

Měření teplotní vodivosti pryží

The measurement of a thermal
diffusivity of rubbers

Antonín Procházka

Diplomová práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Vložit oficiální zadání diplomové/bakalářské práce

Na tomto místě bych chtěl poděkovat Ing. Petru Urbancovi, vedoucímu mé diplomové práce za cenné rady, odborné vedení a vytvoření příjemných podmínek při tvorbě této práce.

Prohlašuji, že jsem na celé diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

Ve Zlíně, 10. 05. 2005

.....

Antonín Procházka

Abstrakt

Tématem diplomové práce je měření teplotní vodivosti pryží.

Pryž je základním materiálem pro výrobu pneumatik, které jako celek odpovídají svojí strukturou kompozitům.

Teplotní vodivost spolu s tepelnou vodivostí definují chování jednotlivých materiálů při procesu sdílení tepla. Pro technickou praxi jsou hodnoty těchto parametrů nezastupitelné při hodnocení použití materiálu.

Práce popisuje základní teorii i metody měření zkoumaných veličin. Výsledné hodnoty a závislosti jsou uvedeny v praktické části diplomové práce.

The main object of this thesis is a measurement of thermal diffusivity of rubbers.

A rubber is the main material for a tire's production. The pneumatics by their structure are as a complex the same as composites.

A thermal diffusivity along with a thermal conductivity define each material's behavior in a process of a sharing warm. For a technical practice are funds of these parameters essential in a appreciation of a using materials.

The thesis describes the basic theory and methods of investigation quantity's measurement. Final funds and dependencies are stated in an analytical part of this thesis.

OBSAH

ÚVOD.....	6
1 TEORETICKÁ ČÁST.....	7
1.1 SDÍLENÍ TEPLA	7
1.1.1 Podmínky sdílení tepla	7
1.1.2 Sdílení tepla vedením	8
1.1.3 Sdílení tepla prouděním.....	10
1.1.4 Sdílení tepla sáláním.....	11
1.1.5 Okrajové podmínky Fourierovy rovnice	12
1.2 TEPELNÉ VLASTNOSTI	15
1.2.1 Měrné teplo.....	15
1.2.2 Teplotní vodivost.....	17
1.2.3 Tepelná vodivost	17
1.3 MĚŘENÍ TEPELNÉ VODIVOSTI.....	18
1.3.1 Stacionární metody	18
1.3.2 Nestacionární metody.....	20
1.3.3 Matematické modely	25
1.4 MĚŘENÍ TEPLITNÍ VODIVOSTI	26
1.4.1 Měření teplotní vodivosti pomocí termostatů.....	26
1.4.2 Měření teplotní vodivosti metodou LIST	27
1.4.3 Měření teplotní vodivosti přístrojem ISOMET 2104	28
1.5 KOMPOZITY.....	29
1.5.1 Metoda RTM (Resin Transfer Moulding)	31
1.5.2 Metoda RI (Resin Infusion).....	33
1.5.3 Pultruze (metoda tažení profilů)	34
1.6 GUMÁRENSKÉ SMĚSI.....	35
1.7 NELINEÁRNÍ REGRESNÍ MODEL.....	38
1.7.1 Statická analýza nelineární regrese.....	39
1.7.2 Grafická analýza reziduí.....	40
2 PRAKTICKÁ ČÁST.....	42
2.1 STANOVENÍ CÍLŮ A METODIKA PRÁCE	42
2.2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	43
2.2.1 Použité pomůcky a přístrojové vybavení.....	43
2.2.2 Měřené vzorky.....	43
2.2.3 Popis měřicího přístroje.....	44
2.2.4 Materiály vhodné na teplotní rozhraní.....	45
2.2.5 Postup měření a vyhodnocení.....	46
2.2.6 Naměřené hodnoty vzorků A – I	48
2.2.7 Metodika hodnocení naměřených vzorků.....	52
2.3 DISKUSE VÝSLEDKŮ	53
ZÁVĚR.....	57
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	58
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	61
SEZNAM OBRÁZKŮ.....	63
SEZNAM TABULEK	64
SEZNAM PŘÍLOH.....	65

ÚVOD

Přez je materiál, který prodělal ve 20. století značný vývoj. Od původních pionýrských použití přírodních kaučukových latexů se hlavně vynálezem pneumatiky a bouřlivým rozvojem automobilismu stal gumárenský ale i plastikářský průmysl producentem obrovského množství velkosériově vyráběných dílců, profilů a součástí pro celé strojírenské obory od automobilů po domácí spotřebiče.

Přez je směs materiálů specifického charakteru, které musí naprosto přesně splňovat účel použití. Proto jednotlivé složky této směsi prochází neustálým vývojem.

Pneumatiku - hlavní a nejrozšířenější produkt gumárenského průmyslu – tvoří přez spolu s nosným materiálem kordem, takže svou strukturou odpovídá popisu kompozitu.

Kompozity jsou zcela nové materiály vhodně kombinující vlastnosti jednotlivých surovin. K intenzivnímu vývoji kompozitů došlo za 2.světové války z potřeby nalezení nových materiálů, aby se při snížení hmotnosti výrazně zvýšily užité vlastnosti a ušetřily cenné suroviny. Tento progresivní materiál dnes nachází stále širší uplatnění ve stále zvyšujícím se počtu oborů.

U všech průmyslově využívaných materiálů a tedy i jejich kombinace – kompozitů – je obecně nutné sledovat jejich chování, jak při vývoji, tak v provozu.

Tyto materiály jsou charakteristické hlavně průběhem procesu sdílení tepla. Tento termický děj napomáhá určit správnou volbu pro konkrétní určení materiálu i určení výrobní technologie a tím i optimalizovat výrobní náklady. Tyto náklady je žádoucí velmi dobře sledovat následně i ve výrobní praxi z hlediska prosperity a flexibility podniku v tržních podmínkách. Proces sdílení tepla je také důležitý při posuzování volby prostředí, ve kterém bude vyrobený materiál užíván.

Sdílení tepla u tuhých látek sledujeme pomocí konstant teplotní a tepelné vodivosti, které jsou charakteristické pro každý materiál, tímto dějem procházejícím.

Znalost metod a modelů pro zjišťování těchto parametrů jsou tedy nezbytné ve vývoji i praxi. Proto jsou některé z nich uvedeny v této práci, která se zabývá měřením teplotní vodivosti přezí nestacionární metodou.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Sdílení tepla

1.1.1 Podmínky sdílení tepla

Přenos tepelné energie je podmíněn elementárním předpokladem, že existuje rozdíl teplot. Teprve je-li tato podmínka splněna, dochází k procesu sdílení tepla.

Pro posouzení rozdílu teplot jsou rozhodující následující ukazatele - teplotní pole a teplotní gradient.

Teplotní pole

Teplota ve sledovaném prostředí může být obecně funkcí místa (tj. v prostoru souřadnic x , y , z) a času τ :

$$t = f(x, y, z, \tau) \quad (1)$$

Teplotní pole může být obecně proměnné s časem - nestacionární nebo nezávislé na čase - stacionární.

Podle závislosti na počtu souřadnic x , y , z , může být teplotní pole jednorozměrné, dvojrozměrné nebo třírozměrné [1].

Teplotní gradient

Teplotní gradient je definován pro dvě isothermní plochy lišící se teplotou o Δt při kolmé vzdálenosti mezi nimi dx výrazem [1, 10]:

$$\lim_{x \rightarrow 0} \frac{\Delta t}{\Delta x} = \frac{dt}{dx} \quad (2)$$

Sdílení tepla probíhá třemi základními mechanismy a to buď jen některým z nich nebo jejich kombinací:

kondukcí (vedení), konvekcí (proudění), radiací (sálání, vyzařování).

1.1.2 Sdílení tepla vedením

Sdílení tepla vedením je zprostředkováno vzájemnými srážkami stavebních částic hmoty (atomy a molekuly). Tím si vzájemně předávají kinetickou energii, což se navenek projevuje vedením tepla a při neustálenosti procesu i změnou teploty [10].

Kinetická energie může vznikat dvěma způsoby. První je způsoben vibracemi přenášejícími se strukturou látky, druhý je způsoben volnými elektrony, které látkou procházejí.

Z definice teplotního pole plyne, že sdílení tepla vedením dělíme na [1]:

- stacionární vedení tepla
- nestacionární vedení tepla

Kondukce se vyskytuje přednostně u pevných těles, pokud v nich existuje rozdíl teplot, ale také u tekutin a plynů za předpokladu, že jsou makroskopicky v klidu.

Konkretizujme tedy sdílení tepla vedením v tuhých látkách.

Pro tento druh sdílení tepla jsou hlavními popisnými konstantami součinitel tepelné vodivosti λ - jde o konstantu úměrnosti, která je dána fyzikálními vlastnostmi látky - a konstanta a , která je nazývána teplotní vodivostí a dává nám obraz o tepelných vlastnostech dané soustavy.

Pomocí veličin tepelné vodivosti a teplotního gradientu (2), popisuje Fourierův zákon hustotu tepelného toku a současně kvantitativně popisuje sdílení tepla vedením. Má tento tvar:

$$\vec{q} = -\lambda \nabla T \quad (3)$$

kde: $\vec{q}$ vektor hustoty toku tepla ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$)
 ∇T gradient teploty ($\text{K} \cdot \text{m}^{-1}$)
 λ tepelná vodivost ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Hustota tepelného toku je úměrná teplotnímu gradientu a součiniteli tepelné vodivosti λ .

Pokud rozepíšeme Fourierův zákon do složek x, y, z bude mít tvar:

$$\vec{q} = -\lambda \left(\frac{\partial T}{\partial x} \vec{i} + \frac{\partial T}{\partial y} \vec{j} + \frac{\partial T}{\partial z} \vec{k} \right) \quad (4)$$

Vektor hustoty toku tepla má opačnou orientaci než gradient teploty a proto má opačné znaménko.

Teplotní vodivost a je definována takto:

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (5)$$

kde:	a	teplotní vodivost	$(\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$
	ρ	hustota	$(\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$
	c_p	měrná tepelná kapacita	$(\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$

Tuhé látky můžeme rozdělit dle jejich tepelné vodivosti na vodivé látky (kovy), nekovové látky (dielektrika) a látky s izolační schopností.

Vodivé látky (kovy) – tyto látky vedou teplo v důsledku volných elektronů, pohybujících se v kovech. Ty jsou příčinou jejich vysoké tepelné i elektrické vodivosti.

Nekovové látky – tepelná vodivost roste s teplotou

Látky s izolační schopností – tepelná vodivost je zde závislá na pórovitosti a vlhkosti. Plyn má totiž obvykle mnohem menší tepelnou vodivost než tuhá látka. Čím větší je rozdíl tepelných vodivostí, tím vyšší má daná látka izolační schopnosti.

1.1.3 Sdílení tepla prouděním

Základem sdílení tepla prouděním je pohyb prostředí tj. proudění tekutin a jejich kontakt s okolními tuhými látkami resp. tuhými stěnami s odlišnou teplotou. Tekutiny tuhým látkám tepelnou energii předávají, je-li jejich teplota vyšší. Tekutiny tepelnou energii z povrchu tuhé látky odvádějí, je-li jejich teplota nižší, než je teplota tuhých látek.

Konvektivní přestup tepla se odehrává v blízkosti povrchu tuhé látky – teplosměnného povrchu, ale i u povrchu – hladiny kapaliny. V bezprostřední blízkosti nepohyblivého teplosměnného povrchu je předpokládána prakticky nehybná vrstvička tekutiny, kde je teplo přenášeno pouze vedením. Dále od teplosměnného povrchu je tzv. laminární podvrstva proudící tekutiny. Ta vyvolává podélné proudění u stěny i příčné proudění od stěny i ke stěně, spojené s více či méně intenzivním promícháváním celého objemu tekutiny.

Konvekcí je zajištěn přenos tepelné energie od teplosměnné plochy do jádra tekutiny, přesněji do objemu tekutiny, kam konvekcí vyvolané proudění zasahuje.

Proudění tekutiny je přirozené (volné) nebo nucené.

Přirozené proudění – jeho základem je pouze rozdíl teplot tekutiny v různých částech prostoru, což má za následek rozdíly v hustotě tekutin. Tímto způsobená difference hydrostatického tlaku v gravitačním poli Země potom vyvolává v první řadě vertikální proudění – chladná tekutina s vyšší hustotou proudí směrem dolů, naopak teplejší tekutina s nižší hustotou proudí směrem vzhůru. Příkladem je přirozená cirkulace vzduchu ve vytápěné místnosti, komínový tah, cirkulace kapaliny v nádobě s vyhřívaným dnem nebo stěnami.

Nucené proudění – je vyvoláno dodávkou mechanické energie tekutině např. čerpadlem, míchadlem, ventilátorem. Nucené proudění je využíváno tam, kde musí být přestup tepla intenzivní. Při některých procesech je viskozita kapalin vysoká (zpravidla během odpařování zahušťovaných roztoků, odpařovací krystalizaci nebo při ochlazovací krystalizaci), kdy při dalším odpařování rozpouštědla nebo chlazení roztoku viskozita

kapaliny či vznikající suspenze dále stoupá. Pak je přirozená cirkulace roztoku příliš nízká pro vysoké ztráty energie v proudící kapalině a intenzita přestupu tepla prudce klesá.

Za předpokladu přirozeného proudění, které je méně intenzivní než proudění nucené, je síla laminární podvrstvy velká, příčný pohyb tekutiny je pomalejší a přestup tepla je nízký. Při nuceném proudění je tomu naopak [10].

1.1.4 Sdílení tepla sáláním

Při sdílení tepla sáláním je energie předávána tepelným zářením, které je určeno teplotou zářícího tělesa. Pojmem tepelné záření rozumíme elektromagnetické vlnění, které se ve vakuu šíří rychlostí světla a jehož vlnové délky jsou v intervalu 0,3 až 40 μm [2].

Šíření elektromagnetického záření není vázáno na hmotné prostředí, šíří se i ve vakuu. Pro šíření infračerveného záření platí zákony odrazu, lomu a pohlcování obecně platné pro elektromagnetické záření. Při dopadu záření na fázové rozhraní dochází k odrazu záření R (reflexi), pohlcování záření A (absorpci) v druhém prostředí a průchodu záření druhým prostředím D .

Je-li množství zářivé energie dopadající na fázové rozhraní rovno jedné, pak platí rovnice:

$$R + A + D = 1 \quad (6)$$

Pro teoretické řešení mezních situací pro odraz, absorpci a průchod záření určitým prostředím je ve fyzice zaveden pojem absolutně černého tělesa, pro které platí, že veškerá energie záření je jím absorbována:

$$A = 1, R = D = 0 \quad (7)$$

Tuhá tělesa absorbují energii záření libovolných délek. Naopak plyny absorbují energii záření jen v přesně vymezených rozmezech vlnových délek.

Při výměně tepla mezi pevným a plynným prostředím se většinou uplatňuje současně proudění i sálání tepla [10].

V technické praxi se obvykle vyskytují všechny tři druhy sdílení tepla současně. Hovoříme-li tedy např. o čisté tepelné kondukci předpokládáme, že tepelné toky sáláním a konvekcí jsou tak malé, že je lze v daném případě zanedbat.

1.1.5 Okrajové podmínky Fourierovy rovnice

Podmínku jednoznačnosti zahrnují:

- 1) geometrický tvar a rozměry tělesa
- 2) fyzikální vlastnosti tělesa
- 3) časové či počáteční podmínky, charakterizující rozložení teplot v tělese v počátečním časovém okamžiku při nestacionárním ději
- 4) hraniční podmínky, které charakterizují vzájemné působení tělesa s okolním prostředím

Geometrický tvar a rozměry tělesa ad 1) charakterizují objekt, ve kterém proces vedení tepla probíhá [2].

Fyzikální vlastnosti tělesa ad 2) jsou např. součinitel tepelné vodivosti, měrné teplo, hustota aj.

Počáteční podmínky ad 3) jsou nepostradatelné při nestacionárním ději, dále jsou obsaženy v podmínkách zákona rozdělení teploty uvnitř tělesa v počátečním čase $t = 0$, pak lze říci:

$$t = f(x, y, z) \quad (8)$$

Hraniční podmínky ad 4) – rozlišujeme čtyři druhy :

hraniční podmínku I. druhu:

při nich je dáno rozložení teploty na povrchu tělesa t_p pro každý časový okamžik:

$$t_p = f(x, y, z, \tau) \quad (9)$$

hraniční podmínku II. druhu:

u těchto je dáno rozložení plošné hustoty tepelného toku na povrchu tělesa q_p pro každý časový okamžik:

$$q_p = f(x, y, z, \tau) \quad (10)$$

hraniční podmínku III. druhu:

při nich se udává teplota okolního prostředí a charakter přestupu tepla mezi prostředím a tělesem. Složitý děj přestupu tepla mezi tekutinou a tělesem se pro výpočty zjednodušuje přehledným Newtonovým zákonem:

$$q = \alpha (t_p - t_f) \quad (11)$$

kde:	q	plošná hustota tepelného toku (mezi povrchem tělesa a tekutinou)	$(W.m^{-2})$
	t_p	teplota povrchu tělesa	$(^{\circ}C)$
	t_f	teplota tekutiny	$(^{\circ}C)$
	α	součinitel prostupu tepla	$(W.m^{-2}.K^{-1})$

Z Newtonova zákona lze odvodit α , pro které je nutno nadefinovat povrch tělesa a rozdíl teplot [3].

Podle zákona o zachování energie musí být teplo, předané konvekcí z tekutiny povrchu tělesa, rovno teplu předaného z povrchu dovnitř tělesa vedením:

$$\alpha(t_p - t_f) = -\lambda_{st} \left(\frac{\partial t}{\partial n_k} \right)_{st} \quad (12)$$

kde:	n_k	normála k povrchu tělesa	(m)
	λ_{st}	součinitel tepelné vodivosti stěny	$(W.m^{-1}.K^{-1})$

hraniční podmínku IV. druhu:

této podmínky používáme při přenosu tepla mezi dvěma tělesy, která se navzájem dotýkají, přičemž předpokládáme ideální dotyk, takže teploty povrchů obou těles v místě dotyku jsou stejné:

$$t_{p1} = t_{p2} \quad (13)$$

Předpokládejme, že tepelný tok jednotlivými povrchy těles bude stejný, pak platí:

$$\lambda_1 \left(\frac{\partial t_1}{\partial n} \right)_{st} = \lambda_2 \left(\frac{\partial t_2}{\partial n} \right)_{st} \quad (14)$$

S použitím výše uvedených hraničních podmínek můžeme diferenciální rovnici vedení tepla v konkrétním případě řešit.

1.2 Tepelné vlastnosti

Do oblasti, která charakterizuje tepelné vlastnosti se řadí především materiálové konstanty jako je měrné teplo, teplotní a tepelná vodivost a také teplotní objemová roztažnost daného materiálu.

Teplota, zvláště u polymerních materiálů, často ovlivňuje strukturní vlastnosti těchto materiálů. Mnohdy způsobuje změnu základních mechanických a deformačních vlastností jako je elasticita, pevnost, tažnost, tvrdost, trvalá deformace nebo se mění optické či elektrické vlastnosti.

1.2.1 Měrné teplo

Měrné teplo nebo také měrná tepelná kapacita c je definováno jako množství tepla Q potřebného k ohřátí 1 kg látky o 1 teplotní stupeň [18].

$$Q = m \cdot c \cdot \Delta T \quad (15)$$

kde:	c	měrná tepelná kapacita	$(\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$
	Q	množství tepla	(J)
	m	hmotnost	(kg)
	ΔT	rozdíl teplot	(K)

Vzhledem k tomu, že se měrné teplo mění s teplotou, uvádí se, pro jaký rozsah teplot nebo teplotu naměřená hodnota platí. Materiály, které si udržují určité procento vlhkosti, je nutné před měřením nejdříve vysušit. U plastických hmot, které obsahují monomer nebo plnivo, je pak nutné určit složení.

Měření měrného tepla se provádí kalorimetricky. Kalorimetr je tepelně izolovaná nádoba, ve které zkoumané látce dodáme známé množství tepla dQ . Nedochozí-li při dodání tepla v kalorimetru k žádnému jinému ději (např. k fázovým přeměnám, chemickým reakcím apod.) než k oteplování zkoumané látky, můžeme pak měrné teplo vyjádřit ze vztahu (15).

Vztah (15) odpovídá pouze ideálnímu případu, kdy veškeré teplo dQ přejde pouze na zkoumanou látku. Reálně se vždy část tepla, které bylo dodáno do kalorimetru, spotřebuje na ohřátí jeho součástí, např. nádoby, míchadla, teploměru apod. a část se také odvede do prostředí obklopující kalorimetr, protože tepelná izolace kalorimetru nemůže být ideálně adiabatická.

Teplo spotřebované na ohřátí kalorimetru a jeho jednotlivých součástí vystihneme, zavedeme-li do kalorimetrických výpočtů tepelnou kapacitu kalorimetru. Tuto označujeme K ($J.K^{-1}$).

Tepelná kapacita soustavy závisí na druhu látek, z nichž se soustava skládá, na její hmotě a na podmínkách, ve kterých se nachází, předáváme-li jí teplo. Pro přesná a spolehlivá stanovení tepelných kapacit se využívají adiabatické kalorimetry. Zde je výměna tepla s okolím zmenšena na minimum snížením koeficientu přestupu tepla (např. vakuovým pláštěm) a udržováním velmi malého (nulového) teplotního rozdílu mezi vlastním kalorimetrem a okolím, které tvoří regulovaný adiabatický plášť. Přesnost a reprodukovatelnost měření závisí na měřeném systému a na teplotě měření. Kvalitní aparatury, používané v této oblasti, měří v optimálním případě s přesností až $\pm 0,05 \%$ [4].

Tepelné ztráty při měření měrného tepla se eliminují vyrovnáním počáteční teploty s teplotou laboratoře.

Pokud tato podmínka není dosti přesně splněna, nebo trvá-li měření měrného tepla delší dobu, je nutné tepelné ztráty uvažovat a získané experimentální výsledky vhodným způsobem korigovat.

1.2.2 Teplotní vodivost

Teplotní vodivost je veličina nenahraditelná v popisu vlastností zkoumané soustavy. Stanovení teplotní vodivosti u gumárenských směsí je důležité z hlediska následné volby jejich aplikace.

Součinitel teplotní vodivosti α udává, jak rychle se vyrovná teplotní rozdíl na dvou protilehlých stěnách krychle o hraně 1 m. Je definován jako poměr tepelné vodivosti k měrnému teplu vztaženému na jednotku objemu [5]. Platí zde vztah (5).

Teplotní vodivost α je udávána v jednotkách $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Tento součinitel je specifický pro každý materiál.

1.2.3 Tepelná vodivost

Izolační schopnost materiálů je nejjednodušeji charakterizována konstantou - tepelnou vodivostí λ . Tepelná vodivost λ je fyzikálním parametrem látky, který závisí na chemickém složení, vlhkosti, tlaku, teplotě a také hustotě zkoumané látky. Tepelná vodivost je definována Fourierovým vztahem (3).

Tepelná vodivost hmoty, jakožto její schopnost vést teplo, udává množství tepla, které projde při ustáleném stavu zkoušenou deskou jednotkové plochy a tloušťky za 1 s při teplotním gradientu $1 \text{ K} \cdot \text{m}^{-1}$ [8].

Teplotní vodivost λ je tedy uváděna v jednotkách $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Jak bylo uvedeno dříve, můžeme podle tepelné vodivosti dělit materiály na:

- kovy - zde se λ pohybuje v rozmezí od 2 do $418 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
- nekovy
- látky s izolační schopností - zde se λ pohybuje v rozmezí od 0,023 do $2,9 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ a za tepelně izolační materiály se považují ty, kde $\lambda < 0,25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [1]

Veškeré heterogenní příměsi mohou tepelnou vodivost značně změnit. Lze říci, že se zvyšující se rozdílností složek klesá tepelná vodivost materiálu. Příkladem můžou být porézní materiály, amorfni polymer atd.

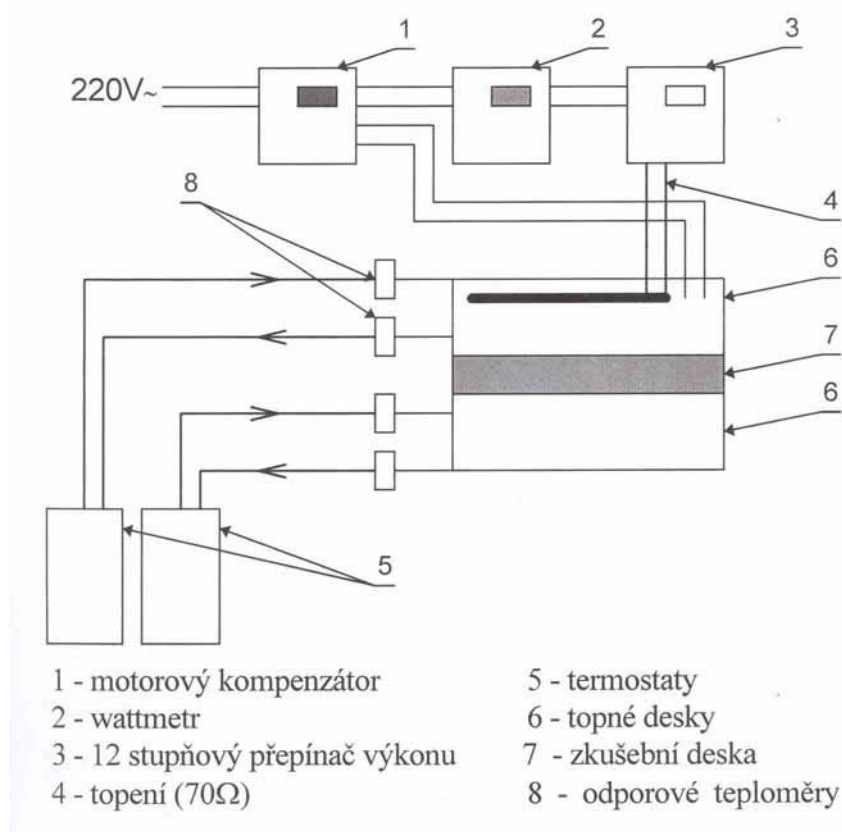
1.3 Měření tepelné vodivosti

Zjišťování součinitele tepelné vodivosti lze provést v podstatě několika způsoby, které jsou především určeny tepelným režimem, v němž se dané měření uskutečňuje. Nejčastěji se měření provádí ve stacionárním nebo nestacionárním režimu. Pro každý z těchto způsobů bylo vypracováno několik konkrétních metod, které se úspěšně používají v praxi. Obecně lze říci, že pro materiály dobře tepelně vodivé postačí stacionární metody a pro tepelné izolanty jsou vhodnějšími metodami metody nestacionární. V praxi se stacionární metoda používá např. pro měření tepelné vodivosti stavebních materiálů.

1.3.1 Stacionární metody

Při stacionárním vedení tepla, není teplota funkcí času, ale jen souřadnic. Nejjednodušší případ, který se v teorii vedení tepla vyskytuje, je jednorozměrné stacionární vedení tepla rovinnou deskou.

Při stacionárním měření koeficientu tepelné vodivosti se obvykle používá komerčně vyráběný přístroj podle Bocka, jehož schéma je na následujícím vyobrazení:



Obr. 1. Schéma přístroje pro měření tepelné vodivosti dle Bocka

Podstata měření při této metodě je v tom, že se zkušební těleso vloží mezi dvě temperované desky přístroje. Za ustáleného stavu teplot obou desek, z nichž horní má teplotu o 5°C až 10°C vyšší než deska dolní, se měří kolmý průtok tepla zkušebním tělesem o známé tloušťce.

Nevýhodou stacionárních měřících metod je časová náročnost měření a nutnost stanovit tepelnou vodivost jen suchých materiálů. V tomto případě se pak přesnost měření pohybuje kolem 1 %. S růstem obsahu vlhkosti v měřeném materiálu se přesnost měření zhoršuje [7].

Při měření vzorků gumárenských vulkanizátů i jiných materiálů se v praxi ukázalo, že tato přesnost může být využita a splněna pouze tenkrát, jsou-li plochy vzorků dokonale rovné. Jakákoliv nerovnost zařazuje k tepelnému odporu vzorku tepelný odpor vzduchové mezery a podstatně ovlivňuje naměřené hodnoty.

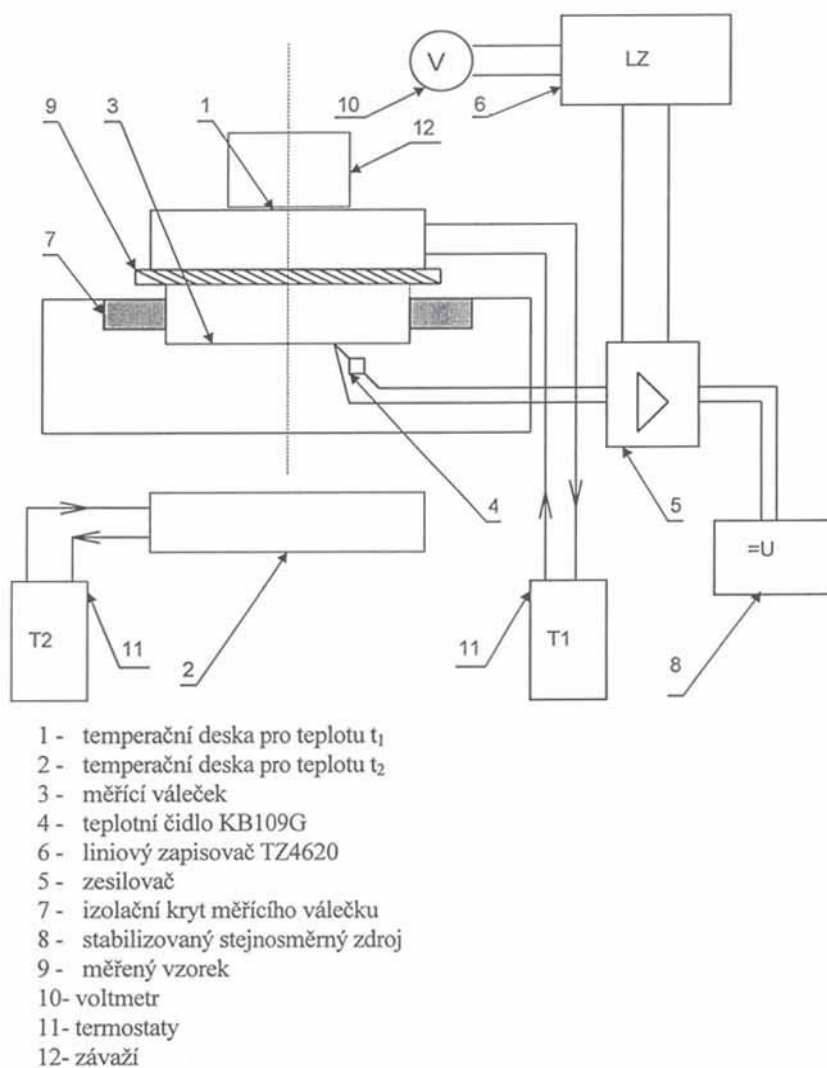
1.3.2 Nestacionární metody

V současné praxi se začínají postupně uplatňovat metody založené na neustáleném toku tepla mající řadu výhod. Mezi tyto výhody patří především krátká doba měření, jednoduchost postupu a měřicího zařízení i možnost určení důležitého vlivu vlhkosti vzorků izolačních materiálů na jejich tepelnou vodivost.

U nestacionárního vedení tepla se teplota v určitém místě mění s časem. V praxi se nejčastěji setkáme s případem, kdy je teplo vedeno pouze v jednom směru. Teplota je tedy funkcí času a pouze jediné souřadnice.

Pro měření tepelné vodivosti byla sestrojena aparatura vycházející z Fitchova přístroje.

Blokové schéma této měřicí aparatury je následující:



Obr. 2. Schéma aparatury pro měření tepelné vodivosti nestacionární metodou

Hlavní část aparatury je blok 1 – temperovaná mosazná deska (1), jejíž teplota t_1 je udržována na konstantní hodnotě po celou dobu měření. Temperance je provedena pomocí termostatu T1. Neméně důležitou částí je měřicí váleček (3), který je teplotně izolovaný pomocí prstence z PUR (7).

Před vlastním začátkem měření je nutná temperance měřicího válečku a zkoušeného vzorku (9) na teplotu t_2 . Tuto temperaci nám zajišťuje blok 2- v pořadí druhá temperační deska (2) a termostat T2. Pro přesné snímání teploty na povrchu měřeného vzorku je k měřicímu válečku připojeno teplotní čidlo (4) a dále pak zesilovač (5). Tento zesilovač je napájen ze stabilizovaného zdroje stejnosměrného napětí (8).

Pro kontrolu nastaveného napěťového zesílení byl k zapisovači připojen voltmetr (10).

Zesílený napěťový signál je dále převeden na liniový zapisovač (6), který umožní získat grafický záznam časové závislosti teplotních změn v průběhu celého měření.

Tato aparatura byla sestavena podle Fitchova přístroje, avšak s několika změnami, kterými sledujeme zlepšení vlastností této měřicí metody.

Liniový zapisovač odstraní chybu ve vlastním vyhodnocení, způsobenou vizuálním sledováním diferenciálních teplot povrchu měřeného vzorku na galvanometru při původním řešení přístroje. Další zpřesnění přináší zapojení varikapu se zesilovačem. Toto zapojení odstraní kmitání zapisovače, způsobené zejména nepředpokládanými nárazy v síti. Konečný zápis teplotní závislosti je tedy, vzhledem k původnímu záznamu, přesnější [8].

Před měřením je měřicí váleček (3), spolu se vzorkem (9), vytemperován pomocí termostatu T2 na teplotu t_2 . Teplota měřicího mosazného válečku a vzorku je funkcí času τ . Počáteční teplota $t(0) = t_2$ (při srovnávacích měřeních se tato teplota pohybovala kolem 35°C). Doba temperance je ovlivněna tepelným odporem vzorků a pohybuje se v intervalu od 4 do 10 minut.

Teplota bloku 1 - temperační desky (1) - je po celou dobu měření udržována na konstantní hodnotě $t_2 = 25^\circ\text{C}$.

V okamžiku, kdy je měřicí váleček i vzorek vytemperován na teplotu t_2 , jsou k sobě měřicí váleček s blokem 1 - temperační deskou (1) - přiloženy a je také spuštěn posuv papíru zapisovače, přičemž měřený vzorek je umístěn mezi jejich styčné plochy.

Pomocí teplotního čidla je snímána změna teploty měřicího válečku až do vyrovnání teplot válečku i vzorku na hodnotu t_1 . Z grafického záznamu odečítáme výchylky vzhledem k rovnovážnému stavu, za předpokladu lineární závislosti mezi napětím a teplotou. Tyto výchylky v mm pak odpovídají určité teplotě. Počet bodů k vyhodnocení se lišil podle druhu vzorku a pohyboval se mezi 10 až 25.

Naměřená závislost se vyhodnocuje nelineární regresí, podle dále uvedeného matematického modelu pomocí programu MAREG, do kterého zadáváme počáteční odhady A' . V tabulkách jsou uváděny směrodatné odchylky odhadu A_1 . V nich jsou zahrnuty také ztráty. Vzhledem k jejich velikosti je chyba v uváděných odchylkách zanedbatelná.

Tloušťky jednotlivých vzorků byly změřeny pomocí běžně dostupného mikrometru. V případě nerovností povrchů vzorků byla tato odstraněna nanesením vyrovnávací vrstvy hliníkové pasty. Tepelná kapacita této vyrovnávací vrstvy je vzhledem k tepelné kapacitě měřicího válečku zanedbatelná.

Vlastní měření jednotlivých vzorků bylo provedeno tak, abychom dosáhli včetně temperační desky (1) tlaku $9,807 \cdot 10^3 \text{ Pa}$, který je způsoben zatížením $100 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2}$. Hodnota tlaku je potřebná pro dosažení dostatečného kontaktu mezi styčnými plochami přístroje a měřeným vzorkem [9].

Tato přitlačná síla byla převzata na základě předchozích měření na stejné aparatuře.

Pro odvození matematického modelu popisující závislost teploty měřicího válečku na čase vycházíme z následující bilance tepla.

$$-K_1 \frac{dt}{d\tau} = \frac{S\lambda(t-t_1)}{\delta} + B(t-t_1) \quad (16)$$

$$0 < \tau < \infty$$

$$t_2 = t(0) = 35^\circ\text{C}$$

kde:	K_1	tepelná kapacita měřicího válečku	(J.K^{-1})
	S	plocha vzorku	(m^2)
	λ	tepelná vodivost	$(\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1})$
	t	snímaná teplota měřicího válečku	$(^\circ\text{C})$
	t_1	teplota temperační desky (1)	$(^\circ\text{C})$
	t_2	počáteční teplota měřicího válečku	$(^\circ\text{C})$
	δ	tloušťka vzorku	(m)
	B	koeficient teplotních ztrát	$(\text{J.K}^{-1}.\text{s}^{-1})$
	τ	čas	(s)

pro B platí:

$$B = \alpha.S_z \quad (17)$$

kde:	α	koeficient přestupu tepla	$(\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1})$
	S_z	plocha, na níž dochází ke ztrátám	(m^2)

Pravá strana rovnice (16) představuje tok tepla přes hmotu vzorku bloku 1 do měřicího válečku. Zde jsou započítány i ztráty tepla vzniklé přirozeným proděním vzduchu kolem měřicího přístroje.

Levá strana rovnice (16) představuje akumulaci tepla v měřicím válečku prezentovanou jako jeho časovou změnu teploty.

Rovnice (16) je homogenní diferenciální rovnice prvního řádu. Jejím řešením je rovnice (18):

$$t = t_1 - (t_1 - t_2) \cdot \exp(-(A_1 + A_2) \cdot \tau) \quad (18)$$

kde pro A_1 a A_2 platí vztahy:

$$A_1 = \frac{S\lambda}{\delta K_1} \quad (19)$$

$$A_2 = \frac{B}{K_1} \quad (20)$$

Celé zařízení je konstruováno tak, aby ztráty byly co nejmenší. Proto je také nastavení teploty t_1 koncipováno tak, aby se tato teplota pohybovala v oblasti teploty, která je srovnatelná s okolní teplotou v laboratorní místnosti.

Měření byla prováděna z teploty 35°C na teplotu 25°C. Teplota laboratorní místnosti byla také 25°C. S touto podmínkou je tvořen i matematický model, který je odvozen za předpokladu, že se teplota ustálí rovná teplotě v laboratoři.

Odchylka hodnot vypočtených podle modelu a skutečně naměřených hodnot byla maximálně $\pm 0,05^\circ\text{C}$, což odpovídá přesnosti použitých zařízení (termostaty, termočlánek, voltmetr, grafický výstup zapisovače).

Vlastní vyhodnocení součinitele tepelné vodivosti se provádělo nelineární regresí podle matematického modelu pro uvedenou aparaturu [11].

Zlepšení dosavadního způsobu spočívá v převodním systému ADAM tvořeného snímačem ADAM 4018 a převodníkem ADAM 4520. Převáděcí systém převádí snímané napětí na teplotu a tento upravený signál přes komunikační port do počítače. V počítači je signál zobrazován ve formuláři modul ControlWeb2000, který je schopen signál uložit do souboru DBF se kterým je možno dále pracovat [12].

Výhoda tohoto způsobu spočívá ve snadnějším zpracování dat.

1.3.3 Matematické modely

Matematické modely slouží k teoretickému odhadu tepelné vodivosti. Vychází se z vlastností jednotlivých složek kompozitních materiálů.

Model paralelního zapojení odporu

Tento model vychází ze souvislosti mezi sdílením tepla vedením a vedením elektrického proudu. Z této souvislosti vyplývá vztah určený pro výpočet odhadu tepelné vodivosti kompozitu λ_c z objemových zlomků výztuže v_1 a matrice v_2 , tepelné vodivosti výztuže λ_1 a tepelné vodivosti matrice λ_2 :

$$\lambda_c = \lambda_1 \cdot v_1 + \lambda_2 \cdot v_2 \quad (21)$$

Tento model paralelního zapojení odporu teoreticky odpovídá vodivosti kompozitu při sdílení tepla podél vláken, poněvadž toto geometrické uspořádání odpovídá teoretickému odvození tohoto modelu [13].

Model sériového zapojení odporu

Model je analogický se sériovým zapojením elektrických odporů. Z toho vyplývá vztah vhodný pro výpočet odhadu tepelné vodivosti kompozitu λ_c z objemových zlomků výztuže kompozitu v_1 a matrice v_2 , tepelné vodivosti výztuže λ_1 a tepelné vodivosti matrice λ_2 .

$$\lambda_c = \left(\frac{v_1 + v_2}{\lambda_1 + \lambda_2} \right) \quad (22)$$

Tento model sériového zapojení odporu odpovídá měření kompozitů kolmo na vlákna jen s tou odchylkou, že složky kompozitů nemají rovinný tvar kolmý na směr sdílení tepla a navíc matrice je v kompozitu kontinuálně spojena [13].

Maxwellův vztah

$$\lambda_c = \frac{\lambda_1 + \lambda_2 - (\lambda_1 - \lambda_2) \cdot v_2}{\lambda_1 + \lambda_2 + (\lambda_1 - \lambda_2) \cdot v_2} \cdot \lambda_1 \quad (23)$$

Tento model je upraven pro válcové útvary orientované kolmo na směr vedení tepla [14].

1.4 Měření teplotní vodivosti

Podobně jako pro měření tepelné vodivosti jsou i pro teplotní vodivost popsány metody měření, které se používají s úspěchem v praxi.

1.4.1 Měření teplotní vodivosti pomocí termostatů

Měření teplotní vodivosti je popsáno v normě ČSN 640142 pomocí Pykova-Stahlanova přístroje.

Další metodou stanovení teplotní vodivosti je tzv. metoda a – kalorimetru v regulárním režimu 1. druhu. Zkušební těleso, vytemperované na určitou teplotu, se přemístí do temperanční lázně jiné teploty (měrné temperanční lázně) a vyhodnocuje se průběh změny teploty středu zkušebního tělesa. Po dosažení poloviny celkové změny je možné považovat logaritmus rozdílu teploty okamžité a ustálené na konci pokusu za lineární funkci času (toto stadium označujeme za regulární stav 1.druhu) [6].

Pro provedení zkoušky je nutné určité přístrojové vybavení. Toto vybavení zahrnuje dva kapalinové termostaty, diferenciální termočlánek, jehož jeden spoj je ve středu zkušebního tělesa a druhý v měrné temperanční lázni. Termočlánek je zhotoven z materiálů s rozdílnou tepelnou vodivostí. Těmito materiály může být železo a konstantan. Mezi další přístroje patří liniový zapisovač s možností lineárního posuvu registračního papíru a mikrometr.

Při zkoušce se zkušební těleso, včetně termočláneku, vloží do termostatu pro vytemperování před měřením do ustálení teploty. Pak se zkušební těleso přeneso co nejrychleji do měrné temperanční lázně a současně se zapne registrace spuštěním posuvu registračního papíru zapisovače. Zápis se ukončí po vyrovnání teplot zkušebního tělesa a měrné temperanční lázně, kterému odpovídá ustálená minimální výchylka zapisovače.

Ze záznamu se odečte hodnota x_0 , odpovídající ustálenému stavu na konci pokusu a také hodnoty x_t příslušející časům τ . Z těchto hodnot se stanoví regresní analýzou směrnice a_5 (s^{-1}) přímkové závislosti dané vztahem:

$$\log(x_t - x_0) = u + a_5 \cdot \tau \quad (24)$$

Teplotní vodivost se poté stanoví ze směrnice a_5 a konstanty K závislé na tvaru a rozměrech zkušební tělesa.

$$a = K \cdot a_5 \quad (25)$$

Měření touto metodou se provádí za předpokladu, že teplotní vodivost hodnoceného materiálu je ve zvoleném rozsahu teplot konstantní. Stanovení teplotní vodivosti touto metodou nelze provádět při velkých odchylkách od tohoto předpokladu (např. při teplotách blížících se bodu tání). V oblastech, kde je teplotní závislost teplotní vodivosti dosti výrazná, je vhodné volit menší interval teplot mezi lázněmi.

1.4.2 Měření teplotní vodivosti metodou LIST

Pro stanovení teplotní vodivosti v zesílených kaučukovitých kompozitech se používá metoda LIST (Linear Increase of Surface Temperature – metoda zvýšení teploty povrchu) [15]. Tato metoda byla vyvinuta Slovenskou technologickou univerzitou a využívá se v průmyslu.

Rovnice teplotní vodivosti měřená pomocí metody LIST má následující formu:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = a_x \frac{\partial T}{\partial t} \quad (26)$$

kde a_x je definováno jako:

$$a_x = \frac{\lambda_x}{\rho \cdot c_p} \quad (27)$$

kde a_x je teplotní vodivost ve směru kolmém na vyhřívaný povrch a povrch vzorku [16], T je teplota, t je čas, ρ je hustota, c_p je měrná tepelná kapacita a λ_x je tepelná vodivost ve směru kolmém na vyhřívaný povrch a povrch vzorku.

Počáteční a okrajové podmínky, jsou následující:

$$\begin{aligned} T(x,0) &= f(x); 0 < x \leq h; t = 0 \\ T(0,t) &= f(t) = b_0 + b_1 t; x = 0; t > 0 \\ \frac{\partial T}{\partial x} &= 0; x = h; t > 0 \end{aligned} \quad (28)$$

kde h je polovina šířky vzorku desky, b_0 a b_1 jsou konstanty aktuálního nastavení přístroje. Ve výpočtu první hodnota výstupu $\alpha=f(x)$, funkce $f(x)$ má hodnotu stejnou jako počáteční hodnota vzorku.

Rovnice (26) je řešena numericky pomocí explicitní konečné diferenční metody, z naměřených hodnot teplotní vodivosti v různých teplotách, PC softwarem [16].

1.4.3 Měření teplotní vodivosti přístrojem ISOMET 2104

Přístroj ISOMET 2104 firmy Applied Precision je schopen změřit součinitel teplotní vodivosti ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) v reálném čase. Měření je prováděno nestacionárním způsobem a to metodou tepelných impulsů s použitím plošných nebo vpichových měřících sond. Tento přístroj se využívá také pro stanovení tepelné vodivosti ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), objemové měrné tepelné kapacity ($\text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$) a teploty ($^{\circ}\text{C}$) [17].

1.5 Kompozity

Kompozity můžeme obecně definovat takto.

Jakýkoli materiál, který není čistá látka a obsahuje více než jednu složku, může být teoreticky klasifikován jako kompozitní materiál [19].

Z toho plyne, že kompozit může být označován jako kombinace dvou a více materiálů, kdy jedna složka nahrazuje nedostatek složky druhé.

Nedostatkem předešlých definic je to, že do kompozitů jsou zahrnuty všechny materiály, proto lze z technického hlediska odvodit daleko přesnější definici.

Kompozit je každý materiálový systém, který je složen z více (nejméně dvou) fází, z nichž alespoň jedna je pevná, s makroskopicky rozeznatelným rozhraním mezi fázemi, a který dosahuje vlastností, které nemohou být dosaženy kteroukoli složkou (fází) samostatně ani prostou sumací [19].

Kompozitní materiály se skládají z pojiva (matrice) a plniva (výztuže).

Abychom mohli hovořit o kompozitu, musí být obsahy jednotlivých složek alespoň 5% [20].

Kompozitní materiály nahrazují klasické materiály pro své příznivé mechanické vlastnosti (pevnost, tuhost, tepelná odolnost atd.) a nízkou hustotu. Toho lze dosáhnout jak typem složek, tak geometrií vyztužení (prostorové uspořádání plniva v daném kompozitu).

Kompozity tvoří konstrukčně- jak už bylo shora uvedeno - matrice (hlavní materiál čili kontinuální složka) a zpevňující složky (vlákna nebo sferoidické částice).

Plnivo (výztuž) jsou přísady, kterými se upravují mechanické, technologické, vzhledové a další vlastnosti materiálů. Obecně jsou za plniva považovány materiály, které jsou přidávány do směsi, za účelem získání konkrétních vlastností [19].

Plnivo lze rozdělit takto:

1) dle chemické podstaty na:

- anorganická (sklo, sádra, uhličitán vápenatý, oxid křemičitý, azbest)
- organická (aramidy, celulóza, dřevěné piliny apod.)

2) dle konfigurace složek na:

- částicové
- vláknové

Částicové kompozity můžeme rozdělit na kulové, kostkové, čtyřstěnné, destičkové nebo jiné pravidelného i nepravidelného tvaru, které jsou ale přibližně rovnoosé.

Vláknové kompozity jsou charakterizovány délkou. Tento druh kompozitů můžeme dále rozdělit na jednovrstvé a vícevrstvé.

Matrice (pojivo) je polymerní materiál, kterým se impregnuje výztuž. Pojivo přenáší mechanické namáhání rovnoměrně na všechna vlákna výztuže a chrání je před mechanickým nebo chemickým poškozením. Tvoří tedy ochranou složku celého kompozitu [21].

Pojivo lze rozdělit takto:

- kovové matrice
- keramické matrice
- skleněné matrice
- silikátové matrice
- polymerní matrice (termoplastické, reaktoplastické)

Po návrhu určitého kompozitu, tedy po zvolení vhodných složek a stanovení jeho mnohofunkčních úloh, zůstává nejdůležitější krok a to samotná výroba kompozitu [19].

Základními problémy výroby kompozitů jsou odlišnost vlastností jednotlivých složek a nalezení způsobu jak zajistit, aby si složky v konečném výrobku uchovaly své vlastnosti a přitom fungovaly jako celek. Matrice a výztuž musí být dokonale spojeny. Aby došlo k pevnému kontaktu obou složek, musí mít matrice - kromě jiných vlastností - smáčecí schopnost. Matrice, která je v přímém kontaktu s okolím (často s velmi agresivním

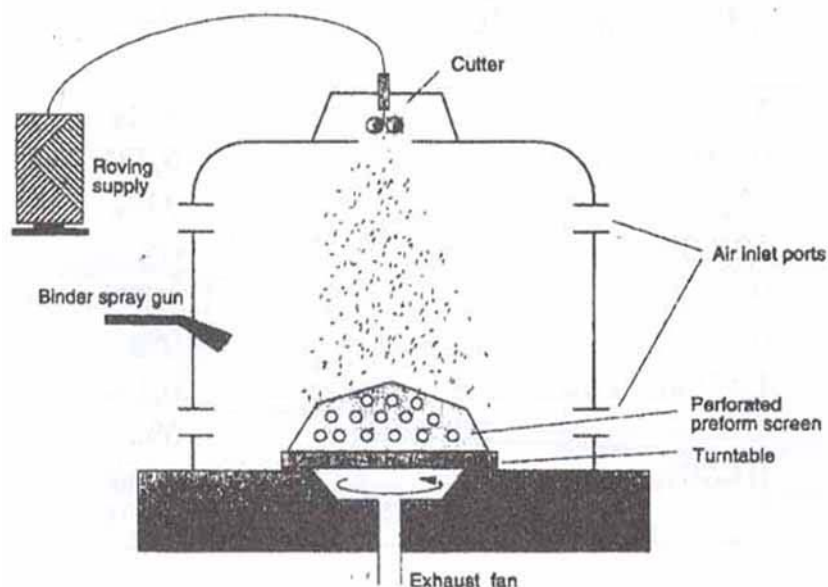
prostředím), musí tomuto okolí odolávat. Matrice musí mít také schopnost lehce se deformovat pod působícím zatížením, spojovat, a také oddělovat jednotlivé částice plniva, ale především musí působit k omezování tvorby trhlin [19].

Jednotlivé složky kompozitů se navrhují podle potřeb konstruktéra, tedy pro konkrétní účely. Tyto požadavky konstrukce ovlivňují volbu materiálů, která se přímo odráží do ekonomické náročnosti výsledného produktu. Klasickým případem jsou materiály používané v konstrukci skořepin závodních automobilů nebo kosmických lodí, které se po odzkoušení převádějí do širší praxe a tímto sériovým využitím rapidně klesá původní astronomická cena.

1.5.1 Metoda RTM (Resin Transfer Moulding)

Tato metoda patří do skupiny metod pracujících s uzavřenou formou. Do této formy je vložena výztuž (preform), forma je uzavřena a následně je do ní pod tlakem vstříknuta katalyzovaná pryskyřice. Kompozit je následně vytvrzen [22].

RTM proces začíná navoskováním (separací) formy, poté je nanesen gel coat (ochranná vrstva). Další krok je vložení výztuže do formy, která může být ve formě vláknitých koberců, tkanin nebo speciálně vyvinutých komplexech. Používají se různé vláknité materiály jako skleněná vlákna, vlákna aromatických polyamidů, uhlíková vlákna, přírodní vlákna a mnoho dalších. Pro vrstvené konstrukce se používají plátované materiály (materiál jádra) jako polyuretanová pěna, PVC pěna a další materiály. Po vložení zpevňujících materiálů a vrstvených látek je forma uzavřena. Poté jsou tvrdící přísady pryskyřicové směsi vstříknuté do formy jedním nebo více injekčními vstříky pryskyřice pod tlakem 0,2 - 0,35 MPa. Ve formě můžeme vytvořit vakuum, aby byl vylepšen výtok pryskyřice. Vytvrzení pryskyřice může být urychleno typickou cestou díky vytápění forem. [22, 24].



Obr. 3. Schéma RTM metody [22]

Výhody RTM systému

- obě strany výsledného kompozitu mají definovanou kvalitu povrchu
- možnost vyrobit díly s komplexní geometrií a integrovat mnoho funkcí do hotového dílu
- možnost řídit tloušťkové tolerance
- velkoobjemové díly – v závislosti na viskozitě pryskyřice a propustnosti vložených zesilujících materiálů je použit jen relativně nízký tlak k plnění kavity. Tím je možná výroba velmi velkých dílů s nízkým pokrytím sil.

Nevýhody RTM systému

- ekonomicky nákladné kovové formy
- omezený obsah skla

1.5.2 Metoda RI (Resin Infusion)

Tato infuzní metoda se vyznačuje tím, že materiály matrice jsou vstříknuty formy pomocí vyrobeného tlakového spádu. Tlakový spád je vyvinut pomocí vakuové pumpy. Ta je spojena hadicí s kavitou a evakuuje vložený preform do tzv. odsávací strany. Preform, který se nachází pod vakuovým pytle (flexibilní horní forma), je upevněn okolním tlakem. Použije se jen jedna vyztužená půlka formy. Tím odpadají problémy s uzavřením formy jako např. u RTM metody. Matrice je infuzí vložena do formy. Distribuce matrice přes preform probíhá pomocí dělicího systému, který se skládá ze speciálních hadic a dělicího média. Napájení preformu probíhá nasazením porézního dělicího media v tloušťce směru (SCRIMP metoda) [24].

Výhody RI systému

- potřena pouze půlka formy
- velkoobjemové díly vyrobené hospodárně jedním stříkem
- vynikající laminátová kvalita (žádné póry nebo vměstky)
- vysoký podíl vláken od cca 54% bez podpory autoklávu

Nevýhody RI systému

- půlky forem musí být absolutně hermetické
- vznikající odpad

1.5.3 Pultruze (metoda tažení profilů)

Tato technologie je založena na tažení svazků vláken, rohoží a tkanin pryskyřičnou lázní, kde dochází k prosycení výztuže. V následném kroku je prosycená výztuž tvarována do požadovaného průřezu a zároveň je celý kompozit vytvrzen v kontinuální vytvrzovací hlavě [22].

Proces výroby metodou pultruze probíhá na kontinuální lince. Výroba má v podstatě tyto stupně:

- příprava výztuže
- impregnace
- vytvrzování
- tažení
- řezání

[22, 23]



Obr. 4. Schéma pultruzní linky

Výhody pultruze

- výsledné kompozity mají velmi dobré vlastnosti
- variabilita profilu
- prakticky neomezená délka profilu
- vysoká produktivita
- automatizace procesu
- vysoká reprodukovatelnost fyzikálních vlastností

Nevýhody pultruze

- ekonomická náročnost technologie

1.6 Gumárenské směsi

Od roku 1839, kdy Američan Goodyear našel cestu síťování (vulkanizace) kaučuků sírou, lze říci, že nastal výrazný posun ve vývoji gumárenských směsí a následném použití v oblasti dopravního průmyslu.

Jestliže se zaměříme na automobilový průmysl, který je hlavním spotřebitelem gumárenských směsí ve formě pneumatik, můžeme říci, že pneumatiky osobních i nákladních automobilů prodělaly velmi dynamický vývoj od původních diagonálních po moderní radiální pneumatiky. Radiální pneumatiky reagovaly na novou potřebu najít takovou konstrukci, která by dokázala lépe vyhovět novým požadavkům novinky 40. tých let - automobilům s předním pohonem. První vlaštovkou byly pneumatiky MICHELIN, vyráběné pro kapitálově podřízenou automobilku CITROËN. Konkrétně šlo v roce 1934-8 o náběh sériové výroby typové řady 7, 11 a 15 s revolučně nízkým těžištěm, silnými motory a vysokou stabilitou, které klasické diagonální pneumatiky naprosto nestačily. Inspirací pro nalezení optimální varianty přenosu hnací síly předního pohonu na vozovku byly zkušenosti převzaté z leteckého průmyslu a tak vznikly první nízkoprofilové pneumatiky MICHELIN Pilote. Ty podstatně zlepšily přenos mimoosové výslednice tažných a setrvačných sil vozu při zatočení kol na vozovku a zajistily odpovídající vyšší životnost i komfort pneumatik.

Samotná pneumatika jako výrobek plně vyhovuje definici kompozitu. Matrici zde tvoří gumárenská směs a výztuž tzv. kord.

Materiál kordu je kovové vlákno nebo kevlar, kterým se nahrazují u moderních pneumatik ocelová vlákna [22].

Navíjení kordu může být diagonální nebo radiální. Podle toho se také pneumatiky takto dělí.

Hlavní složkou gumárenské směsi je kaučuk. Ten dělíme na:

- přírodní – NR
- syntetický (BR - Butadienový kaučuk, IR - Isoprenový kaučuk, CR - Chloroprenový kaučuk, SBR - Butadienstyrenový kaučuk, NBR - Butadienakrylonitrilové kaučuky, Ethylenpropylenové kaučuky, Butyl kaučuk atd.) [25]

Pro technické použití je významný vulkanizovaný kaučuk tzv. pryž. Pryž je materiál, který vznikne zavedením chemických vazeb mezi sousední molekuly - vulkanizace [25].

Proto lze další složky gumárenské směsi rozdělit následovně:

- vulkanizační činidla – látky schopné vytvářet chemickou reakcí příčné vazby mezi řetězci kaučukového uhlovodíku (síra, peroxidy atd.)
- aktivátory, retardéry a inhibitory vulkanizace – skupina organických a anorganických látek, pomocí kterých řídíme vulkanizaci. Aktivátory – látky aktivující vulkanizaci – jsou např. kovové peroxidy – peroxid zinečnatý. Retardéry – látky eliminující předčasné navulkanizování – jsou látky kyselé povahy. Inhibitory – látky zlepšují zpracovatelskou bezpečnost – doba pro zpracování směsi.
- urychlovače vulkanizace – látky zkracující dobu vulkanizace (MBT - thiazoly, CBS – sulfamidy). Urychlovače se dělí dle účinnosti na pomalé, rychlé, velmi rychlé a ultra rychlé. Uvedené urychlovače patří do skupiny rychlých urychlovačů.
- plniva a ztužovala – látky přidané do směsi za účelem zlepšení vlastností směsí, upravení zpracovatelnosti atd. Nejvyužívanějším plnivem jsou saze, dále světlá plniva – nesazová plniva – přírodní (uhličitan vápenatý, kaolíny) – syntetické. Saze klasifikujeme podle způsobu výroby na kanálové (C), retortové (F), termické (T). (HAF – retortové saze odolné proti opotřebení, ISAF – retortové velmi odolné proti opotřebení, FEF – snadno vytlačované retortové).

Mezi světlá syntetická plniva řadíme mj. siliku. Silika je technologicky upravený srážený, částečně hydratovaný peroxid křemičitý s vysokým měrným povrchem. V pneumatice toto plnivo zvyšuje adhezi zvláště za mokrých podmínek, snižuje valivý odpor a zvyšuje rozsah použitelnosti v oblasti nižších teplot.

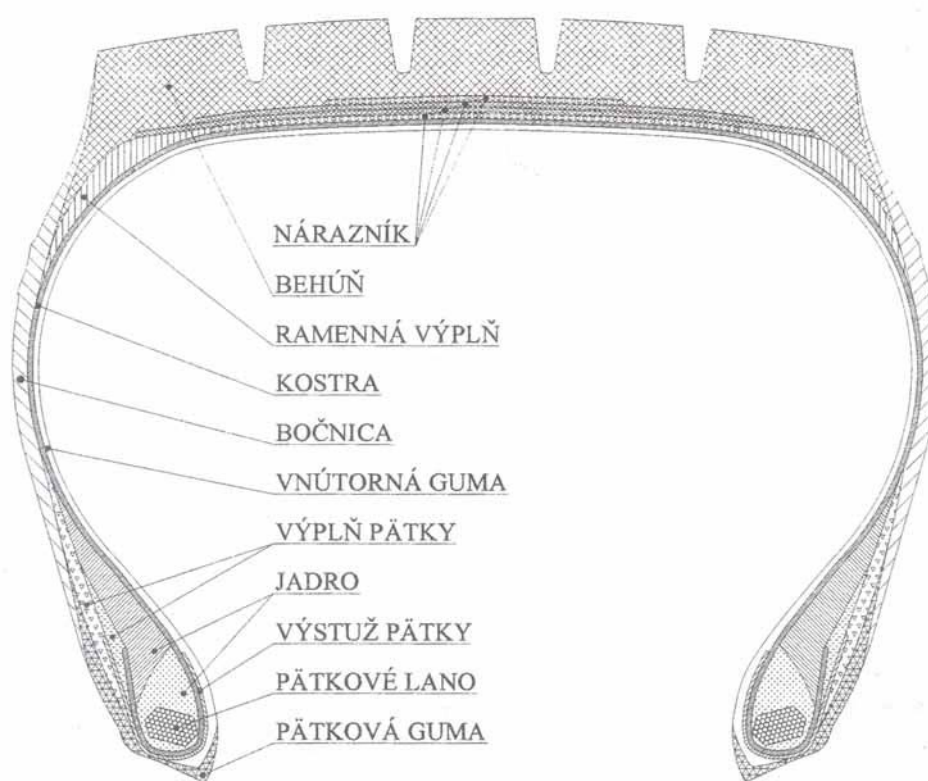
- prostředky proti stárnutí – antidegradanty – jako antioxidanty, antizonanty, prostředky chránící kaučuk při zvýšené teplotě
- změkčovadla – tyto přísady zmenšují tuhost směsi a tím upravují zpracovatelnost – oleje, tuky, dehty, pryskyřice atd.
- pigmenty a organická barviva – tyto látky upravují barevnost směsi
- zvláštní přísady – faktisy, nadouvadla, plastikační činidla, regenerační činidla [25]

Po navržení gumárenské směsi a volbě typu výztuže nastává proces výroby pneumatiky.

Výroba má tyto stupně:

- příprava gumárenské směsi
- příprava polotovarů
- konfekce
- vulkanizace
- finalizace a dokončování výrobků

[26, 27]



Obr. 5. Struktura pneumatiky [26]

1.7 Nelineární regresní modely

V praxi se pomocí nelineárních regresních modelů řeší celá škála přírodovědných a technických úloh. Mezi základní patří:

- 1) konstrukce kalibračních modelů, jsou-li hodnoty y nelineární odezvou měřicího přístroje na změnu měřené fyzikální veličiny deterministické (nastavitelné) proměnné x
- 2) ověření teoretických modelů popisujících základní fyzikálně-chemické zákonitosti, stechiometrii, koncentraci a rovnovážné konstanty, resp. kinetické děje
- 3) tvorba empirických modelů, založená na hledání nelineární závislosti mezi vysvětlovanou proměnnou a vysvětlujícími proměnnými x

Podle typu úlohy se volí přístup k procesu vytváření regresního modelu $f(x, \beta)$. Ten je funkcí vektoru nastavovaných (deterministických, kontrolovatelných, vysvětlujících) proměnných x a vektoru parametrů β . Měřená veličina y představuje vysvětlovanou proměnnou (odezvu, pozorování) na zvolenou kombinaci nastavovaných veličin x_i .

Vlastní regresní úloha se formuluje s ohledem na regresní triplet:

- 1) zadaná data
- 2) navržený model
- 3) kritérium regrese

Jde vlastně o hledání modelu $f(x, \beta)$ na základě dat $\{x_i, y_i\}$, $i=1, \dots, n$, a zvoleného kritéria regrese.

V řadě případů je model $f(x, \beta)$ znám a regresní úloha je zjednodušena na konstrukci odhadů A parametrů β . Na rozdíl od lineárních regresních modelů mají parametry β v nelineárních regresních modelech většinou rozhodující roli. Zatímco v případě lineárních modelů nemívají regresní parametry fyzikální smysl a jsou pouhými numerickými koeficienty, mají parametry v nelineárních modelech často přesný fyzikální význam. Jejich číselné hodnoty jsou většinou hlavním cílem regresní analýzy. Příkladem jsou rovnovážné konstanty reakčních produktů nebo rychlostní konstanty u kinetických modelů, či neznámé koncentrace u titračních křivek, atd. Na druhé straně je třeba při interpretaci odhadů

modelových parametrů brát v úvahu, že jde o náhodné veličiny, které mají svůj rozptyl [28].

1.7.1 Statická analýza nelineární regrese

Jelikož naměřená data se vyhodnocují pomocí nelineární regrese, bude další komentář zaměřen právě na způsob hodnocení navrženého nelineárního modelu.

Statistická analýza regrese závisí na použitém modelu měření, modelu chyb a souvisí také s užitým kritériem regrese. Omezíme se na metodu maximální věrohodnosti, kdy jsou hledány odhady A . Při konstrukci intervalů a oblastí spolehlivosti parametrů β , nebo při testování hypotéz se nejčastěji užívá metoda linearizace, která vychází z odhadu rozptylu $D(A)$. Pro případ aditivních a normálně rozdělených chyb bude platit:

$$D(A) = s^2 (J^T J)^{-1} \quad (29)$$

Což je asymptotická kovariační matice odhadů A , získaných metodou nejmenších čtverců. Tomu odpovídá linearizace regresního modelu. Užívá se zde stejných vztahů jako u lineární regrese, místo matice X se však dosazuje matice J .

Při znalosti kovariační matice $D(A)$ lze určit jak rozptyly jednotlivých odhadů $D(A_j)$, tak i korelační koeficienty r_{ij} mezi odhady A_i a A_j . Na základě (46) lze psát:

$$D(A_j) = s^2 V_{jj} \quad (30)$$

kde V_{jj} jsou diagonální prvky matice $V = (J^T J)^{-1}$. Podobně lze korelační koeficient r_{ij} vyčíslit ze vztahu:

$$r_{ij} = \frac{V_{ij}}{\sqrt{V_{jj} \cdot V_{ii}}} \quad (31)$$

Pokud se r_{ij} blíží k jedné, jsou odhady A_i , A_j lineárně závislé a model je přeurčený nebo špatně podmíněný. Pro reálná experimentální data jsou odhady A spolu s dalšími statistickými parametry vychýlené a stupeň vychýlení ovlivňuje statistickou analýzu.

1.7.2 Grafická analýza reziduí

Grafickou (předběžnou) analýzou, spočívající v prostém zobrazení vektoru reziduí, provedenou softwarem MAREG lze snadno odhalit:

- odlehlé (extrémní) hodnoty v souboru reziduí
- trend v reziduích
- nedostatečné střídání znaménka u reziduí
- chybný model nebo vzájemnou závislost reziduí
- heteroskedasticitu (nekonstantnost rozptylu) závisle proměnné (měřené) veličiny y
- náhlou změnu podmínek při měření hodnot y

Naměřené a vypočtené hodnoty

Naměřené hodnoty teplotních vodivostí byly vypočítány podle vztahu (38).

U každého vzorku se z jednotlivých měření počítal aritmetický průměr $\bar{x}$:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (32)$$

Směrodatná odchylka byla počítána ze vztahu:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (33)$$

Variační koeficient byl počítán ze vztahu:

$$V = \frac{s}{\bar{x}} \quad (34)$$

Koeficient korelace byl počítán ze vztahu:

$$r = \sqrt{\frac{1-Q}{s^2}} \quad (35)$$

kde: s^2 rozptyl měřené veličiny

Q funkce nelineárního regresního modelu

Pro funkci Q v našem případě platí:

$$t = A_1 + A_2 \cdot \exp(-A_3 \tau) \quad (36)$$

Rozptyl měřené veličiny byl počítán ze vztahu:

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (37)$$

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Stanovení cílů a metodika práce

Cíle diplomové práce jsou tyto:

- 1) Experimentálně stanovit hodnotu teplotní vodivosti vzorků pryží, určených pro různé části pneumatiky nestacionární metodou.
- 2) Sledovat závislosti naměřené hodnoty teplotní vodivosti na složce sazí a tvrdosti vzorků.

Pro stanovení hodnoty součinitele teplotní vodivosti je použito osvědčené metody, která je založena na zjišťování měřícím zařízením, vycházejícím z normy ČSN 64 01 42.

Hodnoty nutné pro výpočet součinitele teplotní vodivosti budou vyhodnoceny pomocí nelineární regrese prostřednictvím softwaru MAREG.

Veličiny získané měřením budou sestaveny do tabulek a grafů, které zpřehlední vztahy naměřených hodnot a budou podkladem pro následné vyhodnocení laboratorních měření všech vzorků.

2.2 Experimentální část

2.2.1 Použité pomůcky a přístrojové vybavení

- 2 vodní termostaty
- liniový zapisovač
- termočlánek (Cu-Ko, Fe-Ko)
- svorka pro uchycení vzorku
- hliníková pasta (hliníkový prášek + silikonový olej)
- posuvné měřítko
- běžné laboratorní pomůcky
- software MAREG

2.2.2 Měřené vzorky

Pro měření teplotní vodivosti pryží byly dodány různé vzorky gumárenských směsí z výroby společnosti MITAS a.s. Rozdílnost je dána druhem použití jednotlivých vzorků. Ty tvoří z hlediska gumárenských směsí různé části pneumatiky. Jednotlivé směsi byly měřeny z důvodu posouzení tepelných vlastností, které jsou důležité při dalším vývoji pneumatik.

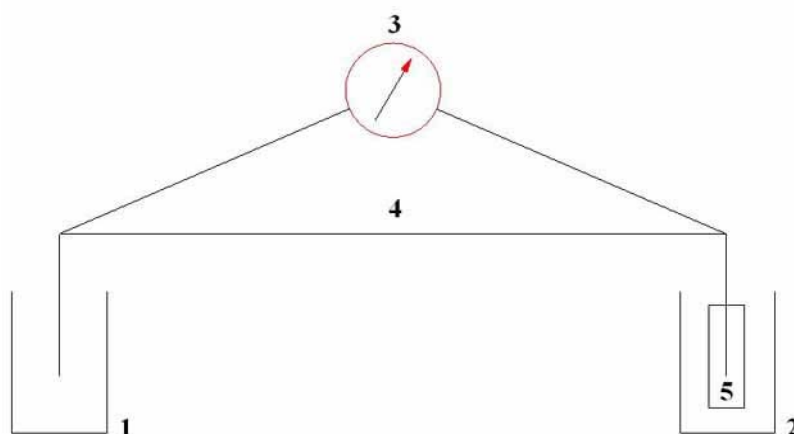
Vzorky jsou tvaru válce o průměru cca 60 mm a výšce cca 12 mm. Její použití je následující:

- vzorek A, B – běhoun
- vzorek C, D – bočnice
- vzorek E, F – klín (ramenná výplň)
- vzorek G, H – poduška (vrstva mezi běhounem a nárazníkem)
- vzorek I – patní pásek (patková směs)

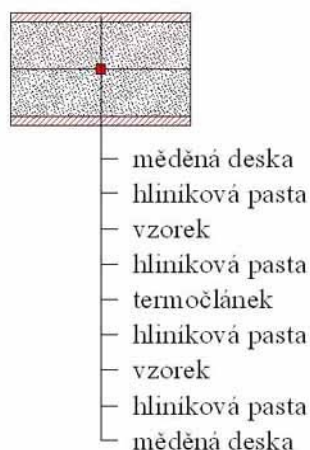
2.2.3 Popis měřicího přístroje

Při měření teplotní vodivosti byl využit přístroj v laboratoři Ústavu inženýrství polymerů UTB.

Tento přístroj je složen z termostatu (1), kde je vodní lázeň udržována na teplotě 25°C (měrná temperanční lázeň), a termostatu (2), kde je teplota vodní lázně, podle typu použitého termočlánu, udržována na 55°C nebo 65°C. Další složkou přístroje je liniový zapisovač (3), který zaznamenává závislost změny teploty na čase, prostřednictvím termočlánu (4), který je tvořen dvěma druhy materiálů, které jsou na koncích spojeny. Jeden spoj je ve středu vzorku (5) a druhý je v měrné temperanční lázni.



Řez sestavou vzorku (5):



Obr. 6. Schéma měřicího přístroje

2.2.4 Materiály vhodné na teplotní rozhraní

Tyto materiály jsou důležité ke zlepšení teplotního kontaktu. Jsou umístěny mezi dvěma sledovanými povrchy tak, že tepelný tok, který přes daný materiál protéká, musí být co největší. Hlavním odbytištěm těchto materiálů je elektronický průmysl, kde disipace tepla je kritickým problémem k dalšímu zvyšování výkonu, spolehlivosti a další miniaturizace mikroelektroniky.

Materiály na teplotním rozhraní mohou být ve formě tekutiny, tuku(pasty), pružného teplotního vodiče nebo pájecího materiálu, který je aplikován v tavící oblasti. Tekutina, tuk a pájecí materiál je nanášen mezi spojované plochy, pružný teplotní vodič je mezi dané plochy vkládán a drží díky tlaku na něj vyvíjenému. Tekutinami bývají minerální oleje, tuky (pasty - jsou nejčastěji vodivostní částice, obsažené v silikonu - obvykle kovy nebo oxidy kovů) a pružné teplotní vodiče - vodivostní částice plněné v elastomeru. Z těchto jmenovaných forem jsou nejčastěji používány tuky, založené na bázi polymeru, speciálně silikonu, a pájecí materiály. Materiály používané k tomuto účelu musí dobře vést teplo (např. měď), být nanášeny v tenké vrstvě a její tepelný odpor co nejmenší. Jelikož nebývá povrch sledovaných materiálů hladký, musí mít materiál na rozhraní sledovaných materiálů schopnost se přizpůsobit topografii jejich povrchů, ať již tečením nebo deformací. Lépe se přizpůsobují materiály s vyšší tekutostí, jako jsou tekutiny, tuky nebo pasty, které se dají nanášet v tenké vrstvě. Na druhou stranu jejich teplotní vodivost roste s vyšším obsahem plniv, což má za následek nižší tekutost (nižší zpracovatelnost). Bez plniv, tzn. při použití samotného oleje, je teplotní vodivost špatná [29].

Na nerovnosti styčných ploch kompaktních materiálů jednotlivých vzorků byla při měření použita hliníková pasta, která byla vytvořena smícháním hliníkového prášku a silikonového oleje. Tepelná kapacita vrstvy hliníkové pasty je vzhledem k tepelné kapacitě termočlánku zanedbatelná.

Před zahájením každého měření byly všechny měřené vzorky zbaveny povrchových nečistot omytím podle druhu vzorku (např. lihem).

2.2.5 Postup měření a vyhodnocení

Měření teplotní vodivosti bylo provedeno na devíti různých vzorcích gumárenských směsí označených A – I. Pro každý vzorek byla změřena závislost chování vzorku při ohřevu a ochlazení na čas. Po změření byla tato závislost vyhodnocena a vypočtena teplotní vodivost.

Příprava vzorku

Před zahájením měření byl vzorek zbaven povrchových nečistot. Po očištění byly u vzorku změřeny průměry, ze kterých byl poté vypočítán aritmetický průměr podle vztahu (32). Nerovnosti styčných ploch byly kompenzovány vrstvou hliníkové pasty. Tepelná kapacita této vrstvy je zanedbatelná, vzhledem k tepelné kapacitě termočlánu. Poté byl vzorek vložen do svorky podle obr. 6 a změřena jeho tloušťka. K měření bylo použito běžně dostupného posuvného měřidla.

Měření vzorku

Před vlastním měřením byly termostaty (1) spolu se vzorkem (5) vytemperovány na teplotu $t_1 = 25^\circ\text{C}$ a termostat (2) na teplotu t_2 . Tato teplota se lišila podle typu použitého termočlánu. U vzorků A – G, kde bylo použito termočlánu Cu-Ko byla teplota vytemperována na teplotu $t_2 = 65^\circ\text{C}$. U vzorku H – I, kde bylo použito termočlánu Fe-Ko byla teplota $t_2 = 55^\circ\text{C}$. V okamžiku, kdy je vzorek vložen do temperační lázně – termostatu (1) je spuštěn liniový zapisovač (3). Po ustálení teploty vzorku na hodnotě teploty měrné temperační lázně je zahájeno vlastní měření.

Vzorek je z měrné temperační lázně – termostatu (1) v co nejkratším čase přesunut do termostatu (2). Po ustálení teploty v lázni termostatu (2) je vzorek přesunut, zase v co nejkratším čase, zpět do měrné temperační lázně, kde po ustálení teploty je ukončen cyklus složený z ohřevu a ochlazení. Liniový zapisovač zaznamenává rozdíl teplot v závislosti na čase do grafu prostřednictvím termočlánu (4). Jeden konec termočlánu je spojen ve středu tělesa a druhý konec je spojen v měrné temperační lázni.

Pro kvalitativní hodnocení vzorku byl cyklus ohřevu a ochlazení opakován ještě dvakrát. Vyhodnocovány byly tedy tři cykly ohřevu a ochlazení.

Vyhodnocení a výpočet teplotní vodivosti vzorku

Z grafu průběhu jednotlivých ohřevů a ochlazení bylo vyhodnoceno 15 – 30 hodnot závislostí teploty na čase. Naměřená závislost se vyhodnocuje nelineární regresí pomocí softwaru MAREG.

Teplotní vodivost se stanoví pole vztahu:

$$a = -a_5 \cdot K \quad (38)$$

kde: a_5 hodnota směrnice vyhodnocená softwarem MAREG

K konstanta závislá na tvaru a rozměrech tělesa vypočtená podle vzorce:

$$K = \left[\left(\frac{\pi}{2} \right)^2 \cdot \frac{1}{b^2} + \left(\frac{2,405}{r_x} \right)^2 \right]^{-1} \quad (39)$$

kde: K konstanta závislá na tvaru a rozměrech tělesa (m^2)

b $\frac{1}{2}$ tloušťky vzorku δ_x (m)

r_x poloměr vzorku (m)

2.2.6 Naměřené hodnoty vzorků A – I

Naměřené hodnoty teplotních vodivostí jsou uvedeny v tabulkách pro každý vzorek.

U každého vzorku byl vypočten aritmetický průměr pro ochlazení a ohřev podle vztahu (32). S těmito průměry se dále operovalo jako se zástupci jednotlivých vzorků.

Vzorek A

$$d_B = 58,86 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_B = 22,80 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 3,8965 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka I. Naměřené hodnoty vzorku A

Vzorek	Měření č. 1	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
A	1	1,73	1,59
	2	1,64	1,77
	3	1,59	1,67
	Průměr	1,65	1,68

Vzorek B

$$d_E = 58,88 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_E = 23,28 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 4,0187 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka II. Naměřené hodnoty vzorku B

Vzorek	Měření č. 2	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
B	1	1,48	1,46
	2	1,51	1,44
	3	1,40	1,63
	Průměr	1,46	1,51

Vzorek C

$$d_A = 59,31 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_A = 22,81 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 3,9144 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka III. Naměřené hodnoty vzorku C

Vzorek	Měření č. 3	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
C	1	1,63	1,58
	2	1,59	1,64
	3	1,60	1,51
	Průměr	1,61	1,58

Vzorek D

$$d_D = 56,84 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_d = 22,30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 3,7025 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka IV. Naměřené hodnoty vzorku D

Vzorek	Měření č. 4	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
D	1	1,53	1,47
	2	1,49	1,53
	3	1,43	1,47
	Průměr	1,48	1,49

Vzorek E

$$d_F = 58,94 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_c = 23,52 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 4,0817 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka V. Naměřené hodnoty vzorku E

Vzorek	Měření č. 5	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
E	1	1,28	1,17
	2	1,20	1,18
	3	1,20	1,27
	Průměr	1,23	1,21

Vzorek F

$$d_c = 58,92 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_c = 23,50 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 4,7056 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka VI. Naměřené hodnoty vzorku F

Vzorek	Měření č. 6	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
F	1	1,59	1,63
	2	1,56	1,54
	3	1,60	1,59
	Průměr	1,59	1,59

Vzorek G

$$d_G = 58,83 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_G = 23,80 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 4,1477 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka VII. Naměřené hodnoty vzorku G

Vzorek	Měření č. 7	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 65°C
G	1	1,39	1,31
	2	1,29	1,43
	3	1,29	1,41
	Průměr	1,32	1,38

Vzorek H

$$d_H = 58,78 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_H = 22,64 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 3,8534 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka VIII. Naměřené hodnoty vzorku H

Vzorek	Měření č. 8	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 55°C
H	1	1,12	1,06
	2	1,08	1,10
	3	1,10	1,08
	Průměr	1,10	1,08

Vzorek I

$$d_I = 59,16 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\delta_I = 23,12 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$K = 3,9882 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$$

Tabulka IX. Naměřené hodnoty vzorku I

Vzorek	Měření č. 9	Teplotní vodivost a [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-7}$]	
		při 25°C	při 55°C
I	1	1,66	1,61
	2	1,69	1,65
	3	1,72	1,66
	Průměr	1,69	1,64

2.2.7 Metodika hodnocení naměřených vzorků

V práci je sledována závislost teplotní vodivosti na obsahu retortových sazí (F) a tvrdosti Shore A. Data složení a tvrdosti Shore A byla dodána spolu se vzorky.

Retortové saze

Předehřátá uhlovodíková surovina se spaluje s kontrolovaným množstvím vzduchu za přesně regulovaných podmínek v ležaté, žáruvzdorně vyzděné peci – retortě. U tohoto druhu výroby sazí je použito několik velkých hořáků pro plynná paliva nebo jedné trysky pro kapaliny. Suroviny jsou buď plynné nebo kapalné uhlovodíky převážně aromatické povahy, popř. směs obou [25].

Tvrdość Shore A

Zkouška Shore A je stanovena podle normy ČSN EN ISO 868. Zkouška je řazena mezi dynamické zkoušky a její princip je založen na pružném odrazu tělesa o standardní hmotnosti.

2.3 Diskuse výsledků

V této práci byla měřena teplotní vodivost a následně vyhodnocena její závislost k obsahu sazí a tvrdosti pryží.

Vzorky byly získány vulkanizací gumárenských směsí určených pro různé části pneumatiky. Konkrétně směsi pro běhoun, bočnici, klínek, podušku a patní pásek.

Při vulkanizaci byla použita síra s urychlovači typu CBS - sulfamid a MBT – benzthiazol. Tyto urychlovače jsou řazeny do skupiny rychlých urychlovačů.

Diskuze je vedena na základě hodnot uvedených v přílohách P1, P2 a P3. Doplnující přílohy jsou P4, P5 a P6.

Dávkování jednotlivých gumárenských směsí je u jednotlivých směsí podobné, jak je uvedeno v tabulce přílohy P1, až na rozdíly druhu a množství elastomerů, plniv a změkčovadel. Tyto rozdíly odpovídají konkrétnímu určení dané gumárenské směsi.

V měřených vzorcích bylo použito, jak je vidět v tabulce, těchto rozdílných typů kaučuků: přírodního kaučuku, butadienového kaučuku, dále izoprenového a butadienstyrenového kaučuku. Plnivo bylo použito ve formě retortových sazí a v malém objemu také progresivní siliky. Vzorky obsahovaly také určité množství změkčovadla.

V tabulce jsou dále uvedeny hodnoty tvrdostí pryží, stanovené dynamickou zkouškou Shore A, a průměrné hodnoty teplotní vodivosti.

Měření teplotní vodivosti probíhalo na devíti zmíněných vzorcích ve třech sériích, kde každá série obsahovala ochlazení na teplotu 25°C a ohřev na teplotu 55°C respektive 65°C.

Při srovnání hodnot teplotní vodivosti a obsahu sazí uvedených v grafu přílohy P2 lze vyvodit:

- nejnižší naměřená hodnota teplotní vodivosti byla u vzorku H
- nejvyšší naměřené hodnoty teplotní vodivosti byly u vzorků A, I
- nejvyšší obsah retortových sazí je u vzorku I
- nejnižší obsah retortových sazí je u vzorku H

Dále pak lze vysledovat:

S rostoucím obsahem plniva roste hodnota teplotní vodivosti vzorků.

Vzorek H	-	obsah:	
		elastomeru	100 NR
		plniva	25 dsk HAF, 16 dsk Siliky
		změkčovaadlo	1 dsk
		teplotní vodivost při ochlazení	$a = 1,10 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
		teplotní vodivost při ohřevu	$a = 1,08 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Vzorek I	-	obsah:	
		elastomeru	60 NR, 40 SBR
		plniva	40 dsk HAF, 40 dsk FEF
		změkčovaadlo	1 dsk
		teplotní vodivost při ochlazení	$a = 1,69 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
		teplotní vodivost při ohřevu	$a = 1,64 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Složení vzorku E nebyla při měření známa, proto byla zvolena odhadem hodnota obsahu sazí (55 dsk). Tento odhad vychází z hodnot tvrdosti Shore A, které jsou u vzorku E a F shodné.

V příloze P3 jsou srovnány hodnoty teplotní vodivosti a tvrdosti Shore A vzorků pryží, ze které lze vyvodit tento závěr:

- u vzorků A, B, C a D tvrdost vzorku klesá s rostoucí teplotní vodivostí a naopak
- vzorky E, F mají naprosto rozdílné hodnoty teplotní vodivosti při stejné tvrdosti vzorků
- u vzorků G, H, I je hodnota teplotní vodivosti vzorku přímo úměrná tvrdosti.
- nejvyšší hodnota tvrdosti je u vzorku I
- nejnižší hodnota tvrdosti je u vzorku C

Vzorek C	-	obsah:	
		elastomeru	40 NR, 50 BR, 10 SBR
		plniva	45 dsk HAF
		změkčovaadlo	4 dsk
		tvrdost Shore A	55
		teplotní vodivost při ochlazení	$a = 1,61 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
		teplotní vodivost při ohřevu	$a = 1,58 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Vzorek I	-	obsah:	
		elastomeru	60 NR, 40 SBR
		plniva	40 dsk HAF, 40 dsk FEF
		změkčovaadlo	1 dsk
		tvrdost Shore A	78
		teplotní vodivost při ochlazení	$a = 1,69 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
		teplotní vodivost při ohřevu	$a = 1,64 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

V příloze P4 je uvedena závislost teplotní vodivosti na vzrůstajícím obsahu retortových sazí.

Závislost teplotní vodivosti na vzrůstající tvrdosti Shore A je v příloze P5.

V příloze P6 je srovnána závislost tvrdosti vzorků na obsahu sazí, ze které plyne tento závěr:

Hodnota obsahu sazí ovlivňuje mechanické vlastnosti gumárenských směsí.

ZÁVĚR

Práce byla členěna na teoretickou a praktickou část.

V teoretické části byly popsány základní teoretické principy sdílení tepla, konkrétně podmínky, za kterých nastávají jednotlivé mechanismy vedení, proudění a sálání tepla. Dále zde byly popsány základní metody a modely měření hodnot součinitelů, které charakterizují materiál při procesu sdílení tepla, a to součinitel teplotní vodivosti a součinitel tepelné vodivosti. Na závěr teoretické části byly popsány gumárenské směsi a kompozity, jakožto materiály, které mají mnoho společného z hlediska finálního použití materiálu. Gumárenská směs se totiž během výroby mění vulkanizací na pryž. Ta spolu s kordem tvoří pneumatiku, která chová jako kompozitní materiál.

V praktické části, která se soustředila na laboratorní měření teplotní vodivosti pryží nestacionární metodou je popsána praktická sestava aparatury, jakou byly dosaženy naměřené hodnoty. Dále jsou zde popsány a tabelovány závislosti naměřených hodnot teplotní vodivosti na tvrdosti vzorků pryže a složkách - konkrétně plniv, tzv. retortových sazí.

Na základě zkoumaných srovnání a závislostí lze vyvodit tyto závěry:

- 1) S rostoucím obsahem plniva roste hodnota teplotní vodivosti vzorků.
- 2) Nejnížší naměřená hodnota teplotní vodivosti byla u vzorku H:
 - teplotní vodivost při ohřevu $\alpha = 1,08 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
- 3) Nejvyšší naměřená hodnota teplotní vodivosti byla u vzorku I:
 - teplotní vodivost při ochlazení $\alpha = 1,69 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- 1) HEJZLAR, R.: Sdílení tepla. 1. vyd., Praha: ČVUT, Jaderná a fyzikálně inženýrská fakulta, 1999. 186 s. ISBN: 80-01-01982-9.
- 2) KOLOMAZNÍK, K. – SEDLÁŘ, J. – MACHÁČKOVÁ, A.: Teorie technologických procesů III. 1. vyd., Praha: SNTL, 1978. 139 s.
- 3) BIRD, B. – STEWARD, E. W. – LIGHTFOOT, N. E.: Přenosové jevy. 1. vyd., Praha: Academia, 1968. 779 s.
- 4) Kolektiv autorů: Malá makromolekulární monografie. Ústav molekulární chemie ČSAV, svazek 8, Praha, 1971.
- 5) SCHÄTZ, M. – VONDRÁČEK, P.: Zkoušení polymerů. 2. vyd., Praha: VŠCHT, 1988. 276 s.
- 6) ONDRÁŠ, J.: Nestacionární metody měření tepelné vodivosti. Gottwaldov, 1983. Diplomová práce, VUT Brno - Fakulta technologická.
- 7) KUNČÍKOVÁ, M.: Sdílení tepla v kožedělných materiálech. Gottwaldov, 1985. Diplomová práce, VUT Brno - Fakulta technologická.
- 8) MALINA, T.: Měření tepelné vodivosti přírodních a syntetických materiálů nestacionární metodou. Zlín, 1998. Diplomová práce, VUT Brno - Fakulta technologická.
- 9) LANGMAJER, F. – SUKOP, S.: Kožařství. 29. 1979. 260 s.
- 10) Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, Katedra technických věd: Učební texty průmyslových technologií [online]. [cit. 2004-02-23]. Dostupný z URL: < http://fzp.ujep.cz/ktv/uc_texty/ptu >.
- 11) BLAHA, A. – PAVLICA, R.: Měření tepelné vodivosti nestacionární metodou. In: 48. Konference chemického a procesního inženýrství, CHISA 2001, CD, V1.16, 15.-18. října 2001, ČSCHI, ISBN: 80-86059-32-4, Srní, Šumava 2001.
- 12) BRZOBOHATÝ, P.: Měření tepelné a teplotní vodivosti polymerních materiálů. Zlín, 2002. Diplomová práce, UTB Zlín - Fakulta technologická.
- 13) BLAHA, A. - MRKVIČKOVÁ, S.: Tepelná vodivost kompozitů vyráběných pultruzí. In : XXII Reinforced plastics 2003, Karlovy Vary, 2003.

- 14) BLAHA, A. – PAVLICA, R.: Vedení tepla kompozitem při pultruzní výrobě. In: Mezinárodní konference PLASTKO 2001, Sborník přednášek, s. 30, 13. – 15. červen 2001, Academia Centrum Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, ISBN: 80-7318-009-X, Zlín 2001.
- 15) JUMA, M. – BAFRNEC, M.: Method of Measuring Thermal Diffusivity of Composites with Thick Fillers and Reinforced Rubbers, Journal of Reinforced Plastics and Composites 2000, Vol. 19, No.13, 1024-1030.
- 16) JUMA, M. – BAFRNEC, M. – BREZANI, J.: Infuence of Cords upon the Thermal Properties of Reinforced Rubber. Bratislava, 2004.
- 17) Oficiální stránky Applied Precision: informace o přístroji ISOMET 2104 [online]. [cit. 2004-05-02]. Dostupný z URL: <<http://www.appliedp.sk/en/isomet.htm>>.
- 18) Wikipedia: definice měrné tepelné kapacity [online]. [cit. 2004-05-04]. Dostupný z URL: <<http://www.wikipedia.org>>.
- 19) BAREŠ, R. A.: Kompozitní materiály 1. vyd., Praha: SNTL, 1988. 325 s.
- 20) Svět formule 1: kompozitní materiály ve formuli 1 [online]. [cit. 2004-02-23]. Dostupný z URL: <http://www.svetf1.cz/fl_technika_kompozit.php>.
- 21) FOJTŮ, D.: Vyhodnocování měření tepelné vodivosti. Zlín, 2002. Diplomová práce, UTB Zlín - Fakulta technologická.
- 22) JANČÁŘ, J.: Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů. 1. vyd., Brno: VUT Brno, Fakulta chemická, 2003. 194 s. ISBN: 80-214-2443-5.
- 23) KOZÁKOVÁ, K.: Tepelná vodivost kompozitů. Zlín, 2000. Diplomová práce, VUT Brno - Fakulta technologická.
- 24) Oficiální stránka Euro RTM group: Was ist RTM [online]. [cit. 2004-02-28]. Dostupný z URL: <<http://www.funcard2000.de>>.
- 25) FRANTA, I. a kol.: Gumárenská technologie I. 3. vyd., Praha: SNTL, 1999. 606 s.
- 26) ŠTEFAN, P.: Gumárenská technológia II. 1. vyd., Trenčín: GC TECH, 2003. 370 s. ISBN: 80-88914-85-X.
- 27) MALÁČ, J.: Gumárenská technologie, gumárenská výroba. Zlín: Přednášky, podzim 2004. 35 s.

- 28) MELOUN, M. – MILITKÝ, J.: Statistické zpracování experimentálních dat. Praha: Plus, 1994. 839 s. ISBN: 80-852297-56-6
- 29) CHUNG, D. D. L.: Materials for Thermal Conduction. Applied Thermal Engineering, 21, 1593 – 1605, 2001.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

A'_x	počáteční odhady (s^{-1})
A_x	výsledné odhady softwaru Mareg (s^{-1})
a	teplotní vodivost ($m^2 \cdot s^{-1}$)
a_x	teplotní vodivost ve směru kolmém na vyhřívaný povrch vzorku ($m^2 \cdot s^{-1}$)
a_5	směrnice (s^{-1})
B	koeficient tepelných ztrát ($J \cdot K^{-1} \cdot s^{-1}$)
b	$\frac{1}{2} \delta_x$ (m)
c	měrné teplo, měrná tepelná kapacita ($J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$)
c_p	měrná tepelná kapacita při konstantním tlaku ($J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$)
D	kovariační matice
d_x	průměr vzorku (m)
$\vec{i}$	jednotkový vektor
$\vec{j}$	jednotkový vektor
$\vec{k}$	jednotkový vektor
K	konstanta závislá na tvaru a rozměrech tělesa (m)
K_1	tepelná kapacita přístroje na stanovení tepelné vodivosti ($J \cdot K^{-1}$)
K_2	tepelná kapacita přístroje na stanovení teplotní vodivosti ($J \cdot K^{-1}$)
m	hmotnost (kg)
n_k	normála k povrchu tělesa (m)
Q	množství tepla (J)
$\vec{q}$	vektor hustoty toku tepla ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$)
q	plošná hustota tepelného toku na povrchu tělesa ($W \cdot m^{-2}$)
r	koeficient korelace
r_x	poloměr vzorku (m)
S	plocha (m^2)
S_z	plocha na níž dochází ke ztrátám (m^2)
s	směrodatná odchylka
s^2	rozptyl
T	absolutní teplota ($^{\circ}C$)
t	teplota ($^{\circ}C$)

Δt	rozdíl teplot ($^{\circ}\text{C}$)
t_p	teplota povrchu tělesa ($^{\circ}\text{C}$)
t_f	teplota tekutiny ($^{\circ}\text{C}$)
t_1	teplota temperační desky (1) ($^{\circ}\text{C}$)
t_2	počáteční teplota měřícího válečku ($^{\circ}\text{C}$)
V	variační koeficient
V_{ij}	prvky matice
v_1	objemový zlomek výztuže (1)
v_2	objemový zlomek matrice (1)
$\bar{x}$	aritmetický průměr
x	souřadnice délky
y	souřadnice délky
z	souřadnice délky
α	koeficient přestupu tepla ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$)
δ	tloušťka (m)
δ_x	tloušťka vzorku (m)
ϕ	průměr (m)
λ	tepelná vodivost ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ_c	tepelná vodivost kompozitu ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ_1	tepelné vodivosti výztuže ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ_2	tepelné vodivosti matrice ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ_{ST}	tepelná vodivost stěny ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ_x	tepelná vodivost ve směru kolmém na vyhřívaný povrch vzorku ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
π	Eulerovo číslo
ρ	hustota ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
τ	čas (s)
∇	diferenciální operátor
∇T	gradient teploty ($\text{K}\cdot\text{m}^{-1}$)

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Schéma přístroje pro měření tepelné vodivosti dle Bocka	19
Obr. 2. Schéma aparatury pro měření tepelné vodivosti nestacionární metodou	20
Obr. 3. Schéma RTM metody [22].....	32
Obr. 4. Schéma pultruzní linky	34
Obr. 5. Struktura pneumatiky [26]	37
Obr. 6. Schéma měřicího přístroje	44

SEZNAM TABULEK

Tabulka I. Naměřené hodnoty vzorku A	48
Tabulka II. Naměřené hodnoty vzorku B	48
Tabulka III. Naměřené hodnoty vzorku C	49
Tabulka IV. Naměřené hodnoty vzorku D	49
Tabulka V. Naměřené hodnoty vzorku E	50
Tabulka VI. Naměřené hodnoty vzorku F	50
Tabulka VII. Naměřené hodnoty vzorku G	51
Tabulka VIII. Naměřené hodnoty vzorku H	51
Tabulka IX. Naměřené hodnoty vzorku I	52

SEZNAM PŘÍLOH

- P 1 : Tabulka zadanych a naměřených hodnot vzorků pryže
- P 2 : Srovnání hodnot teplotní vodivosti a obsahu sazí
- P 3 : Srovnání hodnot teplotní vodivosti a tvrdosti Shore A
- P 4 : Závislost teplotní vodivosti na obsahu sazí
- P 5 : Závislost teplotní vodivosti na tvrdosti Shore A
- P 6 : Srovnání hodnot tvrdosti Shore A a obsahu sazí
- P 7 : Naměřené hodnoty vzorku H
- P 8 : Regresní parametry a charakteristiky vzorku H
- P 9 : Kovariační a korelační matice vzorku H
- P 10 : Grafy závislostí teploty na čase vzorku H
- P 11 : Analýza reziduí grafickou metodou vzorku H

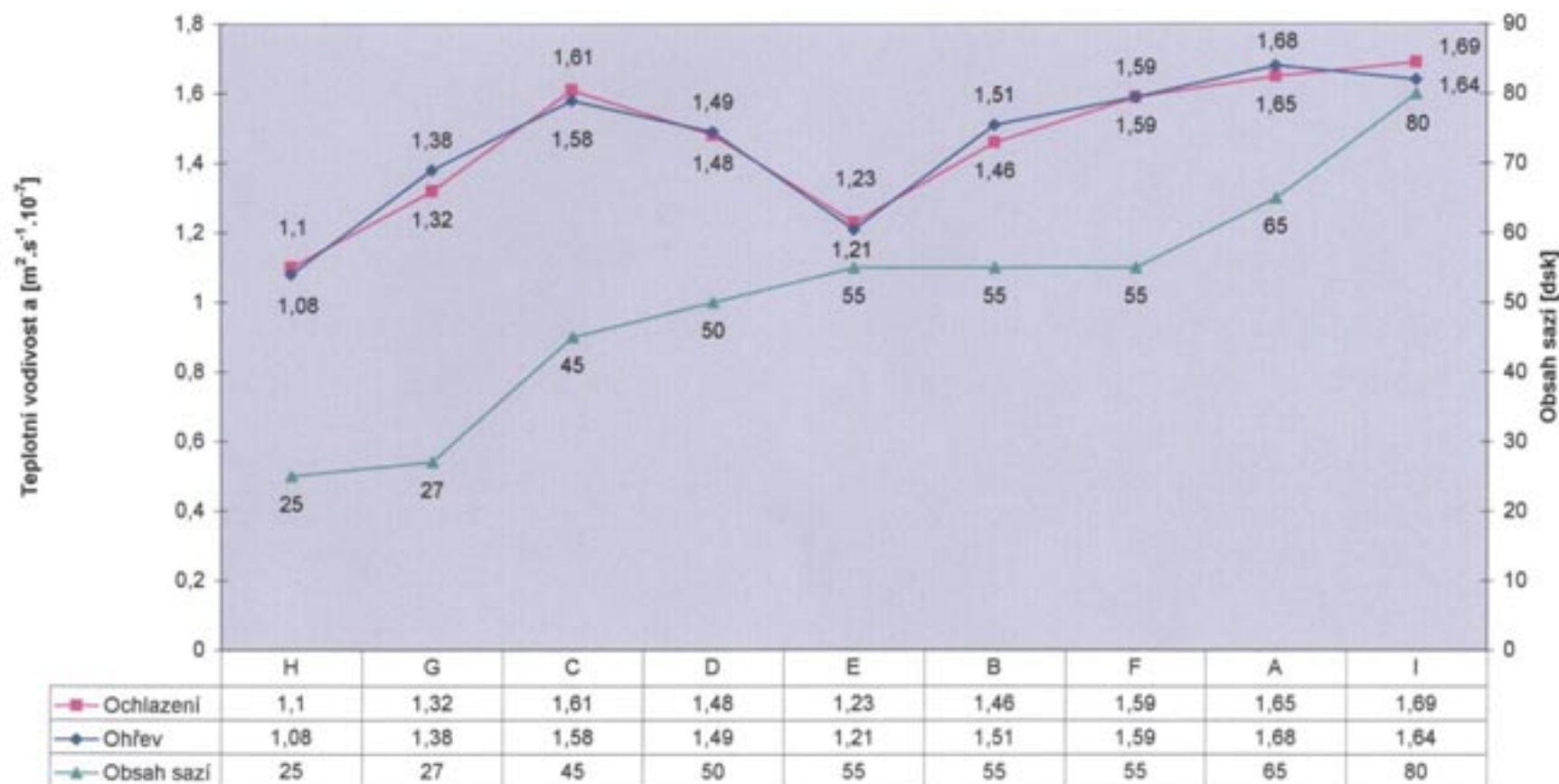
P 1 : Tabulka zadanych a naměřených hodnot vzorků pryže

Vzorek	Použití	Tvrдост Shore A	Elastomer	Plniva	Změkčovadla	Teplotní vodivost* a [m ² . s ⁻¹ . 10 ⁻⁷]	
A	Běhoun	60	70 NR, SBR, IR, BR 1:1	65 dsk ISAF	20 dsk	1,65	1,68
B	Běhoun	63	75 NR, BR	55 dsk ISAF	6 dsk	1,46	1,51
C	Bočnice	55	40 NR, 50 BR, 10 SBR	45 dsk HAF	4 dsk	1,61	1,58
D	Bočnice	65	45NR, 45 BR, 10 SBR	50 dsk HAF	5 dsk	1,48	1,49
E	Klínek	72		(odhad 55 dsk)		1,23	1,21
F	Klínek	72	70 NR, 30 IR	55 dsk HAF, 5 dsk Sil	2 dsk	1,59	1,59
G	Poduška	60	100 NR	27 dsk HAF, 15 dsk Sil	1 dsk	1,32	1,38
H	Poduška	57	100 NR	25 dsk HAF, 16 dsk Sil	1 dsk	1,10	1,08
I	Patní pásek	78	60 NR, 40 SBR	40 dsk HAF, 40 dsk FEF	4 dsk	1,69	1,64

* Hodnota teplotní vodivosti je uvedena jako průměrná pro ochlazení a ohřev

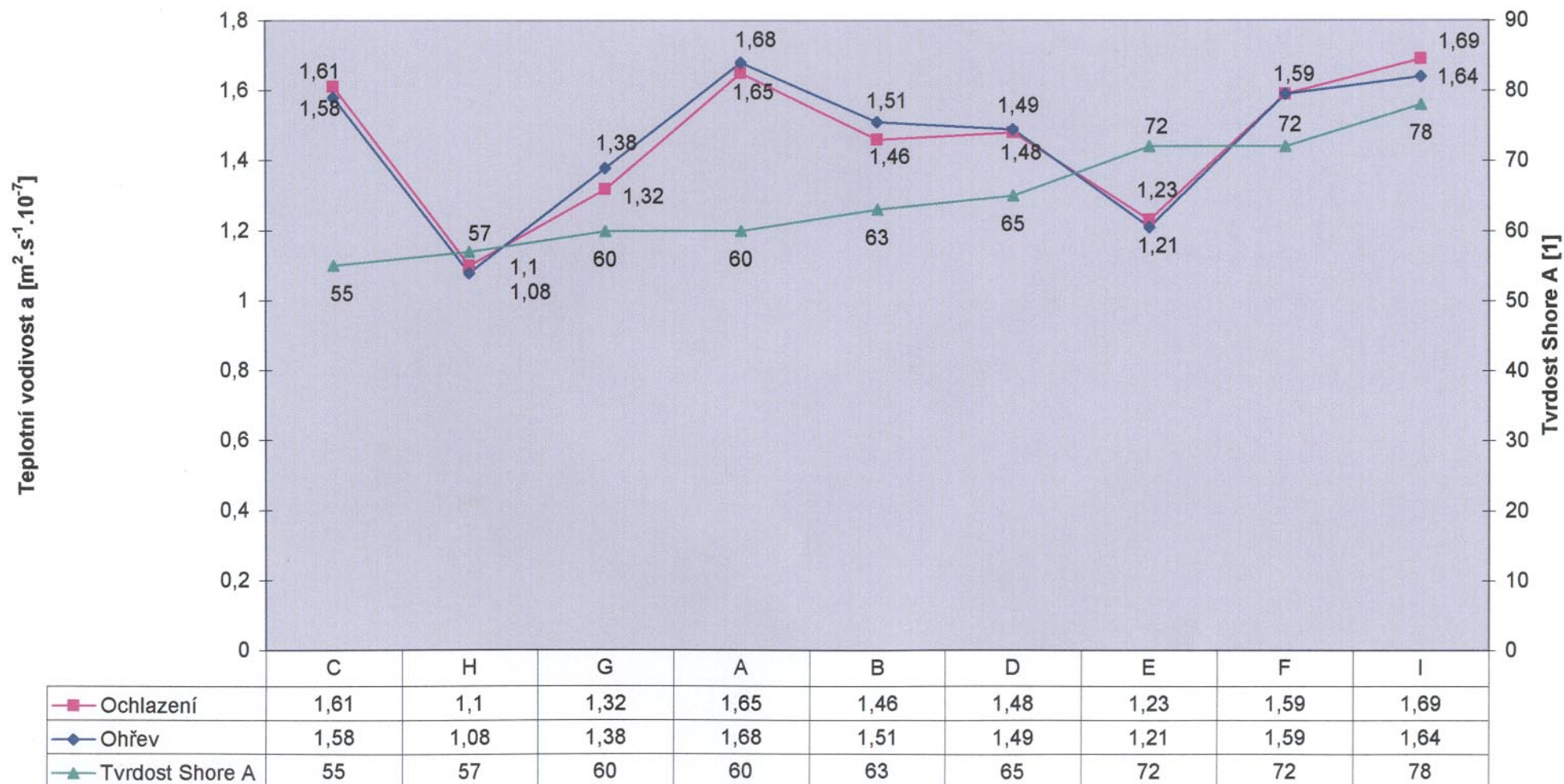
P2: Srovnání hodnot teplotní vodivosti a obsahu sazí

Srovnání hodnot teplotní vodivosti a obsahu sazí



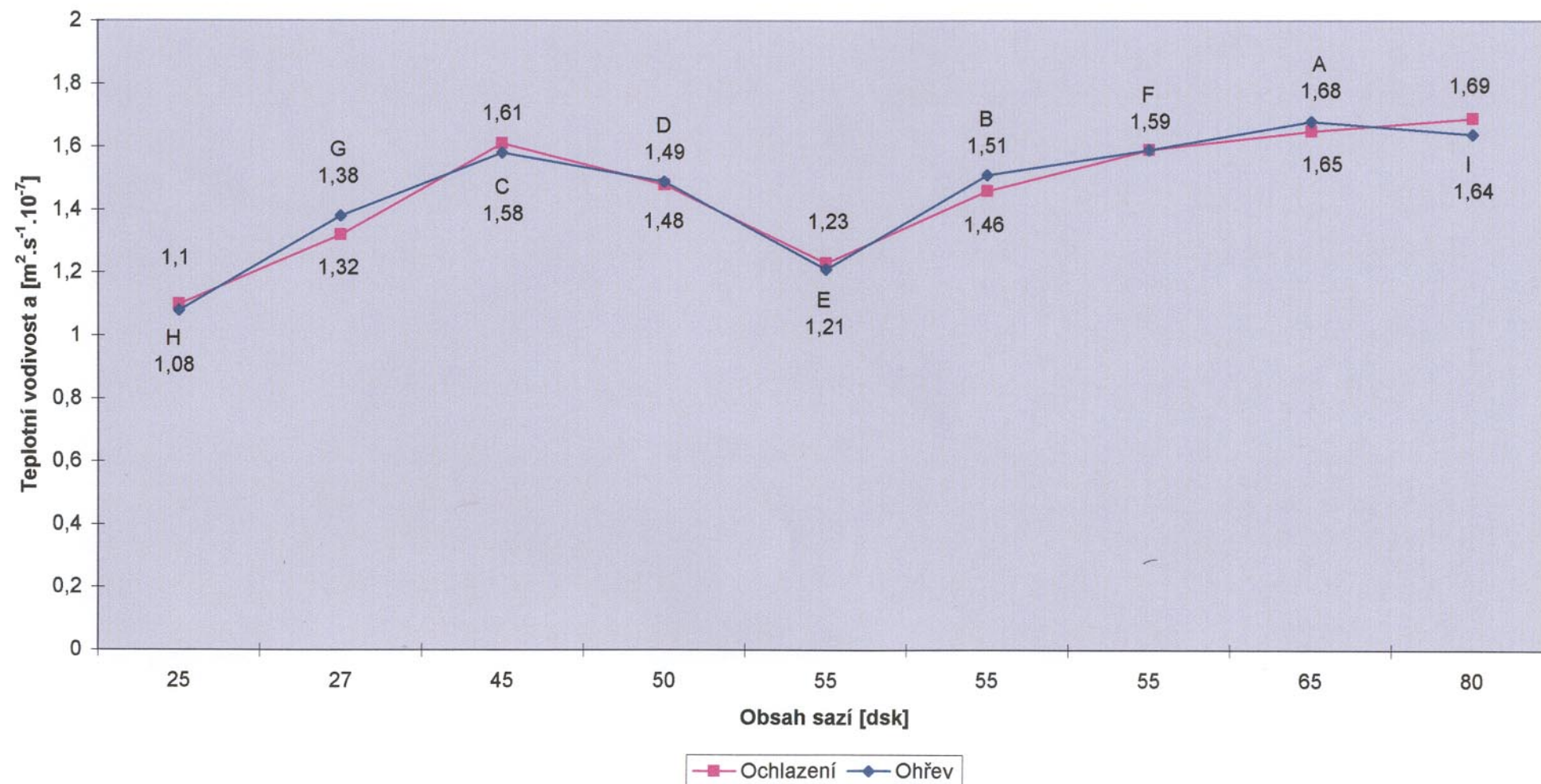
P3: Srovnání hodnot teplotní vodivosti a tvrdosti Shore A

Srovnání hodnot teplotní vodivosti a tvrdosti Shore A



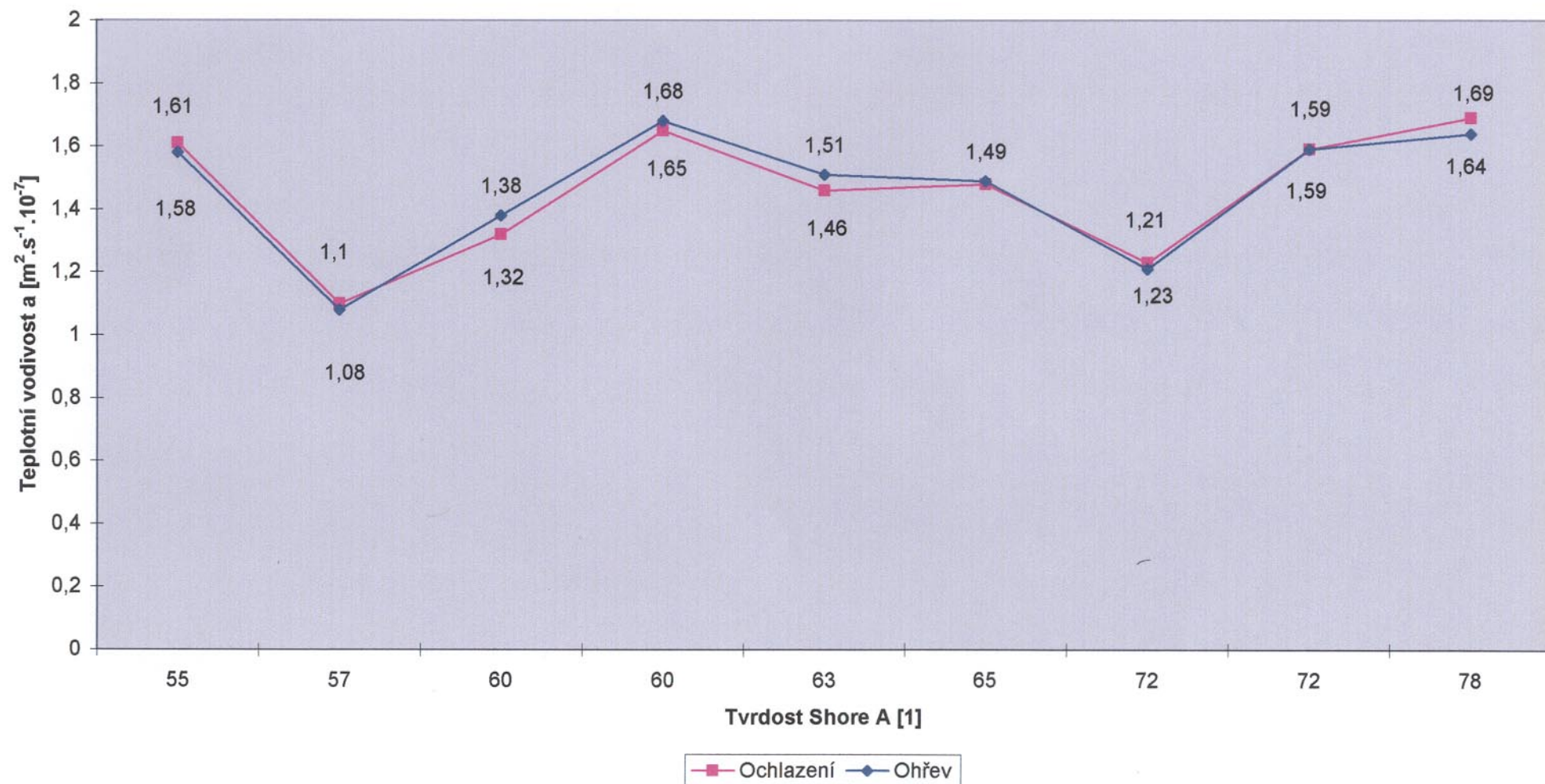
P4: Závislost teplotní vodivosti na obsahu sazí

Závislost teplotní vodivosti na obsahu sazí



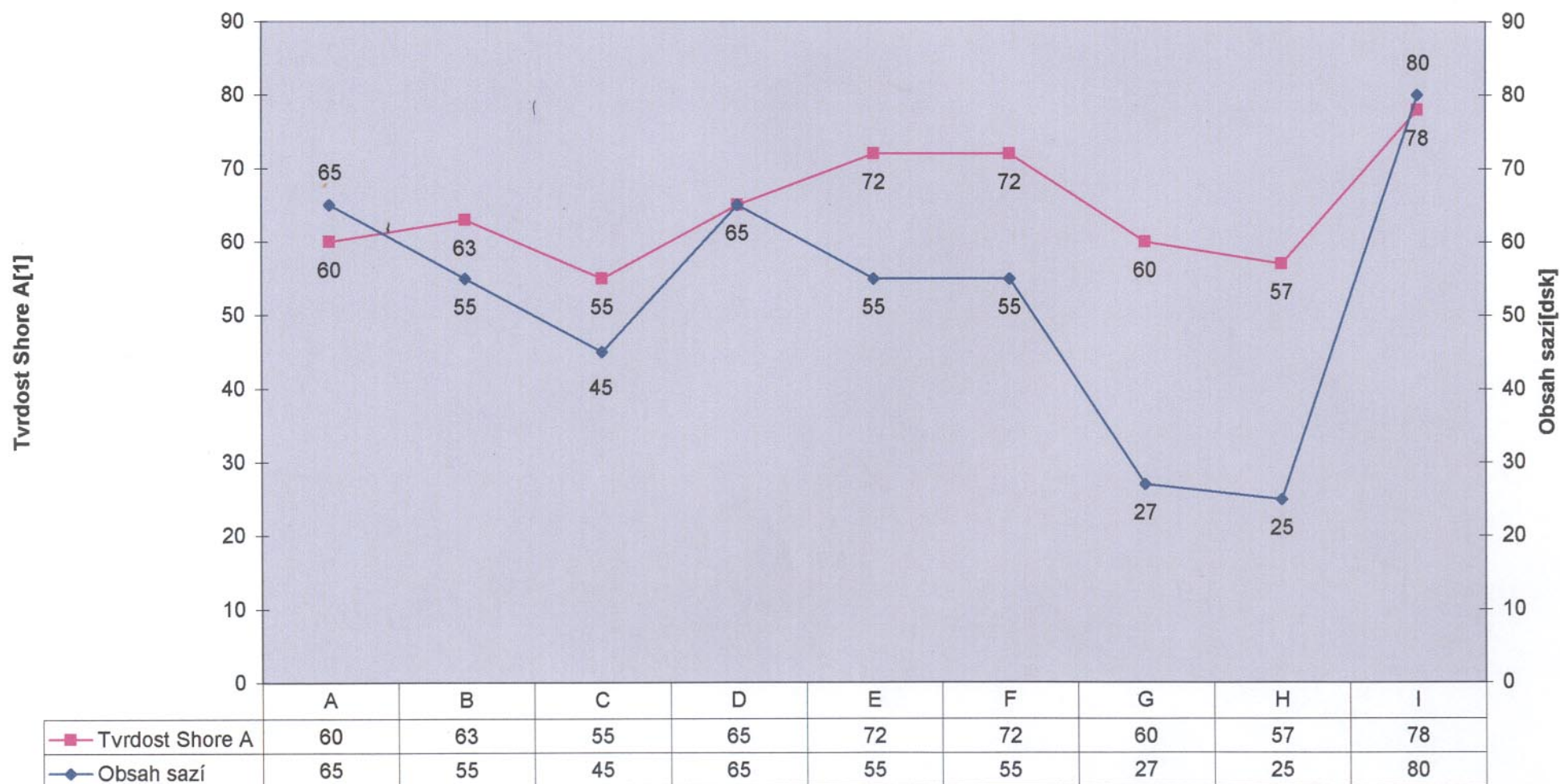
P5: Závislost teplotní vodivosti na tvrdosti Shore A

Závislost teplotní vodivosti na tvrdosti Shore A



P6: Srovnání hodnot Shore A a obsahu sazí

Srovnání hodnot tvrdosti Shore A a obsahu sazí



P7 : Naměřené hodnoty vzorku H - ohřev

1. ohřev		2. ohřev		3. ohřev	
Čas (s)	Teplota (°C)	Čas (s)	Teplota (°C)	Čas (s)	Teplota (°C)
380	35.31	380	35.41	380	35.31
400	36.45	400	36.64	400	36.33
420	37.59	420	37.46	420	37.46
440	38.63	440	38.59	440	38.49
460	39.56	460	39.61	460	39.51
480	40.39	480	40.43	480	40.33
500	41.22	500	41.25	500	41.25
520	42.04	520	42.07	520	41.97
540	42.67	540	42.90	540	42.69
560	43.39	560	43.61	560	43.51
580	44.12	580	44.33	580	44.23
600	44.74	600	44.95	600	44.74
620	45.26	620	45.56	620	45.46
640	45.87	640	45.97	640	46.07
660	46.40	660	46.59	660	46.58
680	46.91	680	47.10	680	47.10
700	47.43	700	47.61	700	47.61
720	47.95	720	48.13	720	47.92
740	48.36	740	48.54	740	48.43
760	48.78	760	48.95	760	48.84
780	49.19	780	49.36	780	49.25
800	49.61	800	49.56	800	49.66
820	49.81	820	49.87	820	50.07
840	50.23	840	50.28	840	50.28
860	50.44	860	50.69	860	50.59
880		880	50.89	880	

P7 : Naměřené hodnoty vzorku H - ochlazení

1. ochlazení		2. ochlazení		3. ochlazení	
Čas (s)	Teplota (°C)	Čas (s)	Teplota (°C)	Čas (s)	Teplota (°C)
380	45	380	45.10	380	45.20
400	43.96	400	43.97	400	44.08
420	42.93	420	42.95	420	42.95
440	41.89	440	41.92	440	41.92
460	40.96	460	41	460	41
480	40.03	480	39.97	480	40.08
500	39.20	500	39.15	500	39.26
520	38.37	520	38.33	520	38.44
540	37.59	540	37.41	540	37.62
560	36.92	560	36.69	560	36.95
580	36.12	580	36.08	580	36.18
600	35.47	600	35.36	600	35.46
620	34.85	620	34.74	620	34.85
640	34.23	640	34.23	640	34.33
660	33.81	660	33.62	660	33.62
680	33.29	680	33.10	680	33.21
700	32.77	700	32.69	700	32.69
720	32.46	720	32.18	720	32.28
740	31.95	740	31.67	740	31.87
760	31.64	760	31.31	760	31.46
780	31.22	780	30.95	780	31.V
800	30.91	800	30.44	800	30.64
820	30.50	820	30.18	820	30.33
840	30.08	840	29.82	840	30.03
860	29.87	860	29.51	860	29.72

P8 : Regresní parametry a charakteristiky vzorku H

1. ohřev

Apr 29 19:59:44 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

```
=====
=
Vstupni soubor      : merh1w      Pocet mereni        : 25
Koeficient korelace : 0.999916      Pocet stupnu volnosti : 21
F test P(korel.#0)  : 1          Hladina vyznamnosti  : 90%
Residualni rozptyl  : 0.00401301     Intervaly spolehlivosti : 90%
```

Tvar regresni funkce:

$t = a_3 + a_4 \cdot \exp(a_5 \cdot c)$

Odhady regresnich parametru:

```
=====
Parametr    Odhad          Interval spolehlivosti      Poznamka
-----
a3          56.044          < 55.716> - < 56.372>
a4          -58.4025        < -59.411> - < -57.3939>
a5          -0.00273781        <-0.00281659> - <-0.00265904>
```

1. ochlazení

Apr 29 20:06:20 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

```
=====
=
Vstupni soubor      : merh2e      Pocet mereni        : 25
Koeficient korelace : 0.999908      Pocet stupnu volnosti : 21
F test P(korel.#0)  : 1          Hladina vyznamnosti  : 90%
Residualni rozptyl  : 0.00447718     Intervaly spolehlivosti : 90%
```

Tvar regresni funkce:

$t = a_3 + a_4 \cdot \exp(a_5 \cdot c)$

Odhady regresnich parametru:

```
=====
Parametr    Odhad          Interval spolehlivosti      Poznamka
-----
a3          24.8474          < 24.5384> - < 25.1564>
a4          61.1676          < 59.9648> - < 62.3705>
a5          -0.00290766        <-0.00299058> - <-0.00282474>
```

P8 : Regresní parametry a charakteristiky vzorku H

2. ohřev

Apr 29 20:15:03 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

```
=====
=
Vstupni soubor      :   merh3e      Pocet mereni          : 26
Koeficient korelace :   0.999903      Pocet stupnu volnosti   : 22
F test P(korel.#0)  :           1      Hladina vyznamnosti     : 90%
Residualni rozptyl  :  0.00484097      Intervaly spolehlivosti : 90%
```

Tvar regresni funkce:

$$t=a3+a4*\exp(a5*c)$$

Odhady regresnich parametru:

```
=====
Parametr    Odhad          Interval spolehlivosti      Poznamka
-----
a3           55.8123        < 55.5089> - < 56.1157>
a4          -60.2953        < -61.4452> - < -59.1453>
a5          -0.00284987       < -0.00293> - <-0.00276975>
```

2. ochlazení

Apr 29 20:29:44 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

```
=====
=
Vstupni soubor      :   merh4w      Pocet mereni          : 25
Koeficient korelace :   0.999945      Pocet stupnu volnosti   : 21
F test P(korel.#0)  :           1      Hladina vyznamnosti     : 90%
Residualni rozptyl  :  0.00285552      Intervaly spolehlivosti : 90%
```

Tvar regresni funkce:

$$t=a3+a4*\exp(a5*c)$$

Odhady regresnich parametru:

```
=====
Parametr    Odhad          Interval spolehlivosti      Poznamka
-----
a3           24.0401        < 23.7778> - < 24.3025>
a4           61.5623        < 60.6616> - < 62.4629>
a5          -0.00281524       <-0.00287949> - <-0.00275098>
```

P8 : Regresní parametry a charakteristiky vzorku H

3. ohřev

Apr 29 20:40:58 2005
 Mareg Lic.c.7
 (c) Klemsa Software 1991

=

Vstupni soubor	:	merh5e	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999939	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00303757	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Tvar regresni funkce:

$$t=a3+a4*\exp(a5*c)$$

Odhady regresnich parametru:

Parametr	Odhad	Interval spolehlivosti	Poznamka
a3	56.0079	< 55.7359> - < 56.28>	
a4	-60.2689	< -61.1925> - < -59.3452>	
a5	-0.00280734	<-0.00287489> - <-0.00273978>	

3. ochlazení

Apr 29 20:51:00 2005
 Mareg Lic.c.7
 (c) Klemsa Software 1991

=

Vstupni soubor	:	merh6e	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999945	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00281035	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Tvar regresni funkce:

$$t=a3+a4*\exp(a5*c)$$

Odhady regresnich parametru:

Parametr	Odhad	Interval spolehlivosti	Poznamka
a3	24.3577	< 24.103> - < 24.6124>	
a4	61.5942	< 60.68> - < 62.5084>	
a5	-0.00284745	<-0.00291169> - <-0.00278322>	

P9 : Kovariační a korelační matice vzorku H

1. ohřev

May 01 16:15:27 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh1w	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999916	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00401301	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.0363627	0.100128	8.58568e-006
2	0.100128	0.343855	2.57752e-005
3	8.58568e-006	2.57752e-005	2.09769e-009

Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.895445	0.983051
2	0.895445	1	0.959719

1. ochlazení

May 01 16:19:24 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh2e	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999908	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00447718	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.032273	0.113165	-8.49336e-006
2	0.113165	0.489086	-3.257e-005
3	-8.49336e-006	-3.257e-005	2.32402e-009

Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.900743	-0.980708
2	0.900743	1	-0.966063

P9 : Kovariační a korelační matice vzorku H

2. ohřev

May 01 16:23:45 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh3e	Pocet mereni	:	26
Koeficient korelace	:	0.999903	Pocet stupnu volnosti	:	22
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00484097	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.0311888	0.105803	8.07121e-006
2	0.105803	0.448016	3.00828e-005
3	8.07121e-006	3.00828e-005	2.17535e-009

Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.895063	0.979884
2	0.895063	1	0.963624

2. ochlazení

May 01 16:27:42 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh4w	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999945	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00285552	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.0232681	0.0717479	-5.59586e-006
2	0.0717479	0.2742	-1.8836e-005
3	-5.59586e-006	-1.8836e-005	1.39555e-009

Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.898246	-0.982005
2	0.898246	1	-0.9629

P9 : Kovariační a korelační matice vzorku H

3. ohřev

May 01 16:31:29 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh5e	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999939	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00303757	Intervaly spolehlivosti	:	90%

Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.0250174	0.0762748	6.10153e-006
2	0.0762748	0.288387	2.03044e-005
3	6.10153e-006	2.03044e-005	1.54281e-009

Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.897993	0.982113
2	0.897993	1	0.9626

3. ochlazení

May 01 16:34:46 2005
Mareg Lic.c.7
(c) Klemsa Software 1991

Vstupni soubor	:	merh6e	Pocet mereni	:	25
Koeficient korelace	:	0.999945	Pocet stupnu volnosti	:	21
F test P(korel.#0)	:	1	Hladina vyznamnosti	:	90%
Residualni rozptyl	:	0.00281035	Intervaly spolehlivosti	:	90%

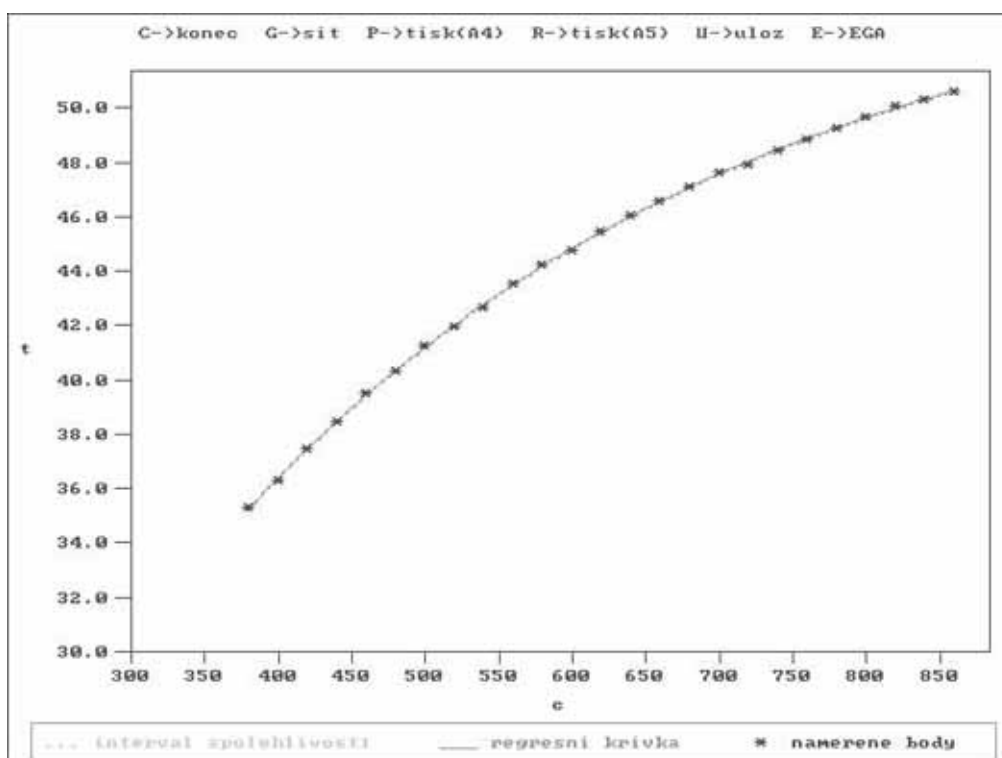
Kovariancni matice:

cis.par.	1	2	3
1	0.021931	0.0707781	-5.42839e-006
2	0.0707781	0.282498	-1.91356e-005
3	-5.42839e-006	-1.91356e-005	1.3946e-009

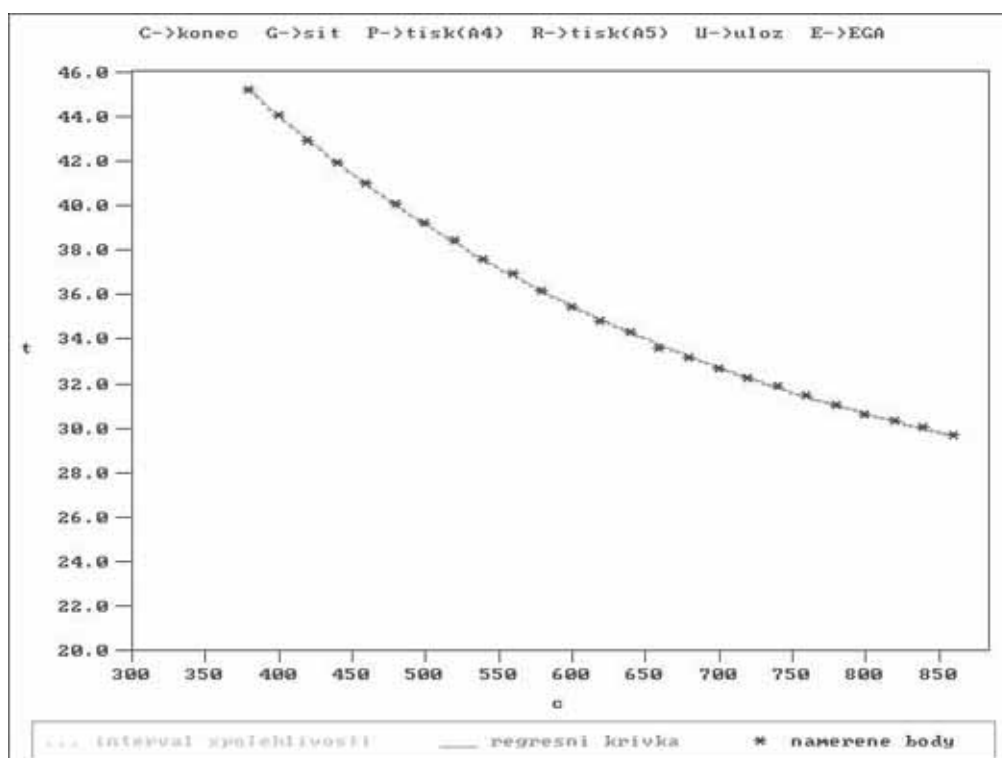
Korelacni matice:

cis.par.	1	2	3
1	1	0.899211	-0.981559
2	0.899211	1	-0.964073

P10 : Grafy závislostí teploty na čase vzorku H

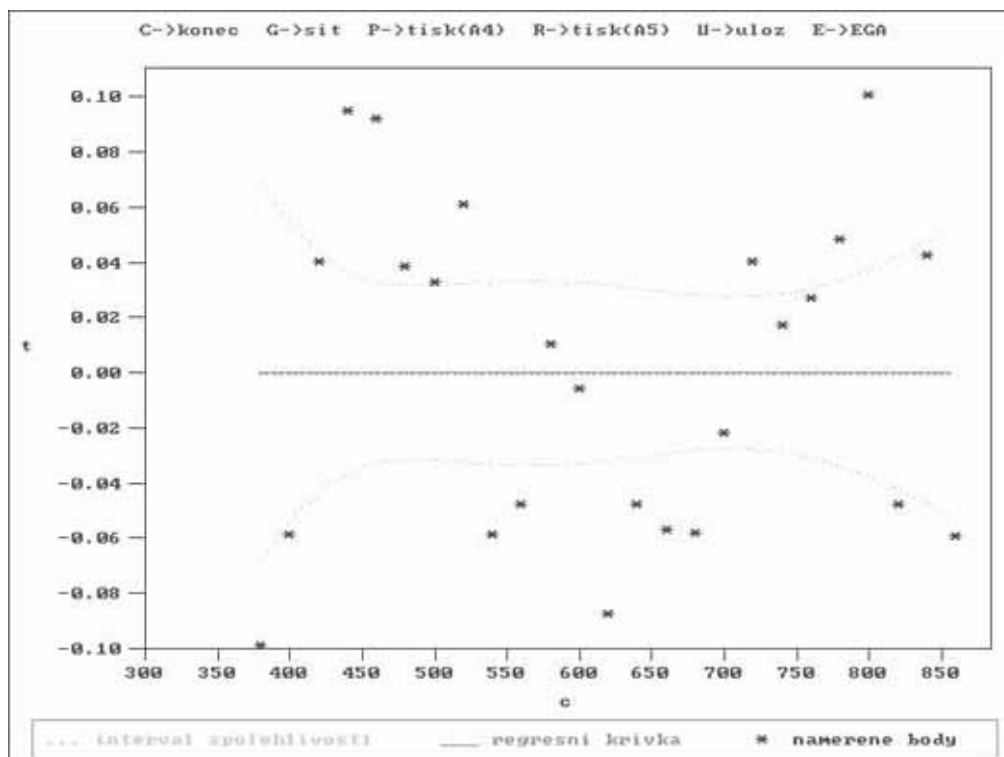


3. ohřev

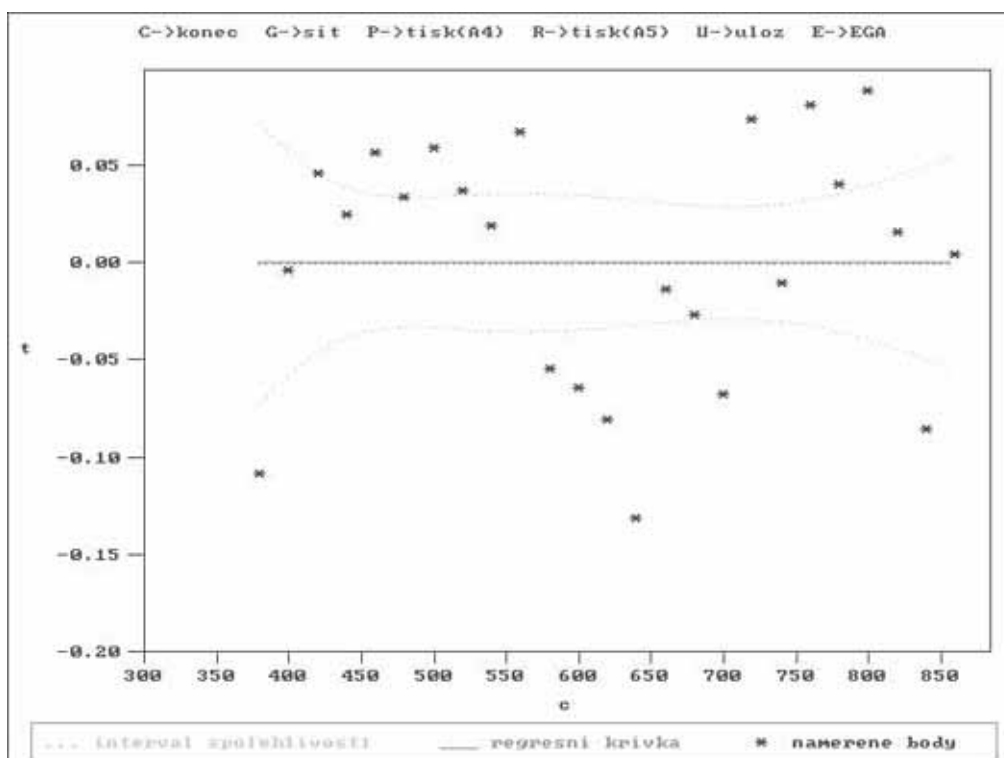


3. ochlazení

P11 : Analýza reziduí grafickou metodou vzorku H

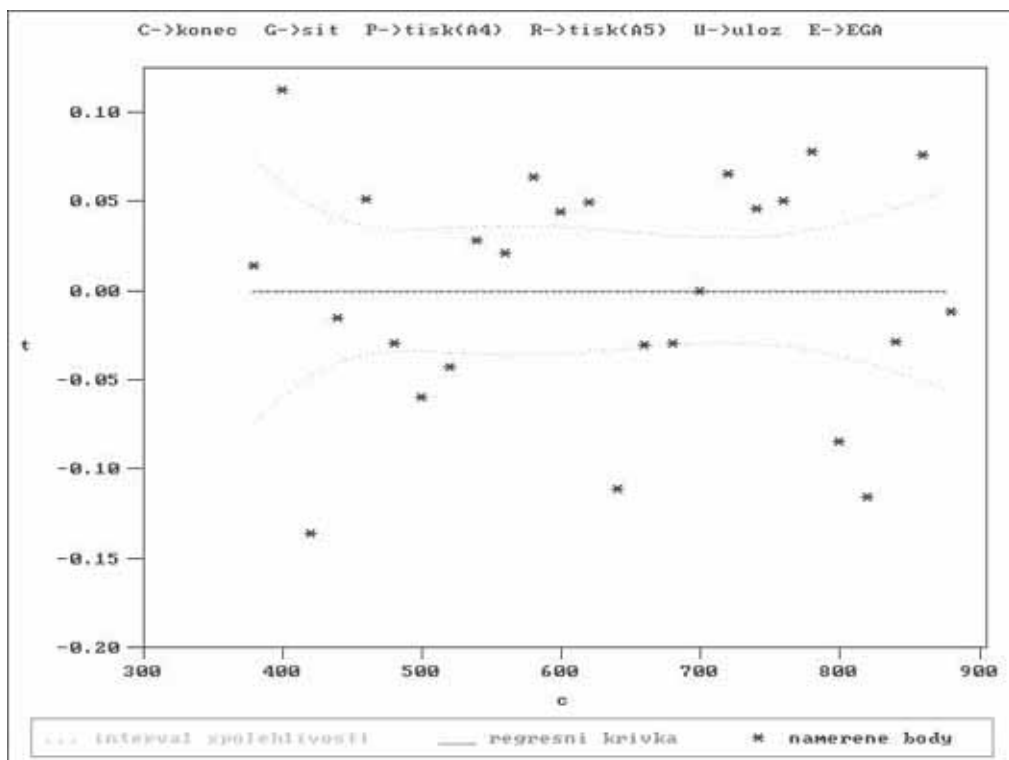


1. ohřev

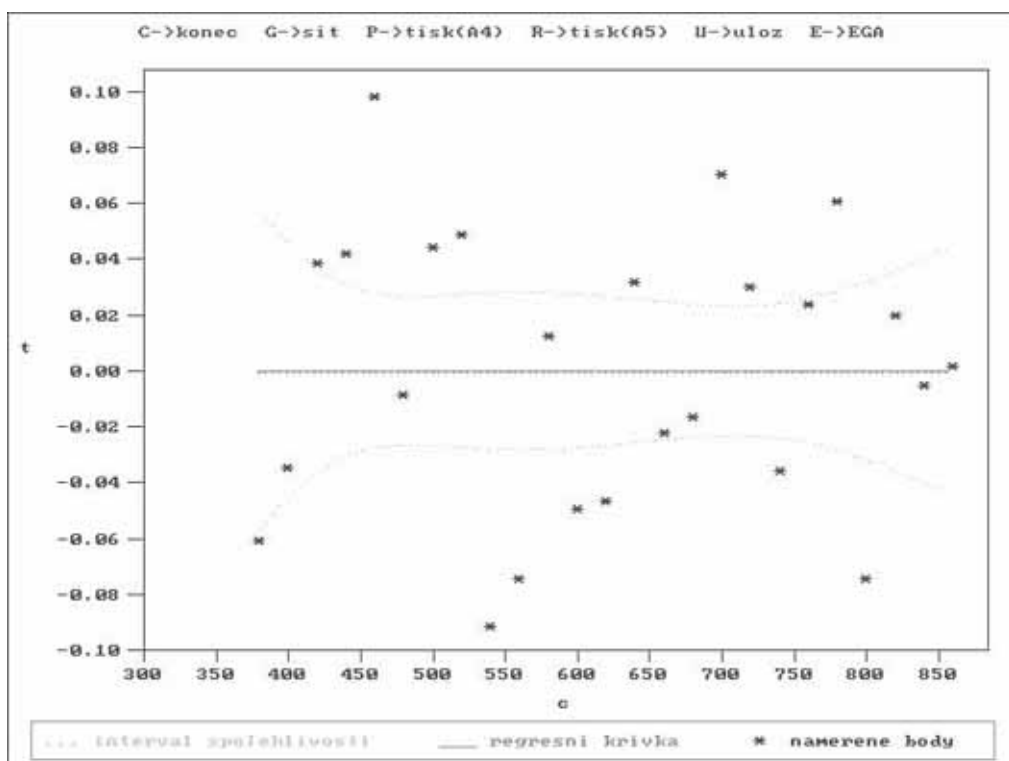


1. ochlazení

P11 : Analýza reziduí grafickou metodou vzorku H

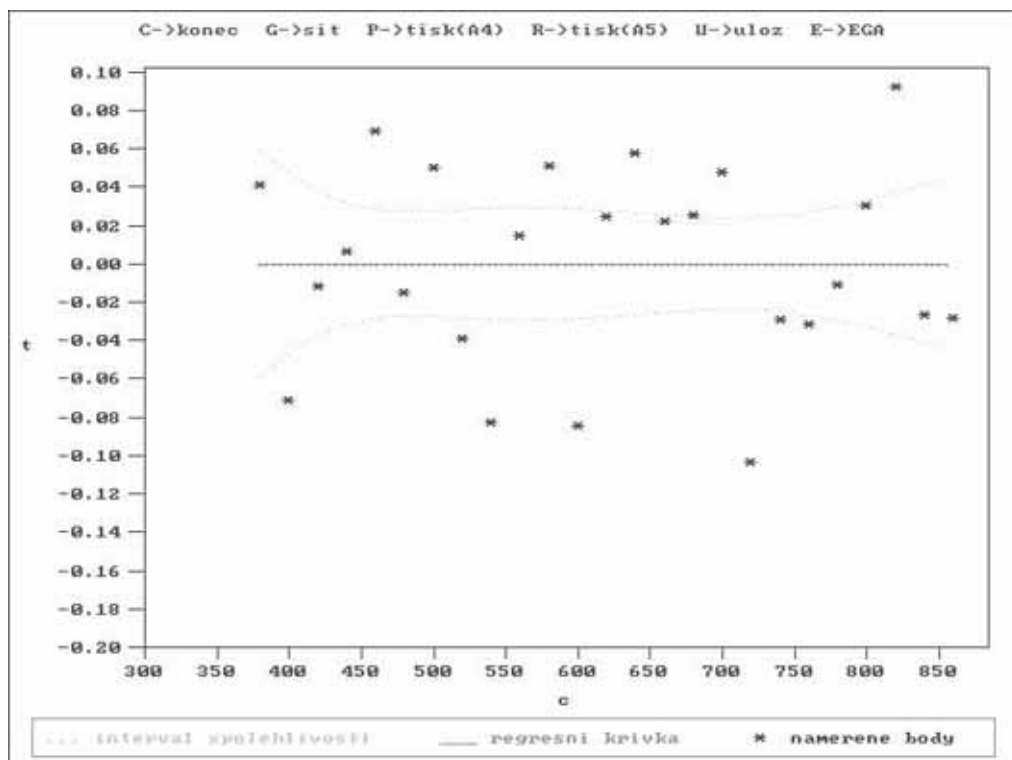


2. ohřev

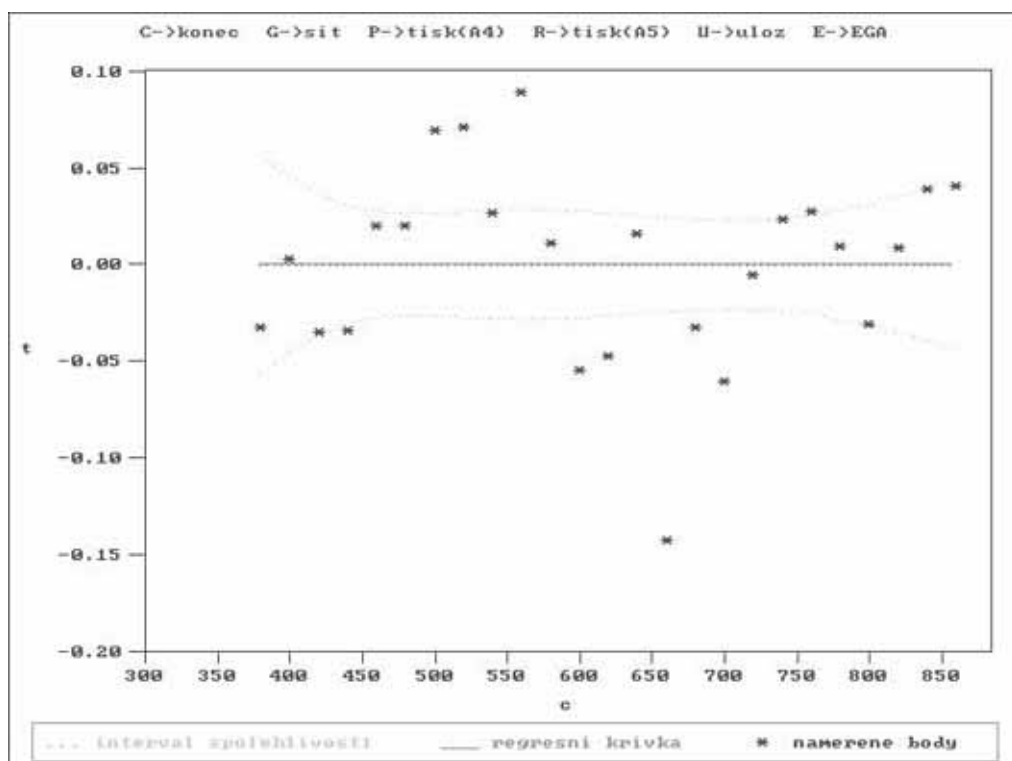


2. ochlazení

P11 : Analýza reziduí grafickou metodou vzorku H



3. ohřev



3. ochlazení