

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ



Metodika testování materiálů pro kosmické použití

Bc. Jakub Kopečný

Praha 2021

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Kopečný** Jméno: **Jakub** Osobní číslo: **466718**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav letadlové techniky**
Studijní program: **Letectví a kosmonautika**
Studijní obor: **Letadlová a kosmická technika**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Metodika testování materiálů pro kosmické použití

Název diplomové práce anglicky:

Methodology of testing materials for space use

Pokyny pro vypracování:

- Pro vypracování proveďte:
- Proveďte rešerši standardů
 - Navrhněte přípravek pro odplyňovací test
 - Navrhněte uchycení přípravku do komory
 - Navrhněte monitorovací systém pro ovládání přípravku během testu

Seznam doporučené literatury:

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Jaromír Kučera, ústav letadlové techniky FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **30.04.2021** Termín odevzdání diplomové práce: **08.06.2021**

Platnost zadání diplomové práce: _____

Ing. Jaromír Kučera
podpis vedoucí(ho) práce

Ing. Robert Theiner, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci s názvem: „Metodika testování materiálů pro kosmické použití“ vypracoval samostatně pod vedením pana Ing. Jaromíra Kučery s použitím literatury uvedené na konci mé diplomové práce v seznamu použité literatury.

V Praze dne

.....

Bc. Jakub Kopečný

Poděkování

V první řadě bych chtěl poděkovat panu Ing. Jaromírovi Kučerovi za vedení, rady a konzultace k mé diplomové práci. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Pavlovi Mlejnkovi, Ph.D. za pomoc v elektrotechnické části.

Anotace

Diplomová práce se zabývá metodikou testování materiálů pro kosmické použití. Cílem této práce bylo vytvořit přehled základních testů materiálů. Byl proveden návrh přípravku pro odplyňovací test dle standardu ECSS-Q-ST-70-02C a jeho uchycení do vakuové komory. V poslední části je navržen monitorovací a ovládací systém v programu LabVIEW.

Klíčová slova

LabVIEW, testování, materiály, kosmonautika, standardy

Abstract

Diploma thesis deals with the methodology of testing materials for space use. The aim of this work was to create an overview of basic material tests. The preparation of the device for the outgassing test according to the ECSS-Q-ST-70-02C standard and its attachment to the vacuum chamber was performed. The last part proposes a monitoring and control system in LabView.

Keywords

LabVIEW, testing, materials, Aerospace, standards

Obsah

ÚVOD	- 11 -
1. VLVY KOSMICKÉHO PROSTŘEDÍ	- 12 -
1.1. VAKUUM A TEPLOTA.....	- 12 -
1.2. ZÁŘENÍ	- 12 -
1.3. ODPLYŇOVÁNÍ.....	- 14 -
2. MATERIÁLY	- 14 -
2.1. KOMPOZITY	- 15 -
2.1.1. Polymerní kompozity	- 15 -
2.1.2. Kovové a keramické kompozity.....	- 15 -
2.2. KOVOVÉ MATERIÁLY	- 16 -
2.2.1. Hliníkové slitiny.....	- 16 -
2.2.2. Titanové slitiny.....	- 16 -
2.2.3. Ostatní kovy	- 17 -
2.3. NEKOVOVÉ MATERIÁLY.....	- 18 -
3. METODIKA TESTOVÁNÍ	- 20 -
3.1. ECSS-Q-ST-70-02C.....	- 20 -
3.1.1. Specifické pojmy.....	- 21 -
3.1.2. Příprava zkoušky	- 22 -
3.1.3. Postup zkoušky.....	- 25 -
3.1.4. Vyhodnocování výsledků.....	- 26 -
3.1.5. Certifikace zkušebního zařízení	- 27 -
3.2. ASTM E-595	- 29 -
3.2.1. Použití.....	- 29 -
3.2.2. Zařízení.....	- 30 -
3.2.3. Vzorky	- 31 -
3.2.4. Postup zkoušky.....	- 31 -
3.2.5. Vyhodnocování výsledků.....	- 32 -
3.2.6. Čištění a skladování	- 33 -
3.2.7. Závěrečný protokol o zkoušce.....	- 34 -
3.3. SROVNÁNÍ EVROPSKÝCH A AMERICKÝCH STANDARDŮ.....	- 34 -
3.4. NAVRŽENÝ POSTUP ZKOUŠKY	- 36 -
4. PŘÍPRAVEK	- 37 -
4.1. OHŘÍVACÍ ČÁST	- 39 -
4.2. CHLADÍCÍ ČÁST	- 42 -
4.3. MONTÁŽ PŘÍPRAVKU	- 44 -
5. UCHYCENÍ PŘÍPRAVKU VE VAKUOVÉ KOMOŘE	- 44 -
6. OVLÁDÁNÍ A MONITOROVÁNÍ PŘÍPRAVKU	- 46 -
6.1. MONITOROVÁNÍ PŘÍPRAVKU.....	- 46 -
6.1.1. Monitorování tlaku.....	- 47 -
6.1.2. Monitorování teplot.....	- 47 -
6.1.3. Obslužný program v LabVIEW	- 49 -
6.2. OVLÁDÁNÍ PŘÍPRAVKU	- 50 -
ZÁVĚR	- 55 -
ZDROJE	- 57 -
PŘÍLOHY NA CD	- 59 -

Seznam obrázků

Obrázek 1 Porovnání odolnosti kompozitů a jednotlivé fáze mise na teplotě [7]	- 15 -
Obrázek 2 Speciální přípravek pro odplyňovací test [1]	- 24 -
Obrázek 3 Identifikační karta materiálu [1].....	- 26 -
Obrázek 4 Vzor certifikační zprávy zařízení [1].....	- 29 -
Obrázek 5 Rozměry speciálního přípravku [3].....	- 30 -
Obrázek 6 Závěrečná zpráva o zkoušce dle ASTM [3]	- 34 -
Obrázek 7 Kompletní sestava přípravku.....	- 37 -
Obrázek 8 Sestava ohřívací části přípravku.....	- 39 -
Obrázek 9 Ohřívací deska (hnědá část) a kovová topná deska IPH (bílá část) se základními rozměry	- 40 -
Obrázek 10 Komůrky.....	- 40 -
Obrázek 11 Pohárek na vzorky	- 41 -
Obrázek 12 Usměrňovač odplyněného materiálů	- 41 -
Obrázek 13 Oddělovací deska	- 42 -
Obrázek 14 Kolektor.....	- 42 -
Obrázek 15 Držák oddělovací desky	- 43 -
Obrázek 16 Chladicí deska	- 43 -
Obrázek 17 Namontovaný přípravek do víka	- 45 -
Obrázek 19 Uložení přípravku ve vakuové komoře	- 45 -
Obrázek 19 Rozložení pinů na měřicí kartě USB-6001 NI [13].....	- 46 -
Obrázek 20 Měřicí karta USB-6001 NI [13]	- 46 -
Obrázek 21 Tlakoměr od společnosti Kurt J. Lesker.....	- 47 -
Obrázek 22 Princip připojení k USB-6001NI.....	- 48 -
Obrázek 23 Přepočítání výstupu senzorů na požadované jednotky v LabVIEW	- 49 -
Obrázek 24 Schéma zapojení s relé	- 50 -
Obrázek 25 Externí napájecí zdroj s výkonem 300 W.....	- 52 -
Obrázek 26 Stavový diagram průběhu odplyňovacího testu	- 52 -
Obrázek 27 Ovládací panel v LabVIEW	- 53 -

Seznam tabulek

Tabulka 1 Shrnutí účinků na jednotlivé materiály	- 19 -
Tabulka 2 Teoretický výpočet výsledků	- 27 -
Tabulka 3 Srovnání Evropského a Amerického standardu.....	- 35 -
Tabulka 4 Shrnutí výrobního materiálu, počtu kusů a odhadnuté váhy jednotlivých částí přípravku ze softwaru NX Siemens	- 36 -

Seznam grafů

Graf 1 Průběh hmotnosti vzorku během zkoušky	- 22 -
Graf 2 Průběh hmotnosti sběrné desky během zkoušky	- 22 -
Graf 3 Závislost výstupní signálu a tlaku tlakoměru	- 47 -

Seznam použitých symbolů

W_C	[kg]	Hmotnost pohárku na vzorky
W_f	[kg]	Celková hmotnost vzorku těsně po zkoušce
W_g	[kg]	Hmotnost sběrných desek po zkoušce
W_m	[kg]	Hmotnost vzorku před zkouškou
W_o	[kg]	Celková hmotnost vzorku před zkouškou
W_p	[kg]	Hmotnost sběrných desek před zkouškou
W_r	[kg]	Hmotnost vzorku po kondicionování
W_s	[kg]	Hmotnost substrátu, určená vážením nebo výpočtem z hustoty a objemu
p	[Pa]	Tlak
V	[V]	Volty
R	[Ω]	Odpor
t	[°C]	Teplota
T	[K]	Termodynamická teplota
U	[V]	Napětí
I	[A]	Proud
Q	[J]	Teplo
P	[W]	Výkon
τ	[s]	Čas
C	[Jkg ⁻¹ K ⁻¹]	Měrná tepelná kapacita
M	[Wm ⁻²]	Intenzita vyzařování
ε	[-]	Emisivita
σ	[Wm ⁻² K ⁻⁴]	Stefan-Boltzmannova konstanta
m	[kg]	Hmotnost
S_i	[kg]	Hmotnost vzorku před zkouškou
S_f	[kg]	Hmotnost vzorku po zkoušce
B_i	[kg]	Hmotnost pohárku
Al_i	[kg]	Hmotnost hliníkové fólie
C_f	[kg]	Hmotnost sběrné desky a zkondenzovaného materiálu
C_i	[kg]	Hmotnost sběrné desky
S'_f	[kg]	Hmotnost vzorku po kondicionování
R_t	[Ω]	Měřený odpor
R_0	[Ω]	Hodnota odporu při 0 °C

Seznam použitých zkratk

SpaceX	Space Exploration Technologies Corporation
ECSS	European Cooperation for Space Standardization
ASTM	American Society for Testing and Materials
CVCM	Množství zkondenzovaného materiálu
TML	Celková hmotnostní ztráta
WVR	Hmotnost vodních par
RML	Obnovená hmotnostní ztráta
UV	Ultrafialové záření
LabVIEW	Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench

Úvod

Ve vesmíru panují značně rozdílné podmínky než na povrchu Země. Hlavními vlivy, které degradují materiály a kosmická tělesa jsou vakuum, teplota a záření. Jedním z důsledků je odplyňování materiálu, což je nebezpečný efekt zejména v prostorách s posádkou, jelikož může dojít ke kontaminaci.

Proto kosmické agentury vykládají velké úsilí na testování materiálů a kosmických systémů. Evropská kosmická agentura má desítky standardů na testování materiálů a kosmických systémů. Základním testem pro materiály konstrukčních částí je odplyňovací test, termo-vakuovací test a test UV záření. Pokud daný materiál vydrží požadavky zmíněných testů, tak musí absolvovat řadu dalších testů už jako součást kosmického systému, jako je např. vibrační test, který simuluje start rakety.

S vývojem nových materiálů a možnostmi jejich zpracování prochází i kosmický segment proměnou. Materiálový vývoj je výborně vidět na aerodynamických krytech. Zprvu se využívala kapacitní ochrana, kterou tvořilo beryllium nebo měď. Jelikož je ale beryllium vysoce toxický kov, tak hledali výzkumné týmy jiné, bezpečné řešení. Řešení přišlo s vývojem kompozitních materiálů. První tepelný štít z kompozitního materiálu se skládal z fenolové pryskyřice, která byla plněna uhlíkovými sazemi. Dnešní tepelné štíty, které např. vyvinula společnost SpaceX jsou i znovu použitelné pro orbitální mise.

1. Vlivy kosmického prostředí

Kosmické prostředí může způsobit vážné problémy kosmickým tělesům. Správné posouzení možných vlivů kosmického prostředí je základním bodem v raných fázích mise, kdy se volí např. oběžná dráha nebo tepelná ochrana. Tělesa ve vesmíru musí čelit energetickému záření, vakuu, vlivům atmosfér planet a meteoroidům. Kosmické těleso ale může produkovat sekundární záření a díky vlivům kosmického prostředí, může kontaminovat své okolí v důsledku odplyňování materiálu, z kterých se kosmické těleso skládá. [6]

1.1. Vakuum a teplota

Vakuum ve vesmíru je nejbližší aproximace na dokonalé vakuum. Ve vakuu je velice nízký výskyt molekul na metr krychlový, to má za následek, že elektromagnetické záření může urazit velké vzdálenosti, aniž by bylo rozptýleno. Střední volná dráha fotonu v mezigalaktickém prostoru je asi 1023 km. Nad 100 km nad mořem se tlak plynu atmosféry stává zanedbatelný oproti tlaku záření. Disociace molekulárního kyslíku zanechává aktivní atomový kyslík, který může mít škodlivý vliv na kosmická tělesa. [11]

Teplotní rozdíly ve vesmíru jsou značně rozdílné. Vyzařování černého tělesa odpovídá teplotě přibližně 3 K (-270 °C), zatímco slunečná korona dosáhne teplot 1,2 – 2,6 MK. Teplota na nízké oběžné dráze cykluje mezi -170 °C ve stínu Země až 123 °C na přímém slunečním světle. [11, 12]

1.2. Záření

Kosmické těleso na nízké oběžné dráze přijímá elektromagnetické záření ze tří primárních zdrojů. Největším zdrojem je sluneční záření, další zdroj je odražené světlo od Země, nazývané albedo a infračervené záření Země. [5]

Slunečné záření má několik spektrálních pásem a udává se ve vlnové délce:

1) Rentgenové záření (0,1 nm až 10 nm)

Obvykle je způsobováno slunečními erupcemi a vysokými teplotami na povrchu slunce. Toto záření sahá 21 000 km až 1 400 000 km od sluneční fotosféry.

2) Extrémní ultrafialové záření (10 nm až 120 nm)

Toto spektrální pásmo způsobuje ionizaci a ohřev kosmických těles v oblastech E (60 – 90 km) a F (150 – 800 km) ionosféry.

3) Ultrafialové záření (100 nm až 400 nm)

Tato oblast se rovná přibližně 1 % z celkového slunečního záření. Pod 300 nm je zcela absorbováno atomy ozonu v horních vrstvách atmosféry Země.

4) Viditelné spektrum (380 nm až 760 nm)

Pochází ze sluneční fotosféry, která je silná asi 400 km a obsahuje největší procento celkového slunečního záření.

5) Infračervené záření (760 nm a více)

Toto spektrální pásmo absorbuje voda na povrchu Země, která se v důsledku absorpce ohřívá a tím ohřívá spodní vrstvy atmosféry. [6]

Dalším typem záření jsou nabitě částice, které se nachází v zemské magnetosféře, meziplanetárním prostoru a v magnetosférách jiných planet. Energetické elektrony a ionty jsou magneticky zachyceny kolem Země a tvoří radiační pásy, tzv. Van Allenovy pásy. Radiační pásy se rozprostírají od 100 km až do 65 000 km a skládají se z elektronů a iontů o energii několika MeV až stovek MeV. Částice s energií několika desítek MeV mohou ohrozit život a techniku ve vesmíru. Magnetické pole Země částečně chrání před energetickými částicemi, jedná se o jev geomagnetického stínění. Tyto částice však mohou i přesto dosáhnout polárních oblastí a vysokých nadmořských výšek, jako je geostacionární oběžná dráha Země. [6]

Neutrony jsou produkovány Sluncem. V meziplanetárním prostoru se rychle rozpadají a na Zemi se jich dostane jen několik. Když ale vysokoenergetické nabitě

částice narazí na horní vrstvu atmosféry Země, tak se vytvářejí sekundární částice včetně významných toků neutronů. Některé neutrony jsou odraženy zpět jako atmosférické albedo a stává se z nich sekundární záření. Tyto neutrony jsou významné pro kosmická tělesa na nízké oběžné dráze. Například u Marsu se sekundární neutrony při interakci s vesmírným zářením a slunečními protony stávají dominantním zářením. [6]

V neposlední řadě je zdrojem záření i radioaktivní zdroj z kosmických těles. Může se jednat např. o radioizotopové termoelektrické generátory nebo radioizotopové topné těleso. Tyto zdroje generují toky neutronů a gama paprsků. [6]

Výše uvedené zdroje záření jsou nebezpečné při vesmírných misích. Energetické částice, zejména z radiačních pásů a slunečního záření způsobují poškození elektronických součástí, solárních článků a konstrukci kosmických těles. Mohou snadno proniknout do konstrukce kosmického tělesa a uložit v nich záření o hodnotě stovek grayů. [6]

1.3. Odplyňování

K odplyňování organických materiálů lze přistupovat jako k povrchovému odpařování kombinované s difúzí. Složky materiálu, které se odplyňují, mohou mít původ v již přítomných složkách materiálu nebo se jedná o produkty z rozpadu složek. Přítomné složky v materiálu mohou být rozpouštědla, voda, různé druhy pozemní kontaminace (testování, manipulace atd.). Rozpad složek materiálu může být způsoben především slunečním zářením, atomárním kyslíkem nebo z elektrického výboje. Tyto složky mají nižší molekulovou hmotnost, tedy jsou více těkavé než původní složky materiálu. [6]

2. Materiály

Většina materiálů používaných v kosmických strukturách pochází z materiálů vyvinutých pro jiná průmyslová odvětví. Dokud se objem nových materiálů nezvýšil v jiných průmyslových odvětvích, nebylo jejich použití v průmyslových odvětvích s malým objemem možné. Pokud se u nich prokáže, že vykazují spolehlivé vlastnosti za velmi specifických podmínek, mohou být využity i v kosmickém odvětví průmyslu. [7]

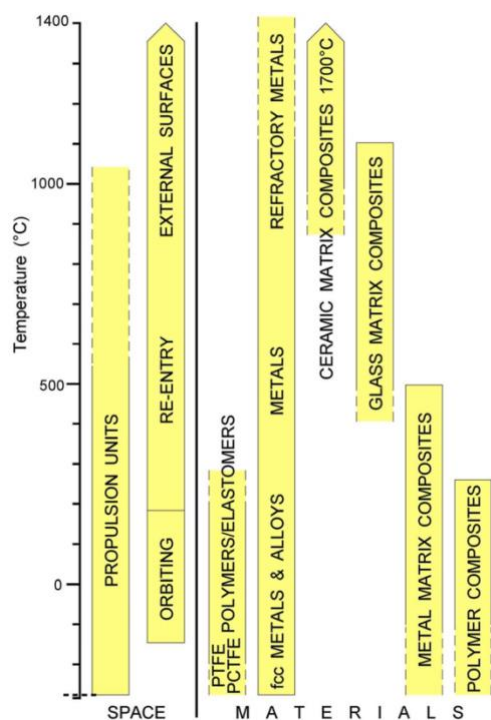
2.1. Kompozity

2.1.1. Polymerní kompozity

Příchod vysoce výkonných výztužných vláken v kombinaci s termosetovými polymery byl ohlášen v 60. letech v 20. století jako příchod nové skupiny materiálů, které budou konkurovat kovům. Toto tvrzení bylo trochu předčasné, ale následný vývoj přinesl širokou škálu materiálů s užitečnými vlastnostmi. Spolu s rostoucími zkušenostmi ve vojenském průmyslu se kompozitní materiály staly předmětem zájmu vesmírného průmyslu. Polymerní kompozity se využívají například v konstrukci nosných raket. [7]

2.1.2. Kovové a keramické kompozity

Aby se mohla zvýšit opakovatelnost použití kosmických těles, musela se zvýšit bezpečnost konstrukce. Začalo nové kolo výzkumu materiálu, které byly založeny na kovovém nebo keramickém základě. Tento druh kompozitních materiálů našel uplatnění



u systémů tepelných ochran. Na obrázku 1. jsou uvedeny teploty při jednotlivých fázích mise a jim odpovídající kompozitní materiály, které jsou schopny splnit požadované teploty. V závislosti na přesných požadavcích mohou být některé aplikace splněny několika materiály. Jiné aplikace s náročnějšími teplotními a environmentálními požadavky mohou být splněny jedním nebo dvěma materiály. [7]

Kompozity přinesly řadu výhod oproti klasickým kovovým materiálům. Mají vysokou tuhost a pevnost, což zmenšilo hmotnost. A díky prostorové stabilitě mají rozměrovou stálost za různých teplotních podmínek. [7]

Obrázek 1 Porovnání odolnosti kompozitů a jednotlivé fáze mise na teplotě [7]

2.2. Kovové materiály

Hlavními strukturálními slitinami kovů je hliník, titan a vysoce legované slitiny, zejména na bázi niklu. Vedlejšími prvky je hořčík, měď a beryllium. Složení slitiny, způsob její výroby a tepelné zpracování určuje její mechanické vlastnosti. Mezi běžně používané slitiny patří hliníkové slitiny řady 2XXX a 7XXX a u titanových slitin získala největší uplatnění slitina Ti-6Al-4V. [8]

2.2.1. Hliníkové slitiny

Slitiny hliníku jsou zavedeny v letectví a kosmonautice s mnohaletými zkušenostmi. V posledních letech se ukázalo, že je mnoho problémů spojených se slitinami hliníku a to např. s její nekonzistentní lomovou vlastností. Pozornost se proto zaměřila na zdokonalení chemického složení hliníkových slitin a její technologie zpracování. Hliníkové slitiny se převážně používají v primárních a sekundárních konstrukcích nebo jako pokovení např. v elektronice. [8, 10]

Zájem je také o slitiny hliníku a skandia. Účinek přidání skandia závisí na typu a složení slitiny, ale mezi obecné výhody patří zvýšená pevnost, zjemnění zrna během odlévání nebo svařování a vylepšené superplastické vlastnosti. Nová slitiny hliníku je např. Al-Li nebo slitiny vyztužené disperzí oxidu. Pokud přidáme k hliníkové slitině lithium, tak se sníží hustota materiálu a zvýší pevnost. Přibližně každé 1 % lithia snižuje hmotnost o 3 % a zvyšuje modul pružnosti o 6 %, ale maximální množství lithia pro lepší vlastnosti je 4 %. Větší množství už nemá na vlastnostech slitin žádný vliv. [8]

Slitiny zesílené disperzí závisí na distribuci mnoha velmi jemných částic, obvykle keramického oxidu. Velikost částic je přibližně od 2 nm až do 10 nm a integrují s dislokacemi. Tyto slitiny se připravují práškovou metalurgií a výsledná slitina má vyšší tepelnou stabilitu, odolnost proti opotřebení a tvrdost. [8]

2.2.2. Titanové slitiny

Slitiny titanu mají dobrou odolnost proti korozi, nízkou hustotu v porovnání s dalšími kovy, vysokou pevnost a dobrou stálost mechanických vlastností až do 600 °C. Rozmanitost mikrostruktury a vlastností závisí nejen na legujících prvcích, ale také na termomechanickém zpracování. Změnou tepelného nebo mechanického zpracování lze dosáhnout široké škály vlastností. [8]

Typické přísady do titanových slitin:

- 1) Vanad je beta stabilizátor a kombinuje se s hliníkem k vytvoření slitiny Ti-6Al-4V.
- 2) Hliník zvyšuje pevnost v tahu, odolnost proti tečení. Ale při více jak 6 % hliníku se slitina stává křehčí.
- 3) Uhlík je alfa stabilizátor, který rozšiřuje teplotní rozdíl mezi alfa a beta stavem. Obecně zlepšuje odolnost proti tečení a únavě. [8]

2.2.3. Ostatní kovy

Intermetalické kovy

Intermetalické kovy jsou složeny z homogenní intermetalické fáze dvou a více kovů. Tyto sloučeniny mají obecný termín Aluminidy. Základním prvkem je vysoký obsah hliník, jelikož ten přináší dobrou odolnost proti oxidaci za vysokých teplot. Dalšími prvky bývá nikl, titan a železo. Intermetalické materiály našly uplatnění především v motorových částech. [8]

Beryllium

Jedná se o konstrukční materiál s řadou vysoce žádaných vlastností, ale ty jsou vyváženy významnými nevýhodami. Díky tomu je beryllium málo využívaným materiálem, který vyžaduje odborné znalosti a vybavení. Mezi žádané vlastnosti patří rozměrová stabilita, tuhost a tepelný odpor. Na druhou stranu je velice náchylný na poškození a únavu materiálu, a především je toxický. [8, 10]

Technická keramika

Technická keramika se používá v průmyslu pro velmi širokou škálu aplikací. Mezi její přednosti patří elektrická a tepelná izolace, teplotní stabilita a odolnost proti korozi a opotřebení. Mezi hlavní typy technické keramiky, které našly uplatnění v kosmických konstrukcích patří oxidy, karbidy, nitridy kovu a sklokeramika. Technická keramika je v podstatě syntetický materiál vyrobený buď z minerálů nebo chemickým zpracováním. [9]

Hořčík

Hořčík je atraktivní především díky nízké hustotě, dále má vysoké tlumicí schopnosti a dobrou tekutost při odlévání. Mezi nevýhody patří nízká tepelná stabilita. Hořčíkové slitiny jsou náchylné na korozi, proto se musí provádět povrchové úpravy. Vhodná povrchová úprava je eloxování nebo chromátování, po kterém následuje lakování. [9]

Slitina Elektron 675 dosahuje lepších vlastností v tahu při 200 °C než slitiny hliníku 2024 nebo 7075. Ale ekonomika výroby vysokopevnostních hořčíkových slitin je velmi náročná, tedy pouze pár z nich se pravděpodobně stane komerčně dostupných. [9]

Měď

Měď je zavedeným materiálem v elektronických součástkách. Nepovažuje se za konstrukční materiál, protože její hustota je příliš vysoká vzhledem k její pevnosti a tuhosti, ale má vynikající elektrickou a tepelnou vodivost. Pokud by se měla měď využít v kosmických aplikacích, tak je potřeba zvýšit její odolnost proti opotřebení a stabilitu při vysokých teplotách. Nadějně materiály z mědi jsou slitiny vyztužené oxidační disperzí nebo vyztužené uhlíkovými vlákny. [9, 10]

2.3. Nekovové materiály

Lepidla, nátěry

Lepidla se objevují tam, kde je potřeba vysoká únosnost, což je např. ve voštinách. Vyznačují se vysokou pevností, dobrou houževnatostí a pevností v odlupování. Především se využívají při spojování odlišných druhů materiálů. Nátěry se využívají jako elektrické izolační vrstvy a ochrana proti korozi. [10]

Kaučuky a elastomery

Gumové směsi se využívají pro tlumicí systémy, těsnění a elektrické izolace. [10]

Plasty

Mohou sloužit jako konstrukční nebo poloskonstrukční součásti. Své hlavní uplatnění našly u kompozitů, kde se především využívají epoxidy, polyestery, silikony a fenoly. [10]

	Vakuum	Teplota	Záření	Atomární kyslík
Hliník	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Měď	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Ano
Nikl	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Titan	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Ocel	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Zinek	Hořlavost Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Hořčík	Studený svar	Bez účinku	Bez účinku	Bez účinku
Lepidla	Odplyňování	Degradují	Urychluje odplyňování	Náchylné
Nátěry	Odplyňování	Degradují	Degradují	Ano
Gumy	Odplyňování	Degradují	Degradují	-
Plasty	Odplyňování	Degradují	Bez účinku	Odplyňování

Tabulka 1 Shrnutí účinků na jednotlivé materiály [10]

V tabulce 1. je uveden přehled základních materiálů a účinky vesmírného prostředí na daný typ materiálu. Vakuum kovy neovlivňuje, ale hrozí studený svar. Studený svar může být zesílen, pokud se nějakým procesem odstraní vrstva oxidu z materiálu. Vakuum ohrožuje pouze zinek, jelikož se jedná o těkavý kov, který snadno vzplane při teplotě vyšší než 100 °C. Nekomové materiály jsou ve vakuu odplyňovány, tento jev vede ke změně mechanických vlastností daného materiálu. [10]

Teplota ve vakuu nemá na kovové materiály žádný vliv. Nekomové materiály však ve vesmíru díky teplotě degradují. Např. gumy při nízké teploty se začnou vytvrzovat a tuhnout, při vysokých teplotách se začnou rozkládat. [10]

Ani záření nemá účinky na kovové materiály. U nekovových materiálů jsou účinky odlišné. U lepidel se díky záření urychluje odplyňování, tedy hrozí zvýšená kontaminace. Nátěrům pod UV zářením můžou degradovat vrstvy. [10]

Atomární kyslík napadá z kovů především měď, na ostatní kovy má zanedbatelný nebo žádný účinek. Z nekovových materiálů dokáže odolávat atomárnímu kyslíku silikon a materiály se silikonovým základem. [10]

3. Metodika testování

Pro Evropu vydává standardy European Cooperation for Space Standardization (dále jen ECSS). ECSS patří k Evropské kosmické agentuře, národním kosmickým agenturám a evropským průmyslovým sdružením za účelem vývoje a udržování společných standardů. [1]

Pro USA vydává standardy American Society for Testing and Materials (dále jen ASTM). Jedná se o mezinárodní normalizační organizaci, která vyvíjí a vydává technické normy pro širokou škálu odvětví. ASTM má více jak 12 000 globálních norem. [2]

Základními testy pro materiály, které mají konstrukční účel jsou:

1. Test odplyňování (ECSS-Q-ST-70-02C).
2. Test termo-vakuového cyklování (ECSS-Q-ST-70-04C).
3. Test UV záření (ECSS-Q-ST-70-06C).

Tato práce se zabývá návrhem odplyňovacího testu a z tohoto důvodu je dále podrobněji rozebrán pouze tento test.

3.1. ECSS-Q-ST-70-02C

Tento standard ECSS-Q-ST-70-02C popisuje test odplyňování materiálu navržených pro použití v kosmických tělesech a související výbavu. Zkouška slouží pro všechny bezpilotní lodě, užitečné zatížení a také pro hardware systémů obydlených prostorů a pro hardware, který se používá v pozemských vakuových testovacích zařízeních. [1]

Tato norma definuje:

- kritické parametry zkoušky, jako je teplota, čas a tlak;
- kritické konstrukční parametry zkušebního zařízení;
- přípravu materiálu;
- parametry vzorků a sběrných desek;
- prezentace údajů o zkoušce;
- kritéria přijatelnosti;
- certifikaci zkušebního zařízení.

3.1.1. Specifické pojmy

Množství zkondenzovaného materiálu (CVCM)

Množství odplyněných látek ze zkušebního vzorku, které zkondenzují na kolektoru. Vyjadřuje se jako procento původní hmotnosti vzorku a počítá se z rozdílu hmotnosti sběrné desky před a po zkoušce. [1]

Celková hmotnostní ztráta (TML)

Celková hmotnostní ztráta materiálu odplyněného ze vzorku, která se po určité době udržuje při specifické konstantní teplotě a tlaku. Počítá se z hmotnosti vzorku před a po zkoušce a počítá se jako procento původní hmotnosti vzorku. [1]

Hmotnost vodních par (WVR)

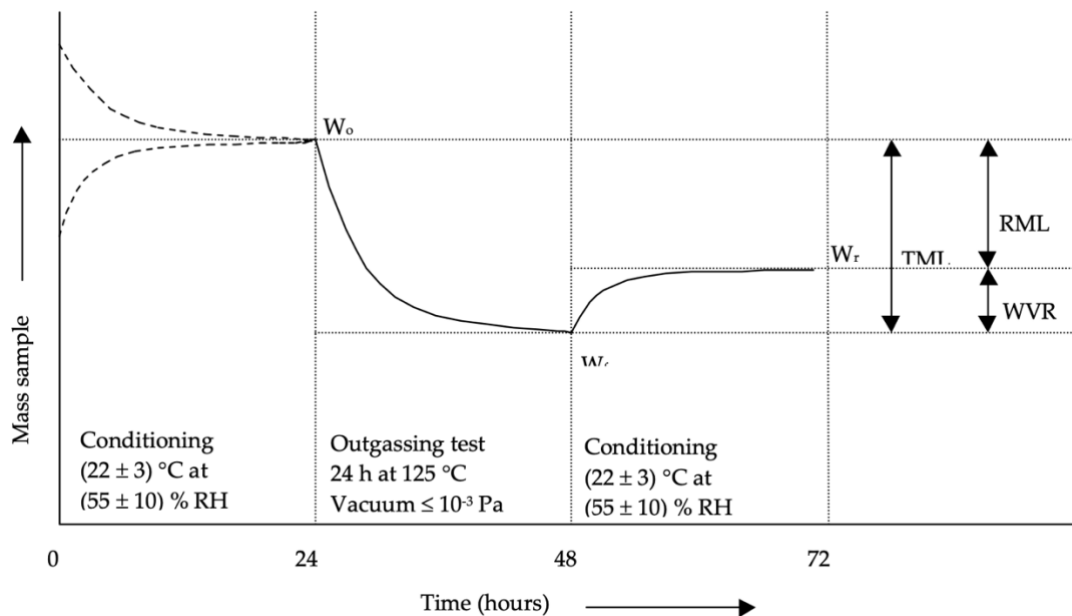
Hmotnost vodní páry, kterou získá vzorec po regeneračním kroku. Vypočítá se z rozdílu hmotnosti vzorku po zkoušce a po vystavení 55% relativní vlhkosti při pokojové teplotě ($22 \pm 3^{\circ}\text{C}$). [1]

Obnovená hmotnostní ztráta (RML)

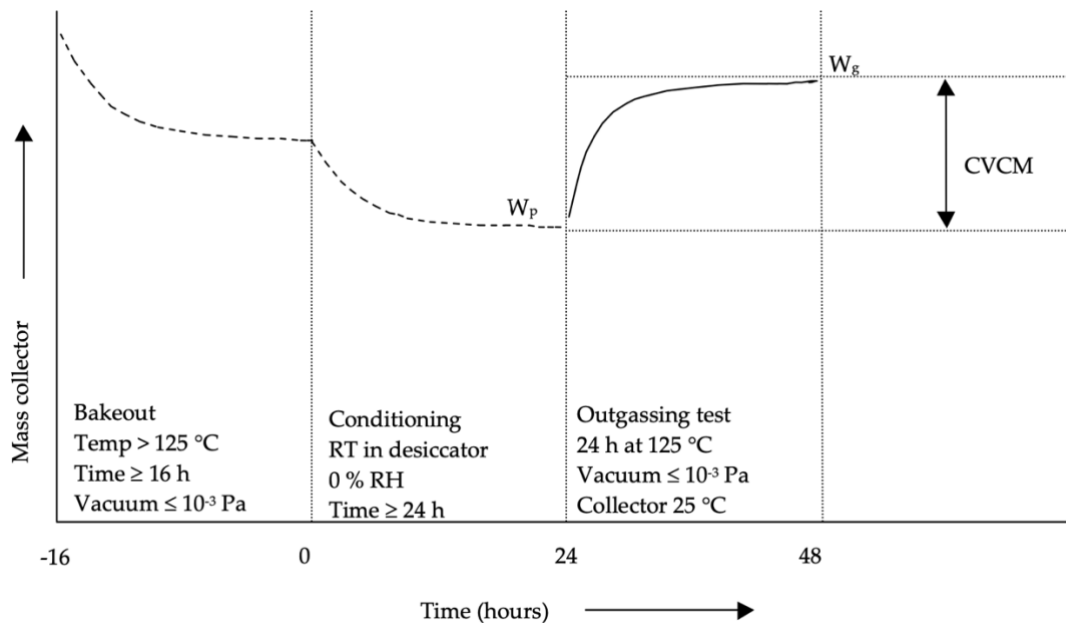
Jedná se o celkovou hmotnostní ztrátu samotného vzorku bez absorbované vody. RML je zavedeno, jelikož voda není v materiálech vždy považována za kontaminující látku. [1]

Vypočítá se ze vzorce

$$RML = TML - WVR. \quad (3.1)$$



Graf 1 Průběh hmotnosti vzorku během zkoušky [1]



Graf 2 Průběh hmotnosti sběrné desky během zkoušky [1]

V grafu 1 a v grafu 2 jsou znázorněny specifické pojmy a zkratky pro teoretický výpočet výsledků z kapitoly 3.1.4.

3.1.2. Příprava zkoušky

Bezpečnost

Musí být minimalizována rizika pro personál, zařízení a materiály. Personál nesmí být vystaven zásahu elektrickým proudem, řezným ranám nebo toxické atmosféře. Nebezpečné předměty nebo zařízení musí být výrazně označeny. [1]

Vzorky

Vzorky musí být připraveny stejným způsobem jako materiál, který má být použit v kosmických tělesech. Připraví se nejméně 12 g vzorku materiálu. 10 g je určeno pro počáteční test a 2 g pro následné opakování testu (pokud je nutný). [1]

Postup přípravy:

- 1) Zalévací materiál a objemná lepidla se odlévají na vrstvu PTFE, aby po vytvrzení šel oddělit vzorek o tloušťce několik milimetrů (nejlépe 2 mm). Vzorek se rozřeže na kostky (1,5 – 2 mm).
- 2) Tenké filmy, nátěry, lepidla a lepicí pásy se nanesou na odmaštěnou, suchou kovovou fólii. Rozřezají se na proužky dlouhé 10 mm a srolují se tak, aby se do kelímku na vzorky vešly.
- 3) Nevytvrzující lepidlo se nanese mezi tenké kovové fólie. Připraví se podle 3.1.1.2).
- 4) Pokud je vzorek připraven na substrátech, testuje se vzorek se substrátem.
- 5) Při použití primerů se vyzkouší celý systém.
- 6) Dráty nebo kabely se rozřezou na kousky o délce 10 mm.
- 7) Materiály obsahující kovové části se zkoušejí bez kovových částí nebo se uvede poměr kovové hmotnosti k celkové hmotnosti. Typické materiály s kovovými částicemi jsou elektrické vodiče nebo konektory.
- 8) Kapaliny a tuky se vloží do kelímku a uvede se poměr hmotnosti plniva k celkové hmotnosti. [1]

Čištění, manipulace a skladování

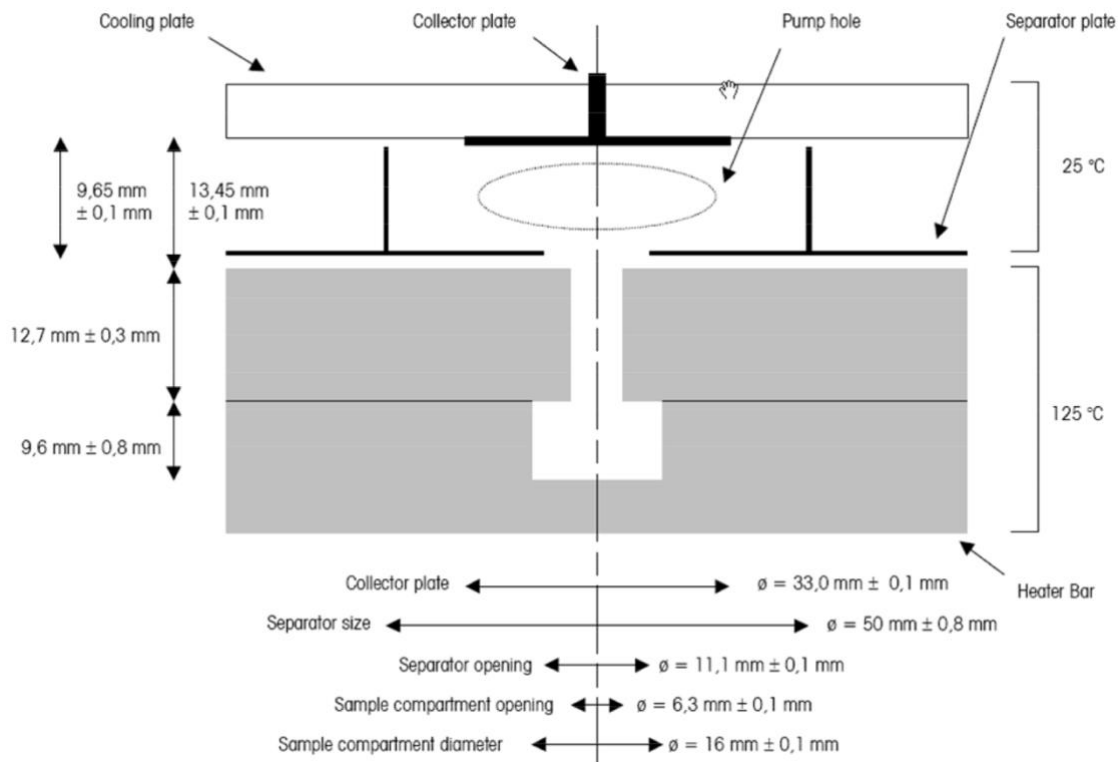
Čištění a další ošetření vzorku musí být stejné jako při integraci do kosmického tělesa. K testu musí být dodány již upravené vzorky. [1]

Se vzorky se smí manipulovat pouze s čistými nylonovými rukavicemi. Vzorky se skladují při teplotě 22 ± 3 °C a 55 ± 10 % relativní vlhkosti. Pro ochranu vzorků se použijí polypropylenové sáčky nebo fólie. Každý vzorek musí mít svoji identifikační kartu, viz obrázek 2. [1]

Zařízení

Použijí se měřicí přístroje, které jsou schopny monitorovat:

- 1) Teplotu od 10 °C do 130 °C s přesností 1 °C.
- 2) Vlhkost od 40 % do 80 % relativní vlhkosti s přesností 1 %.
- 3) Vakuum při 10^{-4} Pa s přesností 10 %.
- 4) Infračervený spektrometr s rozsahem 2,5 μm až 16 μm .
- 5) Mikrováha s přesností $1 \cdot 10^{-6}$ g až $5 \cdot 10^{-6}$ g.
- 6) Vakuová pec, která je schopna dosáhnout tlaku 1 Pa a teplotu 150 °C.
- 7) Speciální přípravek. [1]



Obrázek 2 Speciální přípravek pro odplyňovací test [1]

Do speciálního přípravku, který je zobrazen na obrázku 1., se musí vejít šest pravidelně rozmístěných komor na vzorky o průměru $16 \pm 0,1$ mm a hloubce $9,6 \pm 0,8$ mm. Vzdálenost mezi sousedními komorami musí být $50 \pm 0,8$ mm. Otevřené konce komor musí směřovat ke sběrným deskám. Rozměry otevřených konců jsou $6,3 \pm 0,1$ mm v průměru a $12,7 \pm 0,3$ mm dlouhé. Chladicí desky musí být opatřeny přípojkami zajišťující dobrý tepelný kontakt s deskami kolektoru. Vzdálenost mezi otevřenými konci přihrádek na vzorky a chladicí deskou musí být $13,45 \pm 0,1$ mm. Oddělovací část musí být dlouhá $9,65 \pm 0,1$ mm a musí být od sebe $11,1 \pm 0,1$ mm před

každou komorou na vzorky. Sběrné desky musí být vyrobeny z chromovaných hliníkových desek o průměru $33 \pm 0,1$ mm a o tloušťce $0,65 \pm 0,1$ mm. [1]

3.1.3. Postup zkoušky

Kondicionování pohárků, sběrných desek a vzorků

Nejprve probíhá vypékání sběrných desek ve vakuové peci po dobu nejméně šestnáct hodin při tlaku nižším než 1 Pa a při minimální teplotě 125 °C. Poté probíhá kondicionování pohárků na vzorky, sběrných desek a vzorků po dobu čtyřiašedesát hodin při teplotě 22 ± 3 °C a 55 ± 10 % relativní vlhkosti. Pohárky na vzorky a sběrné desky jsou uloženy v exsikátoru obsahující silikagel. [1]

Vážení vzorků a sběrných desek

Předem svážené pohárky na vzorky se naplní 100 mg až 300 mg vzorku. Naložené pohárky se vzorkem a sběrné desky se zvaží na mikrováze umístěné v kondicionované místnosti těsně před vložením do zkušebního zařízení. [1]

Průběh zkoušky

Použijí se tři pohárky se vzorky a tři bez vzorku, aby se zjistilo, zda vývěvy nejsou zanešené olejem a jestli nedošlo ke křížové kontaminaci. Jedna sběrná deska musí být infračerveně průhledná a dvě chromované. Zkušební systém se odčerpá na tlak 10^{-3} Pa. Po dosažení tlaku se uvedou ohřívací desky na stanovenou teplotu do jedné hodiny, tedy ohřívací deska na 125 °C a chladicí deska na 25 °C. Tyto teploty se udržují po dobu dvaceti čtyř hodin od chvíle, kdy se dosáhne požadované teploty. [1]

Konec zkoušky

Po čtyřiašedesáti hodinách se systém odvzdušní na $1 \cdot 10^4$ až $2 \cdot 10^4$ Pa suchým dusíkem nebo vzácným plynem. Když teplota ohřívací desky dosáhne 50 °C, připustí se suchý dusík nebo vzácný plyn až do atmosférického tlaku (chlazení obvykle trvá 90 až 120 minut). [1]

Zkušební systém se vyloží co nejdříve. Pohárky se vzorky smí zůstat v exsikátoru nejdéle 30 minut a sběrné desky 60 minut. Bezprostředně po vyndání pohárků a sběrných desek se provede zvažení na mikrováze. Pohárky se vzorky se znovu vloží do

kondicionované pece a provede se kondicionování při $22 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ a $55 \pm 10 \%$ po dobu 24 hodin. Poté se vzorky znovu zvaží. [1]

Přezkoumají se infračervené průhledné sběrné desky pomocí infračerveného spektrometru, aby bylo získáno IČ spektrum zkondenzovaných kontaminantů. [1]

Po každé zkoušce se očistí ohřívací desky těkavým rozpouštědlem. Pokud byl nárůst hmotnosti na prázdných sběrných deskách $> 30 \text{ } \mu\text{g}$, provede se vypečení sběrných desek při teplotě o $25 \text{ }^\circ\text{C}$ více než byla zkušební teplota. [1]

3.1.4. Vyhodnocování výsledků

Aby mohl být materiál certifikovaný jako vhodný pro použití v kosmických podmínkách, musí splňovat

$$\begin{aligned} \text{RML} &< 1,0 \%, \\ \text{CVCM} &< 0,10 \%. \end{aligned}$$

Pokud má materiál $\text{TML} > 1,0 \%$ a $\text{RML} < 1,0\%$, může být použit pokud:

- 1) Není vystaven teplotě pod $-100 \text{ }^\circ\text{C}$.
- 2) Se nejedná o zařízení vysokého napětí. [1]

Materials identification card			
Description and history of sample a. Trade name + number b. Manufacturer c. Type of product d. Chemical nature e. Processing details: e.g. - joining method - heat treatment - cure and postcure - cleaning method - relevant spec. no	a. Aeroglaze Z306 + Pyrolac P123	b. Lord Corporation / Akzo	
	c. Paint, conductive, black, Primer yellow	d. Polyurethane / Epoxy	
	e. Mix ratio Primer P123: Hardener = 100 : 25 Paint S125 : Z306 : MEK is 50 : 100 : 60 Cure: 24 hours at room temperature + 6 days at $65 \text{ }^\circ\text{C}$ Cleaning with IPA		
Batch number	1108447	Material density	Unknown
Sample quantity	A4 sheet	Substrate density	2,70 kg/m ² and 0,0432 g/cm ²
Preparation date	26/03/99	Substrate material	Aluminium foil 16 μm
Prepared by	TOS-QMC		
Contractor/Experimenter	Contractor	Project/Cost code	XMM - Project
Sample code (refer to the DML item number of the project)		ESTEC PA manager or originator name and signature	PA name
Application	Coating optical equipment		
Test specification number	ECSS-Q-ST-70-02	Quality control sample or evaluation sample	Evaluation
For materials and processes division use Date received: 12.10.1996 Test date: 05.11.1996 Responsible section: PXQ Test number: ESTEC 448		Report number:	
		Results:	TML = 1,55 % RML = 0,47 % CVCM = 0,00 % <input type="checkbox"/> Accept <input type="checkbox"/> Reject

Obrázek 3 Identifikační karta materiálu [1]

Na obrázku 3. je znázorněna identifikační karta materiálu. Červená oblast udává obchodní název a číslo, výrobce, typ produktu, chemické vlastnosti a detaily zpracování.

Zelená oblast znamená číslo šarže, množství vzorku, datum přípravy a zhotovitel. Žlutá oblast udává hustotu materiálu, hustotu podkladu a podkladový materiál. V modré oblasti jsou výsledky zkoušky. [1]

Výsledky zkoušky lze také teoreticky vypočítat dle tabulky 2., kde je:

- 1) Hmotnost pohárku na vzorky: W_c .
- 2) Celková hmotnost vzorku těsně po zkoušce: W_f .
- 3) Hmotnost sběrných desek po zkoušce: W_g .
- 4) Hmotnost vzorku před zkouškou: W_m .
- 5) Celková hmotnost vzorku před zkouškou: W_o .
- 6) Hmotnost sběrných desek před zkouškou: W_p .
- 7) Hmotnost vzorku po kondicionování: W_r .
- 8) Hmotnost substrátu, určená vážením nebo výpočtem z hustoty a objemu: W_s .

Specifické pojmy [jednotky]	Výpočet
TML [%]	$\frac{W_o - W_f}{W_m} \times 100$
CVCM [%]	$\frac{W_g - W_p}{W_m} \times 100$
RML [%]	$\frac{W_o - W_r}{W_m} \times 100$
WVR [%]	$\frac{W_r - W_f}{W_m} \times 100$

Tabulka 2 Teoretický výpočet výsledků [1]

3.1.5. Certifikace zkušebního zařízení

Audit se provádí neprodleně po sestavení zkušebního systému. Proveďte se kontrola vnitřních rozměrů, ochrany proti křížové kontaminaci, čerpacího systému a

souvisejícího monitorovacího systému, regulace teploty ohřívacích tyčí a tepelný kontakt teplotních senzorů. [1]

Dále se kontroluje přesné vyvážení, teplota a relativní vlhkost místnosti, vakuová pec pro vypékání sběrných desek, čistá místnost pro přípravu vzorku a infračervené přístroje. [1]

Zkušební test

Provede se zkušební zkouška se stejnými podmínkami a postupy jako pro normální zkoušku, ale s prázdnými pohárky na vzorky. Vypočítají se výsledky pro TML, RML a CVCM (teoreticky všechny k nule) jako u běžného testu. Hodnoty musí být v toleranci jako pro ostrý test, rozdíl hmotnosti sběrných desek po testu nesmí být vyšší než 30 µg. [1]

Ostrý test

Provede se standartní zkouška a vyhodnocení výsledků. V případě, že se mají výsledky porovnat s jinou laboratoří, musí všechny účastníci laboratoře provést zkoušku ve stejný čas. Poté platí akceptační limity:

- 1) Pro hodnoty CVCM, TML, RML $> 0,2 \%$ do 20% průměrné hodnoty všech laboratoří,
- 2) pro hodnoty CVCM, TML, RML $< 0,2 \%$ do $\pm 0,05 \%$ průměrné hodnoty všech laboratoří. [1]

Certificate of conformity

This certificate of conformity states that the customer declares that the supplier of Micro-VCM data complies with the requirements in ECSS-Q-ST-70-02 and the audit requirements in ECSS-Q-ST-20.	
Customer (incl. Auditor[s])	*
Supplier (incl. Operator[s])	*
Audit criteria according relevant clauses of ECSS-Q-ST-70-02	*
1. Data recording	*
2. Nonconformance	*
3. Calibration	*
4. Traceability	*
5. Inspection of apparatus and associated equipment	*
6. Performing a blank test	*
7. Performing an actual test	*
The audit took place on * _____ and the certification is valid from * _____ to * _____	
This certificate is granted by: **	
Name:	Signature:
Function:	Date:
* fill in	
** fill in customer and date	

Obrázek 4 Vzor certifikační zprávy zařízení [1]

3.2. ASTM E-595

Tato zkušební metoda popisuje způsob zkoušky odplyňování materiálu vystavených kosmickým podmínkám. Specifické pojmy pro tento standard jsou stejné jako v kapitole 3.1.1. [3]

3.2.1. Použití

Zkušební zařízení může mít až dvacet čtyři komor na vzorky a dvacet čtyři sběrných desek. Tři komory na vzorky mohou složit jako kontrola, aby se zjistilo, zda byly dodrženy jednotné postupy čištění. [3]

Srovnání vlastností odplyňování materiálu je platné pouze při teplotě 125 °C a teplotě chladicí desky 25 °C. Vzorky testované při jiných teplotách lze srovnávat pouze s materiály, které byly testovány při stejné teplotě. Údaje získané z nestandardních

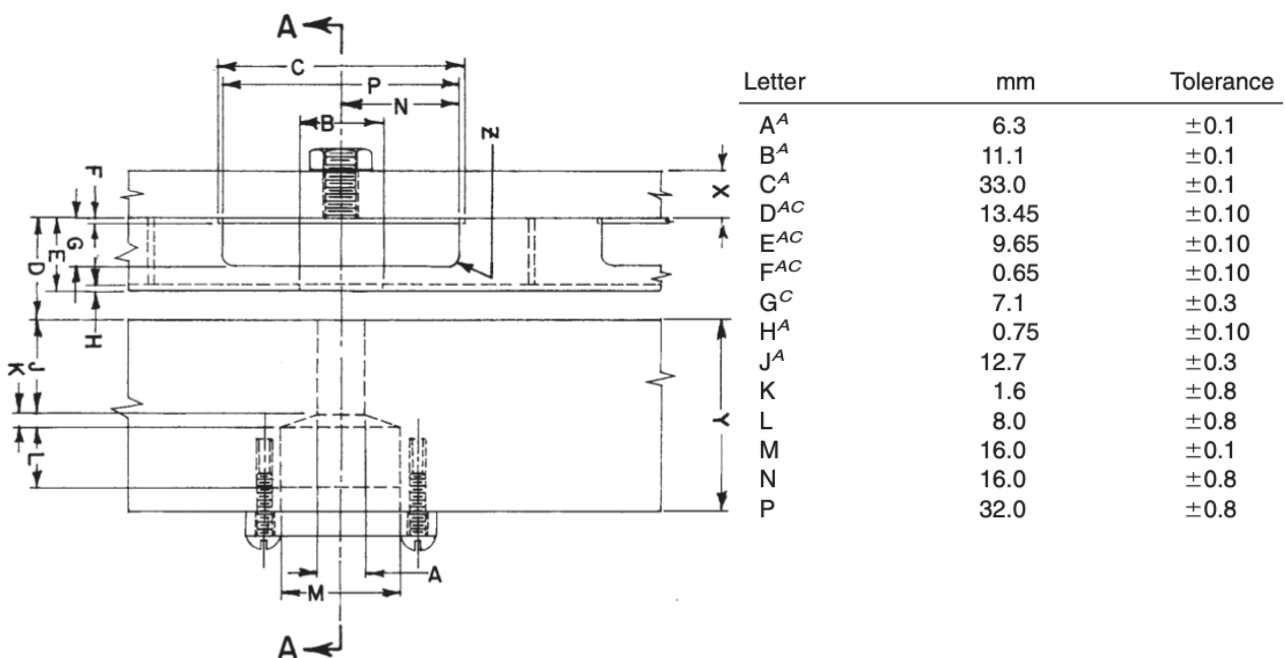
podmínek musí být řádně označeny a nesmějí se porovnávat s výsledky ze standartního testu. [3]

U vakua ve zkušebním zařízení se nevyžaduje, aby byl tlak tak nízký, jako je tlak při meziplanetárním letu (10^{-12} Pa). Postačuje, aby byl tlak tak nízký, že střední volná dráha molekul plynu bude dlouhá v porovnání s rozměry komory. [3]

3.2.2. Zařízení

Použije se měděná ohřívací deska, která je ohřívána elektrickým odporem. Každá ohřívací deska má délku 650 mm se čtvercovým průřezem 25 mm, do které se vejde dvanáct komor na vzorky. Naproti každé otevřené komoře na vzorky se nachází chromovaná sběrná deska, která je udržována během testu na 25 °C. Napájení topného tělesa v ohřívací desce je řízeno proměnnými transformátory prostřednictvím regulátorů teploty. K udržení teploty 25 °C na sběrné desce může být použit výměník tepla s použitím vhodné kapaliny. [3]

Doporučuje se, aby zkušební systém obsahoval automatické ovládací prvky, které zabrání poškození v případě výpadku proudu nebo přívodu chladicí kapaliny. Dále olej z vakuových čerpadel nesmí proudit do vakuové komory. [3]



Obrázek 5 Rozměry speciálního přípravku [3]

3.2.3. Vzorky

Hotové výrobky (např. elastomery, konstrukční díly) se nařežou na malé kousky v řádu 1,5 až 3,0 mm. Materiály, které vyžadují smíchání, se míchají v dávkách 10 g. Musí se vytvrdit jako plechy, tenké desky nebo silnější profily, aby simulovaly aplikaci při skutečném použití, poté se rozřežou na délku uvedenou výše. [3]

Lepící pásy se nanášejí na předem zváženou hliníkovou fólii. Barvy lze nanášet na hliníkovou fólii kartáčováním, máčením nebo stříkáním, před testem se vytvrdí. Tuk a kapaliny se umístí přímo do pohárku na vzorky. [3]

Minimální hmotnost vzorku je 200 mg, při použití menšího množství může být narušena přesnost měření. Je nezbytné, aby vzorek materiálu nebyl v žádném kroku kontaminován. Doporučený postup při manipulaci se vzorky:

- 1) Během všech kroků přípravy vzorků se používají vhodné rukavice,
- 2) používají se čistící rozpouštědla, o nichž je známo, že nereagují se vzorkem a o kterých je známo, že nezanechávají žádné zbytky. [3]

3.2.4. Postup zkoušky

Zváží se připravená sběrná deska a namontuje se do zkušebního zařízení. Zkušební vzorek se zváží na mikrováze a vloží se do předem zváženého pohárku na vzorky. Poté se vzorek kondicionuje při teplotě 23 °C a 50 % relativní vlhkosti po dobu dvaceti čtyř hodin. [3]

Vzorky se umístí do zkušebního zařízení. Uzavře se vakuový systém a do jedné hodiny se odčerpá tlak na $7 \cdot 10^{-3}$ Pa nebo méně. Teplota na chladicí desce musí během odčerpávání dosáhnout 25 °C. Po dosažení požadovaného tlaku se ohřívací deska ohřeje na 125 °C do 60 minut. Pokud teplota překročí 150 °C, může být teplota dosažena až do 120 minut. Teploty se udržují po dobu 24 hodin, poté se uzavře ventil k čerpacímu systému a vypne se ohřev ohřívací desky. [3]

Otevře se odvzdušňovací ventil a vpustí se čistý, suchý dusík v regulovaném rozsahu od 10 do 30 kPa nad atmosférickým tlakem, aby se ohřívací desky rychle ochladily. Ohřívací desky se nechají dostatečně vychladnout (přibližně 2 hodiny pro dosažení 50 °C). Vypnou se tepelné výměníky, vakuovou komora se vrátí na atmosférický tlak pomocí čistého, suchého dusíku a otevře se komora. [3]

Vzorky a sběrné desky se zváží do 30 minut od otevření komory. Pokud má být stanoveno WVR, vloží se vzorky na dvacet čtyři hodin do kondicionované pece a znovu se zváží. [3]

3.2.5. Vyhodnocování výsledků

Stanovení TML

Pokud byl vzorek zvážen před a po zkoušce samostatně (bez pohárku), lze TML vypočítat

$$\text{TML} = \frac{S_i - S_f}{S_i} \cdot 100 \quad (3.2)$$

kde S_i je hmotnost vzorku před zkouškou a S_f je hmotnost vzorku po zkoušce. Výsledná hodnota TML je v procentech.

Pokud byl vzorek vážen společně s předem zváženým pohárkem, získáme TML výpočtem

$$\text{TML} = \frac{(S_i + B_i) - B_i - (S_f + B_i) - B_i}{S_i} \cdot 100 \quad (3.3)$$

kde B_i je hmotnost pohárku.

V případě použití hliníkové fólie jako substrátu, získáme TML pomocí vzorce

$$\text{TML} = \frac{(S_i + B_i + Al_i) - (B_i + Al_i) - (S_f + B_i + Al_i) - (B_i + Al_i)}{S_i} \cdot 100 \quad (3.4)$$

kde Al_i je hmotnost hliníkové fólie. [3]

Stanovení CVCM

$$\text{CVCM} = \frac{C_f - C_i}{S_i} \cdot 100 \quad (3.5)$$

kde C_f je hmotnost sběrné desky a zkondenzovaného materiálu, C_i je hmotnost sběrné desky. Výsledná hodnota CVCM je v procentech. [3]

Stanovení WVR

$$WVR = \frac{S'_f - S_f}{S_i} \cdot 100 \quad (3.6)$$

kde S'_f je hmotnost vzorku po kondicionování, S_f je hmotnost vzorku po testu.

Kritéria přijatelnosti daného materiálu se stanoví podle konkrétního využití materiálu. Z historického hlediska jsou doporučené hodnoty TML < 1,0 % a CVCM < 0,1 %. [3]

3.2.6. Čištění a skladování

Hliníkové pohárky

Odpařují se po dobu pěti a více minut. Vhodná rozpouštědla jsou chloroform, aceton a etanol v poměru 1:1:1. Suší se při teplotě $125 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ po dobu čtyř hodin. Po čištění se vloží do kádinek s objemem 5 cm^3 , které obsahují silikagel. Pohárky musí být zváženy do jednoho dne od uložení. [3]

Sběrné desky

Sběrné desky se odmašťují patnáct minut ve stejném rozpouštědle jako hliníkové pohárky. Sušte je při teplotě $125 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ po dobu čtyř hodin. Uložte je do exsikátoru obsahující silikagel. Sběrné desky musí být zváženy do jednoho dne od uložení. [3]

Komory na vzorky a ohřívací deska

Komory a povrch ohřívací desky se omývají směsí rozpouštědlem acetonu a etanolu v poměru 1:1. Vloží se zpět do zkušebního systému, odčerpá se tlak na 10^{-4} Pa a odplyňují se při 150 °C po dobu čtyř hodin. Po uplynuté době se vypne ohřívací deska a nechá vychladnout ve vakuu. [3]

Oddělovací desky

Omývají se směsí rozpouštědel acetonu a etanolu v poměru 1:1. K odstranění částic a zbytků rozpouštědla se používá suchý plynný dusík. [3]

3.2.7. Závěrečný protokol o zkoušce

Na obrázku 6 je závěrečný report o průběhu testu dle ASTM E-595. V červeně vyznačené oblasti je obchodní název a číslo materiálu, shrnutí harmonogramu přípravy materiálu. V zelené části je původní a konečná hmotnost vzorku a sběrné desky. V modré oblasti jsou uvedeny výsledky testu. Ve žluté oblasti jsou informace o teplotě ohřívací desky a sběrné desky, tlaku a délce trvání zkoušky. [3]

OUTGASSING DATA SHEET			
Material: (name, part number, lot, and so forth)			
Description: (material type, sample form, color, and so forth)			
Condition: (mix and cure, pre or post condition, as received, on substrate, and so forth)			
Manufacturer:			
Requestor:	Location:	Telephone:	
Date:	Charge No.:		
Blanks:			
Heater Position No.	()	()	()
Initial holder mass, g	_____	_____	_____
Final holder mass, g	_____	_____	_____
Initial collector mass, g	_____	_____	_____
Final collector mass, g	_____	_____	_____
Sample:			
Heater Position No.	()	()	()
Initial holder mass, g	_____	_____	_____
Initial holder plus sample	_____	_____	_____
Final holder plus sample	_____	_____	_____
Reweighed sample plus holder, 24 h 50 % RH, g ^A	_____	_____	_____
Initial collector mass, g	_____	_____	_____
Final collector mass, g	_____	_____	_____
Total mass loss (TML) %	_____	_____	_____
			Ave.% TML
Total mass gain (CVCM) %	_____	_____	_____
			Ave.% CVCM
Total water regained ^A	_____	_____	_____
			Ave.% WVR
(Sample WVR)			
^A WVR measurement is optional			
Remarks: (Sample appearance, collector appearance after test, any test anomalies, nonstandard conditions, problems, and so forth)			
Date test begun:			
Sample temperature, °C:			
Collector temperature, °C:			
Date test completed:			
Pressure torr:			
Time at test temperature hours:			
Operator signature:			

Obrázek 6 Závěrečná zpráva o zkoušce dle ASTM [3]

3.3. Srovnání Evropských a Amerických standardů

Jelikož oba typy standardů popisují stejný test, jsou ve své podstatě stejné, ale přesto jsou mezi nimi rozdíly.

Na první pohled je možné vidět rozdíly v rozsahu standardů a jejich ceny. Evropský standard má celkem 45 stran a je zdarma, oproti Americkému, který má 8 stran a stojí 52 dolarů (každá aktualizace se kupuje znovu).

Přípravu vzorku a popis potřebných zařízení má přehledněji zpracovaný standard ECSS. ECSS konkrétně uvádí, jaké se mají použít měřící zařízení a jejich rozsah. Na druhou stranu ASTM uvádí, z jakých materiálu má být vyroben speciální přípravek, jak

ochlazovat chladicí desku a další užitečné rady o speciálním přípravku, které ECSS neuvádí. Základní rozměry přípravku jsou pro oba standardy shodné. Největší konstrukční rozdíl je v sestavení ohřívací desky a usměrňovače kontaminace. ECSS má tyto dvě části oddělené a ASTM má tyto části jako jeden díl. Jedná se pouze o konstrukční rozdíl bez rozdílu na funkčnost.

Další rozdíl je v počtu zkoušených vzorků, zatímco ECSS stanovuje 6 komůrek na vzorky (tři jsou pokaždé prázdné), tak ASTM umožňuje až 24 komůrek na vzorky.

Postup zkoušky je shodný. ECSS pevně stanovuje akceptační limity, zatímco ASTM je pouze doporučuje. Ve výsledku jsou akceptační limity stejné. ASTM se navíc ještě zabývá údržbou hliníkových pohárků na vzorky, sběrných desek, komůrek a ohřívací desky. Certifikací zkušebního zařízení se zabývá pouze ECSS, ASTM se ani neodkazuje na jiný standard.

Ucelený přehled hlavních rozdílů je uveden v tabulce 3. Pro správný průběh testu a způsob fungování zkušebního zařízení se doporučuje kombinovat oba standardy.

ECSS-Q-ST-70-02C	Parametry	ASTM E-595
10^{-4} Pa	Vakuum	10^{-3} Pa
Konkrétně uvedeno	Měřicí zařízení	Dané hodnoty, které se mají měřit
6	Počet vzorků	Až 24
Ano, přehlednější	Postup zkoušky	Ano
Pevně dané	Akceptační limity	Doporučené
RML a CVCM	Výstupy	TML a CVCM

Tabulka 3 Srovnání Evropského a Amerického standardu

3.4. Navržený postup zkoušky

V této kapitole je navržený postup zkoušky pro odplyňovací test tak, aby vyhovoval standardu ECSS-Q-ST-70-02C a zároveň také ASTM E-595.

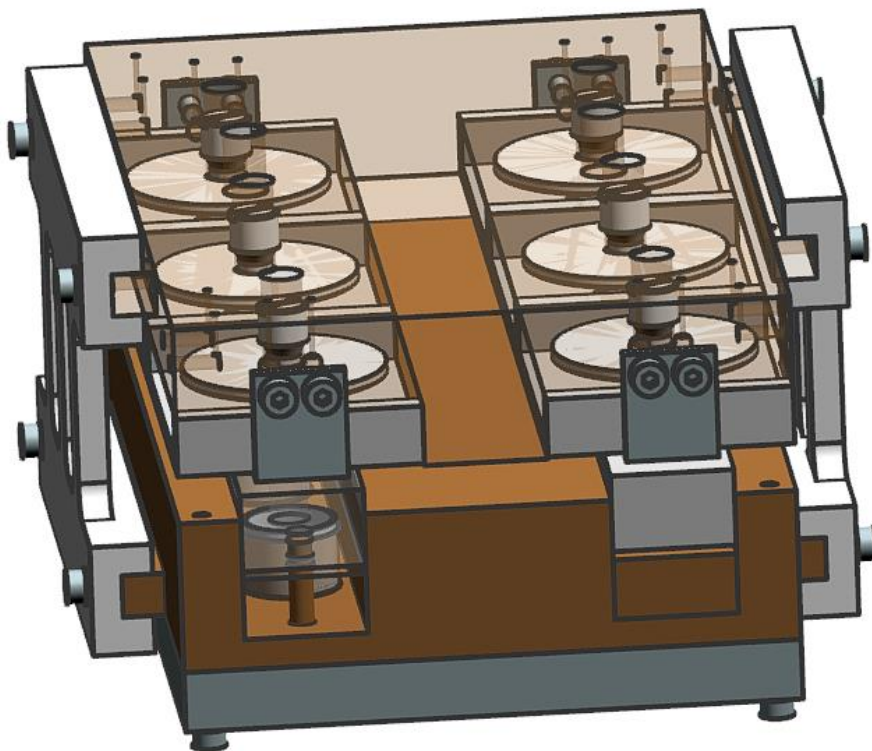
Navržený postup testu:

- 1) Vzorky se připraví dle typu materiálu podle kapitoly 3.1.2.
- 2) Provede se vypékání sběrných desek ve vakuové peci po dobu nejméně šestnácti hodin při tlaku nižším než 1 Pa a při minimální teplotě 125 °C
- 3) Pohárky na vzorky, sběrné desky a vzorky se kondicionují po dobu čtyřiačtyřiceti hodin při teplotě 22 ± 3 °C a 55 ± 10 % relativní vlhkosti v kondicionované peci.
- 4) Zváží se pohárky na vzorky a sběrné desky na mikrováze. Následně se do tří pohárků vloží vzorky materiálu (tři zůstanou prázdné) a zváží se znovu.
- 5) Provede se montáž přípravku dle kapitoly 4.3. s již naloženými pohárky se vzorky.
- 6) Smontovaný přípravek se uchytí ve vakuové komoře podle kapitoly 5. a zkušební systém se uzavře.
- 7) Do jedné hodiny se musí odčerpat tlak na 10^{-4} Pa nebo méně.
- 8) Po dosažení tlaku se do jedné hodiny ohřeje ohřívací část přípravku na 125 °C a chladicí část přípravku se chladí na 25 °C.
- 9) Tyto teploty se udržují po dobu dvacet čtyři hodin.
- 10) Po ukončení testu se zkušební systém odvzdušní na 104 Pa suchým dusíkem nebo vzácným plynem a vypne se ohřev a chlazení.
- 11) Po dosažení teploty 50 °C na ohřívací části přípravku se systém odvzdušní až do atmosférického tlaku.
- 12) Pohárky se vzorky a sběrné desky musí být zváženy do 30 minut po vyložení ze zkušebního systému.
- 13) Pohárky se vzorky se vloží do kondicionované pece a provede se kondicionování při 22 ± 3 °C a 55 ± 10 % po dobu 24 hodin. Poté se pohárky se vzorky znovu zváží.
- 14) Vyhodnotí se výsledky dle kapitoly 3.1.4.
- 15) Přezkoumají se infračervené průhledné sběrné desky pomocí infračerveného spektrometru a určí se IČ spektrum zkondenzovaných kontaminantů.
- 16) Vyplní se závěrečný report o zkoušce dle požadovaného testu od zákazníka.

- 17) Pokud byl nárůst hmotnosti na prázdných sběrných deskách $> 30 \mu\text{g}$, provede se vypečení sběrných desek při teplotě o $25 \text{ }^\circ\text{C}$ více než byla zkušební teplota.
- 18) Pohárky na vzorky a sběrné desky se odmašťují pomocí chloroformu, acetonu a etanolu v poměru 1:1:1. Pohárky na vzorky se odmašťují pět minut a sběrné desky patnáct minut. Uloží se do exsikátoru se silikagelem.
- 19) Ohřívací a chladicí deska se omývají rozpouštědlem acetonu a etanolu v poměru 1:1. Vloží se zpět do zkušebního systému a odplyňují se při tlaku 10^{-4} Pa a teplotě $150 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu čtyř hodin. Poté se nechají vychladnout ve vakuu.
- 20) Oddělovací deska se omyje acetonem a etanolem v poměru 1:1. K odstranění zbytku rozpouštědla se použije suchý dusík.

4. Přípravek

Přípravek pro odplyňovací test definuje jak evropský standard ECSS-Q-ST-70-02C (dále jen „ECSS“), tak i americký standard ASTM E-595 (dále jen „ASTM“). Jejich rozdíly byly shrnuty v kapitole 3.3. Byl vybrán přípravek dle standardu ECSS. Speciální přípravek bude mít šest testovacích komůrek na vzorky dle ECSS a zároveň tím bude



Obrázek 7 Kompletní sestava přípravku

splněn standard ASTM, jelikož ten umožňuje až čtyřadvacet zkušební komůrek, ale i šest komůrek vyhovuje tomuto standardu.

Všechny další požadavky jsou voleny podle ECSS a oproti ASTM může být v některých požadavcích nepatrný rozdíl, ale bez vlivu na svoji funkci. Výrobní výkresy všech částí přípravku jsou k nalezení v příloze pod označením začínající 001.

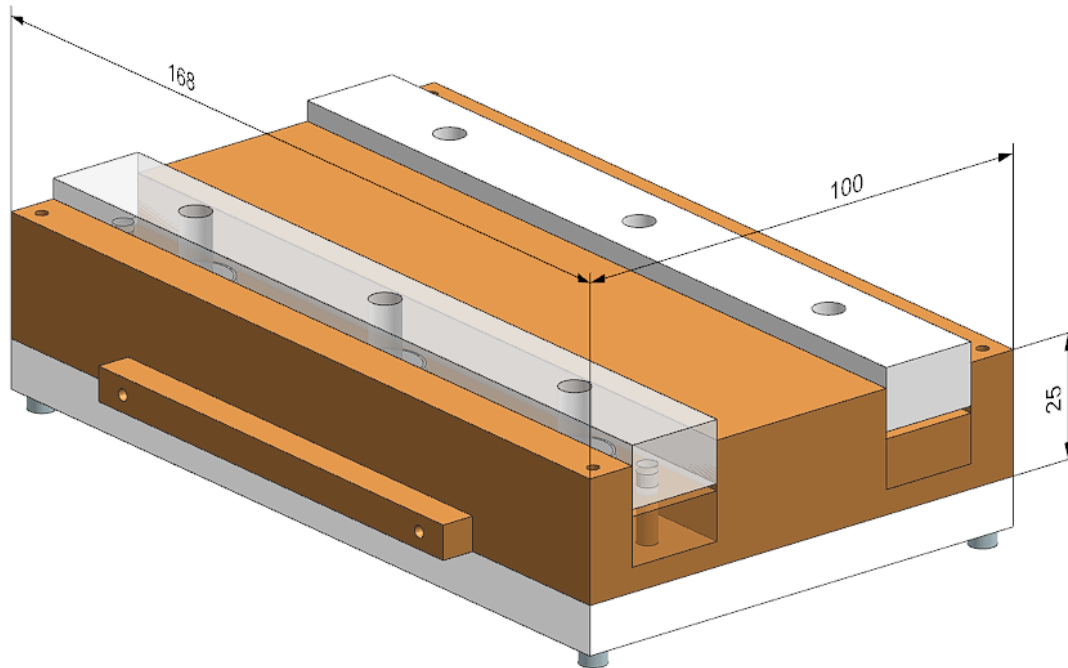
Kompletní přípravek je vidět na obrázku 7. V následujících podkapitolách bude detailněji rozebrán. Přípravek se skládá z ohřívací a chladicí části, kdy ohřívací část se udržuje v průběhu testu na teplotě 125 °C a chladicí na 25 °C. Obě části jsou spojeny pomocí teflonového držáku. Teflon je zvolen proto, aby nedocházelo k výměně tepla mezi chladicí a ohřívací částí. V tabulce 4 jsou shrnuty materiály, hmotnost jednotlivých částí a odhadnutá celková hmotnost přípravku ze softwaru Siemens NX.

Díl	Materiál	Váha jednoho kusu (kg)	Počet kusů	Celková váha
Deska pro vynutí	EN 573-3	0,33	1	0,33
Ohřívací deska	ČSN 42 3102	2,6	1	2,6
Komůrky	ČSN 42 3102	0,25	2	0,5
Usměrňovač	EN 573-3	0,116	2	0,232
Pohárky	EN 573-3	0,001	6	0,006
Držící tyčka	ČSN 42 3102	0,002	4	0,008
Oddělovací deska	EN 573-3	0,05	2	0,1
Kolektor	EN 573-3	0,0035	6	0,021
Držák oddělovací části	EN 573-3	0,004	4	0,016
Chladicí deska	ČSN 42 3102	2,59	1	2,59
				6,403

Tabulka 4 Shrnutí výrobního materiálu, počtu kusů a odhadnuté váhy jednotlivých částí přípravku ze softwaru NX Siemens

4.1. Ohřivací část

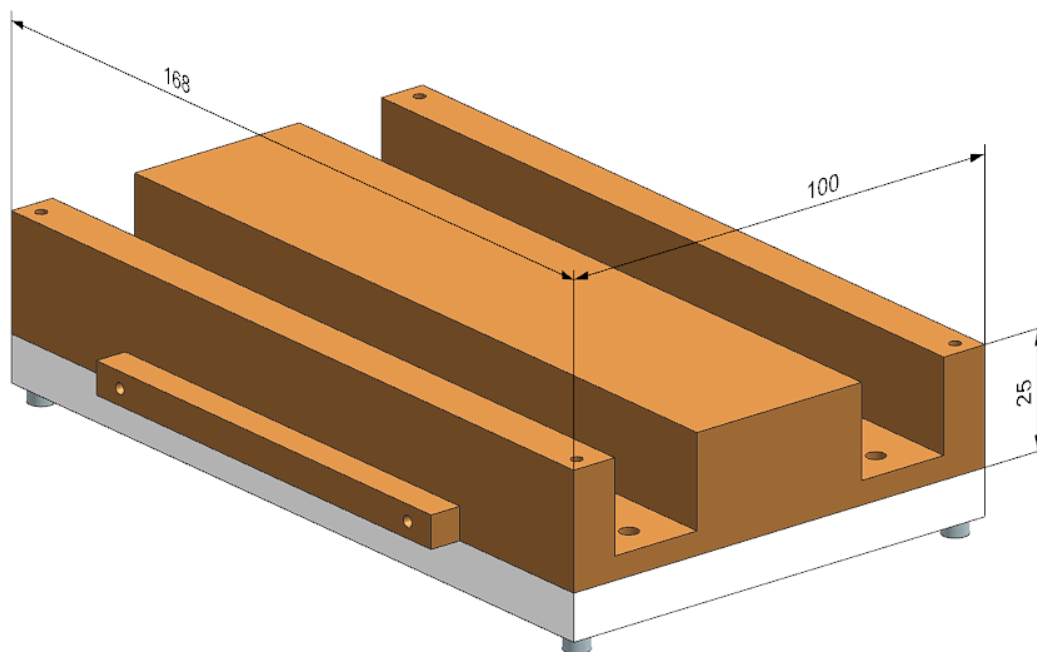
Kompletní sestava spodní části přípravku je vidět na obrázku 8. K zajištění vzájemné polohy všech částí spodní části přípravku slouží měděná tyčka, která je do ohřivací desky nalisovaná. Ostatní části jsou na této tyčce volně uloženy.



Obrázek 8 Sestava ohřivací částí přípravku

Ohřivací deska

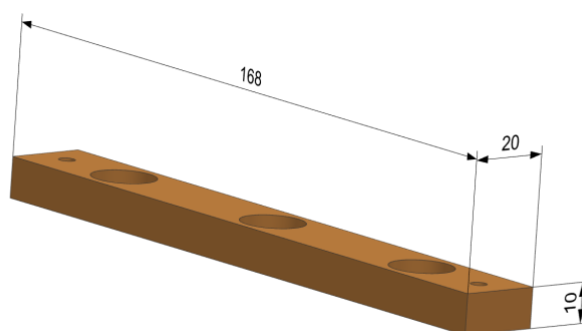
Ohřivací deska je vyrobena ze slitiny mědi, konkrétně se jedná o slitinu ČSN 42 3102. Účelem této části přípravku je během testu ohřev zkušebního systému na požadovanou teplotu. K ohřevu se využívá kovová topná deska IPH, která je připevněna k ohřivací desce pomocí imbusových šroubů. Ohřivací deska je zobrazena na obrázku 9 hnědě a kovová topná deska IPH je zobrazena na obrázku 9 bíle. Dále jsou na obrázku uvedeny základní rozměry.



Obrázek 9 Ohřivací deska (hnědá část) a kovová topná deska (bílá část) se základními rozměry

Komůrky

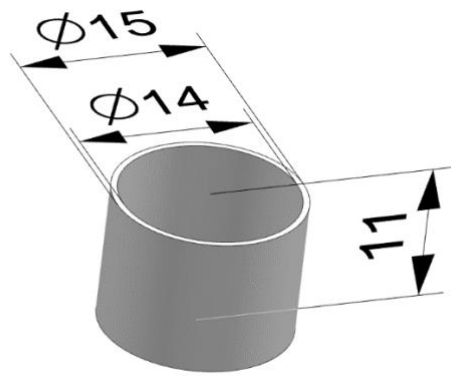
Komůrky, do kterých se vkládají hliníkové pohárky slouží k vymezení polohy pohárků a přes ohřivací desku přímo ohřívají pohárky se vzorky. Komůrky se volně uloží na měděné tyčky. Jsou zobrazeny na obrázku 10.



Obrázek 10 Komůrky

Pohárky

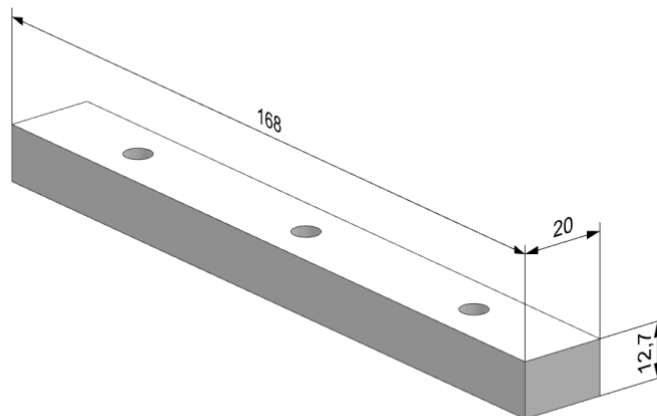
Pohárky slouží k uložení vzorků. Jsou vyrobeny ze slitiny hliníku a jsou zobrazeny na obrázku 11. Pohárky se ukládají do komůrek. Tři pohárky neboli jedna řada je bez vzorků materiálu a slouží k ověřování, že nedocházelo ke křížové kontaminaci.



Obrázek 11 Pohárek na vzorky

Usměrňovač odplyněného materiálu

Aby odplynění materiál nemohl odcházet do okolí, tak se používá usměrňovací deska, která vede plyny přímo ke kolektoru. Volně se uloží na měděné tyčky a položí se na konce pohárků. Je vyrobena ze slitiny hliníku a je jí možné vidět na obrázku 12.

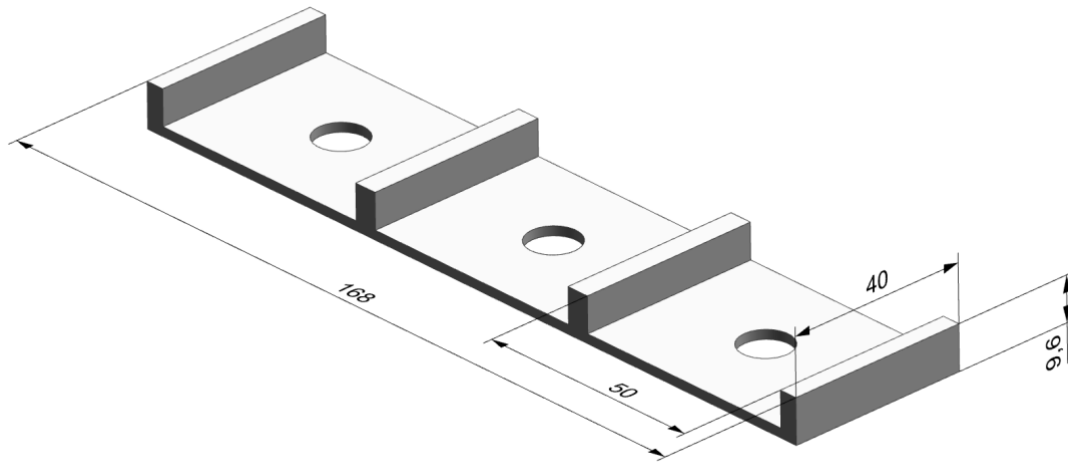


Obrázek 12 Usměrňovač odplyněného materiálu

4.2. Chladicí část

Oddělovací deska

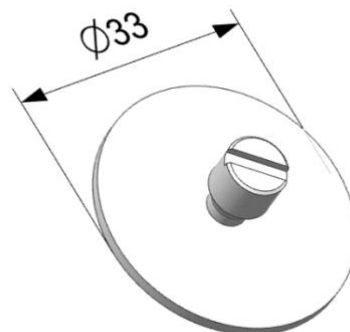
Oddělovací deska slouží k oddělení ohřívací a chladicí části přípravku. Dále zabraňuje, aby docházelo ke křížové kontaminaci mezi jednotlivými vzorky.



Obrázek 13 Oddělovací deska

Kolektor

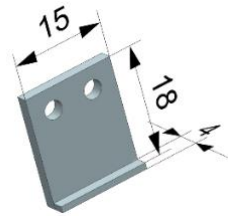
Na kolektoru kondenzuje odplynění materiál. Kolektor je vyrobený ze slitiny hliníku a následně chromovaný. Jeden kolektor v každé řadě pohárků musí být infračerveně průhledný, aby se mohlo získat IČ spektrum zkondenzovaného materiálu. Šroubuje se do chladicí desky pomocí závitu a má drážku pro případné dotažení plochým šroubovákem z druhé strany.



Obrázek 14 Kolektor

Držák oddělovací části

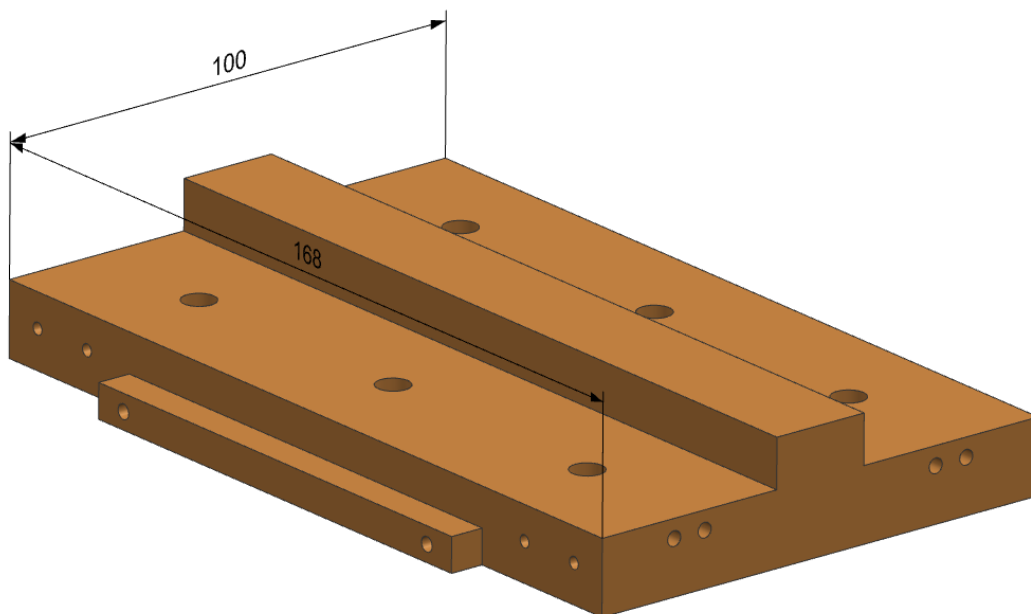
Držák drží oddělovací desku u chladicí desky. Je přichycen pomocí dvou imbusových šroubů do chladicí desky.



Obrázek 15 Držák oddělovací desky

Chladicí deska

Chladicí deska pomocí Peltierova článku ochlazuje horní část přípravku. Ke chladicí desce jsou přišroubovány všechny části.



Obrázek 16 Chladicí deska

4.3. Montáž přípravku

Návod na montáž přípravku:

- 1) Nalisování držící tyčky do ohřívací desky.
- 2) Pomocí imbusových šroubů se přichytí kovová topná deska IPH k ohřívací desce.
- 3) Na držící tyčky se vloží komůrky.
- 4) Do komůrek se vloží pohárky se vzorky.
- 5) Na držící tyčky se vloží usměrňovač odplyněného materiálu.
- 6) Do chladicí desky se našroubují kolektory a opatrně dotáhnou plochým šroubovákem z druhé strany chladicí desky.
- 7) Oddělovací deska se přichytí ke chladicí desce pomocí držáku oddělovací desky přes imbusové šrouby.
- 8) Obě části se spojí teflonovým držákem.

5. Uchycení přípravku ve vakuové komoře

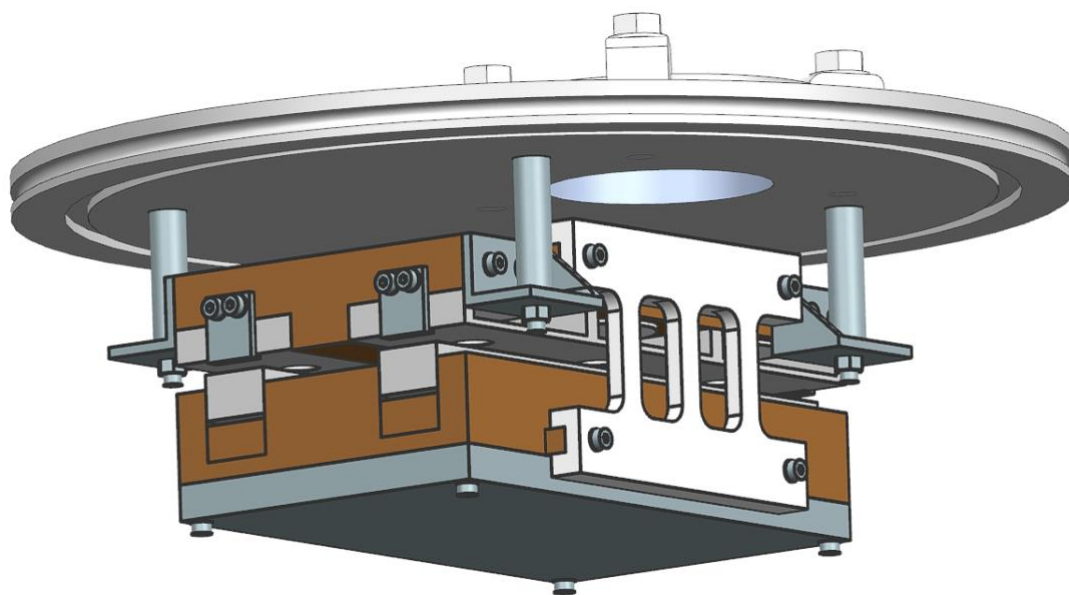
Vakuová komora a víka jsou od společnosti Pfeiffer, konkrétně se jedná o komoru DN 250 ISO-K a víka QF 250-ABK. Všechny výrobní výkresy potřebné pro uchycení přípravku jsou k nalezení v příloze pod označením začínajícím 002.

Úhlový držák drží na chladicí desce pomocí dvou imbusových šroubů. Držící tyč je k úhlovému držáku přichycena maticí a do víka je držící tyč zašroubovaná přes závit.

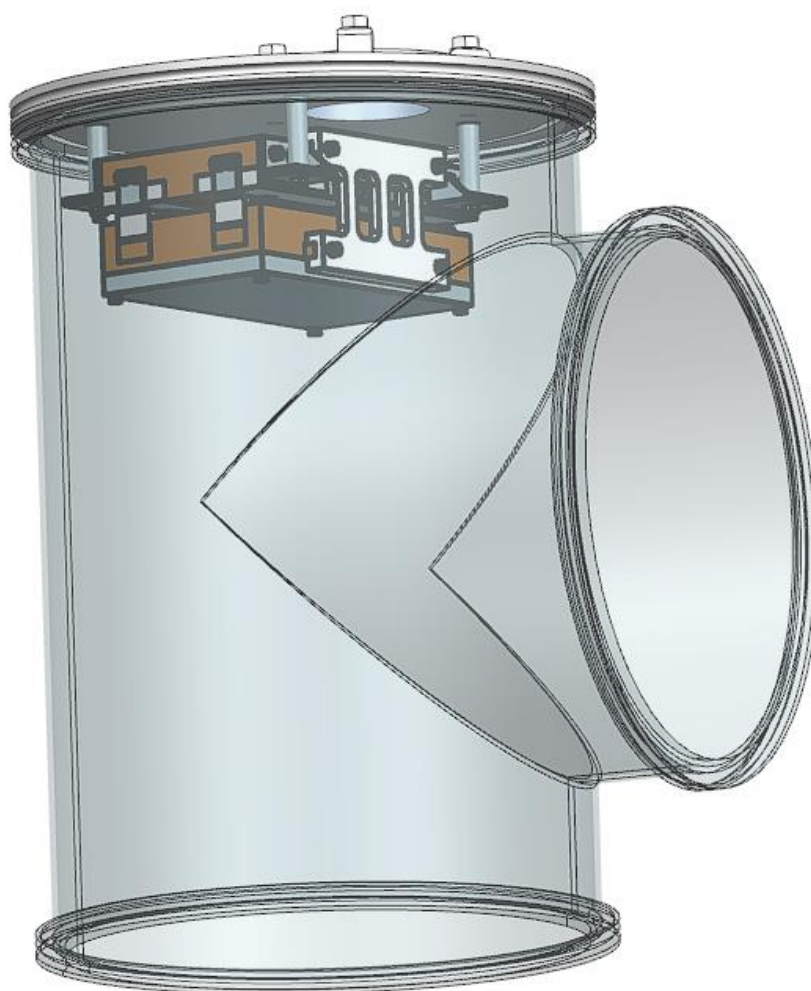
Peltierův článek je držen pomocí chlazení u chladicí desky. Chlazení je přichyceno ke chladicí desce pomocí dvou šroubů s průchozí dírou a maticí.

Montáž přípravku do vakuové komory:

- 1) Imbusovými šrouby se přichytí úhlový držák do chladicí desky.
- 2) Držící tyč se prostrčí úhlovým držákem a chytne maticí (nedotahuje se).
- 3) Peltierův článek s chlazením se chytí ke chladicí desce pomocí šroubu a matice a lehce dotáhne.
- 4) Držící tyč se dotáhne k víku a poté se dotáhne matice z druhé strany úhlového držáku.



Obrázek 17 Namontovaný přípravek do víka



Obrázek 18 Uložení přípravku ve vakuové komoře

6. Ovládání a monitorování přípravku

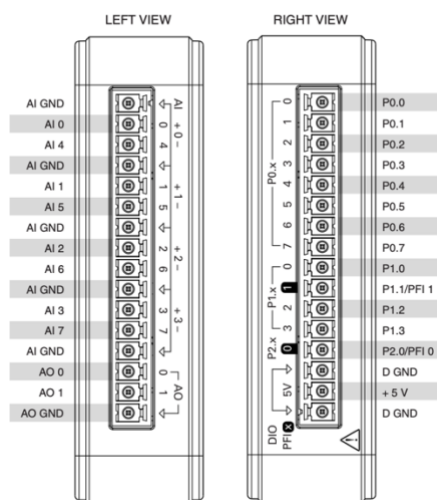
Jako ovládací a monitorující systém přípravku během testu byl zvolen program LabVIEW (Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) od společnosti National Instruments.

6.1. Monitorování přípravku

Ke komunikaci mezi řídicím softwarem LabVIEW a přípravkem byla zvolena měřicí karta USB-6001 NI, která je na obrázku 20. Měřicí karta má osm analogových vstupů (Single-ended) a dva analogové výstupy. Také je vybavena třinácti digitálními linkami. Port 0 má osm digitálních linek, port 1 má čtyři linky a port 2 má jednu linku. Každý digitální kanál se dá využít jako vstup nebo výstup. Rozložení pinů na měřicí kartě je vidět na obrázku 19. Data se přenášejí přes USB do počítače s rychlostí 12 Mb/s. Karta USB-6001 je schopná pracovat při teplotách 0 – 45 °C, relativní vlhkosti 5 – 95 % a smí se používat pouze ve vnitřních prostorech.



Obrázek 20 Měřicí karta USB-6001 NI [13]



Obrázek 19 Rozložení pinů na měřicí kartě USB-6001 NI [13]

U odplyňovacího testu je potřeba monitorovat tlak ve vakuové komoře, teplotu horní a spodní části přípravku.

6.1.1. Monitorování tlaku

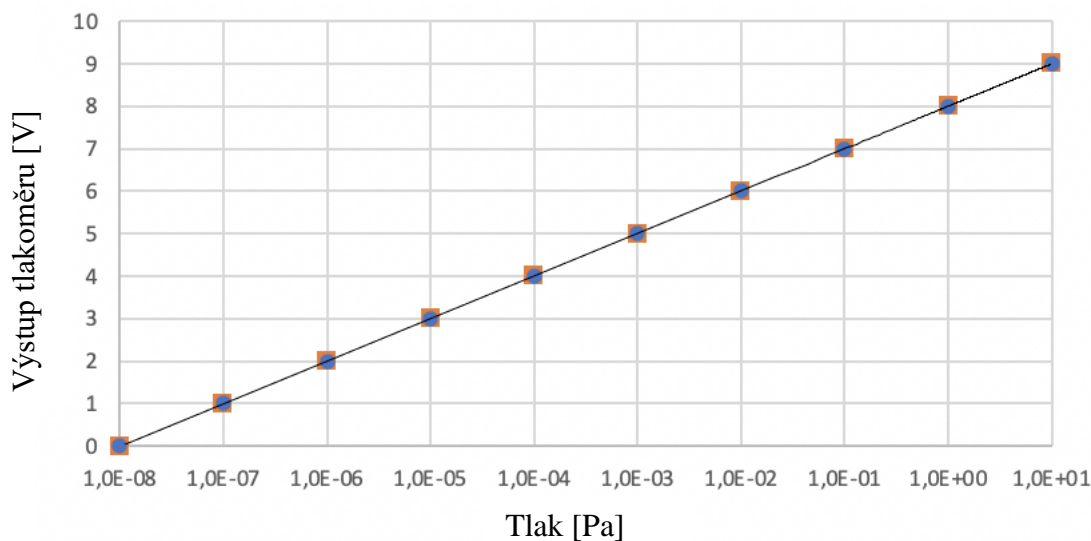
K měření tlaku se využívá tlakoměr 392 Series Ionization Vacuum Gauge od společnosti Kurt J. Lesker. Tlakoměr umožňuje jak analogové, tak i digitální připojení. V základním nastavení jsou nastavené jednotky tlaku na torr, změnu na pascal lze provést v menu. Na výstupu má tlakoměr napětí, které je potřeba přepočítat na tlak. Pro tlak v pascalech je přepočet následující:



Obrázek 21 Tlakoměr od společnosti Kurt J. Lesker

$$P = 10^{(V-8)}, \quad (6.1)$$

kde P je tlak v pascalech a V je výstupní napětí ve voltech. V grafu 3 je možné vidět závislost vzorce (6.1). Odplyňovací test dle ECSS požaduje zkušební tlak 10^{-3} Pa a nižší, bude tedy výstupní napětí nižší než pět voltů.

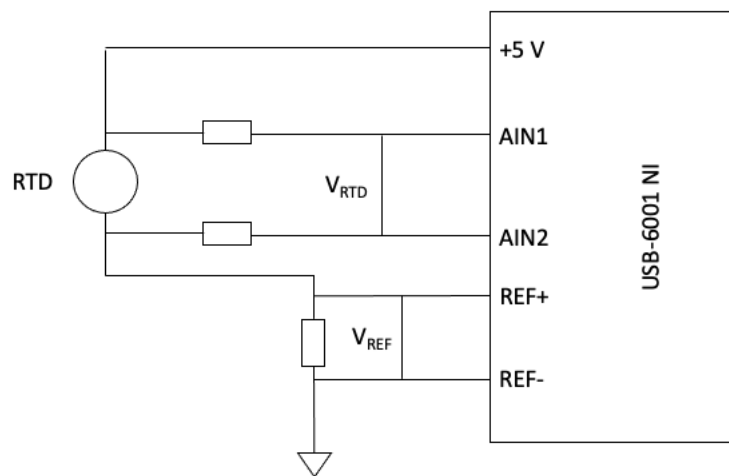


Graf 3 Závislost výstupní signálu a tlaku tlakoměru

6.1.2. Monitorování teplot

Teploty obou částí přípravku se měří pomocí senzorů Pt1000. Jedná se o platinový senzor, který má výbornou linearitu a stabilitu. Teplotní senzor využívá závislost odporu na teplotě, který je zapotřebí měřit. Protože Pt1000 je pasivní senzor a měřicí karta umí měřit pouze napětí, je potřeba senzor budit proudem, měřit na něm napětí a odpor vypočítat. Pro napájení lze využít zdroj 5 V přímo na měřicí kartě, jelikož dle datasheetu měřicí karty je odchylka napětí $\pm 3 \%$, tedy se dá považovat za konstantní napětí a pro

omezení proudu použít sériový odpor. Maximální povolený proud Pt1000 (aby nedocházelo k samoohřevu) je 0,2 mA. Z toho plyne minimální odpor 25 kΩ (5/0,0002). Vzhledem k tomu, že odpor Pt1000 v měřeném rozsahu teplot 20 - 125°C se pohybuje v rozsahu 1000 - 1500 Ω pak lze volit sériový odpor např. 24 kΩ. Pro měření se pak využijí dva kanály měřicí karty, kdy jeden měří napětí na sériovém rezistoru a z Ohmova zákona se pak dopočítá proud. Z rozdílu hodnot AIN1 – AIN2 se získá napětí na Pt1000. Z hodnot napětí a proudu se dopočítá hodnota odporu Pt1000 a následně se přepočítá hodnota odporu na teplotu. Princip zapojení je znázorněn na obrázku 22.



Obrázek 22 Princip připojení k USB-6001 NI

Přepočítání odporu na teplotu lze získat z datasheetu senzoru PT1000, který udává vztah

$$R_t = R_0 \cdot (1 + 3,90802 \cdot 10^{-3} \cdot T + 5,802 \cdot 10^{-7} \cdot T^2), \quad (6.2)$$

kde R_t je hodnota odporu při teplotě T (°C), R_0 je hodnota odporu při 0 °C, která je 1000 Ohmů. Tato kvadratická rovnice se převede na tvar $ax^2 + bx + c = 0$. Za R_0 se dosadí hodnota 1000 Ohmů a dostane se kvadratický vztah

$$5,802 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 + 3,90802 \cdot T + (1000 - R_t) = 0. \quad (6.3)$$

Kořeny z rovnice (6.3) se získají ze vztahů (6.4) a (6.5)

$$T_1 = \frac{-3,90802 + \sqrt{3,90802^2 - 4 \cdot 5,802 \cdot 10^{-4} \cdot (1000 - R_t)}}{2 \cdot 5,802 \cdot 10^{-4}}, \quad (6.4)$$

$$T_2 = \frac{-3,90802 - \sqrt{3,90802^2 - 4 \cdot 5,802 \cdot 10^{-4} \cdot (1000 - R_t)}}{2 \cdot 5,802 \cdot 10^{-4}} \quad (6.5)$$

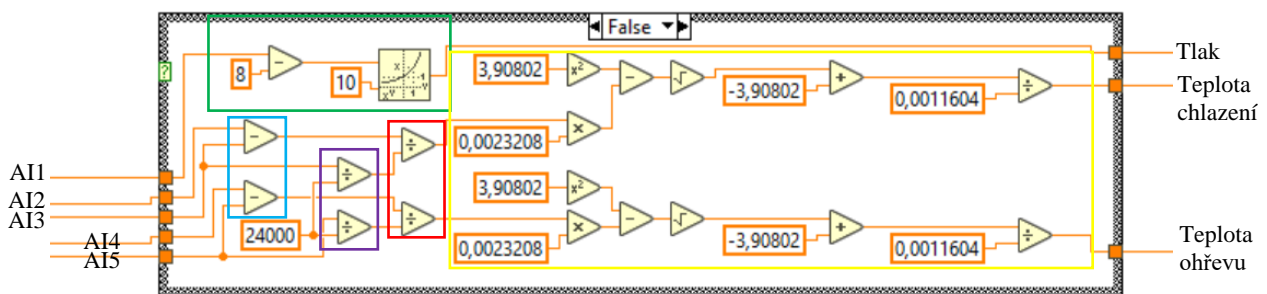
Aby se ověřilo, která teplota odpovídá skutečnosti, tak se dosadí hodnota odporu R_t pro $-1\text{ }^\circ\text{C}$, což je dle datasheetu 996,1 Ohmů. Po dosazení do rovnic 6.4. a 6.5. se získá

$$T_1 = -0,998\text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_2 = -6734,645\text{ }^\circ\text{C}$$

Z výsledků je patrné, že správný vzorec pro převod odporu na teplotu je (6.4).

6.1.3. Obslužný program v LabVIEW

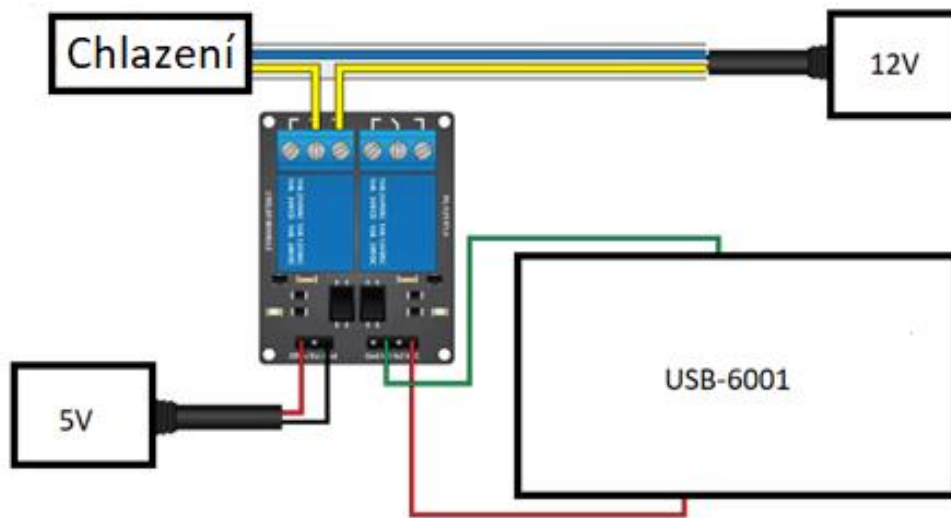


Obrázek 23 Přepočítání výstupu senzorů na požadované jednotky v LabVIEW

Na obrázku 23 je možné vidět ukázkou rovnic 6.1. a 6.4. v programu LabVIEW. Na AI1 se přivádí výstup z tlakoměru a následně je hodnota napětí přepočtena na hodnotu tlaku (zelená část). Z hodnot na AI2 až AI5 se získá teplota. Nejprve se vezme rozdíl $AI3 - AI2$ a $AI5 - AI4$ (modrá část), z čeho se získá hodnota napětí. Poté se hodnota $AI3 - AI5$ podělí referenčním odporem (fialová část) pro výpočet hodnoty proudu. Přes Ohmův zákon $R = \frac{U}{I}$ se získá hodnota odporu Pt1000 (červená část), která je podle vztahu (6.4) přepočtena na hodnotu teploty (žlutá část).

6.2. Ovládání přípravku

Chlazení a ohřev se provádí již zmíněným Peltierovým článkem a kovovou topnou deskou IPH od společnosti Hennlich. Peltierův článek je napájen z externího 12 V zdroje a ovládán přes spínací relé, které ovládá program LabVIEW. Schéma zapojení s relé je znázorněno na obrázku 24. Stejným principem funguje i kovová topná deska, ale ta je napájena z 230 V zdroje.



Obrázek 24 Schéma zapojení s relé

Peltierův článek je typu TEC1-12706 s výkonem 60 W a maximálním napájecím napětím 15 V. Kovová topná deska IPH od společnosti Hennlich je vyrobena na míru. Jedná se o desku s rozměrem 168 x 100 mm a maximálním výkonem 150 W. Kovová topná deska musí ohřívací část přípravku ohřát z pokojové teploty na 125 °C do jedné hodiny. Potřebné teplo pro ohřev jednotlivých částí přípravku se určí ze vztahu

$$Q = c \cdot m \cdot (t_2 - t_1), \quad (6.6)$$

kde c je měrná tepelná kapacita materiálu, m je hmotnost dané části, t_2 je konečná teplota a t_1 je počáteční teplota. Měrná tepelná kapacita hliníku je $896 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ a mědi je $383 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$. Jednotlivé hmotnosti dílčích částí přípravku jsou uvedeny v tabulce 4. Konečná teplota bude 125 °C a počáteční bude pokojová teplota, tedy 25 °C. Po dosazení do rovnice (6.7) získáme potřebné teplo pro jednotlivé části

$$Q_{\text{deskavynutí}} = 896 \cdot 0,33 \cdot (125 - 25) = 29,59 \text{ kJ}, \quad (6.7)$$

$$Q_{\text{ohřívacídeska}} = 383 \cdot 2,6 \cdot (125 - 25) = 99,6 \text{ kJ}, \quad (6.8)$$

$$Q_{komůrky} = 383 \cdot 2 \cdot 0,25 \cdot (125 - 25) = 19,15 \text{ kJ}, \quad (6.9)$$

$$Q_{držícítyčka} = 383 \cdot 4 \cdot 0,002 \cdot (125 - 25) = 306,4 \text{ J}, \quad (6.10)$$

$$Q_{usměrňovač} = 896 \cdot 2 \cdot 0,116 \cdot (125 - 25) = 20,787 \text{ kJ}, \quad (6.11)$$

$$Q_{pohárky} = 896 \cdot 6 \cdot 0,001 \cdot (125 - 25) = 537,6 \text{ J}. \quad (6.12)$$

Celkové potřebné teplot pro ohřev spodní části přípravku je po sečtení dílčích teplot $169,97 \text{ kJ} = 170 \text{ kJ}$. Ve vakuu se bude teplo pouze vyzařovat, tedy ztráty lze určit jako intenzita vyzařování ze vzorce

$$M = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4, \quad (6.13)$$

kde M je intenzita vyzařování, ε je emisivita materiálu, σ je Stefan-Boltzmannova konstanta a T je termodynamická teplota. Válcovaná měď má přibližně emisivitu 0,6. Po dosažení do rovnice (6.13) získáme hodnotu vyzařování

$$M = 0,6 \cdot 5,67 \cdot 10^{-8} \cdot 398,15^4 = 855 \frac{\text{W}}{\text{m}^2}. \quad (6.14)$$

Pro zjednodušení se bude uvažovat kvádr o rozměrech $0,168 \times 0,1 \times 0,04 \text{ m}$ ($d \times š \times v$). Tedy celková plocha, která bude vyzařovat teplo činí $0,055 \text{ m}^2$. Výsledná hodnota vyzářeného tepla je 47 W . Pokud hodnotu 47 W vynásobíme časem, získáme celkovou hodnotu vyzářeného tepla v joulech. Po dosažení teploty 125 °C bude za jednu hodinu vyzářené teplo $169,2 \text{ kJ}$.

Po sečtení tepla vyzářeného a tepla potřebného pro ohřev se dostane celkové potřebné teplo pro ohřátí přípravku na provozní teplotu. Výsledné potřebné teplo činí přibližně $339,2 \text{ kJ}$. Potřebný výkon pro ohřev přípravku se ztrátami bude

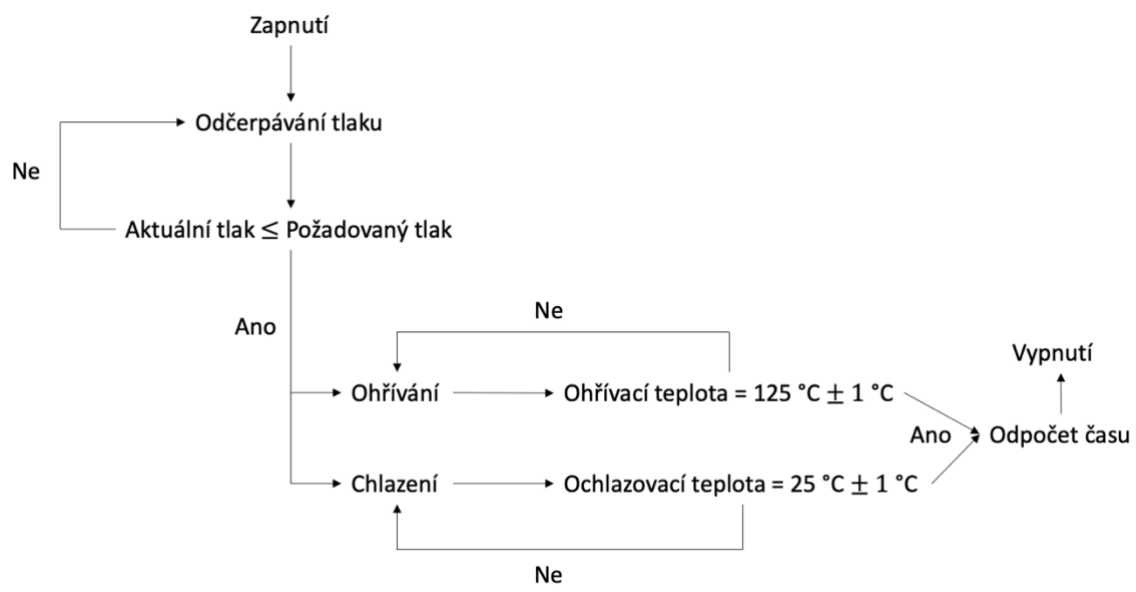
$$P = \frac{Q}{\tau} = \frac{339200}{3600} = 94,2 \text{ W}. \quad (6.15)$$

Vybraný ohřivací zdroj od společnosti Hennlich je plně dostačující (150 W). Dokud se nedosáhne provozních teplot, tak bude dominantně ohřívát pouze jedna strana desky. Po dosažení pracovních teplot budou ohřívát obě strany topného tělesa stejně. Ale vzhledem k tomu, že už se bude pouze udržovat na provozní teplota, tak je tento výkon postačující pro tuto fázi.

Jako vhodné relé lze použít SRD-12VDC-SL-C od společnosti Songle s maximálním průchozím proudem 5 A. Celkový potřebný výkon externího 12 V zdroje je 60 W. Plně postačující bude zdroj s výkonem 300 W a výstupním proudem 0 – 25 A. Externí zdroj má také aktivní chlazení a je zobrazen na obrázku 26.

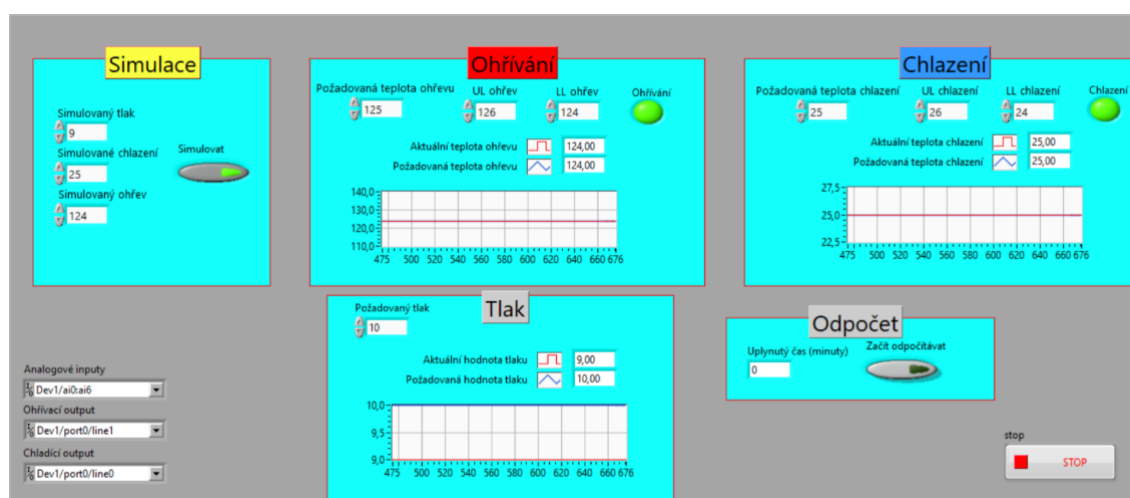


Obrázek 25 Externí napájecí zdroj s výkonem 300 W [14]



Obrázek 26 Stavový diagram

Průběh testu je znázorněn ve stavovém diagramu na obrázku 27. První fází je odčerpávání tlaku z vakuové komory, dokud se nedosáhne požadovaného tlaku nebo nižšího, než který je nastaven v kontrolním panelu v LabVIEW. Pro odplyňovací test dle ECSS je požadovaný tlak 10^{-3} Pa a nižší. Podmínka nižšího tlaku, než je tlak požadovaný z první fáze je podmínkou nutnou pro spuštění fáze druhé. V druhé fázi se začne ohřívat spodní část přípravku na požadovanou teplotu a horní část se začne ochlazovat. Jakmile bude splněna podmínka, že se teploty nacházejí v požadovaném rozsahu, v případě ECSS se jedná o teplotu 125 °C na spodní části a 25 °C na horní části přípravku, tak se dosáhlo požadovaných hodnot a může začít odplyňovací test. Následně se postupuje podle kapitoly 3.1.3.



Obrázek 27 Ovládací panel v LabVIEW

Průběh odplyňovacího testu byl popsán na obrázku 26. Celý program lze nalézt v příloze pro verzi LabVIEW 2020.

Na obrázku 27 je zobrazen kontrolní panel. V části simulace se volí, zda budou data simulována nebo se použijí skutečná data. Pokud svítí tlačítko simulace zeleně (jak je tomu na obrázku), tak se data simulují.

U ohřívání a chlazení se volí požadovaná hodnota a její horní a dolní odchylka. Jestliže je hodnota simulované nebo skutečné teploty v rozsahu, tak svítí zelený indikátor. V opačném případě je potřeba čekat, než se dosáhne požadovaných teplot. Dále je vidět graf, který ukazuje aktuální hodnotu teplot (červeně) a požadovanou hodnotu teplot (modře).

Pod ohříváním se nastavuje hodnota tlaku a v grafu je opět vidět aktuální hodnota tlaku a hodnota tlaku požadovaná.

Jestli je splněna podmínka tlaku, tedy skutečná nebo simulovaná hodnota je menší, než je tlak požadovaný a svítí indikátor teplot, tak je možné zahájit odpočet, který se nachází pod chlazením. Po stisknutí tlačítka „Začít odpočítávat“ začne ubíhat čas. Čas je měřen v minutách, tedy pro uplynutí dvaceti čtyř hodin musí uplynout 1440 minut.

V dolním levém rohu se volí vstupy senzorů a v pravém dolním rohu je tlačítko stop pro ukončení testu. Hodnoty teplot se ukládají do souboru Excel.

Závěr

Cílem této práce bylo navrhnout přípravek pro odplyňovací test, jeho uchycení do vakuové komory a monitorovací program v LabVIEW.

Úvodní kapitoly se zabývají vlivem kosmické prostředí na materiály a kosmické systémy. Dále je rozebráno dělení materiálů a jejich základní použití v kosmickém průmyslu.

Ve třetí kapitole je rozebrán standard odplyňovacího testu dle ECSS a ASTM. Je popsána jejich příprava, průběh a konec zkoušky. Také je stanoveno, jaké parametry se hodnotí a jejich akceptační limity. Dále je navrhnutý postup test tak, aby vyhovoval obou zmíněným standardům.

Jako výchozí standard pro návrh speciálního přípravku, která je potřebný pro odplyňovací test byl zvolen ECSS-Q-ST-70-02C. Navrhnutý přípravek splňuje všechny předepsané body standardu a je tedy vhodný pro jeho použití. Oproti standardu ASTM E-595 se může lišit v drobných detailech, ale bez omezení své funkce.

Bylo navrženo velmi jednoduché uchycení přípravku do vakuové komory, které se dá smontovat v pár krocích. Návrh dbal na zpětnou rozebíratelnost uchycení a samotného přípravku a možnosti použití víka pro jiné účely.

Navržený monitorovací a ovládací systém v LabVIEW má jednoduché ovládání na kontrolním panelu. K získávání dat z měřících senzorů a k ovládání chlazení a ohřevu stačí jedna měřící karta USB-6001 NI.

Byla zvolena kovová topná deska IPH od společnosti Hennlich s výkonem 150 W, který je dostačující k potřebnému ohřevu. Požadované teploty 125 °C dosáhne v předepsaném čase. Peltierův článek TEC1-12706 s výkonem 60 W je také plně dostatečný k ochlazení. Peltierův článek je napájen z externího 12 V zdroje s výkonem 300 W, který poskytuje proud 0 – 25 A. Kovová topná deska je napájena ze zdroje poskytující napětí 230 V. Údaje o teplotě a tlaku jsou získávány ze senzorů Pt 1000 a 392 Series Ionization Vacuum Gauge a jsou ukládány do souboru Excel po celou dobu testem.

Výsledný návrh přípravku a jeho uchycení do vakuové komory společně s ovládacím program LabVIEW je použitelný pro provedení odplyňovacího testu dle standardu ECSS-Q-ST-70-02C nebo ASTM E-595.

Zdroje

[1] Space product assurance: Thermal vacuum outgassing test for the screening of space materials. 2. dopl. vyd. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2008.

[2] Detailed Overview. ASTM International [online]. West Conshohocken [cit. 2021-02-22]. Dostupné z: https://www.astm.org/ABOUT/full_overview.html

[3] Standard Test Method for Total Mass Loss and Collected Volatile Condensable Materials from Outgassing in a Vacuum Environment. United States: ASTM International, 2003.

[4] Space product assurance: Thermal testing for the evaluation of space materials, processes, mechanical parts and assemblies. 2. dopl. vyd. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2008.

[5] Space product assurance: Particle and UV radiation testing for space materials. 2. dopl. vyd. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2008.

[6] Space engineering: Space environment. 2. dopl. vyd. Noordwijk: Requirements and Standards Division, 2008.

[7] Space engineering: Structural materials handbook - Part 1: Overview and material properties and applications. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2011.

[8] Space engineering: Structural materials handbook - Part 5: New advanced materials, advanced metallic materials, general design aspects and load transfer and design of joints. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2011.

[9] Space engineering: Structural materials handbook - Part 4: Integrity control, verification guidelines and manufacturing. Noordwijk: ESA Requirements and Standards Division, 2011.

[10] Space product assurance: Data for selection of space materials and processes. Noordwijk: ESA Publications Division, 2004.

[11] Fundamentals of Space Systems. 2. dopl. vyd. 198 Madison Avenue, New York: Oxford University Press, 2005. ISBN 978-0-19-516205-9.

[12] LEO Temperatures. O'Reilly [online]. [cit. 2021-03-15]. Dostupné z: <https://www.oreilly.com/library/view/diy-satellite-platforms/9781449312756/ch01s05.html>

[13] NI USB-6001. Ni.com [online]. 2014 [cit. 2021-5-3]. Dostupné z: <https://www.ni.com/pdf/manuals/374369a.pdf>

[14] Napájecí spínaný zdroj 300W 12V s aktivním chlazením. Rd-shop.cz [online]. [cit. 2021-5-20]. Dostupné z: <https://www.rd-shop.cz/www-rd-shop-cz/eshop/7-1-LED-napajeci-zdroje/-4-/5/369-Napajeci-spinany-zdroj-300W-12V-s-aktivnim-chlazenim>

Přílohy na CD

1. Výkresy.zip – výrobní výkresy všech součástí speciálního přípravku a uchycení do komory.
2. Model.zip – 3D modely přípravku a uchycení v komoře v programu Siemens NX.
3. LabVIEW.zip – monitorovací a ovládací systém pro odplyňovací test.