

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATEMATIKY
INSTITUTE OF MATHEMATICS

URČENÍ TERMOFYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ OKUJÍ NA OCELI PRO VYSOKÉ TEPLITOTY

DETERMINATION OF THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF SCALE LAYER ON STEEL AT HIGH
TEMPERATURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE Tomáš Ondruch
AUTHOR

VEDOUcí PRÁCE Ing. Michal Pohanka, Ph.D.
SUPERVISOR

BRNO 2017

Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav matematiky
Student:	Tomáš Ondruch
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Matematické inženýrství
Vedoucí práce:	Ing. Michal Pohanka, Ph.D.
Akademický rok:	2016/17

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

Určení termofyzikálních vlastností okují na oceli pro vysoké teploty

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Ocel se často zpracovává za vysokých teplot, kdy ocel rychle reaguje s kyslíkem v okolní atmosféře a na povrchu se vytvářejí porézní oxidické vrstvy železa (zejména FeO, Fe₃O₄, Fe₂O₃), které se souhrnně nazývají okuje. Experimentálně bylo ověřeno, že tyto vrstvy výrazně ovlivňují rychlosť ochlazování ocelového produktu při vodním chlazení. Pro simulace a optimalizace chladicích systémů je proto potřebné znát termofyzikální vlastnosti okují, které je nutné v modelech zohlednit. V literatuře je možné najít jen velmi omezené informace o vlastnostech okují a vždy se jedná o homogenní neporézní vzorky připravené například sintrováním. Skutečné okuje jsou však porézní, což výrazně mění jejich vlastnosti. Jejich struktura závisí na mnoha parametrech jako oxidační teplota, čas oxidace a složení okolní atmosféry, složení oceli. Jejich vlastnosti tak budou velice proměnné a proto je nutné je změřit. Okuje jsou velmi křehké a proto je ve většině případů nemožné oddělení okují bez poškození. V Laboratoři přenosu tepla a proudění byla navržena nová metoda měření termofyzikálních vlastností okují přímo na ocelovém podkladě s využitím výkoného pulzního laseru. Student provede měření na zařízení FlashLine 4010 a následně vyhodnotí získaná data.

Cíle bakalářské práce:

- Porozumění diferenciální rovnice parabolického typu a okrajových podmínek popisující problematiku vedení tepla.
- Sestavení komplexního numerického modelu měřicího zařízení, pomocí kterého bude možné provádět simulace měření na skutečném zařízení. Model bude popisovat jak vedení tepla, tak výměnu tepla vzájemnou radiací mezi povrhy.
- Provedení měření se zokujenými vzorky na zařízení FlashLine v Laboratoři přenosu tepla a proudění za vysokých teplot (nad 600 °C).
- Inverzní výpočet termofyzikálních vlastností okují z naměřených dat pomocí numerického modelu

měřicího zařízení a dvourozměrné optimalizační metody.

- Provedení citlivostní analýzy a výpočet přesnosti získaných termofyzikálních vlastností okují.
- Porovnání získaných dat s ostatními publikacemi.

Seznam doporučené literatury:

PARKER, W.J., R.J. JENKINS, C.P. BUTLER a G.L. ABBOTT. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of Applied Physics*. 1961, 32(9), 1679-1684. DOI: 10.1063/1.1728417.

COWAN, R.D. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. *Journal of Applied Physics*. 1963, 34(4), 926-927. DOI: 10.1063/1.1729564.

CLARK, L.M. a R.E. TAYLOR. Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity. *Journal of Applied Physics*. 1975, 46(2), 714-719. DOI: 10.1063/1.321635.

AZUMI, T. a Y. TAKAHASHI. Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. *Review of Scientific Instruments*. 1981, 52(9), 1411-1413. DOI: 10.1063/1.1136793.

BABA, T. a A. ONO. Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements. *Measurement Science and Technology*. 2001, 12(12), 2046-2057. DOI: 10.1088/0957-0233/12/12/304.

HAY, B., J.R. FILTZ, J. HAMEURY a L. RONGIONE. Uncertainty of thermal diffusivity measurements by laser flash method. *International Journal of Thermophysics*. 2005, 26(6), 1883-1898. DOI: 10.1007/s10765-005-8603-6.

TAYLOR, R.E. Thermal conductivity determinations of thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering A*. 1998, 245(2), 160-167. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00847-2.

PRESS, W.H., S.A. TEUKOLSKY, W.T. VETTERLING a B.P. FLANNERY. *Numerical Recipes in C*. 2. New York: Cambridge University Press, 1997. ISBN 0-521-43108-5.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17.

V Brně, dne 2. 11. 2016

L. S.

prof. RNDr. Josef Šlapal, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Práce se zabývá termofyzikálními vlastnostmi vrstvy okují na oceli a jejich určením pro vysoké teploty. Úvodní část shrnuje základní charakteristiky okují, dále se věnuje principům přenosu tepla s důrazem na vedení. V navazujícím textu je popsán současný stav výzkumu termofyzikálních vlastností okují. Následně se práce věnuje experimentálnímu měření termofyzikálních vlastností pomocí laserové zábleskové metody a popisu provedeného měření. V dalších kapitolách je představen konečněprvkový numerický model měřicího zařízení a je vysvětlena technika výpočtu termofyzikálních vlastností okují. Dosažené výsledky jsou srovnány s dostupnými daty a je provedena citlivostní analýza vybraných parametrů modelu.

KLÍČOVÁ SLOVA

okuje, oxidy, termofyzikální vlastnosti, tepelná difuzivita, součinitel tepelné vodivosti, laserová záblesková metoda, metoda odezvové plochy

ABSTRACT

The thesis deals with thermophysical properties of scale layer on steel and their determination at high temperatures. The first part summarizes fundamental characteristics of scales, it is also devoted to principles of heat transfer with emphasis on heat conduction. The following text presents current state of research on scales' thermophysical properties. Subsequently, the thesis aims to experimental measurement of thermophysical properties by use of laser flash method and conducted measurement is described, as well. The following chapters present a finite-element numerical model of the measurement apparatus and computation technique for determination of scales' thermophysical properties is explained. The obtained results are compared with available data and sensitivity analysis of selected model parameters is carried out.

KEYWORDS

scales, oxides, thermophysical properties, thermal diffusivity, thermal conductivity, laser flash method, response surface methodology

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma „Určení termofyzikálních vlastností okuí na oceli pro vysoké teploty“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Brno
.....
podpis autora

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval vedoucímu bakalářské práce panu Ing. Michalu Pohankovi, Ph.D. za odborné vedení, konzultace, trpělivost a podnětné návrhy k práci. Poděkování bych rovněž věnoval také rodině a přátelům, kteří mě během studia vytrvale podporovali.

Brno
.....

podpis autora

OBSAH

1	Úvod	14
2	Úvod do problematiky okují	15
2.1	Struktura okují	15
2.2	Dělení okují	15
2.3	Metody odstraňování okují	16
2.4	Vliv vrstvy oxidů na sprchové chlazení	16
3	Přenos tepla	18
3.1	Vedení tepla	18
3.1.1	Fourierův zákon	18
3.1.2	Diferenciální rovnice vedení tepla	18
3.1.3	Počáteční a okrajové podmínky	19
3.1.4	Analytické řešení rovnice vedení tepla	20
3.1.5	Numerické řešení rovnice vedení tepla	21
3.2	Proudění	22
3.3	Záření	23
4	Současný stav výzkumu termofyzikálních vlastností okují	24
4.1	Výzkum termofyzikálních vlastností vrstev oxidů	24
4.2	Výzkum termofyzikálních vlastností okují	25
5	Laserová záblesková metoda	27
5.1	Základní princip metody	27
5.2	Určení tepelné difuzivity	27
5.3	Určení součinitele tepelné vodivosti	29
5.3.1	Předpoklady a omezení	30
5.4	Některé korekce a rozšíření metody	30
6	Experimentální měření	32
6.1	Příprava měření	32
6.2	Průběh měření	32
7	Numerický model	34
7.1	Geometrie a materiály	34
7.2	Nastavení fyzikálních parametrů	35
7.3	Diskretizace geometrie a numerický výpočet	35
8	Výpočet termofyzikálních vlastností	36
8.1	Charakter optimalizační úlohy	36
8.2	Metoda odezvové plochy	37

8.2.1	Plán experimentu	37
8.2.2	Určení termofyzikálních vlastností	38
8.3	Diskuze	40
9	Citlivostní analýza	42
9.1	Metodika citlivostní analýzy	42
9.2	Interpretace a diskuze výsledků citlivostní analýzy	43
10	Závěr	45
	Literatura	47
	Seznam příloh	51
A	Regresní analýza - komentáře k vybraným výstupům	53
A.1	Transformace výstupní veličiny	53
A.2	Grafy regresní diagnostiky	54
A.3	ANOVA	55
B	Soubory na CD	57

1 ÚVOD

Při výrobě oceli a během procesů jejího zpracování za vysokých teplot ($800 - 1200^{\circ}\text{C}$) je ocel běžně vystavena oxidačnímu prostředí. Za takových podmínek dochází na jejím povrchu k oxidaci železa a následnému vzniku vrstev okují. Jejich význam je důležitý jak z hlediska dosažení požadované kvality oceli, tak i pro optimalizaci dílčích procesů zpracování. Zejména v případě zkoumání rychlosti ochlazování ocelového produktu mají okuje významnou roli a jejich výskyt by se proto při návrhu chladicího systému neměl zanedbávat. Jiným příkladným krokem ve výrobě oceli, kde je nutno uvažovat výskyt okují, je válcování. Vrstvy oxidů železa zde totiž mimo jiné výrazně ovlivňují tření a přenos tepla mezi válcem a válcovaným produktem. V tomto procesu se navíc okuje negativně podílejí jak na opotřebování válců, tak i na zvýšené drsnosti povrchu ocelového výrobku. [1]

Vliv okují by tedy rozhodně neměl být zanedbáván a jejich výzkumu by se měla věnovat patřičná pozornost. Z důvodu značné závislosti struktury okují na parametrech oxidačního prostředí a složení oceli je však zkoumání jejich vlastností velmi složité. K této obtíží přispívá také výrazná nehomogenita a obecně proměnlivá průzrostnost vrstvy okují.

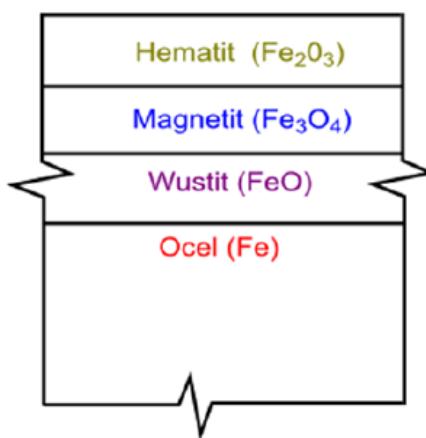
Dvěma základními termofyzikálními veličinami, na jejichž určení se tato bakalářská práce zaměřuje, jsou tepelná difuzivita α a součinitel tepelné vodivosti λ . Jejich určení se u homogenních materiálů provádí ryze experimentálně, pro vysoké teploty nejčastěji pomocí tzv. laserové zábleskové metody. Jelikož se okuje vyznačují křehkou strukturou a nelze je proto pro účel měření bez poškození oddělit od povrchu oceli, je nutné provést experiment pro vzorek okují na nosném ocelovém substrátu. Pro taková měření za účelem určení termofyzikálních vlastností okují je však použití samotné laserové zábleskové metody nedostačující, a proto musí být získaná data z experimentu dále zpracována. Jedním z možných postupů je srovnání výsledků experimentu s výstupy konečněprvkového numerického modelu, který simuluje provedené měření. Výsledky získané těmito dvěma postupy lze následně porovnat a s pomocí metody odezvové plochy založené na principech regresní analýzy určit hodnoty hledaných termofyzikálních vlastností.

2 ÚVOD DO PROBLEMATIKY OKUJÍ

2.1 Struktura okují

Pojem okuje představuje souhrnné označení porézních oxidických vrstev, které se vytvářejí na povrchu oceli při reakci kovu s atmosferickým kyslíkem za vysokých teplot. Třemi charakteristickými oxidy železa, které vrstvu okují vytvářejí, jsou wüstit (FeO), magnetit (Fe_3O_4) a hematit (Fe_2O_3). Názorné grafické schéma chemického složení vrstvy okují je zachyceno na obrázku 2.1.

Jsou-li ve zpracovávané oceli obsaženy příměsi jiných prvků (Si, Cr, Ni, Mo, Al), je proces oxidace ovlivněn a na rozhraní okují a oceli mohou vznikat také jiné vrstvy oxidů [2]. Těmi mohou být například fayalit (Fe_2SiO_4), chromit (FeCr_2O_4) nebo trevorit (NiFe_2O_4). Struktura okují a poměrné zastoupení jednotlivých oxidických vrstev jsou závislé na mnoha faktorech, zejména na parametrech okolní atmosféry. Podle [3] je růst okují závislý na teplotě a čase.



Obr. 2.1: Chemické složení okují [4]

2.2 Dělení okují

Okuje lze dále dělit podle fáze výrobního procesu, ve které vznikají. Rozeznáváme tak tři základní typy okují:

- *Primární okuje* vznikají na počátku procesu zpracování oceli, a sice v peci při opětovném ohřívání ocelových produktů. Vyznačují se porézní strukturou a nabývají tloušťky 1 až 5 mm. [5]
- *Sekundární okuje* se tvorí na povrchu oceli po jejím vytažení z pece, kdy ocelový výrobek prochází procesem válcování nahrubo a je vystaven běžné atmosféře. Tento typ okují má kompaktnější mikrostrukturu, přičemž tloušťka vzniklé vrstvy dosahuje 60 až 100 µm. [5]

- *Terciární okuje* vznikají v konečné fázi tváření při finálním válcování a dále také i po ukončení tohoto procesu. Jejich důležitou charakteristikou je křehkost a vysoká tvrdost, která má negativní vliv jak na opotřebení válců, tak i degradaci kvality zpracovávaného produktu v případě zaválcování okují s větší tloušťkou do povrchu oceli. [5]

2.3 Metody odstraňování okují

Jelikož je vznik okují na povrchu ocelového výrobku nežádoucím jevem, jsou do výroby oceli zařazeny také procesy k odstraňování okují (anglicky *descaling*). V praxi se odokujování provádí jedním ze tří způsobů:

- *Hydraulické odokujování* se provádí použitím vysokotlakého vodního paprsku. Jedná se o nejrozšířenější metodu pro odstranění okují během válcovacích procesů a využívá se pro odstranění primárních i sekundárních okují. [5]
- *Mechanické odokujování* je založeno na ohýbání zokujeného drátu, použití nylonových či ocelových kartáčů, broušení nebo případně otryskávání. Tento způsob se používá se zejména k odstranění terciárních okují. [5]
- *Chemické odokujování* se provádí nejčastěji mořením zokujených výrobků v anorganických kyselinách, případně pomocí elektrického proudu v procesu elektrolýzy. Využívá se při odstraňování terciárních okují. [5]

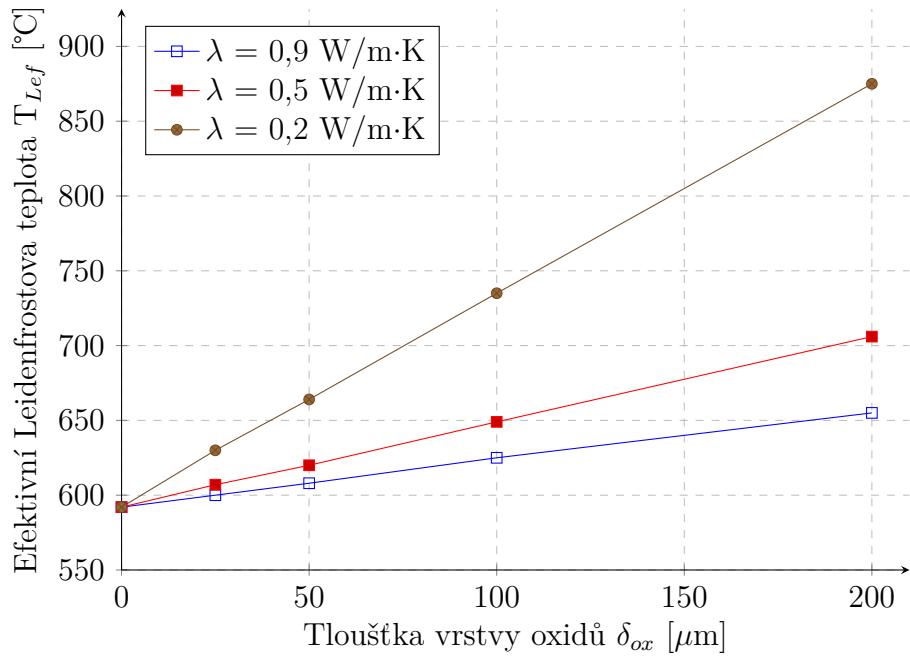
2.4 Vliv vrstvy oxidů na sprchové chlazení

Přestože vzniklé okuje vytváří na povrchu oceli relativně tenkou vrstvu, jejich vliv by ve výzkumu procesů zpracování oceli neměl být zanedbáván. Je známo, že schopnost tepelné vodivosti vrstvy oxidů je značně nižší oproti tepelné vodivosti zpracovávané oceli, a dá se tedy usoudit, že tato vrstva bude při chlazení produktů během výroby sloužit jako izolace bránící odvodu tepla.

V [6] a [7] se autoři podrobně zabývali vlivem okují na sprchové chlazení, přičemž byly sledovány změny tvaru Nukiyamiho křivky závislosti hustoty tepelného toku na přehřátí chlazeného povrchu. Ve výzkumu při popisu přenosu tepla přes vrstvu oxidů byl zaveden koncept tzv. efektivní Leidenfrostovy teploty T_{Lef} . Jedná se o teplotu, která zahrnuje izolační vliv vrstvy okují v Leidenfrostově bodě, v němž Nukiyamiho křivka nabývá svého minima a chlazení přechází z oblasti blánového varu do přechodného varu.

Při zkoumání vlivu okují na sprchové chlazení byly použity jednak výsledky analytických výpočtů, dále pak také data z provedeného experimentálního měření a výstupy numerické simulace založené na jednorozměrném konečněprvkovém modelu. Ve všech přístupech byl navíc vliv zkoumán pro různé hodnoty součinitele tepelné vodivosti λ .

Jak výsledky analytických a numerických výpočtů, tak i výstupy experimentálního měření ukázaly tendenci růstu efektivní Leidenfrostovy teploty s rostoucí tloušťkou oxidů. Trend růstu efektivní Leidenfrostovy teploty se projevil i s klesající hodnotou součinitele tepelné vodivosti λ , který přímo souvisí s rostoucím zastoupením vzduchových pórů ve vrstvě oxidů. Dosažené výsledky jsou znázorněny na obrázku 2.2, podrobnější popis výzkumu a získaných výstupů lze najít v práci [8].



Obr. 2.2: Srovnání efektivní Leidenfrostovy teploty pro různé hodnoty součinitelé tepelné vodivosti λ [8]

Získané poznatky prokázaly významnost vlivu struktury a tepelné vodivosti okují na sprchové chlazení oceli. Aby optimalizační návrhy procesů zpracování oceli byly v budoucnu dostatečně kvalitní, je potřeba výzkumu termofyzikálních vlastností okují věnovat patřičnou pozornost.

3 PŘENOS TEPLA

Nedílnou součástí procesů výroby a zpracování oceli je přenos tepla. Z hlediska fyzikální podstaty dějů lze u něj rozlišovat tři základní mechanismy: vedení, proudění a záření.

3.1 Vedení tepla

Princip vedení tepla (kondukce) spočívá v přenosu energie od více energetických k méně energetickým částicím, kterými jsou buď molekuly nebo atomy. Částice má tím větší kinetickou energii, čím vyšší je její teplota. Vedení tepla může probíhat v látkách pevných, kapalných i plynných. [10]

3.1.1 Fourierův zákon

Základním konstitučním vztahem v oblasti vedení tepla je Fourierův zákon. Pro obecný případ vedení tepla v třírozměrném tělese je jeho zápis ve tvaru

$$\dot{\mathbf{q}} = -\lambda \nabla T. \quad (3.1)$$

Podle tohoto vztahu platí, že hustota tepelného toku $\dot{\mathbf{q}}$ vedeného z místa o vyšší teplotě do místa o nižší teplotě je přímo úměrná teplotnímu gradientu

$$\nabla T = \frac{\partial T}{\partial x} \vec{i} + \frac{\partial T}{\partial y} \vec{j} + \frac{\partial T}{\partial z} \vec{k}$$

a má vůči němu opačné znaménko. Úměrnost zde určuje veličina nazývaná součinitel tepelné vodivosti λ , která vyjadřuje schopnost dané látky vést teplo. Tato termofyzikální vlastnost materiálu je obecně funkcí teploty, v případě nehomogenních látek je závislá také na poloze ve zkoumaném tělese. [10]

3.1.2 Diferenciální rovnice vedení tepla

V praktických inženýrských úlohách bývá často úkolem popsat teplotní pole tělesa v závislosti na čase. Nástrojem pro řešení takových úloh je diferenciální rovnice vedení tepla, někdy také nazývaná jako rovnice tepelné difuze. Pro základní případ jednorozměrné úlohy nestacionárního vedení tepla, například v tenké tyči nebo skrze rovinou stěnu, je diferenciální rovnice ve tvaru

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\alpha \frac{\partial T}{\partial x} \right) + q(x, t), \quad (3.2)$$

kde $T = T(x, t)$ je hledaná funkce popisující teplotu ve zkoumaném tělese v místě se souřadnicí x a čase t , člen $q(x, t)$ reprezentuje vnitřní zdroje tepla a součinitel α se nazývá tepelná difuzivita. Platí pro něj vztah

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho c},$$

tedy jedná se o podíl součinitele tepelné vodivosti λ a součinu hustoty ρ a měrné tepelné kapacity c . Tepelná difuzivita vyjadřuje schopnost látky vyrovnávat rozdílné teploty při neustáleném šíření tepla vedením v homogenním prostředí [11]. Pro obecný případ nestacionárního vedení tepla v třírozměrném tělese o objemu Ω v kartézském souřadném systému je pak rovnice tvaru

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) + q = \rho c \frac{\partial T}{\partial t}, \quad (3.3)$$

kde x, y, z mají význam kartézských souřadnic a $q = q(x, y, z, t)$ obecně označuje zdroje generující tepelnou energii v tělese. Z hlediska klasifikace je rovnice vedení tepla parciální diferenciální rovnicí druhého řádu parabolického typu. [12], [13]

3.1.3 Počáteční a okrajové podmínky

Chceme-li modelovat vývoj teploty v tělese, potřebujeme popsat situaci v okamžiku t_0 , kdy děj začínáme modelovat. Předepisujeme proto počáteční podmínu, která je pro jednorozměrnou úlohu vedení tepla ve tvaru

$$T(x, t_0) = T_0(x) \quad x \in (a, b) \quad (3.4)$$

a popisuje rozložení teploty v tělese v počátečním čase t_0 . Funkce $T_0(x)$ bývá považována za danou. Interval (a, b) v tomto případě vymezuje oblast v prostoru, kde jednorozměrné vedení tepla modelujeme - například pro tenkou tyč mají body a, b význam levého a pravého konce tyče. Situaci v těchto bodech předepisujeme pomocí okrajových podmínek. Uvedeme si jejich tři základní typy, které budeme formulovat pro jednorozměrný případ v pravém krajinm bodě b .

1. *Dirichletova podmínka* předepisuje teplotu v krajinm bodě b :

$$T(b, t) = T_b(t) \quad t > t_0, \quad (3.5)$$

přičemž $T_b(t)$ je daná funkce.

2. *Neumannova podmínka* předepisuje hustotu tepelného toku v krajinm bodě b :

$$\frac{\partial T}{\partial x}(b, t) = g(t) \quad t > t_0, \quad (3.6)$$

kde $g(t)$ je daná funkce. Speciální případ pro $g(t) = 0$ popisuje tepelně izolovaný konec zkoumaného tělesa. Někdy se podmínka uvádí také ve tvaru, který vychází z Fourierova zákona a zahrnuje explicitní vyjádření hustoty tepelného toku \dot{q} :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial x}(b, t) = \dot{q}(b, t) \quad t > t_0. \quad (3.7)$$

3. Newtonova podmínka je kombinací obou předchozích podmínek a je tvaru

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial x}(b, t) = h(T(b, t) - T_b(t)) \quad t > t_0. \quad (3.8)$$

Tepelný tok závisí na rozdílu teploty tělesa T na okraji b a dané teploty okolního prostředí T_b . Koeficient h se nazývá součinitel přestupu tepla. Zavedení Newtonovy podmínky do úlohy je vhodné zejména v případě, kdy povrch tělesa je ohříván nebo ochlazován tekutinou, která okolo něj proudí. [12], [13]

3.1.4 Analytické řešení rovnice vedení tepla

Použití analytických metod při řešení úloh vedení tepla v tělese vyžaduje jednoduchou geometrii a je možné pouze pro některé speciální tvary okrajových podmínek. Na druhou stranu jsou získaná analytická řešení přesná a mohou například sloužit pro testování přesnosti numerických metod, jejichž použití bývá v úlohách popsánych parciální diferenciální rovnicí upřednostňováno [14]. Tvar analytického řešení není pro úlohy vedení tepla jednotný, liší se pro různé modelové geometrie a okrajové podmínky. Uvedme si nyní zadání a analytické řešení pro úlohu, která je teoretickým základem metody experimentálního určení tepelné difuzivity materiálu, tzv. laserové zábleskové metody. Té se bude dále podrobněji věnovat kapitola 5.

Modelová úloha

Uvažujme zadání úlohy vedení tepla v tyči délky ℓ uvedené v publikaci [15], kdy hledáme funkci $T(x, t)$ definovanou pro $x \in \langle 0, \ell \rangle$, $t > t_0$, která vyhovuje diferenciální rovnici

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad x \in (0, \ell), \quad t > t_0, \quad (3.9)$$

Neumannovým okrajovým podmínkám

$$\frac{\partial T}{\partial x}(0, t) = 0 \quad t > t_0, \quad (3.10)$$

$$\frac{\partial T}{\partial x}(\ell, t) = 0 \quad t > t_0 \quad (3.11)$$

a počáteční podmínce

$$T(x, 0) = f(x) \quad x \in \langle 0, \ell \rangle. \quad (3.12)$$

Okrajové podmínky (3.10), (3.11) popisují levý konec ($x = 0$) i pravý konec ($x = \ell$) jako tepelně izolované. Podle počáteční podmínky (3.12) je počáteční teplota podél tyče předepsána známou funkcí $f(x)$. Tuto homogenní úlohu lze vyřešit například Fourierovou metodou řad a hledané analytické řešení je pak tvaru

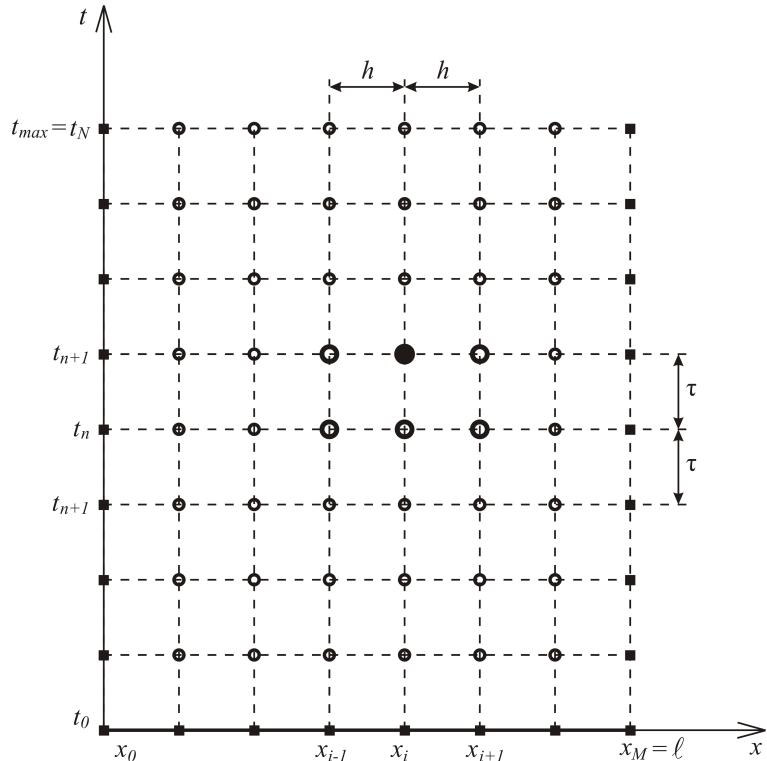
$$T(x, t) = \frac{1}{\ell} \int_0^\ell f(x) dx + \frac{2}{\ell} \sum_{n=1}^{\infty} e^{-\alpha n^2 \pi^2 t / \ell^2} \cos \frac{n\pi x}{\ell} \int_0^\ell f(x) \cos \frac{n\pi x}{\ell} dx. \quad (3.13)$$

3.1.5 Numerické řešení rovnice vedení tepla

Nelze-li řešení rovnice vedení tepla v tělese najít analyticky, je potřeba hledat alespoň přibližné řešení úlohy pomocí vhodných numerických metod. V inženýrské praxi se mezi nejznámější a nejpoužívanější metody pro řešení úloh v třírozměrném prostoru řadí metoda konečných prvků a metoda konečných objemů. Pro případ diskretizace v proměnných x, t si uvedeme tři základní schémata pro názornou diferenční metodu, někdy také nazývanou jako metoda sítí. [16]

Diferenční metoda

Uvažujme úlohu jednorozměrného neustáleného vedení tepla zadanou rovnicí (3.2) a doplněnou počáteční podmínkou (3.4) a dvěma okrajovými podmínkami Dirichletova typu (3.5). Časovou proměnnou je však u numerického přístupu nutno uvažovat z omezeného intervalu, proto $t \in \langle 0, t_{max} \rangle$, kde t_{max} je doba pozorování děje. Na obdélníku $\langle 0, \ell \rangle \times \langle 0, t_{max} \rangle$ následně rovnoměrným dělením sestrojíme síť s uzly $[x_i, t_n], i = 0, 1, \dots, M, n = 0, 1, \dots, N$. Velikost kroku dělení h v proměnné x určíme jako $h = \ell/M$, v proměnné t položíme velikost kroku τ jako $\tau = t_{max}/N$. Hodnoty přibližného řešení v uzlu $[x_i, t_n]$ budeme dále značit T_i^n . Názorné schéma diskretizace pro diferenční metodu je zobrazeno na obrázku 3.1.



Obr. 3.1: Diferenční metoda [16]

Všechna schémata pro diferenční metodu vychází z nahrazení parciálních derivací v rovnici vedení tepla konečnými diferencemi, z určení hodnot T_i^0 z počáteční podmínky a stanovení hodnot T_0^{n+1}, T_M^{n+1} z okrajových podmínek. [16]

- *Explicitní metoda* je tvaru

$$T_i^{n+1} = rT_{i-1}^n + (1 - 2r)T_i^n + rT_{i+1}^n + \frac{\tau}{c}f_i^n, \quad i = 1, 2, \dots, M-1, \quad (3.14)$$

kde $r = \alpha\tau/h^2$, $f_i^n = f(x_i, t_n)$. Explicitní schéma je podmíněně stabilní, kdy omezení je ve tvaru $r \leq 1/2$. Chyba je řádu $\mathcal{O}(h^2 + \tau)$.

- *Implicitní metoda* má schéma ve tvaru

$$-rT_{i-1}^{n+1} + (1 + 2r)T_i^{n+1} - rT_{i+1}^{n+1} = T_i^n + \frac{\tau}{c}f_i^{n+1}, \quad i = 1, 2, \dots, M-1, \quad (3.15)$$

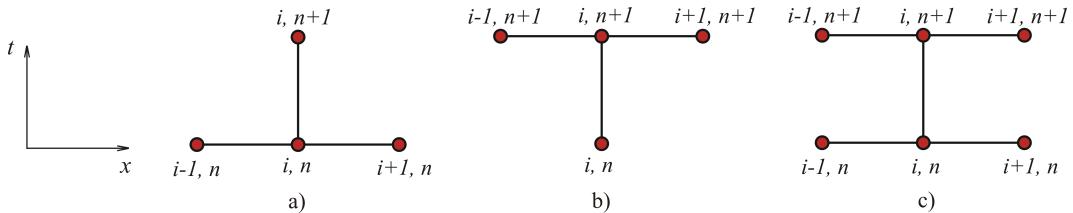
přičemž neznámé T_i^{n+1} získáme vyřešením soustavy lineárních rovnic, například použitím Gaussovy eliminační metody. Implicitní schéma je bezpodmínečně stabilní, chyba je opět řádu $\mathcal{O}(h^2 + \tau)$.

- *Crankova-Nicolsonova metoda* je tvaru

$$\begin{aligned} -rT_{i-1}^{n+1} + 2(1 + r)T_i^{n+1} - rT_{i+1}^{n+1} &= rT_{i-1}^n + 2(1 - r)T_i^n + rT_{i+1}^n + \\ &+ \frac{\tau}{c}(f_i^{n+1} + f_i^n), \quad i = 1, 2, \dots, M-1. \end{aligned} \quad (3.16)$$

Schéma lze také získat sečtením rovnic (3.14) a (3.15). Metoda je bezpodmínečně stabilní a chyba je řádu $\mathcal{O}(h^2 + \tau^2)$. [16]

Na obrázku 3.2 jsou uvedeny schematické vzory výpočtu hledaných hodnot T_i^{n+1} pro jednotlivé metody.



Obr. 3.2: Výpočetní schémata pro a) explicitní, b) implicitní, c) Crankovu-Nicolsonovu metodu [14]

3.2 Proudění

Proudění (konvekce) je způsob přenosu tepla, který se skládá ze dvou mechanismů. Těmi jsou vedení (kondukce) a objemový pohyb tekutin (advekce). Proces může probíhat pouze v tekutinách, tedy v kapalinách a plynech. V hutnictví se s prouděním tepla setkáváme například při sprchovém chlazení ocelových produktů. K přenosu tepla mezi chladicí kapalinou a horkým povrchem oceli zde dochází za předpokladu jejich odlišných teplot. Matematicky lze vztah pro přenášenou hustotu tepelného toku zapsat pomocí Newtonova ochlazovacího zákona

$$\dot{q} = h(T_s - T_\infty), \quad (3.17)$$

tedy jako funkci součinitele přestupu tepla h a rozdílu teplot povrchu obtékaného tělesa T_s a okolní tekutiny v dostatečné vzdálenosti od povrchu (tzv. teploty volného proudu) T_∞ . Směr hustoty tepelného toku \dot{q} je kolmý k povrchu desky. [9]

3.3 Záření

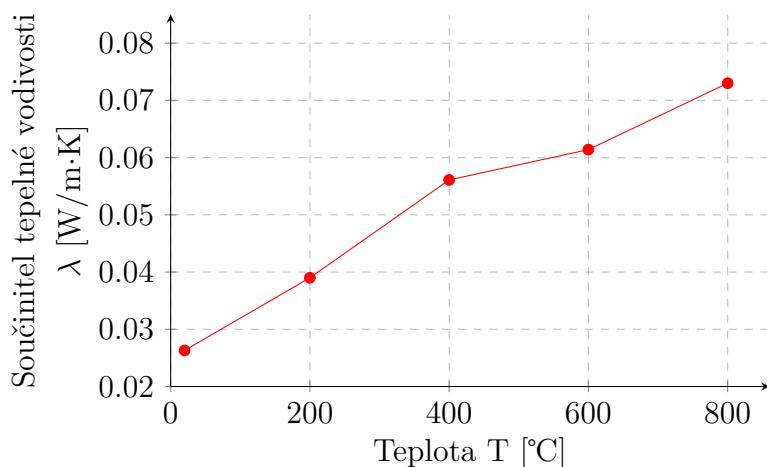
V případě záření (radiace) emituje těleso do prostoru energii ve formě elektromagnetického záření. Přenos tepla tak nemusí být nutně zprostředkován látkovým prostředím a může probíhat i ve vakuu. S tepelným zářením se lze setkat u pevných látek, plynů i kapalin. Fyzikální proces, při kterém je přenos realizován převážně infračerveným zářením, se nazývá přenos tepla sáláním. Pro hustotu zářivého toku šedého tělesa E platí Stefanův - Boltzmannův zákon

$$E = \epsilon\sigma_0 T^4, \quad (3.18)$$

kde $\epsilon \in (0, 1)$ je emisivita nedokonalého zářiče, $\sigma_0 = 5,6697 \cdot 10^8 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$ je Stefanova - Boltzmannova konstanta a T je absolutní teplota povrchu tělesa [10]. Pro vysoké teploty, při kterých výroba a zpracování ocelových produktů probíhá, je zřejmě vliv přenosu tepla zářením nezanedbatelný. Stejně tomu tak je i v případě experimentu z kapitoly 6, kdy určování termofyzikálních vlastností okují probíhá při teplotách okolo 800 °C a záření tak v průběhu měření představuje tepelné ztráty, které je potřeba při vytváření numerického modelu v kapitole 7 zohlednit.

4 SOUČASNÝ STAV VÝZKUMU TERMOFYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ OKUJÍ

Požadujeme-li, aby numerické simulace procesu sprchového chlazení povrchu oceli byly dostatečně přesné, je potřeba do simulačních výpočtů zahrnout vliv vrstvy okují na přenos tepla. Je tedy nutné znát termofyzikální vlastnosti této vrstvy. Jejich hodnoty ovšem nelze pro okuje stanovit obecně, neboť závisí jak na parametrech konkrétní výroby, tak i na složení zpracovávané oceli. Právě tyto faktory pak nejvíce ovlivňují výsledné chemické složení okují a tím tedy i její vlastnosti. Nezanedbatelným činitelem, který je dále v praxi nutno uvažovat, je i míra poréznosti vrstvy okují. Vzduch obsažený v pórech se vyznačuje velmi nízkou tepelnou vodivostí a výrazně ovlivňuje vedení tepla v celé vrstvě. Hodnoty součinitelů tepelných vodivostí vzduchu pro různé teploty jsou zakresleny v grafu na obrázku 4.1.



Obr. 4.1: Závislost součinitele tepelné vodivosti vzduchu na teplotě [17]

Z důvodu variability struktury v minulosti zkoumaných okují se hodnoty termofyzikálních vlastností, které lze dohledat v dostupných vědeckých článcích a publikacích, vzájemně podstatně liší. Obecně lze rozlišit vědecké práce, které se zabývají určením termofyzikálních vlastností jednotlivých oxidických vrstev (FeO , Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , oxidy legujících prvků) a dále články, které tyto vlastnosti zkoumají pro celé vrstvy okují na povrchu oceli. V dalším textu se v rámci termofyzikálních vlastností omezíme na analýzu stavu výzkumu tepelné difuzivity α a součinitele tepelné vodivosti λ .

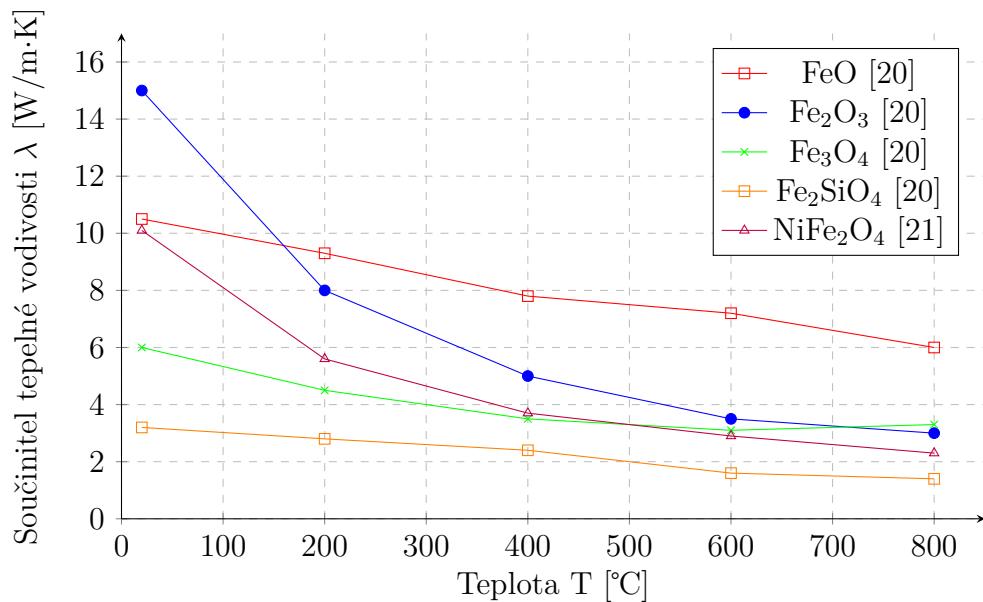
4.1 Výzkum termofyzikálních vlastností vrstev oxidů

V článku [18] autor uvádí hodnoty součinitele tepelné vodivosti pro magnetit (1,2 až 2,5 W/m·K) a hematit (14,6 W/m·K), ovšem jejich závislost na teplotě v publikaci

není zmíněna. Stejný nedostatek se objevuje také v [19], kde autor pracuje se součinitelem tepelné vodivosti wüstitu ($3,2 \text{ W/m}\cdot\text{K}$).

Teplotně závislé hodnoty součinitelů tepelné vodivosti oxidů lze naopak nalézt v [20]. Součástí výzkumu bylo měření pomocí laserové zábleskové metody za pokojové teploty až po teplotu 800°C . Zkoumané vzorky byly připraveny za pomocí práškové metalurgie procesem sintrování za vysokých teplot. Takto připravené oxidy se vyznačují čistou strukturou a nízkou mírou poréznosti. Vliv teploty na tepelnou vodivost oxidů FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 a Fe_2SiO_4 je patrný z grafu závislosti na obrázku 4.2; hodnota součinitele tepelné vodivosti s rostoucí teplotou klesá. Při určování součinitele tepelné vodivosti skutečných vrstev okují z výroby, u nichž je míra poréznosti nezadanbatelná, se však výsledné hodnoty mohou od těch pro jednotlivé oxidy z článku [20] až řádově lišit.

Termofyzikální vlastnosti feritu niklu NiFe_2O_4 byly experimentálně zkoumány v [21]. Vznik tohoto oxidu je typický pro tepelné zpracování vysocelegované korozivzdorné oceli. Tepelná difuzivita pro různé teploty byla měřena pomocí laserové zábleskové metody, následně byly dopočítány také hodnoty součinitele tepelné vodivosti. Jejich závislost na teplotě je pro NiFe_2O_4 rovněž znázorněna na obrázku 4.2.



Obr. 4.2: Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě pro různé oxidy [20], [21]

4.2 Výzkum termofyzikálních vlastností okují

Hodnoty termofyzikálních vlastností okují lze dohledat pouze v omezeném počtu zdrojů. V [22] se autor zabývá mechanickým zatěžováním zokujených ocelových vzorků za vysokých teplot, přičemž uvádí také lineární vztah pro výpočet součinitele tepelné vodivosti vrstvy okují pro teploty $600 - 1200^\circ\text{C}$:

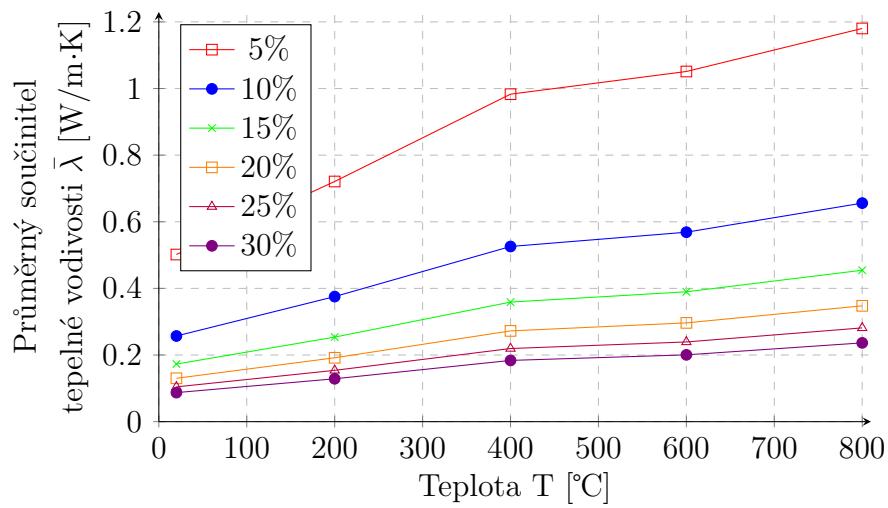
$$\lambda = 1 + 7,833 \cdot 10^{-4} \cdot T \text{ [W/m} \cdot \text{K}] \quad T \in (600; 1200 \text{ }^{\circ}\text{C}).$$

Určením termofyzikálních vlastností vrstvy okují na oceli se zabývá článek [23]. V rámci výzkumu bylo provedeno experimentální měření zokujených vzorků laserovou zábleskovou metodou při pokojové teplotě. Výsledná hodnota tepelné difuzivity vrstvy okují byla $\alpha = 7,3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ a získaný součinitel tepelné vodivosti $\lambda = 3,8 \text{ W/m} \cdot \text{K}$. Míra poréznosti zkoumaných okují však v článku není zmíněna.

Ve výzkumu z článku [6] autor při určování termofyzikálních vlastností okují uvažuje také míru poréznosti zkoumané vrstvy. Při analytickém výpočtu hodnoty tepelné vodivosti okují předpokládá, že jak vzduch, tak i jednotlivé oxidy železa se tvoří ve vrstvách a představují jednotlivé složky, které spolu dohromady vytváří vrstvu okují. Pro výpočty tak zavádí průměrný součinitel tepelné vodivosti

$$\bar{\lambda} = \left(\sum_{i=1}^n \frac{p_i}{\lambda_i} \right)^{-1},$$

kde λ_i je součinitel tepelné vodivosti i -té složky vrstvy okují, p_i je procentuální tloušťka vrstvy i -té složky ($0 \leq p_i \leq 1$) a n je celkový počet složek, které vytváří vrstvu okují. Těmi v případě zkoumaných okují byly oxid FeO, Fe₂O₃, Fe₃O₄ a vrstva vzduchu. Hodnoty λ_i byly použity ze zdrojů [17], [20] a [21]. Grafy závislosti hodnot průměrného součinitele tepelné vodivosti vrstvy okují na teplotě jsou znázorněny na obrázku 4.3.



Obr. 4.3: Průměrný součinitel tepelné vodivosti okují pro různé míry poréznosti [6]

5 LASEROVÁ ZÁBLESKOVÁ METODA

Pro experimentální určení termofyzikálních vlastností materiálů byla v minulosti vyvinuta řada metod. Vhodnost jejich použití pro konkrétní měření se odvíjí od různých faktorů, kterými jsou například skupenství a fyzikální vlastnosti materiálu, teplota, pro kterou je potřeba měření uskutečnit, nebo omezení v podobě velikosti vzorků a času měření. Jednou z nejpoužívanějších metod pro určení termofyzikálních vlastností materiálu je v dnešní době laserová záblesková metoda (anglicky *laser flash method*).

Metodu poprvé představili Parker a kol. v článku [24] v roce 1961. Slouží zejména k určení tepelné difuzivity izotropních homogenních pevných látek, byť po jejím uvedení byly představeny také modifikace, které uplatnitelnost metody dále rozšiřují, například na určení součinitele tepelné vodivosti. Laserová záblesková metoda je vhodná pro širokou škálu teplot měření, a to od -200°C až po 2500°C [25]. Její další výhody spočívají v použití vzorků malých rozměrů pro měření, krátké době měření v řádu minut a vysoké přesnosti.

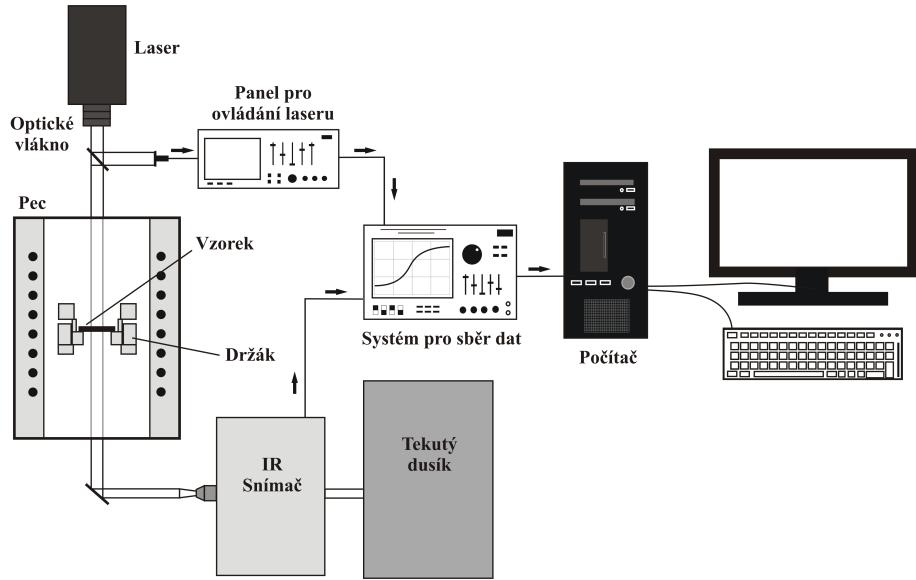
5.1 Základní princip metody

Schéma měřicího zařízení pro laserovou zábleskovou metodu je na obrázku 5.1. Na počátku procesu měření je zkoumaný materiál opracován do tvaru malého disku o průměru okolo 12,5 mm a tloušťce 1,5 až 6 mm. Následně je vytvarovaný vzorek vložen do držáku v keramické peci. Po uzavření pece je uvnitř pomocí vysoce výkonné vakuové pumpy dosaženo potřebné úrovně vakua. Pec bývá poté naplněna interní atmosférou argonu a je zahřáta na požadovanou teplotu, pro kterou má být měření provedeno. Po dosažení a ustálení teploty v peci dojde k vyzáření krátkého pulsu laseru, jehož paprsek dopadá na horní stranu měřeného vzorku a způsobí jeho zahřátí. Odezva na spodní straně vzorku odpovídající postupnému nárustu teploty je následně měřena vysoko citlivým infračerveným senzorem a pomocí systému pro sběr dat zaznamenávána do paměti počítače. Z růstu křivky odezvy a známé tloušťky vzorku lze pak za jistých předpokladů podle [24] určit hodnotu tepelné difuzivity.

5.2 Určení tepelné difuzivity

Při vytváření fyzikálního modelu laserové zábleskové metody zavedl autor v [24] několik zjednodušujících podmínek, kdy se předpokládá

- jednorozměrné vedení tepla,
- zanedbání tepelných ztrát ze vzorku do okolí,
- rovnoměrné pohlcení pulsu laseru na ploše horní strany vzorku,
- nekonečně krátký puls laseru,
- pohlcení veškeré energie pulsu ve velmi tenké vrstvě při povrchu vzorku,



Obr. 5.1: Schéma měřicího zařízení pro laserovou zábleskovou metodu

- vzorek z homogenního a izotropního materiálu,
- teplotní nezávislost materiálových vlastností při podmínkách experimentálního měření.

Myšlenka vedoucí k určení tepelné difuzivity pak vychází z modelové úlohy (3.9) - (3.12) z podkapitoly 3.1.4. Pro účely přehlednosti a srozumitelnosti dalšího výkladu si znova připomeňme tvar řešení (3.13) této úlohy:

$$T(x, t) = \frac{1}{\ell} \int_0^\ell f(x) dx + \frac{2}{\ell} \sum_{n=1}^{\infty} e^{-\alpha n^2 \pi^2 t / \ell^2} \cos \frac{n \pi x}{\ell} \int_0^\ell f(x) \cos \frac{n \pi x}{\ell} dx,$$

kde ℓ označuje v tomto případě tloušťku vzorku materiálu a α je tepelná difuzivita. Pro počáteční podmínu, kdy měrná energie radiačního pulsu Q je v nekonečně krátké době rovnoměrně pohlcena v malé hloubce g pod povrchem horní strany vzorku $x = 0$, pak dostaváme

$$\begin{aligned} T(x, 0) &= \frac{Q}{\rho c g} \quad 0 < x < g, \\ T(x, 0) &= 0 \quad g < x < \ell. \end{aligned}$$

S počáteční podmínkou v tomto tvaru lze pak rovnici (3.13) zapsat ve tvaru

$$T(x, t) = \frac{Q}{\rho c g} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} e^{-\alpha n^2 \pi^2 t / \ell^2} \cos \frac{n \pi x}{\ell} \frac{\sin(n \pi g / \ell)}{n \pi g / \ell} \right]. \quad (5.1)$$

Pro neprůhledný materiál je g velmi malé, a tedy platí, že $\sin(n \pi g / \ell) \approx n \pi g / \ell$. Průběh teploty na spodní straně vzorku pro $x = \ell$ pak lze vyjádřit jako

$$T(\ell, t) = \frac{Q}{\rho c \ell} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n e^{-\alpha n^2 \pi^2 t / \ell^2} \right]. \quad (5.2)$$

Pro další odvozování jsou definovány dvě bezrozměrné veličiny

$$V(\ell, t) = \frac{T(\ell, t)}{T_{max}}, \quad (5.3)$$

$$\omega = \frac{\alpha \pi^2 t}{\ell^2}, \quad (5.4)$$

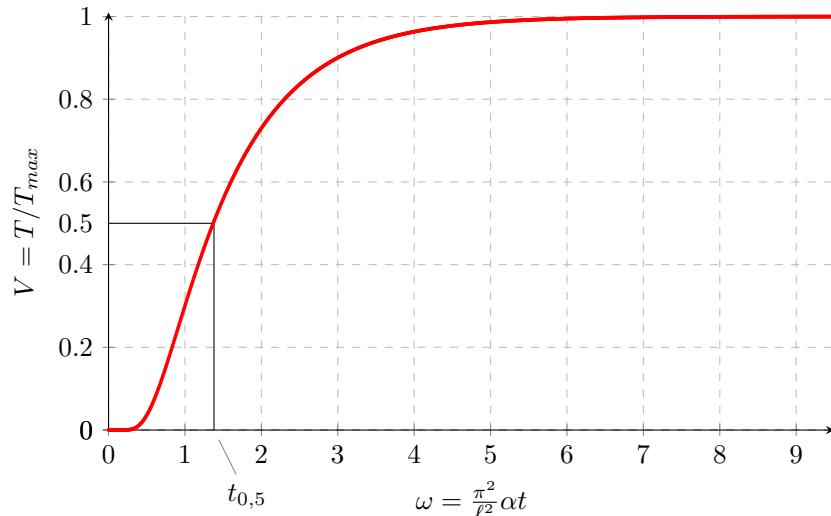
kde T_{max} označuje maximální teplotu na spodní straně vzorku. Ze zavedení veličiny V pak pro její hodnoty plyne, že $V \in \langle 0, 1 \rangle$. Z kombinace vztahů (5.2) - (5.4) plyne

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n e^{-n^2 \omega}. \quad (5.5)$$

Položíme-li $V = 0,5$, pak ze vztahu (5.5) dostaneme $\omega = 1,38$ a podle (5.4) získáme hodnotu tepelné difuzivity jako

$$\alpha = \frac{1,38 \ell^2}{\pi^2 t_{0,5}}, \quad (5.6)$$

kde $t_{0,5}$ je čas, který je potřeba k dosažení poloviny maximálního teplotního růstu na spodní straně vzorku. Na obrázku 5.2 je tento růst zobrazen jako závislost dvou zavedených bezrozměrných veličin.



Obr. 5.2: Závislost zavedených bezrozměrných veličin a určení hodnoty $t_{0,5}$ [24]

5.3 Určení součinitele tepelné vodivosti

V praktických úlohách z oblasti přenosu tepla se častěji než s tepelnou difuzitou α dá setkat s využitím materiálové vlastnosti tepelné vodivosti. Určení její číselné hodnoty je možno provést pomocí rozšíření laserové zábleskové metody. Kromě vzorku z neznámého materiálu je do pece pro měření vložen také referenční vzorek, u nějž je kromě rozměrů a hmotnosti navíc známá také hodnota jeho měrné tepelné kapacity c_{ref} . Provedeme-li měření tohoto vzorku, lze s využitím známých dat určit množství celkové absorbované energie Q_{abs} . V dalším kroku proběhne kalibrace měřicího zařízení a při aplikaci stejné energie pulsu je tentokrát provedeno měření se vzorkem z neznámého materiálu. Ze získaných dat a při známé hodnotě absorbované energie

Q_{abs} lze následně vypočítat měrnou tepelnou kapacitu neznámého vzorku c a v konečném kroku s použitím změřené tepelné difuzivity α a vypočítané hustoty ρ lze dopočítat také jeho součinitel tepelné vodivosti λ :

$$\lambda = \alpha \rho c.$$

5.3.1 Předpoklady a omezení

Proces měření tepelné vodivosti podle popsaného postupu je značně citlivý na splnění několika předpokladů. Kromě požadavku na kontrolované a opakovatelné měření je úspěšnost výpočtu součinitele tepelné vodivosti závislá také na dodržení podmínek pro měření vzorky. Rozměry referenčního a neznámého vzorku by si ideálně měly být velmi podobné, stejně tak jako jejich emisivita a průhlednost. Stejná emisivita bývá při měření zajištěna nanesením rovnoměrné tenké vrstvy grafitu na povrch horní a spodní strany vzorků. Tloušťka nástřiku grafitu se pohybuje v řádech mikrometrů, přičemž s rostoucí teplotou měření roste také tloušťka nanášené vrstvy grafitu. Podobně jako u předpokladů laserové zábleskové metody pro určení tepelné difuzivity by i zde měl být měřený vzorek z homogenního a izotropního materiálu. Výstupy měření heterogenních anizotropních vzorků bývají často nepřesné. [25]

5.4 Některé korekce a rozšíření metody

Při dalším vývoji laserové zábleskové metody byly v minulosti zkoumány vlivy vybraných jevů a zjednodušení, které byly v původním modelu zanedbány.

Tepelné ztráty

Jednou z oblastí rozšíření metody je zohlednění tepelných ztrát, které se zejména při měření za vysokých teplot stávají nezanedbatelnými. V těchto případech se totiž teplo přenáší nejen vedením, ale také zářením a prouděním. Rozšířením laserové zábleskové metody pro měření za vysokých teplot se zabýval autor v článku [26], vliv tepelných ztrát zářením je pak popsán v článku [27].

Skutečné charakteristiky pulsu laseru

Při ozáření horní strany vzorku pulzem laseru je při praktických měření rozložení pohlcené energie nerovnoměrné. Problémem se zabýval autor v článku [28]. V provedeném výzkumu byla lepší rovnoměrnost pohlcené energie na vzorku docílena použitím optických vláken. Další potřebnou korekcí spjatou s pulsem laseru je zohlednění jeho konečné délky. V článku [29] je popsán vliv konečné délky pulsu a jeho tvaru na určení tepelné difuzivity vzorku.

Další oblasti výzkumu metody

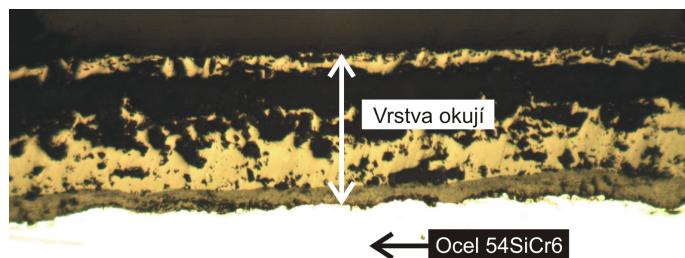
Vlivy různých typů neurčitostí na výstupy laserové zábleskové metody jsou shrnutы v článku [30]. Kromě klasického způsobu měření popsaného v kapitole 5.1 byly vyvinuty také jeho modifikace; v článku [31] autor popisuje techniku, kdy se měření teplotní odezvy provádí na ozařované straně vzorku.

6 EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ

V Laboratoři přenosu tepla a proudění FSI VUT bylo provedeno experimentální měření několika zokujených vzorků oceli na zařízení Anter Flashline 4010 Thermal Properties Analyzer, které slouží pro určení termofyzikálních vlastností materiálů pomocí laserové zábleskové metody. Další výklad bude zaměřen na popis přípravy a průběhu měření jednoho vybraného vzorku, pro který byly získané výstupy z měření dostatečně kvalitní pro další zpracování.

6.1 Příprava měření

Před provedením měření byl vzorek pružinové oceli 14 260/54SiCr6 tvaru disku vložen do elektrické pece, kde byl po dobu 80 min vystaven oxidační atmosféře při teplotě 950 °C. Během tohoto procesu došlo na povrchu oceli ke vzniku tenké vrstvy okují. Z mikroskopických pozorování byla následně určena tloušťka této vrstvy. Mikrofotografie zokujeného povrchu vzorku oceli 54SiCr6 je přiložena na obrázku 6.1.



Obr. 6.1: Mikrofotografie vrstvy okují na povrchu oceli 54SiCr6

Příprava zokujeného vzorku tvaru disku dále zahrnovala měření jeho hmotnosti, celkové tloušťky a průměru. V dalším kroku byla na horní a spodní stranu vzorku nástříkem rovnoměrně nanesena vrstva grafitu, která napomáhá jak kvalitě absorpcie laserového záření na horní straně vzorku, tak i emisivitě pro měření teplotní odezvy na spodní straně vzorku. V případě měření zokujeného vzorku navíc nástřík grafitu na horní straně vzorku chrání okuje před popraskáním, které by mohlo být způsobeno nerovnoměrným ozářením vzorku. V tabulce 6.1 jsou shrnutы změřené parametry zokujeného vzorku.

6.2 Průběh měření

Zokujený vzorek oceli 54SiCr6 byl vložen do držáku v keramické peci a po dosažení teploty 800 °C uvnitř pece bylo v ochranné atmosféře argonu za pomoci výkonného pulzního laseru provedeno měření jeho termofyzikálních vlastností. Pro možnost určení součinitele tepelné vodivosti zokujených vzorků byl do pece vložen také referenční nezokujený vzorek 54SiCr6 a pro ověření kvality výpočtu byl současně změřen

Parametr	Označení	Hodnota	Jednotka	Poznámka
Teplota v peci	T_init	799,76	°C	
Celková tloušťka vzorku	Sample_thck	2,688	mm	
Tloušťka vrstvy okují na horní straně vzorku	Scales_top	220	μm	
Tloušťka vrstvy okují na spodní straně vzorku	Scales_back	175	μm	
Tloušťka vrstvy okují na boční straně vzorku	Scales_side	140	μm	
Průměr disku vzorku	Sample_diam	12,45	mm	
Tloušťka nástřiku grafitu	Coating_thck	10	μm	Celkem na obou stranách vzorku
Vypočítaná hustota okují	Rho_scales	3242	kg/m ³	
Energie pulsu laseru	Pulse_energy	25	J	
Doba trvání pulsu laseru	Pulse_time	0,4	ms	

Tab. 6.1: Hodnoty parametrů vzorku a nastavení měření

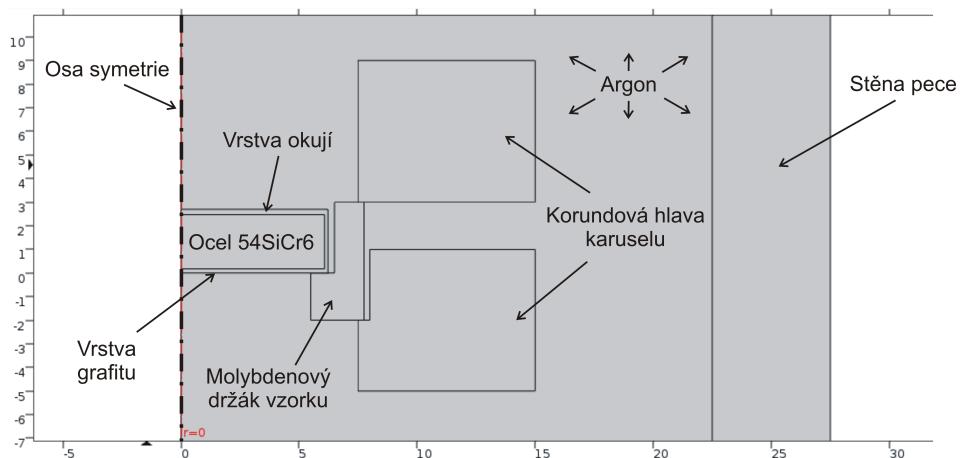
také vzorek termografitu. Data z provedených měření byla uložena do paměti počítače, kdy získanými výstupy byly jak hodnoty tepelné difuzivity, součinitele tepelné vodivosti a součinu měrné tepelné kapacity a hustoty vzorků, tak i průběh odezvy na puls laseru zaznamenaný na spodní straně vzorku infračerveným snímačem. Podmínky provedeného měření jsou rovněž uvedeny v tabulce 6.1.

7 NUMERICKÝ MODEL

Pro další postup při určování termofyzikálních vlastností vrstvy okují na substrátu oceli byl použit numerický model, který simuluje provedený experiment z kapitoly 6. Model byl vytvořen v programovém prostředí COMSOL Multiphysics v 5.2a, který slouží pro modelování a simulace multifyzikálních jevů. V následujícím textu budou popsány základní prvky modelu a jeho nastavení, spustitelný soubor s vytvořeným modelem je pak součástí přílohy této práce.

7.1 Geometrie a materiály

Pro simulaci experimentálního měření byl vytvořen dvourozměrný rotačně symetrický konečněprvkový model pece se vzorkem umístěným v držáku. Rozměry a geometrie modelovaných prvků byly stanoveny podle skutečných rozměrových a tvarových parametrů. Vytvořený geometrický model pece s držákem je v detailu zachycen na obrázku 7.1.



Obr. 7.1: Geometrický model vzorku v držáku uvnitř pece

Požadované materiálové vlastnosti vytvořených geometrických entit byly stanoveny vložením známých tabelovaných hodnot a jejich následnou interpolací. Pouze v případě vlastnosti vrstvy okují byly hodnoty materiálových vlastností voleny jako konstantní, a to navíc za předpokladu jejich neměnnosti v rozsahu simulovaných teplot. Hodnoty součinitele tepelné vodivosti a tepelné difuzivity okují byly dány nastavením parametrické analýzy, v rámci níž byla simulace vypočítána pro několik dvojic parametrů (α, λ). Použití nástroje krokování parametru (anglicky *parametric sweep*) za účelem nalezení optimální dvojice parametrů ($\hat{\alpha}, \hat{\lambda}$) jakožto hledaných termofyzikálních vlastností okují bude dále zmíněno také v kapitole 8.

7.2 Nastavení fyzikálních parametrů

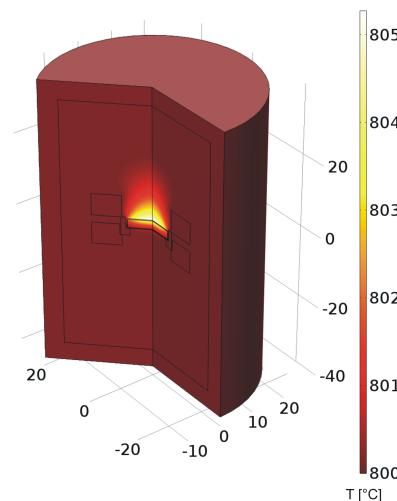
Pro simulaci časově závislého fyzikálního jevu byl použit nástavbový modul *Heat Transfer Module*, který umožňuje vytvořit simulaci přenosu tepla v pevných látkách i tekutinách. Důležitou roli zde má správné nastavení počáteční podmínky úlohy, která v případě modelovaného problému popisuje počáteční teplotu v peci T_{init} . V případě provedeného měření byla teplota $T_{init} = 799.76 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Správnost modelu je dále podmíněna zavedením vhodných okrajových podmínek. V případě modelované úlohy byly uvažovány a aplikovány tyto okrajové podmínky:

- podmínka rotační symetrie modelu,
- podmínka konstantní teploty T_{init} na vnějších stěnách pece,
- podmínka vzájemného záření mezi difúzními povrchy uvnitř pece,
- podmínka působení zdroje tepla v podobě pulsu laseru na horní stranu zkušeného vzorku.

7.3 Diskretizace geometrie a numerický výpočet

V daším kroku byla provedena diskretizace geometrie, kdy byla vygenerována dostačně jemná diskretizační síť. Pro simulační výpočet byl použit integrovaný numerický řešič pro časově závislé úlohy. Mezi důležité prvky nastavení řešiče patří zvolení kroku časové diskretizace, určení absolutní tolerance pro iterační výpočty či volba vhodného řešiče řídkých soustav lineárních rovnic. Přirozeným výstupem simulace bylo rozložení teplotních polí v celé peci, pro další postup při určování termofyzikálních vlastností okrají je však účelné omezit se pouze na analýzu teplotní odezvy na spodní straně vzorku. Data jsou uživateli přístupná a v rámci nástrojů pro využití výsledků jsou připravena k uložení do textového souboru. Na obrázku 7.2 je znázorněno teplotní pole v peci po vyzáření pulsu laseru.



Obr. 7.2: Teplotní pole v peci v čase 0,2 s po vyzáření pulsu laseru

8 VÝPOČET TERMOFYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ

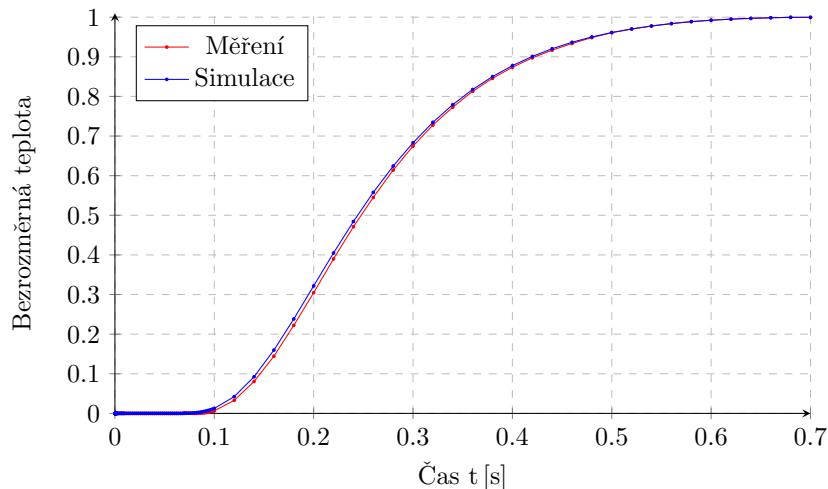
8.1 Charakter optimalizační úlohy

Pro určení termofyzikálních vlastností zkoumané vrstvy okrají byly srovnávány teplotní odezvy na spodní straně vzorku získané z numerického modelu z kapitoly 7 s odezvou naměřenou infračerveným snímačem při experimentu. Konkrétně byly sledovány tvary křivek v časovém rozmezí od vyzáření pulsu laseru až po bod maxima křivky.

Účelem tohoto procesu bylo minimalizovat funkcionál S představující součet čtverců odchylek hodnot získaných z numerického modelu vůči hodnotám naměřeným při experimentu. Matematicky lze úlohu nalezení minima funkcionálu S zapsat ve tvaru

$$(\hat{\alpha}, \hat{\lambda}) = \underset{\alpha, \lambda}{\operatorname{argmin}} S(\alpha, \lambda) = \underset{\alpha, \lambda}{\operatorname{argmin}} \sum_{t=0}^n (U_t - T_t(\alpha, \lambda))^2, \quad (8.1)$$

kde U_t jsou data získaná z experimentu, T_t jsou hodnoty získané ze simulace. Čas $t = 0$ označuje okamžik ozáření vzorku pulsem laseru, $t = n$ se pak vztahuje k bodu, kdy U_t nabývá své maximální hodnoty. Nutno poznamenat, že jak posloupnost diskrétních hodnot U_t , tak i T_t je pro účely vzájemného srovnávání křivek potřeba přeškálovat do bezrozměrného tvaru v rozsahu $\langle 0; 1 \rangle$. Graficky je myšlenka porovnávání křivek ve smyslu metody nejmenších čtverců zachycena na obrázku 8.1.



Obr. 8.1: Princip porovnávání tvaru křivek ve smyslu metody nejmenších čtverců

Z důvodu spojitosti spektra zkoumaných termofyzikálních vlastností plyne, že zřejmě teoreticky existuje nekonečně mnoho testovacích dvojic parametrů (α, λ) , pro které lze simulační výpočet pro získání hodnot $T_t(\alpha, \lambda)$ v programu COMSOL Multiphysics spustit. Budou-li však testované dvojice (α, λ) jako vstupy pro výpočet voleny v jistém smyslu systematicky, může být časová náročnost hledání řešení

úlohy výrazně snížena. V dalším textu si stručně uvedeme soubor statistických a matematických technik, pomocí nichž lze hledanou optimální dvojici termofyzikálních vlastností $(\hat{\alpha}, \hat{\lambda})$ nalézt při provedení poměrně nízkého počtu simulačních výpočtů.

8.2 Metoda odezvové plochy

Metoda odezvové plochy (anglicky *response surface methodology*) se v praxi hojně využívá v oblasti návrhu a analýzy experimentu, její použití je však možné také pro analýzu výstupů numerických modelů [32]. Její myšlenka spočívá v předpokladu, že empirický model vlivu n vstupních proměnných modelu X_1, X_2, \dots, X_n na výstupní proměnnou Y můžeme approximovat vhodnou matematickou funkcí, a to ve smyslu nejmenších čtverců. Vhodnou approximační funkcí je obvykle polynom nízkého stupně. Podle [33] se s oblibou využívá kvadratický polynom, který lze obecně zapsat ve tvaru

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^n \beta_j X_j + \sum_{j=1}^n \beta_{jj} X_j^2 + \sum_{i < j=2}^n \beta_{ij} X_i X_j. \quad (8.2)$$

Určení bodových odhadů hodnot regresních koeficientů $\beta_j, \beta_{i,j}$ se provádí metodou nejmenších čtverců [33]. Uvedený model je dále schopen dostatečně popsat zakřivení odezvové plochy, což umožňuje lokalizovat stacionární body a v ideálním případě nalézt bod optima. Této vlastnosti později využijeme také při hledání minima funkcionálu S zavedeného v kapitole 8.1.

8.2.1 Plán experimentu

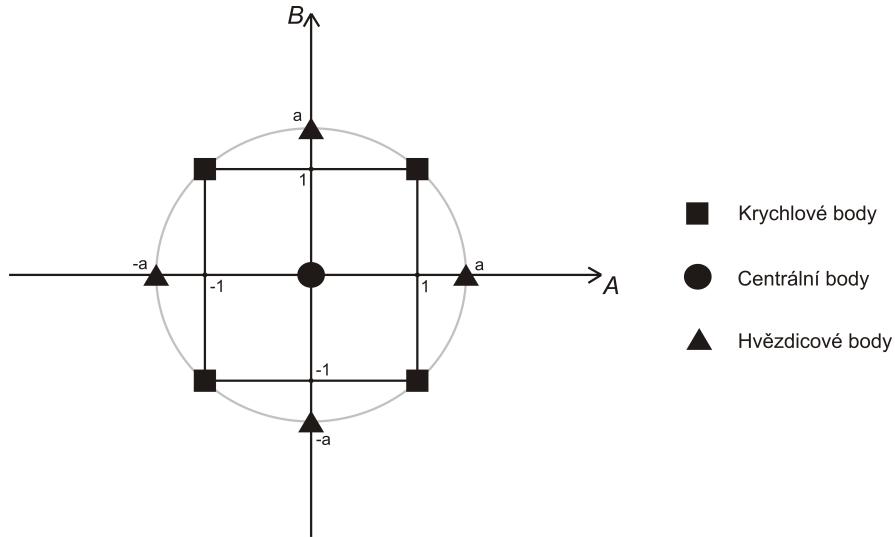
Při generování vstupních hodnot pro hledaný kvadratický regresní model se v metodě odezvové plochy používají tzv. plány experimentu (anglicky *matrix designs*) [34]. Ty jsou vždy v závislosti na počtu faktorů a zvolených úrovní tvořeny daným počtem a typem bodů. Pro účely navazujícího textu si nyní uvedme popis konkrétního plánu experimentu, kterým je tzv. dvoufaktorový pětiúrovňový kombinovaný rotovatelný plán (anglicky zkráceně *CCC Design*).

Popis plánu CCC Design

Vybraný plán experimentu je tvořen třemi typy bodů [34]:

- *Krychlové body* tvoří základní kostru návrhu a pro dvoufaktorový plán jsou jim přiřazeny souřadnice $(\pm 1, \pm 1)$.
- *Centrální body* mají v plánu souřadnice $(0,0)$. Pro vyrovnání vlivu krychlových bodů se jejich počet pohybuje od tří do pěti.
- *Hvězdicové body* leží na kružnici se středem $(0,0)$, která je opsána čtverci tvořeném krychlovými body. Jejich souřadnice ve dvoufaktorovém plánu jsou $(0, \pm a), (\pm a, 0)$, kde pro rotovatelný plán je $a = \sqrt{2}$.

Výše popsaný plán experimentu je graficky znázorněn na obrázku 8.2, obsáhlější výklad k metodě odezvové plochy lze nalézt například v publikacích [33] nebo [34].



Obr. 8.2: Grafické schéma plánu experimentu *CCC Design*

8.2.2 Určení termofyzikálních vlastností

Ve statistickém software Design - Expert 10 určeném pro návrh a analýzu experimentu byla použita metoda odezvové plochy pro nalezení optimální dvojice parametrů ($\hat{\alpha}, \hat{\lambda}$) minimalizující funkcionál S pro součet čtverců odchylek naměřených a simulovaných hodnot na křivce odezvy z kapitoly 7. Jinak řečeno byly určeny hodnoty hledaných termofyzikálních vlastností.

Vytvoření plánu experimentu

V rámci plánu experimentu byly zahrnutы dva faktory, kterými jsou tepelná difuzivita okují α a součinitel tepelné vodivosti okují λ . V tabulce 8.1 je uvedeno všech třináct bodů vytvořeného plánu typu *CCC Design*, a to včetně opakovaných centrálních bodů. Tabulka uvádí jak skutečné hodnoty parametrů číselně odpovídající termofyzikálním vlastnostem, tak jejich transformované hodnoty ($\alpha \rightarrow A, \lambda \rightarrow B$) do rozsahu $(-a; a)$ při použití hodnoty $a = \sqrt{2}$. V posledním sloupci jsou uvedeny příslušné hodnoty součtu čtverců odchylek S pro dané dvojice parametrů.

Při návrhu plánu byl vyšetřovaný interval pro tepelnou difuzivitu α určen na základě analýzy výsledků několika dříve provedených ověřovacích výpočtů numerického modelu, kdy nezávisle na hodnotě součinitele tepelné vodivosti λ byly nejzádanější výsledky dosaženy právě pro hodnoty z rozmezí prvních složek souřadnic krychlových bodů $\langle 3 \cdot 10^{-3}; 6 \cdot 10^{-3} \rangle \text{ cm}^2/\text{s}$. Pro součinitel teplené vodivosti λ pak byl zkoumaný rozsah odhadnut podle číselných hodnot této termofyzikální vlastnosti pro teplotu 800°C vypočítaných podle [8], kdy hodnoty $0,2$ a $0,6 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ byly zvoleny jako druhé složky souřadnic krychlových bodů návrhu. Součty čtverců odchylek S

pro uvedené dvojice parametrů (α, λ) byly vypočítány dle zápisu (8.1) s použitím hodnot $T_t(\alpha, \lambda)$ získaných ze simulace při použití nástroje krování parametru.

Bod	α [cm ² /s]	λ [W/m·K]	A	B	S
1	$3 \cdot 10^{-3}$	0,2	-1	-1	0,232759
2	$3 \cdot 10^{-3}$	0,6	-1	1	0,257157
3	$6 \cdot 10^{-3}$	0,2	1	-1	0,157463
4	$6 \cdot 10^{-3}$	0,6	1	1	0,163362
5	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,4	0	0	0,064733
6	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,4	0	0	0,064733
7	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,4	0	0	0,064733
8	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,4	0	0	0,064733
9	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,4	0	0	0,064733
10	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,117	0	$-\sqrt{2}$	0,064020
11	$4,5 \cdot 10^{-3}$	0,683	0	$\sqrt{2}$	0,065999
12	$2,4 \cdot 10^{-3}$	0,4	$-\sqrt{2}$	0	0,610396
13	$6,6 \cdot 10^{-3}$	0,4	$\sqrt{2}$	0	0,207788

Tab. 8.1: Plán experimentu typu *CCC Design*

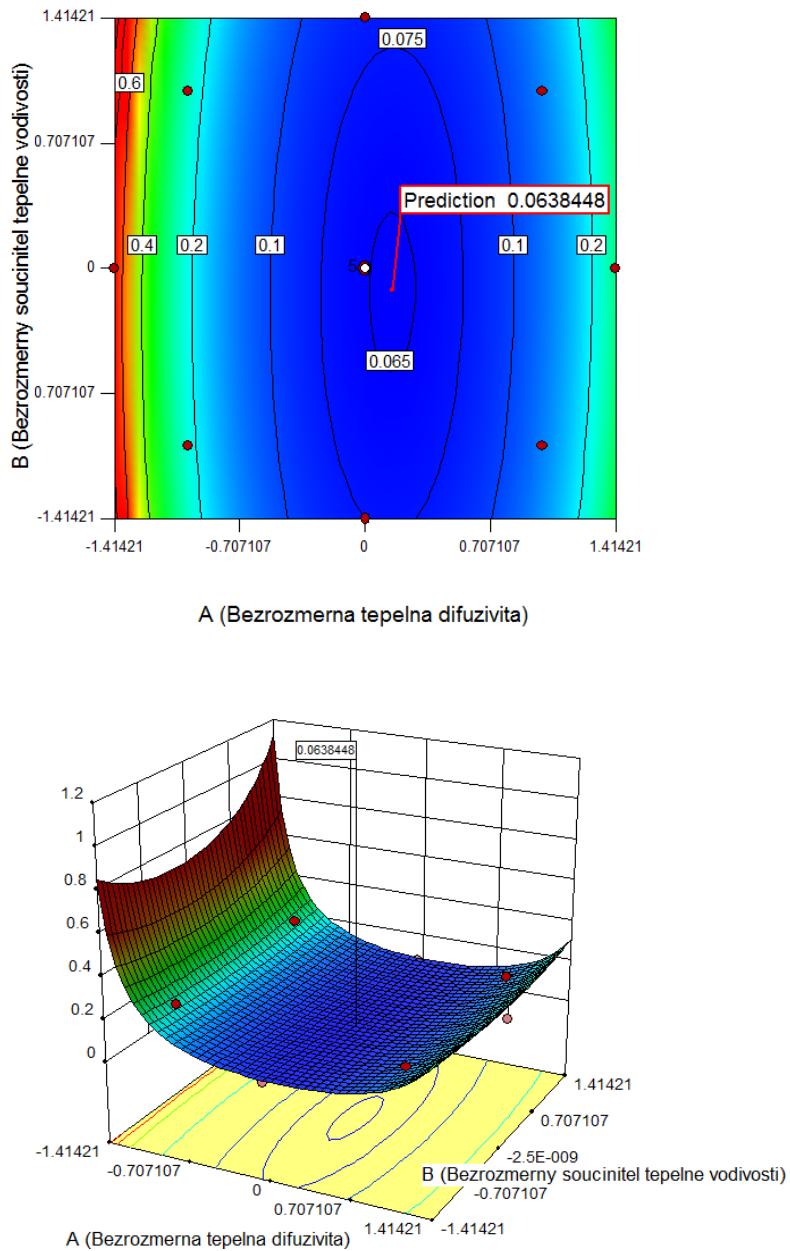
Výpočet v programu Design - Expert

V uživatelském rozhraní programu Design - Expert 10 byl pro regresi zvolen polynomiální kvadratický model. V rámci výpočtu byly spolu s analýzou rozptylu (ANOVA) sestrojeny také diagnostické grafy pro analýzu modelu. Tyto výstupy jsou uvedeny a podrobněji diskutovány v příloze A, dále jsou zahrnuty také přímo v souboru programu Design - Expert 10 na přiloženém CD.

Program po provedení výpočtu poskytnul uživateli také konturový diagram a graf nalezené odezvové plochy, které jsou znázorněny na obrázku 8.3. Z karty výsledků numerické optimalizace byly konečně odečteny hodnoty bezrozměrných vstupních veličin, v nichž odezvová plocha nabývá svého minima. Po přeškálování faktorů z bezrozměrných veličin z intervalu $(-a; a)$ zpět do hodnot číselně odpovídajích termofyzikálním vlastnostem pak dostáváme

$$\hat{\alpha} = 4,74 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}, \quad \hat{\lambda} = 0,37 \text{ W/m} \cdot \text{K}$$

při hodnotě účelové funkce $S(\hat{\alpha}, \hat{\lambda}) = 0,064$.



Obr. 8.3: Konturový diagram a 3D graf odezvové plochy

8.3 Diskuze

Vypočítané hodnoty termofyzikálních vlastností vrstvy okují $\hat{\alpha} = 4,74 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$, $\hat{\lambda} = 0,37 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ byly srovnány s daty z dalších dostupných publikací, které byly uvedeny v kapitole 4. Určená hodnota součinitele tepelné vodivosti je v porovnání s daty pro oxidy z článků [20] a [21] podstatně nižší. Hodnoty z těchto zdrojů pro teplotu 800 °C se pohybují v rozmezí 1,4 W/m·K pro Fe_2SiO_4 až po 6 W/m·K pro FeO. Rovněž v porovnání s hodnotou 1,63 W/m·K vypočítanou dle vztahu (4.2) podle [22] a 3,8 W/m·K z článku [23] je součinitel tepelné vodivosti pro zkoumanou vrstvu okují na oceli 54SiCr6 nižší. Rozdíly jsou ve všech případech pravděpodobně způsobeny vysokou mírou poréznosti zkoumané vrstvy okují na oceli 54SiCr6. Z výpočtů s použitím dostupných hodnot pro hustoty jednotlivých zastoupených oxidů ve vrstvě

bylo odhadnuto, že vzduchové pory tvoří až 37% celkového objemu zkoumaných okují na oceli 54SiCr6. V případě publikací [20] a [21] byla poréznost měřených vzorků díky technice jejich přípravy zanedbatelná. Míra poréznosti zkoumaných okují v článcích [22] a [23] naopak není zmíněna. Součinitel teplené vodivosti byl navíc v článku [23] určen pro pokojovou teplotu. Podle dat z článku [20] hodnota součinitele tepelné vodivosti oxidů železa s rostoucí teplotou klesá, tedy lze očekávat, že tepelná vodivost pro teplotu 800 °C bude nižší. Zmíněné skutečnosti jsou patrně také hlavními příčinami rozdílů při srovnání hodnot pro tepelnou difuzivitu, kdy vypočítaná hodnota $4,74 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ je oproti $7,3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ z článku [23] značně nižší.

Naopak ve srovnání získaného součinitele tepelné vodivosti s daty dostupnými z článku [6] nejsou rozdíly hodnot příliš výrazné. Pro teplotu 800 °C a 30% za-stoupení pórů ve vrstvě okují vypočítal autor průměrný součinitel tepelné vodivosti 0,23 W/m·K. Zejména zjednodušující předpoklad, že vzduch a jednotlivé oxidy jsou v okujích vytvářeny v souvislých vrstvách, může být významnou příčinou rozdílu vůči hodnotě 0,37 W/m·K vypočítané v podkapitole 8.2.2.

Na druhou stranu je však také nutno věnovat se diskuzi přesnosti vypočítaných hodnot termofyzikálních vlastností. Vizualizace odezvové plochy a zejména výsledky provedené analýzy rozptylu ukázaly, že člen zastupující součinitel tepelné vodivosti je v analytickém vyjádření plochy statisticky nevýznamný. Z tohoto pohledu se dá usoudit, že určení jeho hodnoty pro okuje nemusí být přesné a skutečná hodnota se od té vypočítané může lišit.

S přípravou a procesem výpočtu je navíc spjato několik kroků, při kterých může dojít k chybám různého charakteru, které následně mohou ovlivnit konečný výsledek výpočtu. Jsou to zejména tyto faktory:

- nedokonalost a nepřesnost měřicích přístrojů,
- chyby fyzikálního konečněprvkového modelu spojené se zjednodušením reality,
- numerické chyby vznikající při výpočtu konečněprvkového modelu,
- chyby aproximace empirického modelu pro určení termofyzikálních vlastností pomocí metody odezvové plochy,
- lidské chyby.

V dalším textu bude představen koncept citlivostní analýzy a bude vyhodnocen vliv případných odchylek spojených s měřením vybraných parametrů vzorku.

9 CITLIVOSTNÍ ANALÝZA

V rámci vyhodnocení získaných výsledků z kapitoly 8 byly vybrané parametry numerického modelu z kapitoly 7 podrobeny analýze citlivosti. Zjednodušeně řečeno, podstata citlivostní analýzy spočívá v určení vlivu změn vstupních veličin a chyb modelu na změny výstupních veličin [36]. To lze provádět dvěma způsoby:

- *Lokálními přístupy* za použití parciálních derivací $\partial Y / \partial X_j$, kdy se lokálně měří vliv změn jednoho vybraného vstupu X_j na výstup Y při neměnnosti ostatních vstupních veličin (anglicky se přístup označuje *one-at-a-time*, zkráceně OAT).
- *Globálními přístupy*, které citlivost zkoumají na celém intervalu dané vstupní proměnné a zahrnují také vyšetřování vlivu interakcí různých vstupních veličin na hodnotu výstupu. Tento přístup je často realizován za pomocí kombinace technik Monte Carlo a regresní analýzy. [35]

9.1 Metodika citlivostní analýzy

Pro řešenou úlohu byla provedena citlivostní analýza s použitím lokálních přístupů, kdy byla vyšetřována citlivost změny součtu čtverců odchylek srovnávaných křivek tepletorní odezvy na spodní straně vzorku z obrázku 8.1 jako výstupní veličiny (dále budeme výstupní veličinu označovat podle jejího zavedení v kapitole 8 jako S), a to vždy v závislosti na změně některém z následujících vstupních parametrů numerického modelu:

1. tloušťka nástřiku grafitu,
2. celková tloušťka vzorku,
3. průměr vzorku.

Pro účely přehlednosti a srozumitelnější formulaci vět v dalším výkladu označme množinu těchto tří parametrů písmenem V a dle uvedeného očíslování každému parametru přiřadíme index j , $j \in \{1; 2; 3\}$.

Pro kvantifikaci relativní citlivosti výsledků na zvolené parametry modelu slouží namísto výpočtu parciálních derivací v praxi tzv. citlivostní indexy (anglicky *sensitivity indices*). V článku [36] autor shrnuje poznatky z oblasti výzkumu citlivostních indexů. Uvádí, že z různých zavedených citlivostních indexů se jako nejvhodnější prokázal být citlivostní index SI , který navrhli Hoffman a Gardner v publikaci [37], a vypočítá se jednoduše podle zápisu

$$SI = \frac{D_{max} - D_{min}}{D_{max}}, \quad (9.1)$$

kde D_{max} je největší z hodnot výstupní veličiny Y pro hodnoty z daného intervalu zvolené vstupní veličiny X_j a D_{min} je nejmenší hodnota výstupní proměnné Y pro hodnoty z daného intervalu zvolené vstupní veličiny X_j .

Koncept takto definovaného citlivostního indexu byl využit také pro analýzu citlivosti při určování termofyzikálních vlastností. Veličinou D pro vzorec (9.1) byl ve všech zkoumaných případech součet čtverců odchylek S . Vstupními veličinami X_j byly absolutní odchylky vzniklé při měření parametrů z množiny V . Interval pro vstupní veličiny X_j byl tedy určen jako $\langle 0; \Delta_{max}^j \rangle$, kde Δ_{max}^j představuje největší absolutní chybu Δ^j , které se můžeme dopustit při měření j -tého parametru z množiny V . Hodnoty Δ_{max}^j byly pro každý j -tý parametr z množiny V určeny empiricky a za předpokladu, že skutečně naměřené hodnoty uvedené v tabulce 6.1 jsou přesné, tedy platí pro ně $\Delta^j = 0$. Člen D_{min} ze vzorce 9.1 tedy představoval hodnotu veličiny S pro skutečné hodnoty naměřené digitálním mikrometrem, člen D_{max}^j byl určen jako aritmetický průměr ze získaných hodnot veličiny S pro hodnoty j -tého parametru lišícího se o absolutní chybu měření $\pm \Delta_{max}^j$ od naměřené hodnoty. Simulační výpočty v programu COMSOL Multiphysics pro určení hodnot výstupní veličiny S byly ve všech případech spuštěny s hodnotami termofyzikálních vlastností okují $\hat{\alpha} = 4,74 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$, $\hat{\lambda} = 0,37 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ vypočítanými v kapitole 8. Hodnoty D_{min} , D_{max}^j , zvolené mezní absolutní chyby měření Δ_{max}^j a vypočítané citlivostní indexy SI_j pro vyšetřované vstupní veličiny X_j jsou uvedeny v tabulce 9.1.

Index j	Veličina X_j	$\Delta_{max}^j [\mu\text{m}]$	D_{min}	D_{max}^j	SI_j
1	Absolutní chyba při měření tloušťky vrstvy grafitu	3	0,0745	0,0961	0,23
2	Absolutní chyba při měření celkové tloušťky vzorku	20	0,0745	0,0811	0,08
3	Absolutní chyba při měření průměru vzorku	100	0,0745	0,0763	0,02

Tab. 9.1: Výsledky citlivostní analýzy

9.2 Interpretace a diskuze výsledků citlivostní analýzy

Ze zavedení citlivostního indexu SI plyne, že $SI \in \langle 0; 1 \rangle$ a platí, že s rostoucí hodnotou SI roste citlivost modelu na změny konkrétního parametru. Z dosažených výsledků lze tedy usoudit, že největší vliv na změnu výstupní veličiny S mají chyby měření tloušťky nástřiku grafitové vrstvy ($SI_1 = 0,23$). Naopak nejmenší vliv ($SI_3 = 0,02$) byl prokázán pro případné nepřesnosti měření průměru vzorku. Nutno poznamenat, že vypočítané hodnoty SI_j závisí na volbě mezní absolutní chyby měření Δ_{max}^j , jejíž důkladnější určení by se dalo provést například na základě výhod-

nocení statistického výzkumu přesnosti měření délkových parametrů pomocí digitálního mikrometru.

Zvolený přístup vyhodnocení citlivosti výstupu numerického modelu na chyby vzniklé při měření parametrů zokujeného vzorku přináší zejména dvě úskalí:

1. přístup OAT zanedbává kombinovaný vliv více vstupních veličin na výstupní veličinu,
2. přístup zkoumá pouze vliv vstupních veličin na změny součtu čtverců odchylek funkčních hodnot srovnávaných křivek S , výzkum vlivu na vypočítané hodnoty termofyzikálních vlastností není zahrnut.

Oba zmíněné aspekty lze řešit citlivostní analýzou s použitím složitějších globálních přístupů, pro které je však typická časová a výpočetní náročnost. Řešení zaditého problému pomocí těchto technik již přesahuje rámec bakalářské práce, jejich použití je však jistě vhodnou cestou pro porozumění otázky citlivosti řešené úlohy.

10 ZÁVĚR

Bakalářská práce shrnula problematiku okují na povrchu oceli a blíže se zabývala otázkami spojenými s určením jejich termofyzikálních vlastností.

V úvodní části práce byly shrnutý charakteristiky okují a jejich praktický význam byl představen na problému sprchového chlazení oceli. Dále byly uvedeny tři základní způsoby přenosu tepla, přičemž důraz byl kladen na přenos tepla vedením, který je popsán parciální diferenciální rovnicí parabolického typu. V navazujících kapitolách byl stylem rešerše shrnut současný stav výzkumu termofyzikálních vlastností okují a byl popsán princip jejich experimentálního určení pomocí laserové zábleskové metody.

V aplikační části práce byla nejprve popsána příprava a průběh měření zokujeného vzorku oceli 54SiCr6, v další kapitole byl představen numerický model, který provedené měření simuluje. Dále byl vysvětlen princip vyhodnocení získaných dat za účelem výpočtu termofyzikálních vlastností okují pomocí metody odezvové plochy. Získané výsledky byly v téže kapitole srovnány s jinými dostupnými daty pro termofyzikální vlastnosti okují. Bylo zjištěno, že vliv poréznosti vrstvy okují je při určování jejich termofyzikálních vlastností nezanedbatelný, přičemž jak tepelná difuzivita, tak i součinitel tepelné vodivosti dosahují v případě porézních vrstev nižších hodnot. V rámci vyhodnocení výsledků byla dále pro vybrané vstupní parametry modelu provedena citlivostní analýza za použití lokálních přístupů. S pomocí citlivostního indexu SI byl jako nejvlivnější vyhodnocen faktor chyby při měření tloušťky nástríku grafitu na vzorku.

LITERATURA

- [1] KRZYŻANOWSKI, Michał, J. H. (John Herbert) BEYNON a Didier C. J FARRUGIA. *Oxide scale behaviour in high temperature metal processing*. Weinheim: Wiley-VCH, 2010, x, 376 s. : obr., (některé barev.), tabulky, grafy. ISBN 9783527325184.
- [2] POHANKA, M.; CHABIČOVSKÝ, M.; ONDRUCH, T. *Thermophysical properties measurement of scale layer on steel substrate using flash method*. 24th INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALSAND TECHNOLOGY. Ljubljana, Slovenia: Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, 2016. s. 175-175. ISBN: 978-961-94088-0- 3.
- [3] BLAZEVIC, David T. *Hot strip mill operations. Volume V*, Scale. Sun Lakes: [s.n.], 2005, 138 s., 22 s. bibliogr. : il. (některé bar.).
- [4] HRABOVSKÝ, Jozef. *Kvantifikace mechanismů hydraulického odstranění okuíjí = Quantification of hydraulic descaling mechanisms*. 2012, 173 l. 1 elektronický optický disk [CD-ROM / DVD].
- [5] VAVREČKA, Lukáš. *Vliv parametrů vysokotlakého ostříku na kvalitu odokujení = Effect of high pressure water beam parameters on quality of descaled surface*. 2011, 100 l. 1 elektronický optický disk [CD-ROM / DVD].
- [6] CHABIČOVSKÝ, M., M. HNÍZDIL, A.A. TSENG a M. RAUDENSKÝ. Effects of oxide layer on Leidenfrost temperature during spray cooling of steel at high temperatures. *International Journal of Heat and Mass Transfer* [online]. Elsevier, 1509, **88**, 236-246 [cit. 2017-02-18]. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.04.067. ISSN 0017-9310.
- [7] RAUDENSKÝ, M., M. CHABIČOVSKÝ a J. HRABOVSKÝ. Impact of oxide scale on heat treatment of steels. In: *METAL 2014 - 23rd International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*. Ostrava: Tanger, 2014, s. 553-558. ISBN 978-808729454-3.
- [8] CHABIČOVSKÝ, Martin. *Faktory ovlivňující sprchové chlazení za vysokých teplot*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2016.
- [9] HŘIBOVÁ, Veronika. *Aproximace chladicích účinků vodních trysek matematickými funkciemi*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2013.
- [10] PAVELEK, Milan. *Termomechanika*. Vyd. 3., přeprac. / v Akademickém nakladatelství CERM 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003, 284 s. : il. ISBN 80-214-2409-5.

- [11] ŠTEFKOVÁ, Pavla. *Studium tepelných vlastností materiálu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta chemická, 2012.
- [12] FRANCÚ, Jan. *Parciální diferenciální rovnice*. 4., dopl. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2011, 160 s. : il. ; 30 cm. ISBN 978-80-214-4399-0.
- [13] KOMÍNEK, Jan. *Heuristicke algoritmy pro optimalizaci*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2012.
- [14] POHANKA, Michal. *Technical Experiment Based Inverse Tasks in Mechanics = Inverzní úlohy mechaniky s vazbou na technický experiment*. 2006, 142 s. Přílohy teze, pojednání k SDZ.
- [15] CARSLAW, H. S a J. C JAEGER. *Conduction of heat in solids*. 2nd ed. Oxford: Clarendon Press, 2003, 510 s. ISBN 0198533683.
- [16] ČERMÁK, Libor. *Numerické metody II: diferenciální rovnice*. Vyd. 2., upr. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2010, 135 s. : il. ; 30 cm. ISBN 9788021441101.
- [17] INCROPERA, Frank P. *Fundamentals of heat and mass transfer*. 6th ed. New York: John Wiley, 2007, 997 s. : il. ISBN 0471457280.
- [18] GENÈVE, D., D. ROUXEL, P. PÍGEAT a M. CONFENTE. Descaling ability of low-alloy steel wires depending on composition and rolling process. *Corrosion Science*. 2010, **52**(4), 1155-1166. DOI: 10.1016/j.corsci.2009.12.028.
- [19] COLÁS, R. Modelling heat transfer during hot rolling of steel strip. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 1995, **3**(4), 437-453. DOI: 10.1088/0965-0393/3/4/002.
- [20] TAKEDA, M., T. ONISHI, S. NAKAKUBO a S. FUJIMOTO. Physical properties of iron-oxide scales on Si-containing steels at high temperature. *Materials Transactions*. 2009, **50**(9), 2242-2246. DOI: 10.2320/matertrans.M2009097.
- [21] NELSON, A.T., J.T. WHITE, D.A. ANDERSSON, J.A. AGUIAR, K.J. MCCLELLAN, D.D. BYLER, M.P. SHORT a C.R. STANEK. Thermal expansion, heat capacity, and thermal conductivity of nickel ferrite (NiFe_2O_4). *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 2014 [cit. 2017-03-02]. DOI: 10.1111/jace.12901. ISSN 00027820.
- [22] KRZYZANOWSKI, M. a J.H. BEYNON. Finite element model of steel oxide failure during tensile testing under hot rolling conditions. *Materials Science and Technology*. 1999, **15**(10), 1191-1198. DOI: 10.1179/026708399101505103.

- [23] ENDO, Rie, Mitsutoshi UEDA, Masahiro SUSA a Takashi YAGI. Thermal diffusivity measurement of oxide scale formed on steel during hot-rolling process. *ISIJ International* [online]. Iron and Steel Institute of Japan, 2014, **54**(9), 2084-2088 [cit. 2017-03-02]. DOI: 10.2355/isijinternational.54.2084. ISSN 09151559.
- [24] PARKER, W. J., R. J. JENKINS, C. P. BUTLER a G. L. ABBOTT. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *Journal of Applied Physics* [online]. American Institute of Physics, 6109, **32**(9), 1679-1684 [cit. 2017-03-17]. DOI: 10.1063/1.1728417. ISSN 00218979.
- [25] E37.05 THERMAL MEASUREMENTS (SPONSORING COMMITTEE). *Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method*. 2011. DOI: 10.1520/E1461-11.
- [26] COWAN, R.D. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. *Journal of Applied Physics*. 1963, **34**(4), 926-927. DOI: 10.1063/1.1729564.
- [27] CLARK, L.M. a R.E. TAYLOR. Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity. *Journal of Applied Physics*. 1975, **46**(2), 714-719. DOI: 10.1063/1.321635.
- [28] BABA, T. a A. ONO. Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements. *Measurement Science and Technology*. 2001, **12**(12), 2046-2057. DOI: 10.1088/0957-0233/12/12/304.
- [29] AZUMI, T. a Y. TAKAHASHI. Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. *Review of Scientific Instruments*. 1981, **52**(9), 1411-1413. DOI: 10.1063/1.1136793.
- [30] HAY, B., J.R. FILTZ, J. HAMEURY a L. RONGIONE. Uncertainty of thermal diffusivity measurements by laser flash method. *International Journal of Thermophysics*. 2005, **26**(6), 1883-1898. DOI: 10.1007/s10765-005-8603-6.
- [31] MOSKAL, D., J. MARTAN, V. LANG, M. ŠVANTNER, J. SKÁLA a J. TESAR. Theory and verification of a method for parameter-free laser-flash diffusivity measurement of a single-side object. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2016, **102**, 574-584. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.06.073.
- [32] ALVAREZ, L.F. *Approximation model building for design optimization using the response surface methodology and genetic programming*. University of Bradford, 2000. Disertační práce.

- [33] MYERS, Raymond H a Douglas MONTGOMERY. *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. 2nd ed. New York: Wiley-Interscience 2002, 2002, 798 s. ISBN 0471412554.
- [34] TOŠENOVSKÝ, Josef. *Plánování experimentů* [online]. Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 2012 [cit. 2017-05-13]. ISBN ISBN 978-80-248-2592-2. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/DOE/Planovani%20experimentu.pdf>
- [35] SALTELLI, Andrea. *Sensitivity analysis in practice: a guide to assessing scientific models*. Chichester ; Hoboken, NJ: Wiley, 2004, xi, 219 s. : il. ISBN 0470870931.
- [36] PANNELL, David J. Sensitivity analysis of normative economic models: theoretical framework and practical strategies. *Agricultural Economics* [online]. Elsevier B.V, 1997, **16**(2), 139-152 [cit. 2017-05-18]. DOI: 10.1016/S0169-5150(96)01217-0. ISSN 01695150. Dostupné z: https://www.researchgate.net/profile/David_Pannell/publication/4740237_Sensitivity_Analysis_of_Normative_Economic_Models_Theoretical_Framework_and_Practical_Strategies/links/00b49518c600c43118000000/Sensitivity-Analysis-of-Normative-Economic-Models-Theoretical-Framework-and-Practical-Strategies.pdf
- [37] HOFFMAN, F.O. a R.H. GARDNER. Evaluation of Uncertainties in Radiological Assessment Models. TILL, J.E. a H.R. MEYER. *Radiological Assessment: A Textbook on Environmental Dose Analysis* [online]. 1. Oak Ridge, Tennessee (USA): Oak Ridge National Lab., TN (USA), 1983, **15**(13), 640-694 [cit. 2017-05-20]. Dostupné z: <https://www.osti.gov/scitech/servlets/purl/5407895>
- [38] Transformations of Variables. *StatTrek* [online]. [cit. 2017-05-21]. Dostupné z: <http://stattrek.com/regression/linear-transformation.aspx?Tutorial=AP>

SEZNAM PŘÍLOH

A Regresní analýza - komentáře k vybraným výstupům	53
A.1 Transformace výstupní veličiny	53
A.2 Grafy regresní diagnostiky	54
A.3 ANOVA	55
B Soubory na CD	57

A REGRESNÍ ANALÝZA - KOMENTÁŘE K VYBRANÝM VÝSTUPŮM

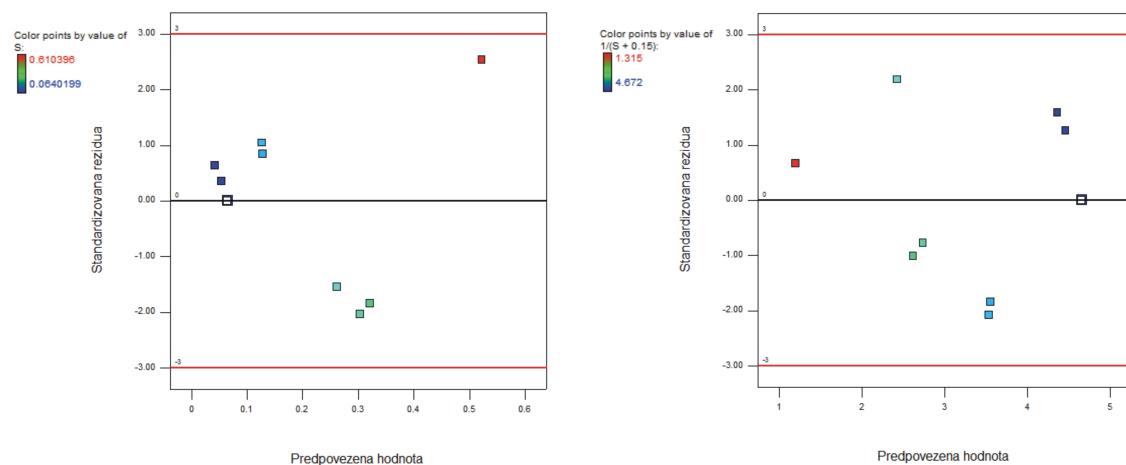
Součástí nalezení hodnot termofyzikálních vlastností okují pomocí metody odezvové plochy byly také výsledky regresní analýzy. Některé tyto výstupy jsou uvedeny a komentovány v následujícím textu, kompletní zpráva s výsledky je obsažena v souboru programu Design - Expert 10, který je součástí přílohy na CD. Veškeré testy a výpočty byly provedeny na hladině významnosti $\alpha = 0,05$.

A.1 Transformace výstupní veličiny

Po provedení regresní analýzy v programu Design - Expert 10 s výchozím nastavením byla z grafu závislosti standardizovaných reziduí na předpovězených hodnotách vypozorována nehomogenita rozptylu reziduí (heteroskedasticita), kdy s rostoucími předpovězenými hodnotami vykazoval tendenci růstu také rozptyl reziduí. Tato ne příjemnost byla odstraněna použitím nelineární transformace výstupní veličiny S . Nevhodnějším postupem při výběru tvaru nelineární transformace je dle [38] metoda postupného vyzkoušení a následného srovnávání výstupů (grafů reziduů a koeficientů determinace) různých nastavení dostupných tvarů transformací (logaritmická, odmocninová, lineární lomená, obecná mocninná, ...). Nejlepších výsledků bylo dosaženo transformací výstupní veličiny S při použití lineární lomené funkce, kdy transformovaná výstupní veličina S_{tr} byla určena jako

$$S_{tr} = \frac{1}{S + 0,15}.$$

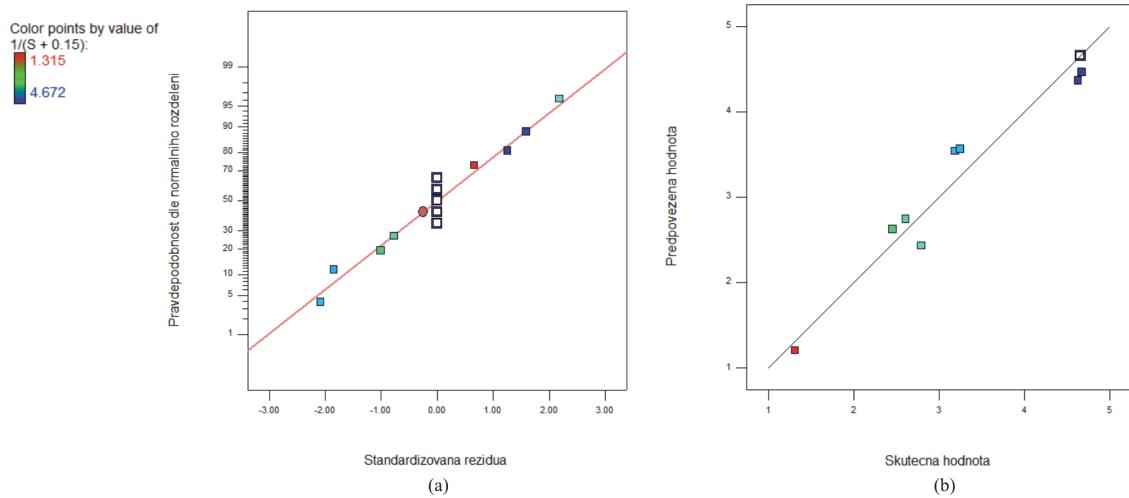
Srovnání grafů závislosti standardizovaných reziduí na předpovězených výstupních hodnotách modelu před provedením transformace a po ní je zachyceno na obrázku A.1.



Obr. A.1: Závislost standardizovaných reziduí na předpovězené hodnotě před nelineární transformací (vlevo) a po ní (vpravo)

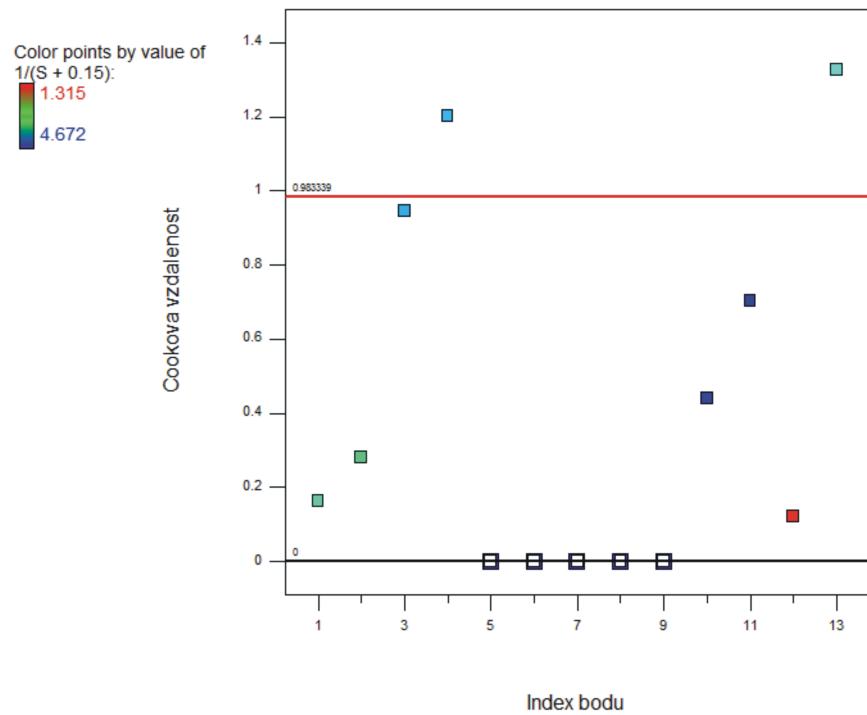
A.2 Grafy regresní diagnostiky

Na obrázku A.2 jsou uvedeny grafy pro ověření normality reziduí (a) a srovnání skutečných (uživatelem zadaných) hodnot s hodnotami předpovězenými (b).



Obr. A.2: (a) Graf ověření normality reziduí, (b) Srovnání skutečných a předpovězených hodot

Následující graf na obrázku A.3 umožňuje snadnou identifikaci vlivných bodů, kdy z indexového grafu Cookovy vzdálenosti je patrný výskyt dvou odlehlých hodnot ve statistickém souboru.



Obr. A.3: Indexový graf Cookovy vzdálenosti

A.3 ANOVA

V tabulkách A.1, A.2 a A.3 jsou zahrnuty vybrané výstupy provedené analýzy rozptylu a výsledky z výpočtu regresních koeficientů.

Součet čtverců	F hodnota	p hodnota	R^2	R^2_{adj}
15, 56	42, 01	$4, 50 \cdot 10^{-5}$	0, 968	0, 945

Tab. A.1: Výsledky ANOVA pro regresní model

Člen	Součet čtverců	F hodnota	p hodnota
A	1, 50	20, 29	0, 0028
B	0, 0097	0, 13	0, 7284
AB	0, 0023	0, 031	0, 8660
A^2	14, 02	189, 22	$2, 53 \cdot 10^{-6}$
B^2	0, 103	1, 390	0, 2769

Tab. A.2: Výsledky ANOVA pro členy regresního modelu

Člen	Hodnota regresního koeficientu	Dolní mez 95% intervalu spolehlivosti	Horní mez 95% intervalu spolehlivosti
Absolutní člen	4, 66	4, 37	4, 94
A	0, 43	0, 21	0, 66
B	-0, 035	-0, 26	0, 19
AB	0, 024	-0, 30	0, 35
A^2	-1, 42	-1, 66	-1, 18
B^2	-0, 12	-0, 37	0, 12

Tab. A.3: Regresní koeficienty jednotlivých členů a jejich 95% intervaly spolehlivosti

Získaná F hodnota a příslušná p hodnota modelu potvrzují jeho adekvánost pro popis dat. Kvalitu modelu potvrzuje také poměrně vysoký koeficient determinace R^2

a korigovaný (adjustovaný) koeficient determinace R_{adj}^2 . Součty čtverců, F hodnoty a p hodnoty pro jednotlivé členy kvadratického polynomiálního modelu poukazují na statistickou (ne)významnost jednotlivých faktorů. Lze si tedy povšimnout, že faktor A zastupující tepelnou difuzivitu má v modelu statisticky významný vliv, naopak faktor B pro součinitel tepelné vodivosti se projevil jako nevýznamný, stejně tak jako interakční člen AB .

Získaný analytický zápis odezvové plochy je pak tedy ve tvaru

$$\frac{1}{S + 0,15} = 4,66 + 0,43 \cdot A - 0,035 \cdot B + 0,024 \cdot AB - 1,42 \cdot A^2 - 0,12 \cdot B^2,$$

přičemž jsou v něm zahrnutý také členy, jejichž vliv se v rámci výpočtu ANOVA ukázal být statisticky nevýznamný.

B SOUBORY NA CD

Na přiloženém CD jsou uloženy tyto soubory:

- FlashLine-SteelScales-2220_54SiCr6_oxide6_graphite_model.mph
Spustitelný soubor programu COMSOL Multiphysics v 5.2a obsahující konečněprvkový model měřicího zařízení pro laserovou zábleskovou metodu. Nastavení parametrů modelu odpovídá provedenému měření. Termofyzikální vlastnosti vrstvy okují jsou nastaveny na hodnoty vypočítané v kapitole 8.
- FlashLine-SteelScales-2220_54SiCr6_oxide6_graphite_RSMReport.dpxx
Spustitelný soubor programu Design - Expert 10 obsahující vstupní hodnoty pro výpočet termofyzikálních vlastností pomocí metody odezvové plochy. Soubor rovněž obsahuje detailní výstupy provedené regresní analýzy.