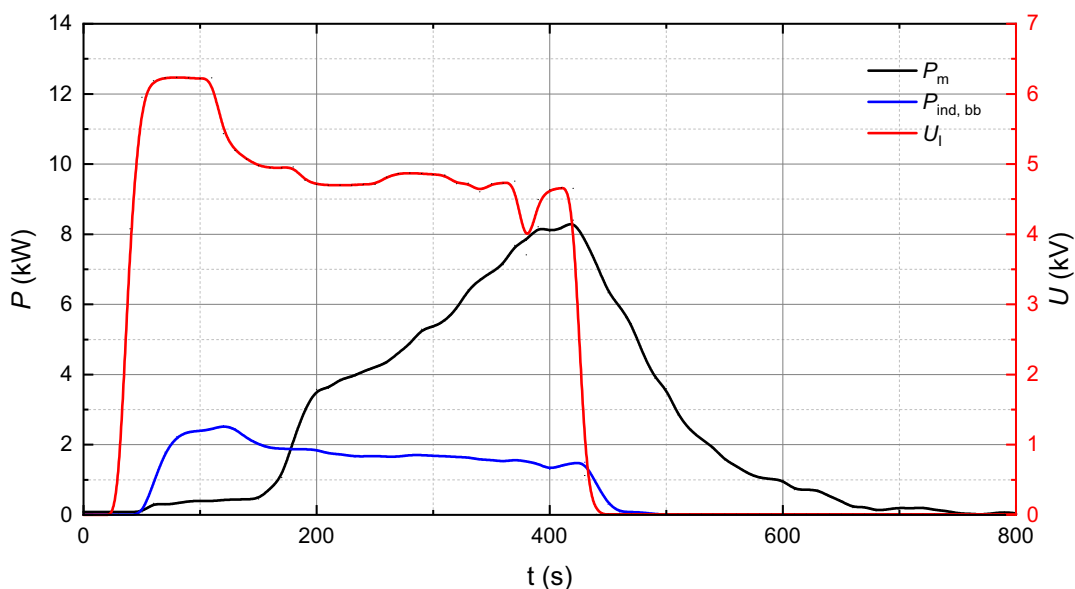
Tavená směs: Z50, $m = 514,5$ g

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0$ g

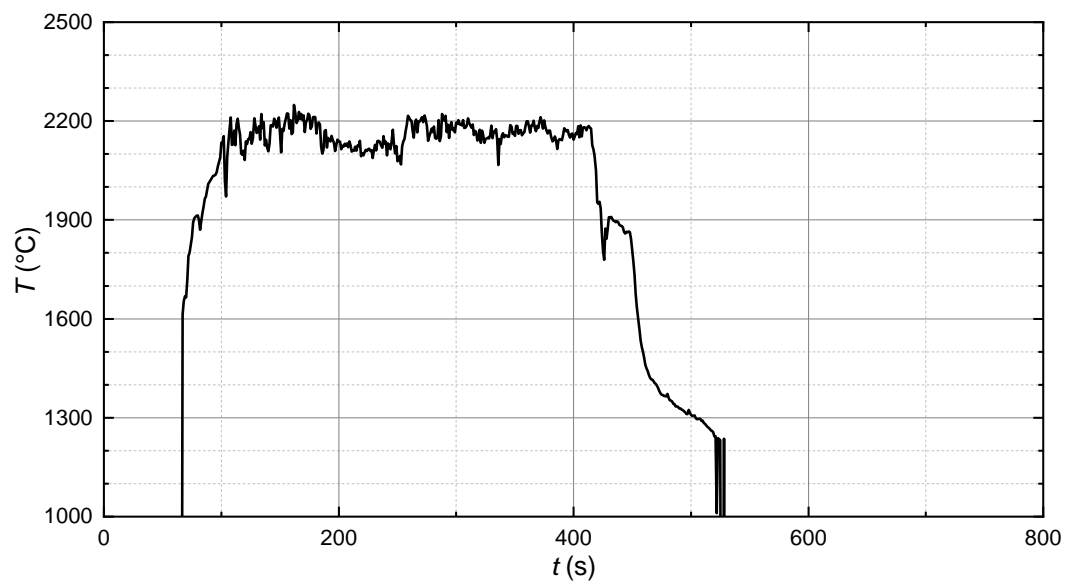
Průběh experimentu: Během formování taveniny došlo k jejímu vyprsknutí, přičemž byla zasažena chladicí větev zásobující studený kelímek chladivem. Jednalo se o velké poškození, z chladicího okruhu unikalo přibližně $151 \cdot \text{min}^{-1}$ chladicí vody. Experiment byl okamžitě ukončen a byla zahájena injekce vody do chladicího systému, aby byla tavenina v studeném kelímku dochlazena a škody byly minimalizovány. Situace je zachycena na Obr. 7.60 (vpravo), ze kterého je patrná pára v okolí studeného kelímku, kondenzující na skle průzoru do pracovní komory a v levé části fotografie je patrný proud vody.

Hmotnost ingotu: $m = 248,2$ g

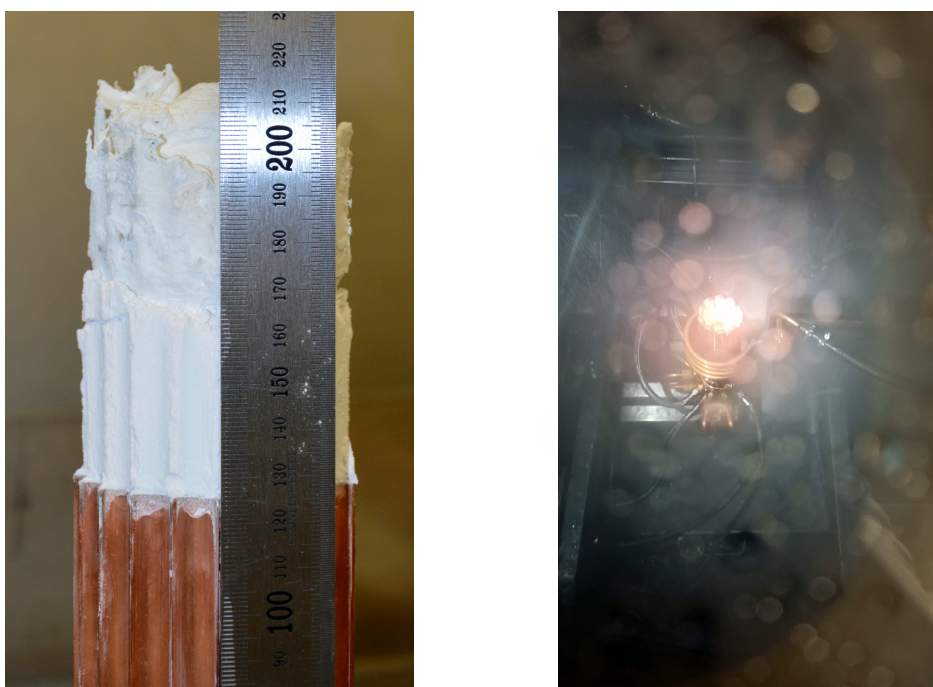
Závěr: Cíle experimentu nebyly splněny.



Obr. 7.58: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I15.



Obr. 7.59: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I15.



Obr. 7.60: Ingot získaný z experimentu I15 na vrstvě neroztavené směsi (vlevo) a fotografie zaznamenávající poškození chladicí větve (vpravo).

Experiment I16

Cíl experimentu: Cílem experimentu je opakovaně změřit teplotu likvidu dané směsi a připravit ingot pro stanovení tloušťky skull vrstvy při teplotě 2400 °C.

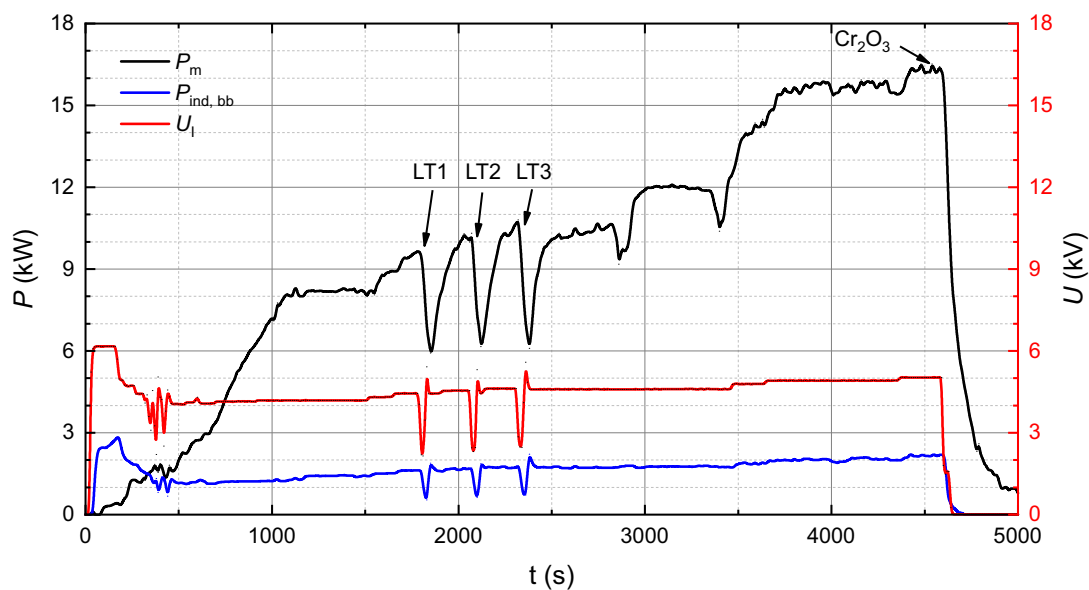
Tavená směs: Z50, $m = 535,8 \text{ g}$ (+ 19,0 g Cr_2O_3)

Startovací materiál: Zr, $m = 5,0 \text{ g}$

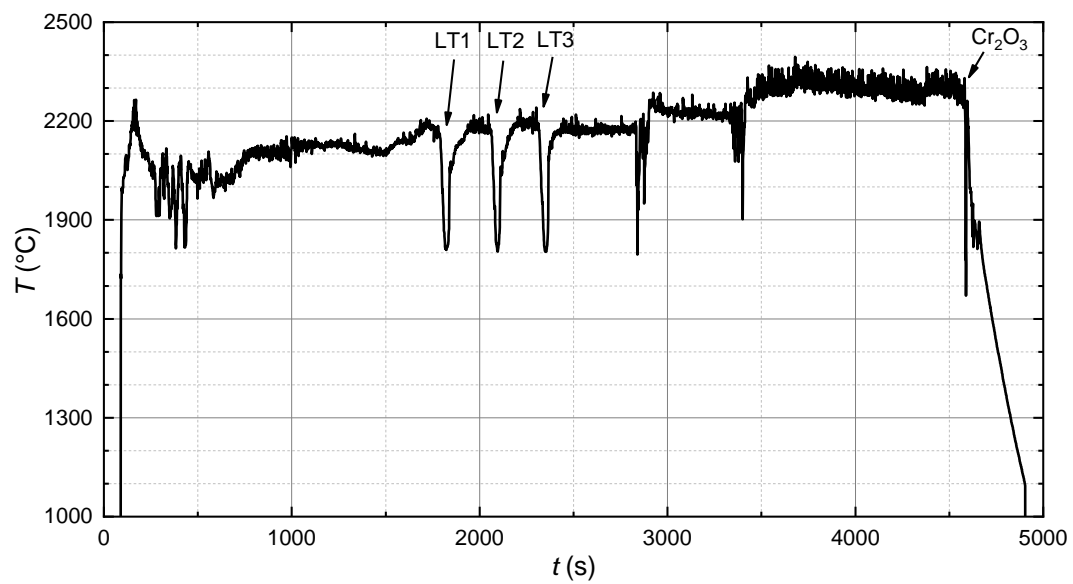
Průběh experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsáno v části 7.1.1. Na závěr experimentu bylo po stabilizaci teploty na 2400 °C přidáno 19,0 g Cr_2O_3 .

Hmotnost ingotu: $m = 482,2 \text{ g}$

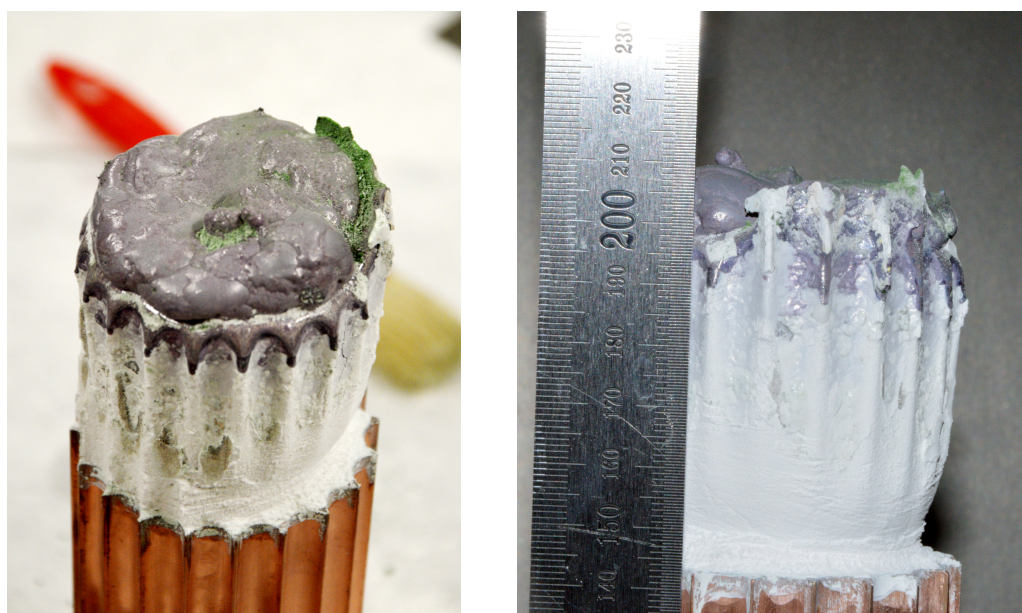
Závěr: Cíle experimentu byly zcela splněny.



Obr. 7.61: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I16.



Obr. 7.62: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I16.



Obr. 7.63: Ingot získaný z experimentu I16.

7.1.2 Shrnutí experimentů I01–I16

Z experimentů byl získán dostatek dat pro splnění cílů práce. Byly připraveny 4 ingoty směsi Z50 pro analýzu tloušťky skull vrstvy při různé teplotě taveniny v rozsahu 2100 °C až 2400 °C.

Bylo provedeno 12 měření teploty likvidu pro směs Z50, 8 pro směs Z60 a 10 pro směs Z80. Všechna měření byla prováděna dvěma pyrometry, proto lze předpokládat, že i v případě, že některé průběhy nebudou vyhodnotitelné, údajů pro stanovení teploty likvidu všech směsí je dostatek.

Výška taveniny byla změřena šestkrát pro každou teplotu v případě směsí Z50 a Z60, pro směs Z80 jsem pro každou teplotu získal 10 velikostí výšky taveniny.

Výsledky jednotlivých měření jsou prezentovány v odpovídajících částech kapitoly 9.

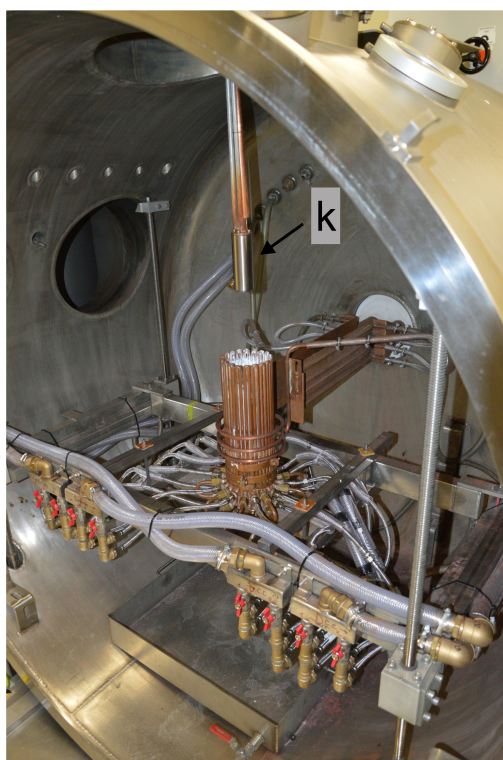
7.2 Experimenty T01 a T02

7.2.1 Metodika experimentů T01 a T02

Návrh experimentů proběhl způsobem popsaným v kapitolách 5 a 6, požadované parametry byly však jiné.

Startovacím materiálem pro experimenty T01 a T02 byl zvolen Fe_3O_4 , který je znázorněn na Obr. 7.65, Obr. 7.66 pak vyobrazuje Fe_3O_4 umístěný na směsi oxidů.

Pohled do pracovní komory před experimentem T01 je vidět na Obr. 7.64. Systém sběru dat, pyrometr, kameru zaznamenávající hladinu taveniny a polohovací systém pohybující upnutým kalorimetrem během experimentu T02 zachycuje Obr. 7.68.



Obr. 7.64: Celkový pohled na studený kelímk s induktorem a kalorimetrem (K) v komoře před experimentem T01.

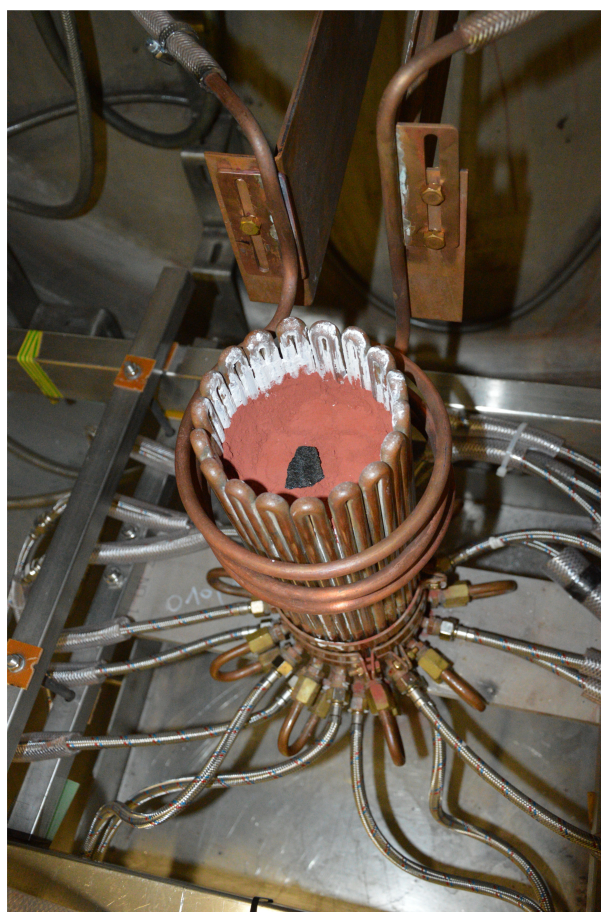
Geometrie studeného kelímku s induktorem je znázorněna na Obr. 7.67 s odpovídajícími rozměry v Tab. 7.3.

I v případě experimentů T01 a T02 jim předcházela test indukčního systému bez taveniny pro ověření jeho funkčnosti a stanovení elektrického odporu prázdného studeného kelímku. T01 i T02 byly provedeny na vzduchu, bez použití inertní atmosféry nebo vakua.

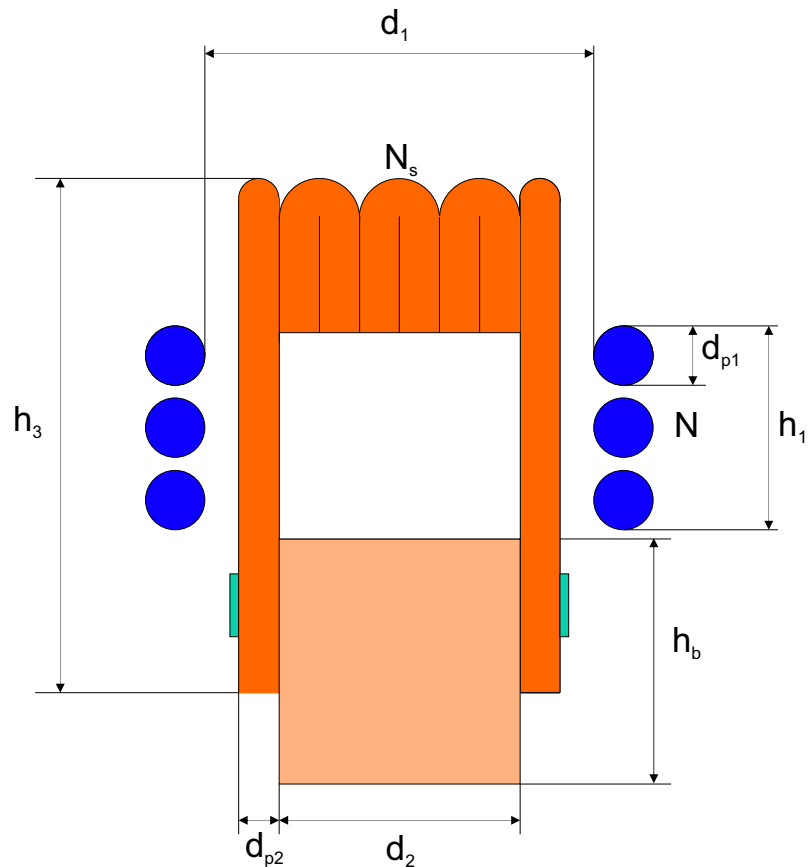
Poté byl kelímk naplněn práškovou směsí oxidů, startovací materiál byl vložen na prášek a byla nastavena startovací poloha studeného kelímku vůči induktoru. Následovala startovací fáze, po níž bylo zahájeno formování taveniny. Při formování taveniny byl kelímk posouván směrem vzhůru vůči induktoru až byla dosažena tzv. nulová poloha. Nulovou polohou je myšlen stav, kdy spodní hrana induktoru je ve stejné úrovni s horní hranou dna studeného kelímku.



Obr. 7.65: Startovací materiál Fe_3O_4 před experimentem T02.



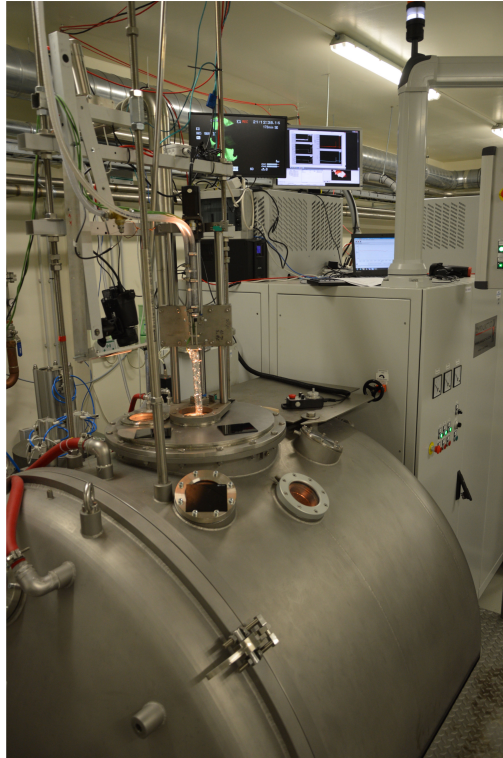
Obr. 7.66: Pohled na studený kelímek naplněný směsí se startovacím materiálem před experimentem T01



Obr. 7.67: Geometrie studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 7.3.

Tab. 7.3: Rozměry studeného kelímku s induktorem odpovídající Obr. 7.67.

Označení	Rozměr	Poznámka
Induktor		
d_1 (mm)	160	vnitřní průměr induktoru
d_{p1} (mm)	10	průměr trubice induktoru
h_1 (mm)	80	výška induktoru
N (-)	3	počet závitů
Studený kelímek a tavenina		
N_s (-)	18	počet sekcí studeného kelímku
d_2 (mm)	110	vnitřní průměr studeného kelímku
d_{p2} (mm)	10	průměr trubice studeného kelímku
h_3 (mm)	411	výška segmentů studeného kelímku
h_b (mm)	150	výška dna studeného kelímku



Obr. 7.68: Pohled na systém sběru dat, pyrometr, kameru a polohovací systém pohybující upnutým kalorimetrem během experimentu T02.

V této poloze se prováděla homogenizace taveniny, ustálení parametrů systému a následná stabilizace na těchto parametrech po určité době, která byla určena před experimenty na 1500 s – 2500 s.

Po stabilizaci byl kalorimetr zasouván do prostoru studeného kelímku pomocí polohovacího systému. Tento proces je popsán u každého experimentu zvlášť, jelikož se nejednalo o shodný postup.

Experiment T01

Cíl experimentu: Cílem experimentu je změřit hustotu tepelného toku kalorimetrem při teplotě taveniny 2200 °C.

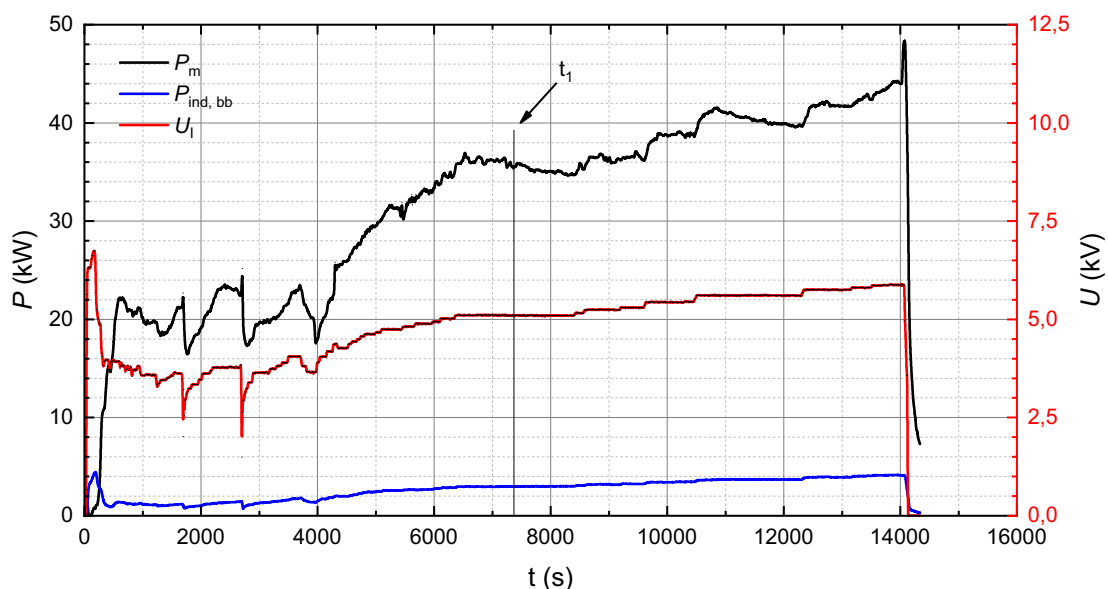
Tavená směs: 50 hm.% ZrO₂ + 50 hm.% Fe₂O₃, m = 3500,0 g

Startovací materiál: Fe₃O₄, m = 11,0 g

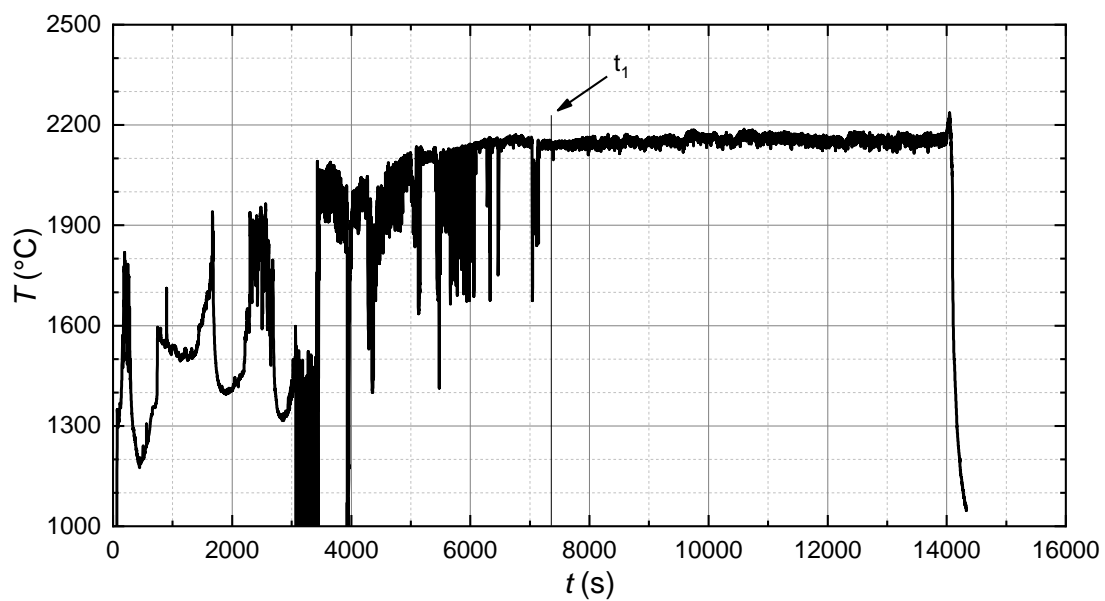
Popis experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsaného v části 7.2.1. Po stabilizaci při teplotě 2150 °C byl kalorimetr po krocích zasouván na úroveň hladiny taveniny. Proces probíhal krokově, vždy s dostatečnou dobou pro ustálení tepelného výkonu odváděného kalorimetrem. Tímto způsobem bylo dosaženo úrovně hladiny taveniny a kalorimetr byl postupně ponořen do taveniny až do hloubky 58,3 mm pod úroveň hladiny. Na povrchu kalorimetru se vytvořila křusta z tavené směsi.

Hmotnost ingotu: m = 3094,0 g

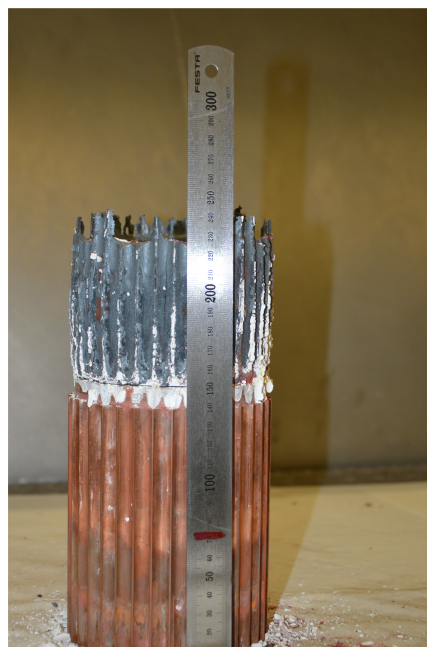
Závěr: Cíl experimentu byl zcela splněn.



Obr. 7.69: Časový průběh napětí induktoru U_1 , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu T01. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.



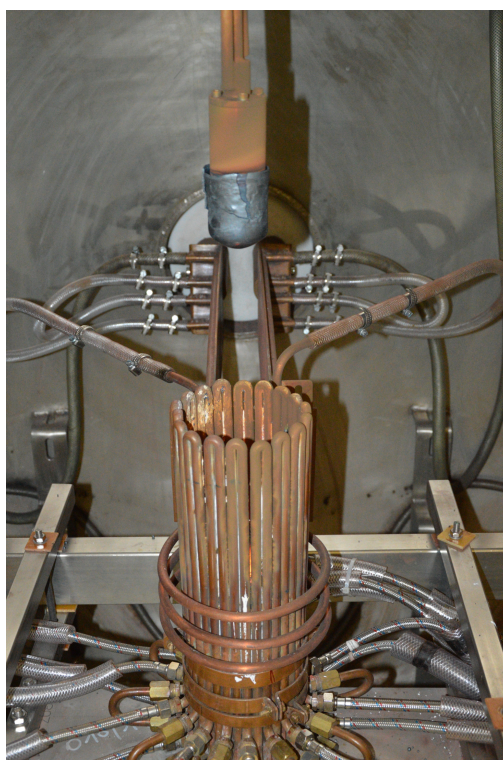
Obr. 7.70: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu T01.
 t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.



Obr. 7.71: Ingot získaný z experimentu T01.



Obr. 7.72: Rozpůlený ingot z experimentu T01.



Obr. 7.73: Kalorimetr vytažený z taveniny po experimentu T01.



Obr. 7.74: Kalorimetr po experimentu T01.



Obr. 7.75: Krusta odstraněná z kalorimetru po experimentu T01.

Experiment T02

Cíl experimentu: Cílem experimentu je změřit hustotu tepelného toku kalorimetrem při teplotě taveniny vyšší než 2200 °C.

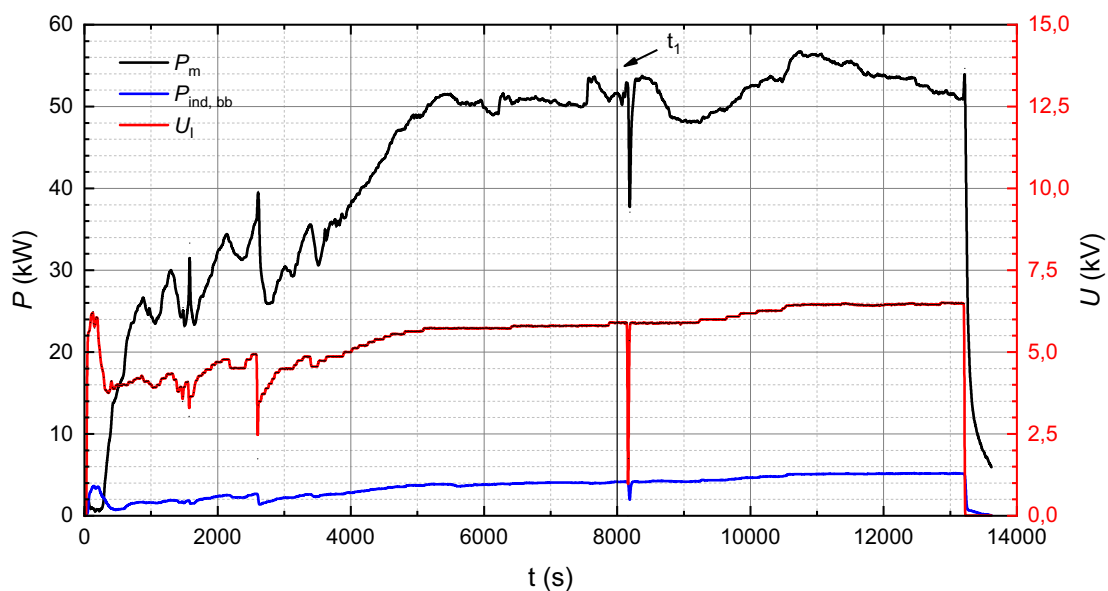
Tavená směs: 50 hm.% ZrO₂ + 50 hm.% Fe₂O₃, m = 3600,0 g

Startovací materiál: Fe₃O₄, m = 8,0 g

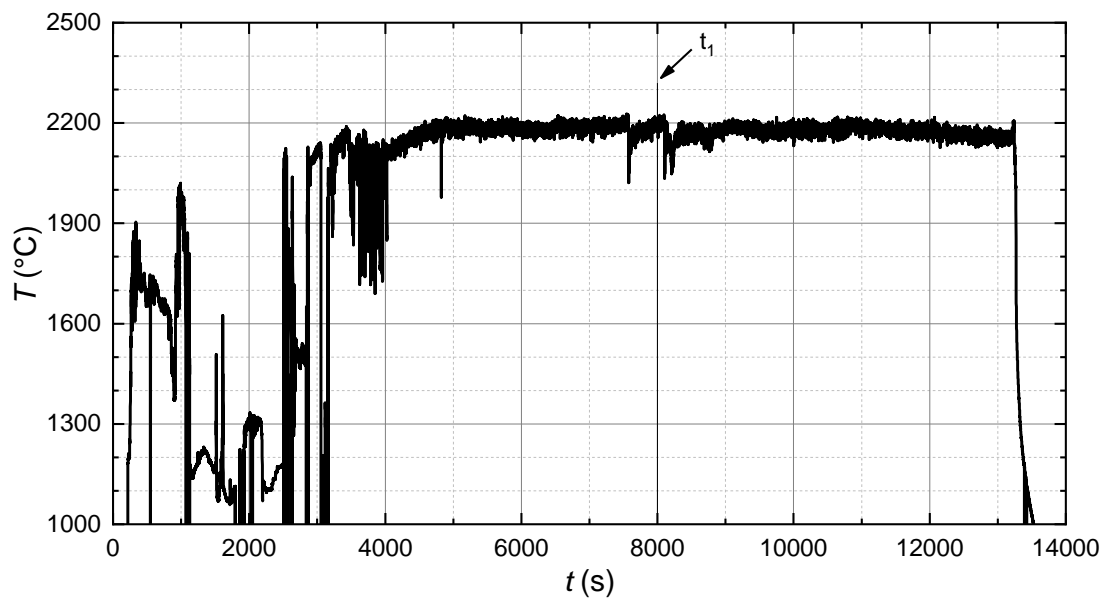
Popis experimentu: Experiment proběhl dle postupu popsaného v části 7.2.1. Stabilizace byla provedena při teplotě 2230 °C, následně byl kalorimetr po krocích přesunut na úroveň hladiny taveniny. Proces probíhal krokově, vždy s dostatečnou dobou pro ustálení tepelného výkonu odváděného kalorimetrem. Kalorimetr byl poté ponořen do hloubky 80,0 mm pod úroveň hladiny. Na povrchu kalorimetru se vytvořila křusta z tavené směsi.

Hmotnost ingotu: m = 3094,0 g

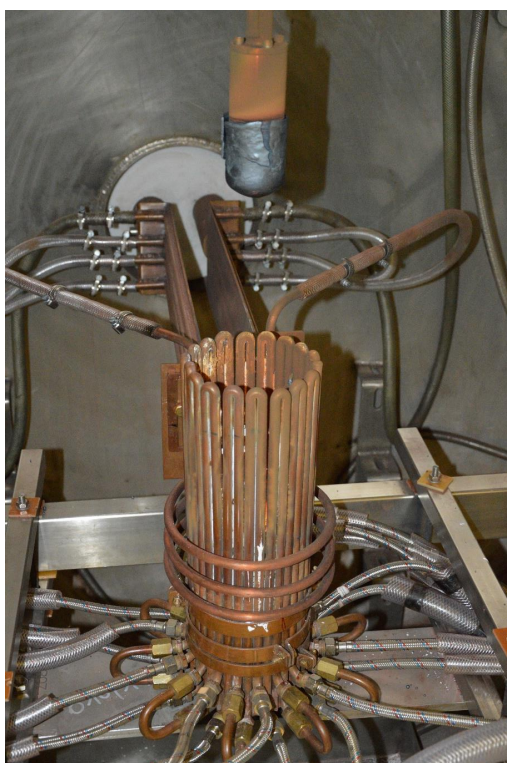
Závěr: Cíl experimentu byl zcela splněn.



Obr. 7.76: Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu T02. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.



Obr. 7.77: Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu T02.
 t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.



Obr. 7.78: Kalorimetr vytažený z taveniny po experimentu T02.



Obr. 7.79: Kalorimetr po experimentu T02.

7.2.2 Shrnutí experimentů T01 a T02

V rámci experimentů T01 a T02 byla změřena hustota tepelného toku procházejícího z taveniny do kalorimetru. Vyhodnocení výsledků je provedeno v příslušné části práce.

Při obou experimentech se na kalorimetru vytvořila krusta ze zatuhlé taveniny, která ho chránila před tepelným namáháním. Krusta na kalorimetru po experimentech je patrná z Obr. 7.73 a Obr. 7.78.

8

Analýzy

8.1 Skenovací elektronová mikroskopie s energiově disperzní spektroskopií (SEM/EDX)

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie s energiově disperzní spektroskopií (SEM/EDX) byly měřeny vzorky odebírané z taveniny ponořením měděného odběrového hrotu (QS) a vzorky z ingotu.

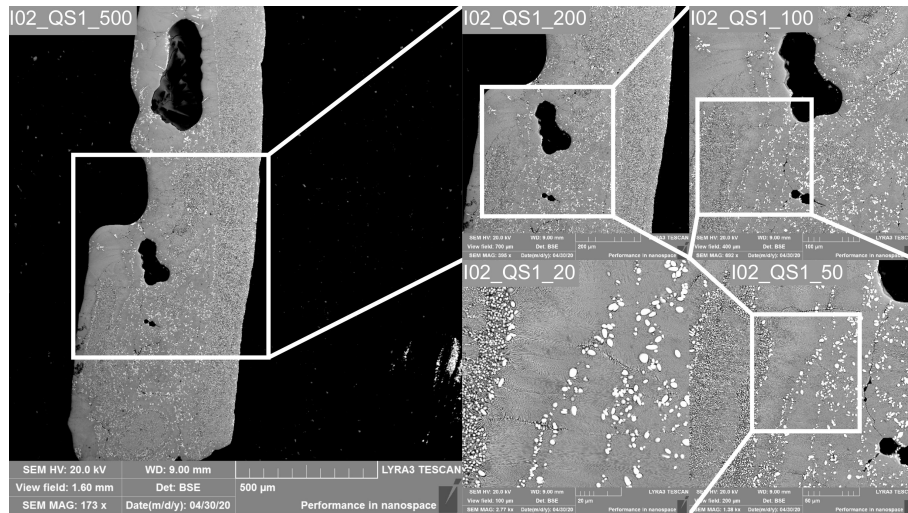
Analyzovány byly vzorky QS z experimentů I02, I04, I05, I07, I10, I11, přičemž z každého experimentu byly vyhodnoceny dva vzorky, jen v případě experimentu I04 byl použit jen jeden vzorek (druhý vzorek byl zničen při manipulaci a nebylo možné jej analyzovat). Vzorky jsou značeny IXX_QSY, kde IXX reprezentuje číslo experimentu a QSY číslo vzorku. Odebrání vzorku je označeno na časových průbězích u popisu jednotlivých experimentů.

Dále proběhlo měření na vzorcích odebraných z ingotu získaného v rámci experimentu I05. Z ingotu byly odebrány 3 vzorky v jeho ose v různých výškách. Značení vzorků je IXX_IY, kde IXX je opět číslo experimentu a IY číslo vzorku, které odpovídá Obr. 8.6.

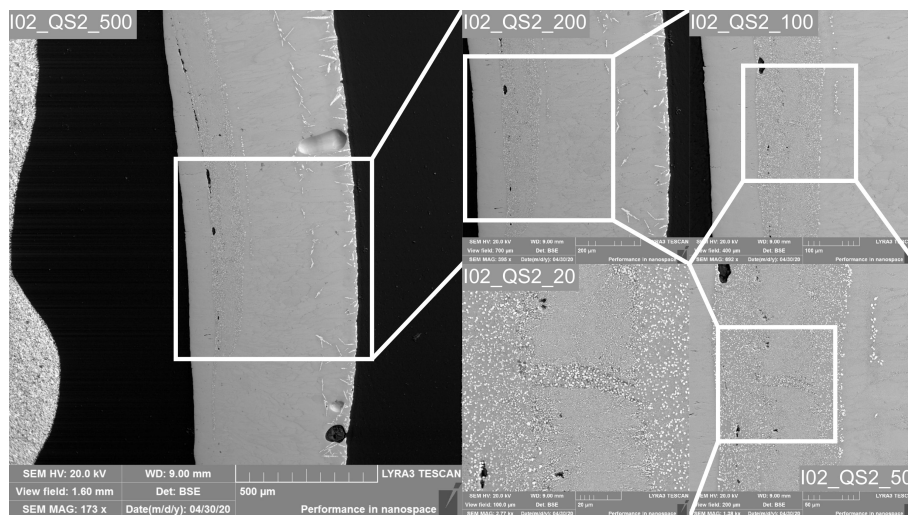
Nejprve byl pořízen SEM snímek vzorku. Poté byly analyzovány tři oblasti na vzorku a na každé z nich byly provedeny čtyři EDX analýzy.

Zobrazovaná oblast největšího SEM snímku byla zvolena pro QS vzorky z experimentů I02, I04 a I05 1600 μm , pro vzorky ingotu z experimentu I05 1960 μm a pro QS vzorky získané při experimentech I07, I10 a I11 1000 μm , vyjma vzorku QS1 odebraného při experimentu I07, u něhož byla zvolena velikost zobrazované oblasti SEM snímku 900 μm .

SEM/EDX I02



Obr. 8.1: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I02.

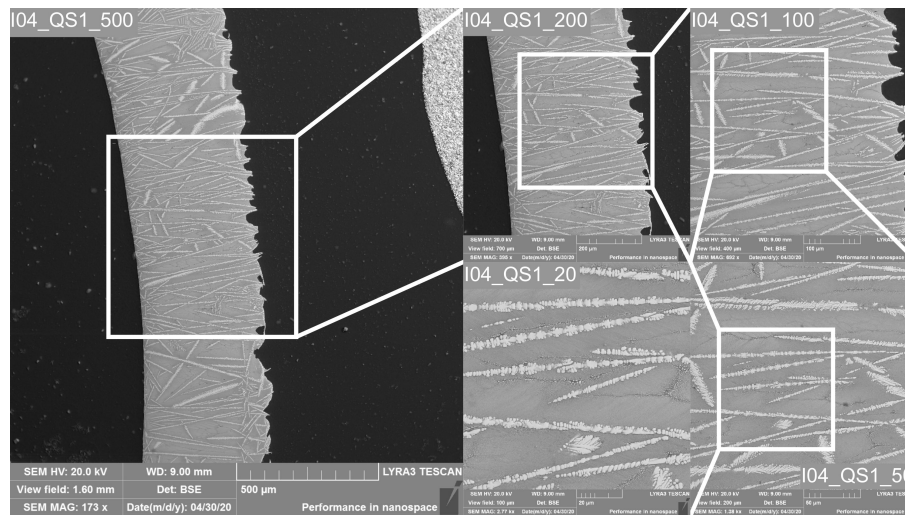


Obr. 8.2: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I02.

Tab. 8.1: Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I02.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I02_QS1	1	45,95	0,75	53,30
	2	46,99	0,86	52,15
	3	44,31	0,91	54,78
	Průměr	45,75	0,84	53,41
I02_QS2	1	45,28	1,01	53,71
	2	47,19	1,15	51,66
	3	44,15	1,02	54,83
	Průměr	45,54	1,06	53,40
I02	Průměr	45,64	0,95	53,41

SEM/EDX I04

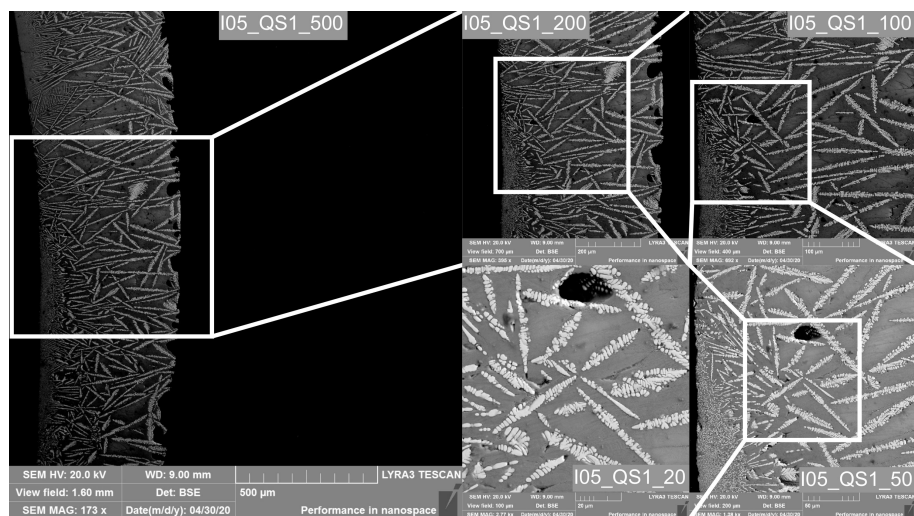


Obr. 8.3: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I04.

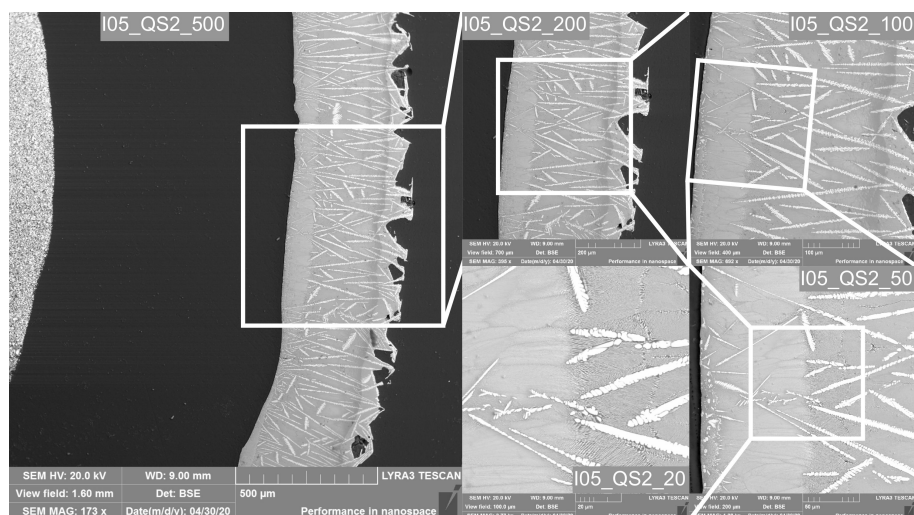
Tab. 8.2: Složení vzorku odebraného z taveniny během experimentu I04.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I04_QS1	1	52,60	1,17	46,23
	2	52,64	1,05	46,31
	3	53,90	1,05	45,05
	Průměr	53,05	1,09	45,86

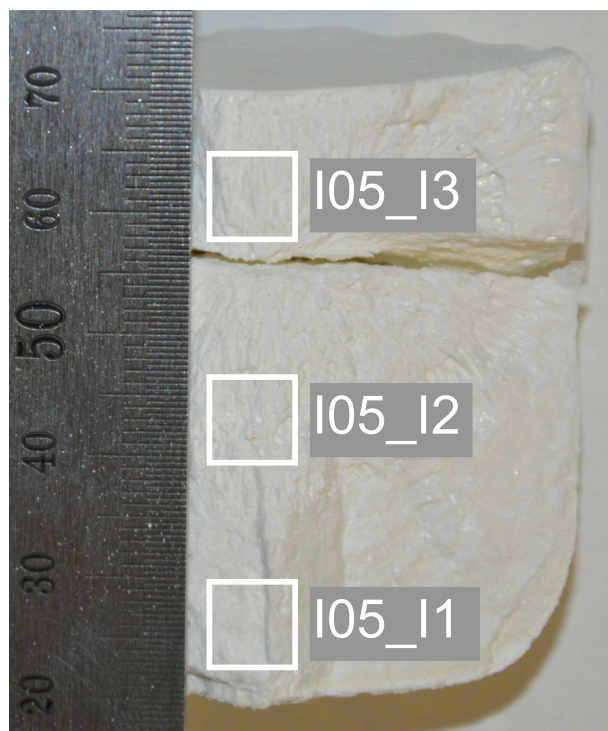
SEM/EDX I05



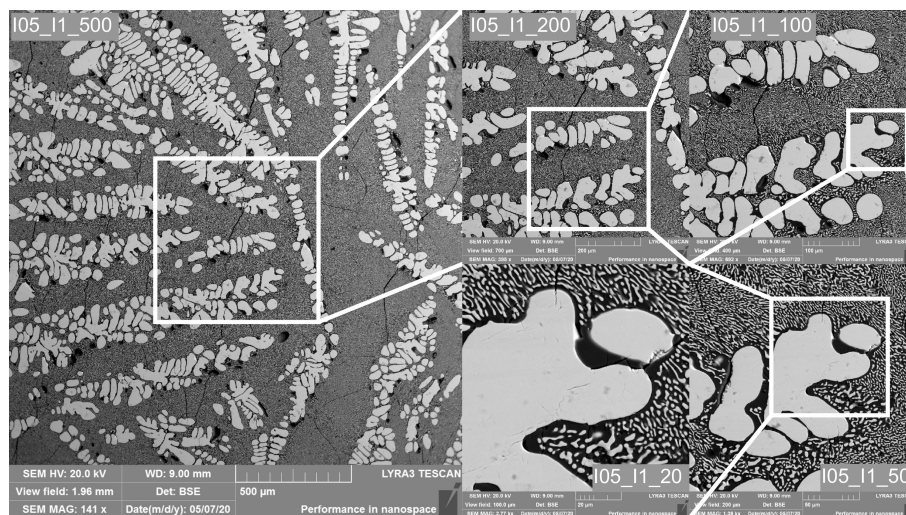
Obr. 8.4: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I05.



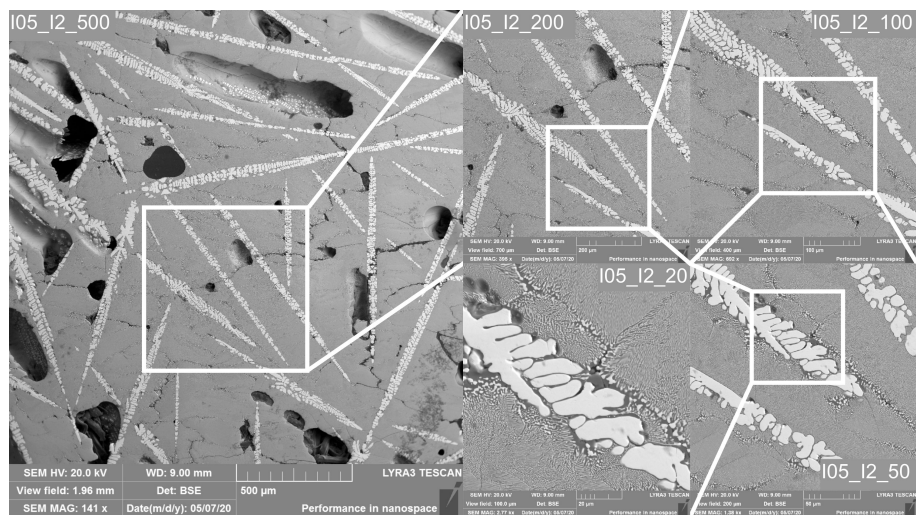
Obr. 8.5: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I05.



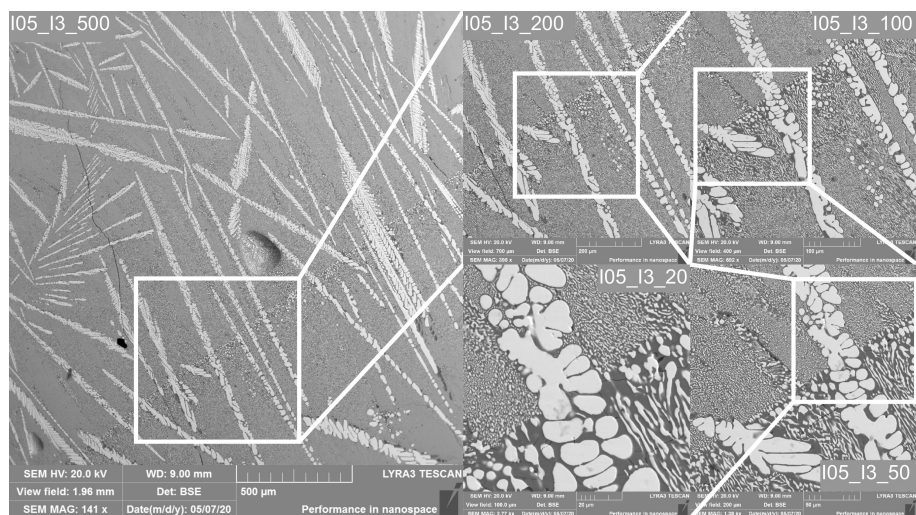
Obr. 8.6: Rozmístění odebraných vzorků pro SEM/EDX analýzy z ingotu získaného z experimentu I05.



Obr. 8.7: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I1 odebraného z ingotu po experimentu I05.



Obr. 8.8: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I2 odebraného z ingotu po experimentu I05.



Obr. 8.9: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I3 odebraného z ingotu po experimentu I05.

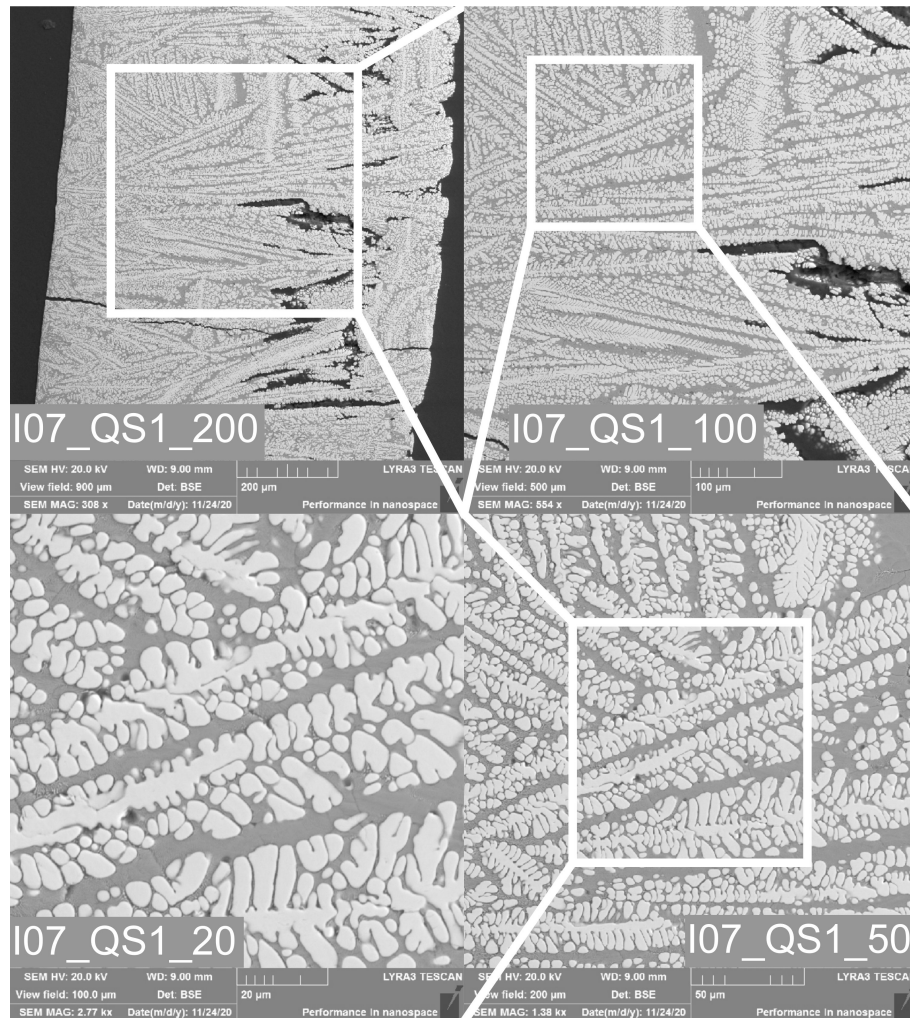
Tab. 8.3: Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I05.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I05_QS1	1	54,15	1,43	44,42
	2	54,54	1,14	44,32
	3	53,99	0,97	45,04
	Průměr	54,23	1,18	44,59
I05_QS2	1	51,87	1,08	47,05
	2	52,48	1,21	46,31
	3	51,63	0,82	47,55
	Průměr	52,00	1,03	46,97
I05	Průměr	53,11	1,11	45,78

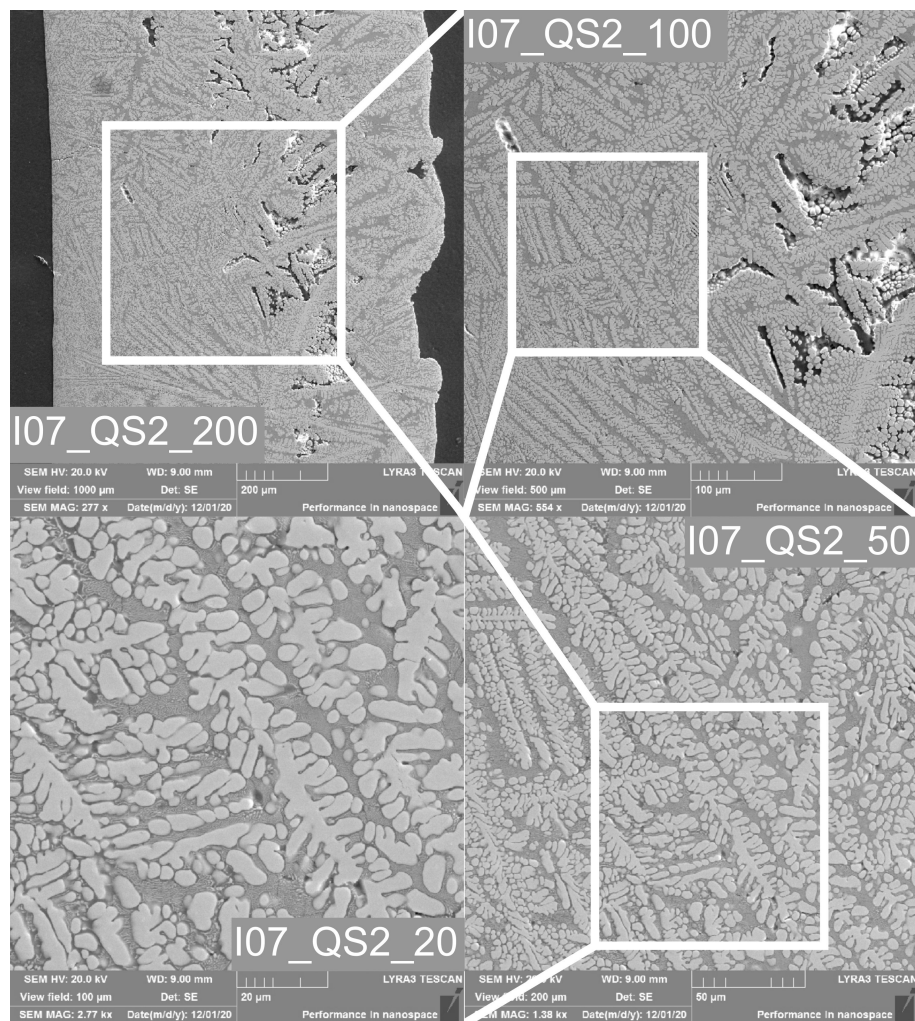
Tab. 8.4: Složení vzorků odebraných z ingotu po experimentu I05.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I05_I1	1	56,05	1,58	42,37
	2	57,50	1,25	41,25
	3	57,11	1,19	41,70
	Průměr	56,89	1,34	41,77
I05_I2	1	48,78	1,06	50,16
	2	48,12	1,07	50,81
	3	48,09	0,90	51,01
	Průměr	48,33	1,01	50,66
I05_I3	1	50,95	1,20	47,85
	2	50,49	0,93	48,58
	3	50,64	0,91	48,45
	Průměr	50,70	1,01	48,29
ingot I05	Průměr	51,97	1,12	46,91

SEM/EDX I07



Obr. 8.10: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I07.

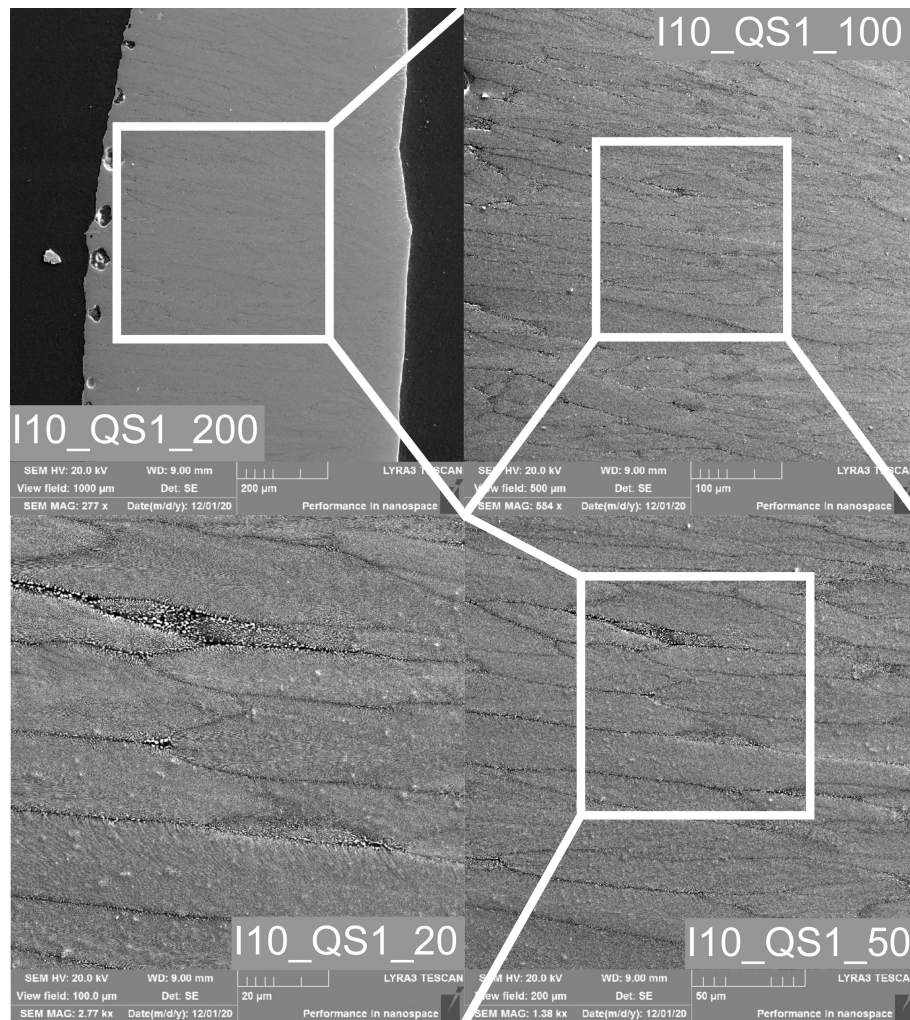


Obr. 8.11: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I07.

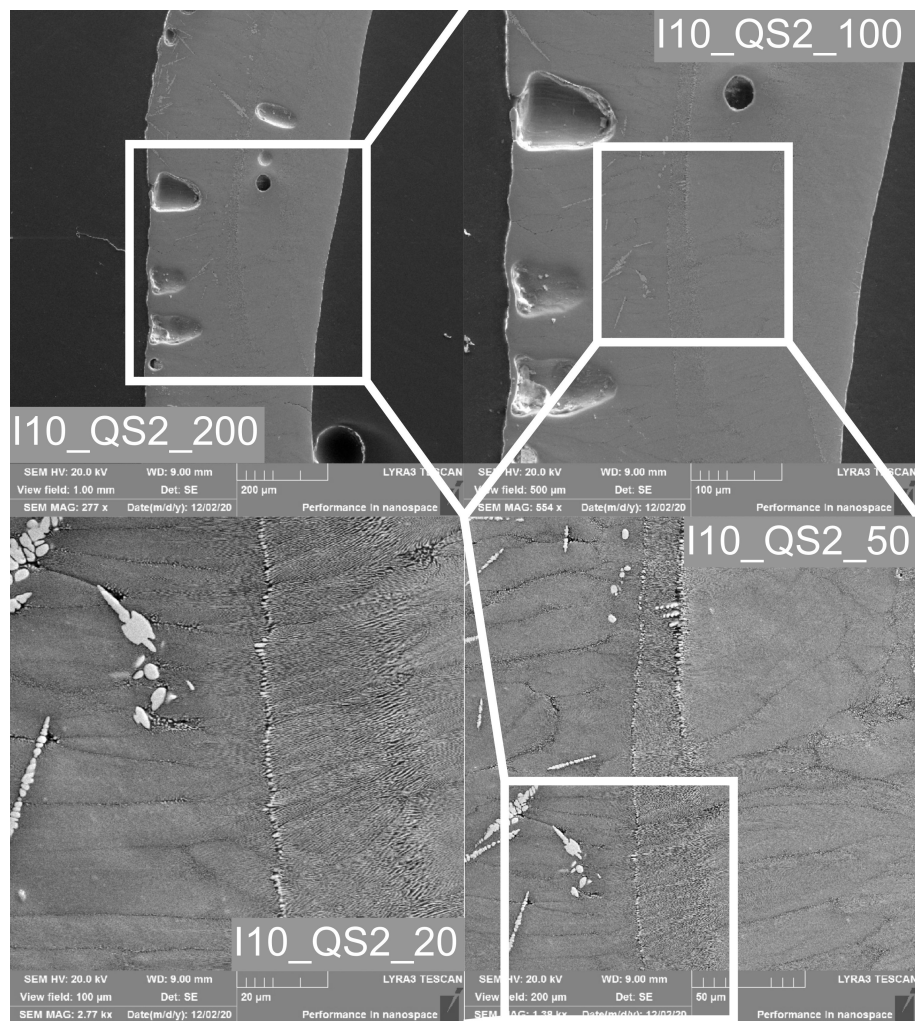
Tab. 8.5: Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I07.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I07_QS1	1	74,17	1,22	24,61
	2	73,25	1,79	24,96
	3	74,40	1,46	24,14
	Průměr	73,94	1,49	24,57
I07_QS2	1	72,23	1,48	26,29
	2	72,19	1,53	26,28
	3	73,62	1,56	24,82
	Průměr	72,68	1,52	25,80
I07	Průměr	73,31	1,51	25,18

SEM/EDX I10



Obr. 8.12: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I10.

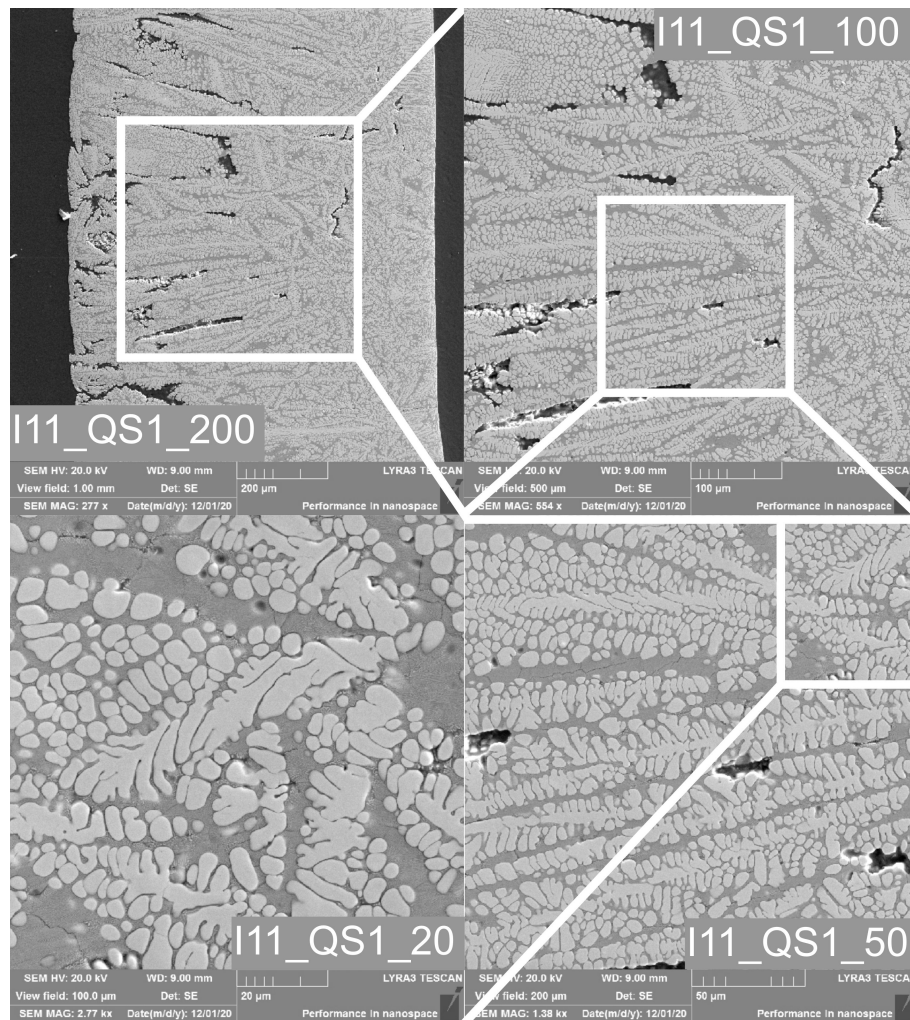


Obr. 8.13: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I10.

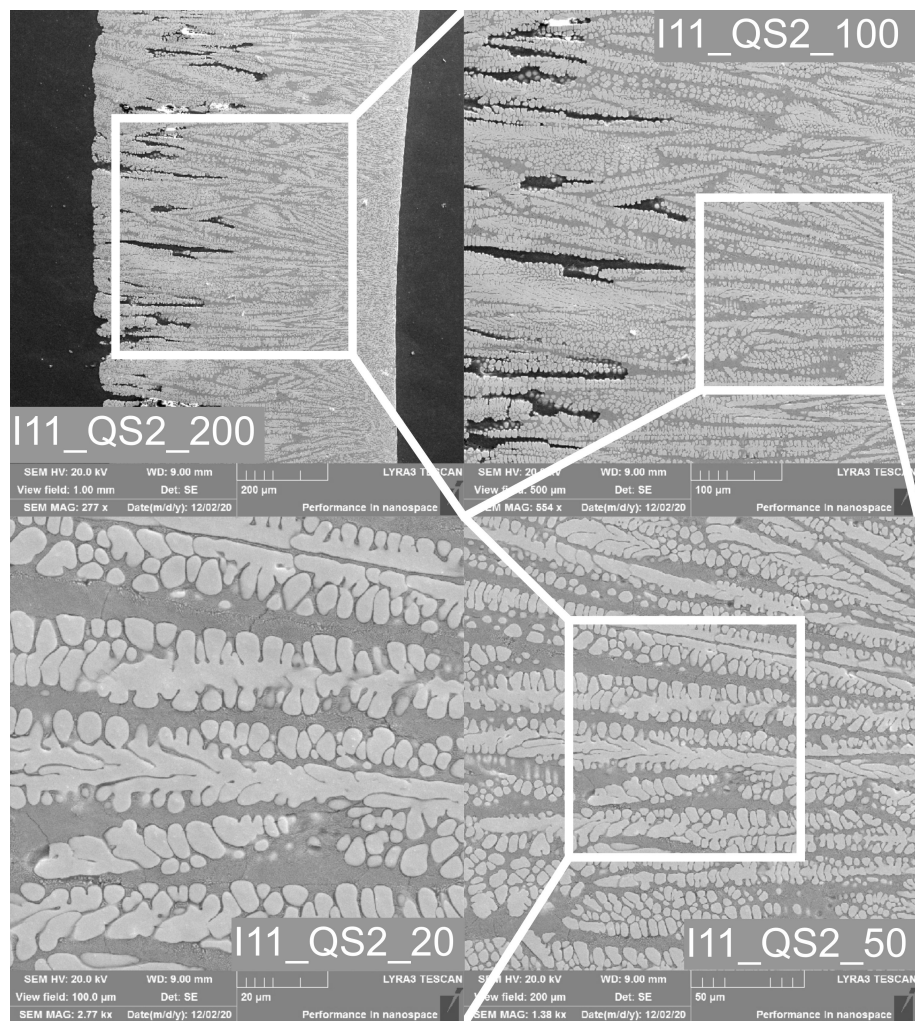
Tab. 8.6: Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I10.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I10_QS1	1	48,03	0,98	50,99
	2	46,42	0,93	52,65
	3	48,58	1,00	50,42
	Průměr	47,68	0,97	51,35
I10_QS2	1	48,79	1,03	50,18
	2	47,91	1,00	51,09
	3	47,95	1,04	51,01
	Průměr	48,22	1,02	50,76
I10	Průměr	47,95	0,99	51,06

SEM/EDX I11



Obr. 8.14: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I11.



Obr. 8.15: Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I11.

Tab. 8.7: Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I11.

	Oblast	ZrO ₂ (hm.%)	HfO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I11_QS1	1	78,83	1,50	19,67
	2	72,82	1,48	25,70
	3	73,76	1,53	24,71
	Průměr	75,14	1,50	23,36
I11_QS2	1	73,92	1,62	24,46
	2	72,18	1,63	26,19
	3	72,89	1,54	25,57
	Průměr	73,00	1,59	25,41
I11	Průměr	74,07	1,55	24,38

Shrnutí SEM/EDX analýzy

Plánované složení směsí pro experimenty je porovnáno s reálným složením získaným ze SEM/EDX analýzy v Tab. 8.8. Do množství ZrO_2 je zahrnut i HfO_2 , který je neoddělitelnou nečistotou obsaženou v ZrO_2 .

Snímky z SEM/EDX analýzy dávají informaci o krystalizaci vzorků. Studium jejich struktury není cílem této práce, ale stojí za zmínku dvě zřejmé tendence.

Na snímcích ze vzorků QS je patrný vznik oblasti, kde jsou krystalová zrna malých rozměrů. Ty se nacházejí v části, která byla v kontaktu s odběrovým hrotem, proto tam docházelo k nejintenzivnějšímu zchlazení taveniny. Tato vrstva je tlustá řádově desítky μm . Velikost krystalových zrn roste se vzdáleností od této oblasti. U SEM snímků vzorků odebraných z ingotu po experimentu I05 je oproti tomu velikost krystalových zrn znatelně větší než u vzorků QS z téhož experimentu.

Rovněž směr růstu krystalových zrn je v případě QS vzorků nahodilejší než v případě vzorků ingotu. Výjimku tvoří vzorek I2 získaný z ingotu po experimentu I05. To je způsobeno tím, že tento vzorek byl odebraný ze středu ingotu, kde probíhala solidifikace z celého ingotu naposled. V případě ingotu dochází ke krystalizaci od stran směrem do středu.

Tab. 8.8: Porovnání plánovaného složení směsí pro experimenty a skutečného složení získaného ze SEM/EDX analýzy.

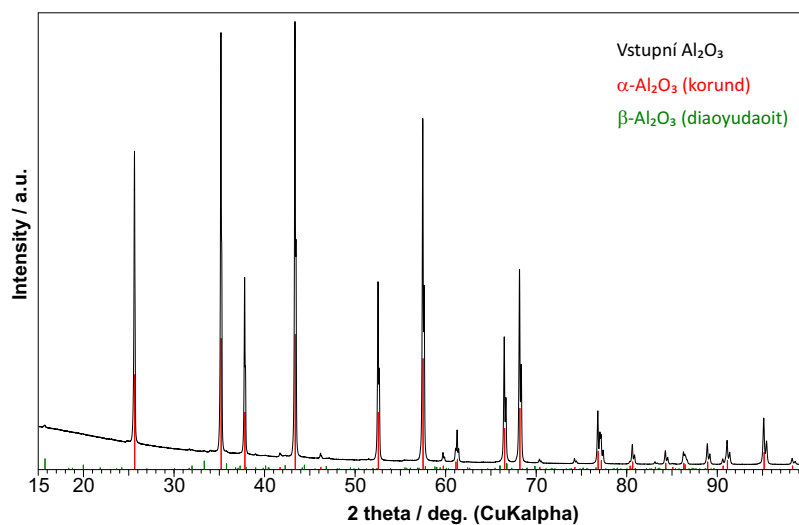
	Plánované složení		Složení ze SEM/EDX	
	ZrO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)	ZrO ₂ (hm.%)	Al ₂ O ₃ (hm.%)
I02	50,00	50,00	46,59	53,41
I04	60,00	40,00	54,14	45,86
I05	60,00	40,00	54,22	45,78
I07	80,00	20,00	74,82	25,18
I10	50,00	50,00	48,94	51,06
I11	80,00	20,00	75,62	24,38

8.2 Rentgenová strukturní analýza (XRD)

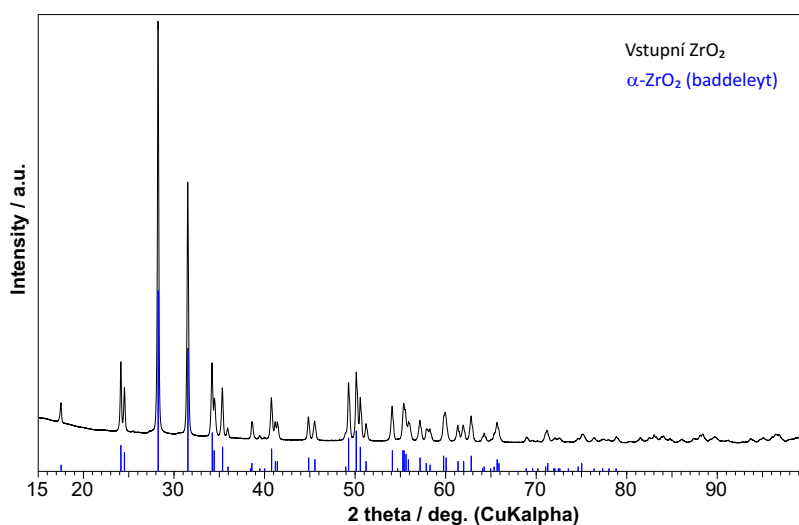
Pro analýzu jsem použil konkrétně rentgenovou práškovou difrakci, která se využívá k určení struktury anorganických a organický látek ve formě prášku. Vzorky proto byly před analýzou nejprve umlety na jemný prášek.

V první řadě byly analyzovány vstupní látky, které byly použity pro experimenty. XRD spektra jsou znázorněna na Obr. 8.16 pro Al_2O_3 a na Obr. 8.17 pro ZrO_2 . Al_2O_3 obsahuje krystalové modifikace α a β tohoto oxidu. Vstupní ZrO_2 vykazuje pouze krystalovou modifikaci α – ZrO_2 .

XRD vstupních materiálů

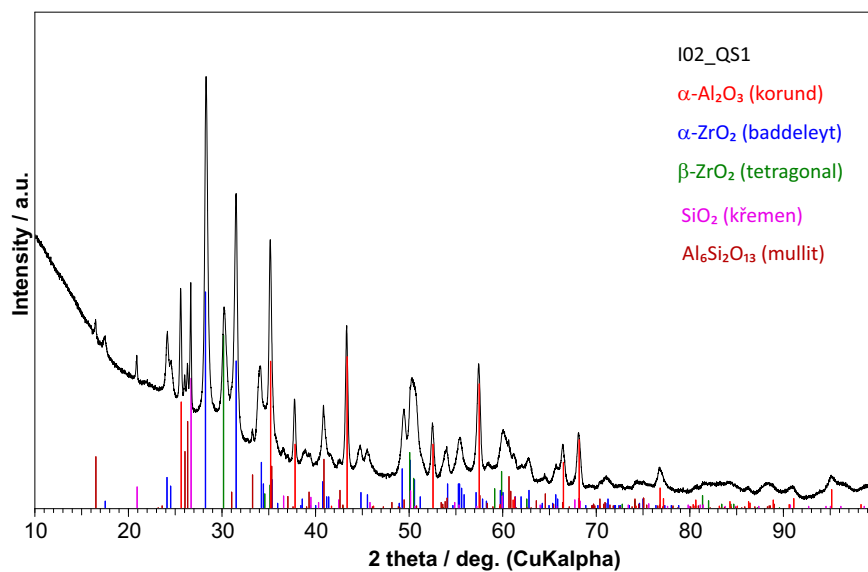


Obr. 8.16: XRD spektrum Al_2O_3 použitého v experimentech I01–I16.

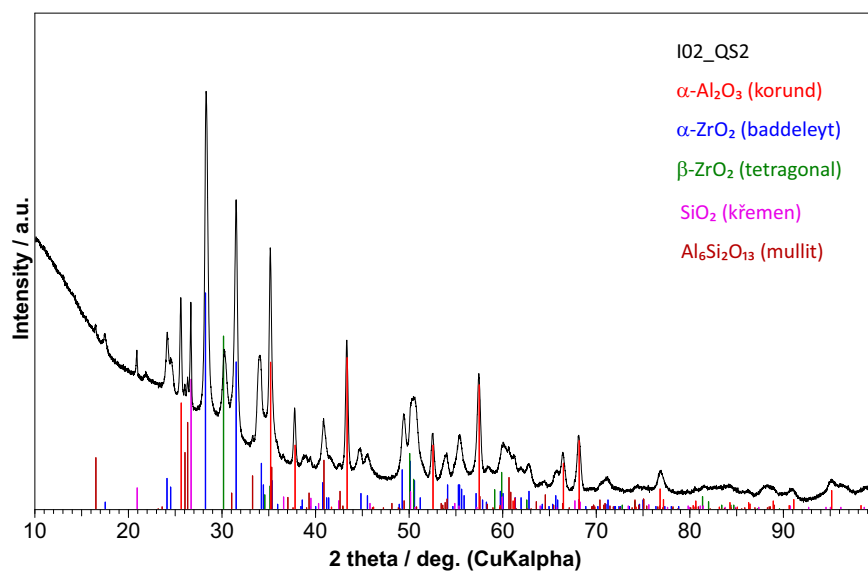


Obr. 8.17: XRD spektrum ZrO_2 použitého v experimentech I01–I16.

XRD I02

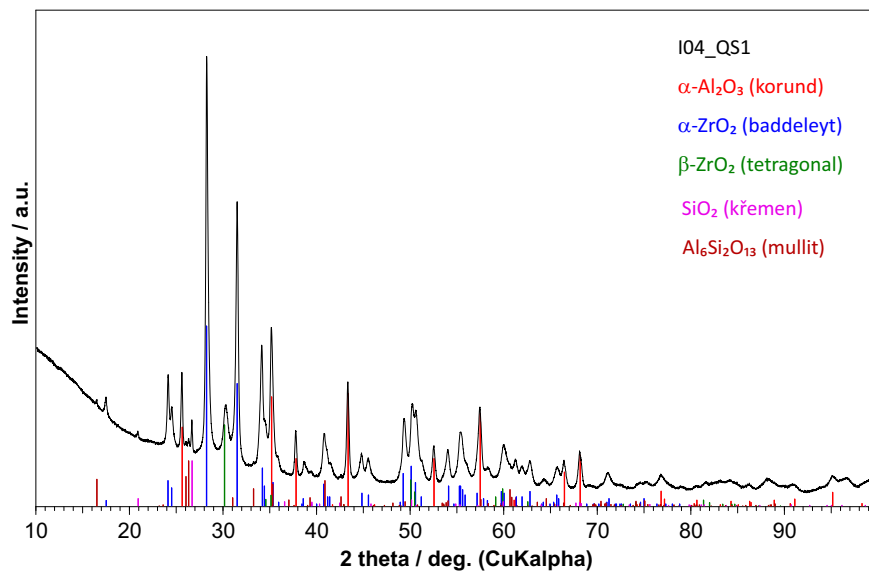


Obr. 8.18: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I02.



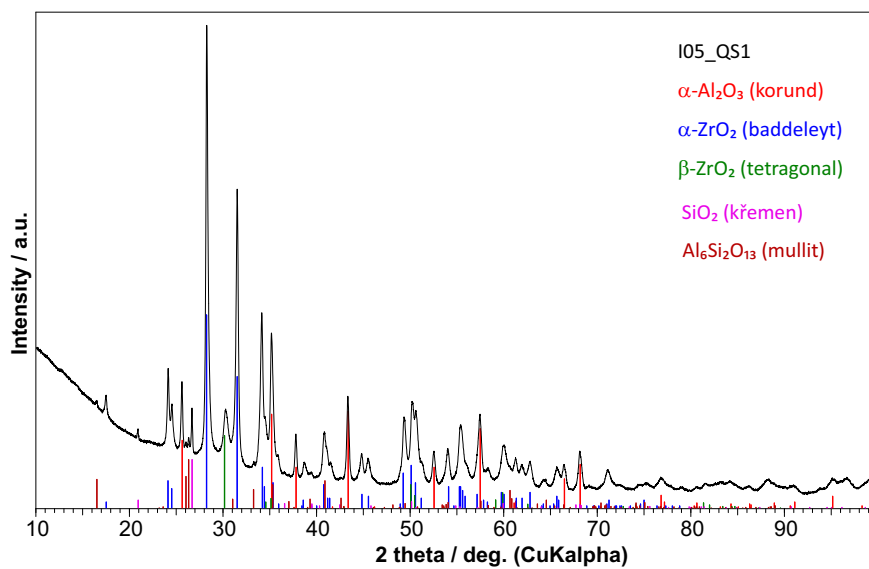
Obr. 8.19: XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I02.

XRD I04

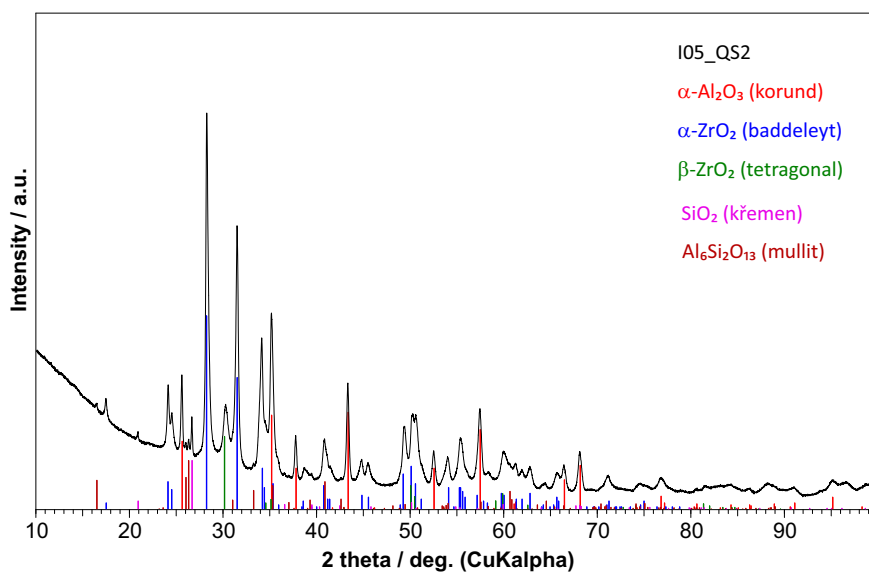


Obr. 8.20: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I04.

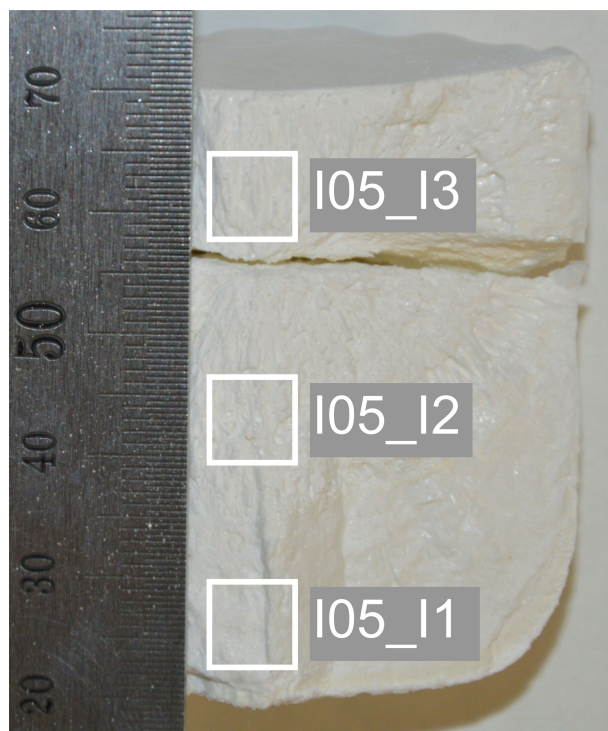
XRD I05



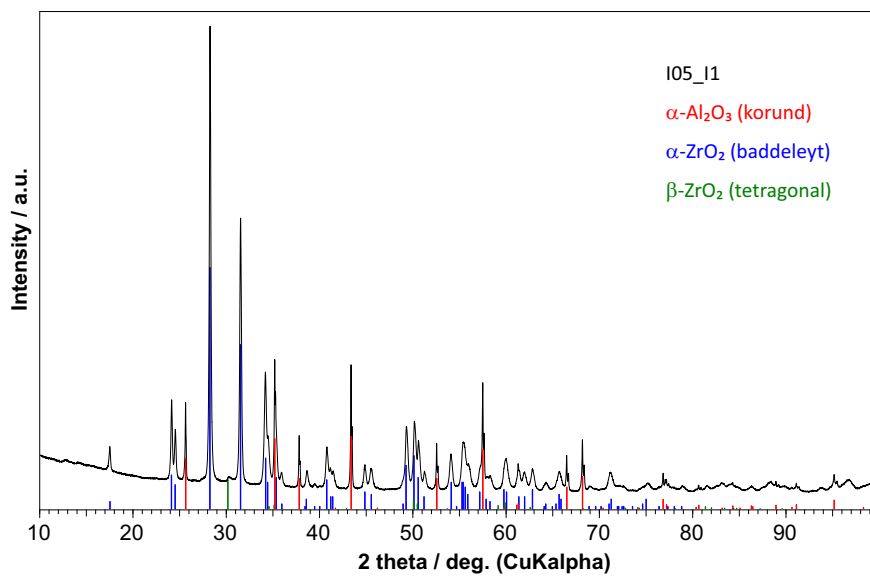
Obr. 8.21: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I05.



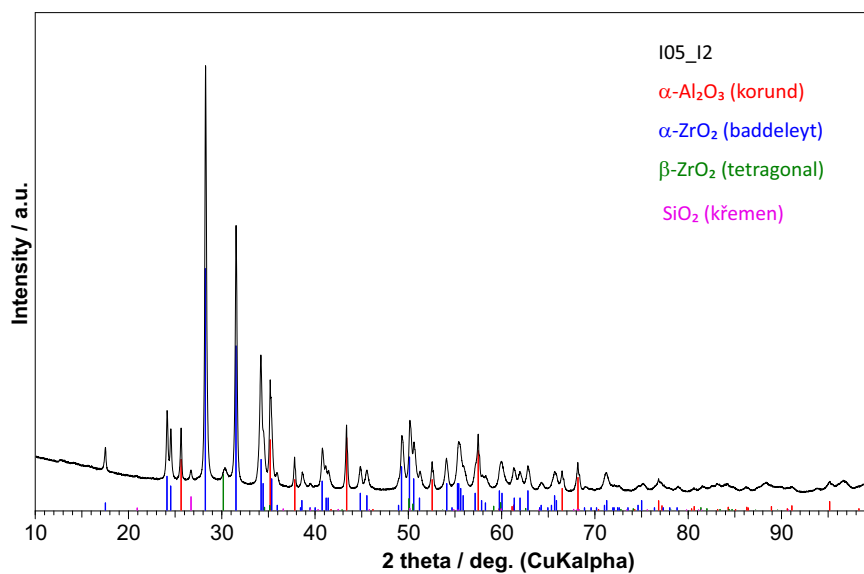
Obr. 8.22: XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I05.



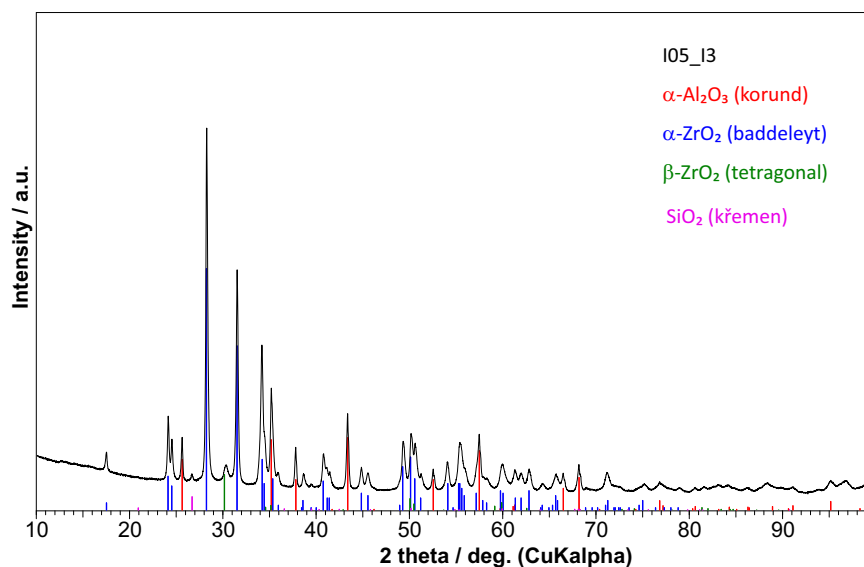
Obr. 8.23: Rozmístění odebraných vzorků pro XRD analýzu z ingotu získaného z experimentu I05.



Obr. 8.24: XRD spektrum vzorku ingotu I1 z experimentu I05.



Obr. 8.25: XRD spektrum vzorku ingotu I2 z experimentu I05.

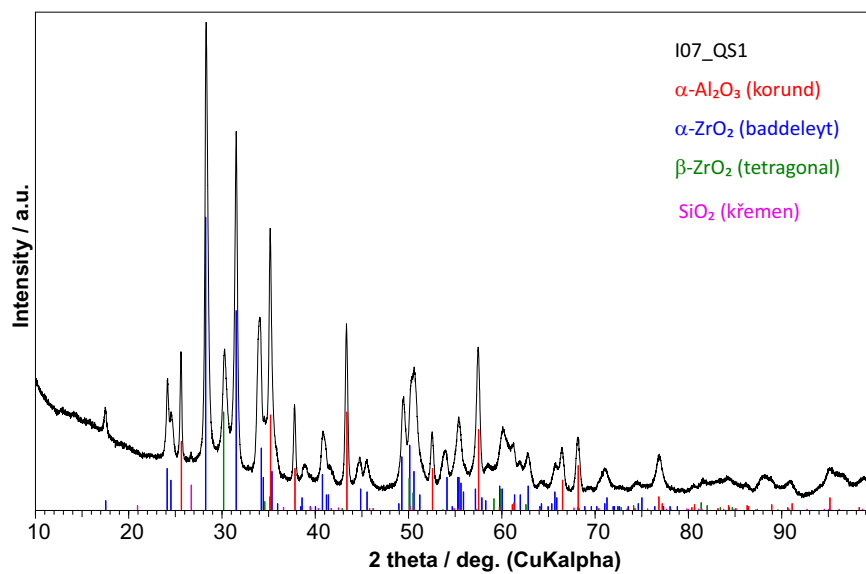


Obr. 8.26: XRD spektrum vzorku ingotu I3 z experimentu I05.

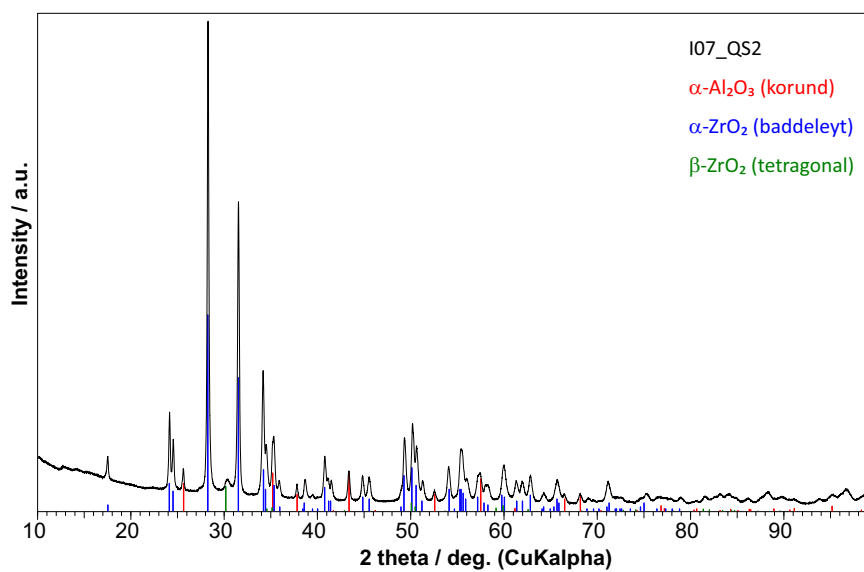
Tab. 8.9: Procentuální zastoupení krystalových modifikací získané z XRD analýzy ve vzorcích z experimentu I05.

Vzorek	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$ (%)	$\alpha - \text{ZrO}_2$ (%)	$\beta - \text{ZrO}_2$ (%)
I05_QS1	34,60	55,31	10,09
I05_QS2	38,20	49,48	12,32
I05_I1	36,50	62,30	1,20
I05_I2	31,31	62,42	6,26
I05_I3	34,31	59,26	6,44

XRD I07

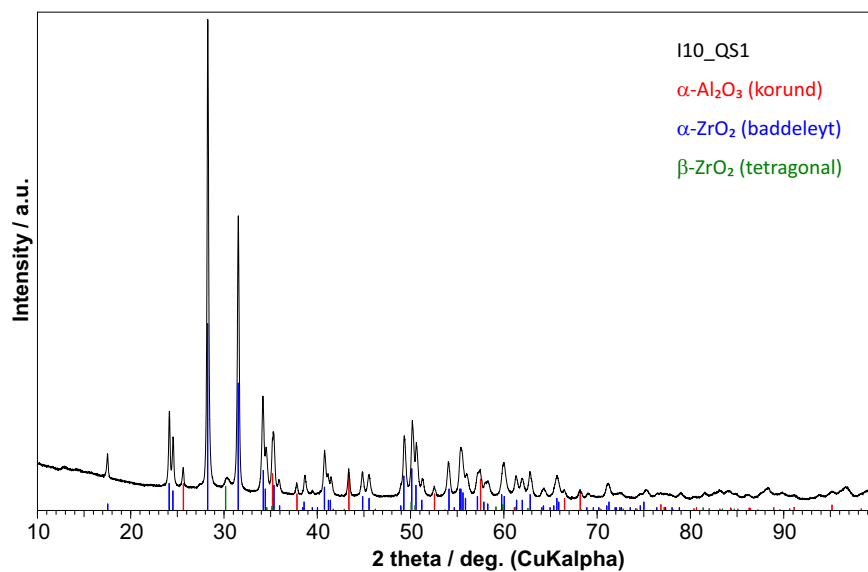


Obr. 8.27: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I07.

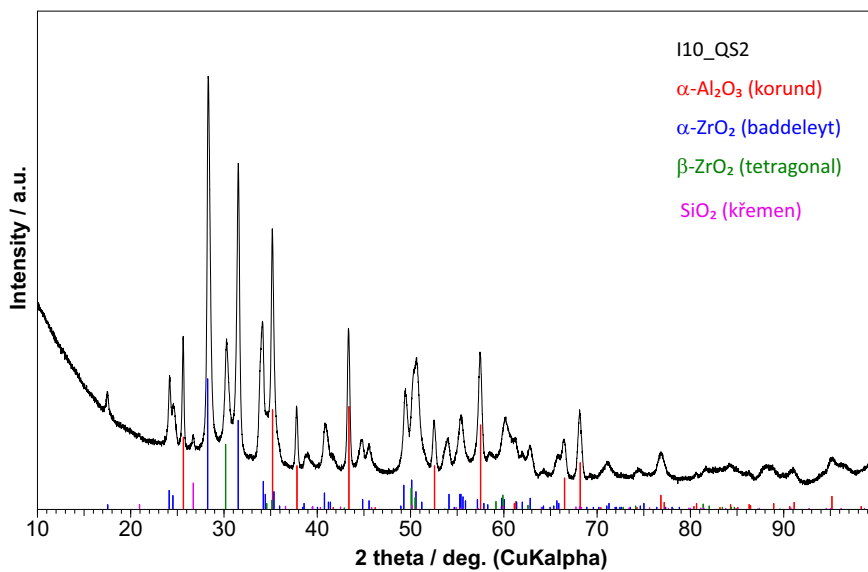


Obr. 8.28: XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I07.

XRD I10

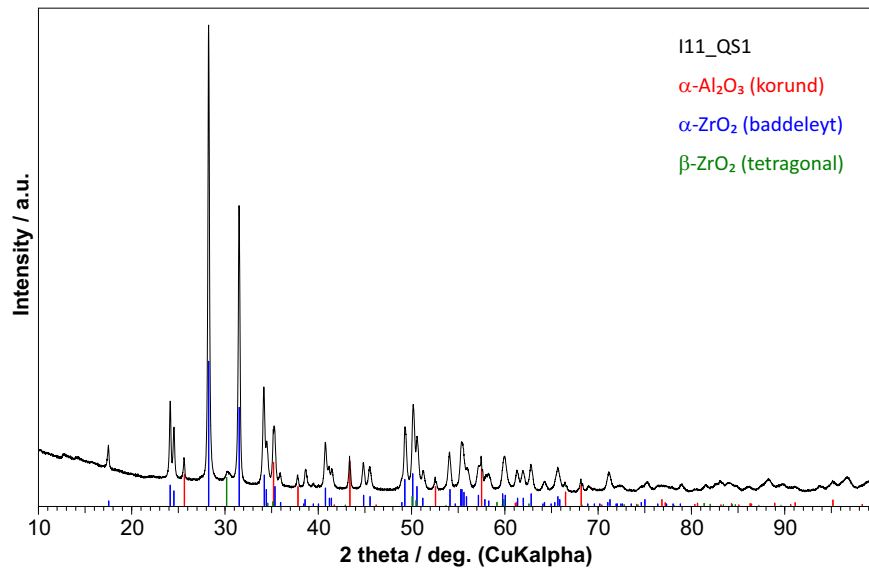


Obr. 8.29: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I10.

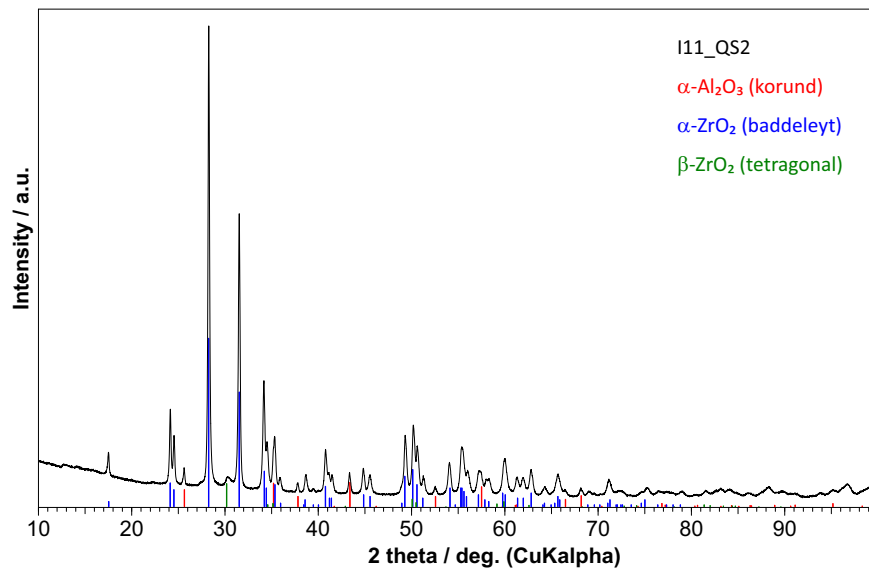


Obr. 8.30: XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I10.

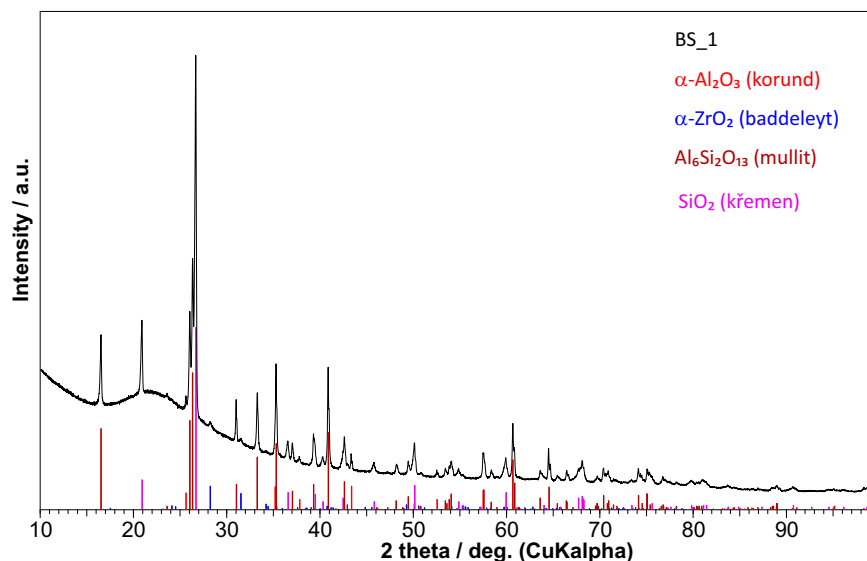
XRD I11



Obr. 8.31: XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I11.



Obr. 8.32: XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I11.



Obr. 8.33: XRD spektrum vzorku BS_1 odebraného z misky použité pro přípravu vzorků.

Shrnutí XRD analýzy

V analýzách vzorků I02_QS1, I02_QS2, I04_QS1, I05_QS1, I05_QS2, I05_I2, I05_QS3, I07_QS1, I10_QS2 se objevil křemen, případně křemen v kombinaci s mullitem. Vzhledem k tomu, že korund je na Mohsově stupnici tvrdosti na 9. pozici a křemen na 7., existoval předpoklad, že mohlo dojít ke kontaminaci vzorků při jejich mletí, jelikož probíhalo v porcelánové misce. Proto byl odebrán i vzorek BS_1 z misky použité pro přípravu prášku a tento vzorek rozemlet a analyzován. Výsledek je patrný z Obr. 8.33, miska opravdu obsahuje křemen a mullit, je tedy vysoce pravděpodobné, že vzorky byly kontaminovány při jejich úpravě. Analyzován byl vzorek misky, jež byla použita pro přípravu vzorků z experimentů I02, I04 a I05, proto i tento vzorek vykazuje přítomnost krystalové modifikace α – ZrO_2 a α – Al_2O_3 .

Odlišný tvar vrcholu na XRD spektru odpovídající mullitu rovněž podporuje přesvědčení o kontaminaci vzorku během jeho přípravy na analýzu.

Z porovnání hmotnostních poměrů získaných z SEM/EDX a XRD analýz je patrné, že rozdíl mezi nimi je značný. To je dáno principem měření a skutečné složení udává SEM/EDX, přičemž XRD má spíše informativní charakter a je důležité pro identifikaci různých krystalových modifikací. Výsledky získané XRD analýzou mohou být například ovlivněné přítomností amorfni nekrytalické látky. Přesnější výsledky hmotnostních poměrů by bylo možné získat změnou metodiky měření.

Z XRD analýz vzorků QS a získaných z ingotu z experimentu I05 je patrné, že se ve vzorcích vyskytují krystalové modifikace oxidu zirkoničitého α – ZrO_2 a β – ZrO_2 . Při pokojové teplotě je stabilní modifikace α , která přechází na modifikaci β při 1100 °C. Modifikace β je stabilní v rozsahu teplot 1100 °C až 2350 °C [4], přesto byla při XRD analýze nalezena.

Vzorek I05_QS1 byl odebrán při teplotě 2400 °C a vzorek I05_QS2 při teplotě 2100 °C, rozdíl v obsahu β – ZrO_2 v obou případech je 2, 23 hm.%, což napovídá, že poměr β – ZrO_2 není závislý na teplotě, při níž je vzorek odebrán. Tento výsledek

může být ovlivněn rychlostí odběru vzorku, která bude rozhodující pro rychlost tuhnutí a rovněž může být nezanedbatelný vliv přesnosti metody XRD analýzy.

Vliv rychlosti chladnutí je ovšem zřejmý ze srovnání množství β -ZrO₂ ze vzorků QS a vzorků ingotu, u nichž docházelo k chladnutí pomalejšímu a zastoupení modifikace β je významně nižší než v případě vzorků QS. To ukazuje, že množství fáze stabilnější při vyšší teplotě ve vzorku závisí na rychlosti jeho tuhnutí. To je v souladu s výsledky publikovanými v [72], kde autoři rovněž uvádějí, že při vyšších rychlostech chladnutí je možné zachytit i další fáze.

9

Vyhodnocení experimentů

V této kapitole jsou shrnuty výsledky měření teploty likvidu směsí Z50, Z60 a Z80. Následuje vyhodnocení tloušťky skull vrstvy a její závislosti na teplotě taveniny. V další části kapitoly jsou uvedeny výsledky měření hustoty směsí Z50, Z60 a Z80 v kapalně fázi. Závěr kapitoly zahrnuje důležité výsledky z měření hustoty tepelného toku odváděného z taveniny stěnou kalorimetru.

9.1 Vyhodnocení teplot likvidu

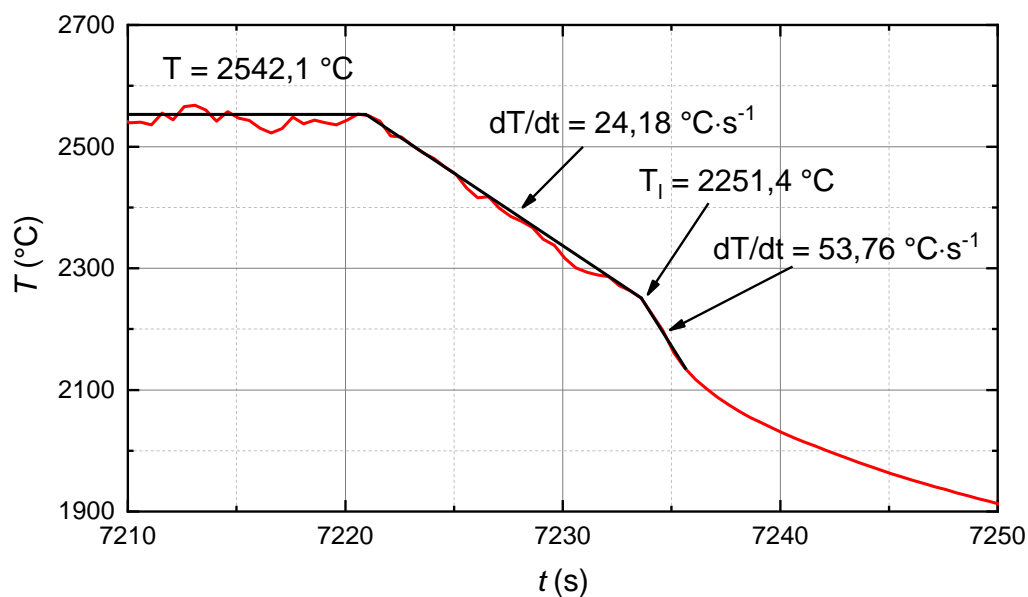
Průběh teploty při všech experimentech, při nichž měla být měřena teplota likvidu (I01–I16), byl zaznamenávám dvěma pyrometry Fluke Endurance E1RH-F2-V-0-1. Teploty byly ukládány s periodou 0,5 s. K měření teploty dvěma pyrometry jsem přistoupil kvůli předpokladu, že pravděpodobně bude určitý podíl průběhů nepoužitelných pro vyhodnocení.

Příklad vyhodnocené ochlazovací křivky je znázorněn na Obr. 9.1. Tento konkrétní průběh teploty byl zaznamenán během experimentu I07 a měření je v rámci experimentu označeno LT1.

Teplota hladiny taveniny kolísá kolem hodnoty 2550 °C, načež dojde ke snížení napětí na induktoru, které zapříčiní pokles Jouleových ztrát v tavenině. To vede ke klesání teploty se směrnici 24,18 °C · s⁻¹ a při teplotě 2251,4 °C dochází ke změně směrnice na 53,76 °C · s⁻¹. Teplota 2251,4 °C je vyhodnocena jako teplota likvidu směsi Z80 získaná z tohoto měření.

Stejným způsobem jsem vyhodnotil všechny průběhy ze zbývajících měření. Výsledky jsou uvedeny v Tab. 9.1 pro směs Z50, Tab. 9.2 pro směs Z60 a Tab. 9.3 pro směs Z80.

Skutečné složení směsí nesouhlasí se složením plánovaným, jak ukazují výsledky prezentované v části 8. V Tab. 9.4 uvádím teploty likvidu s odpovídajícími rozšířeními nejistotami měření pro skutečné složení směsi, které bylo stanoveno chemickými analýzami vzorků. Při výpočtu rozšířené nejistoty měření jsem použil koeficient



Obr. 9.1: Ukázka vyhodnocení ochlazovací (solidifikační) křivky získané při experimentu I07, měření je označeno LT1.

$k_U = 2$, který pro normální rozdělení rozšiřuje pravděpodobnost pokrytí na 95 %.

Tab. 9.1: Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z50.

Experiment	Pyrometr	Měření	T_l (°C)
I10	Fluke 1	LT1	1914,0
	Fluke 1	LT3	1889,7
	Fluke 2	LT1	1917,0
	Fluke 2	LT3	1879,0
I14	Fluke 1	LT1	1952,0
	Fluke 1	LT2	1957,0
	Fluke 1	LT3	1943,0
	Fluke 2	LT1	1970,2
	Fluke 2	LT2	1950,0
	Fluke 2	LT3	1836,6
I16	Fluke 1	LT2	1942,0
	Fluke 1	LT3	1953,0
	Fluke 2	LT1	2000,0
	Fluke 2	LT3	1959,9
Průměr			1940,2

Pro názornost jsem zanesl získané výsledky do psedo-binárního fázového diagramu systému $ZrO_2 + Al_2O_3$ vyobrazeného na Obr. 9.2.

Z Obr. 9.2 je patrné, že teplota likvidu podle referenčního pseudobinárního fázového diagramu se od naměřených hodnot liší.

Tab. 9.2: Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z60.

Experiment	Pyrometr	Měření	T_l (°C)
I04	Fluke 1	LT1	2002,9
	Fluke 1	LT2	2056,0
	Fluke 2	LT1	2010,0
	Fluke 2	LT2	2037,9
I05	Fluke 1	LT1	1989,2
	Fluke 2	LT1	1983,2
I16	Fluke 1	LT1	2020,0
	Fluke 1	LT2	2011,0
	Fluke 1	LT3	1998,0
	Fluke 1	LT4	1970,0
	Fluke 1	LT5	1985,5
	Fluke 2	LT1	2014,0
	Fluke 2	LT2	2002,9
	Fluke 2	LT3	2000,1
	Fluke 2	LT4	1975,4
	Fluke 2	LT5	1994,7
Průměr			2003,2

U směsí 47,8 hm. % ZrO_2 +52,2 hm. % Al_2O_3 a 54,2 hm. % ZrO_2 +45,8 hm. % Al_2O_3 je odchylka v rámci nejistoty měření. V případě směsi 75,2 hm. % ZrO_2 +24,8 hm. % Al_2O_3 je rozdíl větší než nejistota měření. Je ovšem potřeba si uvědomit, že i u této směsi se jedná o rozdíl mezi naměřenou a referenční hodnotou menší než 3%.

Pro Al_2O_3 a ZrO_2 lze nalézt v literatuře několik různých pseudobinárních fázových diagramů. Porovnání dvou pseudobinárních fázových diagramů pro systém Al_2O_3 a ZrO_2 je znázorněno na Obr. 9.3. Proto ani rozdíl naměřených a referenčních dat nemusí znamenat nepřesnost měření. Při použití pseudobinárních fázových diagramů z různých zdrojů budou rozdíly odlišné.

Z porovnání naměřených teplot likvidu s daty uvedenými v literatuře je patrné, že jejich trend je podobný a hodnoty se liší v řádu jednotek procent. Je nutné zmínit, že porovnání proběhlo s jedním konkrétním pseudobinárním fázovým diagramem systému $Al_2O_3 + ZrO_2$, při použití jiného dostupného diagramu by rozdíly byly jiné.

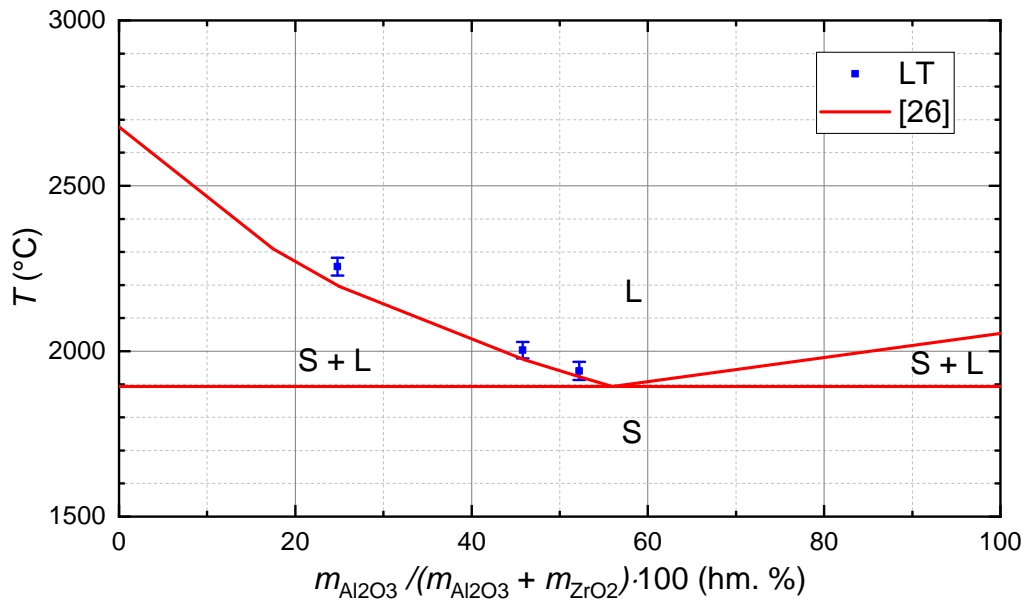
Z výše uvedeného lze konstatovat, že metoda vyhodnocování ochlazovacích (solidifikačních) křivek je použitelná i pro stanovení teploty likvidu oxidů při vysokých teplotách.

Tab. 9.3: Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z80.

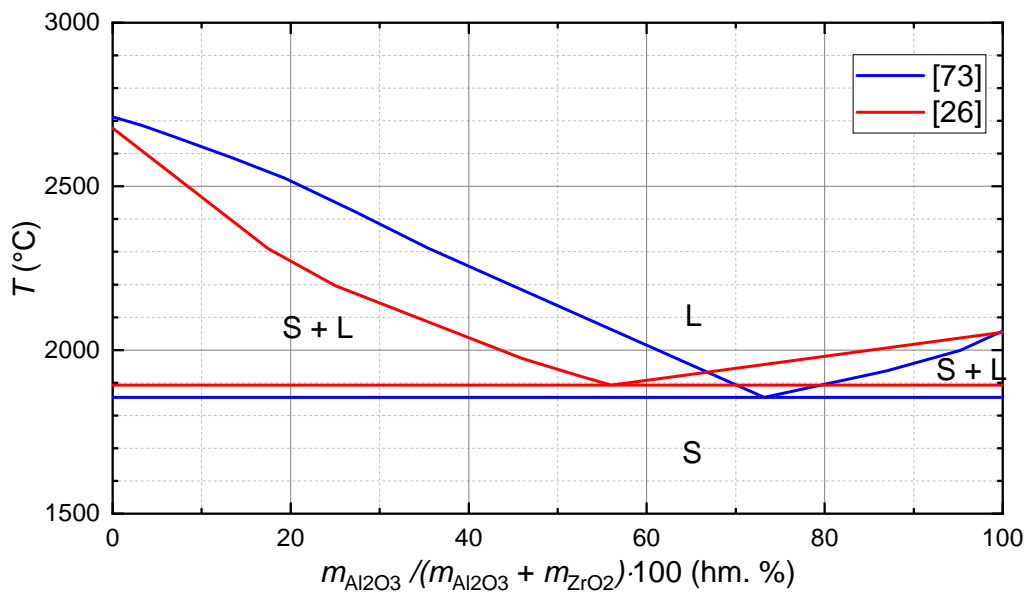
Experiment	Pyrometr	Měření	T_l (°C)
I06	Fluke 1	LT1	2267, 1
	Fluke 1	LT2	2293, 4
	Fluke 1	LT3	2294, 1
	Fluke 2	LT1	2269, 1
	Fluke 2	LT2	2304, 9
	Fluke 2	LT3	2294, 1
I07	Fluke 1	LT1	2251, 4
	Fluke 2	LT1	2257, 9
I11	Fluke 1	LT1	2231, 1
	Fluke 1	LT2	2223, 9
	Fluke 1	LT3	2244, 2
	Fluke 1	LT4	2220, 9
	Fluke 1	LT5	2237, 8
	Fluke 1	LT6	2237, 1
	Fluke 2	LT1	2235, 0
	Fluke 2	LT2	2251, 0
	Fluke 2	LT3	2253, 0
	Fluke 2	LT4	2251, 0
	Fluke 2	LT5	2267, 0
	Fluke 2	LT6	2228, 0
Průměr			2255,6

Tab. 9.4: Shrnutí výsledků měření teploty likvidu.

Složení (hm. %)	T_l °C	U_{LT} °C
47, 8 hm. % ZrO ₂ + 52, 2 hm. % Al ₂ O ₃	1940, 2	27, 6
54, 2 hm. % ZrO ₂ + 45, 8 hm. % Al ₂ O ₃	2003, 2	25, 0
75, 2 hm. % ZrO ₂ + 24, 8 hm. % Al ₂ O ₃	2255, 6	27, 2



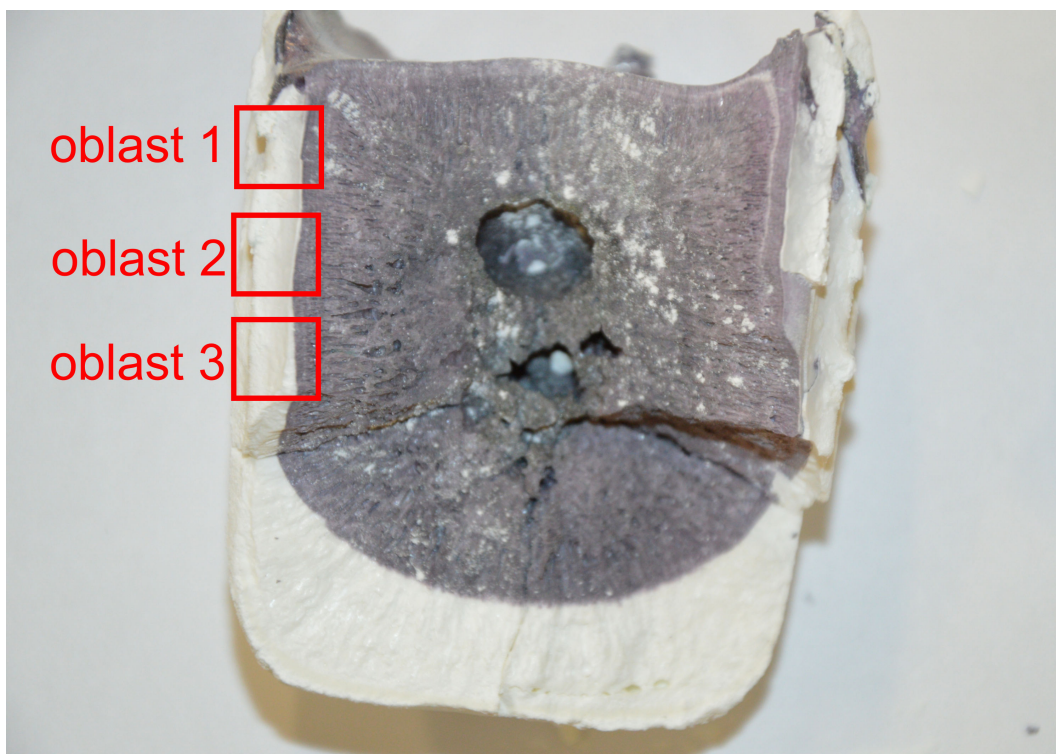
Obr. 9.2: Porovnání naměřených hodnot teploty likvidu s pseudobinárním fázovým diagramem systému $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ získaným z [26].



Obr. 9.3: Porovnání dvou dostupných pseudo-binárních fázových diagramů systému $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ získaných z [26] a [73].

9.2 Závislost tloušťky skull vrstvy na teplotě taveniny

Studium závislosti tloušťky skull vrstvy na teplotě taveniny proběhl se směsí Z50 při teplotách 2100 °C až 2400 °C. Ingoty z experimentů I09, I10, I14 a I16, do nichž jsem přidal během experimentu Cr_2O_3 , byly rozděleny a byla analyzována tloušťka skull vrstvy ve třech různých oblastech. Jednotlivé oblasti, ve kterých byla tloušťka skull vrstvy u všech ingotů měřena, jsou označeny v Obr. 9.4.



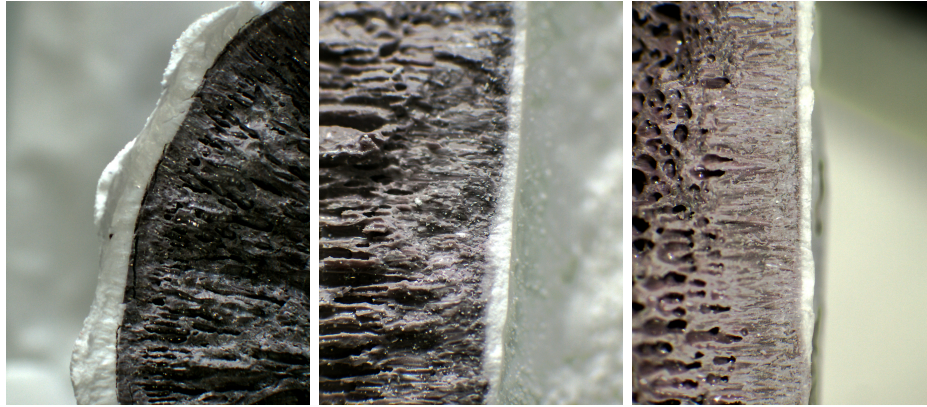
Obr. 9.4: Oblasti měření tloušťky skull vrstvy.

Na Obr. 9.5 jsou uvedeny fotografie ingotu z experimentu I14 v horizontálním a vertikálním řezu a z experimentu I16 ve vertikálním řezu. Tyto fotografie byly získány stereoskopem, který umožňuje kalibrované měření tloušťky skull vrstvy. Při experimentu I16 byl přidán Cr_2O_3 při teplotě o 200 °C vyšší než v případě experimentu I14. Barva ingotu na fotografiích ze stereoskopu přesně nesouhlasí s barvou ingotu na fotografiích získaných fotoaparátem. To je způsobeno nastavením stereoskopu, ke kterému jsem přistoupil pro získání většího kontrastu mezi skull vrstvou a zbytkem ingotu. Přirozené barvy ingotu znázorňují fotografie pořízené fotoaparátem.

Cílem měření bylo ověření platnosti vztahu mezi teplotou taveniny a tloušťkou skull vrstvy ve tvaru

$$\delta_{\text{sk}} \Delta T = C_s, \quad (9.1)$$

kde δ_{sk} je tloušťka skull vrstvy, ΔT značí rozdíl mezi teplotou taveniny a teplotou solidu tavené směsi a C_s je konstanta [30]. Teplota solidu směsi sestávající z Al_2O_3 a ZrO_2 lze vyčíst z pseudobinárního fázového diagramu těchto dvou složek vyobrazeného na Obr. 9.2 a je rovna 1893 °C [26].



Obr. 9.5: Fotografie skull vrstvy ingotu z experimentu I14 získané stereoskopem v horizontálním (vlevo) a ve vertikálním (uprostřed) řezu a z experimentu I16 ve vertikálním řezu (vpravo).

Pro lepší přehlednost jsou v Tab. 9.5 uvedeny průměrné hodnoty získané z měření tloušťky skull vrstvy δ_{sk} s odpovídající směrodatnou odchylkou σ_{sk} . V Tab. 9.6 jsou uvedeny tloušťky skull vrstvy δ_{sk} pro všechny oblasti měřené při teplotách 2100 °C až 2400 °C a spočtené konstanty C_s pro jednotlivé případy.

Tab. 9.5: Výsledky měření tloušťky skull vrstvy u ingotů z experimentů I09, I10, I14 a I16.

Experiment	T (°C)	Oblast	δ_{sk} (mm)	σ_{sk} (mm)
I10	2100	1	0,23	0,02
		2	0,30	0,02
		3	0,54	0,07
I09	2200	1	0,14	0,03
		2	0,21	0,03
		3	0,33	0,04
I14	2300	1	0,12	0,04
		2	0,17	0,01
		3	0,27	0,09
I16	2400	1	0,10	0,01
		2	0,13	0,01
		3	0,21	0,01

Z výsledků shrnutých v Tab. 9.6 je patrné, že závislost mezi teplotou taveniny a tloušťkou skull vrstvy lze považovat za platnou. Rozdíly mezi konstantami ve stejné oblasti při různých teplotách vycházejí minimální. Vztah (9.1) lze s dostatečnou přesností použít pro stanovení tloušťky skull vrstvy při různých teplotách. Platnost byla ověřena pro směs Z50, ale rovnice (9.1) bude považována za platnou i pro směsi Z60 a Z80.

Rozšířená nejistota měření se ve všech případech pohybovala do 7 %, při použití koeficientu rozdělení $k_U = 2$. Výjimku tvořila měření v Oblasti 1 ingotu z ex-

Tab. 9.6: Výsledky měření tloušťky skull vrstvy u ingotů z experimentů I09, I10, I14 a I16.

Experiment	T_m (°C)	Oblast 1		Oblast 2		Oblast 3	
		δ_{sk} (mm)	C_s	δ_{sk} (mm)	C_s	δ_{sk} (mm)	C_s
I10	2100	0,23	46,81	0,30	62,28	0,54	111,74
I09	2200	0,14	42,37	0,21	64,16	0,33	101,92
I14	2300	0,12	47,57	0,17	69,64	0,27	109,19
I16	2400	0,10	48,67	0,13	68,01	0,21	106,58

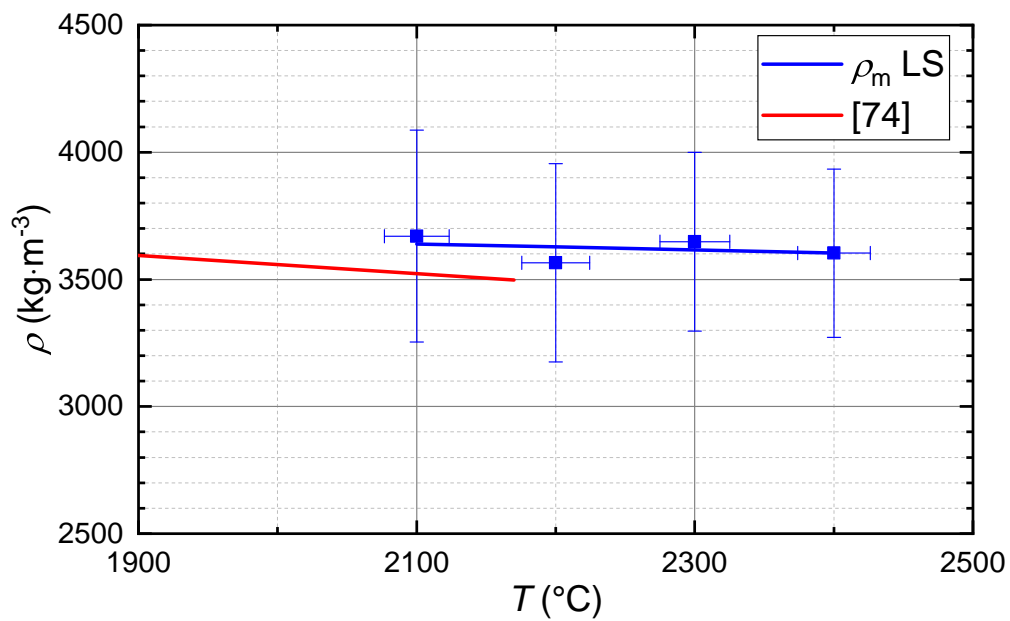
perimentu I09, kde vychází rozšířená nejistota 10 %, měření v oblasti 1 ingotu z experimentu I14, kde je rozšířená nejistota 21 % a měření v oblasti 3 ingotu získaného z experimentu I14, jehož rozšířená nejistota je rovna 18 %. V těchto třech případech je větší nejistota měření dána výraznějším rozptylem měřených hodnot kolem průměrné hodnoty, což zvyšuje nejistotu typu A.

9.3 Hustota v kapalně fázi

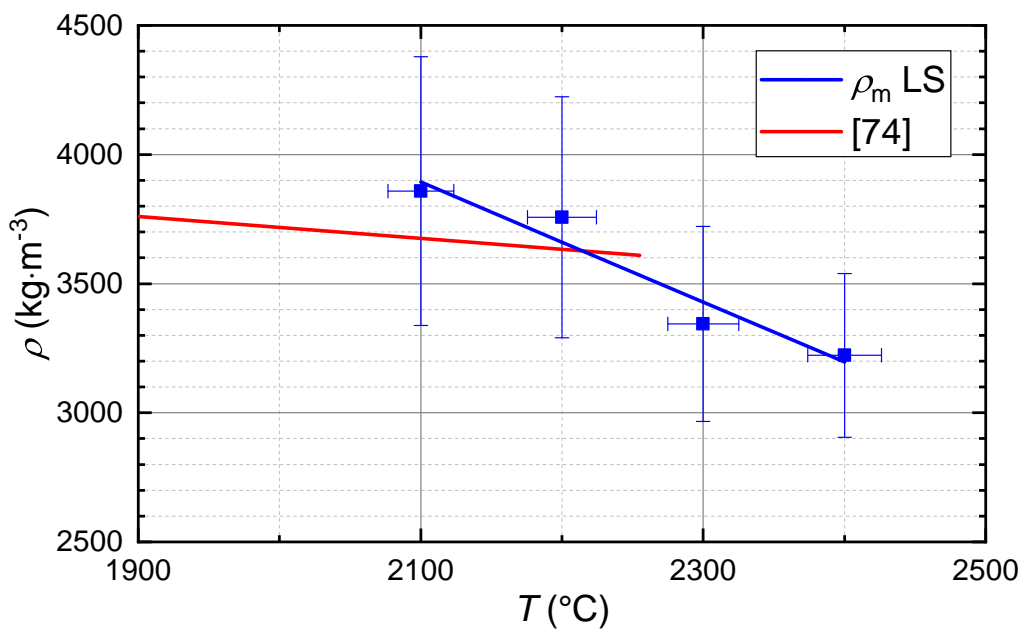
Obr. 9.6, Obr. 9.7 a Obr. 9.8 znázorňují naměřená data a průběhy získané jejich aproximací přímkou. K aproximaci byla použita metoda nejmenších čtverců. Získané průběhy jsou vyobrazeny společně s daty dostupnými v literatuře. Složení se mírně liší od použitého v literatuře, neboť nebylo možné dosáhnout naprosto přesně stejného složení. Porovnat lze vždy jen část měřeného intervalu, neboť pro vyšší teploty nejsou referenční data dostupná. V případě směsi Z80 není možné porovnat žádné hodnoty, protože intervaly měřených teplot se nepřekrývají. To bylo způsobeno tím, že nebylo možné dosáhnout vyšších teplot než 2250 °C při měření publikovaném v [74]. Toto omezení je odůvodněno nestabilitou vzorků při vyšších teplotách, čímž je patrně myšlena tvarová nestálost kapky, která znemožňuje vyhodnotit naměřená data.

Porovnáním naměřených hustot s referenčními daty [74] na Obr. 9.6 a Obr. 9.7 je patrné, že výsledky jsou v dobré shodě. U směsi Z50 jsou ve shodě naměřená data i směrnice porovnávaných přímk. Dobrá shoda je mezi naměřenými hustotami směsi Z60 a daty uváděnými v [74] v intervalu, kde jsou referenční data dostupná. Nicméně směrnice přímk se výrazně liší, to je způsobeno poklesem hustoty o 414 kg · m⁻³ mezi teplotami 2200 °C a 2300 °C. V případě směsi Z80 se směrnice přímk získané z naměřených hustot příliš neliší od referenčních dat. Rozšířená nejistota měření při použití koeficientu rozdělení $k_U = 2$ nepřesahuje u směsi Z50 a Z80 12 % a u směsi Z60 14 %. Nejistota uváděná u referenčních dat je 3,5 % [74]. Rozdíl mezi naměřenými a referenčními daty u žádné směsi a teploty nepřekračuje 5 %.

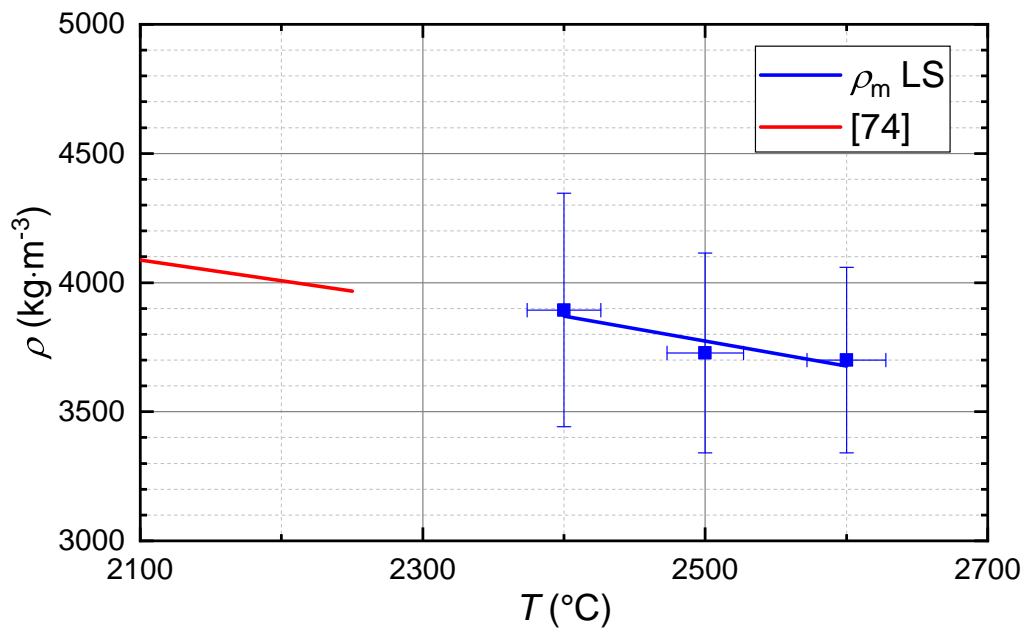
Vzhledem k výraznému poklesu mezi teplotami 2200 °C a 2300 °C u směsi Z60, byla závislost hustoty na teplotě u této směsi vykreslena i bez aproximace naměřených dat. Tento průběh je znázorněn na Obr. 9.9 a vykazuje změnu směrnice přímk v oblasti 2 oproti oblastem 1 a 3. Směrnice v oblastech 1 a 3 se liší minimálně. Obě tyto směrnice jsou v dobré shodě se směrnici přímk publikované v [74].



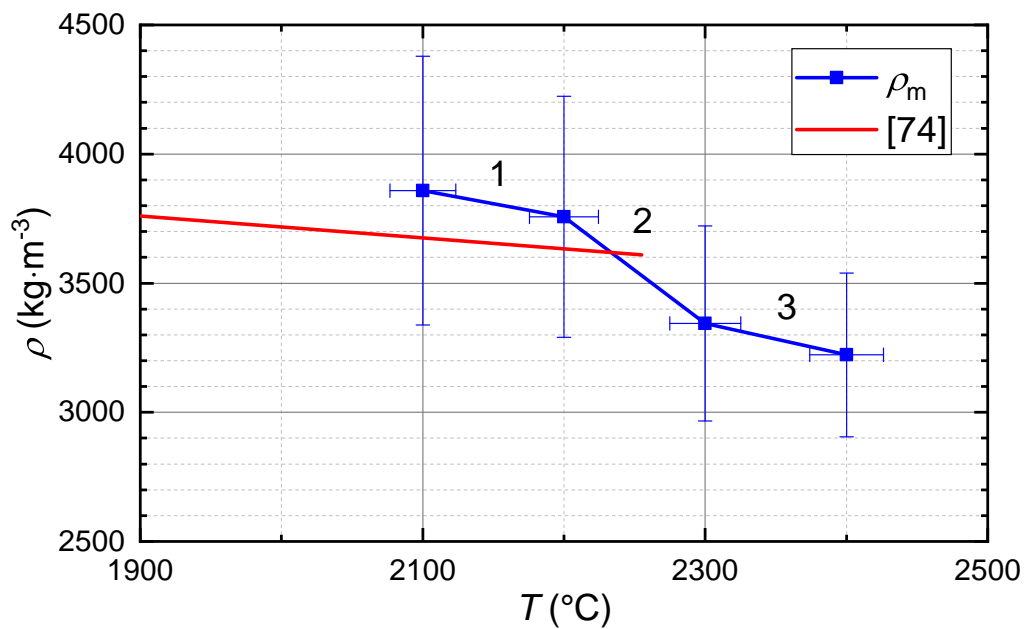
Obr. 9.6: Hustota směsi Z50 v závislosti na teplotě.



Obr. 9.7: Hustota směsi Z60 v závislosti na teplotě.



Obr. 9.8: Hustota směsi Z80 v závislosti na teplotě.



Obr. 9.9: Hustota směsi Z60 v závislosti na teplotě.

Pro tento jev existuje několik možných vysvětlení. Nejpravděpodobnějším vysvětlením je, že se jedná o chybu měření, která se vyskytla v obou experimentech při nichž byla měřena hustota směsi Z60. Dále by daný jev mohl být vysvětlen vznikem pásu nemísitelnosti, jehož výskyt uvádějí autoři v [75] u směsí sestávajících z Al_2O_3 a ZrO_2 . Snímky ze SEM uvedené v kapitole 8.1 nicméně nenasvědčují tomu, že by byly složky studovaných směsí nemísitelné. Další možností je změna fáze směsi v oblasti 2. Dle fázového diagramu uvedeného v [73] je teplota likvidu směsi Z60 rovna 2198°C . Změna fáze by mohla vysvětlit pozorovanou změnu směrnice také, protože v pevné fázi při zvyšování teploty může docházet k poruchám krystalové mřížky, což může vést ke změně objemu vzorku [76]. V rámci této práce byla teplota likvidu studována a výsledky spíše odpovídají fázovému diagramu uvedenému v [26], materiál by měl být tedy při teplotě $2003,2^\circ\text{C}$ plně v kapalně fázi. Z provedených měření vychází teplota likvidu směsi Z60 $2003,2^\circ\text{C}$, [26] uvádí 1974°C . Další možné vysvětlení vychází z předpokladu, že Al_2O_3 a ZrO_2 tvoří klastry v kapalně fázi [77], které mohou v závislosti na teplotě měnit svou velikost, což by vedlo ke změně hustoty při konkrétní teplotě odpovídající teplotě změně velikosti klastrů. Tato změna by neodpovídala linearitě průběhu ve zbylé části teplotního intervalu a mohla by se projevovat jako téměř skoková změna. Ověření této varianty je realizovatelné pomocí difrakce rentgenového záření, tzv. rentgenografií kapalin. Vzhledem k nutnosti dosáhnout vysoké teploty je problém takovou analýzu provést a náklady na ní jsou vysoké. Z důvodu existence několika dalších pravděpodobnějších vysvětlení a zmíněným vysokým nákladům nebyla rentgenografie směsi Z60 v kapalně fázi provedena.

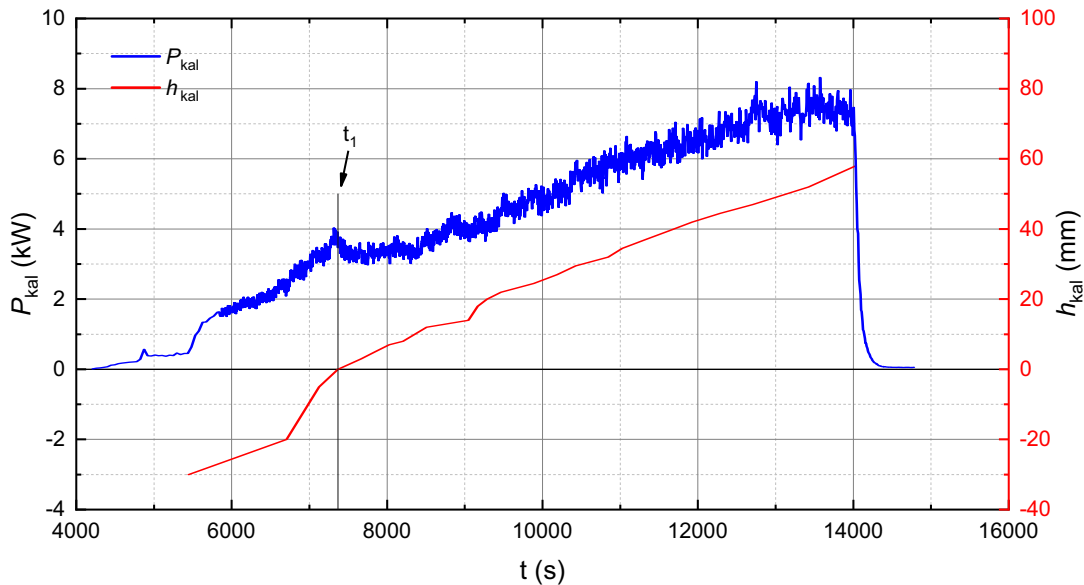
Vzhledem k rozsahu nejistoty měření spočtené pro měření hustoty směsi Z60 se jeví jako nejpravděpodobnější vysvětlení, že se jedná o náhodný jev způsobený chybou měření, jehož nevysvětlení nesnižuje hodnotu získaných dat. Na druhou stranu, nestabilita vzorků zmíněná v [74] při vyšších teplotách může být způsobena některým z výše uvedených důvodů a v takovém případě by se nemuselo jednat o jev způsobený chybou měření.

Nicméně se jedná o zajímavý problém, kterému se budu v budoucnu věnovat. Další experimentální činnost zaměřím na provedení nové série experimentů se směsí Z60 a pokud se i v experimentech budoucích projeví tento jev, zaměřím se na zúžení intervalu teplot, ve kterém k němu dochází.

Při vyhodnocování experimentů jsem identifikoval způsoby ke snížení nejistoty měření hustoty. Nejistotu typu B nejvíce ovlivňuje nejistota měření objemu ingotu, jeho výšky a hustoty skull vrstvy. To je dáno hodnotou součinu koeficientu citlivosti c a nejistoty měření vstupní veličiny. U prvních dvou uvedených je to způsobeno velikostí koeficientů citlivosti, u hustoty skull vrstvy nejistotou jejího měření. Ke snížení nejistoty typu A by přispělo zvětšení objemu měřeného materiálu. Nejistota měření by se snížila použitím studeného kelímku s větším vnitřním průměrem (např. 110 mm) a zároveň množstvím taveniny zvětšující výšku taveniny (80 – 100 mm při použití studeného kelímku s vnitřním průměrem 110 mm).

9.4 Hustota tepelného toku z taveniny

Průběh tepelného výkonu odváděného kalorimetrem z taveniny během experimentu T01 je znázorněn na Obr. 9.10 a hustoty tepelného toku na Obr. 9.11. Okamžik, ve kterém došlo k prvnímu kontaktu kalorimetru s taveninou, je označen t_1 .

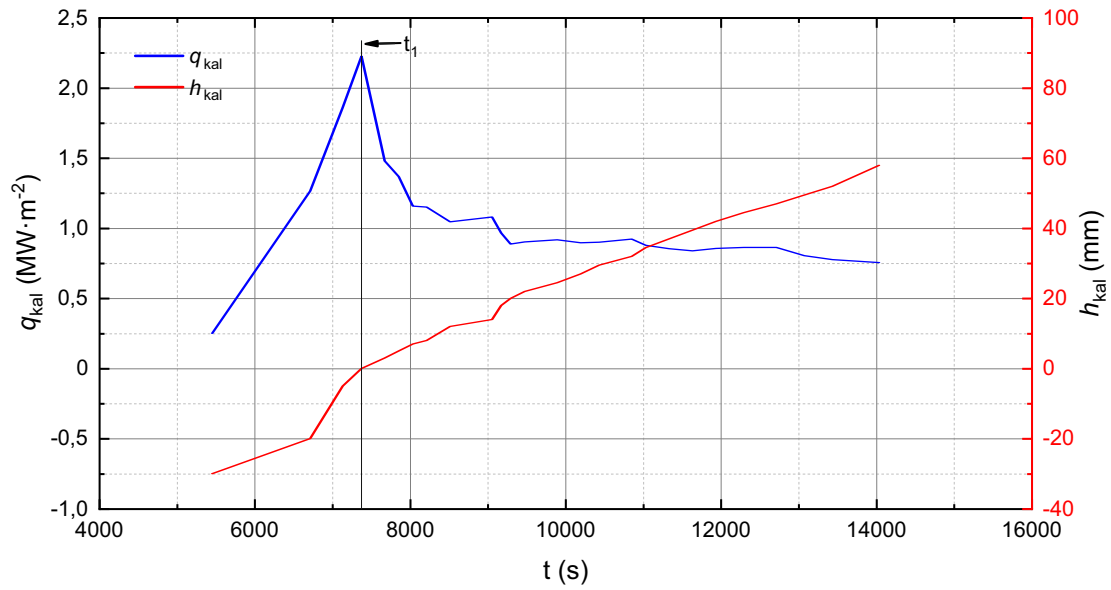


Obr. 9.10: Časový průběh tepelného výkonu P_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T01. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.

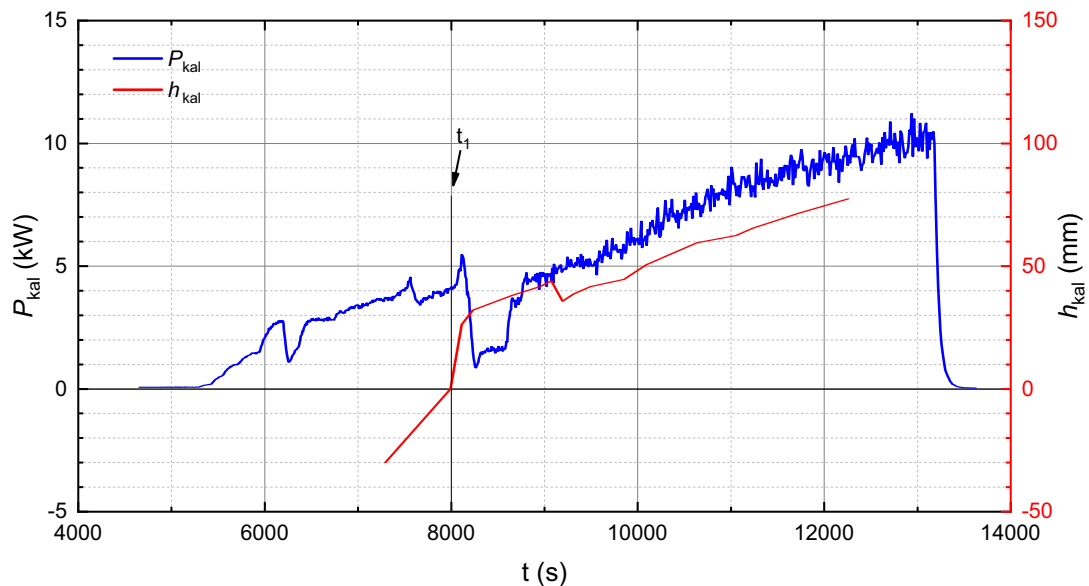
Teplota hladiny taveniny během měření byla $2175\text{ }^{\circ}\text{C}$. V okamžiku t_1 dosáhl tepelný výkon odváděný kalorimetrem hodnoty 4 kW , což odpovídá hustotě tepelného toku $2,25\text{ MW}\cdot\text{m}^{-2}$. Majoritní podíl na tomto tepelném toku měl přenos tepla radiací z hladiny taveniny na podstavu kalorimetru. Část záření dopadala i na stěny kalorimetru, ale vzhledem k tomu, že se při sálání uplatňuje normálová složka záření, bude příspěvek nižší. V okamžiku t_1 se začala na kalorimetru tvořit křusta z materiálu taveniny, která omezovala přestup tepla z taveniny do kalorimetru. To vedlo ke snížení hustoty tepelného toku až na hodnotu ustálenou na hodnotě přibližně $0,75\text{ MW}\cdot\text{m}^{-2}$. Na kalorimetru nejsou patrné žádné známky po natavení při jeho vystavení tavenině o teplotě $2175\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 6800 s . To je doložitelné fotografiemi zachycujícími průběh experimentu v odpovídající části práce.

Tytéž průběhy získané během experimentu T02 jsou znázorněny na Obr. 9.12 a Obr. 9.13. Obr. 9.12 znázorňuje průběh tepelného výkonu odváděného kalorimetrem z taveniny a Obr. 9.13 vyobrazuje hustotu tepelného toku.

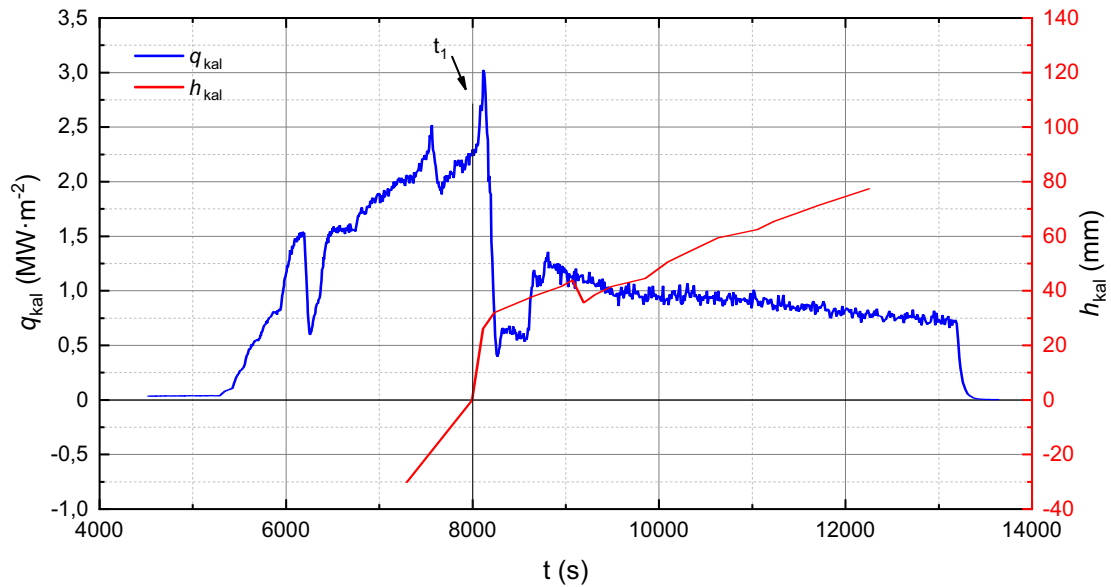
Měření při experimentu T02 probíhalo při teplotě hladiny taveniny $2210\text{ }^{\circ}\text{C}$. V momentě t_1 dosahoval tepelný výkon odváděný kalorimetrem hodnoty 4 kW , což odpovídá hustotě tepelného toku $2,25\text{ MW}\cdot\text{m}^{-2}$. Během následujících 120 s došlo k nárůstu tepelného výkonu odváděného kalorimetrem na $5,7\text{ kW}$, což odpovídá hustotě tepelného toku $3,1\text{ MW}\cdot\text{m}^{-2}$. Tento nárůst zapříčinila absence křusty, což také vedlo k natavení kalorimetru, ke kterému docházelo při kontaktu kalorimetru



Obr. 9.11: Časový průběh hustoty tepelného toku q_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T01. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.



Obr. 9.12: Časový průběh tepelného výkonu P_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T02. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.



Obr. 9.13: Časový průběh hustoty tepelného toku q_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T02. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.

s taveninou a ponořování kalorimetru do taveniny během zmíněných 120 s. Nicméně po natavení spodní části kalorimetru se na něm vytvořila křusta, což zapříčinilo snížení tepelného výkonu odváděného kalorimetrem. Hustota tepelného toku se postupně snižovala až na hodnotu ustálenou na přibližně $0,75 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2}$. Kalorimetr byl ponořen do taveniny po dobu 5200 s a došlo k jeho natavení ve spodní části. To je patrné z fotografií zachycujících průběh experimentu v odpovídající části práce.

10

Závěr

V dizertační práci jsem ověřoval použitelnost vyhodnocování solidifikační křivky pro stanovení teploty likvidu, dále platnost vztahu mezi teplotou taveniny a tloušťkou skull vrstvy a navrženou metodu měření hustoty materiálů v kapalně fázi při vysokých teplotách. K tomu jsem provedl 16 experimentů se směsí Al_2O_3 a ZrO_2 ve třech různých poměrech. Následně jsem provedl dva experimenty, jejichž cílem bylo stanovení hustoty tepelného toku z taveniny stěnou kalorimetru chlazeného vodou. Pro tento účel jsem využil směs Fe_2O_3 a ZrO_2 . Před realizací těchto experimentů bylo nezbytné je nejprve navrhnout. Návrh experimentu sestávající ze stanovení potřebného výkonu v tavenině a matematického modelu popisujícího elektromagnetické pole jsem nastínil v kapitolách 5 a 6. Získané výsledky, i přes řadu zjednodušení a nejistot v podobě vstupních dat, dobře odpovídaly údajům obdržným v průběhu experimentů. Po experimentech byly analyzovány vzorky odebrané z taveniny a z ingotu. Byly provedeny analýzy s využitím skenovací elektronové mikroskopie s energiově disperzní spektroskopii a rentgenové strukturní analýzy. Na základě výsledků obdržných z analýz bylo stanoveno přesné složení směsí v experimentech. Pro zabezpečení spolehlivého odebrání vzorků jsem provedl výpočet a experiment pro stanovení doby, při níž se tavenina zachytí na odběrovém hrotu aniž by došlo k jeho roztavení.

Určování teploty likvidu vyhodnocováním solidifikační křivky je použitelné pro studium fázových diagramů směsí oxidů při vysokých teplotách. Největší rozdíl mezi naměřenou hodnotou a referenčními daty je menší než 3%. Je nutno podotknout, že porovnání bylo provedeno s konkrétním pseudobinárním fázovým diagramem. V literatuře lze nalézt více pseudobinárních fázových diagramů popisujících směs, která byla použita k ověření navrhované metody. Rozšířená nejistota měření je ve všech třech případech nižší než 30 °C.

Vztah mezi rozdílem teplot taveniny a solidu a tloušťkou skull vrstvy uváděný v [30] se podařilo potvrdit i v případě směsí. Ověření platnosti tohoto vztahu jsem prováděl na směsi Z50 při různých teplotách. Je nutné poznamenat, že tvorba skull vrstvy je proces nahodilý, proto informace získané použitím zmíněného vztahu určují

průměrnou tloušťku skull vrstvy, lokálně se však její tloušťka může od průměru lišit.

Taktéž přesnost metody měření hustoty taveniny se ukázala být dostatečná pro její další využívání. Ve všech případech se rozšířená nejistota měření pohybovala do 14 % a rozdíl mezi naměřenými a referenčními daty nepřekročil 5 %. Během experimentů se ukázalo, že metoda je skutečně použitelná i pro teploty, při nichž ostatní používané metody selhávají.

Metody navržené pro měření hustoty v kapalně fázi a teploty likvidu směsí oxidů se ukázaly být použitelné s dostatečnou přesností. Proto v dalším kroku budou použity pro popis koria. Získání těchto dat o směsích oxidů uranu, zirkonia, železa a dalších prvků vyskytujících se v korigu v různých poměrech umožní přesnější popis průběhu těžkých jaderných havárií.

Maximální dosažená hustota tepelného toku z taveniny stěnou kalorimetru byla $3,1 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2}$ při teplotě taveniny $2210 \text{ }^\circ\text{C}$. Při experimentech T01 i T02 se na kalorimetru vytvořila krusta, která výrazně redukovala hustotu tepelného toku odváděného z taveniny. V experimentu T02 došlo k natavení kalorimetru.

Při řešení dizertační práce se objevilo několik směrů, kterými by mohl směřovat další výzkum.

Potenciálním problémem, který by měl být studován je vliv rychlosti chlazení na krystalizaci oxidů a jejich směsí. Z analýz provedených experimentů je patrné, že při rychlém ochlazení dochází k vytvoření vrstvy, v níž mají krystalová zrna menší velikost, proto lze očekávat jiné vlastnosti než v případě pomalu chladnoucího materiálu. Tento jev by mohl být zkoumán z pohledu různých směsí oxidů a různých rychlostí chlazení. Systematický výzkum v této oblasti by mohl vést k stanovení podmínek pro přípravu materiálů s požadovanými vlastnostmi, které není možné vytvořit za běžných podmínek.

Dalším podnětem pro budoucí výzkum je pokles v hustotě směsi Z60 mezi teplotou $2200 \text{ }^\circ\text{C}$ a $2300 \text{ }^\circ\text{C}$. V části 9.3 je navrženo několik vysvětlení vzniku poklesu, je však vhodné navrhnout sérii experimentů, která by mohla eliminovat vysvětlení, že pokles byl způsoben chybou měření.

Seznam publikací a výstupů studenta

Seznam publikací a výstupů studenta vztahujících se k disertační práci

Časopisy - WoS a Scopus

- [A1] HRBEK, Jan, MÉSZÁROS, Bence, PAUKOV, Mykhaylo, KUDLÁČ, Martin. Methodology for measurement of density of liquid oxides. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, 2021, roč. 7, č. 2, s. 1-9. ISSN: 2332-8983
- [A2] ROT, David, HRBEK, Jan, JIŘINEC, Jakub. Heat transfer in induction melting of aluminum oxide in cold crucible. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, 2021, roč. 7, č. 2, s. 1-9. ISSN: 2332-8983
- [A3] KNEDLÍK, Michal, ROT, David, HRBEK, Jan. Manipulation system for measuring heat flux in radioactive melt. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, 2021, roč. 7, č. 2, s. 1-6. ISSN: 2332-8983

Konference - WoS a Scopus

- [A4] HRBEK, Jan, POZNYAK, Igor, UHER, Jan. Calculation of heat flux through calorimeter wall. In *17th Conference of Power System Engineering, Thermodynamics and Fluid Mechanics*. USA: American Institute of Physics Inc., 2018. s. 1-8. ISBN: 978-0-7354-1773-1 , ISSN: 0094-243X
- [A5] HRBEK, Jan, EBEL, Wladimir. Mathematical model to design experiment arrangement of induction furnace with cold crucible. In *Proceedings of the 10th International Scientific Symposium on Electrical Power Engineering (ELEKTROENERGETIKA 2019)*. Košice: Technical University of Košice, 2019. s. 499-503. ISBN: 978-80-553-3324-3

Časopisy - ostatní

- [A6] ZOUL, David, HRBEK, Jan, PROCHÁZKA, Lukáš, PRAŽÁK, Petr. Simulace průběhu těžkých jaderných havárií. *Aldebaran Bulletin*, 2020, roč. 18, č. 48, s. 1-9. ISSN: 1214-1674
- [A7] PAUKOV, Mykhaylo, MÉSZÁROS, Bence, HRBEK, Jan, KISELOVÁ, Monika. Investigation of materials interaction with molten corium. *Jaderná energie*, 2020, roč. 66, č. 9/20, s. 66-68. ISSN: 2694-9024

Konference - ostatní

- [A8] MÉSZÁROS, Bence, HRBEK, Jan, PAUKOV, Mykhaylo, KUDLÁČ, Martin. Návrh metodiky měření hustoty při vysokých teplotách v kapalně fázi. In *Jaderná energetika v pracích mladé generace - 2019*. Praha, Česká republika: Česká nukleární společnost, 2019. s. 109-114. ISBN: 978-80-02-02895-6
- [A9] MÉSZÁROS, Bence, PAUKOV, Mykhaylo, HRBEK, Jan, KUDLÁČ, Martin. Výzkum materiálových parametrů koria pomocí tavení ve studeném kelímku. In *Jaderná energetika v pracích mladé generace - 2020*. Praha, Česká republika: Česká nukleární společnost, 2021. s. 46-51. ISBN: 978-80-02-02935-9
- [A10] HRBEK, Jan. Výpočet hustoty tepelných toků z metalické části coria. In *Elektrotechnika a informatika 2016. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2016. s. 169-172. ISBN: 978-80-261-0516-9
- [A11] POZNYAK, Igor, HRBEK, Jan, MÉSZÁROS, Bence, STOKLASA, Jaroslav. Study of molten fuel behavior on the base of induction melting in cold crucible technology. In *Advanced Technologies for Gen IV Reactors*. Řež: Centrum výzkumu Řež s.r.o., 2018. s. 1-6. ISBN: 978-80-270-5393-3
- [A12] HRBEK, Jan. Introduction to melting in induction furnace with cold crucible. In *Proceedings of the 20th International Scientific Student Conference POSTER 2016*. Prague: Czech Technical University in Prague, 2016. s. 1-5. ISBN: 978-80-01-05950-0
- [A13] HRBEK, Jan, KISELOVÁ, Monika. Cold crucible facilities in Rez. In *ERM-SAR 2017 Conference Proceedings*. Otwock-Świerk: National Centre for Nuclear Research, 2017. s. 1. ISBN: nevedeno
- [A14] POZNYAK, Igor, HRBEK, Jan. Cold crucible laboratory. In *Nuclear Technologies for the 21st Century*. Řež: Centrum výzkumu Řež s.r.o., 2017. s. 98-104. ISBN: 978-80-270-3233-4

Ostatní publikace a výstupy studenta

Časopisy - WoS a Scopus

- [B1] HRBEK, Jan. Induction heating of thin nonmagnetic sheets in transverse time-variable magnetic field. *Acta Technica ČSAV*, 2015, roč. 60, č. 1, s. 15-29. ISSN: 0001-7043
- [B2] GALEK, Vojtěch, STOKLASA, Jaroslav, HADRAVA, Jan, HRBEK, Jan, BEZDIČKA, Petr, SEDLÁŘOVÁ, Ivona. The behavior of corundum ceramic in molten salt. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, 2019, roč. 5, č. 3, s. 030905-1-030905-7. ISSN: 2332-8983

- [B3] HADRAVA, Jan, GALEK, Vojtěch, STOKLASA, Jaroslav, HRBEK, Jan, KUNEŠOVÁ, Kateřina, BEZDIČKA, Petr, SEDLÁŘOVÁ, Ivona. Corrosion experiments on ceramic samples within molten salts. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, 2019, roč. 5, č. 3, s. 030910-1-030910-7. ISSN: 2332-8983

Konference - WoS a Scopus

- [B4] GALEK, Vojtěch, HADRAVA, Jan, PRAŽÁK, Petr, NETŘEBSKÁ, Monika, STOKLASA, Jaroslav, HRBEK, Jan. The process and optimization of the liquid waste incineration in MSO technology. In *Proceedings of the 6th International Conference on Chemical Technology (ICCT 2018)*. Praha: Czech Society of Industrial Chemistry, 2018. s. 447-450. ISBN: 978-80-86238-77-7 , ISSN: 2336-8128

Časopisy - ostatní

- [B5] HADRAVA, Jan, GALEK, Vojtěch, HRBEK, Jan. Bezplamenné spalování radioaktivních a nebezpečných odpadů v tavenině soli MSO. *Electroscope*, 2016, roč. 2016, č. 2, s. 1-5. ISSN: 1802-4564
- [B6] GALEK, Vojtěch, HADRAVA, Jan, HRBEK, Jan. Zpracování kapalných a semi-kapalných radioaktivních odpadů odpařováním a solidifikací. *Electroscope*, 2016, roč. 2016, č. 2, s. 1-4. ISSN: 1802-4564

Konference - ostatní

- [B7] HRBEK, Jan, RYKL, Lukáš, HADRAVA, Jan. Rozložení rychlosti v tavenině při indukčním tavení v kelímkové peci. In *Elektrotechnika a informatika 2017. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2017. s. 171-174. ISBN: 978-80-261-0712-5
- [B8] HRBEK, Jan, MÉSZÁROS, Bence. Závislost rychlosti proudění taveniny v ose indukční kelímkové peci na elektrických parametrech induktoru. In *Elektrotechnika a informatika 2018. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2018. s. 33-36. ISBN: 978-80-261-0785-9
- [B9] HADRAVA, Jan, GALEK, Vojtěch, PRAŽÁK, Petr, HRBEK, Jan. Vliv provozních podmínek MSO na konstrukční materiály. In *Jaderná energetika v pracích mladé generace - 2016*. Praha: Česká nukleární společnost, z. s., 2017. s. 40-45. ISBN: 978-80-02-02770-6
- [B10] GALEK, Vojtěch, HADRAVA, Jan, HRBEK, Jan, SIHELKÁ, Kristína. Odolnost keramických materiálů v MSO. In *Jaderná energetika v pracích mladé generace - 2016*. Praha: Česká nukleární společnost, z. s., 2017. s. 34-39. ISBN: 978-80-02-02770-6
- [B11] HRBEK, Jan. Indukční ohřev tenkých nemagnetických plechů v příčném časově proměnném magnetickém poli. In *Elektrotechnika a informatika 2014. Část 1., Elektrotechnika*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2014. s. 37-40. ISBN: 978-80-261-0367-7

- [B12] HADRAVA, Jan, GALEK, Vojtěch, PRAŽÁK, Petr, HRBEK, Jan. The operating conditions of MSO technology and its effect on construction materials. In *Nuclear Technologies for the 21st Century*. Řež: Centrum výzkumu Řež s.r.o., 2017. s. 38-46. ISBN: 978-80-270-3233-4

Výzkumné zprávy

- [B13] POZNYAK, Igor, MAREČEK, Martin, HRBEK, Jan, MESZAROS, Bence. *Experiments on dissolution of stainless steel into molten oxide-based and metal-based corium*. Tokyo Institute of Technology, 2018.
- [B14] PREHRADNÝ, Jan, POZNYAK, Igor, MAREČEK, Martin, HRBEK, Jan, MESZAROS, Bence, PAUKOV, Mykhaylo, STOKLASA, Jaroslav, MIKLOŠ, Marek, VITANZA, Carlo. *Experimental results on properties of molten core mixed with sacrificial material 1*. Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., 2018.
- [B15] PREHRADNÝ, Jan, POZNYAK, Igor, MAREČEK, Martin, HRBEK, Jan, MESZAROS, Bence, PAUKOV, Mykhaylo, STOKLASA, Jaroslav, MIKLOŠ, Marek, VITANZA, Carlo. *Experimental results on properties of molten core mixed with sacrificial material 2*. Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., 2018.
- [B16] PREHRADNÝ, Jan, POZNYAK, Igor, MAREČEK, Martin, HRBEK, Jan, MESZAROS, Bence, PAUKOV, Martin, STOKLASA, Jaroslav, MIKLOŠ, Marek, VITANZA, Carlo. *Measuring the solidus temperature in a resistance furnace*. Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., 2018.
- [B17] HRBEK, Jan, KARÁSKOVÁ NENADÁLOVÁ, Lucie, MAREČEK, Martin, POZNYAK, Igor. *Preliminary tests on molten corium solidification mechanism 1*. Japan Atomic Energy Agency Collaborative Laboratories for Advanced Decommissioning, 2016.
- [B18] POZNYAK, Igor, HRBEK, Jan, MAREČEK, Martin. *Preliminary tests on molten corium solidification mechanism 2*. Japan Atomic Energy Agency Collaborative Laboratories for Advanced Decommissioning, 2017.
- [B19] POZNYAK, Igor, HRBEK, Jan, VOTAVA, Pavel, KISELOVÁ, Monika, ŠRANK, Jiří, STREJC, Martin, SÁZAVSKÝ, Petr. *Experimental studies of heat transfers in a stratified molten pool with prototypic materials*. V rámci projektu IVMR, koordinátor projektu: IRSN, 2016.

Literatura

- [1] SEHGAL, B. R.: *Nuclear Safety in Light Water Reactors: Severe Accident Phenomenology*. Amsterdam: Elsevier, 2012, ISBN 978-0-12-388446-6.
- [2] PYE, D.; MONTENERO, A.; JOSEPH, I.: *Properties of Glass-Forming Melts*. Boca Raton: CRC Press, 2005, ISBN 978-1-574-44662-3.
- [3] STANĚK, J.: *Elektrické tavení skla*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1976.
- [4] GREENWOOD, N.; EARNSHAW, A.: *Chemistry of the elements*. Oxford: Butterworth Heinemann, 1998, ISBN 0-7506-3365-4.
- [5] PATNAIK, P.: *Handbook of Inorganic Chemicals*. New York: McGraw-Hill, 2002, ISBN 0-07-049439-8.
- [6] IIDA, T.; GUTHRIE, R. I. L.: *The Physical Properties of Liquid Metals*. Oxford: Oxford University Press, 1988, ISBN 0-19-856331-0.
- [7] PRICE, D. L.: *High-Temperature Levitated Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2010, ISBN 978-0-521-88881-3.
- [8] WEST, A. R.: *Solid State Chemistry and its Applications*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2014, ISBN 978-1-119-94294-8.
- [9] PTÁČEK, L.: *Nauka o materiálu I*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003, ISBN 978-80-7204-283-1.
- [10] ATKINS, P.; de PAULA, J.; KEELLER, J.: *Atkins' Physical Chemistry*. Oxford: Oxford University Press, 2018, ISBN 978-0-198-81789-5.
- [11] SMART, L. E.: *Solid State Chemistry*. Boca Raton: CRC Press, 2012, ISBN 978-1-439-84790-9.
- [12] NACKE, B.; BAAKE, E.; LUPI, S.; aj.: *Theoretical background and aspects of electrotechnologies*. Saint Petersburg: Publishing house of ETU, 2012, ISBN 978-5-7629-1237-2.
- [13] JURSIK, F.: *Anorganická chemie nekovů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2001, ISBN 80-7080-417-3.
- [14] KUČEROVÁ, E.: *Elektrotechnické materiály*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2002, ISBN 80-7082-940-0.

- [15] HAMPL, J.; LIPTÁK, J.; SEDLÁČEK, J.; aj.: *Materiály pro elektrotechniku*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 1996, ISBN 80-01-01544-0.
- [16] PETROV, J. B.; KANAIEV, I. A.: *Indukcionnye peči dlja plavki oksidov*. Leningrad: Politehnika, 1991, ISBN 5-7325-0019-7.
- [17] BEISER, A.: *Úvod do moderní fyziky*. Praha: Academia, 1978.
- [18] BENGISU, M.: *Engineering Ceramics*. New York: Springer, 2001, ISBN 978-3-642-08719-6.
- [19] KITTEL, C.: *Introduction to solid state physics*. New Jersey: John Wiley & Sons, 1953.
- [20] Collection of Phase Diagrams [online]. https://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Al-0.jpg&dir=TDnucl&fbclid=IwAR0yJ-oRUGbE3PJ-cUaZeCyq88gaSAZt6C4p28YGCSVkwBDTrASLXodvvpM, [cit. 12.7. 2020].
- [21] Collection of Phase Diagrams [online]. https://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=0-Zr.jpg&dir=TDnucl&fbclid=IwAR3l8c5i8fRluDln8oQYolRg8cwtriHCB6U6cbEvhb200wbLvzqx0F1p9as, [cit. 12.7. 2020].
- [22] PETROV, J. B.: *Indukcionnaja plavka okislov*. Moskva: Energoatomizdat, 1983.
- [23] Zirconium Oxide (ZrO₂) [online]. <https://janaf.nist.gov/tables/0-054.html>, [cit. 23.8. 2020].
- [24] Aluminum Oxide (Al₂O₃) [online]. <https://janaf.nist.gov/tables/Al-101.html>, [cit. 23.8. 2020].
- [25] Zirconium (Zr) [online]. <https://janaf.nist.gov/tables/Zr-005.html>, [cit. 23.8. 2020].
- [26] Collection of Phase Diagrams [online]. https://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Al-Zr-0_Al2O3-ZrO2.jpg&dir=FToxid, [cit. 12.7. 2020].
- [27] RUDNEV, V.; TOTTEN, G. E.: *ASM Handbook Volume 4C: Induction Heating and Heat Treatment*. Materials Park: ASM International, 2014, ISBN 978-1-62708-012-5.
- [28] ALIFEROV, A.; BAAKE, E.; BARGLIK, J.; aj.: *Induction heating technologies*. Saint Petersburg: Publishing house of ETU, 2013, ISBN 978-5-7629-1404-8.
- [29] NIEMANN, B.: *Untersuchung des 3D Wärme- und Stofftransportes von flüssigem Glas im Induktortiegel*. Göttingen: Sierke Verlag, 2011, ISBN 978-3-86844-325-7.
- [30] DHANARAJ, G.; BYRAPPA, K.; PRASAD, V.; aj.: *Handbook of Crystal Growth*. Berlin: Springer-Verlag, 2010.

- [31] RADA, J.: *Elektrotepelná technika*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1985.
- [32] LIST, V.: *Elektrotechnika V - Elektrické teplo*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1958.
- [33] PREHRADNÝ, J.; POZNYAK, I.; HRBEK, J.; aj.: *OECD/NEA Project on Thermodynamic Characterisation of Fuel Debris and Fission Products Based on Scenario Analysis of Severe Accident Progression at the Fukushima Daiichi Nuclear Power Station (TCOFF) report by Research Centre Rez*. Řež: Centrum výzkumu Řež s.r.o., 2020.
- [34] ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J.: *Science and Engineering of Materials*. Boston: Cengage, 2015, ISBN 978-1-305-07710-2.
- [35] LIPTÁK, J.; MATUCHOVÁ, M.: *Fyzikální chemie*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 1995, ISBN 80-01-01288-3.
- [36] NÝVLT, J.: *Rovnováhy tuhá fáze-kapalina*. Praha: Academia, 1975.
- [37] HIGGINSON, R. L.; JACKSON, C. P.; MURRELL, E. L.; aj.: Effect of thermally grown oxides on colour development of stainless steel. *Materials at High Temperatures*, ročník 32, č. 1-2, 4 2015: s. 113-117, ISSN 0960-3409, doi: 10.1179/0960340914Z.00000000083.
- [38] DAVIDSON, S.; PERKIN, M.: An investigation of density determination methods for porous materials, small samples and particulates. *Measurement*, ročník 46, č. 5, 2013: s. 0263-2241, ISSN 0960-3409, doi: 10.1016/j.measurement.2012.11.030.
- [39] JAHM Software, I.: MPDB (v9.15). 2021.
URL <https://www.jahm.com/>
- [40] KNEDLÍK, M.; ROT, D.; HRBEK, J.: Manipulation System for Measuring Heat Flux in Radioactive Melt. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, ročník 7, č. 2, 10 2021: s. 1-6, ISSN 2332-8983, doi:10.1115/1.4048632.
- [41] TŮMOVÁ, O.: *Metrologie a hodnocení procesů*. Praha: BEN - technická literatura, 2009, ISBN 978-80-7300-249-7.
- [42] NĚMEČEK, P.: *Nejistoty měření*. Praha: Česká společnost pro jakost, 2008, ISBN 978-80-02-02089-9.
- [43] VDOLEČEK, F.; PALENČÁR, R.; HALAJ, M.: Nejistoty v měření III: nejistoty nepřímých měření. *Automa*, ročník 7, č. 12, 12 2001: s. 1-6, ISSN 1210-9592.
- [44] ROT, D.; HRBEK, J.; JIŘINEC, J.: Heat Transfer in Induction Melting of Aluminum Oxide in Cold Crucible. *Journal of Nuclear Engineering and Radiation Science*, ročník 7, č. 2, 11 2021: s. 1-9, ISSN 2332-8983, doi:10.1115/1.4048899.
- [45] PETROV, J. B.; RATNIKOV, D. G.: *Cholodnye tigly*. Moskva: Metallurgija, 1972.

- [46] BERGMAN, T. L.; LAVINE, A. S.; INCROPERA, F. P.; aj.: *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2011, ISBN 978-0470-50197-9.
- [47] WELTY, J. R.: *Engineering Heat Transfer*. New Jersey: John Wiley & Sons, 1978, ISBN 0-471-02860-6.
- [48] SAMSONOV, G. V.; BORISOVA, A. L.; ŽIDKOVA, T. G.; aj.: *Fiziko-chimičeskije svojstva okislov*. Moskva: Metallurgija, 1978.
- [49] SAZIMA, M.: *Sdílení tepla*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1993, ISBN 80-03-00675-9.
- [50] CENGEL, Y. A.; CIMBALA, J. M.: *Fluid Mechanics: Fundamentals and Applications*. New York: McGraw-Hill, 2014, ISBN 978-0-07-338032-2.
- [51] MICHIJEV, M. A.: *Základy sdílení tepla*. Praha: Průmyslové vydavatelství, 1952.
- [52] ASM International Handbook Committee: *ASM Handbook Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. Materials Park: ASM International, 1992, ISBN 0-87170-378-5.
- [53] HRBEK, J.; RYKL, L.; HADRAVA, J.: Rozložení rychlosti v tavenině při indukčním tavení v kelímkové peci. In *Elektrotechnika a informatika 2017. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika*, Západočeská univerzita v Plzni, 10 2017, ISBN 978-80-261-0712-5, s. 171-174.
- [54] HRBEK, J.; MÉSZÁROS, B.: Závislost rychlosti proudění taveniny v ose indukční kelímkové peci na elektrických parametrech induktoru. In *Elektrotechnika a informatika 2018. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika*, Západočeská univerzita v Plzni, 10 2018, ISBN 978-80-261-0785-9, s. 33-36.
- [55] ŠOLÍN, P.: *Partial Differential Equations and the Finite Element Method*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2005, ISBN 978-04-71-72070-6.
- [56] MACHÁČ, J.; NOVOTNÝ, K.; ŠKVOR, Z.; aj.: *Numerické metody v elektromagnetickém poli*. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2007, ISBN 978-80-01-03753-9.
- [57] DOLEŽEL, I.; KARBAN, P.; ŠOLÍN, P.: *Integral Methods in Low Frequency Electromagnetics*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2009, ISBN 978-04-70-19550-5.
- [58] KŘÍŽEK, M.; SEGETH, K.: *Numerické modelování problémů elektrotechniky*. Praha: Karolinum, 2001, ISBN 80-246-0287-3.
- [59] ŠOLÍN, P.; SEGETH, K.; DOLEŽEL, I.: *Higher-Order Finite Element Methods*. London: Chapman and Hall/CRC, 2003, ISBN 978-15-84-88438-5.
- [60] BAAKE, E.; BARGLIK, J.; DOLEGA, D.; aj.: *Power supplies. Mathematical simulation and optimization*. Saint Petersburg: Publishing house of ETU, 2013, ISBN 978-5-7629-1402-4.

- [61] Agros Suite: A multiplatform application for the solution of physical problems [online]. <http://www.agros2d.org/>, [cit. 26.1. 2021].
- [62] ANSYS, Inc.: *ANSYS Maxwell 2015: Lecture 1 - Introduction to ANSYS Maxwell*. 6 2015.
- [63] ZIENKIEWICZ, O.; TAYLOR, R.; ZHU, J.: *The Finite Element Method: Its Basis and Fundamentals*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2013, ISBN 978-1-85617-633-0.
- [64] MAYER, D.: *Aplikovaný elektromagnetismus*. České Budějovice: Kopp, 2012, ISBN 978-80-7232-436-1.
- [65] MAYER, D.; POLÁK, J.: *Metody řešení elektrických a magnetických polí*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1983.
- [66] KVASNICA, J.: *Matematický aparát fyziky*. Praha: Academia, 1989.
- [67] MAYER, D.; ULRYCH, B.: *Základy numerického řešení elektrických a magnetických polí*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1988.
- [68] ANSYS, Inc.: *ANSYS Maxwell 2015: Lecture 3 - Static Magnetic Solvers*. 6 2015.
- [69] HAŇKA, L.: *Teorie elektromagnetického pole*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1975.
- [70] POZNYAK, I.; PECHENKOV, A.; SHATUNOV, A.: Electric Conductivity Measurement of Oxides Melts. *Magnetohydrodynamics*, ročník 43, č. 2, 2007: s. 221–228, ISSN 0024-998X, doi:10.22364/mhd.
- [71] LANGER, E.: *Teorie indukčního a dielektrického tepla*. Praha: Academia, 1979.
- [72] CHRÁSKA, P.; DUBSKÝ, J.; KOLMAN, B.; aj.: Study of phase changes in plasma sprayed deposits. *Journal of Thermal Spray Technology*, ročník 1, č. 4, 12 1992: s. 301-306, ISSN 1059-9630, doi:10.1007/BF02647157.
- [73] AlO_{1.5}-ZrO₂ [online]. <https://www.metallab.net/chemsoc/sgte/TDNucl/Al01.5-Zr02.jpg>, [cit. 25.2. 2021].
- [74] GRISHCHENKO, D.; PILUSO, P.: Recent progress in the Gas-Film Levitation as a method for thermophysical properties measurements: application to ZrO₂-Al₂O₃ system. *High Temperatures-High Pressures*, ročník 40, č. 2, 2011: s. 127-149, ISSN 0018-1544.
- [75] UDALOV, Y.; GRISHCHENKO, D.; PETROV, Y.; aj.: Monotectic Crystallization of Melts in the ZrO₂-Al₂O₃ System. *Glass Physics and Chemistry*, ročník 32, č. 4, 2006: s. 479-485, ISSN 1087-6596, doi:10.1134/S1087659606040122.

- [76] SKINNER, L. B.; BENMORE, C. J.; WEBER, J. K. R.; aj.: Molten uranium dioxide structure and dynamics. *Science*, ročník 346, 2014: s. 984-987, ISSN 0036-8075, doi:10.1126/science.1259709.
- [77] SKRYŠEVSKIJ, A. F.: *Strukturnyj analiz židkostěj i amorfnych těl*. Moskva: Vysšaja škola, 1980.

Seznam obrázků

2.1	Schématiké znázornění hydrostatické metody měření hustoty materiálu v kapalně fázi. Dvojkůžel zavěšený na PtRh drátku připojeném k analytickým vahám.	11
2.2	Schématiké znázornění metody maximálního tlaku bubliny pro měření hustoty materiálu v kapalně fázi. Kapilára ponořená do kapaliny a bublina vytvořená plynem vháněným do kapiláry. Bublina je vytvořena v hloubce h	12
2.3	Schématiké znázornění metody přisedlé kapky pro měření hustoty materiálu v kapalně fázi. Vlevo – kapka z roztaveného zkoumaného materiálu na podložce, vpravo – kapka vytvořená nad kelímkem z roztaveného zkoumaného materiálu.	13
2.4	Schématiké znázornění dvou nejpoužívanějších metod pro levitaci roztavených oxidů. a) – levitace na vrstvě plynu, roztavený vzorek levituje na plynovém polštáři vytvořeném z plynu protlačeného porézní membránou; b) – aerodynamická levitace – vzorek levitující v proudu plynu.	14
2.5	Schématiké znázornění DTA.	15
2.6	Rozdíl mezi průběhem ohřívací křivky (vlevo) a záznamem z DTA (vpravo).	16
2.7	Schématiké znázornění DSC.	16
3.1	Indukční pec se segmentovým studeným kelímkem (5) včetně induktoru (1), dna (6), vsázky (2) a objímky (7).	19
3.2	Schématiké uspořádání indukční pece se studeným kelímkem. T_0 – T_7 – termočlánky, F_1 – F_8 – průtokoměry, V_1 – V_6 – ventily, VCHO – vnější chladicí okruh, P_1 – P_2 – pyrometry, SEV – senzory elektrických veličin, PC – počítač.	20
3.3	Vývoj objemu roztaveného materiálu ve studeném kelímku. a – startovací materiál uložený ve směsi; b – roztavené množství oxidu dostatečné k přímému indukčnímu ohřevu; c – tavenina během formování; d – zformovaná tavenina	20
3.4	Průběh výkonu v tavenině P_m , ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a napětí na induktoru během experimentu včetně označení fází procesu. 1 – startovací fáze, 2 – formování taveniny, 3 – homogenizace taveniny, 4 – samotné měření.	21

3.5	Průběh teploty T měřené pyrometrem na hladině taveniny během experimentu včetně označení fází procesu. 1 – startovací fáze, 2 – formování taveniny, 3 – homogenizace taveniny, 4 – samotné měření.	21
3.6	Rozebraný studený kelímek před sestavením pro experiment.	22
3.7	Pohled do pracovní komory před experimentem.	23
3.8	Studený kelímek po vymazání směsí Al_2O_3 a vody.	23
3.9	Průběh ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$, studeném kelímku P_{cc} a napětí na induktoru U_1 během měření s prázdným studeným kelímek před experimentem I13.	24
3.10	Fotografie startovacího materiálu před experimentem. V tomto případě se jedná o Zr.	25
3.11	Startovací materiál umístěný ve studeném kelímku (vlevo) a překrytý vrstvou práškové směsi (vpravo).	25
3.12	Fázový diagram systému Zr + O [20].	28
3.13	Fázový diagram systému Al + O [21].	28
3.14	Pseudobinární fázový diagram systému $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ [26].	30
3.15	Indukčně vázané obvody induktoru a vsázky.	32
4.1	Ideální průběh ochlazovací křivky dvousložkového kondenzovaného systému plně mísitelných složek v jiném než eutektickém poměru.	35
4.2	Odebírání vzorků QS a měření výšky taveniny. 1 – pracovní komora, 2 – tavenina, 3 – odběrový/měřicí hrot, 4 – ložiska, 5 – systém kladek, 6 – ocelové lano	36
4.3	Vyhodnocení výšky taveniny.	37
4.4	Měření tepelného toku z taveniny. 1 – studený kelímek, 2 – tavenina, 3 – kalorimetr. \dot{V} – průtokoměr, T_0 – odporový snímač teploty na vstupu a T_{kal} na výstupu kalorimetru.	40
4.5	Pohled na indukční systém IS-1 (v popředí). 1 – vysokofrekvenční elektronkový generátor, 2 – pracovní komora vybavená polohovacím systémem, 3 – ovládací panel.	43
5.1	Tepelná bilance indukčního tavení ve studeném kelímku. P_c – tepelné ztráty konvekcí z hladiny taveniny, P_r – tepelné ztráty sáláním z hladiny taveniny, P_w – tepelné ztráty stěnou studeného kelímku, P_b – tepelné ztráty dnem studeného kelímku, 1 – tavenina, 2 – skull vrstva, 3 – dno a 4 – stěna studeného kelímku.	46
5.2	Horizontální řez ingotem po experimentu v různých vzdálenostech ode dna studeného kelímku, kde kapalná fáze byla obarvena přidáním Cr_2O_3	47
5.3	Výřez řešenou geometrií pro výpočet potřebného výkonu dodaného do taveniny. 1 – tavenina, 2 – skull vrstva, 3 – tenká vzduchová mezera, 4 – stěna studeného kelímku, 5 – chladicí voda.	48
6.1	Možná vzájemná ovlivňování fyzikálních polí a jevů při indukčním tavení oxidů ve studeném kelímku.	53

6.2	Sdružení elektromagnetického pole (EMP), teplotního pole (TP) a proudění (HD) po zjednodušení procesu tavení oxidů ve studeném kelímku.	53
6.3	Oblast Ω s hranicí Γ rozdělenou na Γ_1 a Γ_2 . Část hranice oblasti Γ_1 je popsána Dirichletovou okrajovou podmínkou a Γ_2 Neumannovou okrajovou podmínkou.	55
6.4	Oblast Ω s hranicí Γ diskretizovaná trojúhelníkovou sítí.	56
6.5	i -tý trojúhelníkový element diskretizované oblasti Ω	56
6.6	Čtyřstěn používaný pro diskretizaci 3D oblasti s vyznačenými uzly pro aproximaci polynomem 2. řádu.	57
6.7	Rozdělení elementu na čtyři elementy menší velikosti.	58
6.8	Schématicky naznačená indukční pec se segmentovým studeným kelímkem (Ω_5 – segmenty studeného kelímku) včetně induktoru (Ω_1 – trubice induktoru + chladicí médium) s N závity, dna (Ω_6) a vsázky (Ω_2). Okolí modelu (Ω_4) omezuje vnější hranice (Γ).	61
6.9	Řez modelem studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 6.2.	63
6.10	Reálný tvar taveniny a skull vrstvy.	64
6.11	Vertikální řez geometrií řešeného uspořádání. 1 – induktor, 2a – tavenina, 2b – skull vrstva, 5 – segmenty studeného kelímku, 6 – dno studeného kelímku.	65
6.12	Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m , ve studeném kelímku P_{cc} a v induktoru P_{ind} na vzdálenosti vnější hranice od modelu d	66
6.13	Závislost Jouleových ztrát v celém modelu na vzdálenosti vnější hranice od modelu d	66
6.14	Závislost doby řešení t_c na vzdálenosti vnější hranice od modelu d	67
6.15	Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m na napětí induktoru U_I při použití induktoru se čtyřmi závity.	69
6.16	Závislost Jouleových ztrát v tavenině P_m na proudu induktorem I_I při použití induktoru se čtyřmi závity.	69
6.17	Rozložení modulu magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině; vertikální řez.	70
6.18	Rozložení modulu magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině; horizontální řez. Znázorněno umístění segmentů studeného kelímku.	70
6.19	Rozložení modulu magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině; horizontální řez.	71
6.20	Rozložení modulu proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině; vertikální řez.	71
6.21	Rozložení modulu proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině; horizontální řez.	72
6.22	Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině; vertikální řez.	72
6.23	Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině; horizontální řez.	73
6.24	Rozložení hustoty Jouleových ztrát p_m v tavenině se skull vrstvou; vertikální řez.	73
6.25	Rozložení reálné části vektorů magnetické indukce \mathbf{B} v tavenině; vertikální řez.	74
6.26	Rozložení reálné části vektorů proudové hustoty \mathbf{J} v tavenině; horizontální řez.	74
6.27	Rozložení hustoty Lorentzovy síly \mathbf{F}_L v tavenině; vertikální řez.	75

6.28	Měření indukčnosti induktoru s pásovým vedením a studeným kelímkem RLC metrem.	75
7.1	Celkový pohled do pracovní komory před experimentem ze série I01–I16.	78
7.2	Geometrie studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 7.2.	79
7.3	Startovací materiál (Zr) pro experimenty I01–I16, vcelku (vlevo) a nařezané pro experiment (vpravo).	80
7.4	Pohled na systém sběru dat a vybavení pro odběr vzorků z taveniny a měření výšky taveniny během experimentu I05.	80
7.5	Rozdíl mezi směsí Z50 při 2100 °C a 2400 °C.	81
7.6	Rozdíl mezi směsí Z80 při 2400 °C a 2600 °C.	81
7.7	Odběr vzorku QS1 v průběhu experimentu I10 při teplotě 2160 °C. a – měděný hrot nad hladinou taveniny, b – měděný hrot ponořený do taveniny, c – vzorek taveniny na měděném hrotu.	82
7.8	Vzorek QS1 odebraný v průběhu experimentu I04 při teplotě 2100 °C.	83
7.9	Vzorky připravené pro SEM/EDX analýzu.	83
7.10	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I01.	84
7.11	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I01.	85
7.12	Ingot po experimentu I01.	85
7.13	Rozbitý ingot z experimentu I01.	86
7.14	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I02.	87
7.15	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I02.	88
7.16	Ingot po experimentu I02.	88
7.17	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I03.	89
7.18	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I03.	90
7.19	Použitý měděný hrot při experimentu I03 v porovnání s hrotem nepoužitým (vlevo), použitý nerezový hrot se vzorkem zatuhlé směsi s CuO a mědí (uprostřed) a očištěný použitý nerezový hrot s patrnými náznaky zachycené mědi (vpravo).	90
7.20	Roztavená měď na hladině taveniny.	91
7.21	Rozpůlený ingot z experimentu I03.	91
7.22	Ingot z experimentu I03 po rozebrání studeného kelímku (vlevo) a po rozpůlení (vpravo).	92
7.23	Pohled na spodní část ingotu z experimentu I03 bez skull vrstvy (vlevo) a na měď usazenou ve spodní části ingotu (vpravo).	92
7.24	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I04.	93
7.25	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I04.	94
7.26	Ingot z experimentu I04.	94
7.27	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I05.	95
7.28	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I05.	96
7.29	Rozpůlený ingot z experimentu I05.	96

7.30	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I06.	97
7.31	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I06.	98
7.32	Ingot získaný z experimentu I06 včetně materiálu usazeného na stěně studeného kelímku (vlevo) a s patrným otvorem v materiálu na stěně studeného kelímku (vpravo).	98
7.33	Ingot z experimentu I06 po odstranění materiálu usazeného na stěnách studeného kelímku.	99
7.34	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I07.	100
7.35	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I07.	101
7.36	Ingot získaný z experimentu I07 včetně materiálu usazeného na stěně studeného kelímku (vlevo) a samotný ingot (vpravo).	101
7.37	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I08.	102
7.38	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I08.	103
7.39	Ingot z experimentu I08.	103
7.40	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I09.	104
7.41	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I09.	105
7.42	Ingot získaný z experimentu I09 (vlevo) a rozčtvrcený ingot s patrnou skull vrstvou (vpravo).	105
7.43	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I10.	106
7.44	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I10.	107
7.45	Ingot získaný z experimentu I10.	107
7.46	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I11.	108
7.47	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I11.	109
7.48	Ingot z experimentu I11.	109
7.49	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I12.	110
7.50	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I12.	111
7.51	Ingot z experimentu I12.	111
7.52	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I13.	112
7.53	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I13.	113
7.54	Ingot získaný z experimentu I13 na neroztavené směsi po rozebrání studeného kelímku (vlevo) a samostatně (vpravo).	113
7.55	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I14.	114
7.56	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I14.	115
7.57	Ingot získaný z experimentu I14.	115
7.58	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{\text{ind,bb}}$ a v tavenině P_m během experimentu I15.	116
7.59	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I15.	117

7.60	Ingot získaný z experimentu I15 na vrstvě neroztavené směsi (vlevo) a fotografie zaznamenávající poškození chladicí větve (vpravo).	117
7.61	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu I16.	118
7.62	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu I16.	119
7.63	Ingot získaný z experimentu I16.	119
7.64	Celkový pohled na studený kelímek s induktorem a kalorimetrem (K) v komoře před experimentem T01.	121
7.65	Startovací materiál Fe_3O_4 před experimentem T02.	122
7.66	Pohled na studený kelímek naplněný směsí se startovacím materiálem před experimentem T01	122
7.67	Geometrie studeného kelímku s induktorem. Rozměry jsou popsány v Tab. 7.3.	123
7.68	Pohled na systém sběru dat, pyrometr, kameru a polohovací systém pohybující upnutým kalorimetrem během experimentu T02.	124
7.69	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu T01. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.	125
7.70	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu T01. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.	126
7.71	Ingot získaný z experimentu T01.	126
7.72	Rozpůlený ingot z experimentu T01.	127
7.73	Kalorimetr vytažený z taveniny po experimentu T01.	127
7.74	Kalorimetr po experimentu T01.	128
7.75	Krusta odstraněná z kalorimetru po experimentu T01.	128
7.76	Časový průběh napětí induktoru U_I , Jouleových ztrát v induktoru $P_{ind,bb}$ a v tavenině P_m během experimentu T02. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.	129
7.77	Časový průběh teploty hladiny taveniny T během experimentu T02. t_1 – okamžik ponoření kalorimetru.	130
7.78	Kalorimetr vytažený z taveniny po experimentu T02.	130
7.79	Kalorimetr po experimentu T02.	131
8.1	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I02.	133
8.2	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I02.	133
8.3	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I04.	135
8.4	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I05.	136
8.5	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I05.	136
8.6	Rozmístění odebraných vzorků pro SEM/EDX analýzy z ingotu získaného z experimentu I05.	137
8.7	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I1 odebraného z ingotu po experimentu I05.	137

8.8	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I2 odebraného z ingotu po experimentu I05.	138
8.9	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku I3 odebraného z ingotu po experimentu I05.	138
8.10	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I07.	140
8.11	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I07.	141
8.12	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I10.	142
8.13	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I10.	143
8.14	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS1 odebraného během experimentu I11.	144
8.15	Snímky ze SEM/EDX analýzy vzorku QS2 odebraného během experimentu I11.	145
8.16	XRD spektrum Al_2O_3 použitého v experimentech I01–I16.	147
8.17	XRD spektrum ZrO_2 použitého v experimentech I01–I16.	147
8.18	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I02.	148
8.19	XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I02.	148
8.20	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I04.	149
8.21	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I05.	150
8.22	XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I05.	150
8.23	Rozmístění odebraných vzorků pro XRD analýzu z ingotu získaného z experimentu I05.	151
8.24	XRD spektrum vzorku ingotu I1 z experimentu I05.	151
8.25	XRD spektrum vzorku ingotu I2 z experimentu I05.	152
8.26	XRD spektrum vzorku ingotu I3 z experimentu I05.	152
8.27	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I07.	153
8.28	XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I07.	153
8.29	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I10.	154
8.30	XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I10.	154
8.31	XRD spektrum vzorku QS1 z experimentu I11.	155
8.32	XRD spektrum vzorku QS2 z experimentu I11.	155
8.33	XRD spektrum vzorku BS_1 odebraného z misky použité pro přípravu vzorků.	156
9.1	Ukázka vyhodnocení ochlazovací (solidifikační) křivky získané při experimentu I07, měření je označeno LT1.	159
9.2	Porovnání naměřených hodnot teploty likvidu s pseudobinárním fázovým diagramem systému $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ získaným z [26].	162
9.3	Porovnání dvou dostupných psedo-binárních fázových diagramů systému $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ získaných z [26] a [73].	162
9.4	Oblasti měření tloušťky skull vrstvy.	163
9.5	Fotografie skull vrstvy ingotu z experimentu I14 získané stereoskopem v horizontálním (vlevo) a ve vertikálním (uprostřed) řezu a z experimentu I16 ve vertikálním řezu (vpravo).	164

9.6	Hustota směsi Z50 v závislosti na teplotě.	166
9.7	Hustota směsi Z60 v závislosti na teplotě.	166
9.8	Hustota směsi Z80 v závislosti na teplotě.	167
9.9	Hustota směsi Z60 v závislosti na teplotě.	167
9.10	Časový průběh tepelného výkonu P_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T01. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.	169
9.11	Časový průběh hustoty tepelného toku q_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T01. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.	170
9.12	Časový průběh tepelného výkonu P_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T02. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.	170
9.13	Časový průběh hustoty tepelného toku q_{kal} odváděného kalorimetrem z taveniny a poloha kalorimetru vůči hladině taveniny h_{kal} během experimentu T02. t_1 značí okamžik prvního kontaktu kalorimetru s hladinou taveniny.	171

Seznam tabulek

3.1	Označení používaných směsí a jejich hmotnostní a molární zlomky. . .	26
3.2	Hodnoty použité pro stanovení množství startovacího materiálu pro směs Z50 [23], [24], [25].	27
4.1	Hlavní parametry indukčního systému IS-1.	42
5.1	Parametry použité pro výpočet velikosti součinitele přestupu tepla α_w	50
5.2	Parametry použité pro výpočet velikosti tepelného výkonu odváděného z taveniny stěnou studeného kelímku.	51
6.1	Požadované parametry pro experiment	62
6.2	Rozměry modelu a použité materiálové parametry.	63
6.3	Výsledky matematického modelu odpovídající jednotlivým variantám induktoru.	67
6.4	Porovnání výsledků získaných z matematického modelu, měření RLC metrem a experimentu I05.	76
7.1	Označení složení a jejich hmotnostní a molární podíly ve směsi $ZrO_2 + Al_2O_3$	78
7.2	Rozměry studeného kelímku s induktorem odpovídající Obr. 7.2. . . .	79
7.3	Rozměry studeného kelímku s induktorem odpovídající Obr. 7.67. . .	123
8.1	Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I02.	134
8.2	Složení vzorku odebraného z taveniny během experimentu I04.	135
8.3	Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I05.	139
8.4	Složení vzorků odebraných z ingotu po experimentu I05.	139
8.5	Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I07.	141
8.6	Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I10.	143
8.7	Složení vzorků odebraných z taveniny během experimentu I11.	145
8.8	Porovnání plánovaného složení směsí pro experimenty a skutečného složení získaného ze SEM/EDX analýzy.	146
8.9	Procentuální zastoupení krystalových modifikací získané z XRD analýzy ve vzorcích z experimentu I05.	152
9.1	Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z50.	159
9.2	Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z60.	160
9.3	Výsledky měření teploty likvidu pro směs Z80.	161
9.4	Shrnutí výsledků měření teploty likvidu.	161

9.5	Výsledky měření tloušťky skull vrstvy u ingotů z experimentů I09, I10, I14 a I16.	164
9.6	Výsledky měření tloušťky skull vrstvy u ingotů z experimentů I09, I10, I14 a I16.	165