

**ΣΧΕΔΙΑΣΜΟΣ, ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΕΛΕΓΧΟΣ ΛΕΙΤΟΥΡΓΙΑΣ  
ΔΙΑΤΑΞΗΣ ΓΙΑ ΜΕΛΕΤΗ ΦΑΙΝΟΜΕΝΩΝ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΣΕ  
ΣΤΕΡΕΑ ΚΑΤΑΣΤΑΣΗ**

**ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

Υποβληθείσα στο τμήμα Χημικών Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου  
Πολυτεχνείου

υπό του

*Αθανασίου Παπαγεωργίου*

Υπεύθυνος: **Επ. Καθ. Χρήστος Αργυρούσης**

Αθήνα, Φεβρουάριος 2012

## Πρόλογος

Η εκπόνηση της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας, πραγματοποιήθηκε στο Εργαστήριο Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών της Σχολής Χημικών Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Η ανάθεση του θέματος έγινε από τον Επίκουρο Καθηγητή ΕΜΠ Χρήστο Αργυρούση.

Στο σημείο αυτό, θα ήθελα να εκφράσω την ευγνωμοσύνη και τις ευχαριστίες μου σε όσους με βοήθησαν και συνέβαλαν στην περάτωση της παρούσας εργασίας.

Αρχικά, θα ήθελα να ευχαριστήσω ιδιαίτερα και θερμά, τον επιβλέποντα της εργασίας μου, Επ. Καθ. Χρήστο Αργυρούση, που μου έδωσε την ευκαιρία να αγαπήσω και να καταπιαστώ με το θέμα της διπλωματικής μου εργασίας. Ευχαριστώ για την εμφανή διάθεσή του να προσφέρει την επιστημονική, αλλά και προσωπική του βοήθεια και κυρίως για το αμέριστο ενδιαφέρον του.

Ευχαριστώ θα ήθελα να πω επίσης στον, υποψήφιο διδάκτορα στο Εργαστήριο Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών του ΕΜΠ, Πέτρο Σακκά, που από την αρχή υπήρξε δίπλα μου, προσφέροντας πάντα με μεγάλη προθυμία τη βοήθεια, τις συμβουλές και κυρίως την ενθάρρυνση του.

Ακόμα, ευχαριστώ τα υπόλοιπα μέλη του εργαστηρίου και τους φίλους μου, που ήταν πρόθυμοι να προσφέρουν τη βοήθεια τους όπου και αν χρειάστηκε.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω την οικογένειά μου που με βοήθησε και με στήριξε μέχρι τώρα σε κάθε μου βήμα.

# Περιεχόμενα

Πρόλογος.....	2
Περιεχόμενα .....	3
Γραφήματα.....	5
Πίνακες .....	6
Εικόνες .....	7
Περίληψη.....	10
Abstract.....	11
1 Θεωρητικό Μέρος .....	12
1.1 Εισαγωγή στο φαινόμενο της διάχυσης .....	12
1.2 Προσεγγίσεις και είδη διάχυσης.....	13
1.3 Μηχανισμοί Διάχυσης.....	14
1.3.1 Μηχανισμοί άμεσης ανταλλαγής (Direct interchange).....	15
1.3.2 Ενδοπλεγματικοί μηχανισμοί.....	17
1.3.3 Μηχανισμοί κενών θέσεων .....	18
1.3.4 Μηχανισμοί Σωλήνα διαταραχής (Dislocation pipe diffusion), Διάχυσης στο όριο κόκκων (Grain boundary diffusion) και Επιφανειακής διάχυσης .....	20
1.4 Συντελεστής Διάχυσης.....	20
1.5 Ροή σωματιδίων (flux) – Εξισώσεις Fick.....	21
1.5.1 1ος Νόμος Fick.....	21
1.5.2 2ος Νόμος Fick.....	22
1.6 Μέθοδος SIMS.....	23
1.6.1 Αρχή λειτουργίας.....	23

1.6.2	Πλεονεκτήματα .....	25
1.6.3	Μειονεκτήματα .....	26
1.6.4	Σύγκριση με άλλες μεθόδους.....	27
1.7	Πειραματική διάταξη και διαδικασία αέριας διάχυσης σε στερεά κατάσταση .....	28
2	Πειραματικό Μέρος.....	31
2.1	Σχεδιασμός τραπεζιών με χρήση του προγράμματος Solidworks.....	31
2.2	Εγκατάσταση φούρνου και των αντιστοίχων ραγών του.....	35
2.3	Εγκατάσταση διπλού σταυρού (double cross) και αντιδραστήρα .....	37
2.4	Θερμοκρασιακά προφίλ φούρνου .....	41
2.4.1	Εγκατάσταση και συνδεσμολογία θερμοστοιχείων-καλωδίων προέκτασης (extension wires) για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης τους μέσω θερμοκρασιακών προφίλ .....	41
2.4.2	Εγκατάσταση δειγματοφορέα και βραχίονα (manipulator) στον διπλό σταυρό και έλεγχος συμβατότητας διαφόρων καλωδίων προέκτασης (extension wires) με θερμοστοιχείο τύπου B .....	50
2.4.3	Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C για τον φούρνο Nabertherm .....	54
2.4.4	Τελικά θερμοκρασιακά προφίλ για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης του φούρνου .....	57
2.4.5	Συμπεράσματα.....	66
2.5	Εγκατάσταση αντλιών και εξαρτημάτων τεχνολογίας κενού.....	66
2.5.1	Συνδεσμολογία περιστροφικής αντλίας .....	66
2.5.2	Εγκατάσταση και συνδεσμολογία τουρμπομοριακής αντλίας .....	70
2.5.3	Εγκατάσταση μετρητή πίεσης (transducer) και καταγραφικού ρυθμιστή (vacuum controller) .....	73
2.6	Πειραματική διαδικασία παραγωγής κενού.....	75
2.6.1	Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα (Blind KF) στον διπλό σταυρό .....	77

2.6.2	Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα σε σωλήνα 6 mm (tube cover), που είναι εγκατεστημένος στον διπλό σταυρό .....	79
2.6.3	Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για εγκατεστημένη φιάλη $O_{18}$ (Oxygen bottle) .....	82
2.6.4	Συνολικό διάγραμμα σύγκρισης πίεσης-χρόνου .....	85
2.6.5	Συμπεράσματα.....	87
3	Εφαρμογές - προτάσεις για μελλοντική έρευνα.....	88
3.1	Μελέτη διάχυσης οξυγόνου σε πυριτικό ύττριο (yttrium silicate) .....	88
3.2	Αναπροσαρμογή της πειραματικής διάταξης διάχυσης με χρήση ενός συστήματος ανάμειξης αερίων .....	89
4	Βιβλιογραφία .....	91
5	Παράρτημα .....	92
5.1	Εγχειρίδιο χρήσης ρυθμιστή φούρνου .....	92
5.1.1	Εύρεση Τύπου Θερμοστοιχείου (TC).....	93
5.1.2	Θερμοπρογραμματισμός Φούρνου .....	94
5.1.3	Χρήσιμες πληροφορίες .....	96
5.2	Πίνακες αναφοράς για θερμοστοιχεία .....	97

## **Γραφήματα**

Γράφημα 1: Θερμοκρασιακά προφίλ στους 300, 800, 1000 °C, για τον έλεγχο των θερμοστοιχείων τύπου B και K..... 49

Γράφημα 2: Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C, για τον έλεγχο καλωδίων προέκτασης (extension wires) συνδεδεμένα με θερμοστοιχείο τύπου B (Long Pt18)..... 53

Γράφημα 3: Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C στο φούρνο Nabertherm, για τον τελικό έλεγχο των συνδυασμών των υποψήφιων θερμοστοιχείων & καλωδίων προέκτασης..... 56

Γράφημα 4: Θερμοκρασιακά προφίλ στους 400, 600, 800, 1000 °C για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης του φούρνου .....

63

Γράφημα 5: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου μετά το άνοιγμα της τουρμπομοριακής αντλίας (A) και μετά το κλείσιμο της (B), για τάπα (Blind KF) στον διπλό σταυρό.....	78
Γράφημα 6: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα σε σωλήνα 6 mm (Tube cover), που είναι εγκατεστημένος στον διπλό σταυρό. A-B: Επιλεγμένο χρονικό διάστημα λειτουργίας της περιστροφικής αντλίας, Γ: Τουρμπομοριακή αντλία σε λειτουργία, Δ: Τέλος λειτουργίας της τουρμπομοριακής.....	80
Γράφημα 7: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου με κλειστή βάνα φιάλης $O_{18}$ . A: Περιστροφική Αντλία σε λειτουργία, B: Τουρμπομοριακή αντλία σε λειτουργία, Γ: Σημείο, Δ: Κλείσιμο τουρμπομοριακής, E: Σημείο, Z: Τέλος μετρήσεων.....	84
Γράφημα 8: Συνολικό-συγκριτικό διάγραμμα πίεσης-χρόνου με βάση τις διαφορετικές συνδέσεις: Τάπα (Blind KF-μαύρο), Τάπα σωλήνα (Tube cover-κόκκινο) και Φιάλη $O_{18}$ (Oxygen bottle-μπλε).....	86

## ***Πίνακες***

Πίνακας 1: Μηχανισμοί διάχυσης.....	15
Πίνακας 2: Αποτελέσματα πειραμάτων διαδικασίας παραγωγής κενού.....	76
Πίνακας 3: Μέγιστες επιτρεπόμενες ιδιότητες του φούρνου.....	92
Πίνακας 4: Οι Τύποι Θερμοστοιχείων και το αντίστοιχο Θερμοκρασιακό τους Εύρος.....	93
Πίνακας 5: Συντομογραφίες του Front Panel του Ρυθμιστή.....	94
Πίνακας 6: Πίνακας αναφοράς για θερμοστοιχεία τύπου B.....	98
Πίνακας 7: Πίνακας αναφοράς για θερμοστοιχεία τύπου K.....	100

## **Εικόνες**

Εικόνα 1: Μηχανισμός ανταλλαγής (Exchange mechanism).....	16
Εικόνα 2: Μηχανισμός δακτυλιδιού (Ring mechanism).....	16
Εικόνα 3: Interstitial mechanism .....	17
Εικόνα 4: Interstitialcy mechanism .....	18
Εικόνα 5: Vacancy mechanism .....	19
Εικόνα 6: Βασική αρχή λειτουργίας μεθόδου SIMS.....	24
Εικόνα 7: Διάταξη κύριων μερών μεθόδου SIMS .....	25
Εικόνα 8: Πειραματική διάταξη διάχυσης του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών του ΕΜΠ.....	28
Εικόνα 9: Σχεδιαστική απεικόνιση του μεγάλου πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης.....	32
Εικόνα 10: Σχεδιαστική απεικόνιση του μικρού πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης.....	32
Εικόνα 11: Σχεδιαστική απεικόνιση του μικρού πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης (3D).....	33
Εικόνα 12: Προσχέδιο πειραματικής διάταξης για την επαλήθευση της διαστασιολόγησης της.....	34
Εικόνα 13: Ράγες φούρνου (Oven sliders) .....	35
Εικόνα 14: Φούρνος.....	37
Εικόνα 15: Βάση στήριξης διπλού σταυρού.....	38
Εικόνα 16: Βάση στήριξης διπλού σταυρού σε 3 διαστάσεις (3D).....	39
Εικόνα 17: Κεραμικός αντιδραστήρας.....	40
Εικόνα 18: Εξαρτήματα για φλάντζες κενού (vacuum flange fittings) .....	41
Εικόνα 19 : Φούρνος-αντιδραστήρας- διπλός σταυρός.....	41
Εικόνα 20: Θερμοστοιχεία & καλώδια προέκτασης .....	43

Εικόνα 21: Ρυθμιστής φούρνου (Controller) .....	44
Εικόνα 22: Ηλεκτρική σύνδεση φούρνου-ρυθμιστή .....	44
Εικόνα 23: Εγκατάσταση θερμοστοιχείου τύπου K.....	45
Εικόνα 24: Οπή σε βάση αμιάντου και προστατευτικό μέταλλο .....	46
Εικόνα 25: Εγκατάσταση θερμοστοιχείου τύπου B .....	47
Εικόνα 26: Συνολική εγκατάσταση θερμοστοιχείων για προσδιορισμό θερμοκρασιακού προφίλ.....	47
Εικόνα 27: Απεικόνιση θερμοστοιχείου τύπου K μέσα στον φούρνο με θερμομόνωση από μαλλί πυριτικού αργιλίου (aluminum silicate wool).....	48
Εικόνα 28: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία δειγματοφορέα & βραχίονα (manipulator) στον διπλό σταυρό.....	52
Εικόνα 29: Φούρνος Nabertherm .....	55
Εικόνα 30: Αντικατάσταση του blue type K (συμβατό με θερμοστοιχεία τύπου K) με το Cu extension wire (συμβατό με θερμοστοιχεία τύπου B).....	58
Εικόνα 31: Κεραμική βάση (μουλίτη) στήριξης δειγματοφορέα.....	59
Εικόνα 32: Ένωση δειγματοφορέα – χάλκινου καλωδίου προέκτασης (Cu extension wire) μέσω γρήγορων συνδέσεων, που συνδέονται με ηλεκτρική κόλληση (soldering) .....	61
Εικόνα 33: Πειραματική διάταξη προσδιορισμού των τελικών θερμοκρασιακών προφίλ του φούρνου, με σταθεροποιημένο δειγματοφορέα, και θερμοστοιχείο τύπου B (Long Pt18) που έχει τη δυνατότητα να σύρεται κατά μήκος του.....	62
Εικόνα 34: Ψύξη της μεταλλικής βάσης του κεραμικού αντιδραστήρα με τη χρήση θερμοστάτη.....	65
Εικόνα 35: Διάταξη αντλιών.....	67
Εικόνα 36: Σημεία λειτουργίας της περιστροφικής αντλίας .....	67
Εικόνα 37: Εξαρτήματα στο σημείο αναρρόφησης της περιστροφικής αντλίας (suction connection fittings) .....	68
Εικόνα 38: Εξαρτήματα στο σημείο κατάθλιψης της περιστροφικής αντλίας (Pressure connection fittings) .....	69



Εικόνα 39: Συνδεσμολογία περιστροφικής αντλίας.....	70
Εικόνα 40: Βάση τουρμπομοριακής αντλίας.....	71
Εικόνα 41: Τουρμπομοριακή αντλία & CF σταυρός .....	71
Εικόνα 42: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία τουρμπομοριακής αντλίας .....	73
Εικόνα 43: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία μετρητή πίεσης & καταγραφικού ρυθμιστή..	74
Εικόνα 44: Τάπα (Blind KF).....	77
Εικόνα 45: Τάπα σε σωλήνα διαμέτρου 6 mm (Tube cover).....	79
Εικόνα 46: Εγκατάσταση φιάλης $O_{18}$ (Oxygen bottle).....	83
Εικόνα 47: Συνδεσμολογία για πείραμα αέριας διάχυσης με τη χρήση φιαλών αερίου.....	90

## Περίληψη

Η παρούσα Διπλωματική Εργασία ασχολήθηκε με το σχεδιασμό, την κατασκευή και τον έλεγχο της λειτουργίας μίας διάταξης για μελέτη φαινομένων αέριας διάχυσης σε στερεά κατάσταση. Αρχικά, σχεδιάστηκαν με χρήση προγράμματος σε Η/Υ δύο ισοϋψή, διαφορετικού μήκους τραπέζια, πάνω στα οποία πραγματοποιήθηκε, μετά την κατασκευή τους, η εγκατάσταση όλων των μερών της διάταξης. Οι περισσότερες συνδέσεις των τμημάτων της διάταξης, δηλαδή ο δειγματοφορέας, ο βραχίονας που τον κινεί, δύο μηχανικές αντλίες τεχνολογίας κενού, ο μετρητή πίεσης, ο ρυθμιστής του φούρνου και ένα δοχείο αερίου προς διάχυση, διασυνδέονται μεταξύ τους αεροστεγώς μέσω ενός διπλού σταυρού αποτελούμενου από έξι όμοιους σωλήνες. Άλλα κύρια μέρη είναι, ο φούρνος με δυνατότητα μετακίνησης πάνω σε ράγες, ο κεραμικός αντιδραστήρας (σωλήνας αλούμινας) που περιβάλλει τον δειγματοφορέα και οι ρυθμιστές του μετρητή πίεσης και της αντλίας παραγωγής υψηλού κενού. Ο έλεγχος της λειτουργίας της διάταξης πραγματοποιήθηκε σε δύο στάδια. Στο πρώτο, πάρθηκαν θερμοκρασιακά προφίλ του φούρνου προκειμένου να ελεγχθεί η θερμοκρασιακή του απόκριση. Η διαδικασία αυτή περιείχε την μετακίνηση ενός θερμοστοιχείου, συνδεδεμένου με ένα ψηφιακό πολύμετρο, κατά μήκος του φούρνου, ο οποίος προγραμματιζόταν σε μία σταθερή θερμοκρασία. Κατά αυτόν τον τρόπο ελήφθησαν προφίλ θερμοκρασίας στους 400, 600, 800 και 1000 °C σύμφωνα με τα οποία προσδιορίστηκε ο άξονας της θερμικής ζώνης του φούρνου, οι αποκλίσεις των θερμοκρασιακών αποκρίσεων του ρυθμιστή με αυτές του θερμοστοιχείου, καθώς και το συμπέρασμα της εύρυθμης λειτουργίας του φούρνου σε διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών. Στο δεύτερο στάδιο, πραγματοποιήθηκε μια συγκεκριμένη διαδικασία παραγωγής κενού μέσω της οποίας ελέγχθηκε η λειτουργία των δύο αντλιών και εξετάστηκε η στεγανότητα και δυνατότητα κατακράτησης κενού και υποπίεσεων στο χώρο που περιβάλλει τον δειγματοφορέα. Μετά την διεξαγωγή πειραμάτων, καταστρώθηκαν διαγράμματα πίεσης συναρτήσεως του χρόνου και υπολογίστηκαν τα αντίστοιχα ποσοστά διαρροής. Τέλος, δίνονται προτάσεις μελλοντικής έρευνας βάσει των οποίων μπορεί να αξιοποιηθεί η παρούσα διάταξη σε μελέτες φαινομένων διάχυσης.

## *Abstract*

This diploma thesis focused on the design, construction and functionality of an experimental setup for diffusion studies in solid state. To begin with, they were designed two tables, of same height but in different lengths, with the use of a computer program. All parts of this setup were placed on these tables. In particular, the most parts: a sample holder, a manipulator, two vacuum pumps, a pressure transducer, an oven temperature controller and an oxygen bottle for diffusion, are tightly interconnected to a double cross, consisting of six identical tubes. Other main components are: the oven, which can move on rails, the ceramic reactor (alumina tube) surrounding the sample holder, and the vacuum and turbopump controller. The setup was tested in two stages. On the first stage, in order to test the oven's temperature response, temperature profiles were taken. This process included a thermocouple, connected to a digital multimeter, moving along the oven which was programmed every time to a steady temperature. In this way, temperature profiles were taken in 400, 600, 800 και 1000 °C, according to which it was determined the oven's heating zone, the deviations in terms of measuring temperature between the oven controller and the thermocouple, and the oven's proper operation at high temperature processes. On the second stage, it was developed a specific vacuum generation process, firstly as a means of testing the pumps' operation and secondly in order to investigate the tightness and insulation in the space that surrounds the sample holder. After conducting experiments, they were developed diagrams of pressure versus time and calculated the corresponding leak rates. In conclusion, some proposals for research are given with a view to using this experimental setup for diffusion studies in the future.

# 1 Θεωρητικό Μέρος

## 1.1 Εισαγωγή στο φαινόμενο της διάχυσης

Η **διάχυση** είναι μια πολύ σημαντική διαδικασία σε αρκετές διεργασίες, που σχετίζονται με τη φυσική, τη χημεία και τη βιολογία, όπως η πυροσυσσωμάτωση για την παραγωγή κόννεων, ο σχεδιασμός χημικών αντιδραστήρων, η κατάλυση, οι διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών, η εφαρμογή κενού κ.α. Η διάχυση είναι μία χρονικά εξαρτώμενη διαδικασία από τυχαία κίνηση μορίων προκαλώντας την ανακατανομή των ουσιών στο χώρο. Συνδέεται δηλαδή άμεσα με τη μεταφορά μάζας που προκαλείται από ένα δυναμικό συγκέντρωσης. Πιο συγκεκριμένα, διάχυση (ή παθητική μεταφορά), χαρακτηρίζεται η τάση των μορίων μιας ουσίας να διασπείρονται από περιοχές υψηλότερης συγκέντρωσης προς τις περιοχές χαμηλότερης συγκέντρωσης. Η τάση αυτή εκδηλώνεται με αντίστοιχη μετακίνηση των μορίων. Αυτό σημαίνει πως η μετακίνηση των μορίων γίνεται και προς τις δύο κατευθύνσεις, όμως γίνεται με μεγαλύτερο ρυθμό από τη περιοχή της υψηλότερης συγκέντρωσης. Κάποια στιγμή οι συγκεντρώσεις εξισώνονται, κάτι το οποίο δεν εμποδίζει την μετακίνηση των μορίων, η οποία συνεχίζεται, αυτή τη φορά με σταθερό ρυθμό.

Επίσης, ως διάχυση ορίζεται το φαινόμενο της αυθόρμητης ανάμιξης δύο ή περισσότερων χημικών ουσιών, που βρίσκονται σε επαφή και που σχηματίζουν (με την πάροδο του χρόνου) μίγμα ή διάλυμα. Όταν έρχονται σε επαφή δύο αέρια διασπείρονται μεταξύ τους, γιατί τα κινούμενα μόρια του ενός αερίου αναμιγνύονται με τα μόρια του άλλου. Αυτό συμβαίνει και σε υγρά ή στερεά που διαλύονται με διάχυση. Τα ιόντα ή τα μόρια της διαλυμένης ουσίας διαχέονται σιγά στα αντίστοιχα του διαλύτη, δημιουργώντας τελικά ένα διάλυμα με μια ομοιόμορφη συγκέντρωση. Παράδειγμα ενός είδους διάχυσης είναι η **μοριακή διάχυση** (molecular diffusion). Δηλαδή, το φαινόμενο που προκαλείται από τη διαφορά χημικού δυναμικού ανάμεσα σε δύο σημεία, εξελίσσεται με την τυχαία κίνηση μορίων ή ιόντων εξαιτίας της θερμικής τους ενέργειας, ενώ σε σταθερή θερμοκρασία και απουσία εξωτερικών δυνάμεων οδηγεί σε κατάσταση φυσικοχημικής ισορροπίας. Αντίστοιχα, στη **τυρβώδη διάχυση**, η μεταφορά μάζας οφείλεται στη τυχαία κίνηση των δινών (οι οποίες μεταφέρουν μάζα, θερμότητα και ορμή από περιοχή υψηλών σε περιοχή χαμηλών συγκεντρώσεων).

Σε ένα διφασικό σύστημα που δεν βρίσκεται σε ισορροπία παρατηρούνται αυθόρμητες μεταβολές στις συστάσεις των δύο φάσεων, εξαιτίας του φαινομένου της διάχυσης, που οδηγούν τελικά το σύστημα σε κατάσταση ισορροπίας. Μετά την επίτευξη της ισορροπίας δεν μπορούν να παρατηρηθούν μακροσκοπικά περαιτέρω μεταβολές. Στη κατάσταση ισορροπίας, η σύσταση της κάθε φάσης παραμένει σταθερή και ομοιόμορφη σε όλο της τον όγκο, παρόλο που οι συγκεντρώσεις των διαλυμένων συστατικών μπορεί να

διαφέρουν μεταξύ τους από τη μια φάση στην άλλη. Αντίθετα, το χημικό δυναμικό κάθε συστατικού εν διαλύσει μέσα στις δύο φάσεις θα είναι ομοιόμορφο και σταθερό σε όλο τον όγκο του συστήματος που βρίσκεται σε ισορροπία. Το χημικό δυναμικό κάθε συστατικού εξαρτάται με διαφορετικό τρόπο από τη συγκέντρωση στην κάθε φάση και η επίτευξη της ομοιομορφίας του χημικού δυναμικού, για το κάθε συστατικό ξεχωριστά αλλά και για όλο τον όγκο του συστήματος, είναι η αιτία που οδηγεί στην παύση του φαινομένου της διάχυσης. Από τα παραπάνω, συνεπάγεται ότι **η κινητήρια δύναμη του φαινομένου της διάχυσης είναι το χημικό δυναμικό (ή η ενεργότητα) και όχι η συγκέντρωση**. Ωστόσο, σε πολυφασικά συστήματα, το φαινόμενο της διάχυσης εξετάζεται για κάθε φάση ξεχωριστά και η περιγραφή του φαινομένου θα γίνεται με όρους συγκέντρωσης. (αυτό συμβαίνει γιατί θεωρείται ότι κινητήρια δύναμη του φαινομένου είναι η διαφορά της συγκέντρωσης) **(1)**.

## 1.2 Προσεγγίσεις και είδη διάχυσης

Υπάρχουν δύο βασικές προσεγγίσεις για τη θεωρία της διάχυσης: η **ατομιστική προσέγγιση** (atomistic approach), όπου λαμβάνεται ρητά υπ' όψιν η ατομική φύση της διαχεόμενης ουσίας και ορίζεται ως η καθαρή μεταφορά των μορίων από μία περιοχή μεγαλύτερης συγκεντρώσεως σε μία άλλη μικρότερης με τυχαία μεταφορά των μορίων, και η **συνεχής προσέγγιση** (continuum approach), σύμφωνα με την οποία η διαχεόμενη ουσία εξετάζεται σαν ένα σταθερό, συνεχές μέσο και η ατομική φύση της διάχυσης δεν λαμβάνεται υπ' όψιν **(2)**.

Μια πιο ολοκληρωμένη ιδέα του φαινομένου της διάχυσης δίνεται αν ληφθούν υπ' όψιν και οι κινήσεις των μορίων. Υπάρχουν εξισώσεις που συσχετίζουν μακροσκοπικές ποσότητες, όπως η ροή της διάχυσης με τις ατομικές ποσότητες, όπως η συχνότητα άλματος ενός ατόμου. Συχνά, αρκετές τέτοιες ποσότητες της διάχυσης σχετίζονται με την ίδια ατομική παράμετρο. **Η μοριακή διάχυση** επιτρέπει το συσχετισμό διαφόρων μακροσκοπικών ποσοτήτων με τρόπους που δεν είναι δυνατοί από την προσέγγιση της συνέχειας, ενώ χωρίζεται σε δύο κύριες κατηγορίες:

1. Την **tracer diffusion** (ιχνηθέτη). Είναι η μείξη των σωματιδίων, η οποία πραγματοποιείται απουσία βαθμίδας συγκέντρωσης ή χημικού δυναμικού. Αυτή η διάχυση μπορεί να ανιχνευτεί με ιχνηθέτη και συνήθως λαμβάνεται ως ίδιου τύπου με την **αυτοδιάχυση (self diffusion)**. Πραγματοποιείται σε συνθήκες ισορροπίας.
2. Την **chemical diffusion** (χημική). Αυτή πραγματοποιείται με την παρουσία βαθμίδας συγκέντρωσης (ή χημικού δυναμικού) και καταλήγει σε καθαρή μεταφορά μάζας.

Σε αυτή την κατηγορία διάχυσης, αυξάνεται η εντροπία του συστήματος, καταλήγοντας τελικά σε ισορροπία.

Άλλα είδη διάχυσης είναι: η διάχυση θερμότητας, η διάχυση ορμής (πχ. ιξώδες), η ακουστική διάχυση κυμάτων, η ατομική διάχυση (πχ. πυρηνική ενέργεια), η κίνηση Brown (πχ. ένα σωματίδιο σε διαλύτη), η αυτοδιάχυση (αυθόρμητη διασπορά μάζας), η διάχυση κενών οπών (vacancy diffusion), η διάχυση αερίων σε πορώδη υλικά κατά Knudsen, η όσμωση και η επιφανειακή διάχυση (3).

### 1.3 Μηχανισμοί Διάχυσης

Κάθε θεωρία που περιγράφει το φαινόμενο της ατομικής διάχυσης πρέπει να ξεκινά λαμβάνοντας υπ' όψιν της τους μηχανισμούς της διάχυσης. Είναι απαραίτητη η γνώση του τρόπου με τον οποίο ένα συγκεκριμένο άτομο αλλάζει θέση στο χώρο. Στα αέρια όπου τα μόρια έχουν μεγάλες αποστάσεις μεταξύ τους, θεωρείται ότι κάθε μόριο κινείται σε ευθεία γραμμή μέχρι τη στιγμή που θα συγκρουσθεί με ένα άλλο μόριο (ή με τα τοιχώματα του δοχείου). Αυτή η σύγκρουση αλλάζει την ταχύτητα και την κατεύθυνση του μορίου, το οποίο συνεχίζει σε μία νέα κατεύθυνση μέχρι να συναντήσει και να συγκρουσθεί με ένα ακόμα μόριο. Αυτή η προσέγγιση έχει οδηγήσει σε μία ικανοποιητική κινητική θεωρία διάχυσης για τα αέρια στην οποία ο συντελεστής διάχυσης συσχετίζεται με τη μέση ταχύτητα και το μέση ελεύθερη διαδρομή του μορίου. Στα υγρά οι συνθήκες είναι περισσότερο περίπλοκες. Ένα μόριο δεν μπορεί να κινηθεί ελεύθερα μεταξύ των γειτονικών μορίων του. Η κίνησή του περιγράφεται ως μία ακανόνιστη κίνηση σπρωξίματος. Η περιγραφή της διάχυσης σε αυτές τις περιπτώσεις, καθώς και στην περίπτωση άμορφων στερεών που δεν έχουν κανονική δομή, είναι πολύ δύσκολη. Η διάχυση σε άμορφα στερεά είναι δύσκολο να αναλυθεί.

Αντίθετα, στα κρυσταλλικά στερεά οι μηχανισμοί διάχυσης περιγράφονται με απλούς όρους. Το διατεταγμένο κρυσταλλικό πλέγμα (**ordered crystal lattice**) περιορίζει τις πιθανές κινήσεις των ατόμων και επιτρέπει μία απλή περιγραφή του τρόπου μετακίνησης κάθε μορίου. Αυτό έρχεται σε αντίθεση με την κατάσταση στα αέρια, όπου γίνεται η υπόθεση μιας τελείως τυχαίας διάταξης στο χώρο και με την κατάσταση στα υγρά και στα άμορφα στερεά τα οποία δεν είναι ούτε πλήρως, αλλά ούτε και εντελώς τυχαία διατεταγμένα. Σε κάθε κρύσταλλο, υπάρχει τάξη-σειρά (**array**) θέσεων πλέγματος, δηλαδή ενεργειακά κατάλληλων θέσεων για τα πλέγματα. Η βασική θεώρηση είναι ότι κάθε διαχεόμενο άτομο εκτελεί μια σειρά αλμάτων (**jumps**) ανάμεσα σε διάφορες θέσεις πλέγματος (**lattice sites**). Αυτά τα άλματα γίνονται σε περισσότερο ή λιγότερο τυχαίες κατευθύνσεις και επιτρέπουν τη μετανάστευση (**migration**) μέσα στον κρύσταλλο.

Επομένως, ανάλογα με τον τύπο του άλματος στις πλεγματικές θέσεις υπάρχουν διάφοροι **μηχανισμοί διάχυσης**, οι οποίοι χωρίζονται σε δύο κύριες κατηγορίες όπως φαίνεται και στον παρακάτω πίνακα:

Άμεσης ανταλλαγής		Σημειακών αταξιών					
Ανταλλαγής (Exchange)	Δακτυλιδιού (Ring)	Ενδοπλεγματικός			Κενών θέσεων		
		Interstitial	Interstitialcy	Crowdion	Vacancy	Divacancy	Relaxation
<b>Πίνακας 1: Μηχανισμοί διάχυσης</b>							

Άλλοι μηχανισμοί διάχυσης που αφορούν τη διάχυση σε περιοχές όπου η δομή του κρυσταλλικού πλέγματος σπάει είναι, οι Μηχανισμοί σωλήνα διαταραχής (Dislocation pipe diffusion), Διάχυσης στο όριο κόκκων (Grain boundary diffusion), και Επιφανειακής διάχυσης (Surface diffusion) (2).

Οι πιο συνηθισμένοι από τους παραπάνω μηχανισμούς είναι οι **vacancy** και **interstitial**, οι οποίοι περιγράφονται σύντομα μαζί με τους υπόλοιπους παρακάτω.

### 1.3.1 Μηχανισμοί άμεσης ανταλλαγής (Direct interchange)

#### 1.3.1.1 Μηχανισμός ανταλλαγής (Exchange mechanism)

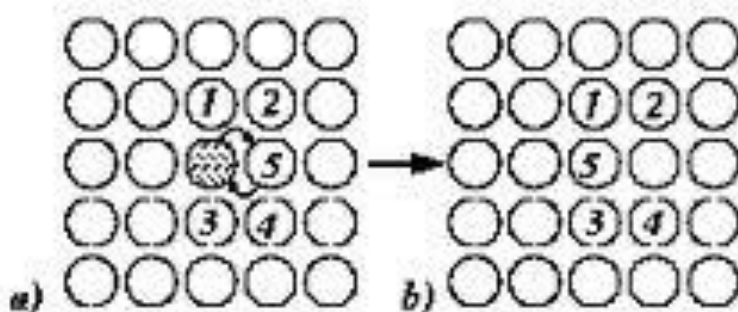
Πιθανότατα ο πιο απλός μηχανισμός που μπορεί να υποτεθεί για το στοιχειώδες 'άλμα' είναι αυτός της άμεσης εναλλαγής δύο γειτονικών ατόμων. Ο μηχανισμός αυτός δεν εμφανίζεται σε κρυστάλλους με ισχυρή ατομική δομή καθώς σε αυτές τις περιπτώσεις, το κάθε άτομο είναι περικυκλωμένο και εγκλωβισμένο στα γειτονικά του. Αντιθέτως, ο μηχανισμός αυτός μπορεί να εφαρμοστεί σε κρυστάλλους με πολύ χαλαρούς δεσμούς. Για να γίνει η αλλαγή θέσης μεταξύ των μορίων το άτομο θα χρειαστεί να συμπιεστεί (2). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ένας μηχανισμός ανταλλαγής ατόμων στο πλέγμα ενός κρυστάλλου:



Εικόνα 1: Μηχανισμός ανταλλαγής (Exchange mechanism)

### 1.3.1.2 Μηχανισμός δακτυλιδιού (Ring mechanism)

Ο μηχανισμός δακτυλιδιού είναι μια παραλλαγή του μηχανισμού άμεσης ανταλλαγής. Σε αυτή την περίπτωση, ένας αριθμός ατόμων που σχηματίζει έναν κύκλο κινείται ταυτόχρονα, με τέτοιο τρόπο ώστε ο κύκλος να περιστρέφεται με απόσταση ενός ατόμου κάθε φορά. Η συμπίεση σε αυτό τον μηχανισμό είναι πολύ μικρότερη σε σχέση με αυτή που απαιτείται στον μηχανισμό ανταλλαγής **(2)**. Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ένας μηχανισμός δακτυλιδιού στο πλέγμα ενός κρυστάλλου:



Εικόνα 2: Μηχανισμός δακτυλιδιού (Ring mechanism)

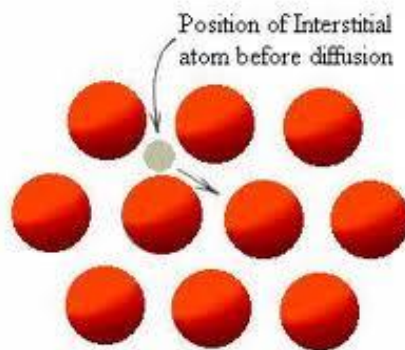


### 1.3.2 Ενδοπλεγματοί μηχανισμοί

Οι παρακάτω μηχανισμοί αναφέρονται σε τέλειους κρυστάλλους:

#### 1.3.2.1 Interstitial mechanism

Όταν υπάρχουν ατέλειες όπως είναι τα ενδιάμεσα άτομα εφαρμόζονται μηχανισμοί που απαιτούν σημαντικά μικρότερη ενέργεια. Ένας τέτοιος μηχανισμός είναι ο μηχανισμός ενδιάμεσου πλέγματος, επίσης γνωστός και ως άμεσος μηχανισμός ενδιάμεσου (direct interstitial mechanism). Σύμφωνα με αυτό τον μηχανισμό, ένα άτομο κινείται κατά μήκος του κρυστάλλου 'πηδώντας' απ' ευθείας από τη μία ενδιάμεση θέση στην άλλη. Εφαρμόζεται σε περιπτώσεις διάχυσης ατόμων χαμηλής καθαρότητας, που εισέρχονται εύκολα σε ενδιάμεσες θέσεις και με το 'άλμα' τους δεν μετακινούν πολύ τα άτομα του διαλύτη από την κανονική τους θέση στο κρυσταλλικό πλέγμα (2). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ένας μηχανισμός ενδιάμεσου πλέγματος:

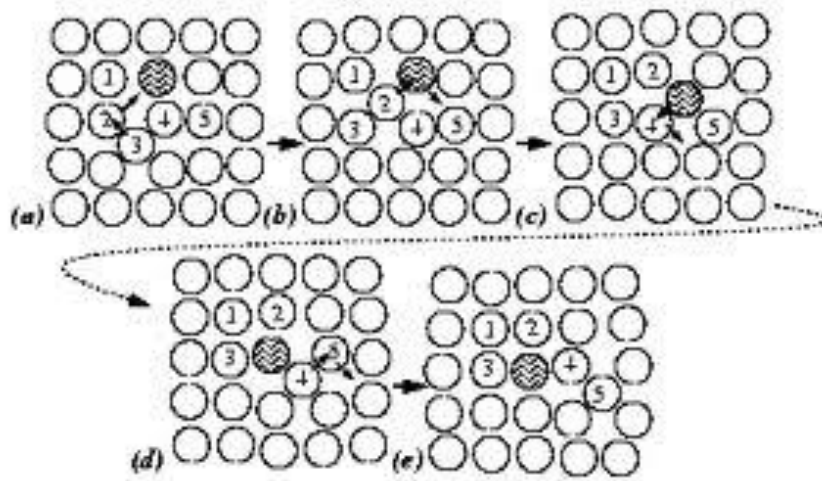


Εικόνα 3: Interstitial mechanism

#### 1.3.2.2 Interstitialcy mechanism

Όταν το ενδιάμεσο άτομο είναι σχεδόν ίσο σε μέγεθος με τα άτομα του κρυσταλλικού πλέγματος η διάχυση είναι πιο πιθανό να συμβεί με βάση τον έμμεσο μηχανισμό ενδιάμεσου. Εδώ η κίνηση των ατόμων δεν γίνεται απ' ευθείας από τη μία ενδιάμεση θέση στην άλλη, αλλά ως εξής: το άτομο της ενδιάμεσης θέσης μετακινείται σε μία θέση του κρυσταλλικού πλέγματος 'σπρώχνοντας' κάποιο άλλο, που βρισκόταν σε

εκείνη τη θέση και το οποίο οδηγείται σε μία γειτονική ενδιάμεση (2). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ένας έμμεσος μηχανισμός ενδιάμεσου:



Εικόνα 4: Interstitialcy mechanism

### 1.3.2.3 Crowdion mechanism

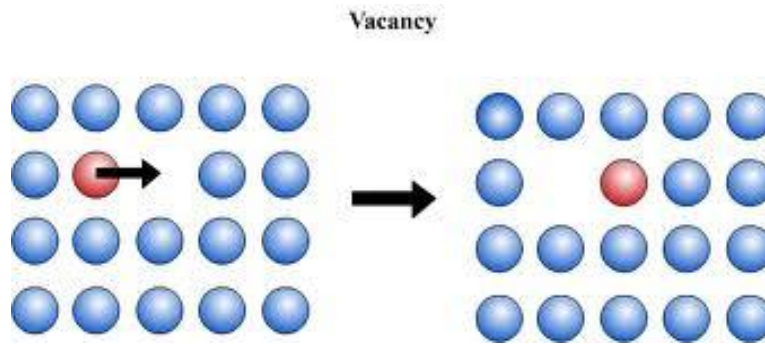
Ο μηχανισμός αυτός είναι ένας τρίτος τύπος ενδιάμεσου σχηματισμού. Εδώ το επιπρόσθετο άτομο προστίθεται σε μία σειρά ατόμων. Κάθε άτομο της σειράς μετακινείται από την θέση ισορροπίας του στο κρυσταλλικό πλέγμα κατά μήκος αυτής της σειράς αντικαθιστώντας το ένα το άλλο. Στις περισσότερες περιπτώσεις όπου έχουμε διάχυση αντικατάστασης, με περίπου ίδιο μέγεθος για όλα τα άτομα, κυρίαρχος μηχανισμός είναι ο vacancy mechanism ο οποίος και προτιμάται στη θέση των τριών αυτών μηχανισμών (interstitial, interstitialcy, crowdion) (2).

## 1.3.3 Μηχανισμοί κενών θέσεων

### 1.3.3.1 Vacancy mechanism

Στη θερμοκή ισορροπία, κάθε κρύσταλλος σε θερμοκρασίες πάνω από το απόλυτο μηδέν, περιέχει έναν συγκεκριμένο αριθμό κενών κρυσταλλικών θέσεων. Αυτές οι κενές θέσεις είναι οι πρώτες υποψήφιες σε περίπτωση διάχυσης. Το στοιχειώδες ατομικό 'άλμα' στο μηχανισμό κενών θέσεων είναι το άλμα ενός ατόμου σε μια γειτονική του θέση. Η θέση που κατείχε το συγκεκριμένο άτομο είναι τώρα κενή, έτσι ώστε στην πραγματικότητα τα άτομα να ανταλλάσσουν θέσεις. Το κάθε άτομο κινείται κατά μήκος του κρυστάλλου

κάνοντας μια σειρά από ανταλλαγές μεταξύ των κενών θέσεων που υπάρχουν σε μία κοντινή περιοχή (2). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ο εν λόγω μηχανισμός:



Εικόνα 5: Vacancy mechanism

### 1.3.3.2 Divacancy mechanism

Όταν υπάρχει ενέργεια σύνδεσης η οποία δημιουργεί παραπάνω από 2 κενές θέσεις στο κρυσταλλικό πλέγμα, τότε πρόκειται για τον Divacancy mechanism. Ωστόσο, ο μηχανισμός μίας κενής θέσης απαντάται πιο συχνά. Εξαιτίας των χαλαρών δεσμών και την επακόλουθη έλλειψη συμμετρίας, ο μηχανισμός διάχυσης 2 και άνω κενών θέσεων δεν υπακούει σε όλες τις εξισώσεις που χρησιμοποιούνται για τον μηχανισμό κενών θέσεων (2).

### 1.3.3.3 Relaxation mechanism

Ο μηχανισμός αυτός είναι ένας τροποποιημένος μηχανισμός κενών θέσεων τύπου vacancy. Αν τα άτομα στην περιοχή μιας κενής θέσης χαλαρώνουν προς το εσωτερικό, σε τέτοιο βαθμό ώστε να χάνεται η κανονική δομή του κρυσταλλικού πλέγματος, η περιοχή που δημιουργείται, αναφέρεται ως 'relaxation site'. Τα άτομα σε αυτή την περιοχή μπορούν να διαχέονται με μία ακανόνιστη κίνηση 'σπρωξίματος' παρόμοια με την κίνηση εντός κάποιου υγρού (2).

### 1.3.4 Μηχανισμοί Σωλήνα διαταραχής (Dislocation pipe diffusion), Διάχυσης στο όριο κόκκων (Grain boundary diffusion) και Επιφανειακής διάχυσης

Οι τρεις αυτοί μηχανισμοί αναφέρονται σε διαχεόμενες περιοχές όπου η δομή του κρυσταλλικού πλέγματος σπάει. Περιλαμβάνουν ασυνέχειες στην επιφάνεια και τη δομή του κρυστάλλου. Αυτοί οι μηχανισμοί δεν είναι εύχρηστοι για διεξοδική κινητική ανάλυση. Καθώς ο αριθμός των διαταραχών, των κόκκων και των επιφανειών είναι ανεξάρτητος από τη θερμοκρασία, η διάχυση με αυτούς τους μηχανισμούς αναμένεται να έχει μικρότερη θερμοκρασιακή εξάρτηση από τους μηχανισμούς που αφορούν σημειακές αταξίες στο κρυσταλλικό πλέγμα (vacancies and interstitial atoms). Ακόμα σε αυτούς τους μηχανισμούς η συγκέντρωση των αταξιών αυξάνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Οι μηχανισμοί αυτοί είναι σημαντικοί για τη μελέτη του φαινομένου της διάχυσης σε χαμηλές θερμοκρασίες, αλλά συνήθως δεν είναι τόσο σημαντικοί για τη μελέτη υψηλών θερμοκρασιών, ειδικά αν συγκριθούν με τους υπόλοιπους μηχανισμούς που προαναφέρθηκαν (2).

## 1.4 Συντελεστής Διάχυσης

Ο συντελεστής διάχυσης (diffusion coefficient ή diffusivity) είναι το μέτρο της διάχυσης, ή αλλιώς ένας δείκτης που ορίζει την ταχύτητα με την οποία πραγματοποιείται η μεταφορά των μορίων και εμφανίζεται στους νόμους του Fick. Εξαρτάται από τη θερμοκρασία και την πίεση και είναι συγκεκριμένος για κάθε ένωση και συνθήκες. Η εξάρτηση του συντελεστή διάχυσης ( $D$ ) από την θερμοκρασία, δίνεται από την ακόλουθη σχέση:

$$D = D_0 \cdot e^{(-E_a/R \cdot T)} \quad (1)$$

όπου  $D_0$  είναι ο προεκθετικός παράγοντας Arrhenius σε μονάδες ( $\frac{m^2}{sec}$ ),  $E_a$  είναι η ενέργεια ενεργοποίησης σε ( $\frac{J}{mol}$ ),  $R$  η παγκόσμια σταθερά των αερίων,  $R = 8.14 \frac{J}{mol \cdot K}$ , και  $T$  η θερμοκρασία σε βαθμούς Kelvin (K).

Οι συντελεστές διάχυσης των δύο κύριων κατηγοριών που αναφέρθηκαν (tracer, chemical) είναι γενικά διαφορετικοί λόγω του ότι ο **συντελεστής για την chemical diffusion είναι δυαδικός (binary)** και περιλαμβάνει τα αποτελέσματα εξαιτίας της συσχέτισης της κίνησης των μορίων μεταξύ διαφορετικών μέσων διάχυσης (3).

## 1.5 Ροή σωματιδίων (flux) – Εξισώσεις Fick

Η θεωρία της διάχυσης εκφράζεται με τους νόμους του Fick. Οι νόμοι περιγράφουν την τάση να διαμορφωθεί μια ομογενής κατανομή στο χώρο. Αξίζει να σημειωθεί ότι υπάρχουν επίσης και ροές ύλης που οφείλονται σε πεδία δυνάμεων, οι οποίες δεν περιγράφονται από αυτούς τους νόμους (2).

### 1.5.1 1ος Νόμος Fick

Η μαθηματική θεωρία της διάχυσης σε ισοτροπικές ουσίες δίνεται με βάση την υπόθεση ότι ο ρυθμός μεταφοράς (ροή) για τη διάχυση μιας ουσίας μέσω μιας επιφάνειας, που πραγματοποιείται από περιοχές μεγάλης σε περιοχές μικρής συγκέντρωσης, σχετίζεται με μία ποσότητα που είναι ανάλογη στη βαθμίδα της συγκέντρωσης. Για **επίπεδη, μονοδιάστατη διάχυση (planar diffusion)** ο συντελεστής διάχυσης,  $D$ , ορίζεται από τη παρακάτω εξίσωση:

$$J = -D \cdot \frac{\partial c}{\partial x} \quad (1)$$

όπου  $J$  είναι η ροή σωματιδίων σε μονοδιάστατο επίπεδο (μόρια, άτομα, ιόντα κτλ) σε μονάδες ( $\frac{mol}{m^2 \cdot sec}$ ),  $c$  είναι η συγκέντρωση των ατόμων της ουσίας σε ( $\frac{mol}{m^3}$ ) και  $x$  η απόσταση σε (m).

Το αρνητικό πρόσημο του συντελεστή διάχυσης στην εξίσωση (1) οφείλεται στο ότι η ροή συνήθως γίνεται στην κατεύθυνση μειούμενης συγκέντρωσης. Σε ένα απομονωμένο σύστημα, αυτό κάνει τη βαθμίδα συγκέντρωσης να εξαφανιστεί. Η εξίσωση (1) ονομάζεται **Πρώτος Νόμος του Fick** για επίπεδη διάχυση και είναι ανάλογος με την εξίσωση για τη ροή θερμότητας, όπου η ροή θερμότητας είναι ανάλογη της βαθμίδας της θερμοκρασίας. Εφαρμόζεται σε περιπτώσεις όπου όλες οι ροές, οι δυνάμεις και οι βαθμίδες ασκούνται κατά μήκος μίας δεδομένης κατεύθυνσης.

Επιπρόσθετα, συνδυάζοντας το χημικό δυναμικό με τη συγκέντρωση, ο νόμος του Fick μπορεί να εκφραστεί με την ποσότητα του χημικού δυναμικού για μονοδιάστατη ροή:

$$c = \frac{c_i}{R \cdot T} \cdot \mu_i \quad (2)$$

$$(1) \xrightarrow{(2)} J = -D \cdot \frac{\partial c}{\partial x} = -D \cdot \frac{\partial \left( \frac{c_i}{R \cdot T} \cdot \mu_i \right)}{\partial x} \Rightarrow J = -\frac{D \cdot c_i}{R \cdot T} \cdot \frac{\partial \mu_i}{\partial x} \quad (3)$$

Όπου  $\mu$  το χημικό δυναμικό σε μονάδες (Gibbs=Joule/mol) και  $i$  το είδος των μορίων. Από την παραπάνω σχέση (3) αποδεικνύεται γιατί, όπως αναφέρθηκε και σε προηγούμενη ενότητα, η βαθμίδα του χημικού δυναμικού είναι η αιτία που προκαλεί την ροή στη διάχυση (2).

### 1.5.2 2ος Νόμος Fick

Η τρισδιάστατη εξίσωση της συνεχείας δηλώνει ότι η διαφορά συγκέντρωσης σε κάθε όγκο ισούται με την καθαρή ροή (net flow) μέσα σε αυτόν τον όγκο:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = -\nabla \cdot J \quad (4)$$

Για μονοδιάστατη ροή διάχυσης η εξίσωση (4) μετατρέπεται ως εξής:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = -\frac{\partial J}{\partial x} \quad (5)$$

Αντικαθιστώντας την εξίσωση (1) του πρώτου νόμου του Fick στην (5) θα προκύψει η εξίσωση:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial \left( D \cdot \frac{\partial c}{\partial x} \right)}{\partial x} \quad (6)$$

Η εξίσωση αυτή ονομάζεται **δεύτερος νόμος του Fick**. Στην περίπτωση που ο συντελεστής διάχυσης  $D$  είναι σταθερός (**D=σταθ**), δηλαδή, είναι ανεξάρτητος από το  $x$ , η εξίσωση (6) παίρνει την παρακάτω μορφή:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial^2 x} \quad (7)$$

Τέλος, σε περίπτωση **μόνιμης κατάστασης** ( $\frac{\partial c}{\partial t} = 0$ ) η εξίσωση (7) μετατρέπεται στην **εξίσωση Laplace**:

$$\frac{\partial^2 c}{\partial^2 x} = \nabla^2 c = 0 \quad (8)$$

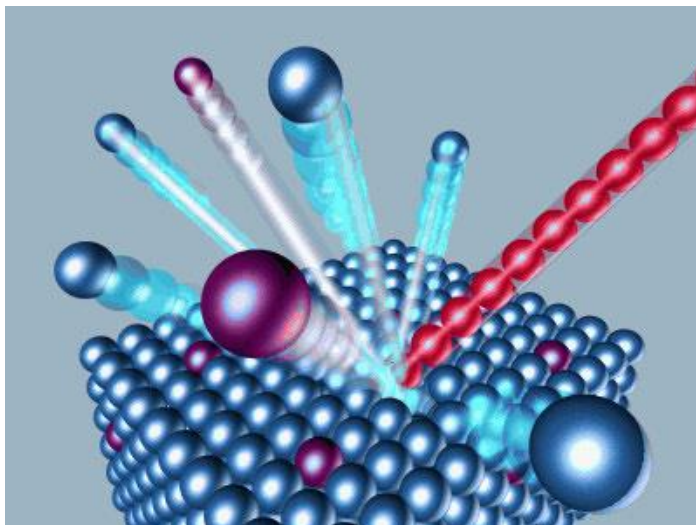
Σε αυτό το σημείο αξίζει να σημειωθεί ότι οι παραπάνω εξισώσεις αντιστοιχούν σε συστήματα χημικώς ομογενοποιημένα (π.χ. αυτοδιάχυση-self diffusion). **Με αρχικές και συνοριακές συνθήκες (initial and boundary conditions) οι λύσεις της εξίσωσης (7) του δευτέρου νόμου του Fick αποτελούν το προφίλ συγκέντρωσης (concentration or depth profile) και επιτρέπουν το προσδιορισμό του συντελεστή διάχυσης. Π.χ IEDP-SIMS (2).**

## 1.6 Μέθοδος SIMS

### 1.6.1 Αρχή λειτουργίας

Ο 'βομβαρδισμός' ενός υλικού με μία κύρια δέσμη ιόντων υψηλής ενέργειας (primary ion beam), 1-30 KeV, έχει ως αποτέλεσμα την εκτίναξη (ejection) ή το διαχωρισμό (sputtering) ατόμων από το υλικό. Αυτή είναι η βασική αρχή λειτουργίας της φασματοσκοπίας μάζας δευτερευόντων ιόντων (**Secondary Ion Mass Spectrometry ή SIMS**). Ένα μικρό ποσοστό από αυτά τα εκτινασσόμενα άτομα, φεύγουν είτε ως θετικά είτε ως αρνητικά φορτισμένα ιόντα και αναφέρονται ως δευτερεύοντα (secondary) ιόντα. Η συλλογή αυτών των διαχωρισμένων ιόντων και η ανάλυσή τους από μία μέθοδο φασματοσκοπίας μάζας δίνει πληροφορίες για τη σύσταση του δείγματος, με τα υπάρχοντα στοιχεία να αναγνωρίζονται διαμέσου της ατομικής τους μάζας προς το αντίστοιχο φορτίο. Η μέτρηση του αριθμού αυτών των συλλεγόμενων δευτερευόντων ιόντων μπορεί να δώσει ποσοτικά δεδομένα για τη σύσταση του προς εξέταση δείγματος. Επομένως, η μέθοδος SIMS λειτουργεί αναλύοντας το υλικό που έχει αφαιρεθεί από το

δείγμα, στο οποίο λόγω του βομβαρδισμού του από τη δέσμη ιόντων σχηματίζεται ένας κρατήρας. Για αυτό το λόγο η μέθοδος θεωρείται τοπικά καταστροφική (4). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται μία τρισδιάστατη απεικόνιση του βομβαρδισμού της κύριας δέσμης ιόντων (κόκκινο χρώμα) πάνω στο κρυσταλλικό πλέγμα ενός υλικού από το οποίο εκτινάσσονται θετικά και αρνητικά φορτισμένα ιόντα:



Εικόνα 6: Βασική αρχή λειτουργίας μεθόδου SIMS

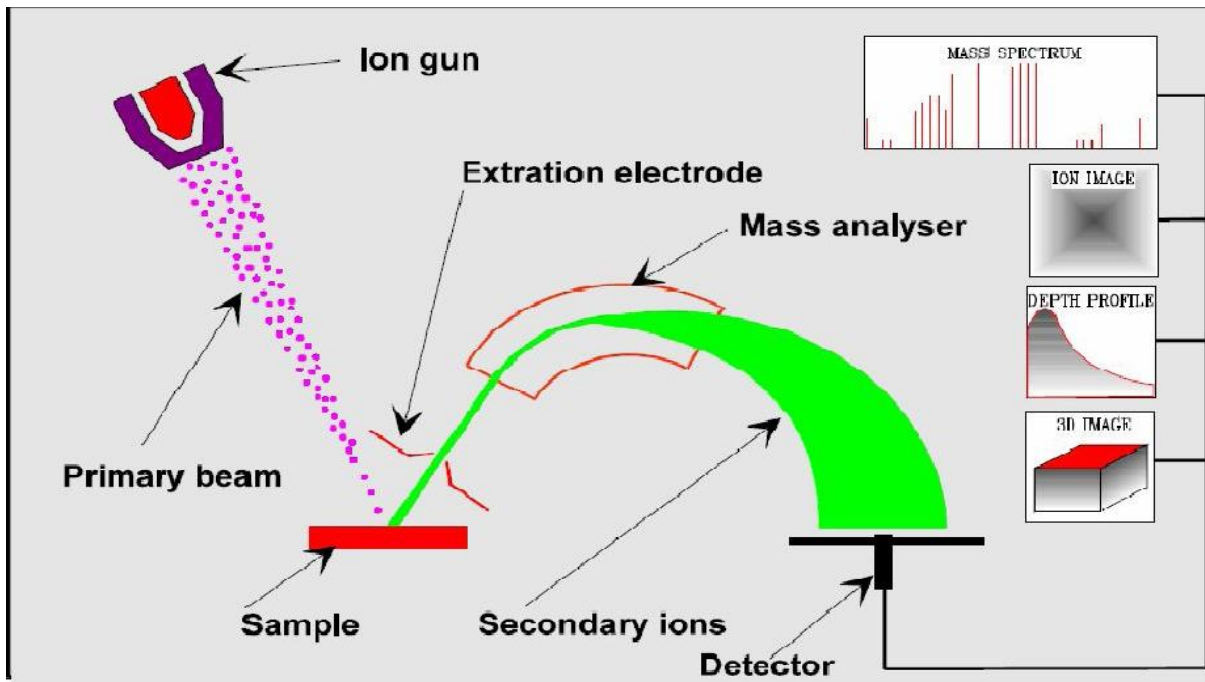
Ένα τυπικό όργανο για τη μέθοδο SIMS αποτελείται από τα παρακάτω κύρια μέρη:

1. Μία πηγή (**ion gun**), η οποία παράγει την κύρια δέσμη ιόντων (**primary beam**), και θα προσφέρει την ενέργεια που είναι απαραίτητη για τον βομβαρδισμό του δείγματος.
2. Ένα στόχο ή δείγμα (**sample**), το οποίο θα πρέπει να είναι στερεό και να έχει σταθεροποιηθεί πρωτίτερα μέσα σε συνθήκες κενού.
3. Έναν αναλυτή μάζας (**mass analyzer**) για να απομονώνονται τα επιθυμητά ιόντα προς εξέταση βάσει του λόγου της ατομικής τους μάζας προς το αντίστοιχο φορτίο. Ο συνηθής αναλυτής μάζας που χρησιμοποιείται σε στατικά όργανα SIMS ονομάζεται 'time of flight'. Η λειτουργία του βασίζεται στο διαχωρισμό των συλλεγόμενων ιόντων σε ένα πεδίο, όπου δεν ασκούνται εξωτερικές δυνάμεις, με βάση την κινητική τους ενέργεια. Είναι ο μοναδικός τύπος αναλυτή που ανιχνεύει όλα τα δευτερεύοντα ιόντα ταυτόχρονα μετά την εκπομπή τους.



4. Έναν ανιχνευτή ιόντων (**detector**) που καταγράφει το εύρος του σήματος των δευτερευόντων ιόντων. Ο ανιχνευτής ιόντων μπορεί να είναι ένας από τους εξής τύπους ανιχνευτών: 1. Photographic plate, 2. Faraday cup, 3. Electron multiplier, 4. CCD camera (5).

Τα παραπάνω μέρη απεικονίζονται σχηματικά στην παρακάτω εικόνα:



Εικόνα 7: Διάταξη κύριων μερών μεθόδου SIMS

### 1.6.2 Πλεονεκτήματα

Η μέθοδος SIMS παρουσιάζει τα παρακάτω πλεονεκτήματα (6):

- ✚ Έχει μεγάλο εύρος στοιχείων που μπορούν να εξεταστούν, από υδρογόνο και οξυγόνο μέχρι ουράνιο.

- ✦ Έχει πολύ μεγάλη ευαισθησία. Τα περισσότερα στοιχεία μπορούν να ανιχνευτούν σε συγκεντρώσεις 1 ppm ή 1 ppb.
- ✦ Οι αναλογίες των ισotόπων (isotopic ratios) μπορούν να μετρηθούν συνήθως με ακρίβεια από 0,5-0,05 %.
- ✦ Μπορούν να ληφθούν διδιάστατες και τρισδιάστατες εικόνες. Οι τρισδιάστατες εικόνες λαμβάνονται ύστερα από σάρωση της πρωτεύουσας δέσμης ιόντων και ανίχνευση του σήματος τους όσο το δείγμα διαβρώνεται σταδιακά λόγω του βομβαρδισμού του από αυτά.
- ✦ Ελάχιστη έως καθόλου προετοιμασία δείγματος.
- ✦ Πολύ μικρή επιφάνεια ανάλυσης (συνήθως περίπου 100x100μm<sup>2</sup>)
- ✦ Πολύ καλό δυναμικό εύρος (μέχρι 6 τάξεις μεγέθους)
- ✦ Ακρίβεια της τάξης περίπου 5-10%

### 1.6.3 Μειονεκτήματα

Η μέθοδος SIMS ωστόσο παρουσιάζει και ορισμένα μειονεκτήματα, όπως τα εξής (6):

- ✦ Το υλικό που αποκολλάται από την επιφάνεια του δείγματος αποτελείται, όχι μόνο από μονοατομικά ιόντα, αλλά και από μοριακά είδη, τα οποία μπορούν να κυριαρχήσουν στο φάσμα μάζας, καθιστώντας την ανάλυση κάποιων στοιχείων αδύνατη.
- ✦ Η διαδικασία του διαχωρισμού είναι δυσνόητη. Προς το παρόν δεν υπάρχει κάποιο ποσοτικό μοντέλο που να μπορεί να προβλέψει με ακρίβεια την διαδικασία του ιονισμού των δευτερευόντων ιόντων. Γι' αυτό το λόγο είναι απαραίτητη η χρήση προτύπων από βιβλιοθήκη δεδομένων καθώς και εμπειρικών διορθώσεων.
- ✦ Έχει περιορισμένο εύρος διαμέτρου για την πρωτεύουσα δέσμη ιόντων (1-200 microns). Η ευαισθησία κάθε στοιχείου είναι ισχυρά συνδεδεμένη με τη σύσταση και τον τύπο της ακτίνας της δέσμης. Κατά συνέπεια, η ευαισθησία μειώνεται όσο ελαττώνεται η διάμετρος αυτής, αφού όλο και λιγότερα ιόντα αποσπώνται από το δείγμα για ανάλυση.

- ✚ Είναι τοπικά καταστροφική μέθοδος.

- ✚ Το δείγμα πρέπει να είναι στερεό και συμβατό με υψηλό κενό (ultra high vacuum)

#### 1.6.4 Σύγκριση με άλλες μεθόδους

Σε σύγκριση με άλλες μεθόδους, όπως η BLE (Bombardment-induced Light Emission), που βασίζεται στην διέγερση και εκπομπή φωτονίων και η ISS (Ion Scattering Spectroscopy), η οποία στηρίζεται στην μέτρηση της ενέργειας των εκτοξευόμενων σωματιδίων, η μέθοδος SIMS υπερτερεί σε ότι αφορά το εύρος των στοιχείων προς εξέταση καθώς και της συγκέντρωσής τους. Όμως υστερεί σημαντικά λόγω του ότι δεν έχει την δυνατότητα απευθείας απεικόνισης των αποτελεσμάτων της, καθώς και του ότι μετά τη χρήση της είναι απαραίτητη η χρησιμοποίηση και άλλης μεθόδου για την επεξεργασία και τον έλεγχο των αποτελεσμάτων.

Η μέθοδος SIMS εφαρμόζεται καλύτερα για ανάλυση δειγμάτων χαμηλής συγκέντρωσης, μικρότερης του 1%. Έτσι, θεωρείται ότι επεκτείνει της δυνατότητες μιας άλλης μεθόδου που καλείται EMPA (Electron Probe Microanalysis). Για παράδειγμα, το υδρογόνο είναι ένα στοιχείο που δεν μπορεί να προσδιοριστεί με τις μεθόδους AES, XPS ή EPMA. Παρ' όλα αυτά, με την μέθοδο SIMS είναι δυνατός ο προσδιορισμός του. Όμως, η λεπτή επιφάνεια γύρω από ένα οξείδιο σε κάποιο μέταλλο δεν μπορεί να προσδιοριστεί απευθείας με αυτή τη μέθοδο, καθώς η ανάλυση μιας περιοχής δεν μπορεί να διαφοροποιηθεί για την επιφάνεια και το οξείδιο που την περιβάλλει. Η SIMS εν κατακλείδι, είναι μία συμπληρωματική τεχνική σε πολλές περιπτώσεις καθώς δεν έχει την δυνατότητα να προσφέρει απευθείας μια εικόνα και έχει ευρεία εφαρμογή στην ανίχνευση ατελειών ή εμφυτευμάτων σε ημιαγωγούς και βιομηχανίες (7).

## 1.7 Πειραματική διάταξη και διαδικασία αέριας διάχυσης σε στερεά κατάσταση

Σε αυτή την ενότητα θα γίνει μία σύντομη-εισαγωγική περιγραφή των συστατικών μερών της διάταξης διάχυσης που σχεδιάστηκε και κατασκευάστηκε στο Εργαστήριο Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών του ΕΜΠ, στα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας. Επίσης, θα περιγραφεί η διαδικασία μελέτης του φαινομένου αέριας διάχυσης σε στερεά κατάσταση.

Τα κύρια μέρη της εν λόγω διάταξης απεικονίζονται και στην παρακάτω εικόνα:



Εικόνα 8: Πειραματική διάταξη διάχυσης του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών του ΕΜΠ

Η παραπάνω διάταξη αποτελείται από τα ακόλουθα βασικά μέρη:

1. Φούρνος
2. Ρυθμιστής φούρνου

3. Δειγματοφορέας
4. Διπλός σταυρός
5. Μετρητής πίεσης
6. Περιστροφική αντλία χαμηλού κενού
7. Τουρμπομοριακή αντλία υψηλού κενού

Το στερεό δείγμα, συνήθως σε μορφή 'πελλέτας' (σφαιρικού δισκίου), τοποθετείται στον δειγματοφορέα, ο οποίος στερεώνεται σε έναν βραχίονα (manipulator) που διαθέτει μαγνήτη και μπορεί να τον κινεί. Το ενσωματωμένο θερμοστοιχείο του δειγματοφορέα συνδέεται ηλεκτρικά μέσω καλωδίων προέκτασης (extension wires) με τον ρυθμιστή του φούρνου, για να είναι δυνατή η παρακολούθηση της θερμοκρασίας του δείγματος καθ' όλη τη διάρκεια της διεξαγωγής του πειράματος. Στη συνέχεια ο δειγματοφορέας και το δείγμα καλύπτονται από έναν κεραμικό αντιδραστήρα, δηλαδή έναν σωλήνα αλούμινας με το ένα άκρο του κλειστό μέσα στο οποίο εισέρχονται στην περιοχή του δείγματος. Στη συνέχεια το σύστημα αυτό του δείγματος και του αντιδραστήρα εισέρχονται στον φούρνο, με τέτοιο τρόπο, ώστε το δείγμα να βρεθεί στον άξονα της θερμικής ζώνης του φούρνου. Ο αντιδραστήρας ψύχεται μέσω ενός θερμοστάτη ώστε να μην αποκολληθεί ο σωλήνας αλούμινας καθώς αναπτύσσονται υψηλές θερμοκρασίες.

Όλες οι συνδέσεις των τμημάτων της διάταξης, δηλαδή ο δειγματοφορέας, ο βραχίονας (manipulator), οι αντλίες κενού, ο μετρητή πίεσης, ο ρυθμιστής του φούρνου και ένα δοχείο αερίου προς διάχυση, διασυνδέονται μεταξύ τους αεροστεγώς μέσω ενός διπλού σταυρού τύπου KF40. Ο πρώτος σωλήνας συνδέει το δείγμα με τις αντλίες κενού. Στο σημείο αυτό υπάρχει μία βαλβίδα αποκοπής (βάνα κενού) για την διακοπή της εφαρμογής κενού, όταν θα έχει επιτευχθεί σταθερή υποπίεση. Ο δεύτερος θα καταλήγει στον μετρητή πίεσης, ο οποίος δίνει πληροφορίες για την πίεση στο εσωτερικό του φούρνου. Ο τρίτος σωλήνας θα καταλήγει στον ρυθμιστή του φούρνου, όπου θα λαμβάνει το σήμα από το ενσωματωμένο θερμοστοιχείο του δειγματοφορέα για τη θερμοκρασία του φούρνου στην περιοχή του δείγματος και θα ρυθμίζει κατάλληλα τις αντιστάσεις του φούρνου για την επίτευξη της επιθυμητής θερμοκρασίας. Τέλος ο τέταρτος θα καταλήγει σε μία φιάλη στην οποία θα βρίσκεται το υλικό που θα διαχυθεί στο προς εξέταση δείγμα. Συνήθως το υλικό αυτό θα είναι αέριο οξυγόνο,  $O_{18}$ .

Έτσι λοιπόν κατά τη διαδικασία αέριας διάχυσης, πρέπει αρχικά να δημιουργηθούν συνθήκες κενού στο χώρο που περιβάλλει το δείγμα. Αυτό επιτυγχάνεται μέσω των 2 αντλιών, οι οποίες είναι συνδεδεμένες σε σειρά μέσω σωλήνων και της βάνας κενού με τον

διπλό σταυρό. Εφόσον ελεγχθεί ότι οι συνδέσεις των αντλιών και του σταυρού έχουν όσο το δυνατόν περισσότερο συσφικτεί καλά μέσω σφικτήρων και βιδών, εξασφαλίζοντας στεγανότητα και μόνωση στον εσωτερικό χώρο των μερών της διάταξης, τίθεται σε λειτουργία η περιστροφική αντλία χαμηλού κενού. Όταν η πίεση μειωθεί σε τάξεις των  $10^{-2} - 10^{-3} \text{ mbar}$ , ξεκινά να λειτουργεί και η τουρμπομοριακή αντλία υψηλού κενού με τη συμβολή της οποίας αναμένεται μεγάλη μείωση της πίεσης σε τάξεις των  $10^{-5} - 10^{-8} \text{ mbar}$ . Αφότου επιτευχθεί σταθερή υποπίεση, το δείγμα θερμαίνεται σύμφωνα με ένα θερμοκρασιακό πρόγραμμα μέχρι το πολύ τους  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  που αποτελούν τη μέγιστη επιτρεπόμενη θερμοκρασία του συγκεκριμένου φούρνου, και λαμβάνονται συνεχώς τιμές της πίεσης και της θερμοκρασίας για έλεγχο τυχών απωλειών που θα φαίνονται από πιθανές αποκλίσεις στις τιμές της θερμοκρασίας ή της πίεσης. Όταν επιτευχθεί η επιθυμητή θερμοκρασία και σταθεροποιηθεί η υποπίεση, η βάνα κλείνει και απομονώνεται ο εσωτερικός χώρος του σταυρού και του αντιδραστήρα που περιβάλλουν το δείγμα, δηλαδή παύει η λειτουργία των αντλιών. Τυχόν αποκλίσεις παρέχουν πληροφορίες για τυχόν απώλειες και για τη στεγανότητα και μόνωση της διάταξης. Στη συνέχεια ανοίγουμε την παροχή του αερίου που θέλουμε να διαχυθεί στο προς εξέταση δείγμα. Το αέριο αυτό συνήθως είναι  $O_{18}$ .

Γι' αυτό το λόγο με την ολοκλήρωση του πειράματος οικονομικοί λόγοι επιβάλλουν την ανάκτηση του εναπομείναντος  $O_{18}$  ή οποιοδήποτε άλλου ιχνοστοιχείου από την περιοχή του δείγματος. Έτσι, αυτή η φιάλη που το περιείχε αρχικά και εξακολουθεί να είναι συνδεδεμένο, ψύχεται τοποθετώντας την σε δοχείο υγρού αζώτου. Με τον τρόπο αυτό η πίεση της φιάλης μειώνεται, μέχρι να γίνει μικρότερη από την πίεση στην περιοχή του δείγματος, δημιουργώντας έτσι τις προϋποθέσεις (διαφορά δυναμικού), ώστε το αέριο να οδηγηθεί τελικά πίσω στη φιάλη. Η διάταξη που χρησιμοποιήθηκε είναι κατάλληλα διαμορφωμένη, έτσι ώστε αντί για  $O_{18}$  να μπορεί να διαχέεται οποιοδήποτε αέριο. Τέλος, για την αφαίρεση του δείγματος χρειάζεται ιδιαίτερη προσοχή, για την αποφυγή σχηματισμού προσμίξεων στην επιφάνειά του. Έτσι, το δείγμα ψύχεται τραβώντας το από το φούρνο και αφήνοντάς το σε θερμοκρασία δωματίου, αλλά εντός του αντιδραστήρα. Μετά από αυτό το βήμα, το δείγμα θα είναι έτοιμο για να οδηγηθεί για περαιτέρω ανάλυση με τη μέθοδο SIMS που αναλύθηκε παραπάνω.

Έχοντας κάνει μια εισαγωγή στη διάχυση και τους μηχανισμούς της, καθώς και στη πειραματική διαδικασία αέριας διάχυσης σε στερεά κατάσταση, ακολουθεί το πειραματικό μέρος της παρούσας διπλωματικής εργασίας. Σε αυτό παρουσιάζεται η πορεία σχεδιασμού και κατασκευής μιας διάταξης διάχυσης και ο μετέπειτα έλεγχος της λειτουργικότητας και των παραμέτρων της.

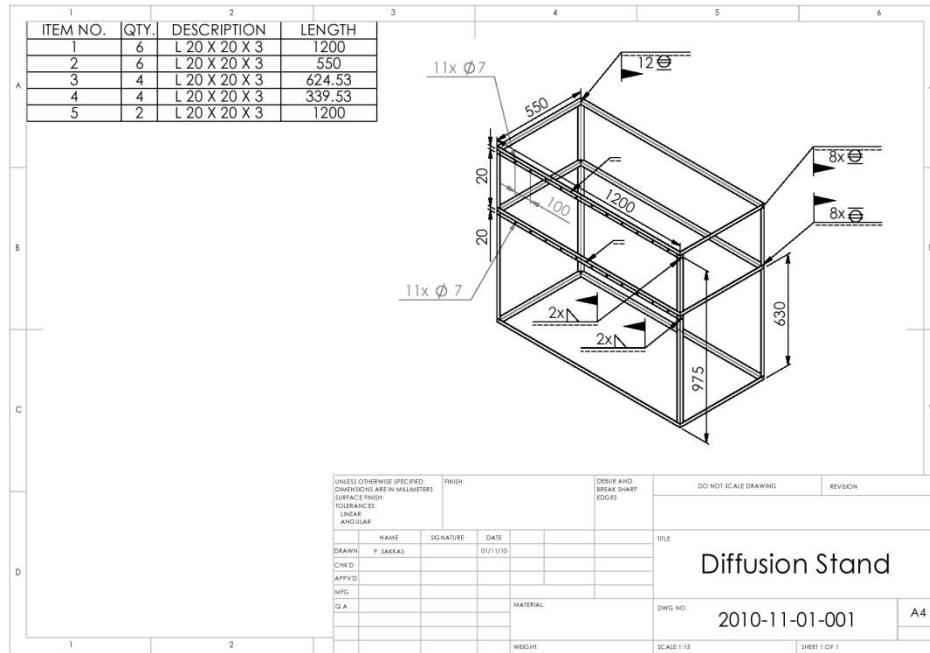
## 2 Πειραματικό Μέρος

### 2.1 Σχεδιασμός τραπεζιών με χρήση του προγράμματος *Solidworks*

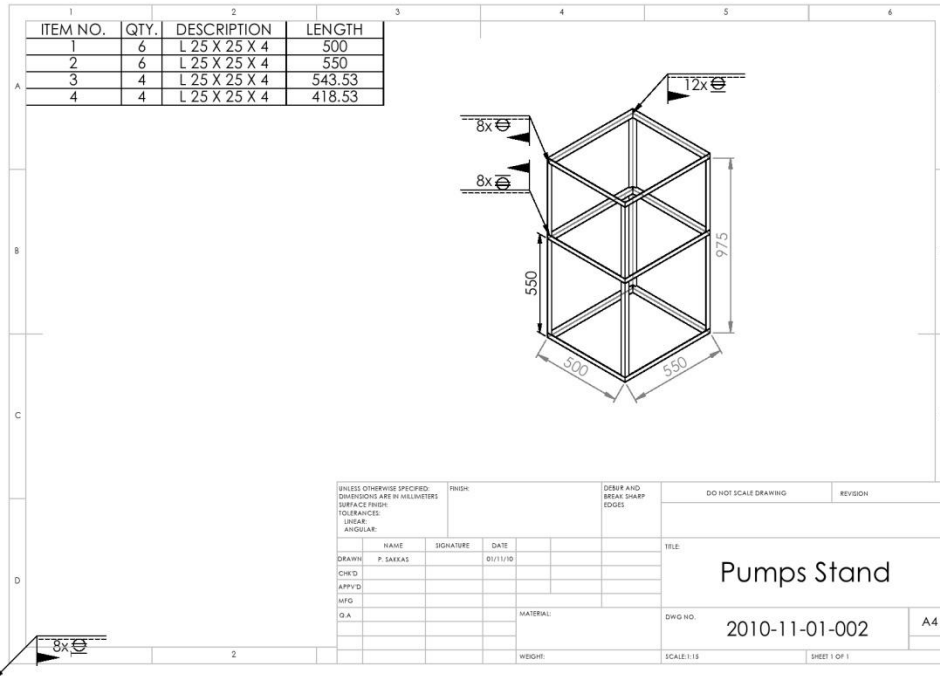
Το πρωταρχικό στάδιο της διπλωματικής εργασίας περιείχε τον ακριβή σχεδιασμό και την παραγγελία των τραπεζιών, πάνω στα οποία πραγματοποιήθηκε η εγκατάσταση της πειραματικής διάταξης.

Προκειμένου να επιτευχθεί αυτό με σαφείς και ακριβείς λεπτομέρειες όσον αφορά την απεικόνιση και τις διαστάσεις, κρίθηκε απαραίτητη η συμβολή σχεδιαστικού προγράμματος σε 3 διαστάσεις (3D) με χρήση Η/Υ. Συγκεκριμένα, προτιμήθηκε το *Solidworks*.

Στο πλαίσιο αυτό, έπρεπε να ληφθούν υπόψη όλες οι διαστάσεις (μήκος, πλάτος, ύψος) όλων των συστατικών μερών της διάταξης ώστε να προκύψουν οι τελικές διαστάσεις των τραπεζιών. Έτσι, αποφασίστηκε ότι είναι αναγκαία η δημιουργία δύο τραπεζιών με ίδιο ύψος (975 mm) και ίδιο πλάτος (550 mm) αλλά διαφορετικού μήκους (1200 mm το μεγαλύτερο και 500 mm το μικρότερο). Οι σχεδιαστικές λεπτομέρειες των δύο τραπεζιών, οι οδηγίες για τη συγκόλληση τους, και τα ακριβή μεγέθη προς κόψιμο των μεταλλικών τμημάτων αποτυπώνονται στις παρακάτω εικόνες:



Εικόνα 9: Σχεδιαστική απεικόνιση του μεγάλου πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης



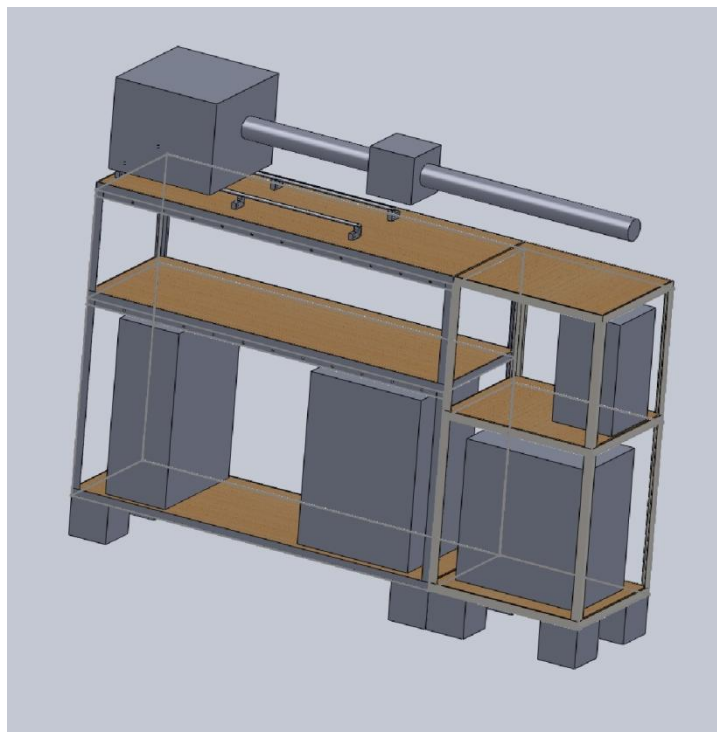
Εικόνα 10: Σχεδιαστική απεικόνιση του μικρού πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης





Εικόνα 11: Σχεδιαστική απεικόνιση του μικρού πλαισίου στήριξης της πειραματικής διάταξης (3D)

Στη συνέχεια, ήταν απαραίτητο να επαληθευθεί η διαστασιολόγηση που έγινε, και έτσι τοποθετήθηκαν με διαστατική ακρίβεια πάνω στα τραπέζια, που σχεδιάστηκαν με το πρόγραμμα Solidworks, τα βασικά και πιο ογκώδη μέρη της πειραματικής εγκατάστασης υπό τη μορφή ορθογώνιων σχημάτων όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα:



**Εικόνα 12: Προσχέδιο πειραματικής διάταξης για την επαλήθευση της διαστασιολόγησης της**

Στο παραπάνω σχήμα λοιπόν, έχουν τοποθετηθεί κολλητά τα δύο ισούψη τραπέζια, τα οποία έχουν το καθένα από τρία επίπεδα (πάνω, μεσαίο και κάτω επίπεδο). Στο μεγαλύτερο τραπέζι τοποθετούνται στο πάνω επίπεδο, κατά σειρά από αριστερά ο φούρνος (πάνω σε ράγες), ο κεραμικός αντιδραστήρας, ο σταυρός και ο manipulator. Ενώ στο κάτω επίπεδο, τοποθετούνται ο ρυθμιστής (controller) του φούρνου και ο θερμοστάτης (ψυκτικό).

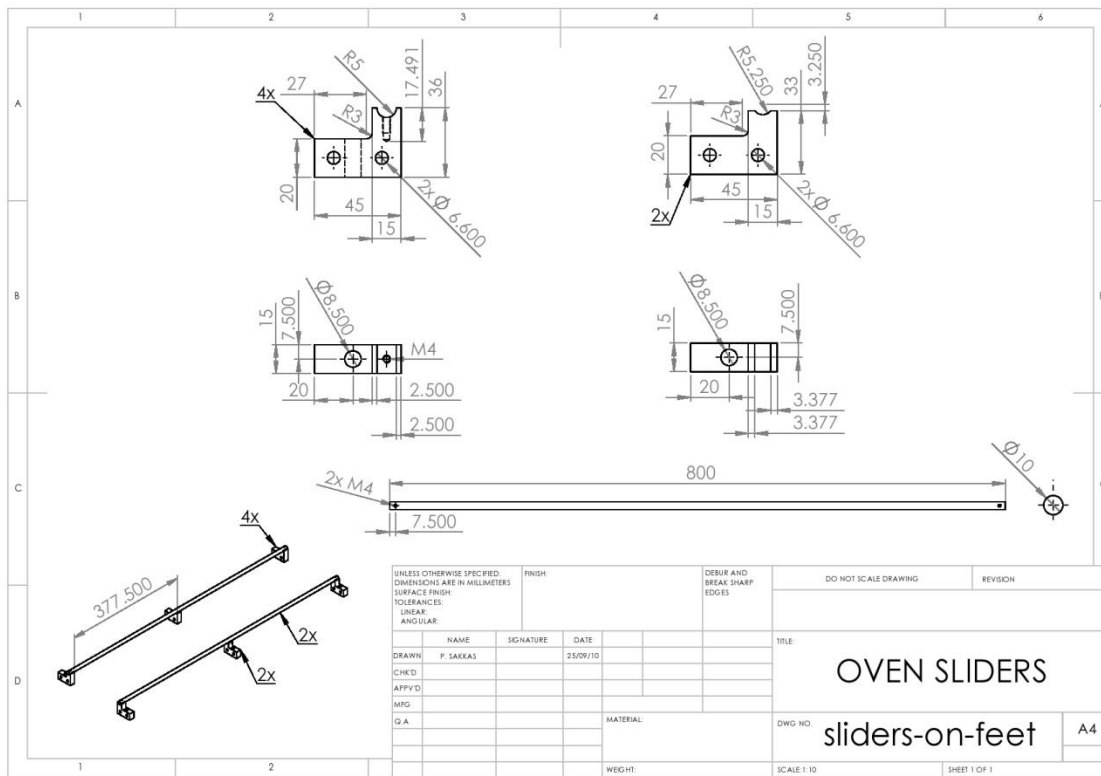
Στο μικρότερο τραπέζι, όπου θα πραγματοποιηθεί η κατασκευή του αντλιοστασίου και βρίσκεται δεξιότερα, στο μεσαίο επίπεδο τοποθετείται η τουρμπομοριακή αντλία ενώ στο κάτω επίπεδο η περιστροφική αντλία.

Στο καθένα από τα επιμέρους μέρη της διάταξης, καθώς και στα εξαρτήματα και τη μεταξύ τους συνδεσμολογία, θα γίνει εκτενής ανάλυση στη συνέχεια της παρούσας εργασίας.

## 2.2 Εγκατάσταση φούρνου και των αντιστοιχών ραγών του

Το επόμενο βήμα αφότου ολοκληρώθηκε το στήσιμο των τραπεζιών, ήταν η σταδιακή υλοποίηση του πλάνου 'χτισίματος' της πειραματικής διάταξης (Εικόνα 12). Έτσι, η διαδικασία αυτή ξεκίνησε με την εγκατάσταση του φούρνου και το βίδωμα των ραγών πάνω στις οποίες θα έχει τη δυνατότητα αυτός να σύρεται.

Οι ράγες σχεδιάστηκαν επίσης με τη χρήση του προγράμματος τριών διαστάσεων (3D) Solidworks, ειδικά για τις προδιαγραφές του φούρνου που θα χρησιμοποιηθεί στη πειραματική διάταξη. Οι σχεδιαστικές λεπτομέρειες και διαστάσεις των δύο ραγών φαίνονται στο παρακάτω σχήμα:



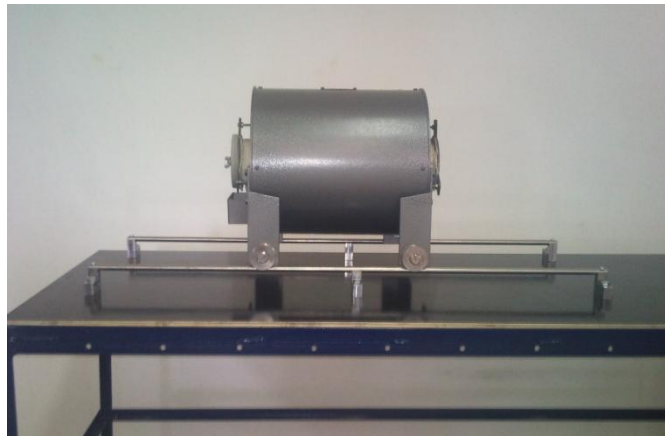
Εικόνα 13: Ράγες φούρνου (Oven sliders)

Όπως γίνεται αντιληπτό και από το παραπάνω σχέδιο, η κάθε μία από τις 2 ράγες έχει μήκος 800 mm και πάχος 7,5 mm, και αυτές εγκαθίστανται σε έξι όμοιες βάσεις στήριξης, που η κάθε μία έχει μήκος 45 mm, πάχος 15 mm και δύο οπές διαμέτρου 8,5 mm και 4 mm αντίστοιχα.

Αρχικά λοιπόν, χρησιμοποιήθηκαν 6 βίδες γαλβανιζέ διαμέτρου 8 mm με τις αντίστοιχες ροδέλες και τα παξιμάδια τους προκειμένου να βιδωθούν οι 6 βάσεις στήριξης των 2 ραγών στην πάνω ξύλινη τάβλα του μεγαλύτερου τραπέζιού. Για τη διαδικασία αυτή, χρησιμοποιήθηκε τρυπάνι 8 mm. Ακόμα, εξυπακούεται ότι οι βάσεις στήριξης έπρεπε να τοποθετηθούν με τέτοιο τρόπο ώστε αυτές που βρίσκονται αντικριστά να ισαπέχουν ανά δύο.

Αφού βιδώθηκαν οι 6 βάσεις στήριξης των ραγών πάνω στο τραπέζι, ακολούθησε το βίδωμα των 2 ραγών πάνω στις βάσεις τους. Για το σκοπό αυτό έγινε χρήση 4 βιδών γαλβανιζέ διαμέτρου 3 mm η κάθε μία.

Τέλος, μετά την εγκατάσταση των ραγών τοποθετήθηκε πάνω σε αυτές ο φούρνος, ο οποίος σύρεται εύκολα επάνω στις ράγες καθώς διαθέτει 4 ενσωματωμένες μεταλλικές ρόδες. Όλα τα παραπάνω μπορούν να διαπιστωθούν και από τις παρακάτω όψεις του φούρνου στην παρακάτω εικόνα:



Πλάγια όψη



Πίσω όψη



Πρόοψη

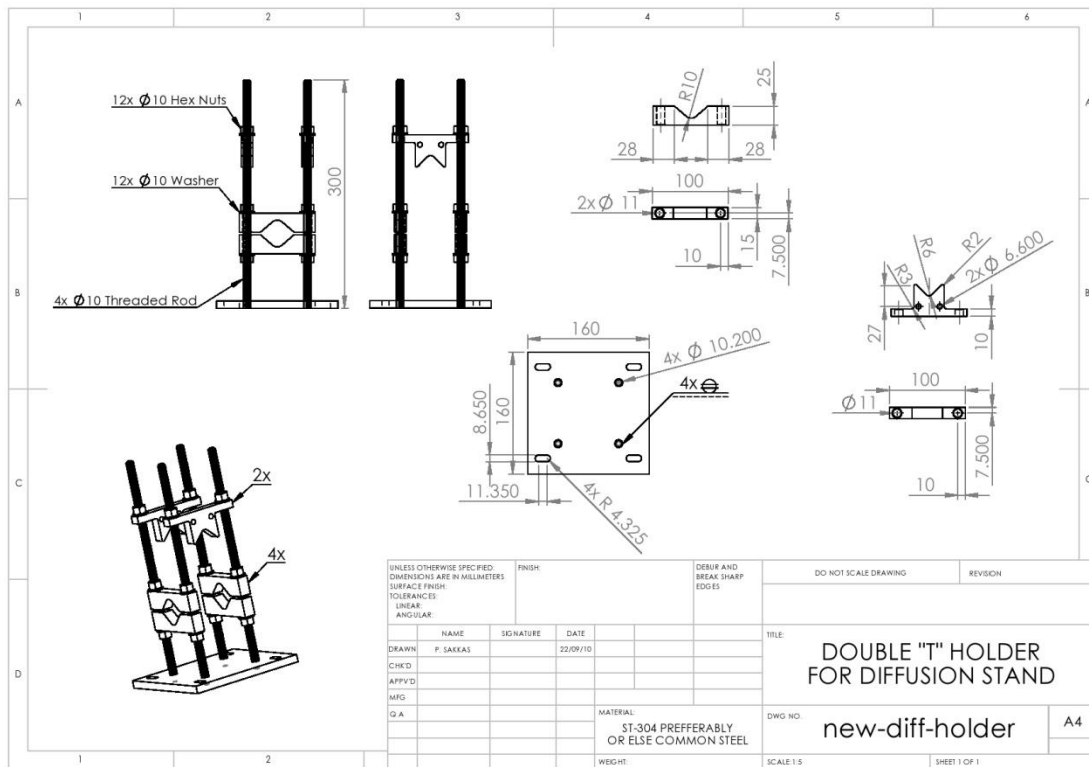
Εικόνα 14: Φούρνος

### 2.3 Εγκατάσταση διπλού σταυρού (*double cross*) και αντιδραστήρα

Ο διπλός σταυρός αποτελεί έναν πάρα πολύ σημαντικό συνδετικό κρίκο για την πειραματική εγκατάσταση της αέριας διάχυσης που διαμορφώνεται, καθώς κάθε μία από τις 6 σωληνωτές εξόδους του χρησιμεύει για κάποια διαφορετική λειτουργία.

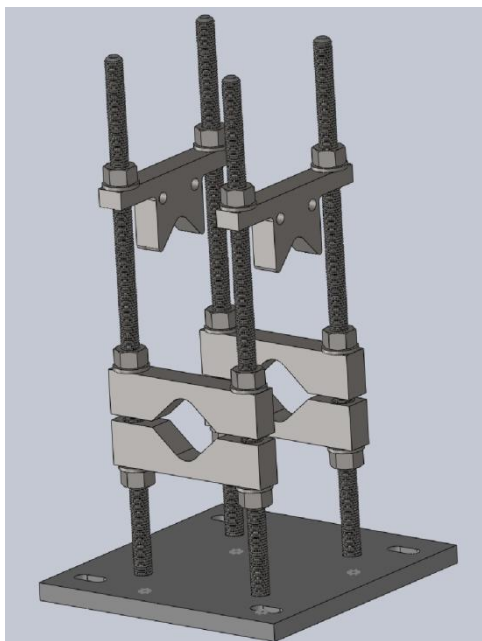
Η πλήρης συνδεσμολογία και τα εξαρτήματα που σχετίζονται άμεσα με το σταυρό θα αναλυθούν λεπτομερώς παρακάτω. Σε αυτό το σημείο παρουσιάζεται η διαδικασία εγκατάστασης του στο πάνω επίπεδο του μεγαλύτερο τραπέζιού δίπλα από τον φούρνο, καθώς και η σύνδεση του με ένα κεραμικό αντιδραστήρα αλούμινας.

Αρχικά, ήταν απαραίτητος ο σχεδιασμός μίας βάσης στήριξης του σταυρού, ο οποίος βρισκόταν ήδη στην κατοχή του ΕΤΑΥ (Εργαστήριο Τεχνολογίας Ανόργανων Υλικών). Έτσι, χρησιμοποιήθηκε πάλι το πρόγραμμα τριών διαστάσεων (3D) Solidworks, ώστε να γίνει η παραγγελία της βάσης με δοσμένες ακριβείς τεχνικές λεπτομέρειες που θα εξυπηρετούν την κατασκευή του σταυρού. Αυτές αποτυπώνονται στην παρακάτω εικόνα:



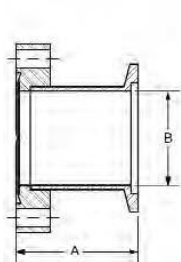
Εικόνα 15: Βάση στήριξης διπλού σταυρού

Όπως φαίνεται με ακρίβεια και στο παραπάνω σχήμα, η βάση στήριξης αποτελείται από μία μεταλλική τετραγωνική ( $16 \times 16 \text{ cm}^2$ ) βάση πάχους 1,5 cm η οποία έχει 4 κυκλικές οπές διαμέτρου 10,2 mm και 4 ελλειπτικές οπές μήκους 11,350 mm. Στις κυκλικές οπές βιδώνονται 4 βέργες στήριξης πάχους 1 cm οι οποίες έχουν ύψος 30 cm. Στις βέργες τοποθετούνται 4 όμοια μεταλλικά στηρίγματα μήκους 10 cm πλάτους 1,5 cm και ύψους 2,5 cm διαμέσω των 2 οπών (11 mm) που έχει το καθένα. Ακόμα, χρησιμοποιούνται άλλα 2 όμοια μεταλλικά στηρίγματα διαφορετικά από τα προηγούμενα με ίδιο μήκος, ύψος και διάμετρο οπών. Για τη σταθεροποίηση όλων αυτών των στηριγμάτων χρησιμοποιούνται παξιμάδια εσωτερικής διαμέτρου 8 mm. Πιο ανάγλυφα μπορεί κανείς να διακρίνει όλα τα παραπάνω στην παρακάτω τρισδιάστατη εικόνα:

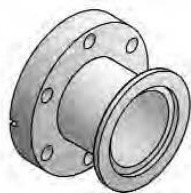


**Εικόνα 16: Βάση στήριξης διπλού σταυρού σε 3 διαστάσεις (3D)**

Στην πράξη, έπρεπε να καθοριστεί η απόσταση φούρνου και σταυρού με γνώμονα τα παρεμβαλλόμενα μέρη της διάταξης. Δηλαδή τον κεραμικό αντιδραστήρα μήκους 25 cm και τον προσαρμογέα συστολής 40 KF σε 30 CF. Ο αντάπτορας ενώνει τον αντιδραστήρα με τον σταυρό με 6 βίδες διαμέτρου 6 mm βιδωμένες με 3 παξιμάδια Pfeiffer στις CF πλευρές του προσαρμογέα και του αντιδραστήρα. Ανάμεσα στον αντάπτορα και τον αντιδραστήρα παρεμβάλλεται ένα χάλκινο δαχτυλίδι (copper ring) ώστε να μη διαβρωθούν τα μεταλλικά τους μέρη. Τελικά, ο κεραμικός αντιδραστήρας μαζί με τα προαναφερθέντα μέρη απεικονίζονται στην παρακάτω εικόνα:



**Προσαρμογέας συστολής 40 KF σε 30 CF**



**Χάλκινο δαχτυλίδι M36**

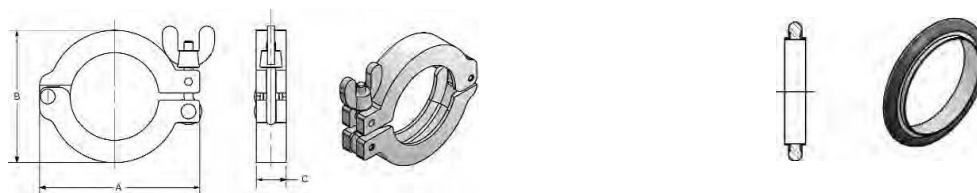


**Εικόνα 17: Κεραμικός αντιδραστήρας**

Έπειτα, έπρεπε να στερεωθεί και να κεντραριστεί ο σταυρός με τη βοήθεια των μεταλλικών στηριγμάτων της βάσης στήριξης με τέτοιο τρόπο, ώστε ο αντιδραστήρας να μην εφάπτεται με τα τοιχώματα του εσωτερικού του φούρνου καθώς ο τελευταίος σύρεται πάνω στις ράγες του. Κατά αυτόν τον τρόπο, βιδώθηκε η μεταλλική βάση του σταυρού στο πάνω επίπεδο του τραπέζιού σε απόσταση 5 cm από τις ράγες με τη χρήση 4 βιδών γαλβανιζέ διαμέτρου 8 mm. Οι βίδες αυτές τοποθετήθηκαν στις 4 ελλειπτικές οπές της βάσης και διαπέρασαν την ξύλινη επιφάνεια του τραπέζιού, αφότου στο τελευταίο ανοίχτηκαν 4 οπές με τη βοήθεια τρυπανιού 8 mm. Στη συνέχεια, βιδώθηκαν οι βέργες στήριξης στις κυκλικές οπές της βάσης, οι οποίες διαπερνούν την επιφάνεια του τραπέζιού μέσω οπών που ανοίχτηκαν με ποτηροτρύπανο 25 mm, τοποθετήθηκε ο σταυρός, ενώ τα 6 μεταλλικά στηρίγματα του σταυρού σταθεροποιήθηκαν πάνω στις βέργες με τη χρήση 12 παξιμαδιών. Για όλη τη βάση στήριξης του σταυρού, χρησιμοποιήθηκαν συνολικά 24 παξιμάδια γαλβανιζέ διαμέτρου 8 mm.

Στη συνέχεια, ο σταυρός ενώθηκε με την KF πλευρά του αντιδραστήρα με τη βοήθεια 2 πολύ σημαντικών εξαρτημάτων που χρησιμοποιούνται και γενικότερα κατά κόρον σε τέτοιου είδους κατασκευές. Το πρώτο είναι ένα δαχτυλίδι (seal centering ring), το οποίο αποτελείται εσωτερικά από ανοξείδωτο χάλυβα και περιβάλλεται από viton (συνθετικό από λάστιχο και ελαστομερές) και τοποθετείται ανάμεσα στον αντιδραστήρα και το σταυρό για να αποφευχθεί η διάβρωση των μετάλλων. Το δεύτερο είναι ένα μεταλλικός σφικτήρας (Clamp wing nut), ο οποίος 'αγκαλιάζει' τον σταυρό μαζί με τον αντιδραστήρα ώστε να στερεώνονται και να κλείνουν αεροστεγώς.



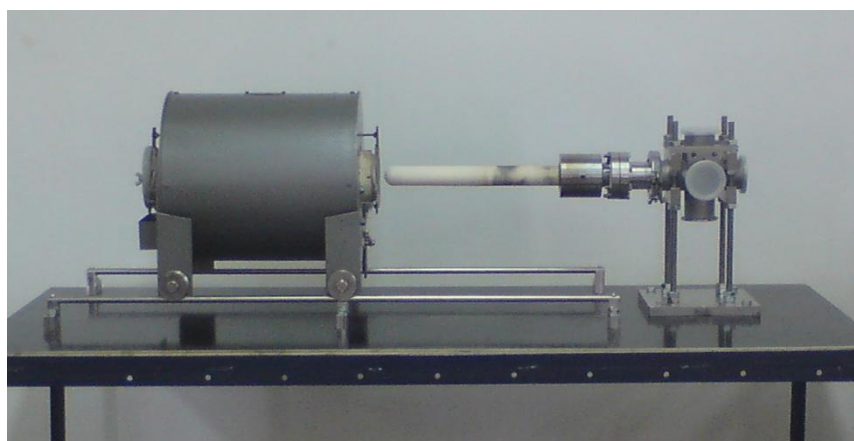


Σφικτήρας

Δαχτυλίδι από ανοξείδωτο χάλυβα και viton

Εικόνα 18: Εξαρτήματα για φλάντζες κενού (vacuum flange fittings)

Η συνολική εικόνα της εγκατάστασης του αντιδραστήρα στον σταυρό διαμορφώνεται στην παρακάτω εικόνα:



Εικόνα 19 : Φούρνος-αντιδραστήρας- διπλός σταυρός

## 2.4 Θερμοκρασιακά προφίλ φούρνου

### 2.4.1 Εγκατάσταση και συνδεσμολογία θερμοστοιχείων-καλωδίων προέκτασης (extension wires) για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης τους μέσω θερμοκρασιακών προφίλ

Έχοντας εγκαταστήσει τον φούρνο πάνω στις ράγες του, κρίθηκε απαραίτητος ο έλεγχος της λειτουργίας του, καθώς και η εύρεση της θερμοκρασιακής περιοχής του με την μεγαλύτερη σταθερότητα και αξιοπιστία. Για να επιτευχθεί αυτό, ακολουθήθηκε μία συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία κατά την οποία χρησιμοποιήθηκαν επιμέρους θερμοστοιχεία διαφόρων τύπων (Πίνακας 3, Παράρτημα), ούτως ώστε μέσω των θερμοκρασιακών προφίλ (διαγραμμάτων θερμοκρασίας-απόστασης) που πάρθηκαν, να

γίνει παράλληλα με τον έλεγχο της λειτουργίας του φούρνου και η εκλογή των πιο αξιόπιστων θερμοστοιχείων.

Ξεκινώντας από την αρχή, προκειμένου να ελεγχθεί η ομαλή λειτουργία του φούρνου κατά τον θερμοπρογραμματισμό του, χρησιμοποιήθηκαν τα εξής θερμοστοιχεία: ένα κεραμικό τύπου K, ένα ψηφιακό τύπου K, και 2 κεραμικά διαφορετικού μήκους τύπου B (Pt. Rh 6% - Pt. Rh 30% ή Pt. 18).

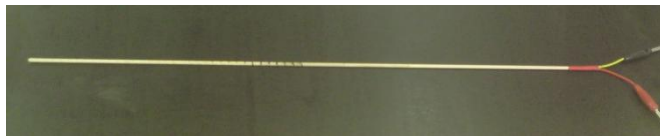
Όλα τα παραπάνω θερμοστοιχεία συνδέονται με ρυθμιστές (controllers) και ψηφιακά πολύμετρα (multimeters) μέσω καλωδίων προέκτασης (extension wires). Τα εν λόγω καλώδια φτιάχνονται έτσι ώστε να είναι συμβατά με συγκεκριμένου τύπου θερμοστοιχεία. Έτσι για παράδειγμα, οι ακροδέκτες ενός θερμοστοιχείου τύπου B συνδέονται με τους αντιστοίχους ενός B-type extension wire. Τα θερμοστοιχεία αυτά και οι σύντομες ονομασίες που τους δίνονται, καθώς και τα καλώδια προέκτασης σε συνδυασμό με αυτά απεικονίζονται παρακάτω:



**Τύπου K (Type K)**



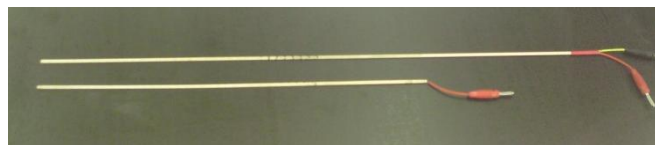
**Ψηφιακό τύπου K (Digital type K)**



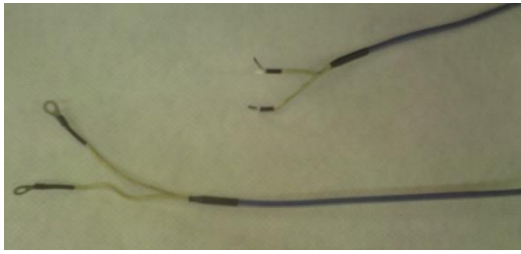
**Long Pt18**



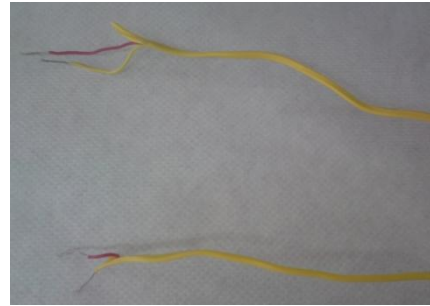
**Short Pt18**



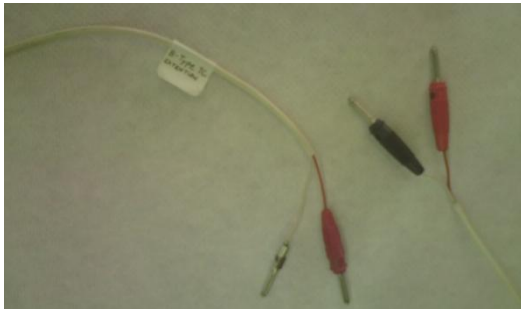
**Θερμοστοιχεία (Thermocouples or TC)**



**Blue type K**



**Yellow type K**



**Type B**



**Cu (χάλκινο) extension wire**

**Καλώδια προέκτασης (Extension wires)**



**TC Type K & Blue type K extension wire**



**TC Long Pt18 & Type B extension wire**

**Εικόνα 20: Θερμοστοιχεία & καλώδια προέκτασης**

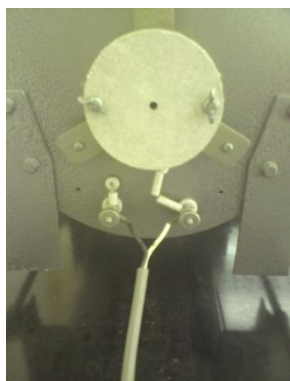
Μπαίνοντας λοιπόν στη διαδικασία θερμοπρογραμματισμού του φούρνου, τοποθετείται το κεραμικό θερμοστοιχείο τύπου K στο κέντρο του από δεξιά. Δηλαδή, στα 17 cm, αφού ο φούρνος έχει συνολικό μήκος 34 cm. Το θερμοστοιχείο αυτό είναι συνδεδεμένο με το blue type K extension wire, του οποίου οι ακροδέκτες καταλήγουν και συνδέονται σε πόλους εντός του ρυθμιστή (controller) του φούρνου, ο οποίος τοποθετείται στο κάτω επίπεδο του μεγάλου τραπέζιού. Από τον controller προγραμματίζονται οι θερμοκρασίες, η χρονική διάρκεια, ο χρόνος σταθεροποίησης σε μια συγκεκριμένη θερμοκρασία κτλ

(Manual Controller Φούρνου SHIMADEN FP21/Παράρτημα). Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ο controller του φούρνου και το blue type K extension wire:



**Εικόνα 21: Ρυθμιστής φούρνου (Controller)**

Ο controller συνδέεται μέσω ενός γκρι καλωδίου με τον φούρνο. Οι 2 ακροδέκτες του γκρι καλωδίου βιδώνονται στους πόλους του φούρνου ώστε σύμφωνα με τις εντολές που δίνονται στον controller να δίνεται ρεύμα στον φούρνο:



**Εικόνα 22: Ηλεκτρική σύνδεση φούρνου-ρυθμιστή**

Στη συνέχεια, το θερμοστοιχείο τύπου K προκειμένου να μείνει σταθερό στο κέντρο του φούρνου στερεώνεται σε έναν 'πιαστήρα', ο οποίος βιδώνεται σε μία σιδερένια βέργα που έχει συγκολληθεί σε μία μεταλλική βάση. Χρησιμοποιούνται 2 κροκοδειλάκια για να

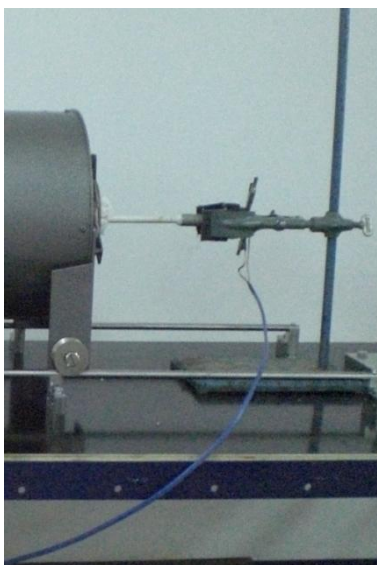
σταθεροποιήσουν τους ακροδέκτες του μπλε τύπου K extension wire που ενώνονται με τους πόλους του κεραμικού θερμοστοιχείου τύπου K:



**Πιαστήρας**



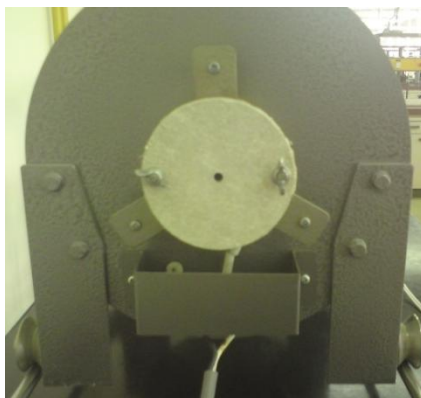
**Κροκοδειλάκι**



**Εικόνα 23: Εγκατάσταση θερμοστοιχείου τύπου K**

Μετά την εγκατάσταση του θερμοστοιχείου τύπου K έχει επιτευχθεί η δυνατότητα θερμοπρογραμματισμού του φούρνου από τον controller. Όμως, για να ελεγχθούν οι εκάστοτε θερμοκρασίες που ορίζονται, χρησιμοποιείται παράλληλα και ένα δεύτερο θερμοστοιχείο το οποίο σύρεται εντός του φούρνου καταδεικνύοντας τις επιμέρους θερμοκρασίες ανά εκατοστό.

Το θερμοστοιχείο αυτό διαπερνά μία οπή που βρίσκεται στην πίσω πλευρά του φούρνου. Η εν λόγω οπή, δημιουργήθηκε τρυπώντας μια βάση κυκλικής διατομής από αμιάντο που έχει βιδωθεί στο φούρνο, με σκοπό να εμποδίζει τη διάχυση θερμότητας στο περιβάλλον. Στην παρακάτω εικόνα είναι φανερά τα παραπάνω, καθώς και ένα προστατευτικό μέταλλο που βιδώνεται πάνω από τους πόλους του φούρνου:



**Εικόνα 24: Οπή σε βάση αμιάντου και προστατευτικό μέταλλο**

Τρία θερμοστοιχεία έχουν τη δυνατότητα να διαπεράσουν τη συγκεκριμένη οπή: το ηλεκτρονικό τύπου K, και τα 2 κεραμικά διαφορετικού μήκους τύπου B (Pt. Rh 6% - Pt. Rh 30% ή Pt. 18). Σε αυτήν την πειραματική διάταξη δίνεται έμφαση στα θερμοστοιχεία τύπου B καθώς θεωρητικά παρουσιάζουν μεγαλύτερη θερμική αντοχή και αξιοπιστία από τα αντίστοιχα τύπου K σε διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών. Ωστόσο, αυτό θα ελεγχθεί και στη συνέχεια.

Συνεπώς, τα θερμοστοιχεία Long Pt18 και Short Pt18 συνδέονται με το B-type extension wire, του οποίου οι ακροδέκτες καταλήγουν και συνδέονται στους πόλους ενός ψηφιακού πολυμέτρου (Keithley multimeter), το οποίο εγκαθίσταται στο μεσαίο επίπεδο του μεγάλου τραπεζιού και μετράει διαφορά δυναμικού σε mV (millivolts) σε καθεστώς συνεχούς ρεύματος (DC). Αυτή η διαφορά δυναμικού αντιστοιχίζεται σε μία θερμοκρασία μέσω ειδικών πινάκων αναφοράς για θερμοστοιχεία συγκεκριμένου τύπου (Πίνακας 5 και 6/Παράρτημα).

Το θερμοστοιχείο Long Pt18 ή το Short Pt18 στηρίζονται πάνω σε 2 σφικτήρες οι οποίοι τοποθετούνται σε 2 βέργες στήριξης που είναι βιδωμένες πάνω σε μία μεταλλική βάση. Τα εγκατεστημένα στοιχεία που αφορούν ένα θερμοστοιχείο που εισέρχεται από την πίσω πλευρά του φούρνου παρίστανται παρακάτω:

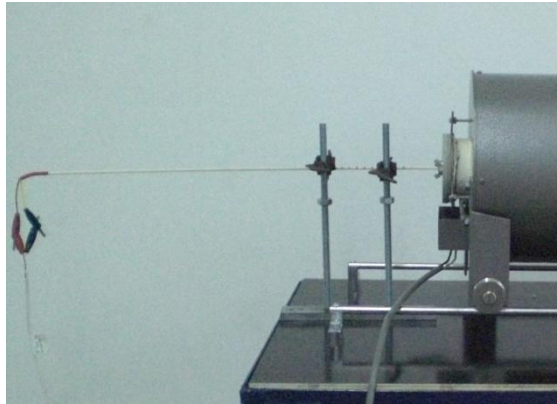




Ψηφιακό πολύμετρο (Keithley multimeter)

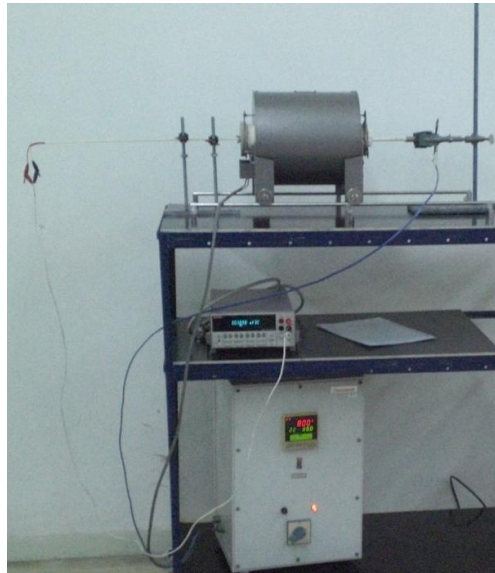


Σφικτήρας



Εικόνα 25: Εγκατάσταση θερμοστοιχείου τύπου B

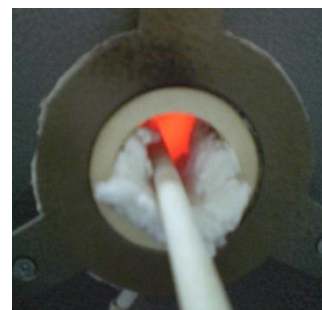
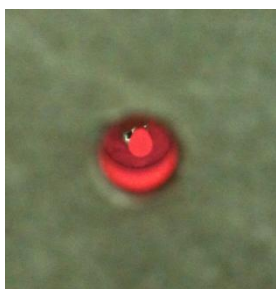
Μία συνολική εικόνα της προαναφερθείσας εγκατάστασης των 2 θερμοστοιχείων, που είναι απαραίτητα για τον θερμοπρογραμματισμό και έλεγχο της λειτουργίας του φούρνου φαίνεται και παρακάτω:



Εικόνα 26: Συνολική εγκατάσταση θερμοστοιχείων για προσδιορισμό θερμοκρασιακού προφίλ

Με βάση λοιπόν τη παραπάνω διάταξη, ο φούρνος προγραμματίζεται να ανέλθει και να σταθεροποιηθεί κατά σειρά στους 300 °C, 800 °C και 1000 °C. Η θέρμανση επιτελείται με βήμα 5 °C/min, και ο controller δείχνει ότι καταναλώνεται ρεύμα 50%, 70% και 90% αντίστοιχα, για να πραγματοποιηθεί η άνοδος στις παραπάνω θερμοκρασίες.

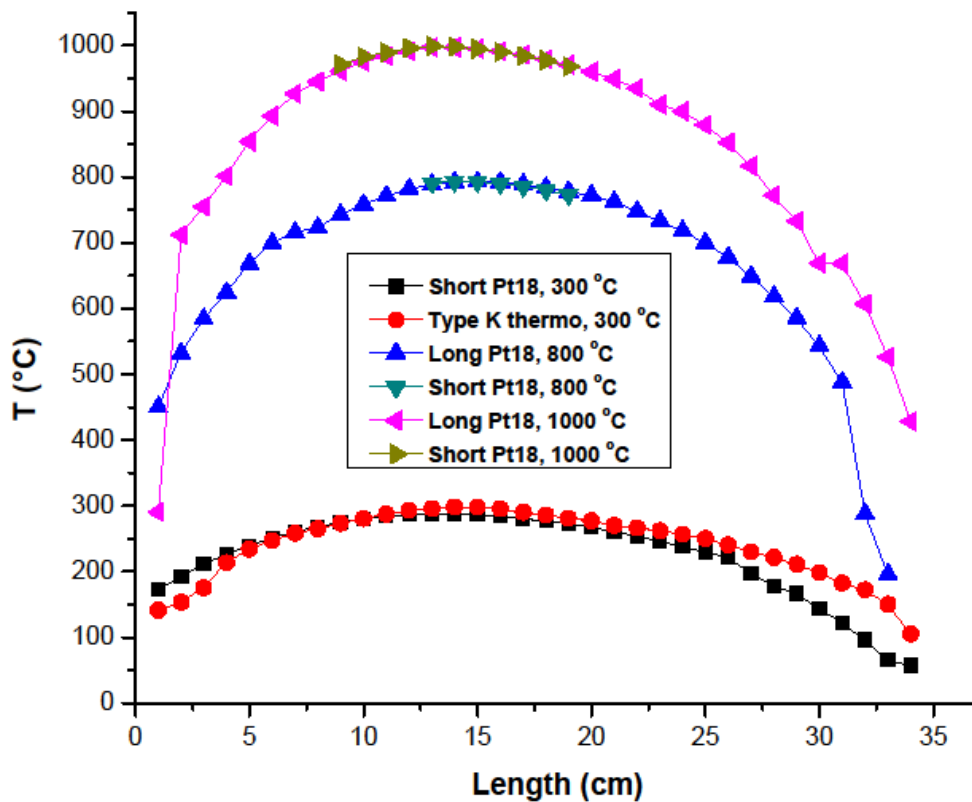
Το θερμοστοιχείο τύπου K είναι μονίμως στερεωμένο στο κέντρο του φούρνου, ενώ τα θερμοστοιχεία τύπου B (και το ψηφιακό τύπου K) σύρονται ανά εκατοστό από τη μία άκρη του φούρνου στην άλλη. Αξιοσημείωτο είναι το μαλλί από πυριτικό αργίλιο (aluminum silicate wool) που λειτουργεί ως θερμομονωτικό και τοποθετείται γύρω από το θερμοστοιχείο τύπου K ώστε να μη διαχέεται θερμότητα στο περιβάλλον. Στις παρακάτω φωτογραφίες απεικονίζεται η τοποθέτηση αυτών των θερμοστοιχείων κατά την θέρμανση του φούρνου:



**Εικόνα 27: Απεικόνιση θερμοστοιχείου τύπου K μέσα στον φούρνο με θερμομόνωση από μαλλί πυριτικού αργιλίου (aluminum silicate wool)**

Επομένως, σε κάθε σταθερή θερμοκρασία, που δείχνει το στερεωμένο θερμοστοιχείο, και εμφανίζεται στο front panel του controller, καταγράφονται 34 μετρήσεις (όσες και το μήκος του φούρνου) από τα θερμοστοιχεία που σύρονται κατά μήκος του. Έτσι, διαμορφώνονται με τη βοήθεια του προγράμματος Origin διαγράμματα της θερμοκρασίας συναρτήσει της απόστασης (θερμοκρασιακά προφίλ), τα οποία δείχνουν τι θερμοκρασίες που έχει πραγματικά ο φούρνος συγκριτικά με εκείνες που προγραμματίζεται να πιάσει. (Σημειώνεται ότι το σημείο μηδέν στον άξονα x αντιστοιχεί στη δεξιά πλευρά του φούρνου, όντας αυτό σε πλάγιο προφίλ):





**Γράφημα 1: Θερμοκρασιακά προφίλ στους 300, 800, 1000 °C, για τον έλεγχο των θερμοστοιχείων τύπου B και K**

Στους 300 °C, στην περιοχή 12 έως 16 cm διαμορφώνεται μία σταθερή θερμοκρασιακή ζώνη με μέση θερμοκρασία 286 °C σύμφωνα με το Short Pt18 θερμοστοιχείο (μαύρη καμπύλη) και 296 °C με το ψηφιακό τύπου K (κόκκινη καμπύλη). Προκύπτει το συμπέρασμα δηλαδή, ότι αφενός η θερμοκρασιακή απόκριση του φούρνου εμφανίζει αποκλίσεις, και αφετέρου ότι υπάρχει μία μέση απόκλιση 10 °C μεταξύ των 2 θερμοστοιχείων.

Αυτή η απόκλιση δικαιολογείται, διότι τα θερμοστοιχεία τύπου B (Short και Long Pt18) είναι πιο σταθερά και αξιόπιστα σε υψηλές θερμοκρασίες (>600 °C). Αντίθετα, τα θερμοστοιχεία τύπου K είναι περισσότερο αξιόπιστα σε χαμηλές θερμοκρασίες και σε υψηλές εμφανίζουν ορισμένες φορές αστάθεια. Επομένως, θεωρείται στους 300 °C, καλύτερη η κόκκινη καμπύλη, η οποία εμφανίζει μέγιστη τιμή 298 °C στα 14 και 15 cm εντός του φούρνου.

Στους 800 °C, διαπιστώνεται στην περιοχή 13 έως 17 cm μία θερμοκρασιακή σταθερότητα στις 2 καμπύλες του παραπάνω γραφήματος. Συγκεκριμένα, προκύπτει ότι η μέση θερμοκρασία για το Short Pt18 θερμοστοιχείο (τιρκουάζ καμπύλη) είναι ίση με την αντίστοιχη για το Long Pt18 (μπλε καμπύλη), δηλαδή 791 °C. Ακόμα, όπως και στους 300 °C, στα 14 και 15 cm καταγράφονται μέγιστες θερμοκρασίες 793 °C.

Άρα, εφόσον υπάρχει τέλεια σύγκλιση των μετρήσεων για τα 2 θερμοστοιχεία, η πραγματική θερμοκρασία του φούρνου στη θερμοκρασιακή ζώνη είναι μικρότερη από 800 °C και συμπίπτει με εκείνες των θερμοστοιχείων τύπου B.

Στους 1000 °C, εντός της περιοχής 12 με 16 cm στον φούρνο, οι 2 απεικονιζόμενες καμπύλες του παραπάνω γραφήματος παρουσιάζουν μία πιο σταθερή θερμοκρασιακή ζώνη. Η μέση θερμοκρασία αυτής που αντιστοιχεί στο Long Pt18 θερμοστοιχείο (ροζ καμπύλη) είναι 994 °C, ενώ 996 °C είναι η αντίστοιχη μέση θερμοκρασία που καταγράφει το Short Pt18 θερμοστοιχείο (χρυσή καμπύλη). Επιπλέον, το μέγιστο της ροζ καμπύλης ανέρχεται στους 997 °C στα 14 cm, ενώ της χρυσής στους 999 °C επίσης στα 14 cm. Συγκρίνοντας τα αποτελέσματα, προκύπτει μία μέση απόκλιση 2 °C ανάμεσα στις ενδείξεις των 2 θερμοστοιχείων.

Η απόκλιση αυτή μπορεί να οφείλεται είτε σε σφάλμα ενός εκ των δύο, είτε σε πραγματική διαφορά θερμοκρασίας τη δεδομένη χρονική στιγμή λόγω διάχυσης θερμότητας στο περιβάλλον. Ωστόσο, είναι μικρή και άρα όχι ανησυχητική.

Αποτιμώντας συνολικά τα αποτελέσματα του Γραφήματος, επιβεβαιώνεται η καλή αξιοπιστία και αποδοτικότητα των θερμοστοιχείων τύπου B στις υψηλές θερμοκρασίες (800, 1000 °C), καθώς και η αντίστοιχη φερεγγυότητα των θερμοστοιχείων τύπου K σε χαμηλότερες θερμοκρασίες (300 °C). Επιπρόσθετα, προκύπτει ότι στα 14 cm μετρώντας από τη δεξιά πλευρά του φούρνου παρουσιάζεται πάντα μέγιστη θερμοκρασία. Πράγμα το οποίο αποτελεί πολύ σημαντικό πόρισμα για τη μετέπειτα ανάλυση που θα γίνει.

#### **2.4.2 Εγκατάσταση δειγματοφορέα και βραχίονα (manipulator) στον διπλό σταυρό και έλεγχος συμβατότητας διαφόρων καλωδίων προέκτασης (extension wires) με θερμοστοιχείο τύπου B**

Στη συγκεκριμένη πειραματική διάταξη, θα επιλεγεί ένα από τα παραπάνω θερμοστοιχεία που θα σύρεται κατά μήκος του φούρνου καταδεικνύοντας τις επιμέρους θερμοκρασίες ανά εκατοστό. Όμως, δε θα χρησιμοποιηθεί το κεραμικό θερμοστοιχείο τύπου K, που επιλέχθηκε προηγουμένως να στερεωθεί στο κέντρο του φούρνου, για τον

έλεγχο της λειτουργίας του και των θερμοστοιχείων, αλλά ένας κεραμικός δειγματοφορέας, μήκους 31 cm, με ενσωματωμένο θερμοστοιχείο τύπου B (Pt. Rh 6% - Pt. Rh 30% ή Pt. 18).

Ο δειγματοφορέας είναι απαραίτητος, καθώς διαθέτει χώρο για την τοποθέτηση του δείγματος και είναι πιο αποδοτικός και αξιόπιστος σε διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών λόγω του θερμοστοιχείου του τύπου B. Τα 2 σύρματα του θερμοστοιχείου αυτού, που προεκτείνονται εκτός του δειγματοφορέα, είναι επικαλυμμένα με κράμα πλατίνας (Σημείο τήξης: 1772 °C) ώστε να μην φθείρονται σε μεγάλες θερμοκρασίες. Ο δειγματοφορέας θα στερεωθεί σε έναν βραχίονα ρύθμισης θέσεως (manipulator) μήκους 69 cm, που εγκαθίσταται στον σταυρό.

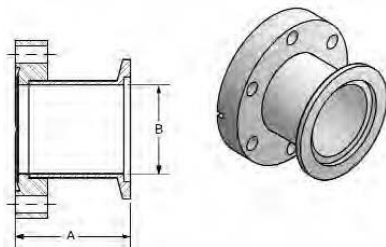
Ο manipulator διαθέτει έναν ενσωματωμένο μαγνήτη, ώστε σύροντας τον κατά μήκος της μεταλλικής επιφάνειας, να επιφέρει τις όποιες επιθυμητές μετατοπίσεις στον δειγματοφορέα, που στερεώνεται σε αυτόν. Στην παρακάτω εικόνα, φαίνονται όλα τα εξαρτήματα που απαιτούνται ώστε να πραγματοποιηθεί η εγκατάσταση του manipulator στον σταυρό. Δηλαδή, ένας προσαρμογέας συστολής 40 KF σε 30 CF, που βιδώνεται μέσω ενός σετ 6 βιδών Pfeiffer M6, ένα χάλκινο δαχτυλίδι, το οποίο τοποθετείται ανάμεσα στις CF επιφάνειες του προσαρμογέα και του manipulator, και ένα δαχτυλίδι NW40 από νίτιν και ανοξείδωτο χάλυβα, που τοποθετείται ανάμεσα στις KF επιφάνειες του προσαρμογέα και του σταυρού, οι οποίες στερεώνονται με έναν σφικτήρα NW40.



Δειγματοφορέας



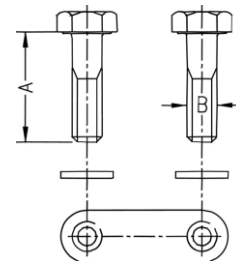
Βραχίονας (Manipulator)



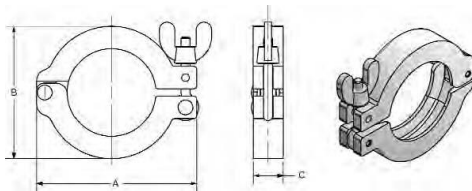
Προσαρμογέας συστολής 40 KF σε 30 CF



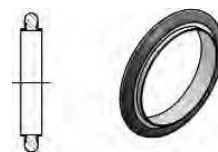
Χάλκινο δαχτυλίδι  
(Copper ring)



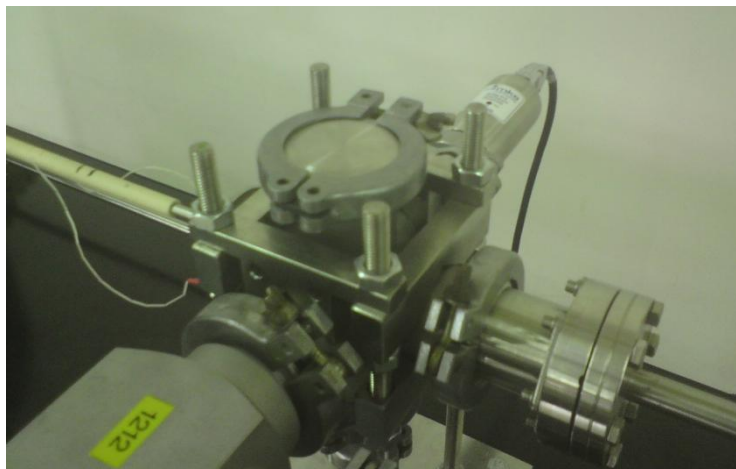
Σετ βιδών (Pfeiffer bolt set)



Σφικτήρας NW40



Δαχτυλίδι από ανοξείδωτο χάλυβα και viton  
(Seal centering ring)

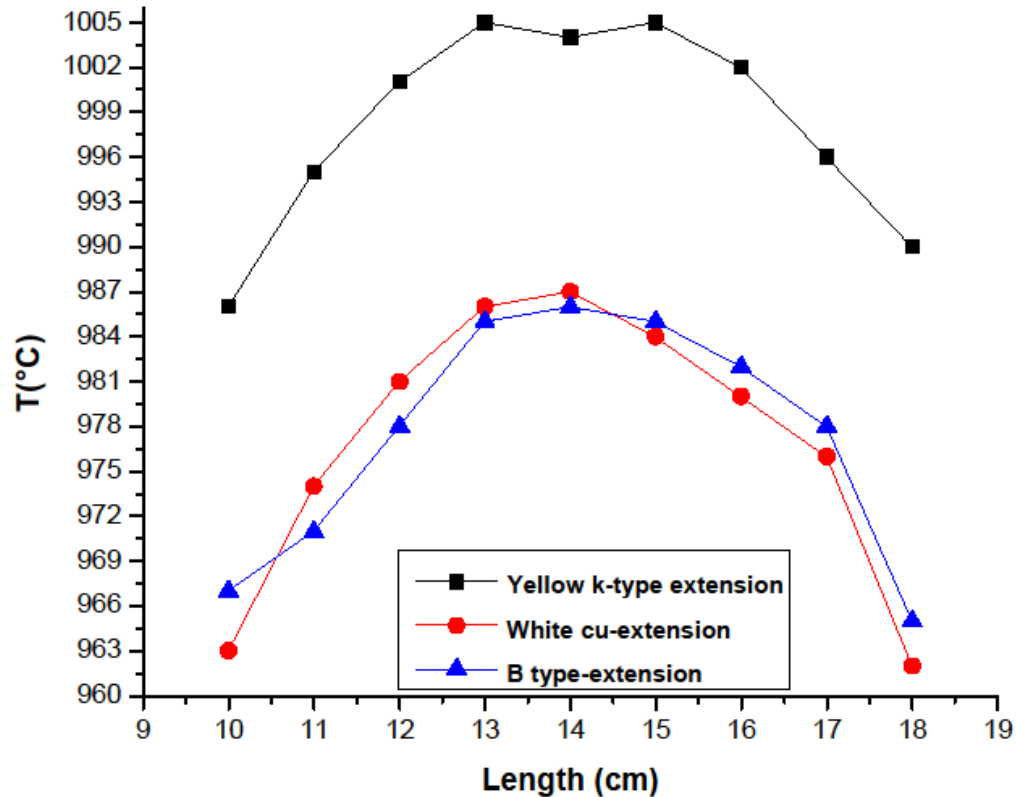


Εικόνα 28: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία δειγματοφορέα & βραχίονα (manipulator) στον διπλό σταυρό

Έχοντας εγκαταστήσει λοιπόν τον δειγματοφορέα στον manipulator, γίνεται η διαπίστωση ότι οι ακροδέκτες του θερμοστοιχείου του πρώτου, πρέπει να συνδεθούν μέσω ηλεκτρικών συνδέσεων με τον controller του φούρνου. Επομένως, επειδή πρόκειται για θερμοστοιχείο τύπου B και ο controller διαθέτει ένα blue type K extension wire πρέπει να γίνει έλεγχος για το κατά πόσον μία τέτοια σύνδεση δίνει αξιόπιστα αποτελέσματα.

Με βάση αυτό το σκεπτικό, θα παρθεί ένα θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C με σταθερό πάλι θερμοστοιχείο το κεραμικό τύπου K συνδεδεμένο με το blue type K extension wire στον controller. Μάλιστα, αυτή τη φορά το σταθερό θερμοστοιχείο θα τοποθετηθεί στα 14 cm του φούρνου μετρώντας από τη δεξιά του πλευρά, αφού συμφωνά με το προηγούμενο πείραμα, σε εκείνο το σημείο επιτυγχάνει πάντα μέγιστη θερμοκρασία. Ωστόσο, θα σύρεται κατά μήκος το τύπου B, Long Pt18 θερμοστοιχείο, με τη διαφορά ότι εκτός από το B-type extension wire που συνδέθηκε στις προηγούμενες μετρήσεις με αυτό, θα ελεγχθεί η θερμοκρασιακή απόκριση του συγκεκριμένου θερμοστοιχείου συνδέοντας το

και με τα yellow type K και Cu (χάλκινο) extension wires. Στο παρακάτω γράφημα αποτυπώνεται το θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C:



**Γράφημα 2: Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C, για τον έλεγχο καλωδίων προέκτασης (extension wires) συνδεδεμένα με θερμοστοιχείο τύπου B (Long Pt18)**

Σύμφωνα με αυτό το γράφημα για τους 1000 °C, είναι ευδιάκριτο ότι στην περιοχή 13 έως 15 cm εντός του φούρνου σχηματίζεται μία σταθερή θερμοκρασιακή ζώνη για όλες τις εικονιζόμενες καμπύλες.

Για τη σύνδεση με το yellow type K extension wire, η μέση θερμοκρασία σε αυτή τη περιοχή, ανέρχεται στους 1005 °C (μαύρη καμπύλη). Επίσης, παρατηρήθηκε ότι οι ενδείξεις στο ψηφιακό πολύμετρο Keithley, όπου συνδέθηκε το extension wire, δε σταθεροποιούνταν.

Για τις συνδέσεις είτε με το B-type είτε με το Cu (χάλκινο) extension wire, η μέση θερμοκρασία της προαναφερθείσας σταθερής θερμοκρασιακής ζώνης, είναι κοινή και

ισούνται με 986 °C (μπλε και κόκκινη καμπύλη). Επιπρόσθετα, οι τιμές που καταγράφονταν στο πολύμετρο ήταν σταθερές.

Συμπερασματικά, προκύπτει ότι, εφόσον το θερμοστοιχείο Long Pt18 συνδεδεμένο με το yellow type K extension wire, έδειξε μία μέση θερμοκρασία κατά 19 °C μεγαλύτερη από αυτή που κατέγραψε όντας συνδεδεμένο με τα άλλα 2 extension wires, η σύνδεση ενός θερμοστοιχείου τύπου B με καλώδιο προέκτασης τύπου K είναι αναξιόπιστη και δίνει ανακριβή αποτελέσματα. Κάτι που το ενισχύει το γεγονός ότι οι τιμές του πολυμέτρου έπαιζαν, σε αντίθεση με τη περίπτωση της σύνδεσης του θερμοστοιχείου με τα άλλα extension wires.

Επιπλέον, είναι πολύ ικανοποιητικό ότι το Cu extension wire δίνει τα ίδια αποτελέσματα με το αντίστοιχο B-type. Αυτό σημαίνει ότι ένα καλώδιο προέκτασης που αποτελείται από σύρμα χαλκού μπορεί να συνδεθεί με θερμοστοιχείο τύπου B με την ίδια αποδοτικότητα ενός καλωδίου τύπου B.

Τελικά, ο φούρνος έπιασε μέση θερμοκρασία κατά 14 °C λιγότερη από αυτήν των 1000 °C για την οποία προγραμματίστηκε, και σε επανάληψη του ίδιου πειράματος 24 h μετά. Το γεγονός αυτό, δεν ικανοποίησε και έθεσε προβληματισμούς για το αν το θερμοστοιχείο Long Pt18 δείχνει πραγματική θερμοκρασία ή αν όντως ο φούρνος έπιασε 986 °C στη σταθερή θερμοκρασιακή του ζώνη.

### 2.4.3 Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C για τον φούρνο Nabertherm

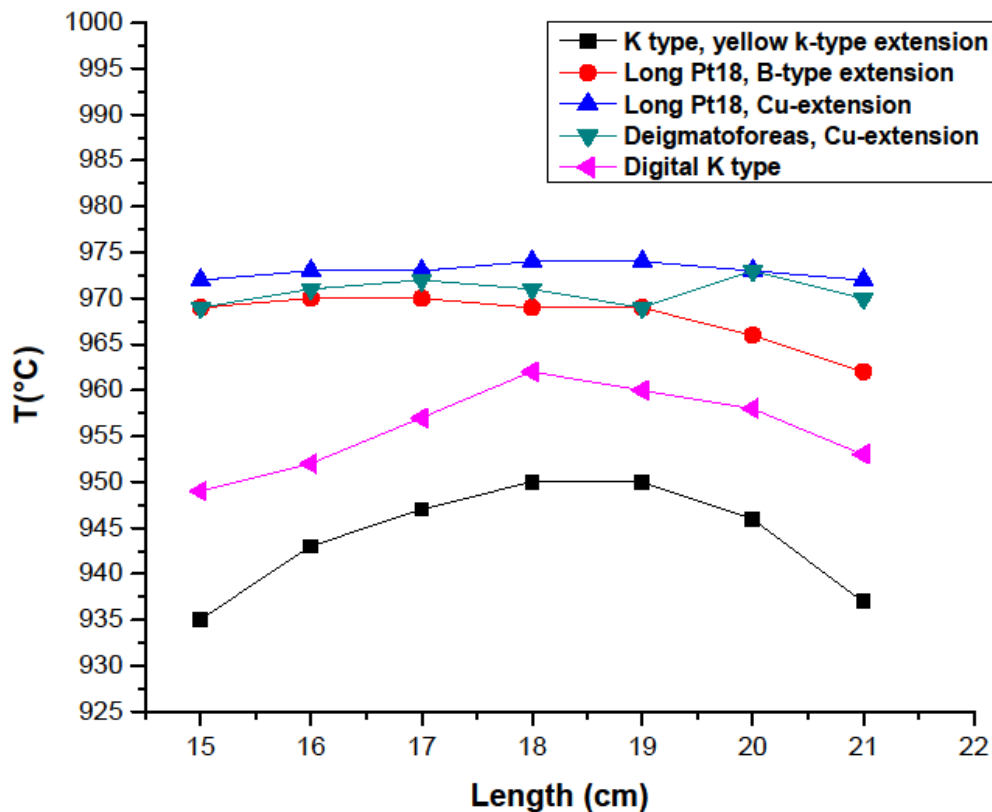
Προκειμένου να απαντηθεί με σιγουριά το παραπάνω ερώτημα και να γίνει οριστικά η εκλογή των θερμοστοιχείων και των extension wires, που θα χρησιμοποιηθούν στη πειραματική διάταξη, αποφασίστηκε να γίνει ο έλεγχος τους εκ νέου στους 1000 °C, αλλά σε άλλον φούρνο του Εργαστηρίου.

Ο φούρνος που επιλέχθηκε έχει μήκος 36 cm, δικό του ενσωματωμένο θερμοστοιχείο και ονομάζεται Nabertherm:



**Εικόνα 29: Φούρνος Nabertherm**

Επιλέγονται λοιπόν κατά σειρά οι εξής συνδυασμοί θερμοστοιχείων-extension wires: το κεραμικό τύπου K με το yellow type K extension wire, το Long Pt18 με το B-type και με το Cu (χάλκινο) extension wire, το θερμοστοιχείο του δειγματοφορέα με το Cu extension wire και το ψηφιακό τύπου K θερμοστοιχείο. Αφού το μήκος του φούρνου είναι 36 cm και θεωρητικά στο κέντρο του πιάνει τις μεγαλύτερες θερμοκρασίες, τα παραπάνω θερμοστοιχεία σύρονται κατά μήκος της περιοχής 15 έως 21 cm του φούρνου Nabertherm. Έτσι, για τις παραπάνω τιμές των αποστάσεων καταστρώνεται το θερμοκρασιακό προφίλ του φούρνου στους 1000 °C:



**Γράφημα 3: Θερμοκρασιακό προφίλ στους 1000 °C στο φούρνο Nabertherm, για τον τελικό έλεγχο των συνδυασμών των υποψήφιων θερμοστοιχείων & καλωδίων προέκτασης**

Με μία πρώτη ματιά στο παραπάνω γράφημα, φαίνεται ξεκάθαρα η καλύτερη θερμοκρασιακή απόκριση των θερμοστοιχείων τύπου B στις υψηλές θερμοκρασίες συγκριτικά με τα αντίστοιχα τύπου K. Οι 3 καμπύλες που αντιστοιχούν στα πρώτα, διαγράφονται στην ίδια θερμοκρασιακή ζώνη, ενώ οι 2 καμπύλες που αναφέρονται στα δεύτερα βρίσκονται σε 2 διαφορετικές και ασύμβατες θερμοκρασιακές περιοχές.

Πιο συγκεκριμένα, το κεραμικό τύπου K θερμοστοιχείο ενωμένο με το yellow type K extension wire (μαύρη καμπύλη), παρουσιάζει μέση θερμοκρασία 944 °C στην περιοχή 15 έως 21 cm και μέγιστο τους 950 °C. Το ψηφιακό τύπου K θερμοστοιχείο (ροζ καμπύλη), καταγράφει μέση θερμοκρασία τους 956 °C και μέγιστη τιμή τους 962 °C.

Όσον αφορά τα θερμοστοιχεία τύπου B, το Long Pt18 συνδεδεμένο με το B-type extension wire (κόκκινη καμπύλη), παρουσιάζει μέση θερμοκρασία τους 968 °C και μετράει



μέγιστο τους 970 °C. Επίσης, το Long Pt18 ενωμένο με το Cu (χάλκινο) extension wire (μπλε καμπύλη) καταγράφει μέση θερμοκρασία 973 °C και μέγιστη τιμή τους 974 °C. Τέλος, το θερμοστοιχείο του δειγματοφορέα συνδεδεμένο με το Cu extension wire (τιρκουαζ καμπύλη), αποτιμά μέση θερμοκρασία τους 971 °C και παρουσιάζει μέγιστο τους 972 °C.

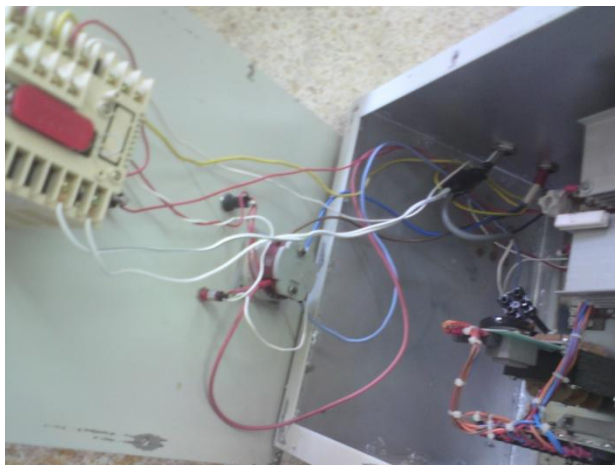
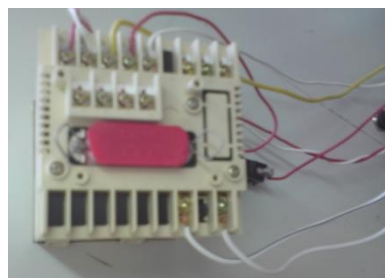
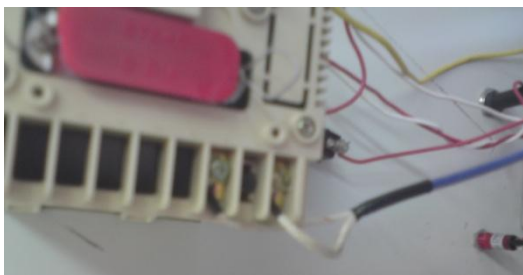
Συμπερασματικά, το Long Pt18 και ο δειγματοφορέας καταγράφουν, με μέση απόκλιση 5 °C, ότι ο φούρνος Nabertherm έχει μέση θερμοκρασία στην θερμοκρασιακή του ζώνη (15-21 cm) γύρω στους 970 °C. Επομένως, προκύπτει ότι, εφόσον επιβεβαιώνεται πολλές φορές από τα θερμοστοιχεία τύπου B, ο συγκεκριμένος φούρνος όντως πιάνει θερμοκρασία περίπου 30 °C μικρότερη από την επιθυμητή. Άρα, τελικά τα θερμοστοιχεία που χρησιμοποιούνται είναι πράγματι αξιόπιστα, ενώ οι φούρνοι που ελέγχθηκαν, ορισμένες φορές δεν επιτυγχάνουν τη βέλτιστη απόδοση.

Έτσι σύμφωνα με τα παραπάνω αποτελέσματα, στη διάταξη του πειράματος για τον φούρνο, που έχει εγκατασταθεί στις ράγες, θα χρησιμοποιηθούν για τον έλεγχο της θερμοκτικής του απόδοσης αλλά και για τις ανάγκες της πειραματικής διαδικασίας, τα εξής θερμοστοιχεία: του δειγματοφορέα και το Long Pt18.

#### **2.4.4 Τελικά θερμοκρασιακά προφίλ για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης του φούρνου**

Το θερμοστοιχείο Long Pt18 θα συνδεθεί με το B-type extension wire και θα εισέρχεται από την οπή αμιάντου, που βρίσκεται στην πίσω πλευρά του φούρνου, ώστε να σύρεται κατά μήκος του φούρνου καταγράφοντας τις επιμέρους θερμοκρασίες ανά εκατοστό. Ο δειγματοφορέας θα συνδεθεί με το Cu extension wire μέσω γρήγορων συνδέσεων, που θα ενωθούν με τους ακροδέκτες του θερμοστοιχείου του δειγματοφορέα και μεταξύ τους μέχρι να φτάσουν στο Cu extension wire, με ηλεκτρικές κολλήσεις (soldering).

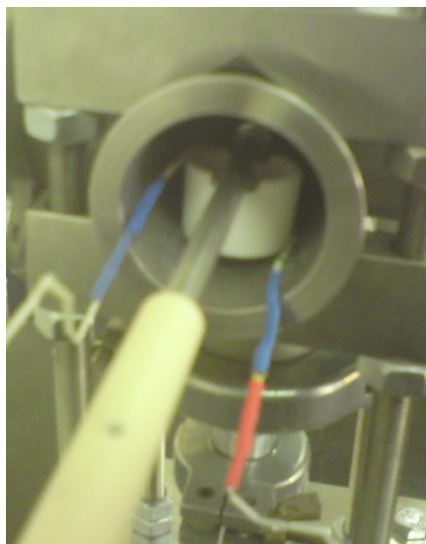
Το πρωταρχικό βήμα για να επιτευχθεί η σύνδεση του δειγματοφορέα με Cu extension wire, ήταν να εξέλθει το blue type K extension wire από τον controller του φούρνου και να αντικατασταθεί με το πρώτο. Έτσι, ξεβιδώθηκε ο controller από την μπροστινή του πλευρά και έπειτα αποσυνδέθηκαν οι 2 ακροδέκτες του μπλε καλωδίου, οι οποίοι ήταν βιδωμένοι στο panel. Από τη στιγμή που εξήλθε το μπλε καλώδιο, τοποθετήθηκε στην ίδια θέση και βιδώθηκαν οι ακροδέκτες του, το Cu extension wire χρώματος λευκού. Η διαδικασία αντικατάστασης των καλωδίων που μόλις περιγράφηκε αποτυπώνεται στην παρακάτω εικόνα (Σημειώνεται ότι ρυθμίστηκε άμεσα ο controller να διαβάζει ότι είναι συνδεδεμένος με θερμοστοιχείο τύπου B):



**Εικόνα 30: Αντικατάσταση του blue type K (συμβατό με θερμοστοιχεία τύπου K) με το Cu extension wire (συμβατό με θερμοστοιχεία τύπου B)**

Στη συνέχεια, ήταν πολύ σημαντικό να διασφαλιστεί ότι, αφότου ο δειγματοφορέας εγκατασταθεί στον manipulator, δε θα εφάπτεται με τον κεραμική επιφάνεια αλούμινας του αντιδραστήρα που θα τον περιβάλλει. Αν τυχόν συμβαίνει αυτό, μπορεί να επηρεάσει την απόκριση του θερμοστοιχείου του δειγματοφορέα, για παράδειγμα να μην σταθεροποιούνται οι ενδείξεις του, αλλά συντρέχει και ο κίνδυνος να καταστραφεί το δείγμα (yttrium silicate), που θα τοποθετηθεί στο δειγματοφορέα υπό τη μορφή πελλέτας (σφαιρικού δισκίου), καθώς σύρεται ο δειγματοφορέας εκτός του αντιδραστήρα με τη βοήθεια του μαγνήτη του manipulator.

Παρατηρήθηκε λοιπόν, ότι ο δειγματοφορέας πάχους 1,7 cm εφάπτόταν με το κάτω μέρος του εσωτερικού του αντιδραστήρα εξωτερικής διαμέτρου 2,9 cm. Αποφεύχθηκε αυτό με τη χρησιμοποίηση μίας κεραμικής βάσης στήριξης από μολίτη, που τοποθετήθηκε στο εσωτερικό του σταυρού, προκειμένου να ανυψώσει τον manipulator και κατά συνέπεια τον δειγματοφορέα:



**Εικόνα 31: Κεραμική βάση (μουλίτη) στήριξης δειγματοφορέα**

Έτσι λοιπόν, ο αντιδραστήρας τοποθετήθηκε σε ύψος 18 cm από τη βάση του τραπεζιού, ενώ ο δειγματοφορέας σε ύψος 18,6 cm, μέσα στο εσωτερικό του πρώτου. Εφόσον η διάμετρος του αντιδραστήρα μείον το πάχος του δειγματοφορέα είναι:  $2,9-1,7=1,2$  cm, ο δειγματοφορέας έχει 0,6 cm κενό εκατέρωθεν της πάνω και κάτω πλευράς του αντιδραστήρα, και εγκαθίσταται σε 2 cm απόσταση από το τέλος του. Πρέπει να σημειωθεί ότι προκειμένου να αποφευχθεί η φθορά της βάσης μουλίτη, **δε θα σύρεται ο manipulator**. Επομένως, όταν θα πρέπει να παρθεί το δείγμα θα σύρεται ο φούρνος προς τα πίσω και θα αποσυνδέεται προσεκτικά ο αντιδραστήρας από τον σταυρό.

Εν συνεχεία, ακολουθήθηκε η διαδικασία συνένωσης και ηλεκτρικής κόλλησης των γρήγορων συνδέσεων, που θα χρησιμοποιηθούν ως συνδετικοί κρίκοι μεταξύ του δειγματοφορέα και του Cu extension wire, ώστε μέσω των φαινομένων ηλεκτρικής αγωγής να δίνεται ρεύμα από τον controller στον δειγματοφορέα, και ο τελευταίος να καταγράφει τη θερμοκρασία εντός του φούρνου.

Η ηλεκτρική κόλληση (soldering) επιτελείται στα εξής βήματα: 1. Θερμαίνονται οι ακροδέκτες που πρόκειται να κολληθούν με ένα κολλητήρι (soldering iron), 2. Έρχονται σε επαφή το καλάι (solder), το οποίο έχει πριν θερμανθεί με το soldering iron, με το ένα εκ του ζευγαριού των ακροδεκτών, 3. Το λιωμένο καλάι μαζί με τον ακροδέκτη κρατούνται ενωμένα μαζί με τον άλλον ακροδέκτη μέχρι να κολλήσουν, 4. Γίνεται η κόλληση ενός λάστιχου πάνω στο ζευγάρι των ακροδεκτών, με τη βοήθεια ενός θερμοσυστελόμενου σεσουάρ.

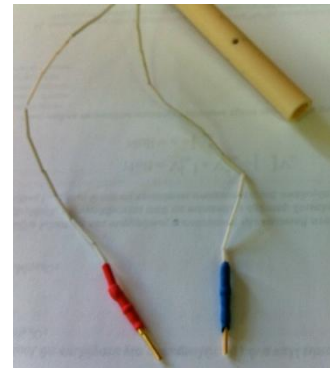
Στην προκειμένη περίπτωση, οι ακροδέκτες του θερμοστοιχείου του δειγματοφορέα κολλούνται με 2 αρσενικούς ακροδέκτες επικαλυμμένους με χρυσό. Έπειτα, στους τελευταίους συνδέονται οι θηλυκοί ακροδέκτες 2 γρήγορων συνδέσεων, που εισέρχονται εντός του σταυρού, ώστε οι αρσενικοί ακροδέκτες της κατάληξης τους, να κολληθούν εκ νέου στους αντίστοιχους ενός αντάπτορα. Ο τελευταίος, συνδέεται με τον σταυρό μέσω ενός προσαρμογέα συστολής NW40 σε NW16 με τη χρήση των αντιστοιχού μεγέθους σφικτήρων και δαχτυλιδιών. Στην κάτω πλευρά του αντάπτορα όπως έχει συνδεθεί στον σταυρό, εξέρχονται 4 γρήγορες συνδέσεις με απολήξεις 4 αρσενικούς ακροδέκτες. Έτσι, γίνεται μία ακόμα ηλεκτρική κόλληση γρήγορων συνδέσεων στους 2 από αυτούς (τους ακροδέκτες του κόκκινου και του μαύρου σύρματος), ώστε με τη χρήση μεταλλικών 'μπανανών' να επιτευχθεί η τελική ένωση των γρήγορων συνδέσεων με το Cu extension wire, το οποίο έχει εγκατασταθεί στον controller του φούρνου. Τα πιο σημαντικά μέρη της διαδικασίας που περιγράφηκε, φαίνονται στην παρακάτω εικόνα:



**Soldering iron**



**Καλάι (Solder)**



**Κόλληση δειγματοφορέα**



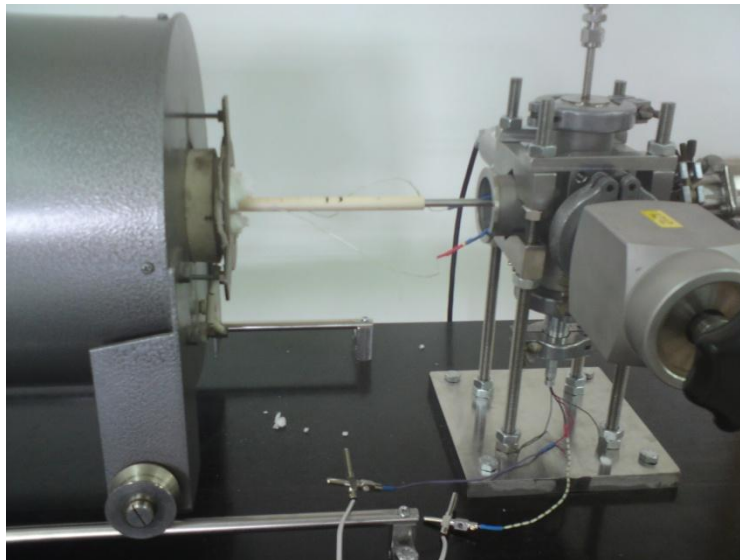
Θηλυκός ακροδέκτης  
γρήγορης σύνδεσης



Κόλληση πάνω πλευράς  
αντάπτορα

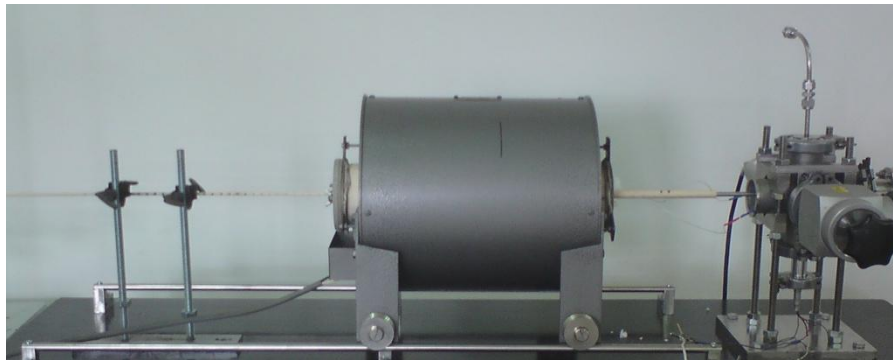


Κόλληση κάτω πλευράς  
αντάπτορα

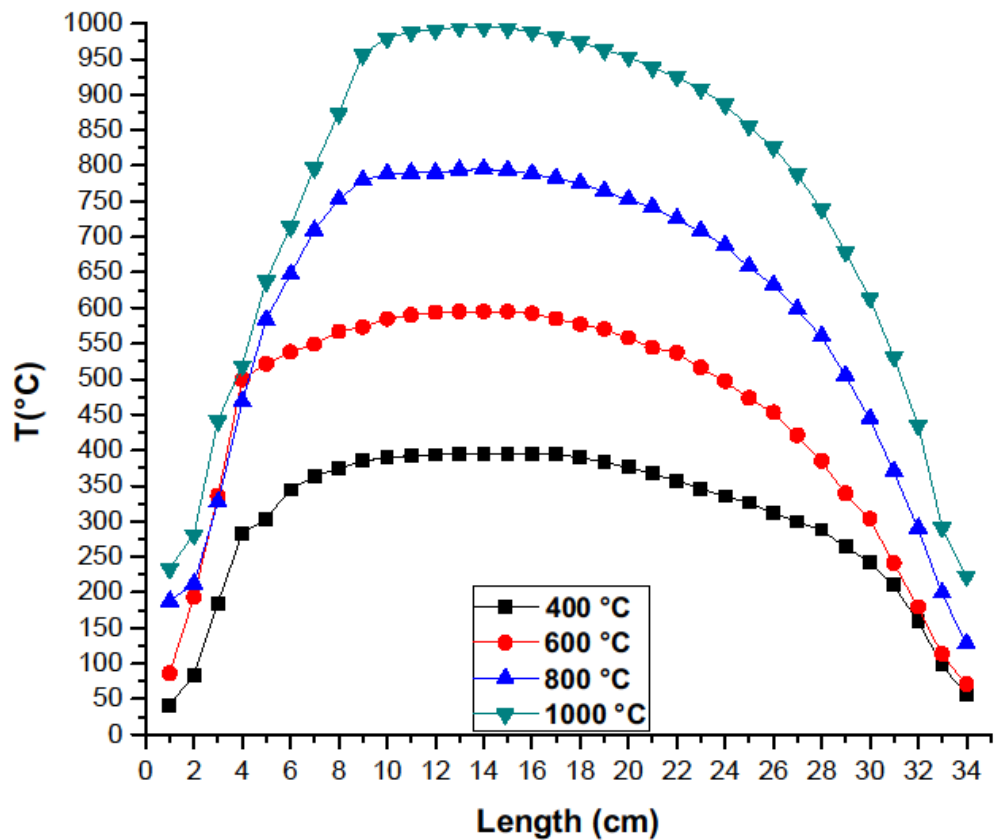


Εικόνα 32: Ένωση δειγματοφορέα – χάλκινου καλωδίου προέκτασης (Cu extension wire) μέσω γρήγορων συνδέσεων, που συνδέονται με ηλεκτρική κόλληση (soldering)

Σύμφωνα με τα παραπάνω λοιπόν, η πειραματική διάταξη είναι έτοιμη ώστε να παρθούν τα τελικά θερμοκρασιακά προφίλ στο φούρνο. Σε αυτή τη διάταξη που απεικονίζεται παρακάτω, ο δειγματοφορέας διατηρείται σταθερός στα 14 cm μέσα στον φούρνο και το θερμοστοιχείο τύπου B Long Pt18 σύρεται κατά μήκος του και καταγράφει θερμοκρασία με τη βοήθεια του B-type extension wire, του οποίου οι ακροδέκτες συνδέονται στους πόλους του ψηφιακού πολυμέτρου Keithley. Έτσι, προσδιορίζονται τα θερμοκρασιακά προφίλ του φούρνου στους 400, 600, 800 και 1000 °C.



**Εικόνα 33: Πειραματική διάταξη προσδιορισμού των τελικών θερμοκρασιακών προφίλ του φούρνου, με σταθεροποιημένο δειγματοφορέα, και θερμοστοιχείο τύπου B (Long Pt18) που έχει τη δυνατότητα να σύρεται κατά μήκος του**



Γράφημα 4: Θερμοκρασιακά προφίλ στους 400, 600, 800, 1000 °C για τον έλεγχο της θερμοκρασιακής απόκρισης του φούρνου

Σκιαγραφώντας το σύνολο του παραπάνω γραφήματος με μία πρώτη ματιά, είναι προφανές ότι σε κάθε σταθερή θερμοκρασία που ρυθμίζεται ο φούρνος, σχηματίζεται μία σταθερή θερμοκρασιακή ζώνη μεταξύ 13 και 15 cm βάσει των τιμών που αποκρίνεται το θερμοστοιχείο Long Pt18, το οποίο προσδιορίζει τα θερμοκρασιακά προφίλ κατά μήκος του φούρνου.

Στους 400 °C (μαύρη καμπύλη), η μέση θερμοκρασία που καταγράφεται στη προαναφερθείσα θερμοκρασιακή ζώνη, ανέρχεται στους 395 °C. Συγκεκριμένα, το

θερμοστοιχείο μετράει 395 °C στα 13, 14 και 15 cm του φούρνου. Άρα, η μέση συμπίπτει με τη μέγιστη θερμοκρασία που πιάνει ο φούρνος.

Στους 600 °C (κόκκινη καμπύλη), το θερμοστοιχείο μετράει μέση θερμοκρασία τους 595 °C στη σταθερή θερμοκρασιακή περιοχή του φούρνου. Και όπως και πριν, η μέση θερμοκρασία είναι ίδια με την μέγιστη.

Στους 800 °C (μπλε καμπύλη), η μέση θερμοκρασία της σταθερής θερμοκρασιακής ζώνης είναι 794 °C βάσει των αποκρίσεων του θερμοστοιχείου. Εδώ, η καμπύλη πιάνει μέγιστο τους 795 °C στα 14 cm εντός του φούρνου.

Στους 1000 °C (τιρκουάζ καμπύλη), ο φούρνος έχει μέση θερμοκρασία στη θερμοκρασιακή του ζώνη, τους 994 °C. Και μέγιστη τιμή τους 995 °C στα 14 cm.

Πρέπει να σημειωθεί ότι, σε συνθήκες πειραματικής διαδικασίας ο δειγματοφορέας θα περιβάλλεται από τον κεραμικό αντιδραστήρα, διότι μετά την θέρμανση των δειγμάτων θα πρέπει να δημιουργούνται άμεσα συνθήκες πιέσεων υψηλού κενού από τις αντλίες χαμηλού (περιστροφική) και υψηλού (τουρμπομοριακή) κενού. Άρα, όλο το σύστημα που περιβάλλει το δείγμα: αντιδραστήρας, σταυρός, βάνα κενού, μετρητής πίεσης, manipulator, αντάπτορας, τάπα (blind) ή σωλήνες 6 mm, θα πρέπει να είναι καλά σφραγισμένο με τη χρήση σφικτήρων, ώστε να μην εισέρχεται ατμοσφαιρικός αέρας (Τα συστατικά μέρη που είναι σχετικά με την πειραματική διαδικασία άντλησης κενού αναλύονται στο επόμενο κεφάλαιο)

Επομένως, τα δείγματα θερμαίνονται στις επιμέρους θερμοκρασίες και περιβάλλονται από τον κεραμικό αντιδραστήρα. Προκειμένου λοιπόν, να μην ξεκολλήσει και σπάσει το κεραμικό περίβλημα αλούμινας από τη βάση ανοξειδωτου χάλυβα του αντιδραστήρα, πρέπει να ψύχεται η βάση αυτή με τη βοήθεια ενός θερμοστάτη (ψυκτικού). Αυτό επιτυγχάνεται αν συνδεθεί ο θερμοστάτης μέσω λάστιχου πάχους 12 mm με τις συνδέσεις νερού ψύξης (water cooling connections) του αντιδραστήρα.





Σύνδεση των συνδέσεων νερού ψύξης του αντιδραστήρα με λάστιχα που καταλήγουν στον θερμοστάτη



Δείκτης κυκλοφορίας νερού ψύξης



Θερμοστάτης (Ψυκτικό)



Ρυθμιστής θερμοστάτη

Εικόνα 34: Ψύξη της μεταλλικής βάσης του κεραμικού αντιδραστήρα με τη χρήση θερμοστάτη

## 2.4.5 Συμπεράσματα

Συμπερασματικά, η θερμοκρασιακή απόκριση του φούρνου κρίνεται ικανοποιητική, διότι εμφανίζει μία μέση απόκλιση 5 °C για τους 400 και 600 °C, και 6 °C για τους 800 και 1000 °C. Άρα, αυτές οι αποκλίσεις θα πρέπει να λαμβάνονται υπόψη κάθε φορά που θα θερμαίνονται δείγματα στην παρούσα πειραματική διάταξη, ώστε αν είναι απαραίτητη η θερμοκρασιακή ακρίβεια, να ρυθμίζεται ο controller του φούρνου κατά 5 °C περίπου πιο πάνω από την επιθυμητή θερμοκρασία. Για παράδειγμα, αν η επιθυμητή είναι 1000 °C, ο controller μπορεί να ρυθμιστεί στους 1005 °C.

Επιπρόσθετα, επιβεβαιώθηκε το σημείο στο οποίο ο φούρνος παρουσιάζει πάντοτε μέγιστες τιμές, δηλαδή στα 14 cm μετρώντας από τη δεξιά πλευρά του, που εισέρχεται ο δειγματοφορέας. Επομένως, ήταν σωστή η τοποθέτηση του δειγματοφορέα, ο οποίος εγκαταστάθηκε με τέτοιο τρόπο ώστε η άκρη του ενσωματωμένου θερμοστοιχείου του να βρίσκεται στα 14 cm.

Σύμφωνα με τα παραπάνω, μπορούν να διασφαλιστούν οι συνθήκες που απαιτούνται για διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών στο φούρνο.

## 2.5 Εγκατάσταση αντλιών και εξαρτημάτων τεχνολογίας κενού

### 2.5.1 Συνδεσμολογία περιστροφικής αντλίας

Το αντλιοστάσιο θα εδραιωθεί στο μικρότερο σε μήκος τραπέζι. Στο μεσαίο επίπεδο του θα τοποθετηθεί η τουρμπομοριακή αντλία και στο κάτω επίπεδο η περιστροφική αντλία. Στην παρακάτω εικόνα δίνεται η χωρική διάταξη των αντλιών με βάση την οποία θα διαμορφωθεί η συνδεσμολογία τους:



**Εικόνα 35: Διάταξη αντλιών**

Η λειτουργία της περιστροφικής αντλίας βασίζεται σε δύο σημεία. Το σημείο κατάθλιψης (pressure connection) και το σημείο αναρρόφησης (suction connection):



**Σημείο κατάθλιψης**



**Σημείο αναρρόφησης**

**Εικόνα 36: Σημεία λειτουργίας της περιστροφικής αντλίας**

Δίπλα στο σημείο κατάθλιψης από αριστερά υπάρχει η ένδειξη 'oil fill' απ' όπου τοποθετείται στην αντλία λάδι για λίπανση και προστασία από τη διάβρωση. Στο σημείο αναρρόφησης τοποθετείται ένα δαχτυλίδι NW10 με ενσωματωμένη σήτα για μεγαλύτερη προστασία από τα υπολείμματα. Πάνω από το σημείο αναρρόφησης, βρίσκεται η ένδειξη 'gas ballast valve', και πρόκειται για μία βαλβίδα που αν μείνει ανοιχτή αυξάνει την θερμοκρασία λειτουργίας κενού της αντλίας. Στην συγκεκριμένη διάταξη, η 'gas ballast valve' θα είναι διαρκώς κλειστή, όπως και απεικονίζεται.

Ξεκινώντας τη συνδεσμολογία της περιστροφικής αντλίας από το σημείο αναρρόφησης (suction connection), πάνω στο δαχτυλίδι με τη σήτα τοποθετείται ένας

προσαρμογέας NW10 σε NW16, ώστε να συνδεθεί πάνω σε αυτόν μία ρυθμιστική βάνα NW16 σε NW16. Έπειτα, πάνω στην βάνα τοποθετήθηκε ένας ακόμα προσαρμογέας NW16 σε NW10, αλλά με αντίθετη φορά από την προηγούμενη, ώστε να επιτυγχάνεται συστολή σε διάμετρο 10 mm και να τοποθετηθεί πάνω σ' αυτόν ένας εύκαμπτος σωλήνας μήκους 30 cm NW10 σε NW10, ο οποίος με τη σειρά του αποτελεί συνδετικό κρίκο της περιστροφικής με την τουρμπομοριακή αντλία.



**Προσαρμογέας NW10 σε NW16**



**Βάνα NW16 σε NW16**



**Εύκαμπτος σωλήνας (Flexible tube NW10 σε NW10)**

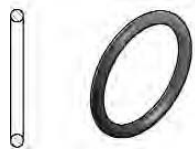


**Εικόνα 37: Εξαρτήματα στο σημείο αναρρόφησης της περιστροφικής αντλίας (suction connection fittings)**

Ασφαλώς, χρησιμοποιούνται δαχτυλίδια (seal centering rings) ανάμεσα στις μεταλλικές επιφάνειες και μεταλλικοί σφικτήρες (clamp wing nuts) ώστε να στερεώνονται και να κλείνουν αεροστεγώς όλα τα εξαρτήματα της διάταξης. Για τη εν λόγω συνδεσμολογία, χρησιμοποιήθηκαν 3 σφικτήρες NW16, 2 σφικτήρες NW25, 2 δαχτυλίδια NW10, και 2 δαχτυλίδια NW16.

Στο σημείο κατάθλιψης, τοποθετείται ένας προσαρμογέας συστολής από ανοξείδωτο χάλυβα NW10 σε NW7, όπου στην επιφάνεια του διαμέτρου 10 mm τοποθετείται ένα δαχτυλίδι από νίτον (συνθετικό από λάστιχο και ελαστομερές) διαμέτρου 25 mm. Τα παραπάνω εξαρτήματα στερεώνονται με ένα σφικτήρα NW16 και στο πάνω

μέρος (NW7) του προσαρμογέα τοποθετείται ένα λάστιχο μήκους 73 cm και πάχους 13 cm, το οποίο καταλήγει σε ένα μπουκάλι για την υποδοχή των όποιων πιθανών υπολειμμάτων:



Δαχτυλίδι από Viton, NW25



Προσαρμογέας συστολής NW10 σε NW7



Λάστιχο συλλογής υπολειμμάτων

Εικόνα 38: Εξαρτήματα στο σημείο κατάθλιψης της περιστροφικής αντλίας (Pressure connection fittings)

Μία συνολική εικόνα των σημείων αναρρόφησης και κατάθλιψης αποτυπώνεται στο παρακάτω σχήμα:



Εικόνα 39: Συνδεσμολογία περιστροφικής αντλίας

## 2.5.2 Εγκατάσταση και συνδεσμολογία τουρμπομοριακής αντλίας

Η τουρμπομοριακή αντλία τοποθετείται στο μεσαίο επίπεδο του μικρότερου σε μήκους τραπεζιού, στο οποίο εγκαθίσταται ξύλινη επιφάνεια μισού μήκους σε σχέση με του τραπεζιού, ώστε να γίνεται η σύνδεση των δύο αντλιών με τον εύκαμπτο σωλήνα.

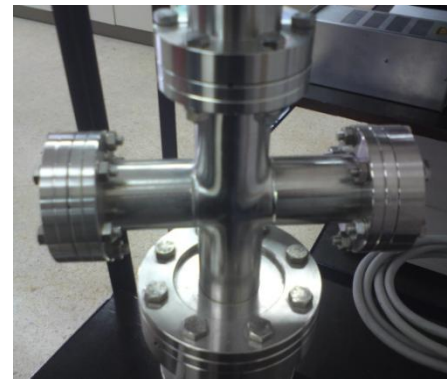
Για την εγκατάσταση της τουρμπομοριακής αντλίας χρειάστηκε πρωταρχικά να βιδωθεί στο τραπέζι μία βάση από ανοξείδωτο χάλυβα  $10 \times 10 \text{ cm}^2$  και πάχους  $1,2 \text{ cm}$ . Η αντλία βιδώνεται πάνω στη βάση αυτή με τη χρήση 2 βιδών διαμέτρου  $4 \text{ mm}$ . Ανάμεσα στη βάση και την ξύλινη επιφάνεια του τραπεζιού, τοποθετείται μία διπλή στρώση από αντικραδασμικό λάστιχο  $10 \times 10 \text{ cm}^2$  και πάχους  $3 \text{ mm}$ , ώστε να απορροφάει τυχόν κραδασμούς κατά την λειτουργία και δόνηση της τουρμπομοριακής αντλίας. Η βάση και οι ανοξείδωτες βίδες διαμέτρου  $8 \text{ mm}$  που χρησιμοποιήθηκαν για το βίδωμα της φαίνονται στην παρακάτω εικόνα:





**Εικόνα 40: Βάση τουρμπομοριακής αντλίας**

Στη συνέχεια, δίνεται μία συγκριτική εικόνα παρακάτω όπου αριστερά φαίνεται το μοντέλο της τουρμπομοριακής αντλίας TMU 064 όπως παραλήφθηκε χωρίς τον CF σταυρό, και στο κέντρο και στα δεξιά της εικόνας ο CF σταυρός και ο συνδυασμός των δύο:



**Εικόνα 41: Τουρμπομοριακή αντλία & CF σταυρός**

Το κάτω μέρος του CF σταυρού έχει εσωτερική διάμετρο 66 mm, όσο δηλαδή και το πάνω μέρος της τουρμπομοριακής αντλίας, στο οποίο βιδώθηκε ο σταυρός με τη χρήση 6 βιδών διαμέτρου 7 mm. Ανάμεσα τους παρεμβλήθηκε ένα χάλκινο δαχτυλίδι διαμέτρου 60 mm. Αξίζει να σημειωθεί ότι στο πάνω μέρος της αντλίας υπάρχει σήτα, ώστε να προστατεύεται αυτή από υπολείμματα που μπορεί να δημιουργηθούν κατά τη χρήση της.

Όσον αφορά τις υπόλοιπες 3 CF σωληνωτές πλευρές του σταυρού. Στις 2 οριζόντιες τοποθετούνται τάπες (blinds) ενώ η πάνω συνδέεται με ένα προσαρμογέα συστολής 30 CF σε 40 KF. Για την εγκατάσταση αυτή έγινε χρήση 18 βιδών διαμέτρου 6 mm με τις αντίστοιχες ροδέλες και τα παξιμάδια τους, καθώς και 3 χάλκινων δαχτυλιδιών.

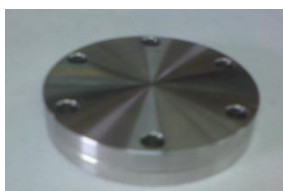
Ο προσαρμογέας συστολής συνδέεται με έναν εύκαμπτο σωλήνα NW40 σε NW40 μήκους 45 cm, ο οποίος ενώνεται με μία βάνα κενού, η οποία ενσωματώνεται στον σταυρό. Για αυτή τη συνδεσμολογία απαιτούνται 2 σφικτήρες NW40 και 2 δαχτυλίδια NW40 από νίση και ανοξείδωτο χάλυβα.

Τέλος, προκειμένου να λειτουργήσει η τουρμπομοριακή αντλία χρειάζεται έναν ρυθμιστή (controller), ο οποίος ενώνεται μέσω ενός καλωδίου (vacuum cable) με την αντλία. Ακόμα, ενσωματώνονται στην αντλία δύο συνδέσεις για το νερό ψύξης (water cooling connections), οι οποίες συνδέονται με θερμοστάτη ή βάνα βρύσης για περιπτώσεις πολύ υψηλών θερμοκρασιών.

Στις παρακάτω φωτογραφίες φαίνονται τα βασικά μέρη που χρησιμοποιήθηκαν για την εγκατάσταση και τη συνδεσμολογία της τουρμπομοριακής αντλίας:



**Τάπα (Blind CF)**



**Βίδα M18**



**Βάνα κενού & εύκαμπτος σωλήνας**



**Ρυθμιστής (Turbo pump controller)**



**Καλώδιο σύνδεσης αντλίας-ρυθμιστή (Vacuum cable)**



**Συνδέσεις νερού ψύξης (Water cooling connections)**





**Εικόνα 42: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία τουρμπομοριακής αντλίας**

### **2.5.3 Εγκατάσταση μετρητή πίεσης (transducer) και καταγραφικού ρυθμιστή (vacuum controller)**

Αρχικά, προτού εξεταστεί η διαδικασία παραγωγής κενού από τις 2 εγκατεστημένες μηχανικές αντλίες, που περιγράφηκαν λεπτομερώς παραπάνω, ήταν απαραίτητη η εγκατάσταση ενός μετρητή πίεσης (transducer), και του αντιστοίχου καταγραφικού ρυθμιστή του (vacuum controller).

Ο μετρητής πίεσης συνδέεται από την κάτω του πλευρά με τον σταυρό μέσω ενός προσαρμογέα συστολής NW16 σε NW40. Ενώ στην πάνω του πλευρά γίνεται σύνδεση με ένα καλώδιο το οποίο ενώνεται με την πίσω πλευρά του καταγραφικού ρυθμιστή. Για αυτή τη συνδεσμολογία, απαιτούνται 2 σφικτήρες NW40 και NW16 και 2 δαχτυλίδια NW40 και NW16 από νίτιν και ανοξείδωτο χάλυβα. Ο καταγραφικός ρυθμιστής του μετρητή πίεσης εγκαθίσταται δίπλα στον ρυθμιστή της τουρμπομοριακής αντλίας στο μεσαίο επίπεδο του μεγάλου τραπέζιου. Οι τιμές πίεσης που διαβάζει καταγράφονται σε μονάδες mbar.

Τα εξαρτήματα, η διάταξη και η συνδεσμολογία των προαναφερθέντων, απεικονίζονται παρακάτω:



Μετρητής πίεσης (Transducer)



Καταγραφικός ρυθμιστής (vacuum controller)



Προσαρμογέας συστολής NW16 σε NW40



Συνδεσμολογία μετρητή πίεσης



Πίσω όψη ηλεκτρικών συνδέσεων



Διάταξη ρυθμιστών

Εικόνα 43: Εγκατάσταση και συνδεσμολογία μετρητή πίεσης & καταγραφικού ρυθμιστή

## 2.6 Πειραματική διαδικασία παραγωγής κενού

Με σκοπό τον έλεγχο της λειτουργίας και απόδοσης των 2 αντλιών, αλλά και της στεγανότητας των μερών της πειραματικής διάταξης, που έχουν συνδεθεί με την περιστροφική, την τουρμπομοριακή αντλία και τον διπλό σταυρό, ακολουθείται μία συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία άντλησης κενού. Αυτή συνοψίζεται στα εξής βήματα:

1. Συσφίγγονται πολύ καλά με τη χρήση σφικτήρων και βιδών όλα τα συστατικά μέρη της συνδεσμολογίας των αντλιών και του σταυρού, ώστε να κλείσουν αεροστεγώς και να μην εισέρχεται (όσο είναι αυτό δυνατόν) ατμοσφαιρικός αέρας μέσα στη διάταξη. Τα μέρη αυτά είναι: ο αντιδραστήρας, ο μετρητής πίεσης (transducer), η βάνα κενού, ο βραχίονας (manipulator), οι αντάπτορες, οι προσαρμογείς συστολής, οι εύκαμπτοι σωλήνες, η βάνα της περιστροφικής αντλίας, οι τάπες (blinds CF ) και ο CF σταυρός της τουρμπομοριακής αντλίας, και η τάπα (Blind KF) ή εναλλακτικά η τάπα σωλήνα 6 mm που θα τοποθετηθεί στο πάνω μέρος του σταυρού.
2. Τίθεται σε λειτουργία η περιστροφική αντλία έχοντας ανοιχτές τις βάνες της διάταξης. Δηλαδή, η βάνα που συνδέεται με την περιστροφική αντλία έχει διεύθυνση παράλληλη με το λάστιχο συλλογής υπολειμμάτων, όπως εικονίζεται και παραπάνω. Και η βάνα κενού στρέφεται αριστερόστροφα. Έτσι, επιτυγχάνεται η παραγωγή συνθηκών κενού σε όλο το μήκος και ύψος των μερών της διάταξης από το σημείο αναρρόφησης (suction connection) της περιστροφικής αντλίας μέχρι το εσωτερικό του σταυρού και του αντιδραστήρα, ο οποίος περιβάλλει τον δειγματοφορέα και άρα το δείγμα.
3. Αναμένεται ένα χρονικό διάστημα ούτως ώστε η περιστροφική αντλία να δημιουργήσει υποπίεσεις της τάξης των  $10^{-2} - 10^{-3} \text{ mbar}$ . Οι επιμέρους πιέσεις μετρώνται από τον μετρητή πίεσης (transducer) και καταγράφονται από τον αντίστοιχο καταγραφικό ρυθμιστή του (vacuum controller), ο οποίος ρυθμίζεται να δείχνει μονάδες mbar.
4. Ξεκινάει και η λειτουργία της τουρμπομοριακής αντλίας από τον ρυθμιστή της (turbo pump controller). Εφόσον τα προηγούμενα βήματα έχουν γίνει σωστά, μέσα σε ένα χρονικό 10–15 min δημιουργούνται συνθήκες πιέσεων υψηλού κενού της τάξης των  $10^{-4} - 10^{-5} \text{ mbar}$ .
5. Αφότου σταθεροποιηθεί η ένδειξη του καταγραφικού ρυθμιστή σε μία τιμή πίεσης, κλείνει η βάνα κενού τελείως στρίβοντας την δεξιόστροφα. Κατά αυτό τον τρόπο

απομονώνονται οι συνθήκες κενού στο εσωτερικό του σταυρού και του αντιδραστήρα. Ωστόσο, έχοντας εκμηδενίσει την επίδραση των αντλιών στο συγκεκριμένο χώρο, η πίεση αρχίζει και αυξάνεται.

6. Σε αυτό το σημείο και για τα επόμενα 30–40 min, καταγράφονται οι τιμές της πίεσης που αυξάνονται συνεχώς με την πάροδο του χρόνου, προκειμένου να καταστρωθεί το διάγραμμα πίεσης-χρόνου και να υπολογισθεί το ποσοστό διαρροής (leak rate) που εμφανίζει η διάταξη μέσα στο παραπάνω χρονικό διάστημα. Κατά αυτόν τον τρόπο, ελέγχεται ο χρόνος μέσα στον οποίο διατηρούνται συνθήκες κενού μέσα στο χώρο όπου βρίσκεται το δείγμα και εξάγονται αναλόγως τα συμπεράσματα.

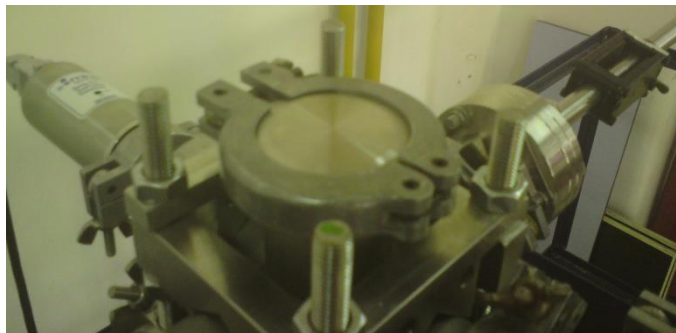
Στον παρακάτω πίνακα εμφανίζονται συνοπτικά τα αποτελέσματα των τριών πειραμάτων που διεξήχθησαν, τα οποία και θα συζητηθούν στις υποενότητες που ακολουθούν:

ΠΕΙΡΑΜΑ	1	2	3
ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΟ	Τάπα (Blind KF)	Τάπα σωλήνα (tube cover)	Φιάλη $O_{18}$ (Oxygen bottle)
ΤΟΥΡΜΠΟΜΟΡΙΑΚΗ ΑΝΟΙΧΤΗ	$10^{-5} \text{ mbar}$	$10^{-5} \text{ mbar}$	$10^{-4} \text{ mbar}$
ΤΟΥΡΜΠΟΜΟΡΙΑΚΗ ΚΛΕΙΣΤΗ	$10^{-3} - 10^{-2} \text{ mbar}$	$10^{-1} - 10^0 \text{ mbar}$	$10^{-3} - 10^{-2} \text{ mbar}$
ΠΟΣΟΣΤΟ ΔΙΑΡΡΟΗΣ	$0,0022 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}$	$0,07 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}$	$0,0033 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}$

Πίνακας 2: Αποτελέσματα πειραμάτων διαδικασίας παραγωγής κενού

### 2.6.1 Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα (Blind KF) στον διπλό σταυρό

Στο πρώτο πείραμα κατά το οποίο πραγματοποιήθηκε η παραπάνω διαδικασία άντλησης κενού, τοποθετήθηκε μία τάπα (Blind KF) στο πάνω μέρος του σταυρού όπως απεικονίζεται κάτωθι:



Εικόνα 44: Τάπα (Blind KF)

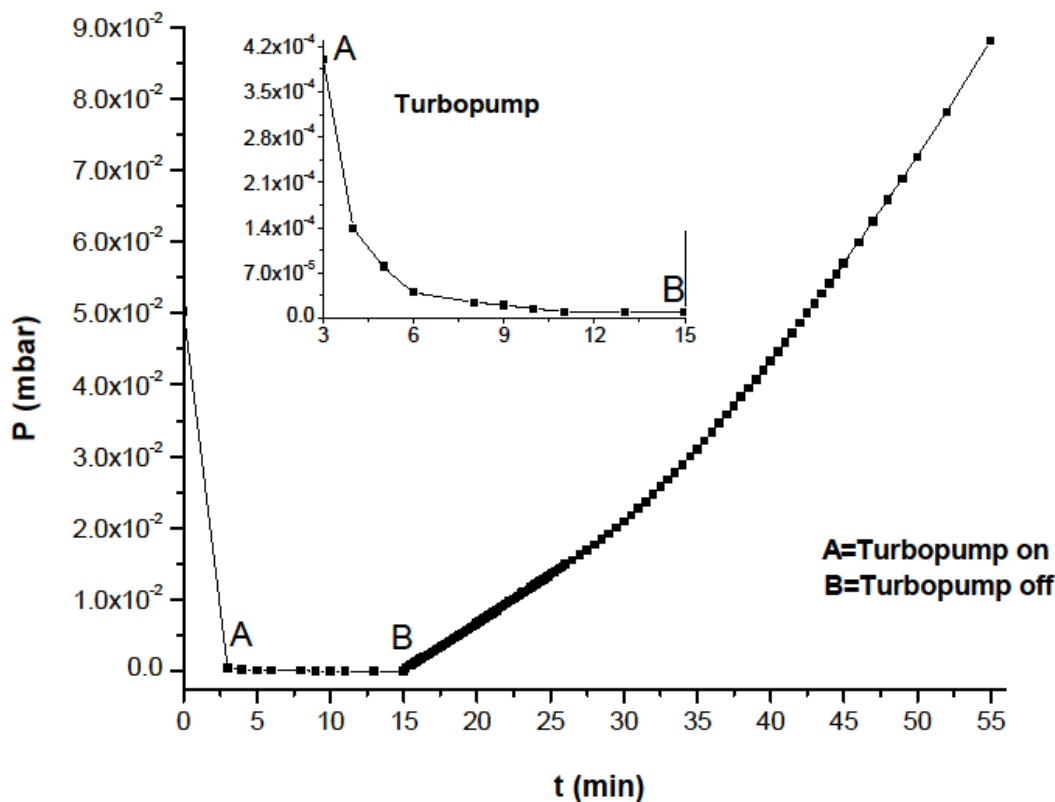
Πριν ξεκινήσει να λειτουργεί η περιστροφική αντλία, η πίεση που κατέγραψε ο ρυθμιστής του μετρητή πίεσης ήταν λίγο υποατμοσφαιρική, και συγκεκριμένα στα  $987,1 \text{ mbar} < 1013 \text{ mbar} \cong 1 \text{ atm}$ . Γεγονός όμως, που δεν επηρέαζε πουθενά στη λειτουργικότητα της διάταξης.

Αφότου τέθηκε σε λειτουργία η πρώτη αντλία, μετά το πέρας 2 h καταγράφηκε πίεση  $5,03 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$  και σε κείνο το σημείο ενεργοποιήθηκε και η τουρμπομοριακή αντλία από τον ρυθμιστή της. Πρέπει να σημειωθεί ότι αν αφηνόταν περισσότερο χρονικό διάστημα να λειτουργεί μόνη της η περιστροφική αντλία, η πίεση θα μειωνόταν περισσότερο με πολύ χαμηλούς ρυθμούς και πιθανόν να έφτανε μετά από ώρες σε μεγέθη της τάξης των  $10^{-3} \text{ mbar}$ . Ωστόσο, δε θα υπήρχε κάποια χρησιμότητα να γίνει αυτό, καθώς είναι ασφαλής η λειτουργία της τουρμπομοριακής αντλίας σε συνθήκες κενού  $\leq 10^{-2} \text{ mbar}$ . Σε πιέσεις μεγαλύτερες από την τελευταία απαγορεύεται να τεθεί σε λειτουργία η τουρμπομοριακή αντλία.

Από τη στιγμή που άρχισε να δημιουργεί χαμηλές πιέσεις υψηλού κενού η τουρμπομοριακή αντλία, είναι αξιοσημείωτο ότι μέσα σε λιγότερα από 2 min καταγράφηκαν μεγέθη της τάξης των  $10^{-4} \text{ mbar}$ , έπειτα σε 5 min πιέσεις των  $10^{-5} \text{ mbar}$ , ενώ ακριβώς  $1 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$  σε 15 min.

Εν συνεχεία και σύμφωνα με τα βήματα 5 και 6, καταγράφηκαν με βήμα 10 sec για τα πρώτα 11 min, βήμα 30 sec μέχρι τα 30 min και βήμα 1 min μέχρι τα 43 min, οι επιμέρους πιέσεις που αύξαναν συνεχώς.

Η διακύμανση της πίεσης συναρτήσει του χρόνου μετά το άνοιγμα της τουρμπομοριακής αντλίας και μετά το κλείσιμο της βάνας κενού, αποτυπώνεται στο παρακάτω διάγραμμα:



Γράφημα 5: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου μετά το άνοιγμα της τουρμπομοριακής αντλίας (A) και μετά το κλείσιμο της (B), για τάπα (Blind KF) στον διπλό σταυρό

Όπως φαίνεται από το παραπάνω γράφημα, μεταξύ των σημείων A και B (3-15 min) της λειτουργίας της τουρμπομοριακής αντλίας η πίεση μειώνεται κατακόρυφα από  $4,2 \cdot 10^{-4}$  mbar στα  $10^{-5}$  mbar. Μετά το 15 min (B), όπου κλείνει τελείως η βάνα κενού του σταυρού και τίθεται η τουρμπομοριακή εκτός λειτουργίας, η πίεση αυξάνεται εκθετικά μέσα στον απομονωμένο χώρο του σταυρού και του αντιδραστήρα (15-55 min) και ανέρχεται στα  $8,8 \cdot 10^{-2}$  mbar στο τέλος της διαδικασίας λήψης μετρήσεων (55 min).

Ένας τρόπος υπολογισμού της ποσότητας ατμοσφαιρικού αέρα σε μονάδες πίεσης ανά χρόνο είναι το ποσοστό διαρροής (leak rate). Αυτό εκφράζεται ως το πηλίκο της τελικής μέτρησης μείον της αρχικής διά τον συνολικό χρόνο, λαμβάνοντας υπόψη ως σημείο μηδέν

τη στιγμή που έκλεισε η βάννα κενού. Επομένως, το ποσοστό διαρροής για το πρώτο

$$\text{πειράμα είναι: } leak \text{ rate} = \frac{(P_{\text{τελ}} - P_{\text{αρχ}})}{t} = \frac{8.8 \cdot 10^{-2} - 10^{-5}}{40} \frac{\text{mbar}}{\text{min}} = 0.0022 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}.$$

Αποτιμώντας τα παραπάνω αποτελέσματα, η συνολική διαδικασία άντλησης κενού ήταν ιδιαίτερα ικανοποιητική. Και αυτό διότι, αφενός επιτεύχθηκαν συνθήκες υψηλού κενού σε διάστημα λίγων λεπτών με τη λειτουργία της τουρμπομοριακής αντλίας, και αφετέρου μετά την απενεργοποίηση της, διατηρήθηκαν αυτές οι συνθήκες σε τάξεις των  $10^{-3} \text{ mbar}$  στα πρώτα 7 λεπτά ενώ παρέμεινα σε τάξεις των  $10^{-2} \text{ mbar}$  για το διάστημα 7-40 min. Αποτέλεσμα που έδειξε την καλή λειτουργικότητα της διάταξης των αντλιών, καθώς και την υψηλή στεγανότητα που μπορούν να παρέχουν τα εξαρτήματα τεχνολογίας υψηλού κενού εφόσον συνδεθούν γερά με τη χρήση μεταλλικών βιδών και σφικτήρων.

### 2.6.2 Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα σε σωλήνα 6 mm (tube cover), που είναι εγκατεστημένος στον διπλό σταυρό

Στο δεύτερο πείραμα που πραγματοποιήθηκε, τοποθετήθηκε ένας εύκαμπτος σωλήνας 6 mm στο πάνω μέρος του διπλού σταυρού και σφραγίστηκε με μία βιδωτή τάπα, όπως απεικονίζεται παρακάτω:

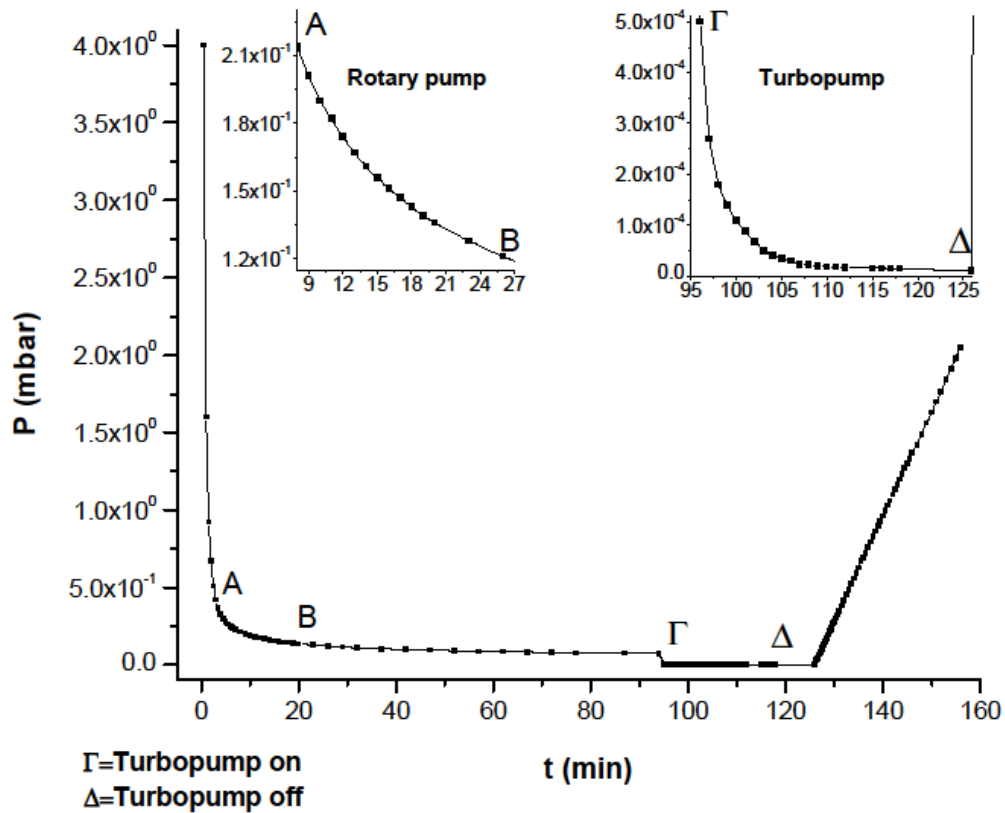


Εικόνα 45: Τάπα σε σωλήνα διαμέτρου 6 mm (Tube cover)

Η λογική αυτού του πειράματος πέραν της επαναληψιμότητας των μετρήσεων ήταν και ο έλεγχος της δημιουργίας πιέσεων κενού στο εσωτερικό του κεραμικού

αντιδραστήρα, με τη χρήση συνδέσεων που θα χρησιμοποιηθούν και στη συνέχεια προκειμένου να ολοκληρωθεί η διάταξη της εγκατάστασης. Αυτό θα δειχθεί ωστόσο αργότερα με την ανάλυση του τρίτου πειράματος.

Στο παρακάτω διάγραμμα αποτυπώνεται η συνολική διακύμανση των τιμών πίεσης συναρτήσει του χρόνου του δεύτερου πειράματος από την αρχή ως το τέλος της διαδικασίας παραγωγής κενού:



Γράφημα 6: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για τάπα σε σωλήνα 6 mm (Tube cover), που είναι εγκατεστημένος στον διπλό σταυρό. A-B: Επιλεγμένο χρονικό διάστημα λειτουργίας της περιστροφικής αντλίας, Γ: Τουρμπομοριακή αντλία σε λειτουργία, Δ: Τέλος λειτουργίας της τουρμπομοριακής

Ξεκινώντας την καταγραφή των μετρήσεων, σημειώνεται η πτώση της πίεσης συναρτήσει του χρόνου έχοντας θέσει σε λειτουργία την περιστροφική αντλία (rotary pump). Όπως γίνεται αντιληπτό και παραπάνω, από τα πρώτα λεπτά οι πιέσεις



κατέρχονται σε τάξεις των  $10^{-1} \text{ mbar}$  (βλ. διάστημα A-B), ενώ μετά τα 40 min σημειώνονται τάξεις των  $10^{-2} \text{ mbar}$ . Έπειτα από διάστημα 95 min, καταγράφεται υποπίεση  $7,31 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ , η οποία είναι αρκετή ώστε να ξεκινήσει η τουρμπομοριακή αντλία (turbo pump) χωρίς κίνδυνο.

Στο διάστημα της ταυτόχρονης λειτουργίας των 2 αντλιών 95-125 min (βλ. διάστημα Γ-Δ) πρέπει να σημειωθεί ότι ενώ καταγράφηκε κατά ανάλογο τρόπο η διακύμανση της πίεσης με το χρόνο όπως με το πρώτο πείραμα, οι επιμέρους πιέσεις δεν σταθεροποιούνταν στο πάνελ του καταγραφικού ρυθμιστή. Και αυτός ήταν ο λόγος που αφέθηκε να λειτουργεί διπλάσιο χρόνο η τουρμπομοριακή αντλία σε σχέση με την προηγούμενη φορά (30 min έναντι 15 min). Πιο αναλυτικά, μετά το πέρας 2 λεπτών λειτουργίας της τουρμπομοριακής αντλίας, στα 97 min καταγράφεται πίεση χαμηλού κενού  $5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  (Σημείο Γ), ενώ από τα 102 έως τα 125 min οι πιέσεις κυμαίνονται στη τάξη των  $10^{-5} \text{ mbar}$ .

Μετά το κλείσιμο της βάνας κενού και την παράλληλη παύση της λειτουργίας των αντλιών (Σημείο Δ), γίνεται ευδιάκριτη και από το παραπάνω γράφημα η γραμμική άνοδος της πίεσης με τον χρόνο στον απομονωμένο χώρο που διαμορφώνει ο διπλός σταυρός με τον αντιδραστήρα, ο οποίος περιβάλλει τον δειγματοφορέα. Καταγράφηκαν τιμές πιέσεων για 30 min. Είναι αξιοσημείωτο ότι εντός μόλις 2 λεπτών (127 min) η πίεση είχε ανέβει κατακόρυφα από  $10^{-5} \text{ mbar}$  στις τάξεις των  $10^{-1} \text{ mbar}$ , ενώ στα 140 min η πίεση ανήλθε στο 1 mbar και η τελική μέτρηση στα 155 min στα 2 mbar.

Ακόμα, το ποσοστό διαρροής για το δεύτερο πείραμα είναι:

$$\text{leak rate} = \frac{(P_{\text{τελ}} - P_{\text{αρχ}})}{t} = \frac{2,05 - 10^{-5}}{30} \frac{\text{mbar}}{\text{min}} = 0,07 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}.$$

Συμπεραίνοντας από τα αποτελέσματα του παραπάνω γραφήματος όσον αφορά το δεύτερο πείραμα, προκύπτει η παρατήρηση ότι η διάταξη δε κατόρθωσε να διατηρήσει συνθήκες κενού για πάνω από 2 λεπτά. Ενώ στο πρώτο πείραμα με την τοποθέτηση της τάπας (Blind KF) διατηρήθηκαν πιέσεις της τάξης των  $10^{-2} \text{ mbar}$  μέχρι και το 40 min. Πράγμα που αποδίδεται ξεκάθαρα στο μεγάλο ποσοστό διαρροής (leak rate) ατμοσφαιρικού αέρα εντός της διάταξης, αποκλείοντας βάσει λογικής το ενδεχόμενο η μόλις μερικών κυβικών εκατοστών προέκταση σε όγκο του συνόλου της διάταξης, εντός της οποίας επιχειρείται η δημιουργία και διατήρηση κενού, να επέφερε τόσο σημαντικές αλλαγές μεταξύ των 2 πειραμάτων. Αυτό το πόρισμα θα επιβεβαιωθεί και στη συνέχεια

από το τρίτο και τελευταίο πείραμα και την επερχόμενη συζήτηση των τελικών συγκριτικών αποτελεσμάτων.

### 2.6.3 Διάγραμμα πίεσης-χρόνου για εγκατεστημένη φιάλη $O_{18}$ (Oxygen bottle)

Προκειμένου να ολοκληρωθεί η πειραματική διάταξη, κρίθηκε σκόπιμη η εγκατάσταση μιας φιάλης που περιέχει αέριο οξυγόνο μοριακού βάρους 18,  $O_{18}$ , η οποία θα συνδέεται μέσω σωληνώσεων με τον διπλό σταυρό ώστε να μπορεί να διαχυθεί οξυγόνο σε δείγματα που θα φέρει ο δειγματοφορέας σε μελλοντικές έρευνες.

Όπως απεικονίζεται παραστατικά και στις παρακάτω εικόνες, πραγματοποιήθηκαν ορισμένες αλλαγές στη διάταξη. Πιο συγκεκριμένα, στη φιάλη οξυγόνου βιδώθηκε μια βάννα που θα ρυθμίζει την παροχή του αερίου. Στην πίσω πλευρά της βάννας βιδώθηκε μία μεταλλική επιφάνεια, η οποία με τη σειρά της βιδώθηκε στην ξύλινη επιφάνεια του μεσαίου επίπεδου του μεγάλου τραπεζιού. Κατά αυτόν τον τρόπο εγκαταστάθηκε η φιάλη επιτυχώς. Και η σύνδεση της με τον σταυρό επιτεύχθηκε με την ένωση σωληνώσεων εσωτερικής διαμέτρου 6 mm. Δηλαδή, ένα μικρό σωληνάκι που σχηματίζει γωνία 90 μοιρών ώστε πάνω του να συνδεθεί με ένα σφικτήρα τύπου wing nut NW16 ένας εύκαμπτος σωλήνας μήκους περίπου 1 m, ο οποίος θα καταλήγει σε ένα προσαρμογέα συστολής ,διαμέτρου NW12 σε NW17, που αποτελεί το συνδετικό κρίκο του σταυρού και του σωλήνα. Για την τελευταία σύνδεση χρησιμοποιούνται 2 σφικτήρες τύπου wing nut NW16 και NW40. Τέλος, όπως φαίνεται και κάτωθι ο μετρητής πίεσης (transducer) μεταφέρεται στο πάνω μέρος του σταυρού ώστε να γίνουν αυτές οι αλλαγές.



Φιάλη  $O_{18}$  με βάνα βιδωμένη σε μεταλλική επιφάνεια



Μεταλλική επιφάνεια βιδωμένη στο μεσαίο επίπεδο του μεγάλου τραπέζιού



Μετρητής πίεσης (transducer) στο πάνω μέρος του σταυρού

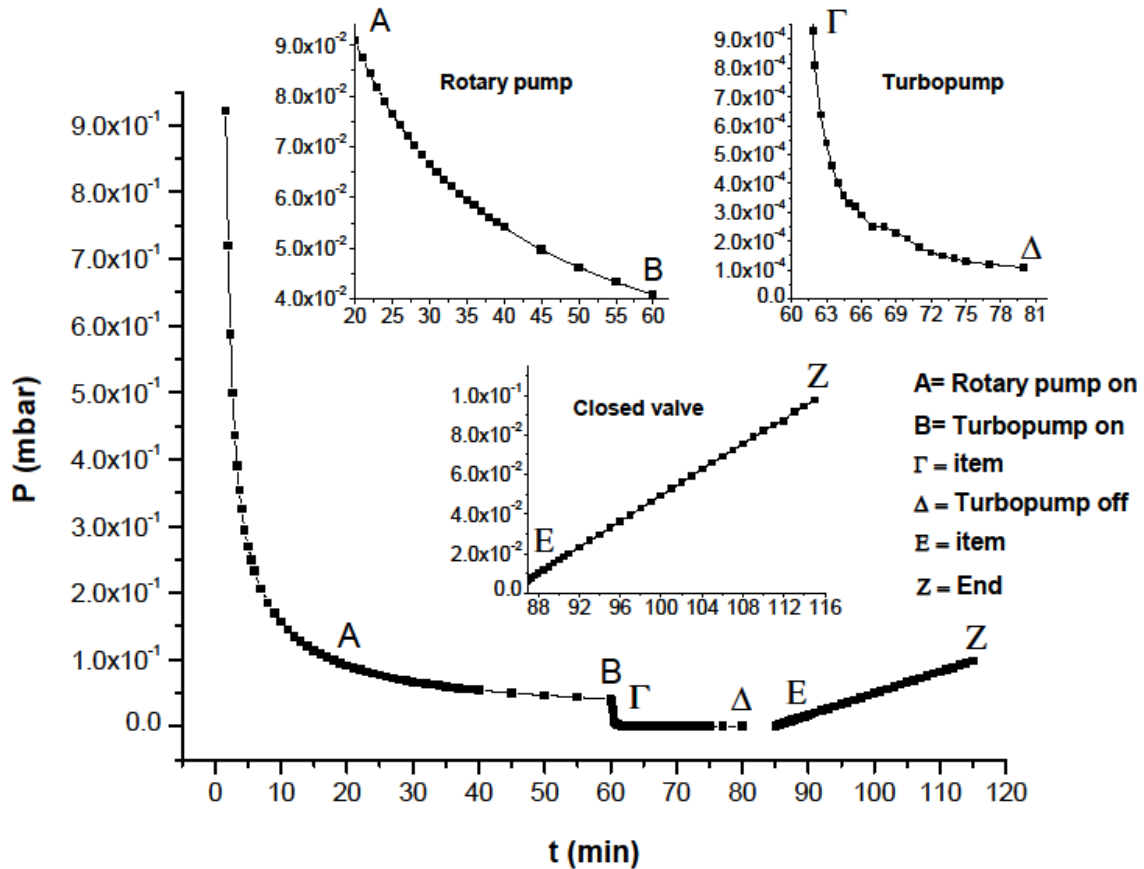


Εικόνα 46: Εγκατάσταση φιάλης  $O_{18}$  (Oxygen bottle)

Το τρίτο πείραμα λοιπόν, είναι η ίδια διαδικασία άντλησης κενού και κατάστρωση των αντιστοίχων διαγραμμάτων πίεσης-χρόνου με τη διαφορά ότι έχει διευρυνθεί ο χώρος λόγω των συνδέσεων της φιάλης οξυγόνου που προστέθηκε.

Τα αποτελέσματα της διαδικασίας παραγωγής κενού φαίνονται στα παρακάτω διάγραμμα, όπου παρουσιάζεται η συνολική διακύμανση της μεταβολής της πίεσης με το

χρόνο από τη στιγμή που ξεκίνησε η λειτουργία της πρώτης αντλίας μέχρι και 30 min αφότου είχαν κλείσει και οι 2 αντλίες, που ολοκληρώθηκε η διαδικασία λήψης μετρήσεων:



Γράφημα 7: Διάγραμμα πίεσης-χρόνου με κλειστή βάνα φιάλης  $O_{18}$ . A: Περιστροφική Αντλία σε λειτουργία, B: Τουρμπομοριακή αντλία σε λειτουργία, Γ: Σημείο, Δ: Κλείσιμο τουρμπομοριακής, E: Σημείο, Z: Τέλος μετρήσεων

Από τη στιγμή που τέθηκε σε λειτουργία η περιστροφική αντλία, η πίεση μειώνεται δραματικά και μετά από 2 min βρίσκεται σε τάξεις των  $10^{-1}$  mbar μέχρι και τα πρώτα 20 min (Σημείο A). Εν συνεχεία μέχρι και τα 60 min (Διάστημα A-B) η πίεση ελαττώνεται με πιο αργούς ρυθμούς, αλλά σε τάξεις των  $10^{-2}$  mbar.

Στα  $4 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$  (Σημείο Β) τίθεται σε λειτουργία και η τουρμπομοριακή αντλία. Η πίεση τότε αρχίζει και μειώνεται με ιλιγγιώδη ρυθμό (Διάστημα Β-Γ) και σε μόλις 2 min πιάνει τα  $9 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  (Σημείο Γ). Ακολούθως, από τα 62 min μέχρι και τα 80 min (Διάστημα Γ-Δ) η πίεση κατέρχεται με αργούς ρυθμούς σε τάξεις των  $10^{-4} \text{ mbar}$ . Έπειτα, η λειτουργία των 2 αντλιών διακόπτεται και ταυτόχρονα κλείνει η βάννα κενού, ώστε να απομονωθούν οι συνθήκες υψηλού κενού στο χώρο που περιβάλλει αποκλειστικά ο σταυρός και ο αντιδραστήρας, στα  $1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  (Σημείο Δ).

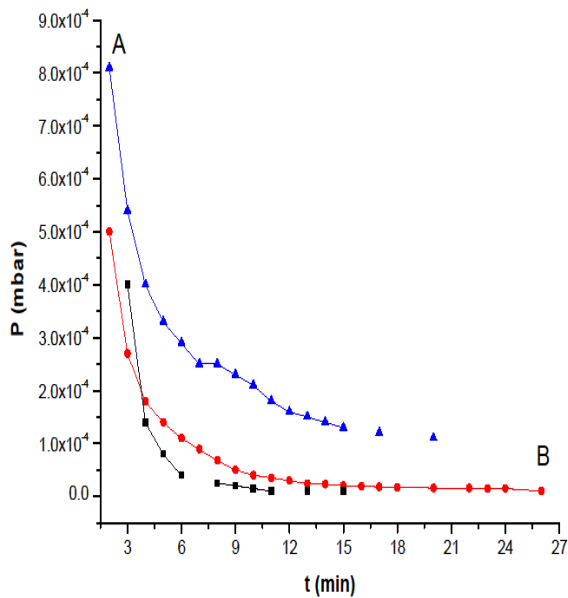
Μετά το κλείσιμο της βάννας, στα πρώτα 3 min διατηρούνται συνθήκες κενού της τάξεως των  $10^{-3} \text{ mbar}$ , ενώ είναι αξιοσημείωτο ότι στο υπόλοιπο εναπομείναν διάστημα λήψης μετρήσεων μεταξύ 83 και 113 min (Διάστημα Ε-Ζ) οι μεταβολές της αυξανόμενης πίεσης με το χρόνο κυμαίνονται σε τάξεις των  $10^{-2} \text{ mbar}$ .

Το γεγονός αυτό είναι πολύ θετικό αφού διατηρούνται συνθήκες κενού. Το θετικό αποτέλεσμα του τρίτου πειράματος επιβεβαιώνεται και από το ποσοστό διαρροής που υπολογίζεται ως εξής:

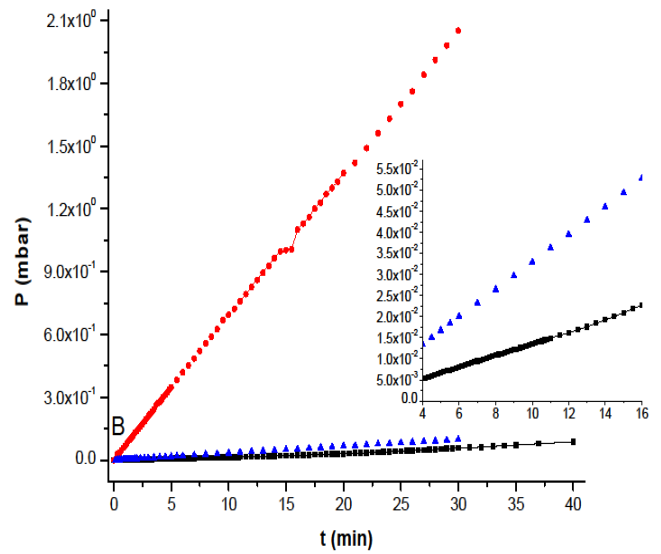
$$\text{leak rate} = \frac{(P_{\text{τελ}} - P_{\text{αρχ}})}{t} = \frac{9.88 \cdot 10^{-2} - 10^{-4}}{40} \frac{\text{mbar}}{\text{min}} = 0.0033 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}.$$

#### 2.6.4 Συνολικό-συγκριτικό διάγραμμα πίεσης-χρόνου

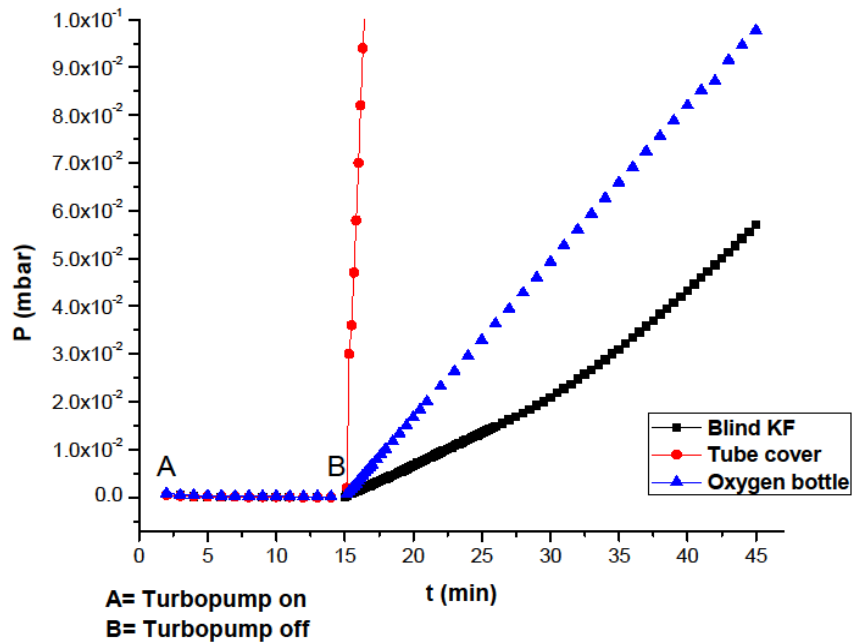
Με στόχο να γίνει μια σύνοψη των αποτελεσμάτων των τριών πειραμάτων, στο παρακάτω γράφημα παρουσιάζονται οι 3 αντίστοιχες καμπύλες μεταβολής της πίεσης με το χρόνο. Πιο αναλυτικά, στο πρώτο πείραμα όπου χρησιμοποιήθηκε η τάπα τύπου Blind KF40, η αντίστοιχη καμπύλη είναι σε μαύρο χρώμα. Ομοίως για το δεύτερο (τάπα σωλήνα) και τρίτο (φιάλη  $O_{18}$ ) πείραμα, οι καμπύλες απεικονίζονται με κόκκινο και μπλε χρώμα αντιστοίχως. Είναι εμφανή 2 σημεία κλειδιά, το Α που σηματοδοτεί το άνοιγμα της τουρμπομοριακής αντλίας, και το Β που αναφέρεται στο κλείσιμο της βάννας κενού καθώς και των 2 αντλιών.



**Turbopump on**



**Closed valve (Turbopump off)**



Γράφημα 8: Συνολικό-συγκριτικό διάγραμμα πίεσης-χρόνου με βάση τις διαφορετικές συνδέσεις: Τάπα (Blind KF-μαύρο), Τάπα σωλήνα (Tube cover-κόκκινο) και Φιάλη  $O_{18}$  (Oxygen bottle-μπλε)

Αρχικά, παρατηρώντας την πάνω αριστερά εικόνα η οποία αποτελεί ένα 'ζουμ' (από τάξεις  $10^{-2} \text{ mbar}$  σε  $10^{-4} \text{ mbar}$ ) του παραπάνω γραφήματος και αναφέρεται στο διάστημα λειτουργίας της τουρμπομοριακής αντλίας (Διάστημα A-B), είναι εμφανής η μεγαλύτερη μείωση της πίεσης της κόκκινης και της μαύρης καμπύλης συγκριτικά με αυτή της μπλε. Το γεγονός αυτό δικαιολογείται από την προσθήκη σωλήνων και εξαρτημάτων στο τρίτο πείραμα ώστε να εγκατασταθεί η φιάλη οξυγόνου. Κατά αυτόν τον τρόπο αυξήθηκε και ο όγκος της διάταξης και έτσι καταστάθηκε πιο δύσκολο για την τουρμπομοριακή αντλία να δημιουργήσει συνθήκες υψηλού κενού. Πράγμα το οποίο δεν συνέβη με τις τάπες που είχαν τοποθετηθεί στο πρώτο και δεύτερο πείραμα.

Στη συνέχεια, μετά το κλείσιμο της βάνας κενού και των 2 αντλιών (Σημείο B), φαίνονται οι διακυμάνσεις των 3 καμπυλών στο γράφημα καθώς και το αντίστοιχο 'ζουμ' του στη πάνω δεξιά εικόνα μετά το σημείο B. Είναι προφανής, όπως τονίστηκε και παραπάνω, η γρήγορη και μεγάλη αύξηση της πίεσης στη περίπτωση του δεύτερου πειράματος και οφείλεται στο μεγάλο ποσοστό διαρροής αέρα λόγω κακής σύσφιξης των σφικτήρων και των βιδών που κλείνουν αεροστεγώς τα μέρη της διάταξης.

Ωστόσο, είναι ευδιάκριτη και η παρόμοια αύξηση της πίεσης από την μαύρη και μπλε καμπύλη, που αντιστοιχούν στο πρώτο και τρίτο πείραμα. Αμφότερες αυτές οι καμπύλες κυμαίνονται σε τάξεις των  $10^{-2} \text{ mbar}$  στο μεγαλύτερο διάστημα λήψης των μετρήσεων, ενώ η μπλε ανέρχεται πιο γρήγορα σε λίγο μεγαλύτερες τιμές. Επομένως, προκύπτει ότι έχοντας εγκαταστήσει την φιάλη οξυγόνου με τα συνδεδεμένα μέρη, οι συνθήκες κενού διατηρούνται σε λίγο χαμηλότερα επίπεδα έναντι αυτών του πρώτου πειράματος. Κάτι που επίσης είναι εύλογο όπως φαίνεται και από το μεγαλύτερο ποσοστό διαρροής του τρίτου πειράματος ( $0,0033 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}$  έναντι  $0,0022 \frac{\text{mbar}}{\text{min}}$ ), που αποδίδεται στον επιπρόσθετο όγκο που εγκαταστάθηκε λόγω της φιάλης.

### 2.6.5 Συμπεράσματα

Λαμβάνοντας όλα τα παραπάνω υπόψη, μετά το πέρας των πειραμάτων διαδικασίας άντλησης κενού προκύπτει ότι η περιστροφική και η τουρμπομοριακή αντλία λειτουργούν αρκετά ικανοποιητικά. Επίσης, ο χώρος που οριοθετούν ο αντιδραστήρας με τον σταυρό και τα συνδεδεμένα μέρη του τελευταίου, περιβάλλοντας τον δειγματοφορέα, διατηρεί συνθήκες κενού τάξεως των  $10^{-2} \text{ mbar}$  για χρονικό διάστημα 30-40 min με μικρό ποσοστό διαρροής (leak rate).

### 3 Εφαρμογές - προτάσεις για μελλοντική έρευνα

#### 3.1 Μελέτη διάχυσης οξυγόνου σε πυριτικό ύττριο (yttrium silicate)

Ένα υλικό το οποίο θα μπορούσε να μελετηθεί με τη χρήση της διάταξης αέριας διάχυσης που κατασκευάστηκε είναι, το μονοκρυσταλλικό πυριτικό ύττριο (yttrium silicate), το οποίο απαντάται στις εξής μοριακές δομές: 1.  $Y_2SiO_5$ , 2.  $\gamma - Y_2SiO_7$  ή ως διπυριτικό 3.  $Y_2Si_2O_7$  ή ως πολυκρυσταλλικό μίγμα των παραπάνω σε διάφορες μορφές.

Το πυριτικό ύττριο είναι ένα υλικό που χρησιμοποιείται σαν πρόσθετο επίστρωμα σε ανθρακοπυριτικές επιστρώσεις (SiC coatings) με στόχο την προστασία αυτών από την οξείδωση. Τα ανθρακονήματα (C/C-SiC) χρησιμοποιούνται ευρέως ως επιστρώματα στις κατασκευές λόγω των υψηλών μηχανικών και θερμικών ιδιοτήτων τους, με αντοχές που μπορεί να ξεπερνούν τους 2000 °C. Όμως σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες των 400 °C παρουσιάζουν πολύ μικρές αντοχές στην οξείδωση ώστε δημιουργούνται ρωγμές στην επιφάνεια τους. Έτσι συνήθως επικαλύπτονται με διάφορα υλικά τα οποία βελτιώνουν τις αντοχές των ανθρακοπυριτίων ενάντια στην οξείδωση και τη διάβρωση (8).

Η χρήση λοιπόν αυτή του πυριτικού υττρίου οφείλεται στις καλές χημικές και μηχανικές ιδιότητες του όπως ο χαμηλός συντελεστής Young (περίπου 20 GPa (9)), ο χαμηλός συντελεστής θερμικής διαστολής, τα μικρά ποσοστά εξάτμισης και διαπερατότητας, καθώς και η υψηλή αντοχή στη διάβρωση (10). Ειδικότερα, οι ενώσεις πυριτικού υττρίου παρουσιάζουν καλύτερη αντίσταση στην οξείδωση όταν συνδυάζονται με τις αντίστοιχες ανθρακοπυριτικές διότι έχουν περίπου ισοδύναμους συντελεστές θερμικής διαστολής (11).

Επομένως, είναι εφικτή βάσει των παραπάνω η μελέτη τέτοιων υλικών στη διάταξη διάχυσης. Κάτι τέτοιο σε συνδυασμό με την επεξεργασία τους σε μια διάταξη της μεθόδου SIMS, όπου θα εξαχθούν τα ανάλογα συμπεράσματα για τους συντελεστές διάχυσης του οξυγόνου στο υλικό, θα οδηγήσει σε ανάλογες έρευνες για την αποτελεσματικότητα του υλικού απέναντι στην οξείδωση σε διαδικασίες υψηλών θερμοκρασιών.

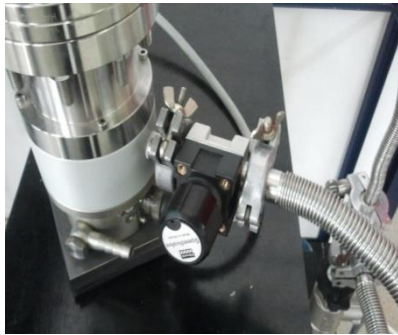


### **3.2 Αναπροσαρμογή της πειραματικής διάταξης διάχυσης με χρήση ενός συστήματος ανάμειξης αερίων**

Στη συγκεκριμένη περίπτωση, η διάταξη διάχυσης αναπροσαρμόζεται και στο σημείο σύνδεσης των 2 αντλιών χρησιμοποιούνται 2 διαφορετικοί εύκαμπτοι σωλήνες. Ο πρώτος καταλήγει από την περιστροφική αντλία χαμηλού κενού στην τουρμπομοριακή υψηλού κενού, όπου και τοποθετείται μία βαλβίδα αποκοπής (βάνα κενού) για την διακοπή εφαρμογής κενού. Ο δεύτερος συνδέεται με τον διπλό σταυρό KF40 μέσω σωλήνων εσωτερικής διαμέτρου 6 mm, στους οποίους είναι εγκατεστημένες μία βάνα εισαγωγής αερίου και μία βάνα εξαέρωσης. Η πρώτη χρησιμοποιεί ένα πλαστικό σωληνάκι που καταλήγει σε ένα σύστημα ανάμειξης αερίων, ενώ η δεύτερη χρησιμεύει στην επαναφορά του ατμοσφαιρικού αέρα εντός της περιοχής του δείγματος μετά το τέλος της διεξαγωγής πειράματος άντλησης κενού.

Αυτή η εναλλακτική χρήση της διάταξης διάχυσης αποδεικνύεται εξαιρετικά χρήσιμη, καθώς προκύπτει η δυνατότητα εισαγωγής άλλων αερίων πέραν του οξυγόνου και μάλιστα στις επιθυμητές συστάσεις. Αυτό συμβαίνει διότι στην άλλη άκρη από το πλαστικό σωληνάκι εισάγεται το επιθυμητό αέριο (πχ υδρογόνο  $H_2$ ) μέσω ενός συστήματος, το οποίο ρυθμίζει τις ροές και τις συστάσεις διαφορετικών αερίων που περιέχονται σε φιάλες κάνοντας χρήση του προγράμματος MATLAB σε Η/Υ.

Η συνδεσμολογία και οι αλλαγές της διάταξης διάχυσης φαίνονται στις παρακάτω εικόνες:



**Βάνα κενού στην τουρμπομοριακή αντλία**



**Αριστερά: Βάνα εισαγωγής  
αερίου**

**Δεξιά: Βάνα εξαέρωσης**



**Πλαστικό σωληνάκι στη βάνα εισαγωγής αερίου, το οποίο εισάγεται ως αποτέλεσμα ενός συστήματος ανάμειξης αερίων**



**Εικόνα 47: Συνδεσμολογία για πείραμα αέριας διάχυσης με τη χρήση φιαλών αερίου**

## 4 Βιβλιογραφία

1. **Crank, J.** *The mathematics of Diffusion*. 2nd . s.l. : Oxford, 1975.
2. **Manning, J.** *Diffusion Kinetics for Atoms in Crystals*. s.l. : D.van Nostrand Company INC.
3. **Philibert, J.** *Atom movements: Diffusion and mass transport in solids*. s.l. : Les editions de physique, 1989.
4. *Secondary Mass Spectrometry in the Earth Sciences: Gleaning the big picture from a small spot* . **Mostafa, Fayek.** [επιμ.] Department of Geological Sciences. s.l. : University of Manitoba Winnipeg, Mineralogical Association of Canada Short Course Series, Τόμ. 41.
5. **Hoffmann, E.de και Stroobant, V.** *Mass Spectrometry: Principles and Applications* . Third . s.l. : John Wiley and Sons, Ltd, 2007.
6. *Secondary ion Mass spectrometry* . **Kenway-Jackson, C.** s.l. : Vacuum, 1984, Τόμ. 34, σσ. 479-480.
7. *A comparison of SIMS with other techniques based on ion-beam solid interactions.* **Werner, H W και Boudewijn, P R.** s.l. : Vacuum, 1984, Τόμ. 34, σσ. 83-101.
8. *Yttrium silicate system for oxidation protection of C/C-Si-SiC composites: Electrophoretic deposition and oxygen self-diffusion measurements.* **Argirusis, Chr, Damjanovic, T και Borchardt, G.** s.l. : J. Eur. Ceram. Soc, 2007, Τόμ. 27, σσ. 1303-1306.
9. *Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> as oxidation resistant coating for C/C composites.* **Ogura, Y, Kondo, M και Morimoto, T.** [επιμ.] A. Poursartip a. Whistler Canada : Woodhead Publishing Limited , 14-18 August 1995. Proceed-ings of the Tenth International Conference on Composite Materials. Τόμ. IV.
10. **Buckley, J D και Edie, D D.** *Carbon–Carbon Materials and Composites* . [επιμ.] Park Ridge. New Jersey, USA : Noyes Publications, 1993.
11. *Yttrium silicate oxidation protective coating for SiC coated carbon/carbon composites* . **Jian-Feng, H, και συν.** 2006, Ceramics Internationa, Τόμ. 32, σσ. 417-421.

## 5 Παράρτημα

### 5.1 Εγχειρίδιο χρήσης ρυθμιστή φούρνου

Μοντέλο Controller: Shimaden FP21-1V-00000

Εταιρεία Παραγωγής: THERMAWATT O.E ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΚΟΙ ΚΛΙΒΑΝΟΙ

Διεύθυνση: Πυργιωτίσσης 10 – Περιστέρι

Τηλέφωνο επικοινωνίας: 210 5753587, 210 5742781

Μέγιστες επιτρεπόμενες ιδιότητες του φούρνου	
Τάση	220 V
Θερμοκρασία	1200 °C
Ισχύς	1 KW
Ένταση ρεύματος	4,55 A

Πίνακας 3: Μέγιστες επιτρεπόμενες ιδιότητες του φούρνου

Thermocouple Type	Range (°C)
S	0 - 1700
K1	-100 - 400
K2	0 – 800
K3	0 – 1200
E	0 – 700
J	0 – 600
T	-199,99 – 200

N	0 – 1300
PL	0 – 1800
PR	0 – 1800
WR	0 – 2300
U	-199,99 – 200
L	0 – 600
B	0 – 1800
R	0 - 1700

Πίνακας 4: Οι Τύποι Θερμοστοιχείων και το αντίστοιχο Θερμοκρασιακό τους Εύρος

#### 5.1.1 Εύρεση Τύπου Θερμοστοιχείου (TC)

Βήμα 1: Πατάμε το πλήκτρο **FUNC** x 5 φορές, που βρίσκεται στο Front Panel του Controller. Έτσι ώστε εμφανίζεται στην οθόνη η ένδειξη “6) INITIAL DATA”.

Βήμα 2: Πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 1 φορά ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη “PV FILTER: 0”.

Βήμα 3: Πατάμε το πλήκτρο **ITEM** x 2 φορές ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη “OUT=V, T1=NON”.

Βήμα 4: Πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 2 φορές και φτάνουμε στο επιθυμητό αποτέλεσμα “TC RANGE: [ ]”. Τέλος, επιλέγουμε τον τύπο του θερμοστοιχείου χρησιμοποιώντας είτε το κάτω είτε το πάνω βελάκι και πατάμε **ENTER**. (βλ. Πίνακας 2).

### 5.1.2 Θερμοπρογραμματισμός Φούρνου

Αρχικά είναι σημαντικό να διασαφηνίσουμε τις έννοιες που αποτυπώνονται συντομογραφικά στο Front Panel του Controller:

FUNC=FUNCTION
P=PTN=PATTERN
S=STP=STEP
AT=AUTO TUNING
MAN=MANUALLY
PV=PRESENT VALUE
SV=SET VALUE
RST=REST
HLD=HOLD
AL=ALARM
ADV=ADVANCE

Πίνακας 5: Συντομογραφίες του Front Panel του Ρυθμιστή

Για το **Στήσιμο του Προγράμματος** ακολουθούμε την εξής σειρά βημάτων:

**Βήμα 1:** Πατάμε το πλήκτρο **FUNC** x 2 φορές, που βρίσκεται στο Front Panel του Controller. Έτσι ώστε εμφανίζεται στην οθόνη η ένδειξη "FUNC 3) Program data Pattern No: [1 έως 9]". Έπειτα επιλέγουμε τι αριθμό προγράμματος επιθυμούμε να ακολουθήσουμε και πατάμε **ENTER**(το '=' γίνεται ':' και σημαίνει ότι η τιμή που βάλαμε καταχωρήθηκε). Πχ: No= 1 **ENTER** No: 1.

**Βήμα 2:** Πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 1 φορά ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη "P1 Start SV: ...°C", που είναι η αρχική θερμοκρασία του φούρνου, συνήθως επιλέγουμε τη θερμοκρασία περιβάλλοντος, περίπου 25 °C. Σημειώνεται ότι το πάνω και κάτω βελάκι

αυξομειώνουν τους αριθμούς από 0 έως 9, ενώ προκειμένου να μεταπηδήσουμε από ψηφίο σε ψηφίο, πχ: από το 2 στο 5 αν πρόκειται για τους 25 °C χρησιμοποιούμε το σύμβολο που βρίσκεται ανάμεσα στα πλήκτρα των πάνω και κάτω βελών. Επίσης, προκειμένου να αυξομειωθεί ο αριθμός των ψηφίων μιας τιμής, πχ από το 9 στα 10, χρησιμοποιούνται και πάλι τα βελάκια. Επιλέγουμε λοιπόν την αρχική θερμοκρασία και πατάμε **ENTER**.

**Βήμα 3:** Πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 2 φορές ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη "P1 PTN END:...". Σε αυτό το σημείο τοποθετούμε τον αριθμό των βημάτων(STP) μέσα στον οποίο θα τελειώσει ο θερμοκός προγραμματισμός του φούρνου και πατάμε **ENTER**. Πχ: 9.

**Βήμα 4:** Πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 2 φορές ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη "P1 SV=... °C, S1 Time=...h...m". Σε αυτό το σημείο τοποθετούμε αφενός τη θερμοκρασία που επιθυμούμε να φτάσει ο φούρνος και αφετέρου σε πόση ώρα θα πραγματοποιηθεί αυτή η άνοδος. Πχ: SV: 500 °C, S1 Time: 1h20m. Στη συγκεκριμένη περίπτωση, πατάμε 2 φορές **ENTER**.

**Βήμα 5:** Πατάμε το πλήκτρο **ITEM** x 1 φορά ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη "S2 Time=...h...m", όπου ρυθμίζουμε σε πόσο χρονικό διάστημα επιθυμούμε να σταθεροποιηθεί η θερμοκρασία που βάλουμε στο Βήμα 4. Πατάμε **ENTER**.

Η διαδικασία που ακολουθούμε στη συνέχεια είναι ανάλογη των Βημάτων 4 και 5, ώστε πατώντας διαδοχικά **ITEM** μεταφερόμαστε στα επόμενα STEPS(S) και ρυθμίζουμε αναλόγως τη θερμοκρασία και το χρόνο στον οποίον θα φτάσει σε αυτήν(πχ:S3), και το χρόνο στον οποίο θα σταθεροποιηθεί σε αυτήν(πχ:S4). Δηλαδή S3, S4,.....S9.

Πρέπει να σημειωθεί ότι μέσα στα παραπάνω βήματα είναι απαραίτητο ο φούρνος να επιστρέψει ομαλά στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Δηλαδή σε έναν αντίστοιχο χρόνο με αυτόν που τον προγραμματίσαμε να πιάσει μια υψηλή θερμοκρασία. Ενδείκνυται για παράδειγμα ένας ρυθμός 5 °C/min.

Για να αρχίσει η **Λειτουργία του Προγράμματος** πρέπει οι αντιστάσεις να βρίσκονται στο **ON** (ο διακόπτης προς τα πάνω) και έπειτα ακολουθείται η παρακάτω διαδικασία:

**Βήμα 1:** Πατάμε το πλήκτρο **FUNC** x 1 φορά, που βρίσκεται στο Front Panel του Controller. Έτσι ώστε εμφανίζεται στην οθόνη η ένδειξη "FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]". Έπειτα, πατάμε το πλήκτρο **FILE** x 1 φορά ώστε να εμφανιστεί η ένδειξη "Start PTN No:..". Σε αυτό το σημείο καταχωρούμε τον αριθμό του προγράμματος που επιθυμούμε να τρέξει ο Controller. Πχ: No=1 **ENTER** No:1.

**Βήμα 2:** Πατώντας το πλήκτρο **FUNC** όσες φορές απαιτείται επιστρέφουμε κυκλικά στην ένδειξη “**FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]**”. Χρησιμοποιώντας το πάνω είτε το κάτω βελάκι βρισκόμαστε στην ένδειξη **[RUN]** και την καταχωρούμε πατώντας **ENTER**. Από αυτή τη στιγμή έχει ξεκινήσει να τρέχει το πρόγραμμα που καταχωρήσαμε.

### 5.1.3 Χρήσιμες πληροφορίες

1) Κατά τη διάρκεια του προγράμματος ενδέχεται να χρειαστεί να σταματήσουμε σε μία συγκεκριμένη θερμοκρασία για παραπάνω χρονικό διάστημα απ’ ότι ρυθμίσαμε. Αυτό επιτυγχάνεται καταχωρώντας στο μενού “**FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]**” την ένδειξη **[HLD]**. Από τη στιγμή που θα θελήσουμε να συνεχίσει κανονικά η λειτουργία του προγράμματος μας πατάμε ξανά την ένδειξη **[HLD]** με **ENTER** και το **HOLD** απενεργοποιείται. Κάτι που μπορούμε να διακρίνουμε αφού η κόκκινη ένδειξη **HLD** στο panel σβήνει.

2) Ακόμα, αν θελήσουμε να περάσουμε στο επόμενο βήμα(STP) πιο σύντομα από τον απαιτούμενο χρόνο καταχωρούμε στο μενού “**FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]**” την ένδειξη **[ADV]** πατώντας **ENTER**. Έτσι για παράδειγμα στις φωτεινές ενδείξεις του panel παρατηρούμε πχ την αλλαγή από S2 σε S3.

3) Άλλη μία προαιρετική καταχώρηση που μπορούμε να κάνουμε είναι από το “**FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]**” η επιλογή **[AT]**. Κατά αυτό τον τρόπο, με το **AUTO TUNING**, εξασφαλίζουμε την ομαλή άνοδο/κάθοδο της θερμοκρασίας στο πρόγραμμα αφού αυτή ελέγχεται από τον **PID** ρυθμιστή.

4) Επίσης, αν για οποιοδήποτε λόγο δούμε στο front panel να αναβοσβήνει κόκκινη ένδειξη **AL1** ή **AL2**, αυτό σημαίνει ότι ενεργοποιήθηκε η προειδοποίηση κινδύνου(**ALARM**) και άρα πρέπει να διακόψουμε άμεσα τη λειτουργία του προγράμματος.

5) Η άμεση διακοπή της λειτουργίας του προγράμματος επιτυγχάνεται αν καταχωρήσουμε στο μενού “**FUNC 2) EXEC KEY: [KEY]**” την ένδειξη **[RST]** πατώντας **ENTER**. Κατά αυτό τον τρόπο δεν πέφτει η θερμοκρασία εντός του φούρνου ελεγχόμενα όπως συνίσταται, ωστόσο το **[RST]** μπορεί να χρησιμοποιηθεί χωρίς κίνδυνο.

6) Πατώντας το πλήκτρο **FUNC** όσες φορές απαιτείται επιστρέφουμε κυκλικά στην ένδειξη “**FUNC 1)**”. Σε αυτή τη λειτουργία μπορούμε να παρατηρήσουμε και να καταγράψουμε πόσο % ρεύμα δίνει ο Controller προκειμένου να αυξήσει/μειώσει ή και διατηρήσει μία ορισμένη θερμοκρασία εντός του φούρνου. Συνακόλουθα, πατώντας το πλήκτρο **FILE** x 1 φορά διακρίνουμε τον χρόνο που απομένει ώστε να ολοκληρωθεί το τρέχων βήμα(STP) του προγράμματος. Τέλος, από εκείνο το σημείο, για να δούμε σε ποιο βήμα βρισκόμαστε πατάμε το πλήκτρο **ITEM** x 1 φορά ώστε δείχνει πχ: P1, S1.



## 5.2 Πίνακες αναφοράς για θερμοστοιχεία

### MAXIMUM TEMPERATURE RANGE

**Thermocouple Grade**  
32 to 3092°F  
0 to 1700°C

**Extension Grade**  
32 to 212°F  
0 to 100°C

### LIMITS OF ERROR

(whichever is greater)  
**Standard:** 0.5°C over 800°C  
**Special:** NOT ESTABLISHED

**COMMENTS, BARE WIRE ENVIRONMENT:**  
Oxidizing or Inert, Do Not Insert in Metal Tubes;  
Beware of Contamination; High Temperature;  
Common Use in Glass Industry

**TEMPERATURE IN DEGREES °C**  
**REFERENCE JUNCTION AT 0°C**



**Platinum-30% Rhodium**  
**vs.**  
**Platinum-6% Rhodium**

**Extension Grade**



**Thermocouple Grade**

**NONE ESTABLISHED**

### Revised Thermocouple Reference Tables

**TYPE B**  
Reference Tables  
N.I.S.T.  
Monograph 175  
Revised to ITS-90

Z

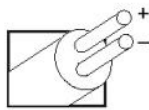
Thermoelectric Voltage in Millivolts

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C	°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C
0	0.000	0.000	0.000	-0.001	-0.001	-0.001	-0.001	-0.001	-0.002	-0.002	-0.002	0	600	1.792	1.798	1.804	1.810	1.816	1.822	1.828	1.834	1.840	1.846	1.852	600
10	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.003	-0.003	-0.003	10	610	1.852	1.858	1.864	1.870	1.876	1.882	1.888	1.894	1.901	1.907	1.913	610
20	-0.003	-0.003	-0.003	-0.003	-0.003	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	20	620	1.913	1.919	1.925	1.931	1.937	1.944	1.950	1.956	1.962	1.968	1.975	620
30	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.002	-0.001	-0.001	-0.001	-0.001	-0.001	-0.001	30	630	1.975	1.981	1.987	1.993	1.999	2.006	2.012	2.018	2.025	2.031	2.037	630
40	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	40	640	2.037	2.043	2.050	2.056	2.062	2.069	2.075	2.082	2.088	2.094	2.101	640
50	0.002	0.003	0.003	0.003	0.004	0.004	0.004	0.005	0.005	0.006	0.006	50	650	2.101	2.107	2.113	2.120	2.126	2.133	2.139	2.146	2.152	2.158	2.165	650
60	0.006	0.007	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	0.010	0.011	0.011	60	660	2.165	2.171	2.178	2.184	2.191	2.197	2.204	2.210	2.217	2.224	2.230	660
70	0.011	0.012	0.012	0.013	0.014	0.014	0.015	0.015	0.016	0.017	0.017	70	670	2.230	2.237	2.243	2.250	2.256	2.263	2.270	2.276	2.283	2.289	2.296	670
80	0.017	0.018	0.019	0.020	0.020	0.021	0.022	0.022	0.023	0.024	0.025	80	680	2.296	2.303	2.309	2.316	2.323	2.329	2.336	2.343	2.350	2.356	2.363	680
90	0.025	0.026	0.026	0.027	0.028	0.029	0.030	0.031	0.031	0.032	0.033	90	690	2.363	2.370	2.376	2.383	2.390	2.397	2.403	2.410	2.417	2.424	2.431	690
100	0.033	0.034	0.035	0.036	0.037	0.038	0.039	0.040	0.041	0.042	0.043	100	700	2.431	2.437	2.444	2.451	2.458	2.465	2.472	2.479	2.485	2.492	2.499	700
110	0.043	0.044	0.045	0.046	0.047	0.048	0.049	0.050	0.051	0.052	0.053	110	710	2.499	2.506	2.513	2.520	2.527	2.534	2.541	2.548	2.555	2.562	2.569	710
120	0.053	0.055	0.056	0.057	0.058	0.059	0.060	0.062	0.063	0.064	0.065	120	720	2.569	2.576	2.583	2.590	2.597	2.604	2.611	2.618	2.625	2.632	2.639	720
130	0.065	0.066	0.068	0.069	0.070	0.072	0.073	0.074	0.075	0.077	0.078	130	730	2.639	2.646	2.653	2.660	2.667	2.674	2.681	2.688	2.696	2.703	2.710	730
140	0.078	0.079	0.081	0.082	0.084	0.085	0.086	0.088	0.089	0.091	0.092	140	740	2.710	2.717	2.724	2.731	2.738	2.746	2.753	2.760	2.767	2.775	2.782	740
150	0.092	0.094	0.095	0.096	0.098	0.099	0.101	0.102	0.104	0.106	0.107	150	750	2.782	2.789	2.796	2.803	2.811	2.818	2.825	2.833	2.840	2.847	2.854	750
160	0.107	0.109	0.110	0.112	0.113	0.115	0.117	0.118	0.120	0.122	0.123	160	760	2.854	2.862	2.869	2.876	2.884	2.891	2.898	2.906	2.913	2.921	2.928	760
170	0.123	0.125	0.127	0.128	0.130	0.132	0.134	0.135	0.137	0.139	0.141	170	770	2.928	2.935	2.943	2.950	2.958	2.965	2.973	2.980	2.987	2.995	3.002	770
180	0.141	0.142	0.144	0.146	0.148	0.150	0.151	0.153	0.155	0.157	0.159	180	780	3.002	3.010	3.017	3.025	3.032	3.040	3.047	3.055	3.062	3.070	3.078	780
190	0.159	0.161	0.163	0.165	0.166	0.168	0.170	0.172	0.174	0.176	0.178	190	790	3.078	3.085	3.093	3.100	3.108	3.116	3.123	3.131	3.138	3.146	3.154	790
200	0.178	0.180	0.182	0.184	0.186	0.188	0.190	0.192	0.195	0.197	0.199	200	800	3.154	3.161	3.169	3.177	3.184	3.192	3.200	3.207	3.215	3.223	3.230	800
210	0.199	0.201	0.203	0.205	0.207	0.209	0.212	0.214	0.216	0.218	0.220	210	810	3.230	3.238	3.246	3.254	3.261	3.269	3.277	3.285	3.292	3.300	3.308	810
220	0.220	0.222	0.225	0.227	0.229	0.231	0.234	0.236	0.238	0.241	0.243	220	820	3.308	3.316	3.324	3.331	3.339	3.347	3.355	3.363	3.371	3.379	3.386	820
230	0.243	0.245	0.248	0.250	0.252	0.255	0.257	0.259	0.262	0.264	0.267	230	830	3.386	3.394	3.402	3.410	3.418	3.426	3.434	3.442	3.450	3.458	3.466	830
240	0.267	0.269	0.271	0.274	0.276	0.279	0.281	0.284	0.286	0.289	0.291	240	840	3.466	3.474	3.482	3.490	3.498	3.506	3.514	3.522	3.530	3.538	3.546	840
250	0.291	0.294	0.296	0.299	0.301	0.304	0.307	0.309	0.312	0.314	0.317	250	850	3.546	3.554	3.562	3.570	3.578	3.586	3.594	3.602	3.610	3.618	3.626	850
260	0.317	0.320	0.322	0.325	0.328	0.330	0.333	0.336	0.338	0.341	0.344	260	860	3.626	3.634	3.643	3.651	3.659	3.667	3.675	3.683	3.692	3.700	3.708	860
270	0.344	0.347	0.349	0.352	0.355	0.358	0.360	0.363	0.366	0.369	0.372	270	870	3.708	3.716	3.724	3.732	3.741	3.749	3.757	3.765	3.774	3.782	3.790	870
280	0.372	0.375	0.377	0.380	0.383	0.386	0.389	0.392	0.395	0.398	0.401	280	880	3.790	3.798	3.807	3.815	3.823	3.832	3.840	3.848	3.857	3.865	3.873	880
290	0.401	0.404	0.407	0.410	0.413	0.416	0.419	0.422	0.425	0.428	0.431	290	890	3.873	3.882	3.890	3.898	3.907	3.915	3.923	3.932	3.940	3.949	3.957	890
300	0.431	0.434	0.437	0.440	0.443	0.446	0.449	0.452	0.455	0.458	0.462	300	900	3.957	3.965	3.974	3.982	3.991	3.999	4.008	4.016	4.024	4.033	4.041	900
310	0.462	0.465	0.468	0.471	0.474	0.478	0.481	0.484	0.487	0.490	0.494	310	910	4.041	4.050	4.058	4.067	4.075	4.084	4.093	4.101	4.110	4.118	4.127	910
320	0.484	0.487	0.500	0.503	0.507	0.510	0.513	0.517	0.520	0.523	0.527	320	920	4.127	4.135	4.144	4.152	4.161	4.170	4.178	4.187	4.195	4.204	4.213	920
330	0.527	0.530	0.533	0.537	0.540	0.544	0.547	0.550	0.554	0.557	0.561	330	930	4.213	4.221	4.230	4.239	4.247	4.256	4.265	4.273	4.282	4.291	4.299	930
340	0.561	0.564	0.568	0.571	0.575	0.578	0.582	0.585	0.589	0.592	0.596	340	940	4.299	4.308	4.317	4.326	4.334	4.343	4.352	4.360	4.369	4.378	4.387	940
350	0.596	0.599	0.603	0.607	0.610	0.614	0.617	0.621	0.625	0.628	0.632	350	950	4.387	4.396	4.404	4.413	4.422	4.431	4.440	4.448	4.457	4.466	4.475	950
360	0.632	0.636	0.639	0.643	0.647	0.650	0.654	0.658	0.662	0.665	0.669	360	960	4.475	4.484	4.493	4.501	4.510	4.519	4.528	4.537	4.546	4.556	4.564	960
370	0.669	0.673	0.677	0.680	0.684	0.688	0.692	0.696	0.700	0.703	0.707	370	970	4.564	4.573	4.582	4.591	4.599	4.608	4.617	4.626	4.635	4.644	4.653	970
380	0.707	0.711	0.715	0.719	0.723	0.727	0.731	0.735	0.738	0.742	0.746	380	980	4.653	4.662	4.671	4.680	4.689	4.698	4.707	4.716	4.725	4.734	4.743	980
390	0.746	0.750	0.754	0.758	0.762	0.766	0.770	0.774	0.778	0.782	0.787	390	990	4.743	4.753	4.762	4.771	4.780	4.789	4.798	4.807	4.816	4.825	4.834	990
400	0.787	0.791	0.795	0.799	0.803	0.807	0.811	0.815	0.819	0.824	0.828	400	1000	4.834	4.843	4.853	4.862	4.871	4.880	4.889	4.898	4.908	4.917	4.926	1000
410	0.828	0.832	0.836	0.840	0.844	0.849	0.853	0.857	0.861	0.866	0.870	410	1010	4.926	4.935	4.944	4.954	4.963	4.972	4.981	4.990	5.000	5.009	5.018	1010
420	0.870	0.874	0.878	0.883	0.887	0.891	0.896	0.900	0.904	0.909	0.913	420	1020	5.018	5.027	5.037	5.046	5.055	5.065	5.074	5.083	5.092	5.102	5.111	1020
430	0.913	0.917	0.922	0.926	0.930	0.935	0.939	0.944	0.948	0.953	0.95														

# Revised Thermocouple Reference Tables

# TYPE B

Reference Tables  
N.I.S.T.  
Monograph 175  
Revised to  
ITS-90



Thermocouple Grade  
NONE ESTABLISHED

Platinum-30% Rhodium vs. Platinum-6% Rhodium



Extension Grade

### MAXIMUM TEMPERATURE RANGE

Thermocouple Grade  
32 to 3092°F  
0 to 1700°C

Extension Grade  
32 to 212°F  
0 to 100°C

LIMITS OF ERROR  
(whichever is greater)  
Standard: 0.5°C over 800°C  
Special: NOT ESTABLISHED

COMMENTS, BARE WIRE ENVIRONMENT:  
Oxidizing or Inert; Do Not Insert in Metal Tubes;  
Beware of Contamination; High Temperature;  
Common Use in Glass Industry

TEMPERATURE IN DEGREES °C  
REFERENCE JUNCTION AT 0°C

### Thermoelectric Voltage in Millivolts

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C	°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C
1200	6.786	6.797	6.807	6.818	6.828	6.838	6.849	6.859	6.869	6.880	6.890	1200	1500	10.679	10.691	10.703	10.714	10.726	10.738	10.749	10.761	10.773	10.784	10.796	1500
1210	6.890	6.901	6.911	6.922	6.932	6.942	6.953	6.963	6.974	6.984	6.995	1210	1560	10.796	10.808	10.819	10.831	10.843	10.854	10.866	10.877	10.889	10.901	10.913	1560
1220	6.995	7.005	7.016	7.026	7.037	7.047	7.058	7.068	7.079	7.089	7.100	1220	1570	10.913	10.924	10.936	10.948	10.959	10.971	10.983	10.994	11.006	11.018	11.029	1570
1230	7.100	7.110	7.121	7.131	7.142	7.152	7.163	7.173	7.184	7.194	7.205	1230	1580	11.029	11.041	11.053	11.064	11.076	11.088	11.099	11.111	11.123	11.134	11.146	1580
1240	7.205	7.216	7.226	7.237	7.247	7.258	7.269	7.279	7.290	7.300	7.311	1240	1590	11.146	11.158	11.169	11.181	11.193	11.205	11.216	11.228	11.240	11.251	11.263	1590
1250	7.311	7.322	7.332	7.343	7.353	7.364	7.375	7.385	7.396	7.407	7.417	1250	1600	11.263	11.275	11.286	11.298	11.310	11.321	11.333	11.345	11.357	11.368	11.380	1600
1260	7.417	7.428	7.439	7.449	7.460	7.471	7.482	7.492	7.503	7.514	7.524	1260	1610	11.380	11.392	11.403	11.415	11.427	11.438	11.450	11.462	11.474	11.485	11.497	1610
1270	7.524	7.535	7.546	7.557	7.567	7.578	7.589	7.600	7.610	7.621	7.632	1270	1620	11.497	11.509	11.520	11.532	11.544	11.555	11.567	11.579	11.591	11.602	11.614	1620
1280	7.632	7.643	7.653	7.664	7.675	7.686	7.697	7.707	7.718	7.729	7.740	1280	1630	11.614	11.626	11.637	11.649	11.661	11.673	11.684	11.696	11.708	11.719	11.731	1630
1290	7.740	7.751	7.761	7.772	7.783	7.794	7.805	7.816	7.827	7.837	7.848	1290	1640	11.731	11.743	11.754	11.766	11.778	11.790	11.801	11.813	11.825	11.836	11.848	1640
1300	7.848	7.859	7.870	7.881	7.892	7.903	7.914	7.924	7.935	7.946	7.957	1300	1650	11.848	11.860	11.871	11.883	11.895	11.907	11.918	11.930	11.942	11.953	11.965	1650
1310	7.957	7.968	7.979	7.990	8.001	8.012	8.023	8.034	8.045	8.056	8.066	1310	1660	11.965	11.977	11.988	12.000	12.012	12.024	12.035	12.047	12.059	12.070	12.082	1660
1320	8.066	8.077	8.088	8.099	8.110	8.121	8.132	8.143	8.154	8.165	8.176	1320	1670	12.082	12.094	12.105	12.117	12.129	12.141	12.152	12.164	12.176	12.187	12.199	1670
1330	8.176	8.187	8.198	8.209	8.220	8.231	8.242	8.253	8.264	8.275	8.286	1330	1680	12.199	12.211	12.222	12.234	12.246	12.257	12.269	12.281	12.292	12.304	12.316	1680
1340	8.286	8.298	8.309	8.320	8.331	8.342	8.353	8.364	8.375	8.386	8.397	1340	1690	12.316	12.327	12.339	12.351	12.363	12.374	12.386	12.398	12.409	12.421	12.433	1690
1350	8.397	8.408	8.419	8.430	8.441	8.453	8.464	8.475	8.486	8.497	8.508	1350	1700	12.433	12.444	12.456	12.468	12.479	12.491	12.503	12.514	12.526	12.538	12.549	1700
1360	8.508	8.519	8.530	8.542	8.553	8.564	8.575	8.586	8.597	8.608	8.620	1360	1710	12.549	12.561	12.572	12.584	12.596	12.607	12.619	12.631	12.642	12.654	12.666	1710
1370	8.620	8.631	8.642	8.653	8.664	8.675	8.687	8.698	8.709	8.720	8.731	1370	1720	12.666	12.677	12.689	12.701	12.712	12.724	12.736	12.747	12.759	12.770	12.782	1720
1380	8.731	8.743	8.754	8.765	8.776	8.787	8.799	8.810	8.821	8.832	8.844	1380	1730	12.782	12.794	12.805	12.817	12.829	12.840	12.852	12.863	12.875	12.887	12.899	1730
1390	8.844	8.855	8.866	8.877	8.889	8.900	8.911	8.922	8.934	8.945	8.956	1390	1740	12.899	12.910	12.921	12.933	12.945	12.956	12.968	12.980	12.991	13.003	13.014	1740
1400	8.956	8.967	8.979	8.990	9.001	9.013	9.024	9.035	9.047	9.058	9.069	1400	1750	13.014	13.026	13.037	13.049	13.061	13.072	13.084	13.095	13.107	13.119	13.130	1750
1410	9.069	9.080	9.092	9.103	9.114	9.126	9.137	9.148	9.160	9.171	9.182	1410	1760	13.130	13.142	13.153	13.165	13.176	13.188	13.200	13.211	13.223	13.234	13.246	1760
1420	9.182	9.194	9.205	9.216	9.228	9.239	9.251	9.262	9.273	9.285	9.296	1420	1770	13.246	13.257	13.269	13.280	13.292	13.304	13.315	13.327	13.338	13.350	13.361	1770
1430	9.296	9.307	9.319	9.330	9.342	9.353	9.364	9.376	9.387	9.399	9.410	1430	1780	13.361	13.373	13.384	13.396	13.407	13.419	13.430	13.442	13.453	13.465	13.476	1780
1440	9.410	9.421	9.433	9.444	9.456	9.467	9.478	9.490	9.501	9.513	9.524	1440	1790	13.476	13.488	13.499	13.511	13.522	13.534	13.545	13.557	13.568	13.580	13.591	1790
1450	9.524	9.536	9.547	9.558	9.570	9.581	9.593	9.604	9.616	9.627	9.639	1450	1800	13.591	13.603	13.614	13.626	13.637	13.649	13.660	13.672	13.683	13.694	13.706	1800
1460	9.639	9.650	9.662	9.673	9.684	9.696	9.707	9.719	9.730	9.742	9.753	1460	1810	13.706	13.717	13.729	13.740	13.752	13.763	13.775	13.786	13.797	13.809	13.820	1810
1470	9.753	9.765	9.776	9.788	9.799	9.811	9.822	9.834	9.845	9.857	9.868	1470													
1480	9.868	9.880	9.891	9.903	9.914	9.926	9.937	9.949	9.961	9.972	9.984	1480													
1490	9.984	9.995	10.007	10.018	10.030	10.041	10.053	10.064	10.076	10.088	10.099	1490													
1500	10.099	10.111	10.122	10.134	10.145	10.157	10.168	10.180	10.192	10.203	10.215	1500													
1510	10.215	10.226	10.238	10.249	10.261	10.273	10.284	10.296	10.307	10.319	10.331	1510													
1520	10.331	10.342	10.354	10.365	10.377	10.389	10.400	10.412	10.423	10.435	10.447	1520													
1530	10.447	10.458	10.470	10.482	10.493	10.505	10.516	10.528	10.540	10.551	10.563	1530													
1540	10.563	10.575	10.586	10.598	10.609	10.621	10.633	10.644	10.656	10.668	10.679	1540													

Πίνακας 6: Πίνακας αναφοράς για θερμοστοιχεία τύπου B

**MAXIMUM TEMPERATURE RANGE**

**Thermocouple Grade**  
- 328 to 2282°F  
- 200 to 1250°C

**Extension Grade**  
32 to 392°F  
0 to 200°C

**LIMITS OF ERROR**  
(whichever is greater)  
**Standard:** 2.2°C or 0.75% Above 0°C  
2.2°C or 2.0% Below 0°C  
**Special:** 1.1°C or 0.4%

**COMMENTS, BARE WIRE ENVIRONMENT:**  
Clean Oxidizing and Inert; Limited Use in Vacuum or Reducing; Wide Temperature Range; Most Popular Calibration

**TEMPERATURE IN DEGREES °C**  
**REFERENCE JUNCTION AT 0°C**



**Nickel-Chromium**  
**vs.**  
**Nickel-Aluminum**



**Extension Grade**

**Thermocouple Grade**

**Revised Thermocouple Reference Tables**

**TYPE K**  
Reference Tables  
N.I.S.T. Monograph 175  
Revised to ITS-90

**Z**

Thermoelectric Voltage in Millivolts

°C	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	°C
-250	-6.458	-6.457	-6.456	-6.455	-6.453	-6.452	-6.450	-6.448	-6.446	-6.444	-6.441	-260
-250	-6.441	-6.438	-6.435	-6.432	-6.429	-6.425	-6.421	-6.417	-6.413	-6.408	-6.404	-250
-240	-6.404	-6.399	-6.393	-6.388	-6.382	-6.377	-6.370	-6.364	-6.358	-6.351	-6.344	-240
-230	-6.344	-6.337	-6.329	-6.322	-6.314	-6.306	-6.297	-6.289	-6.280	-6.271	-6.262	-230
-220	-6.262	-6.253	-6.243	-6.233	-6.223	-6.213	-6.202	-6.192	-6.181	-6.170	-6.158	-220
-210	-6.158	-6.147	-6.135	-6.123	-6.111	-6.099	-6.087	-6.074	-6.061	-6.048	-6.035	-210
-200	-6.035	-6.021	-6.007	-5.994	-5.980	-5.965	-5.951	-5.936	-5.922	-5.907	-5.891	-200
-190	-5.891	-5.876	-5.861	-5.845	-5.829	-5.813	-5.797	-5.780	-5.763	-5.747	-5.730	-190
-180	-5.730	-5.713	-5.695	-5.678	-5.660	-5.642	-5.624	-5.606	-5.588	-5.569	-5.550	-180
-170	-5.550	-5.531	-5.512	-5.493	-5.474	-5.454	-5.435	-5.415	-5.395	-5.374	-5.354	-170
-160	-5.354	-5.333	-5.313	-5.292	-5.271	-5.250	-5.228	-5.207	-5.185	-5.163	-5.141	-160
-150	-5.141	-5.119	-5.097	-5.074	-5.052	-5.029	-5.006	-4.983	-4.960	-4.936	-4.913	-150
-140	-4.913	-4.889	-4.865	-4.841	-4.817	-4.793	-4.768	-4.744	-4.719	-4.694	-4.669	-140
-130	-4.669	-4.644	-4.618	-4.593	-4.567	-4.542	-4.516	-4.490	-4.463	-4.437	-4.411	-130
-120	-4.411	-4.384	-4.357	-4.330	-4.303	-4.276	-4.249	-4.221	-4.194	-4.166	-4.138	-120
-110	-4.138	-4.110	-4.082	-4.054	-4.025	-3.997	-3.968	-3.939	-3.911	-3.882	-3.852	-110
-100	-3.852	-3.823	-3.794	-3.764	-3.734	-3.705	-3.675	-3.645	-3.614	-3.584	-3.554	-100
-90	-3.554	-3.523	-3.492	-3.462	-3.431	-3.400	-3.368	-3.337	-3.306	-3.274	-3.243	-90
-80	-3.243	-3.211	-3.179	-3.147	-3.115	-3.083	-3.050	-3.018	-2.986	-2.953	-2.920	-80
-70	-2.920	-2.887	-2.854	-2.821	-2.788	-2.755	-2.721	-2.688	-2.654	-2.620	-2.587	-70
-60	-2.587	-2.553	-2.519	-2.485	-2.450	-2.416	-2.382	-2.347	-2.312	-2.278	-2.243	-60
-50	-2.243	-2.208	-2.173	-2.138	-2.103	-2.067	-2.032	-1.996	-1.961	-1.925	-1.889	-50
-40	-1.889	-1.854	-1.818	-1.782	-1.745	-1.709	-1.673	-1.637	-1.600	-1.564	-1.527	-40
-30	-1.527	-1.490	-1.453	-1.417	-1.380	-1.343	-1.305	-1.268	-1.231	-1.194	-1.156	-30
-20	-1.156	-1.119	-1.081	-1.043	-1.006	-0.968	-0.930	-0.892	-0.854	-0.816	-0.778	-20
-10	-0.778	-0.739	-0.701	-0.663	-0.624	-0.585	-0.547	-0.508	-0.470	-0.431	-0.392	-10
0	-0.392	-0.353	-0.314	-0.275	-0.236	-0.197	-0.157	-0.118	-0.079	-0.039	0.000	0
0	0.000	0.039	0.079	0.119	0.158	0.198	0.238	0.277	0.317	0.357	0.397	0
10	0.397	0.437	0.477	0.517	0.557	0.597	0.637	0.677	0.718	0.758	0.798	10
20	0.798	0.838	0.879	0.919	0.960	1.000	1.041	1.081	1.122	1.163	1.203	20
30	1.203	1.244	1.285	1.326	1.366	1.407	1.448	1.489	1.530	1.571	1.612	30
40	1.612	1.653	1.694	1.735	1.776	1.817	1.858	1.899	1.941	1.982	2.023	40
50	2.023	2.064	2.105	2.147	2.188	2.230	2.271	2.312	2.354	2.395	2.436	50
60	2.436	2.478	2.519	2.561	2.602	2.644	2.685	2.727	2.768	2.810	2.851	60
70	2.851	2.893	2.934	2.976	3.017	3.059	3.100	3.142	3.184	3.225	3.267	70
80	3.267	3.308	3.350	3.391	3.433	3.474	3.516	3.557	3.599	3.640	3.682	80
90	3.682	3.723	3.765	3.806	3.848	3.889	3.931	3.972	4.013	4.055	4.096	90
100	4.096	4.138	4.179	4.220	4.262	4.303	4.344	4.385	4.427	4.468	4.509	100
110	4.509	4.550	4.591	4.633	4.674	4.715	4.756	4.797	4.838	4.879	4.920	110
120	4.920	4.961	5.002	5.043	5.084	5.124	5.165	5.206	5.247	5.288	5.328	120
130	5.328	5.369	5.410	5.450	5.491	5.532	5.572	5.613	5.653	5.694	5.735	130
140	5.735	5.775	5.815	5.856	5.896	5.937	5.977	6.017	6.058	6.098	6.138	140
150	6.138	6.179	6.219	6.259	6.299	6.339	6.380	6.420	6.460	6.500	6.540	150
160	6.540	6.580	6.620	6.660	6.701	6.741	6.781	6.821	6.861	6.901	6.941	160
170	6.941	6.981	7.021	7.060	7.100	7.140	7.180	7.220	7.260	7.300	7.340	170
180	7.340	7.380	7.420	7.460	7.500	7.540	7.579	7.619	7.659	7.699	7.739	180
190	7.739	7.779	7.819	7.859	7.899	7.939	7.979	8.019	8.059	8.099	8.138	190
200	8.138	8.178	8.218	8.258	8.298	8.338	8.378	8.418	8.458	8.499	8.539	200
210	8.539	8.579	8.619	8.659	8.699	8.739	8.779	8.819	8.860	8.900	8.940	210
220	8.940	8.980	9.020	9.061	9.101	9.141	9.181	9.222	9.262	9.302	9.343	220
230	9.343	9.383	9.423	9.464	9.504	9.545	9.585	9.626	9.666	9.707	9.747	230
240	9.747	9.788	9.828	9.869	9.909	9.950	9.991	10.031	10.072	10.113	10.153	240
°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C
250	10.153	10.194	10.235	10.276	10.316	10.357	10.398	10.439	10.480	10.520	10.561	250
260	10.561	10.602	10.643	10.684	10.725	10.766	10.807	10.848	10.889	10.930	10.971	260
270	10.971	11.012	11.053	11.094	11.135	11.176	11.217	11.259	11.300	11.341	11.382	270
280	11.382	11.423	11.465	11.506	11.547	11.588	11.630	11.671	11.712	11.753	11.795	280
290	11.795	11.836	11.877	11.919	11.960	12.001	12.043	12.084	12.126	12.167	12.209	290
300	12.209	12.250	12.291	12.333	12.374	12.416	12.457	12.499	12.540	12.582	12.624	300
310	12.624	12.665	12.707	12.748	12.790	12.831	12.873	12.915	12.956	12.998	13.040	310
320	13.040	13.081	13.123	13.165	13.206	13.248	13.290	13.331	13.373	13.415	13.457	320
330	13.457	13.498	13.540	13.582	13.624	13.665	13.707	13.749	13.791	13.833	13.874	330
340	13.874	13.916	13.958	14.000	14.042	14.084	14.126	14.167	14.209	14.251	14.293	340
350	14.293	14.335	14.377	14.419	14.461	14.503	14.545	14.587	14.629	14.671	14.713	350
360	14.713	14.755	14.797	14.839	14.881	14.923	14.965	15.007	15.049	15.091	15.133	360
370	15.133	15.175	15.217	15.259	15.301	15.343	15.385	15.427	15.469	15.511	15.554	370
380	15.554	15.596	15.638	15.680	15.722	15.764	15.806	15.848	15.891	15.933	15.975	380
390	15.975	16.017	16.059	16.102	16.144	16.186	16.228	16.270	16.313	16.355	16.397	390
400	16.397	16.439	16.482	16.524	16.566	16.608	16.651	16.693	16.735	16.778	16.820	400
410	16.820	16.862	16.904	16.947	16.989	17.031	17.074	17.116	17.158	17.201	17.243	410
420	17.243	17.285	17.328	17.370	17.413	17.455	17.497	17.540	17.582	17.624	17.667	420
430	17.667	17.709	17.752	17.794	17.837	17.879	17.921	17.964	18.006	18.049	18.091	430
440	18.091	18.134	18.176	18.218	18.261	18.303	18.346	18.388	18.431	18.474	18.516	440
450	18.516	18.559	18.601	18.643	18.686	18.728	18.771	18.813	18.856	18.899	18.941	450
460	18.941	18.983	19.026	19.068	19.111	19.154	19.196	19.239	19.281	19.324	19.366	460
470	19.366	19.409	19.451	19.494	19.537	19.579	19.622	19.664	19.707	19.750	19.792	470
480	19.792	19.835	19.877	19.920	19.962	20						



# Revised Thermocouple Reference Tables

**TYPE K**  
Reference Tables  
N.I.S.T.  
Monograph 175  
Revised to ITS-90



Thermocouple Grade

Nickel-Chromium vs. Nickel-Aluminum



Extension Grade

## MAXIMUM TEMPERATURE RANGE

Thermocouple Grade

- 328 to 2282°F

- 200 to 1250°C

Extension Grade

32 to 392°F

0 to 200°C

## LIMITS OF ERROR

(whichever is greater)

Standard: 2.2°C or 0.75% Above 0°C

2.2°C or 2.0% Below 0°C

Special: 1.1°C or 0.4%

## COMMENTS, BARE WIRE ENVIRONMENT:

Clean Oxidizing and Inert; Limited Use in

Vacuum or Reducing; Wide Temperature

Range; Most Popular Calibration

TEMPERATURE IN DEGREES °C

REFERENCE JUNCTION AT 0°C

### Thermoelectric Voltage in Millivolts

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C	
800	33.275	33.316	33.357	33.398	33.439	33.480	33.521	33.562	33.603	33.644	33.685	800	1100	45.119	45.157	45.194	45.232	45.270	45.308	45.346	45.383	45.421	45.459	45.497	1100
810	33.685	33.726	33.767	33.808	33.848	33.889	33.930	33.971	34.012	34.053	34.093	810	1110	45.497	45.534	45.572	45.610	45.647	45.685	45.723	45.760	45.798	45.836	45.873	1110
820	34.093	34.134	34.175	34.216	34.257	34.297	34.338	34.379	34.420	34.460	34.501	820	1120	45.873	45.911	45.948	45.986	46.024	46.061	46.099	46.136	46.174	46.211	46.249	1120
830	34.501	34.542	34.582	34.623	34.664	34.704	34.745	34.786	34.826	34.867	34.908	830	1130	46.249	46.286	46.324	46.361	46.398	46.436	46.473	46.511	46.548	46.585	46.623	1130
840	34.908	34.948	34.989	35.029	35.070	35.110	35.151	35.192	35.232	35.273	35.313	840	1140	46.623	46.660	46.697	46.735	46.772	46.809	46.847	46.884	46.921	46.958	46.995	1140
850	35.313	35.354	35.394	35.435	35.475	35.516	35.556	35.596	35.637	35.677	35.718	850	1150	46.995	47.033	47.070	47.107	47.144	47.181	47.218	47.256	47.293	47.330	47.367	1150
860	35.718	35.758	35.798	35.839	35.879	35.920	35.960	36.000	36.041	36.081	36.121	860	1160	47.367	47.404	47.441	47.478	47.515	47.552	47.589	47.626	47.663	47.700	47.737	1160
870	36.121	36.162	36.202	36.242	36.282	36.323	36.363	36.403	36.443	36.484	36.524	870	1170	47.737	47.774	47.811	47.848	47.884	47.921	47.958	47.995	48.032	48.069	48.105	1170
880	36.524	36.564	36.604	36.644	36.685	36.725	36.765	36.805	36.845	36.885	36.925	880	1180	48.105	48.142	48.179	48.216	48.252	48.289	48.326	48.363	48.399	48.436	48.473	1180
890	36.925	36.965	37.005	37.046	37.086	37.126	37.166	37.206	37.246	37.286	37.326	890	1190	48.473	48.509	48.546	48.582	48.619	48.656	48.692	48.729	48.765	48.802	48.838	1190
900	37.326	37.366	37.406	37.446	37.486	37.526	37.566	37.606	37.646	37.686	37.725	900	1200	48.838	48.875	48.911	48.948	48.984	49.021	49.057	49.093	49.130	49.166	49.202	1200
910	37.725	37.765	37.805	37.845	37.885	37.925	37.965	38.005	38.044	38.084	38.124	910	1210	49.202	49.239	49.275	49.311	49.348	49.384	49.420	49.456	49.493	49.529	49.565	1210
920	38.124	38.164	38.204	38.243	38.283	38.323	38.363	38.402	38.442	38.482	38.522	920	1220	49.565	49.601	49.637	49.674	49.710	49.746	49.782	49.818	49.854	49.890	49.926	1220
930	38.522	38.561	38.601	38.641	38.680	38.720	38.760	38.799	38.839	38.878	38.918	930	1230	49.926	49.962	49.998	50.034	50.070	50.106	50.142	50.178	50.214	50.250	50.286	1230
940	38.918	38.958	38.997	39.037	39.076	39.116	39.155	39.195	39.235	39.274	39.314	940	1240	50.286	50.322	50.358	50.393	50.429	50.465	50.501	50.537	50.572	50.608	50.644	1240
950	39.314	39.353	39.393	39.432	39.471	39.511	39.550	39.590	39.629	39.669	39.708	950	1250	50.644	50.680	50.715	50.751	50.787	50.822	50.858	50.894	50.929	50.965	51.000	1250
960	39.708	39.747	39.787	39.826	39.866	39.905	39.944	39.984	40.023	40.062	40.101	960	1260	51.000	51.036	51.071	51.107	51.142	51.178	51.213	51.249	51.284	51.320	51.355	1260
970	40.101	40.141	40.180	40.219	40.259	40.298	40.337	40.376	40.415	40.454	40.494	970	1270	51.355	51.391	51.426	51.461	51.497	51.532	51.567	51.603	51.638	51.673	51.708	1270
980	40.494	40.533	40.572	40.611	40.651	40.690	40.729	40.768	40.807	40.846	40.885	980	1280	51.708	51.744	51.779	51.814	51.849	51.885	51.920	51.955	51.990	52.025	52.060	1280
990	40.885	40.924	40.963	41.002	41.042	41.081	41.120	41.159	41.198	41.237	41.276	990	1290	52.060	52.095	52.130	52.165	52.200	52.235	52.270	52.305	52.340	52.375	52.410	1290
1000	41.276	41.315	41.354	41.393	41.431	41.470	41.509	41.548	41.587	41.626	41.665	1000	1300	52.410	52.445	52.480	52.515	52.550	52.585	52.620	52.654	52.689	52.724	52.759	1300
1010	41.665	41.704	41.743	41.781	41.820	41.859	41.898	41.937	41.976	42.014	42.053	1010	1310	52.759	52.794	52.828	52.863	52.898	52.932	52.967	53.002	53.037	53.071	53.106	1310
1020	42.053	42.092	42.131	42.169	42.208	42.247	42.286	42.324	42.363	42.402	42.440	1020	1320	53.106	53.140	53.175	53.210	53.244	53.279	53.313	53.348	53.382	53.417	53.451	1320
1030	42.440	42.479	42.518	42.556	42.595	42.633	42.672	42.711	42.749	42.788	42.826	1030	1330	53.451	53.486	53.520	53.555	53.589	53.623	53.658	53.692	53.727	53.761	53.795	1330
1040	42.826	42.865	42.903	42.942	42.980	43.019	43.057	43.096	43.134	43.173	43.211	1040	1340	53.795	53.830	53.864	53.898	53.932	53.967	54.001	54.035	54.069	54.104	54.138	1340
1050	43.211	43.250	43.288	43.327	43.365	43.403	43.442	43.480	43.518	43.557	43.595	1050	1350	54.138	54.172	54.206	54.240	54.274	54.308	54.343	54.377	54.411	54.445	54.479	1350
1060	43.595	43.633	43.672	43.710	43.748	43.787	43.825	43.863	43.901	43.940	43.978	1060	1360	54.479	54.513	54.547	54.581	54.615	54.649	54.683	54.717	54.751	54.785	54.819	1360
1070	43.978	44.016	44.054	44.092	44.130	44.169	44.207	44.245	44.283	44.321	44.359	1070	1370	54.819	54.852	54.886									1370
1080	44.359	44.397	44.435	44.473	44.512	44.550	44.588	44.626	44.664	44.702	44.740	1080													
1090	44.740	44.778	44.816	44.853	44.891	44.929	44.967	45.005	45.043	45.081	45.119	1090													
	°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	°C

Z-205

Πίνακας 7: Πίνακας αναφοράς για θερμοστοιχεία τύπου K