

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**

**FAKULTA STAVEBNÍ**



Katedra hydromeliorací a krajinného inženýrství

**Experimentální výzkum zamrzání vody v pórovitém  
prostředí**

Experimental research of freezing water in porous media

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Vedoucí diplomové práce: Ing. Martina Sobotková, Ph.D.

Vypracoval: Bc. Jakub Jurák

Praha 2022

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

### I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: Bc. Jurák Jméno: Jakub Osobní číslo: 460465  
Zadávací katedra: K143  
Studijní program: Stavební inženýrství  
Studijní obor: Inženýrství životního prostředí

### II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce: Experimentální výzkum zamrzání vody v pórovitém prostředí  
Název diplomové práce anglicky: Experimental research of freezing water in porous media

Pokyny pro vypracování:

V rámci diplomové práce rozšířte rešerši na téma laboratorních experimentů s mrznutím a táním vody v porézním prostředí. Navrhněte novou laboratorní sestavu pro provedení experimentů mrznutí a tání ve vzorku naplněném vodou a rozpuštěným plynem. Laboratorní sestavu navrhněte v úrovni výrobní dokumentace. Na sestavené laboratorní sestavě proveďte testovací experiment s vodou a rozpuštěným plynem v pórovitém prostředí. Změřte deformace během mrznoucí fáze experimentu.

Seznam doporučené literatury:

Články v odborných časopisech indexovaných v databázi WOS a dalších relevantních časopisech.  
Slattery, J. C., Interfacial Transport Phenomena, Springer, 2007

Jméno vedoucího diplomové práce: Ing. Martina Sobotková, Ph.D.

Datum zadání diplomové práce: 29.9.2021 Termín odevzdání diplomové práce: 2.1.2022  
*Údaj uveďte v souladu s datem v časovém plánu příslušného ak. roku*

Podpis vedoucího práce

Podpis vedoucího katedry

### III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

*Beru na vědomí, že jsem povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je nutné uvést v diplomové práci a při citování postupovat v souladu s metodickou příručkou ČVUT „Jak psát vysokoškolské závěrečné práce“ a metodickým pokynem ČVUT „O dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací“.*

29.9.21  
Datum převzetí zadání

Podpis studenta(ky)

# PROHLÁŠENÍ

Jméno studenta: Jakub Jurák

Název diplomové práce: Experimentální výzkum zamrznání vody v pórovitém prostředí

Prohlašuji, že jsem uvedenou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením školitele Ing. Martiny Sobotkové, Ph.D. Použitou literaturu a další materiály uvádím v seznamu použité literatury.

V Praze dne 29. 4. 2022

---

podpis

## **PODĚKOVÁNÍ**

Tímto odstavcem bych chtěl poděkovat všem, kteří mi pomohli při psaní této práce, byli mi oporou a podporovali mě, zejména mé rodině a blízkým přátelům. Zvláštní poděkování patří Ing, Martině Sobotkové, Ph.D., za odborné vedení, cenné rady a vždy přítomnou pomoc.

Tato práce vznikla za podpory projektu grantové agentury GA ČR 21-09093S „Vícefázové proudění, transport a změny struktury zeminy související se zamrzáním a rozmrzáním vody v podpovrchových vrstvách”.

## ANOTACE

Hlavním cílem diplomové práce bylo navrhnout zcela novou experimentální sestavu a provést experimenty mrznutí a tání s aplikací vzácného plynu argonu. Experimenty byly provedeny na vzorcích naplněných odplyněnou destilovanou vodou a plně nasyceným pískem. Experimentální sestava byla sestavena z vnitřní a vnější nádoby a víčka. Z prostoru mezi vnitřní a vnější nádobou byl pomocí vakuové pumpy odsáván vzduch. Vzniklé vakuum sloužilo jako izolace vzorku. Skrze otvory ve víčku bylo protaženo teplotní čidlo, které měřilo teplotu uvnitř nádoby se vzorkem a plastová hadička, pomocí které byl odváděn uvolněný argon do průtokoměru. Bylo provedeno sedm experimentů s odplyněnou destilovanou vodou a dva experimenty s nasyceným pískem. V první fázi byla nádoba se vzorkem umístěna do přetlakového aparátu a mrazicí jednotky, kde byl vzorek sycen argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C po dobu 24 nebo 36 hodin. Poté byl vzorek mražen při stejném tlaku a teplotě -10 °C po dobu 24 nebo 36 hodin. Následovala fáze tání. Nádoba se vzorkem byla vyjmuta z mrazicí jednotky a přetlakového aparátu, bylo na ní nasazeno víčko a zahájeno měření teploty a průtoku argonu průtokoměrem. U jednoho experimentu byl zároveň průtok měřen metodou počítání bublin. Výsledky experimentů poskytly informace o průběhu teplot a průtoku argonu při tání ve vzorku naplněném vodou a pískem a nasyceným argonem. Výsledky budou nadále využity pro matematické modelování.

## ANNOTATION

The main aim of the diploma thesis was to design a new experimental set-up. Freezing and thawing experiments were performed on samples filled with degassed distilled water or fully saturated sand. The samples were saturated with noble gas argon within experiments. The experimental set-up was assembled with an inner and outer vessel and a lid. Air was sucked out of the space between the vessels by a vacuum pump. The vacuum served as an isolation of the sample. A temperature sensor measured the temperature inside the sample vessel. A plastic tube was used to pipe away the released argon to the flow meter. Seven experiments with degassed distilled water and two experiments with fully saturated sand were performed. In the first phase, the sample vessel was placed in a pressure plate extractor and a freezing unit, where the sample was saturated with argon at a pressure level of 3 bars and a temperature of +23 °C for 24 or 36 hours. Then the sample was frozen at the same pressure level and temperature of -10 °C for 24 or 36 hours. The melting phase followed. The sample vessel was taken out from the freezer and the pressure plate extractor, a lid was placed on it and the measurement of argon flow and temperature was started. In one experiment, the argon flow rate was also measured by bubble counting. The results of the experiments provided information about temperatures inside the vessel and argon flow rate during the thawing phase. The results will be used for mathematical modelling.

# Obsah

1.	Úvod .....	9
2.	Rešerše literatury .....	10
3.	Teorie .....	18
4.	Materiál a metody .....	19
4.1	Experimentální válcová nádoba .....	19
4.1.1	Vnitřní a vnější nádoba .....	23
4.1.2	Víčko .....	25
4.2	Mrazicí jednotka .....	27
4.3	Optická teplotní čidla .....	27
4.4	Přetlakový aparát .....	28
4.5	Průtokoměr .....	28
4.6	Tlaková nádoba s plynným argonem .....	28
4.7	Příprava vzorků .....	29
4.7.1	Vzorek naplněný odplyněnou destilovanou vodou .....	29
4.7.2	Vzorek naplněný plně nasyceným pískem .....	29
4.8	Princip měření experimentu .....	30
4.8.1	Fáze sycení a mrznutí .....	30
4.8.2	Fáze tání .....	31
4.9	Zpracování dat .....	32
4.10	Měření deformací .....	32
4.11	Nastavení experimentů .....	32
5.	Metodika měření .....	34
5.1	Měření průtoku průtokoměrem .....	34
5.2	Měření průtoku pomocí metody počítání bublin .....	34
5.2.1	Kalibrační rovnice .....	35

5.3	Experiment s vytlačováním vody v kapiláře .....	36
6.	Výsledky a diskuze.....	38
6.1	Experimenty s odplyněnou destilovanou vodou .....	38
6.1.1	Experiment s dobou sycení 6 hodin .....	38
6.1.2	Experimenty s dobou sycení 24 hodin .....	40
6.1.3	Experimenty s dobou sycení 36 hodin .....	44
6.2	Experimenty s plně nasyceným pískem .....	48
7.	Závěr.....	57
8.	Seznam obrázků .....	59
9.	Seznam tabulek .....	61
10.	Přílohy .....	62



# 1. Úvod

Velká část ekosystému věčně zmrzlých půd neboli tzv. permafrostu díky zvyšujícím se teplotám v rámci globálního oteplování taje. Některé rozsáhlé oblasti, zejména na severní polokouli, roztávají poprvé po tisíci letech. Mikroorganismy kdysi uvězněné v ledu začínají rozkládat organický materiál a tím uvolňují do atmosféry skleníkové plyny jako oxid uhličitý či metan (*Turetsky a kol., 2019*). Zvyšování teploty v těchto oblastech a následné tání permafrostu má zásadní vliv na místní prostředí. Kdysi stabilní permafrost je destabilizován a stále častěji severní oblasti ohrožují eroze či propady zeminy. Některé oblasti jsou zaplavovány vodou, což zrychluje uvolňování metanu do ovzduší, jelikož vodní plochy vypouštějí do atmosféry větší množství metanu než ostatní plochy (*Olefeld a kol., 2016*).

Existuje mnoho modelů, které poskytují odlišné scénáře budoucnosti aktuálně zamrzlého uhlíku. Jeden předpokládá, že tání permafrostu ve velkém měřítku vede k prosychání půdy a sušší podmínky urychlí rozklad organické hmoty, což zvýší emise oxidu uhličitého, naopak se silně potlačí emise metanu (*Lawrence, 2015*). Měření obsahu metanu v permafrostu ukázalo, že koncentrace metanu ve zmrzlých půdách a klínech je vyšší, než současná atmosférická koncentrace a geologicky starší permafrost obsahuje vyšší hodnoty koncentrace než permafrost geologicky mladší. Zvýšený obsah vody také implikuje vyšší koncentrace metanu. (*Brouchkov a kol., 2002*).

Předkládaná diplomová práce si kladla za cíl prohloubit znalosti o fyzikálních principech mrznutí a tání vody na malém vzorku naplněném destilovanou odplyněnou vodou nebo plně nasyceným pískem, nasyceném vzácným plynem – argonem. Během experimentů byl měřen teplotní průběh vzduchu uvnitř vzorku, byla měřena změna objemu vzorku během fáze tání a také bylo měřeno množství vzácného plynu argonu, který ze vzorku unikal během fáze tání. V rámci diplomové práce byla navržena, sestavena a uvedena do provozu nová experimentální sestava. V diplomové práci je představena metodika měření experimentů. V závěru práce jsou uvedeny výsledky testovacích experimentů s destilovanou odplyněnou vodou a nasyceným pískem.

Cílem této práce bylo (i) rozšířit rešerši na téma mrznutí a tání permafrostu, tvorbu a únik plynů ze zamrzlé půdy, (ii) provést testovací experimenty mrznutí a tání ve vzorku naplněném vodou s aplikací vzácného plynu (iii) provést experimenty s plně nasyceným pískem, (iv) změřit průběh teploty uvnitř vzorku, (v) změřit průtok vzácného plynu a (vi) změřit deformace vzorku v průběhu experimentu.

## 2. Rešerše literatury

V chladnějších regionech dochází ke stále častějšímu jevu, při kterém dochází k tání a opětovnému mrznutí, dříve stále zamrzlé, půdy. Cykly, při kterých půda taje a opětovně mrzne, jsou stále významnější a reflektují globální změny teploty na zeměkouli.

Během období, kdy teploty vzduchu klesají hluboko pod bod mrazu, dochází v půdě k tvorbě ledových čoček (např. *Li a kol., 2017*). V důsledku mrznutí vody, dochází ke zvětšení objemu vody v pórech a nadzdvihání půdy nad ledovými čočkami. Na čele mrznutí (místo, kde se teplota v půdě dostává pod 0 °C) vzniká záporný tlak, který způsobí, že je sem voda přemístěna a vytvoří zde ledové čočky. Pokud zmrzlé ledové čočky začnou roztávat v důsledku změny teploty, může docházet např. k sedání budov, nerovnostem na silnicích, sesuvům půdy apod. (*Gordon a kol., 2008*)

*Ishikawa a kol. (2016)* zkoumali, jaký vliv mají cykly mrznutí a tání na propustnost a zadržení vody na třech vzorcích vulkanické hrubozrnné zeminy a písku. Během experimentů mrznutí a tání byli vzorky vystaveny různé teplotě a tlaku vzduchu a vody. Z výsledků bylo patrné, že během cyklů mrznutí došlo k porušení textury.

Změnami mechanických a fyzikálních vlastností půdy se zabývali také např. *Nsaif a kol. (2019)*, kteří studovali změny v zemině při experimentech mrznutí a tání s různou velikostí napětí (až do 1 MPa). Vzorek byl nasycen odplyněnou vodou a teplota byla měřena dvěma termistory, na vrchní části a spodní části vzorku. Teplota ve vzorku klesla na -9 °C a po celou dobu experimentu zůstala stabilní. Po ukončení mrazení se teplota uvnitř vzorku začala vyrovnávat s teplotou v laboratoři (21 °C). Teploty měřené na obou čidlech se snižovaly a zvyšovaly souběžně, horní teplota čidla byla lehce vyšší, a to díky přirozené konvekci, která se může vyskytovat, uvnitř vzorku. Systém byl dále využíván pro aplikování různých počtů mrazících cyklů, byl měřen objem vzorků a sledovány deformace zeminy.

Experimenty mrznutí a tání na různých typech půdy provedli také *Zeinali a kol. (2016)*. Vzorky zeminy vystavovali mrazu a hlavním cílem jejich výzkumu posledních let bylo kategorizovat půdy, dle jejich citlivosti vůči mrazu.

Během tání zmrzlých čoček dochází k uvolňování metanu (*Wagner a kol., 2003*). Vznik metanu během mrznutí v podzimních a zimních měsících a jeho uvolnění během období tání není ještě dobře popsáno. Proto se *Wagner a kol. (2003)* věnovali vlivu mrznutí a tání na proudění metanu v aktivní vrstvě permafrostu na Sibiři. Na neporušených vzorcích byly provedeny experimenty s různými scénáři např. celý vzorek byl vystaven mrazu, vzorek byl

mražen pouze seshora nebo zesponu apod. Výsledky experimentů ukázaly na spojitost mezi teplotou půdy, množstvím vody a metanu během mrazících a rozmrazovacích cyklů. Laboratorní výsledky také ukázaly, že byl metan kromě vegetačního období produkován i v podzimním období. Z výsledků zjistili, že mikrobiální produkce metanu probíhala při teplotách okolo +1 °C v nižších vrstvách půdy. Poté byl v permafrostu zachycen a vypuštěn do atmosféry až v období tání následující jaro.

Celosvětové zvyšování teplot vyvolává změny v redistribuci vody a v prostorovém rozložení vody v půdním profilu. Množství vody v půdě ovlivňuje zemědělství, erozi, mikrobakteriální aktivitu pod zamrzlou vrstvou a chování permafrostu při tání, což je úzce spjato s globálním oteplováním. Průběh teploty a obsahu vody během mrznoucí fáze experimentů studovali *Watanabe a kol. (2011)* na vzorku písku, jílu a hlinitém jílu. Studie byla provedena na válcových vzorcích o průměru 7,8 cm a výšce 35 cm. K měření teploty byly využity měděné termočlánky, vodivostní čidla (TDR) a tenzometry. Stěny vzorku byly izolovány gumou, která byla navíc obalena skelnou vatou. Výsledky ukázaly, že obsah nezamrzlé vody a tlaková výška se snižují se snižující se teplotou. Tlak nezamrzlé vody byl v zamrzlé půdě nižší než v nezamrzlé půdě, proto se voda pohybovala směrem k zamrzlé vrstvě blíže povrchu. Vztah mezi vlhkostí a tlakovou výškou během experimentu přibližně korespondoval s retenční čarou naměřenou běžnými metodami. Množství nezamrzlé vody prudce kleslo u písku, postupně u jílu a různě rychle u hlinitého jílu. Množství celkové zamrzlé vody u písku a hlinitého jílu vzrostl, kdežto u jílu se celkové množství změnilo jen poblíž čela mrazu.

Opakované zamrzání půdy má za následek terénní změny jako jsou ledové klíny, ledové valy nebo povrchový led. Se stálou teplotou vzduchu pod bodem mrazu začne mrznout povrch půdy a mráz se postupně dostává i do hlubších částí. Voda v pórech postupně zamrzá a zvětšuje svůj objem, zatímco nezamrzlá voda se z hlubších částí dostává vzhůru k povrchu. S každoročním opakováním, migrující voda a led výrazně přetvářejí terén v chladných oblastech. Teplota půdy má vliv na obsah nezamrzlé vody a tloušťku ledu v ní, což ovlivňuje mechanické vlastnosti půdy.

*Turetsky a kol. (2019)* upozorňují na fakt, že Arktida se otepluje a permafrost taje, na některých místech poprvé po tisíci letech. Při zvyšující se teplotě nad bod mrazu, mikroorganismy začínají rozkládat organický materiál. Permafrost v sobě zadržuje bez mála 1 600 miliard tun uhlíku (*Schuur a kol., 2015*).

V Arktidě, vlivem tajících ledových kapes, dochází v mnohých oblastech k náhlému propadání půdy. Na Aljašce lze dokonce pozorovat několik dříve zalesněných oblastí, které jsou zaplaveny vodou (*Olefeldt a kol., 2016*). Zaplavené oblasti se stávají velkým problémem, protože mohou do atmosféry vypouštět větší množství metanu než pevný povrch. Rozmrzáni zeminy může vést také k sesuvům půdy, při nichž se do okolí může uvolnit značné množství CO<sub>2</sub> z tajícího ledu. Ze studie *Turetsky a kol. (2019)* vyplývá, že náhlé tání půd v oblasti nížinných jezer a mokřadů, by mohlo uvolnit až 100 miliard tun uhlíku do roku 2300. Současné modely postupného tání permafrostu předpokládají uvolnění až 200 miliard tun uhlíku. Při náhlém tání je uvolněno více metanu než při postupném tání, klimatický dopad bude obdobný (*Koven a kol., 2015*).

Mezi další výzkumníky zabývající se množstvím obsahu uhlíku v permafrostu v arktických a subarktických oblastech a jeho reakcí na klimatické změny se řadí *Shuur a kol. (2015)*. Klimatické změny vedou k rychlejšímu mikrobiologickému rozkladu uhlíku a jeho uvolnění do atmosféry společně s metanem.

Vlivem tání permafrostu vznikají významné reliéfové útvary tzv. termokrasy (*Olefeldt a kol., 2016*). Termokrasy se propadají a klesají pod úroveň okolního terénu. Termokrasy zabírají přibližně asi 20 % permafrostu na severní polokouli a jejich rychlost vzniku a množství se zvyšuje. Výzkumy odhadují, že téměř polovina množství podzemního uhlíku je uložena právě v termokrasech.

Během prováděných experimentů mrznutí a tání mohou být sledovány další fyzikální a chemické vlastnosti půd v chladných oblastech, adsorpce a desorpce fosforu v půdě (*Wang a kol., 2017*) nebo výsledky experimentů mohou být využity jako vstupní informace k odhadu parametrů fyzikálně-matematickým modelem (*Stähli a kol., 1996*).

*Holocher a kol. (2002)* se ve své práci zaměřili na experimentální výzkum tzv. „přebytečného vzduchu“ v kvazi-nasyceném porézním prostředí. Studovali vznik přebytku rozpuštěného vzduchu v kvazi-nasycených materiálech pomocí analýzy a interpretace rozpuštěného vzácného plynu (He, Ne, Ar, Kr, Xe) během experimentů na laboratorních válci. Jejich studie byla realizována na dvou různých experimentálních sestavách, kdy v obou z nich byl použit křemičitý písek ve válci o výšce jednoho metru. Experiment se skládal ze dvou fází. První fáze: stálé doplňování podzemní vody – bylo simulováno jednosměrným prouděním vody skrze válec a druhá fáze: kolísání hladiny podzemní vody ve zvodni bez infiltrace – bylo zajištěno cyklickým kolísáním vody ve sloupcích. Kompletní nebo alespoň částečné rozpuštění vzduchových bublin zachycených v křemičitém písku identifikovali jako mechanismus

zodpovědný za vytváření „přebytečného vzduchu“. Záviselo na návrhu experimentu, nicméně přesycení rozpuštěným vzácným plynem se pohybovalo v rozmezí 1,4 % až 16,2 %. Pomocí inverzních a koncepčních modelů byli interpretovány naměřené průtoky vzácných plynů a byly porovnány s výsledky numerických simulací vzduchových bublin rozpuštěných ve válci s plně saturovanou půdou. Kromě množství zachyceného vzduchu, hydrostatický i kapilární tlak jsou důležitými parametry zodpovědnými za celkové množství rozpuštěného vzduchu. Složení „přebytečného vzduchu“ se řídí režimem odtoku vody, distribucí velikosti bublin, původní koncentrací rozpuštěných plynů a původně zachyceným plynem.

V další práci se *Holocher a kol. (2003)* zabývali kinetickým modelem rozpuštěných vzduchových bublin a složením rozpuštěného plynu ve vodě. Přítomnost zachycených vzduchových bublin v horní, kvazi nasycené části zvodně může podstatně ovlivnit koncentrace atmosférických stopových plynů v podzemních vodách, jakož i bioremediaci, která závisí na skutečném obsahu rozpuštěného plynu jako je kyslík či dusík. K detailnímu popisu výměny plynů byl vyvinut kinetický model transportu rozpuštěného vzduchu v porézním prostředí, který popisuje také mezifázové přenosy hmoty se zachycenými bublinami vzduchu. Model zohledňuje změny ve velikosti zachycených bublin. Proto umožňuje kvantifikaci přenosu hmoty mezi bublinami libovolného složení a proudící či stojatou vodou ve válci se vzorkem.

Výsledné koncentrace rozpuštěných atmosférických plynů v podzemní vodě jsou z důvodu rozpouštění zachycených bublin vyšší než jejich rovnovážné koncentrace rozpustnosti. Časový vývoj složení tohoto „přebytečného vzduchu“ je dán rozpustností a molekulární difuzivitou uvažovaných plynů, podmínkami proudění a fyzikálními vlastnostmi zvodně, jako je poměr zachyceného vzduchu a vody v prostoru pórů. V případě vzácných plynů v průtočném systému se zdá, že rozdíly rozpustnosti jsou pro složení „přebytečného vzduchu“ důležitější než rozdíly molekulární difuzivity.

*Goldbergová a kol. (2008)* ve své studii zkoumali účinky mrznutí a tání na toky plynů CO<sub>2</sub> (oxid uhličitý), N<sub>2</sub>O (oxid dusný) a NO (oxid dusnatý) mezi půdou a atmosférou. Neporušené půdní vzorky byly odebrány ze vzrostlého smrkového lesa na jihovýchodě Německa. Průtoky plynů byly studovány na vzorcích, které byly vystaveny záporným teplotám -3 °C, -8 °C a -13 °C. Experimenty proběhly na dvou typech půdních vzorků, (a) jeden složený pouze z organických materiálů a (b) druhý složený z vrstvy organické hmoty a vrstvy minerální půdy. Během fáze tání pozorovali rostoucí množství CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O a NO uvolněné z lesní půdy. Výsledky ukázaly, že z největší části se na produkci plynů podílely ty vrstvy, které obsahovaly organickou hmotu. Po prudkém zmrazení vzorku byl při tání zaznamenán vyšší tok CO<sub>2</sub>,

zatímco při opakovaných cyklech mrznutí a tání byl tok CO<sub>2</sub> nižší. Rychlost a teplota mražení ani opakované cykly mrznutí a tání neměly vliv na průtok N<sub>2</sub>O a NO. Dále se ukázalo, že v minerální vrstvě také docházelo k produkci N<sub>2</sub>O. NO bylo vytvořeno hlavně při zvýšení teploty půdy během rozmrazování. V tomto experimentu mrznutí a tání byly zaznamenány až 20x vyšší průtoky NO než průtoky N<sub>2</sub>O. Výsledky tedy naznačují, že rozmrzání horní vrstvy ve smrkových lesích má malý potenciál zvýšit koncentrace CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O a NO.

Mrznutí a tání ovlivňuje mnoho fyzikálních, chemických a biologických procesů v půdách, včetně produkce stopových plynů. *Teepe a kol. (2004)* studovali mrznutí a tání na třech půdách: písčité, prachové a hlinité. Také studovali účinky změny obsahu vody a tvorbu N<sub>2</sub>O a CO<sub>2</sub>. Koncentrace N<sub>2</sub>O během tání klesaly v závislosti na obsahu vody v pórech. Čím menší množství vody v pórech, tím nižší koncentrace N<sub>2</sub>O. Koncentrace CO<sub>2</sub> souvisely s obsahem půdní vody. Nejmenší koncentrace N<sub>2</sub>O a CO<sub>2</sub> byly zaznamenány při nejvyšším obsahu vody v půdě a naopak. Koncentrace CO<sub>2</sub> během tání překročily původní koncentrace před zmrazením půdy, což naznačuje, že se zmrazením zvýšil přísun živin. Rozdíly koncentrací mezi jednotlivými půdními vzorky byly malé, omezovaly se pouze na krátká období mrznutí a byly způsobeny rozdílnými časy potřebnými ke zmrznutí půdní vody. Rozdíly ve struktuře půdy neměly žádný výrazný vliv na N<sub>2</sub>O během tání. Zmrazení půdy na méně než jeden den, mělo zanedbatelné účinky. Zatímco delší mrznutí způsobilo zvýšení koncentrací CO<sub>2</sub> i N<sub>2</sub>O. Doba mrznutí a obsah vody v půdě mají zjevně významný vliv na koncentraci N<sub>2</sub>O, zatímco efekt textury půdy v rozsahu, ve kterém jej studovali, byl malý.

*Brouchkov a kol. (2002)* se zaměřili na měření obsahu metanu v permafrostu. Koncentraci metanu ve vzduchových bublinách permafrostu měřili jak v náplavových usazeninách, tak v ledových klínech na východní Sibíři. Naměřené hodnoty koncentrace metanu dosahovaly až 6000 ppm v usazeninách i klínech. Průměrná hodnota koncentrace metanu v půdách a klínech byla vyšší než současná atmosférická koncentrace. Byl zkoumán disproporční vztah mezi hodnotami koncentrace metanu a oxidu uhličitého. Hodnoty koncentrace metanu v ledových klínech byly nižší než ve zmrzlých půdách. Geologicky starší permafrost obsahoval vyšší hodnoty koncentrace metanu než permafrost geologicky mladší. Odebrané vzorky půdy uchovávali při teplotě -5 °C. Trvalo měsíce, než zachytili nepatrné změny obsahu metanu na různých půdách. Produkce metanu časem klesá, proto jsou dlouhodobé předpovědi obsahu metanu v zamrzlých půdách problematické.

*Lipp a kol. (1987)* se ve svém výzkumu zabývali procesem mrznutí vodných roztoků plynů a tvorbou vzduchových bublin na pohyblivém rozhraní voda-led. Obohacení plynů

v důsledku distribučního koeficientu bylo detekováno pomocí metody testovací bubliny. Poloměr bubliny se zvětšoval tím, jak se přibližovalo čelo mrznutí. Pro kyslík byl zjištěn distribuční koeficient 0,048 (při 0 °C). Bubliny se tvořily na rozhraní voda-led a rostly ve stacionární koncentraci v tekuté fázi roztoku. Tvorba bublin závisela nejen na koncentraci plynů, ale také na samotném procesu mrznutí a přítomnosti jiných látek, jako např. sůl, která ovlivňuje rozpustnost plynů. Suspendované částice a pevné povrchy, jejich povaha a tvar také ovlivňovali dobu vzniku vzduchových bublin v mrznoucím roztoku. Ve vysoce nasycených roztocích plynu bylo možné pozorovat dendritický rozpad rovinného rozhraní voda-led v důsledku obohacení plynem. Vznik a růst bublin se jevil jako periodický proces, který potřebuje určité podmínky a může být vysvětlen neustálým zvyšováním a snižováním koncentrace plynů v roztoku. Kinetika zvětšování bublin a jejich maximální velikost se řídila rychlostí rozhraní voda-led. Během zvětšování byly bubliny vytlačovány a částečně zapouzdřeny, dokud nedosáhly poloměru v řádu difúze mezní vrstvy koncentračního profilu a nebyly plně pohlceny pevnou fází (ledem).

*Loose a kol. (2010)* se ve své práci zaměřili na experimentální stanovení koeficientů difúze pro kyslík (O<sub>2</sub>) a fluorid sírový (SF<sub>6</sub>) v experimentálních válcích naplněných mořským ledem s konstantní tloušťkou a teplotou povrchu ledu mezi -4 °C a -12 °C. Vzorčky hodnotící SF<sub>6</sub> ukázaly klesající koncentraci plynu od rozhraní voda-led k rozhraní led-vzduch s důkazy o rozdělení rozpustnosti mezi póry naplněnými plynem a kapalinou. V průměru se koeficient difúze pro SF<sub>6</sub> pohyboval okolo hodnoty  $1,3 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$  ( $\pm 40 \%$ ) a pro O<sub>2</sub>  $3,9 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$  ( $\pm 41 \%$ ). Při porovnání těchto odhadů koeficientů difúze se stávajícím odhadem přenosu plynu vzduch-moře ukazuje, že výměna plynů difúzí mořským ledem může být zanedbatelná ve srovnání s výměnou plynů vzduch-moře prasklinami v ledu, i když podíl otevřené vody je menší než 1 %.

*Lawrence a kol. (2015)* se zabývali vlivem tajícího permafrostu a změnami vlhkosti půdy vzhledem ke koncentracím CO<sub>2</sub> a CH<sub>4</sub>. S pomocí jejich modelu CLM (Community Land Model) předpověděli, že by tání permafrostu mohlo vést k významnému prosychání půdy v důsledku zvýšeného odvodňování po jeho roztátí. CLM předpokládá, že sušší podmínky urychlí rozklad organické hmoty s doprovodným zvýšením koncentrace oxidu uhličitého. Naopak sušší podmínky silně potlačují nárůst množství metanu. S ohledem na společný vliv CO<sub>2</sub> a CH<sub>4</sub> na globální oteplování, vysychání půdy oslabuje jejich potenciál modelovaný CLM o více než 50 % ve srovnání s případem nevysychání.

*Matzner a kol. (2008)* si položili otázku, zda události mrznutí a tání zvyšují úbytek uhlíku a dusíku z půd různých ekosystémů. V přezkoumání přišli na to, že cykly mrznutí a tání by mohly vyvolat ztráty plynů nebo rozpuštěných látek s dusíkem, ale pouze takové, které se projeví až v ročním časovém měřítku. Zjistili také, že při tání zmrzlé půdy se náhle uvolní velké množství oxidu uhličitého. Avšak v ročním časovém měřítku mají cykly mrznutí a tání buď malý účinek na ztráty půdního uhlíku nebo dokonce snižují jeho ztráty ve srovnání s podmínkami bez mrznutí a tání. Mírnější zimní klima naopak může mít za následek větší ztráty uhlíku z půd.

*Marion (1995)* ve svém přehledu široce zkoumal interakce mezi procesy mrznutí a tání a chemismem půd se zaměřením na 1) vliv rozpuštěných látek na fyzikální vlastnosti, jako je pokles bodu mrazu, nezamrzlá voda a zdvihání půdy, 2) efekt cyklů mrznutí a tání a nízkých teplot na chemismus půd a 3) modelování mrznutí a tání a chemismu. Marion zjistil, že přítomnost rozpuštěných látek způsobuje pokles teploty zmrznutí, což zvyšuje množství nezamrzlé vody v půdách. Kapalně filmy, na částicích půdy poskytují dominantní cestu pro tok vody a s ní spojené rozpuštěné látky v zamrzlých půdách. Obecně platí, že soli snižují hydraulickou vodivost a snižují také proudění vody k zamrzlému čelu, což snížilo výskyt nadzdvihávání půdy způsobené mrazem. Vylučování rozpuštěných látek během mrznutí vede k přesycení roztoků, což podporuje srážení sekundárních minerálů v půdách. Na úrovni povodí jsou koncentrace iontů ve vodě z tání (půd) často 2 – 9krát vyšší než koncentrace ve vodě ze sněhové pokrývky. Teplota je dominantním faktorem řídící rychlost rozkladu, přičemž v minimální detekovatelné míře nastává při teplotě -10 °C. Jak houby, tak bakterie jsou fyziologicky aktivní při teplotách pod bodem mrazu. Mimobuněčné enzymy jsou aktivní v půdách i při teplotě -20 °C. Předpokládá se, že k této aktivitě dochází v nezamrzlé vodě na povrchu půdních částic. Marion tvrdí, že mezi vlastnostmi půdy existují silné a složité interakce, které řídí toky rozpuštěných látek a vody podél koncentračních, teplotních a hydrostatických gradientů v zamrzajících a zamrzlých půdách.

Cílem studie *Holtana a kol. (2018)* bylo lépe porozumět komplexním procesům mrznutí a tání a účinkům těchto procesů na proudění vody a transport pesticidů půdou. Provedli zavlažovací experiment na sloupcích s půdou, aby kvantifikovali transport nereaktivního indikátoru a herbicidu MCPA (kyselina 4-chlor-2-methylfenoxycetová) v částečně zamrzlé půdě. V tomto experimentu bylo použito celkem 40 neporušených vzorků ornice a podloží ze dvou zemědělských polí s kontrastními půdními typy (bahno a hlína) v jihovýchodním Norsku. MCPA a bromid byly aplikovány na horní okraj všech sloupců. Polovina vzorků byla



poté zmrazena při  $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ , zatímco druhá polovina byla uchovávána při teplotě  $+4\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Sloupce byly následně podrobeny opakovanému zavlažování rychlostí 5 mm umělé dešťové vody po dobu 5 hodin. Po každém zavlažování následovalo 14denní období mrznutí ( $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) nebo chlazení ( $+4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Výsledky ukázaly, že téměř o 100 % více MCPA se vyluhovalo ze zmrzlých než nezmrzlých sloupců. Schéma postupu vyluhování bromidu a MCPA si byly ve zmražených vzorcích velmi podobné. S vysokými koncentracemi a jasnými maximy za začátku procesu zavlažování a s nižšími koncentracemi v pozdějších fázích. Z nezamrzlých vzorků ornice se nevyluhovala téměř žádná MCPA a koncentrace byly velmi nízké. Bromid vykazoval odlišný tok. Pesticidy pronikaly půdními makropóry v relativně vysokých koncentracích v částečně zamrzlé půdě.

*Liu a kol. (2020)* se zabývali metodami umělého zemního zmrazování a navrhli novou metodu s injektáží zemního studeného plynu, pomocí níž by mohla mělká půda a voda rychle zmrznout. Studený plyn o teplotě od  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  byl vstřikován do laboratorního vzorku s pískem a byl studován vývoj čela mrznutí a migrace vody. Podle vývoje čela mrznutí byl proces zmrazování rozdělen na počáteční fázi ochlazování, fázi fázového přechodu a fázi podchlazování. Výsledky ukázaly, že zvýšení počátečního obsahu vody na začátku experimentů mělo malý vliv na dobu potřebnou pro dokončení počáteční fáze chlazení, zatímco doba potřebná pro fázový přechod se zvýšila téměř ve stejném poměru.

*Libby a kol. (2020)* studovali účinky intenzity zamrzání na půdní podmínky a emise  $\text{N}_2\text{O}$ . Vytvořili jednosměrné mrznutí a tání (shora dolů). Zemina byla umístěna do krabic, které byly po stranách izolované, zespodu vyhřívané a nahoře otevřené. Sníh byl umístěn na povrch půdy a krabice byly umístěny do samostatných komor s řízenou klimatizací, aby zmrzly ( $-9\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) a rozmrazily se ( $+5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Metoda byla použita v experimentu k vyhodnocení vztahů mezi počtem dnů mrazu, obsahem vody v půdě, přeměnami uhlíku a dusíku a emisemi  $\text{N}_2\text{O}$ . Výsledky ukázaly, že koncentrace  $\text{N}_2\text{O}$  byly největší z půd, které byly vystaveny většímu mrazu. Vrcholy obsahu vody v půdě během tání předcházely vrcholům toku  $\text{N}_2\text{O}$ . Zvýšení obsahu vody simulací deště nezvýšilo emise  $\text{N}_2\text{O}$  ve srovnání se samotným táním sněhu.

### 3. Teorie

Vztah váhového množství plynu rozpuštěného v kapalině je dán Henryho zákonem. Závislost rozpustnosti v závislosti na tlaku je vyjádřen rovnicí:

$$C = He^{Q\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)} Mp \quad (1)$$

c	[kg.m <sup>-3</sup> ]	koncentrace rozpuštěné látky ve vodě
p	[Pa]	tlak
T	[K]	teplota
He	[mol.m <sup>-3</sup> .Pa <sup>-1</sup> ]	konstanta pro Henryho zákon při referenční teplotě $T_{ref} = 298,15 \text{ K}$ (pro argon $He = 1,4 \cdot 10^{-5}$ )
M	[g.mol <sup>-1</sup> ]	molární hmotnost (pro argon $M = 39,948$ )
Q	[K]	konstanta (pro argon $Q \in (1400;1700)$ , použito $Q = 1550$ )

(převzato ze Sander, 2015)

Stavová rovnice ideálního plynu závisí na tlaku a teplotě a je dána:

$$p = \rho \frac{R}{M} T \quad (2)$$

p	[Pa]	tlak
ρ	[kg.m <sup>-3</sup> ]	hustota
R	[m <sup>3</sup> .Pa.K <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> ]	univerzální plynová konstanta, R = 8,914
M	[kg.mol <sup>-1</sup> ]	molární hmotnost
T	[K]	teplota

Pro výpočty uvedené v této práci budou použity hodnoty hustoty pro vodu při 20 °C 998,2 kg.m<sup>-3</sup>, pro led při 0 °C 916,7 kg.m<sup>-3</sup> a pro led při -10 °C 918,7 kg.m<sup>-3</sup>.

Argon je bezbarvý nehořlavý plyn bez zápachu, těžší než vzduch. Plyn je rozpustný ve vodě a jeho rozpustnost při 20 °C a tlaku 1 bar činí 3,4 ml/100ml. (*National Center for Biotechnology Information, 2022*).

## 4. Materiál a metody

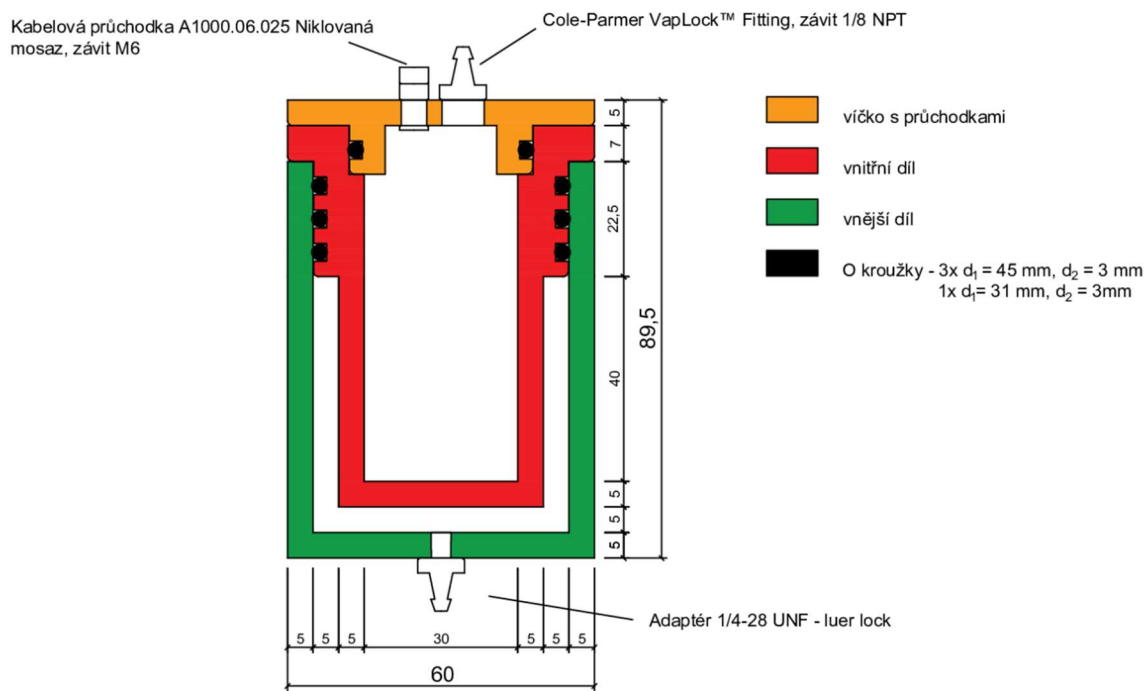
Laboratorní experimenty mrznutí a tání, které jsou v této práci prezentovány, byly naměřeny v laboratořích katedry Hydromeliorací a krajinného inženýrství (K143), Fakulty stavební, Českého vysokého učení technického v Praze (ČVUT v Praze).

V rámci diplomové práce byla navržena nová laboratorní sestava pro provedení experimentů mrznutí a tání ve vzorku naplněném destilovanou odplyněnou vodou nebo plně nasyceným pískem s aplikací vzácného plynu argonu.

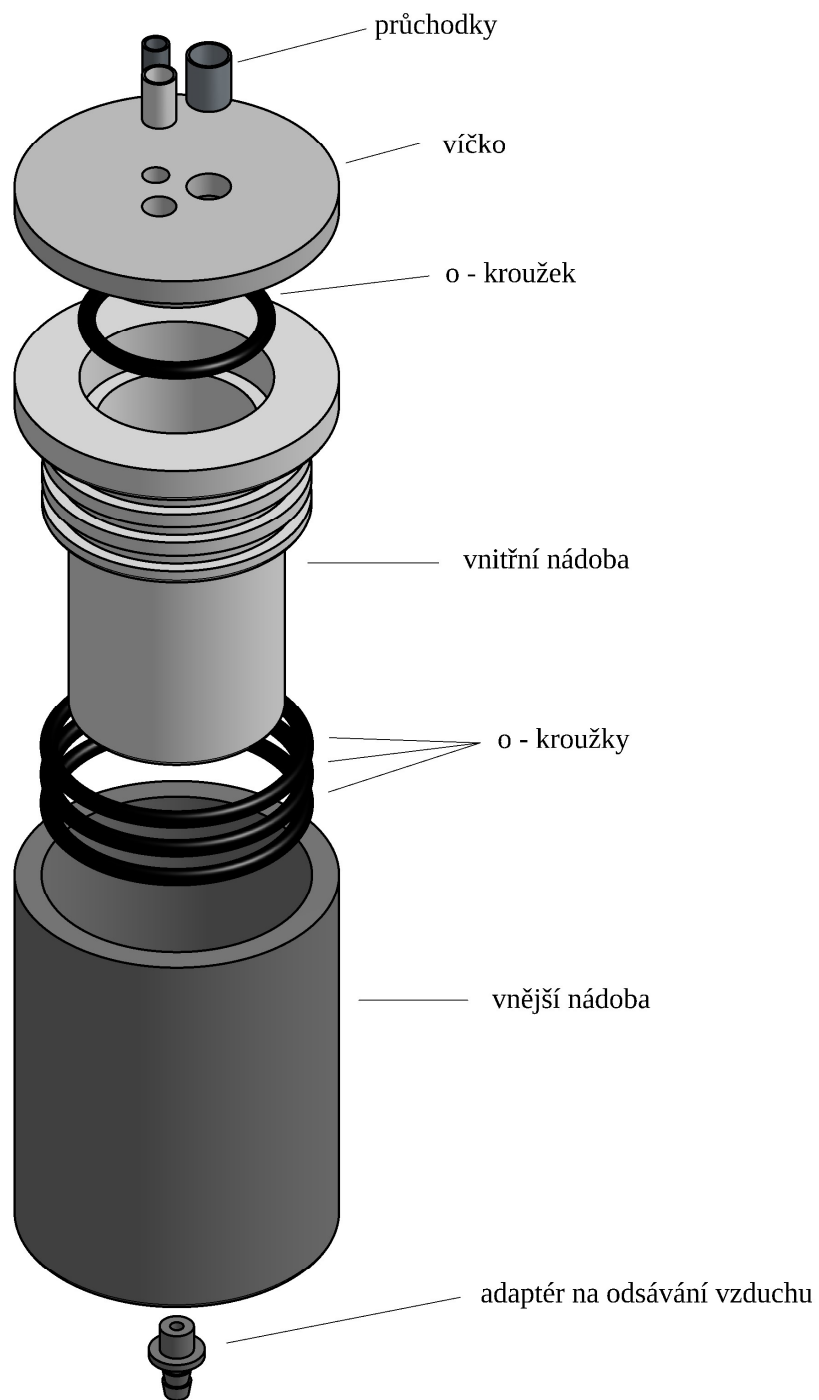
Sestava skládající se z experimentální nádoby na vzorek, mrazící jednotky, teplotního čidla, přetlakového aparátu, průtokoměru, tlakové lahve s argonem, vakuové pumpy a stolního počítače byla umístěna v laboratoři s nastavenou konstantní teplotou 23 °C.

### 4.1 Experimentální válcová nádoba

Experimentální nádoba na vzorky (Obrázek 1) je složena ze tří hlavních částí: vnitřní nádoba, vnější nádoba a víčko. Vnitřní nádoba má průměr 30 mm a výšku 40 mm (objem 28,27 cm<sup>3</sup>). Experimentální nádoba na vzorek byla navržena na základě několika požadavků. Prvním požadavkem bylo, aby byl vzorek uvnitř nádoby izolován. Proto byl vnitřní válec umístěn do vnějšího válce, tak aby mezi válečky vznikla vzduchová kapsa (viz. Obrázek 2). Vzduch byl odsáván pumpou a bylo vytvořeno vakuum. Tímto docházelo k postupu teplotních změn (především při tání) uvnitř vzorku pouze seshora. Dalším požadavkem bylo, aby experimentální nádoba spolu se vzorkem byla vystavena tlaku 1 bar a vyšších v přetlakovém aparátu. Během experimentů byla měřena teplota uvnitř nádoby, bylo měřeno množství unikajícího vzácného plynu a byly změřeny deformace v průběhu experimentů. Navrhovaná sestava bude dále využita při měření MRI (snímkování magnetickou rezonancí). Velikost válcové nádoby byla přizpůsobena velikosti přetlakového extraktoru (průměr 13 cm a výška 11,5 cm). Vnitřní nádoba, vnější nádoba a víčko byli vyrobeny z materiálu POM C (polyoxymetylen copolymer; hustota 1,41 g/cm<sup>3</sup>; tepelná vodivost 0,31 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>) a byli vyrobeny na zakázku dle námi dodané předlohy.



Obrázek 1: Experimentální nádoba (kótováno v milimetrech)



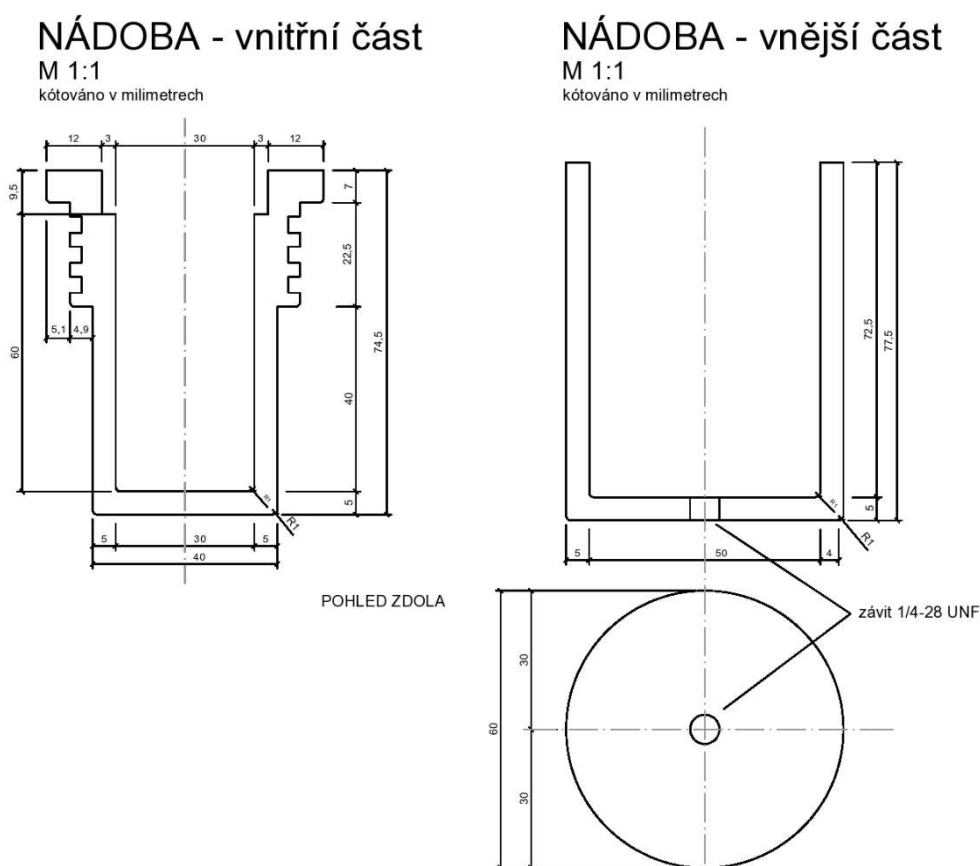
Obrázek 2: 3D model experimentální sestavy



Obrázek 3: Vnitřní a vnější nádoba na vzorek a víčko s průchodkami

#### 4.1.1 Vnitřní a vnější nádoba

Z požadavku na izolaci vakuem plyne rozdělení nádoby na dvě hlavní části, vnitřní a vnější (viz. Obrázek 3), kde v prostoru mezi nimi byl odsáván vzduch pomocí vakuové pumpy (Vacuum Controller V855 a Vacuum Pump V700, BÜCHI). Vnitřní i vnější nádoba mají tloušťku stěny 5 mm. Vzduchová mezera mezi vnitřním a vnějším válcem je 5 mm. V dolní podstavě byl navržen závit pro adaptér 1/4-28 UNF LuerLock (Cole Parmer, U.S.A.), který sloužil k odsávání vzduchu. K zabránění unikání vzduchu z vakuového prostoru, byly v horní části vnitřního válečku umístěny tři o-kroužky DIN (typ NBR 70, 44,5 x 3 mm, Pikron, ČR). Ve vnitřní nádobě byl umístěn vzorek.



Obrázek 4: Vnitřní a vnější nádoba experimentální sestavy



*Obrázek 5: Vnější nádoba*

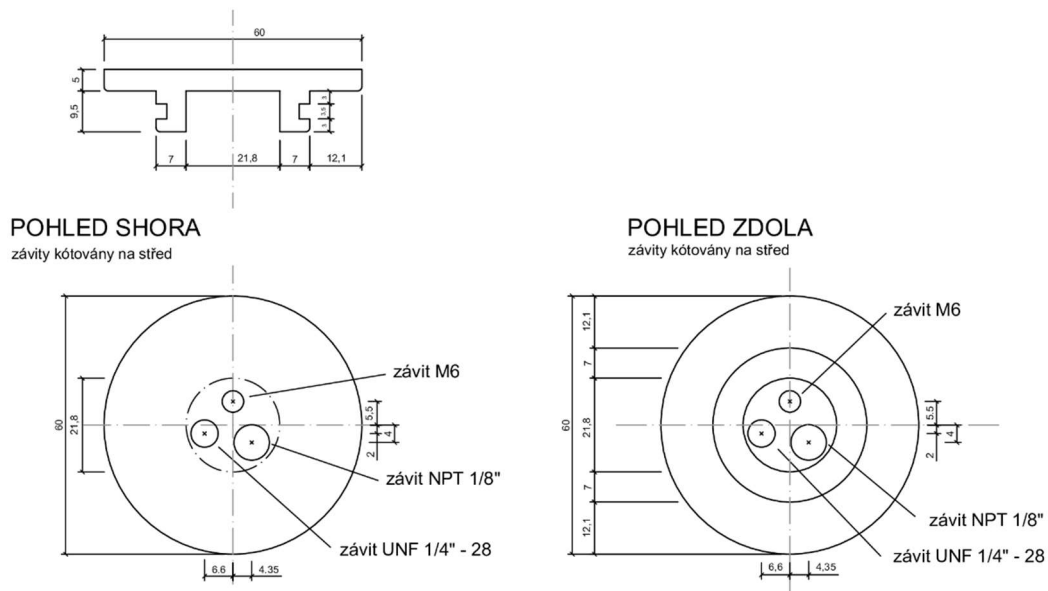


*Obrázek 6: Vnitřní nádoba*



#### 4.1.2 Víčko

Nádoba byla nahoře opatřena víčkem, skrz které byly provedeny tři otvory (Obrázek 7). Jedním otvorem bylo protaženo teplotní čidlo, ve druhém byla průchodka umožňující měření průtoku argonu a třetí sloužil k vložení deformačního čidla. Těsnost víčka zajišťoval o-kroužek DIN (typ NBR 70, 30,2 x 3 mm) (výrobce Pikron, ČR). Jeden otvor byl navržen pro mosaznou kabelovou průchodku A1000.06.025 se závitem M6 (výrobce SES Sterling), kterou bylo provedeno teplotní čidlo ke vzorku. Do druhého byla zašroubována kompresní fitinka VapLock fitting (Cole-Palmer, U.S.A.) se závitem 1/8 NPT pro odvedení uvolněného vzácného plynu ze vzorku do průtokoměru. Poslední otvor byl připraven k instalaci deformačního čidla.



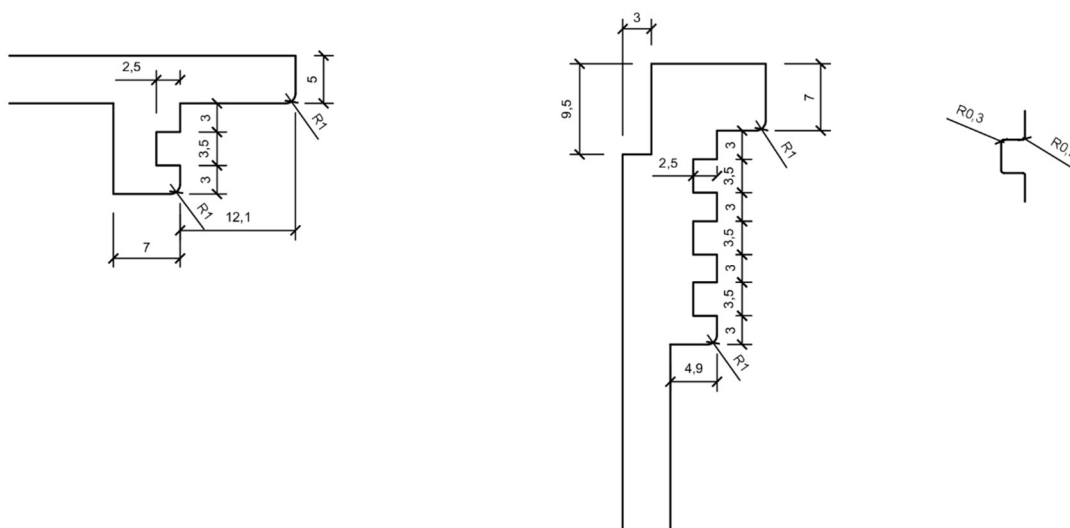
Obrázek 7: Vnitřní a vnější nádoba experimentální sestavy



*Obrázek 8: Víčko experimentální nádoby*



*Obrázek 9: Víčko s průchodkami*



Obrázek 10: Návrh horní části vnitřní válcové nádoby a víčka (kótováno v milimetrech)

## 4.2 Mrazící jednotka

K provedení experimentů byla využita mrazící jednotka (model KFU 600, výrobce KESA, ČR). Jedná se o mrazící skříň s ventilovaným chlazením a provedenou úpravou chladicího agregátu s možností provozu i v plusových teplotách. Byla vyrobena na zakázku firmou KESA s kapacitou 145 litrů. Mrazící jednotka byla vybavena regulátorem KM 32 a disponovala funkcí mražení až do teploty  $-30\text{ °C}$ . V mrazící jednotce lze nastavit libovolný časový krok měření a libovolnou teplotou. (převzato z Jurák, 2020)

## 4.3 Optická teplotní čidla

Pro měření průběhu teploty uvnitř nádoby byla použita dvě teplotní čidla s optickým vláknem (model TS3, Optocon, Německo). Čidla byla do nádoby ke vzorku instalována skrze víčko pomocí těsnící mosazné kabelové průchodky (A1000.06.025, SES Sterling, Francie). Čidla mohou měřit v teplotách v rozmezí od  $-200\text{ °C}$  do  $+300\text{ °C}$  s přesností  $\pm 0,2\text{ °C}$  (převzato z manuálu optického teplotního čidla TS3). Čidla byla připojena k přijímači signálu optických vláken (typ OEM, Optocon, Německo) z něhož byl signál přiveden pomocí USB kabelu do stolního počítače, kde byla data pomocí softwaru FotempAssistent2 ukládána. Měření teplotních čidel byla automaticky zapisována v intervalu 1 sekundy.

#### 4.4 Přetlakový aparát

Přetlakový aparát (Soil Moisture Equipment Corp., U.S.A.) byl použit k vytvoření přetlaku (1 až 3 bary), který působil na vzorek během fáze sycení vzácným plynem. Všechny otvory přetlakového aparátu byly utěsněny kromě jednoho, ten sloužil pro přivedení argonu z tlakové lahve. Utěsnění bylo provedeno pomocí zaškracených plastových hadiček. Tlak byl uvnitř přetlakového aparátu kontrolován pomocí manometru (M6306R, FERRO, Polsko).

#### 4.5 Průtokoměr

K měření průtoku uniklého vzácného plynu argonu ze vzorku byl použit průtokoměr (EL-FLOW select, Bronkhorst, Holandsko). Průtokoměr byl napojen pomocí plastové hadičky (Tygon, Ismatec®) na víčko umístěné v horní části nádoby. Do přístroje byla nahrána kalibrace pro argon. Průtokoměr měřil spolehlivě průtoky v rozsahu 0,01794 až 0,897 ml/min. Přesnost přístroje je uváděna pro tento model  $\pm 2$  % (převzato z technických specifikací produktu EL-FLOW Select F-110C). Průtokoměr poskytuje hodnoty v normovaných jednotkách ml/min. Přepočítání z normovaných jednotek na ml/min má vzhledem k teplotě minimální efekt. Průtokoměr byl pomocí USB kabelu připojen ke stolnímu počítači, kde byla data pomocí aplikací FlowDDE a FlowPlot ukládána.

#### 4.6 Tlaková nádoba s plynným argonem

Tlaková nádoba s plynným argonem byla použita k natlakování přetlakového aparátu na hodnoty od 1 do 3 barů. Byla použita tlaková lahev s argonem od firmy Linde o objemu 50 l o čistotě 99,996 % (*převzato z datového listu k tlakové lahvi*). Přetlakový aparát a tlaková lahev byly spojeny pomocí gumové hadice. Za ústím tlakové lahve, byl instalován manometr (M6306R, FERRO, Polsko), pomocí kterého probíhala kontrola vypouštěného tlaku do přetlakového aparátu.

## 4.7 Příprava vzorků

### 4.7.1 Vzorek naplněný odplyněnou destilovanou vodou

Aby bylo zajištěno, že voda není nasycena vzduchovými bublinami, prošla destilovaná voda před zahájením experimentu varem při 100 °C. Následně byla zvážena na laboratorní váze a přelita do vnitřní nádoby. Ve všech experimentech s vodou bylo použito 28 g (28 cm<sup>3</sup>) odplyněné destilované vody.

### 4.7.2 Vzorek naplněný plně nasyceným pískem

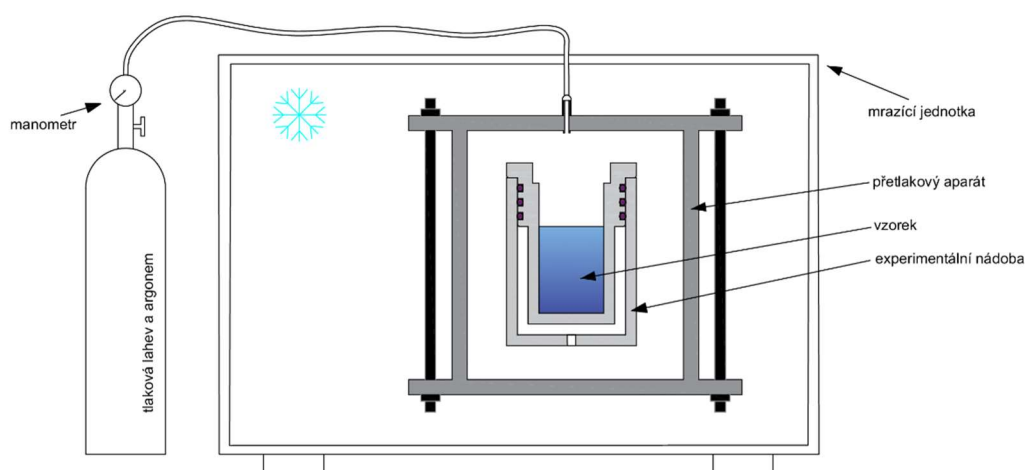
Pro experimenty s nasyceným pískem byl vzorek připraven tak, že na dno nádoby bylo nalito malé množství destilované, varem (100 °C) prošlé vody. Následně byl do vrstvy vody sypán písek. Ten byl zhruba po centimetrových vrstvách hutněn skleněnou tyčinkou. Tento proces byl opakován, dokud písek nedosahoval výšky cca 4 cm. Přebytečná voda, která sahala nad vrstvu zhutněného písku, byla odsáta houbičkou. V experimentech byl použit jemný křemičitý písek. Hmotnost použitého písku a vody byla vážena na laboratorní váze.

## 4.8 Princip měření experimentu

### 4.8.1 Fáze sycení a mrznutí

Přípravená nádoba se vzorkem byla umístěna do přetlakového aparátu, ten byl pečlivě uzavřen. Následně byl do přetlakové nádoby pouštěn argon pod tlakem 1 až 3 bary a docházelo k sycení vzorku po dobu 24 nebo 36 hodin při teplotě +23 °C. Během sycení vzorku, byl přetlakový aparát umístěn v mrazicí jednotce. Po fázi sycení byla teplota v mrazicí jednotce snížena na -10 °C, kde byl vzorek v přetlakové nádobě mražen dalších 24 nebo 36 hodin.

### I. FÁZE - MRZNUTÍ A SYCENÍ

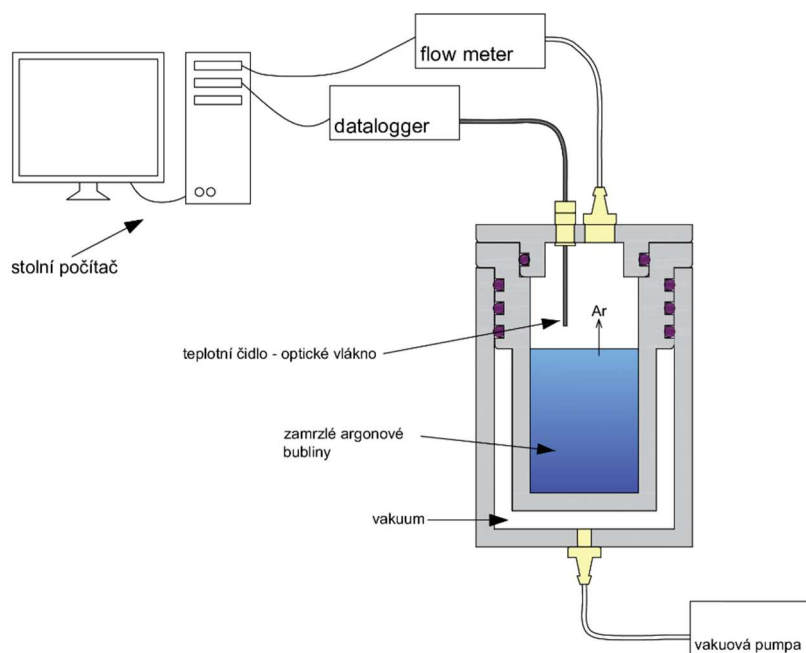


Obrázek 11: Schéma experimentální sestavy, fáze sycení a mrznutí

#### 4.8.2 Fáze tání

Po ukončení mrazící části experimentu, navazovala část tání při laboratorní teplotě 23 °C. Po sycení argonem a mražení vzorku byl přetlakový aparát otevřen. Nádoba se vzorkem byla vyjmuta z přetlakového aparátu a mrazící jednotky a byla připojena na vakuovou pumpu, která zajišťovala vakuum mezi vnitřní a vnější částí nádoby. Nádoba se vzorkem byla osazena víčkem s teplotními čidly a hadičkou, vedoucí k průtokoměru. Na stolním počítači byly spuštěny softwary: pro měření teplot FotempAssistent2, pro měření průtoku argonu FlowDDE a FlowPlot a bylo započato měření teploty a průtoku argonu. Záznam měření byl plně automatický. Software pro měření teplot (FotempAssisten2) ukládal data v intervalu 1 sekundy, software pro měření průtoku argonu (FlowPlot) ukládal data v nepravidelných intervalech menších než 1 sekunda.

#### II. FÁZE - TÁNÍ



Obrázek 12: Schéma experimentální sestavy, fáze tání

## 4.9 Zpracování dat

Naměřená data teplotních čidel byla ukládána tabulkovým procesorem MS Excel. Data z průtokoměru byla ukládána ve formě textového souboru. Obě sady dat byly zpracovány v programu MS Excel.

## 4.10 Měření deformací

U některých experimentů (E7, E8 a E9) probíhalo měření deformací. Deformace byly měřeny pomocí digitálního posuvného měřítka (XT130433, XTline). U experimentu E7 byly změřeny čtyři hodnoty po obvodu vzorku, u experimentů E8 a E9 byly změřeny dvakrát čtyři hodnoty po obvodu vzorku. Z naměřených hodnot byla vypočítána průměrná deformace.

## 4.11 Nastavení experimentů

Tato kapitola se blíže věnuje teplotnímu a tlakovému nastavení a časovému měřítku jednotlivých experimentů.

### *Experimenty s odplyněnou destilovanou vodou*

#### **E1**

První testovací experiment byl zahájen 22.02.2022. Prvních šest hodin, byl vzorek sycen argonem při tlaku 3 bary a při teplotě +20 °C. Následně byl vzorek zmražen na teplotu -10 °C při stejném tlaku. Mražení trvalo 21 hodin. Data průběhu teplot byla při následném tání zaznamenávány po dobu 2 hodin, data průtoku argonu po dobu necelé hodiny.

#### **E2**

Experiment E2 byl započat 23.02.2022. Sycení argonem při tlaku 3 bary při teplotě +23 °C probíhalo po dobu 24 hodin. Následné mrznutí při stejném tlaku a teplotě -10 °C probíhalo 22,5 hodiny. Měření průběhu teplot a průtoku argonu probíhalo po dobu 4,5 hodiny.

#### **E3**

Třetí experiment E3 byl proveden 25.02.2022. Sycení argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C probíhalo po dobu 36 hodin. Mrznutí při stejném tlaku a teplotě -10 °C následně probíhalo po dobu 30,25 hodiny. Měření dat průběhu teploty a průtoku argonu probíhalo 3,5 hodiny.



#### **E4**

Čtvrtý experiment začal 01.03.2022. Sycení argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C probíhalo po dobu 24 hodin. Následné mrznutí při teplotě -10 °C a tlaku 3 bary probíhalo dalších 24 hodin. Měření dat průběhu teploty a průtoku argonu probíhalo 4,5 hodiny.

#### **E5**

Experiment začal 04.03.2022. Sycení argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C probíhalo po dobu 36 hodin. Následně byl vzorek mražen při teplotě -10 °C a tlaku 3 bary po dobu 35,25 hodiny. Měření průběhu teplot a průtoku argonu probíhalo 4,5 hodiny.

#### **E6**

Experiment byl zahájen 09.03.2022. Vzorek byl sycen argonem při tlaku 3 bary při teplotě +23 °C po dobu 24 hodin. Poté byl mražen při teplotě -10 °C a stejném tlaku po dobu 24 hodin. Měření průběhu teplot a průtoku argonu probíhalo po dobu 6 hodin.

#### **E7**

Experiment započal 11.03.2022. Sycení argonem při teplotě +23 °C a tlaku 3 bary probíhalo po dobu 36 hodin, následně byl vzorek mražen na teplotu -10 °C při stejném tlaku po dobu 30 hodin. Měření průběhu teplot a průtoku argonu probíhalo po dobu 6 hodin.

#### ***Experimenty s nasyceným pískem***

#### **E8**

Experiment byl spuštěn 21.23.2022. Sycení argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C probíhalo po dobu 24 hodin. Následně byl vzorek mražen při stejném tlaku a teplotě -10 °C po dobu 24 hodin. Měření průběhu teploty a průtoku argonu probíhalo po dobu 4 hodin. V experimentu bylo použito 43,91 g písku a 11,26 g vody.

Při měření průtoku argonu, byl vzorek napojen kromě průtokoměru také na sestavu, měřící uvolněný argon pomocí soustavy hadiček, vodní pumpy a kapiláry, kdy uvolněný argon vytvořil v proudu vody viditelnou bublinku, viz kapitola 5. a 6.

#### **E9**

Druhý experiment s nasyceným pískem byl zahájen 29.03.2022. Vzorek byl sycen argonem při tlaku 3 bary a teplotě +23 °C po dobu 24 hodin. Následně byl vzorek mražen 24 hodin při teplotě -10 °C při stejném tlaku. Měření průběhu teplot a průtoku argonu probíhalo po dobu 4,5 hodiny. Hmotnost písku v experimentu E9 činila 47,89g a destilované vody 12,36g.

## 5. Metodika měření

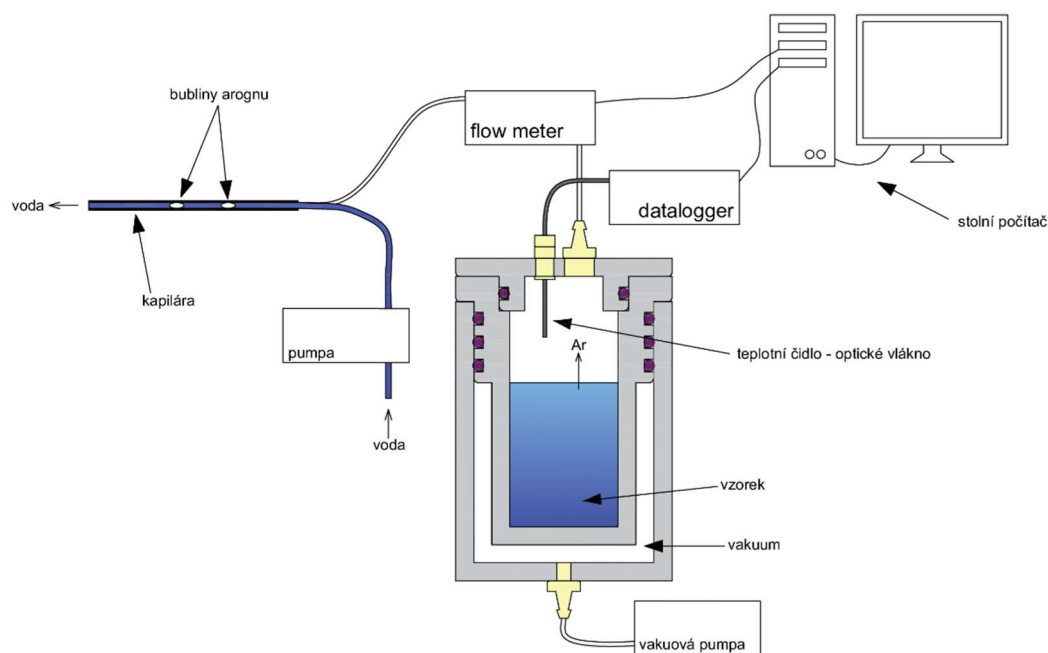
V této kapitole je popsána metodika měření průtoku uvolněného argonu ze vzorku.

### 5.1 Měření průtoku průtokoměrem

K měření průtoku uvolněného argonu ze vzorku sloužil průtokoměr od holandské firmy Bronkhorst. Průtokoměr měřil spolehlivě průtoky pouze mezi hodnotami 0,01794 až 0,897 mln/min. Hodnoty průtoku v experimentech se však často dostávaly pod minimální spolehlivou hladinu měření, a proto bylo nutné využít ještě jinou metodu měření průtoku, která by hodnoty pod 0,01794 mln/min zachytila.

### 5.2 Měření průtoku pomocí metody počítání bublin

V rámci jednoho experimentu (označeno E8) byly použity dvě metody měření průtoku současně. Uvolněný argon byl měřen jak průtokoměrem, tak metodou s počítáním bublin. Ta spočívala v tom, že argon, který prošel průtokoměrem, byl dále odváděn plastovou trubičkou do skleněné kapiláry, kudy byla konstantním průtokem pumpována destilovaná voda. Uvolněný argon vytvářel v proudu vody v kapiláře osamocené bubliny. Jejich počet byl následně počítán v minutových intervalech a pomocí kalibrační rovnice přepočítán na průtok.



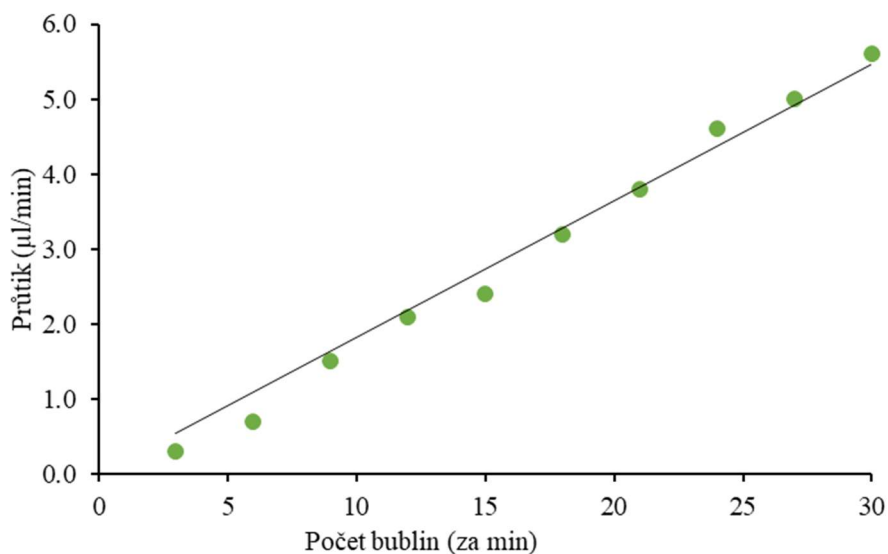
Obrázek 13: Schéma experimentální sestavy, fáze tání s počítáním bublin

### 5.2.1 Kalibrační rovnice

V rámci měření průtoku pomocí bublin byla sestavena kalibrační rovnice. Měření k sestavení kalibrační rovnice probíhala na stejné experimentální sestavě jako všechny experimenty. Pomocí peristaltické pumpy (ISM 597, Ismatec®) byla pumpována voda skrze kapiláru. Byl nastaven konstantní průtok 50 rpm. Do vstřikovací pumpy (NE 1010, New Era Pump Systems, Inc.) byla umístěna skleněná parotěsná stříkačka s Luerlockovým zakončením, ze které vedla hadička do kapiláry. Na displeji pumpy byly nastaveny vlastnosti stříkačky a postupně i různé hodnoty průtoků vzduchu. Cílem kalibrace bylo spočítat počet bublin při určitém průtoku za určitý časový úsek. V tomto experimentu byly počítány bubliny při průtocích: 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24, 27 a 30  $\mu\text{l}/\text{min}$  v časovém intervalu 10 minut (viz. Tabulka 1). Následně byl počet bublin přečítán na interval 1 minuty a pomocí softwaru MS excel, byly tyto hodnoty vyneseny do grafu (Obrázek 14) a pomocí funkce spojnice trendu byla vyjádřena kalibrační rovnice. Její tvar je  $y = 0,182 \cdot x$ . Kde  $y$  reprezentuje průtok v  $\text{ml}/\text{min}$  a  $x$  je počet bublin za minutu.

Tabulka 1: Počet bublin při daném průtoku

průtok ( $\mu\text{l}/\text{min}$ )	počet bublin (za 10 min)	počet bublin (za 1 min)
3	3	0.3
6	7	0.7
9	15	1.5
12	21	2.1
15	24	2.4
18	32	3.2
21	38	3.8
24	46	4.6
27	50	5.0
30	56	5.6



Obrázek 14: Graf s vyznačenou závislostí počtu bublin na průtoku s vyznačenou spojnicí trendu

### 5.3 Experiment s vytlačováním vody v kapiláře

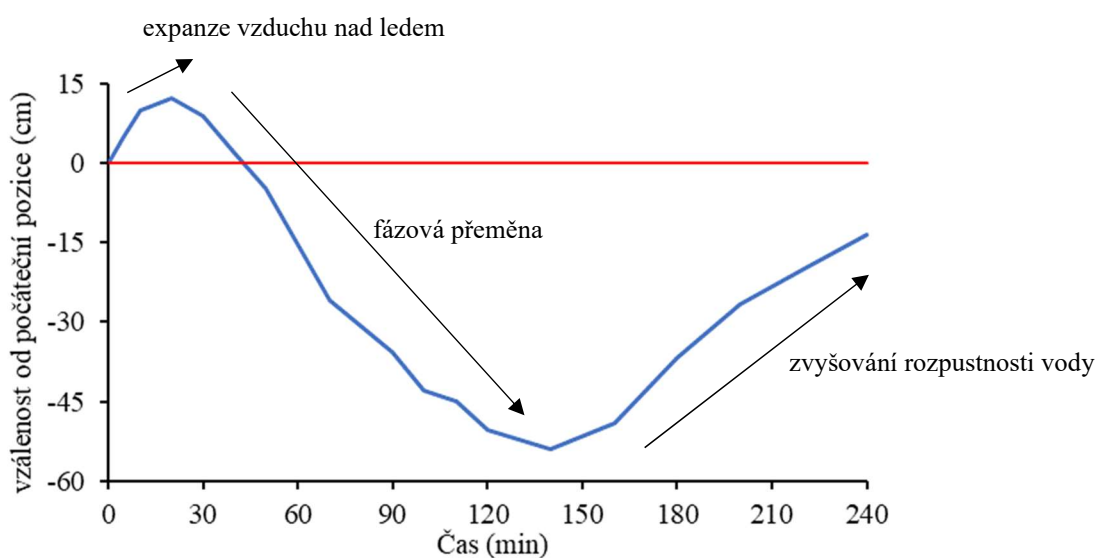
Led má při stejné hmotnosti větší objem, než má voda. To se projevilo u všech experimentů uvedených v této práci. Při tání by tedy měl unikát argon, který byl rozpuštěný v destilované vodě, nebo uvězněný v ledu, ale zároveň by měl být do nádoby nasáván vzduch z okolí. Mělo by k tomu docházet z toho důvodu, že když led s větším objemem taje a stává se z něj voda s menším objemem, musí být rozdíl těchto objemů doplněn, v tomto případě vzduchem z okolí. Aby bylo ověřeno, zda k tomuto jevu během experimentu docházelo či ne, byl proveden experiment s vytlačováním vody v kapiláře.

Experiment probíhal následovně: odplyněná destilovaná voda o hmotnosti 28,35 g byla nalita do experimentální nádoby. Nádoba byla i s vodou umístěna do mrazicí jednotky, kde byla po dobu 24 hodin mražena při  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Po zmražení, bylo na nádobu nasazeno víčko, odkud vedla plastová hadička, která byla připojena na skleněnou kapiláru. Do kapiláry bylo předem nasáto cca 10 cm vodního sloupce, pomocí kterého bylo pozorováno, zda nádoba vzduch vytlačuje, nebo nasává. Průběh experimentu je znázorněn v obrázku 15, kde kladné hodnoty znázorňují vytlačování vzduchu, záporné nasávání.

Z grafu (Obrázek 15) je patrné, že prvních 20 minut nádoba vzduch vytlačovala, poté však začala vzduch nasávat, a to do té doby, než roztál všechn led. Největší rozdíl vzdáleností pozice vody v kapiláře činil 66,3 cm. Při vnitřním průměru kapiláry 1,5 mm to znamená, že nádoba nasála vzduch o objemu  $1,17\text{ cm}^3$ .

Při výpočtu teoretické hodnoty změny objemu ledu a vody dojdeme k číslu  $2,45 \text{ cm}^3$ . (hmotnost vody =  $28,35 \text{ g}$ ; hustota vody při  $20 \text{ }^\circ\text{C} = 0,9982 \text{ g.cm}^{-3}$ ; hustota ledu při  $-10 \text{ }^\circ\text{C} = 0,9187 \text{ g.cm}^{-3}$ ).

Rozdíl vypočítané hodnoty  $2,45 \text{ cm}^3$  a naměřené hodnoty  $1,17 \text{ cm}^3$  můžeme vysvětlit například tím, že experimentální nádoba není stoprocentně parotěsná. K netěsnostem mohlo docházet v okolí otvorů ve víčku či průchodce. Nicméně výsledky experimentu ukázaly, že led měnící se na vodu mění svůj objem a nádoba nasává vzduch zpět skrze plastovou trubičku, i když by skrze ni měl proudit uvolněný argon.



Obrázek 15: Graf s vyznačeným pohybem vodního sloupce, pozice 0 značí začátek měření

## 6. Výsledky a diskuze

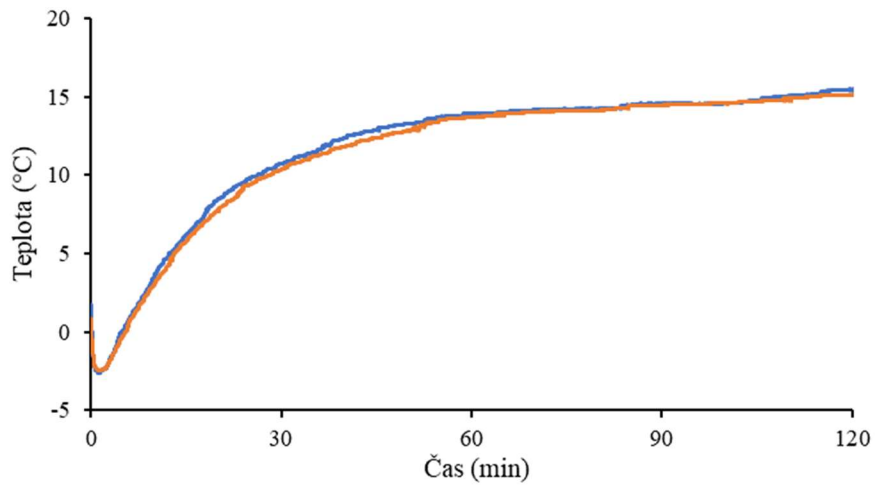
V rámci diplomové práce, byla navrhnutá zcela nová unikátní experimentální sestava. Byly provedeny testovací experimenty s odplyněnou destilovanou vodou (označeny E1-E7) a nasyceným pískem (E8 a E9). Výsledky měření jsou diskutovány v následujících kapitolách. Všechny experimenty popsané v této kapitole probíhaly stejným způsobem. Nejprve byl vzorek sycen vzácným plynem argonem o určitém tlaku při pokojové teplotě, poté byl při stejném tlaku mražen, a nakonec probíhalo měření teploty a unikajícího argonu při pokojové teplotě a atmosférickém tlaku. Součástí kapitoly jsou grafická zobrazení průběhu teploty uvnitř vzorku a grafické zobrazení průtoku uvolněného argonu ze vzorku. Celkové množství uvolněného argonu ze vzorku je uvedeno v tabulce 2 na konci kapitoly. U grafů znázorňující průtok uvolněného argonu je také zobrazena hodnota spolehlivého minima průtokoměru (červeně). Čas 0 u grafů znázorňuje okamžik, kdy bylo na nádobu nasazeno víčko a bylo spuštěno měření průtoku argonu a teploty.

### 6.1 Experimenty s odplyněnou destilovanou vodou

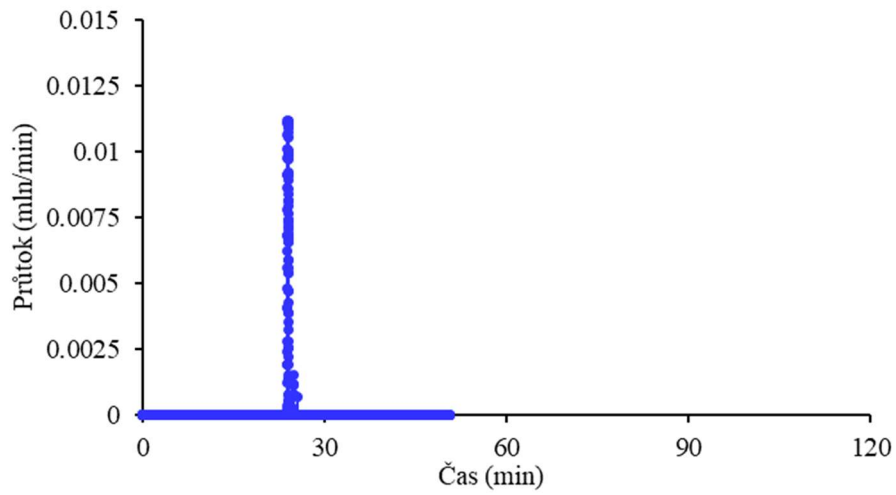
#### 6.1.1 Experiment s dobou sycení 6 hodin

Teplota během experimentu E1 (Obrázek 16) po zahájení měření prudce klesla pod hranici 0 °C, kdy po prvních dvou minutách dosáhla svého minima -2,5 °C. Poté teplota začala stoupat a po zhruba 60 minutách se ustálila na hodnotě okolo 14 °C. Následně teplota mírně stoupala. Měření teploty bylo ukončeno dříve, než se teplota ve vzorku ustálila.

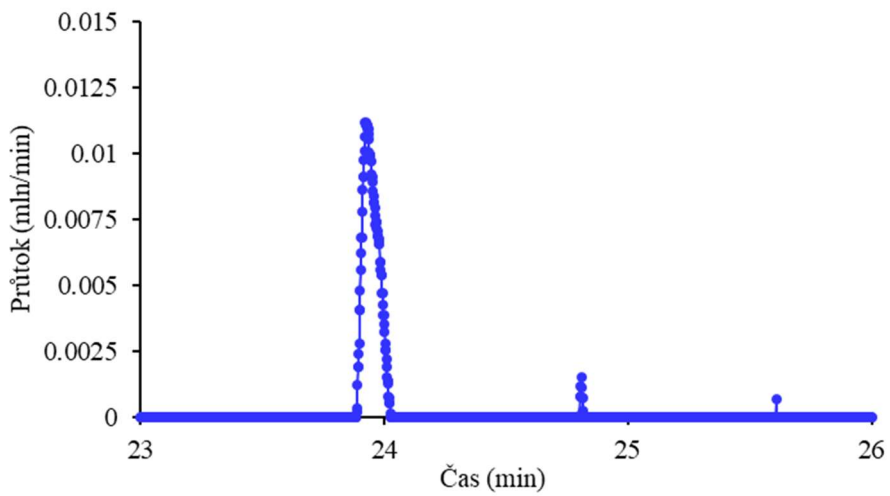
Hodnoty průtoku byly v prvním experimentu (Obrázek 17) naměřeny pod hranicí spolehlivého minima průtokoměru (0,01794 mln/min). Ke konci 23. minuty byla naměřena hodnota 0.011 mln/min. Mezi 23. a 26. minutou bylo pozorováno několik dalších hodnot průtoku. Naměřená data experimentu E1 nebyla v této práci dále zahrnuta do vyhodnocení.



Obrázek 16: Graf s průběhem teplot v EI



Obrázek 17: Graf s průběhem průtoku argonu v EI

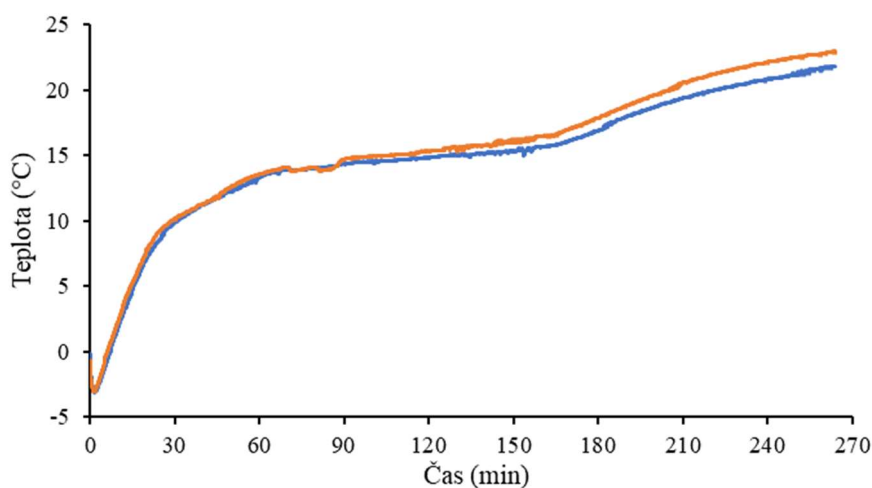


Obrázek 18: Graf s průběhem průtoku argonu v EI, detail

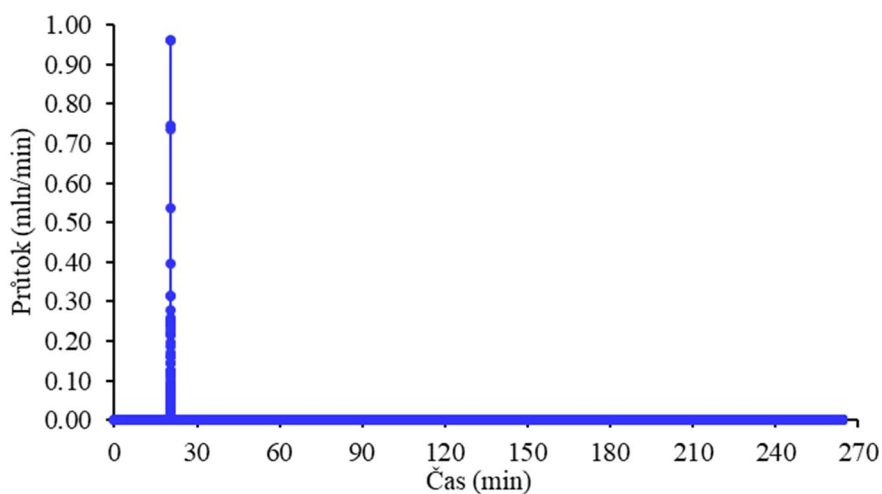
### 6.1.2 Experimenty s dobou sycení 24 hodin

Po zahájení druhého experimentu (označení E2), klesla teplota uvnitř vzorku během 2. minuty měření na své minimum  $-3,1\text{ °C}$  (Obrázek 19). Poté teplota strmě stoupala, kdy okolo 60. minuty měření dosáhla  $14\text{ °C}$  a růst teploty se zpomalil. V době okolo 165. minuty došlo k dalšímu zlomu a teplota opět začala stoupat rychleji. Měření bylo ukončeno před ustálením teploty ve vzorku.

K uvolnění argonu a naměření průtoku došlo pouze mezi 20. a 21. minutou experimentu (Obrázek 20). Během několika sekund vystoupala hodnota průtoku na své maximum tzn.  $0,95\text{ mln/min}$  a poté hodnota postupně po dobu asi 10 sekund klesala zpět k nule.

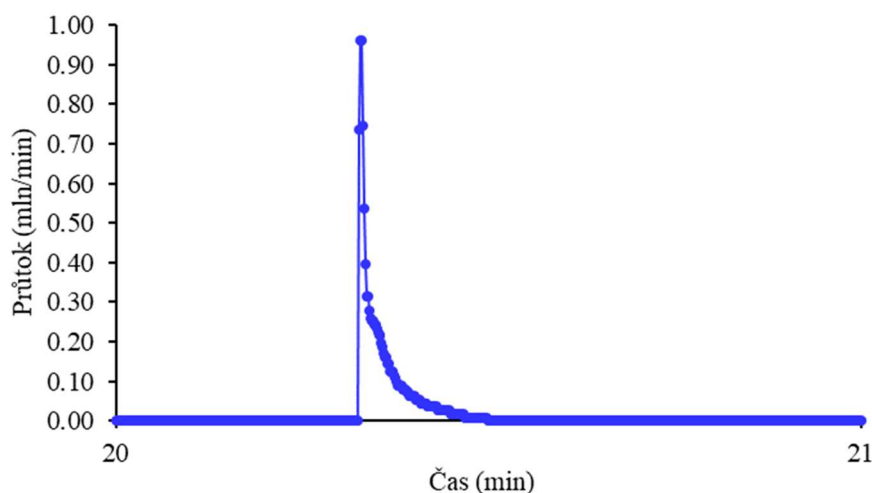


Obrázek 19: Graf s průběhem teplot v E2



Obrázek 20: Graf s průběhem průtoku argonu v E2

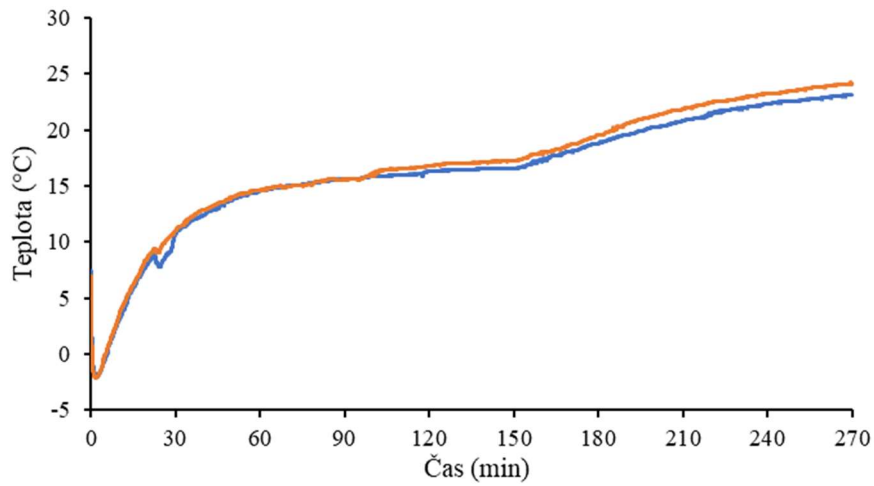




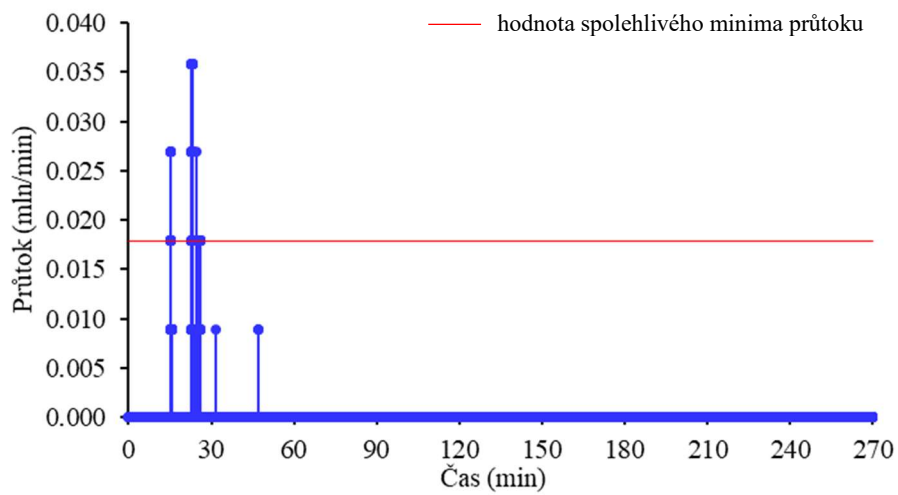
Obrázek 21: Graf s průběhem průtoku argonu v E2, detail

U experimentu E4 byl naměřený průběh teploty podobný jako u předchozích experimentů (E1 a E2). Teplota začala po zahájení experimentu prudce klesat, kdy ke konci 2. minuty dosáhla na své minimum  $-2,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Poté se začala teplota opět zvyšovat. Na obrázku 22 je vidět ve 30. minutě rozdíl teploty o  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  na jednom z teplotních čidel. To mohlo být způsobeno tím, že se led uvolnil a vyplaval na hladinu a dotkl se nebo byl v těsné blízkosti čidla. Teplota mezi 60. a 160. minutou stagnovala nebo mírně stoupala. Okolo 160. minuty je zaznamenáno zvyšování průběhu teplot. Průběh teploty uvnitř vzorku se neustálil na hodnotě okolní teploty před ukončením měření.

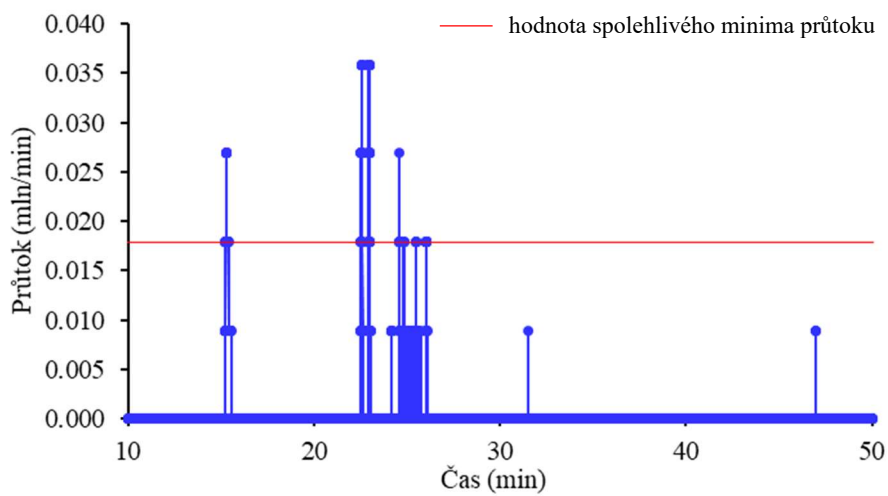
V grafu (Obrázek 23 a 24) průtoku argonu můžeme pozorovat několik vrcholů. První vrchol nastal v 15. minutě, kdy maximální hodnota průtoku dosahovala  $0,02\text{ mln/min}$ . Poté následovalo několik vrcholů průtoků ve 22. minutě o velikosti průtoku  $0,035\text{ mln/min}$ . Ve 24. minutě byl naměřen maximální průtok o hodnotě  $0,026\text{ mln/min}$ . Následovaly tři minuty, kdy byly průběžně zaznamenávány hodnoty průtoku  $0,017\text{ mln/min}$ . Nakonec byly naměřeny ještě dvě hodnoty průtoku a to  $0,009\text{ mln/min}$  ve 31. a 47. minutě, nicméně ty už byly pod hranicí spolehlivého minima průtokoměru.



Obrázek 22: Graf s průběhem teplot v E4



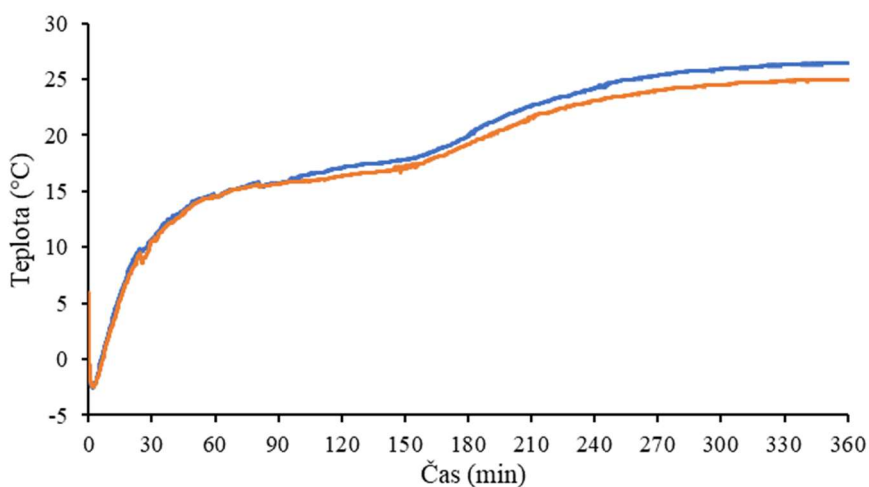
Obrázek 23: Graf s průběhem průtoku argonu v E4



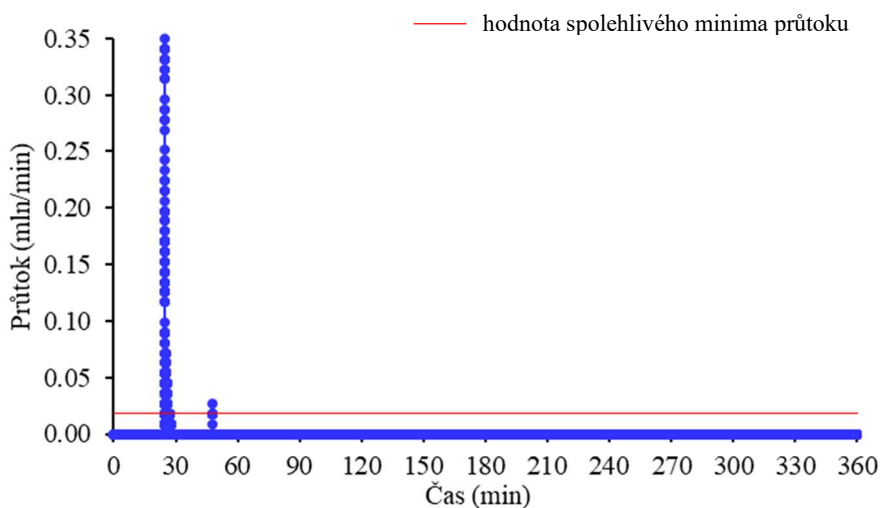
Obrázek 24: Graf s průběhem průtoku argonu v E4, detail

Naměřená teplota uvnitř vzorku po zahájení experimentu E6 prudce klesala (Obrázek 25). Mezi 2. a 3. minutou byla naměřena nejnižší teplota  $-2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Poté teplota uvnitř vzorku začala stoupat, kdy se kolem 60. minuty růst teplot zpomalil. Během 160. minuty se teplota opět začala zvyšovat. Ke konci experimentu se teplota ustálila na hodnotě okolo  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

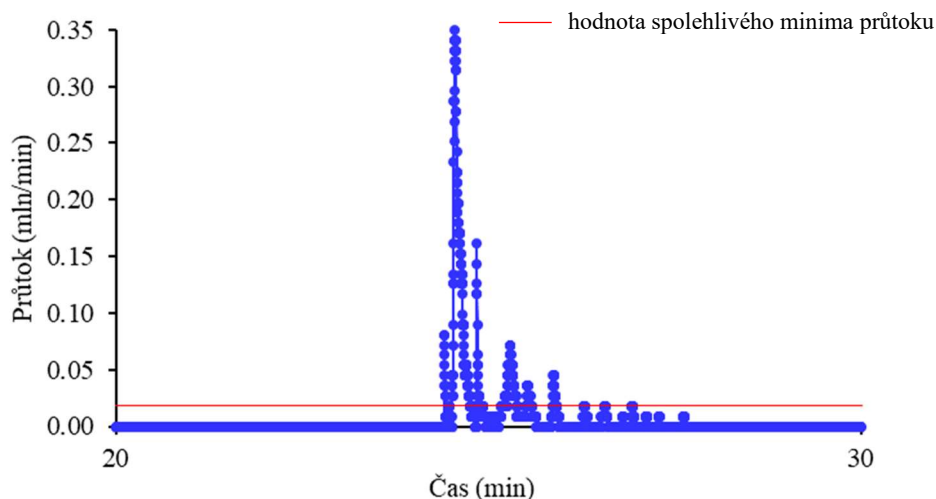
Při měření průtoku argonu (Obrázek 26 a 27) bylo zaznamenáno několik významnějších vrcholů mezi 24. a 28. minutou, kdy maximální hodnoty  $0,35\text{ mln/min}$  dosáhl průtok ve 25. minutě. Následoval ještě jeden zaznamenaný průtok ve 48. minutě o hodnotě  $0,026\text{ mln/min}$ .



Obrázek 25: Graf s průběhem teplot v E6



Obrázek 26: Graf s průběhem průtoku argonu v E6

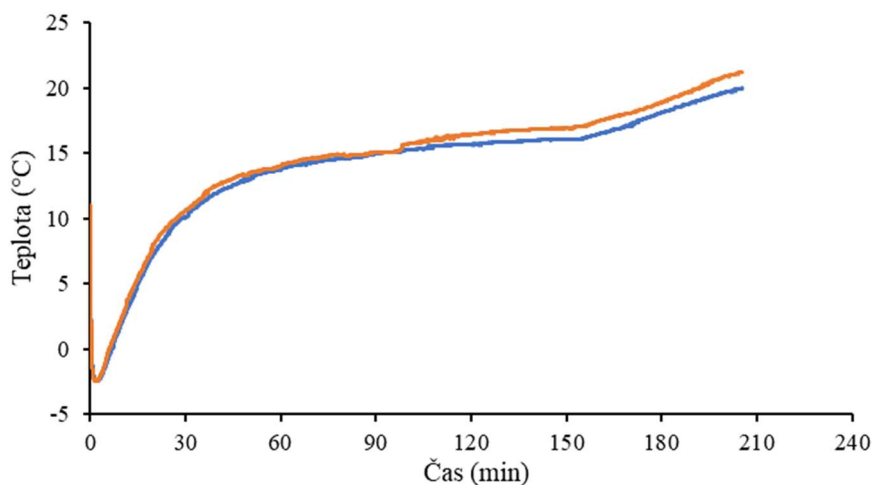


Obrázek 27: Graf s průběhem průtoku argonu v E6, detail

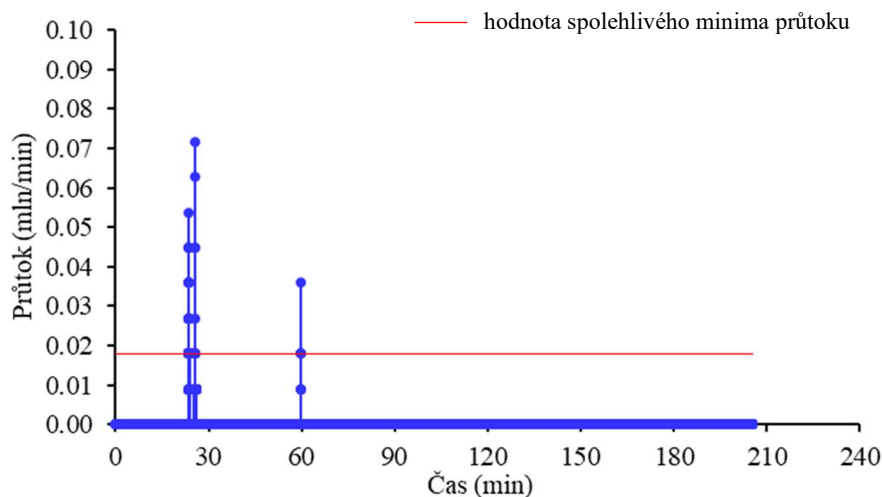
### 6.1.3 Experimenty s dobou sycení 36 hodin

Po spuštění experimentu E3 klesla teplota také na své minimum  $-2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  v čase okolo 2. minuty (Obrázek 28). Poté se začala teplota zvyšovat, kdy kolem  $14\text{ }^{\circ}\text{C}$  a 30. minuty růst teploty zpomalil. Průběh teploty se zvyšoval až do 150. minuty. Experiment byl ukončen dříve, než se teplota uvnitř vzorku vyrovnala teplotě okolí.

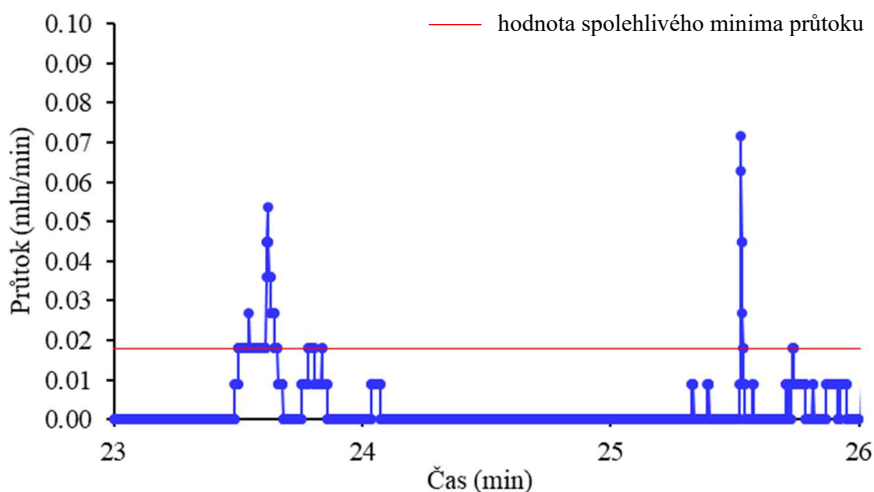
Průtok argonu byl změřen ve dvou vrcholech (Obrázek 29 a 30). První záznam argonu byl zaznamenán mezi 23. a 26. minutou a druhý okolo 60. minuty. V prvním intervalu byl naměřen maximální průtok  $0,053\text{ mln/min}$  ve 23. minutě a  $0,071\text{ mln/min}$  ve 25. minutě. Maximum v 60. minutě dosáhlo hodnoty  $0,035\text{ mln/min}$ .



Obrázek 28: Graf s průběhem teplot v E3



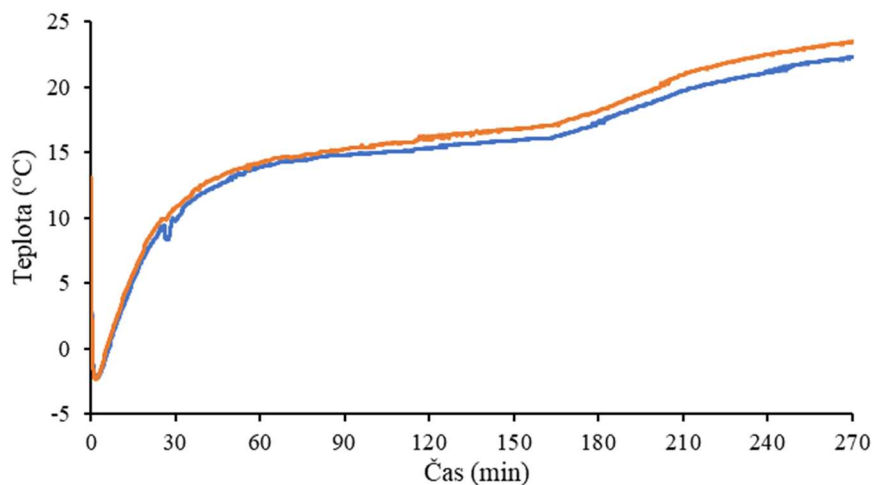
Obrázek 29: Graf s průběhem průtoku argonu v E3



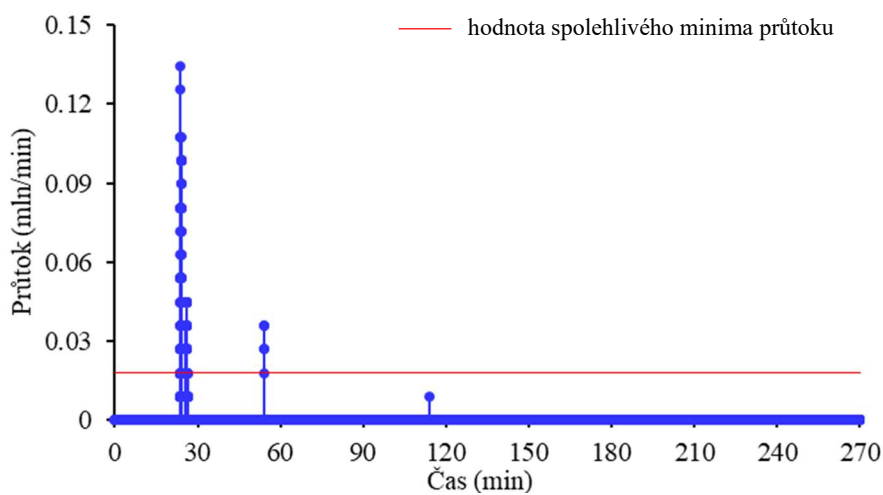
Obrázek 30: Graf s průběhem průtoku argonu v E3, detail

Teplota dalšího experimentu E5 nejdříve klesala na minimum  $-2,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ , poté se začala strmě zvyšovat (Obrázek 31). Měření skončilo dříve, než se teploty uvnitř vzorku ustálily.

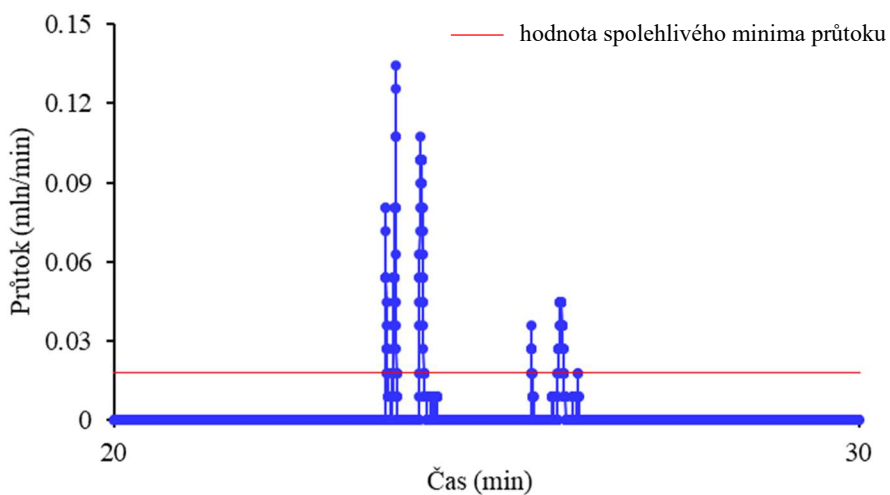
Během měření průtoku argonu byly zaznamenány tři významné vrcholy (Obrázek 32 a 33). První byl naměřen okolo 23. minuty s maximální hodnotou  $0,13\text{ mln/min}$ , následován druhým ve 24. minutě s hodnotou  $0,10\text{ mln/min}$ . Třetí vrchol nastal v 54. minutě s hodnotou  $0,036\text{ mln/min}$ . Ve 114. minutě měření byl zaznamenán ještě jeden vrchol s hodnotou  $0,0089\text{ mln/min}$ , který je nižší než spolehlivé minimum průtoku průtokoměru.



Obrázek 31: Graf s průběhem teplot v E5



Obrázek 32: Graf s průběhem průtoku argonu v E5

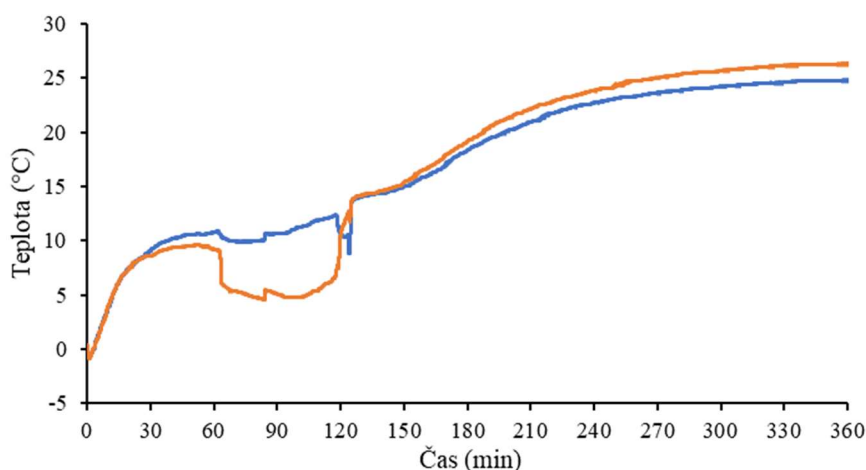


Obrázek 33: Graf s průběhem průtoku argonu v E5, detail

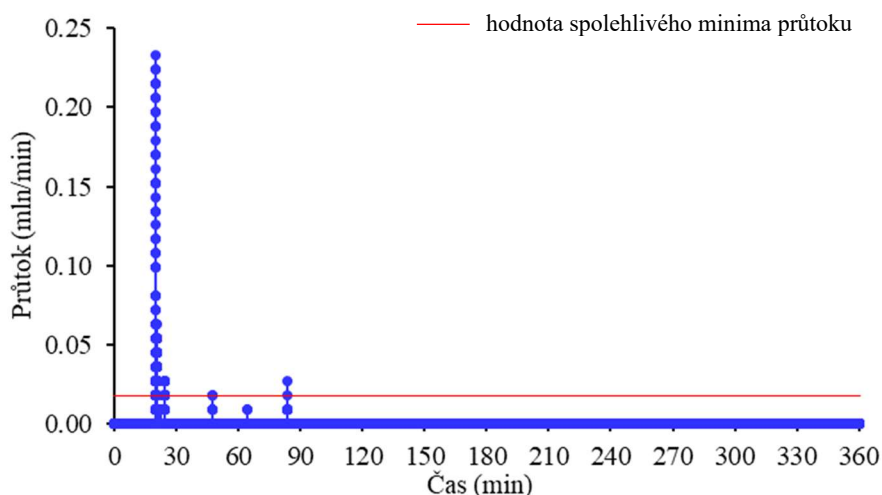
Teplota po zahájení měření experimentu E7 klesla na minimum v první minutě na hodnotu  $-0,8\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Obrázek 34). Následně se teplota začala zvyšovat a ve 30. minutě nastal zlom a teplota začala stagnovat. V 60. minutě měření byl zaznamenán na jednom z teplotních čidel teplotní skok, kdy jedno čidlo měřilo oproti druhému čidlu až o  $6\text{ }^{\circ}\text{C}$  nižší teplotu. Tento skok byl pravděpodobně zapříčiněn uvolněným kouskem ledu, který se jednoho z čidel dotýkal. Kolem 140. minuty se teploty vyrovnaly a zpočátku stoupaly rychleji a s průběhem experimentu se průběh teploty začíná zpomalovat. Nakonec se teplota uvnitř nádoby ustálila na hodnotě  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

První průtok argonu zaznamenal průtokoměr okolo 20. minuty (Obrázek 35), kdy naměřil maximální hodnotu  $0,23\text{ mln/min}$ . Další vrchol průtoku nastal o minutu později s hodnotou  $0,062\text{ mln/min}$ . V 53. minutě byla zaznamenána hodnota průtoku argonu  $0,017\text{ mln/min}$  a v 84. minutě hodnota průtoku dosáhla  $0,026\text{ mln/min}$ .

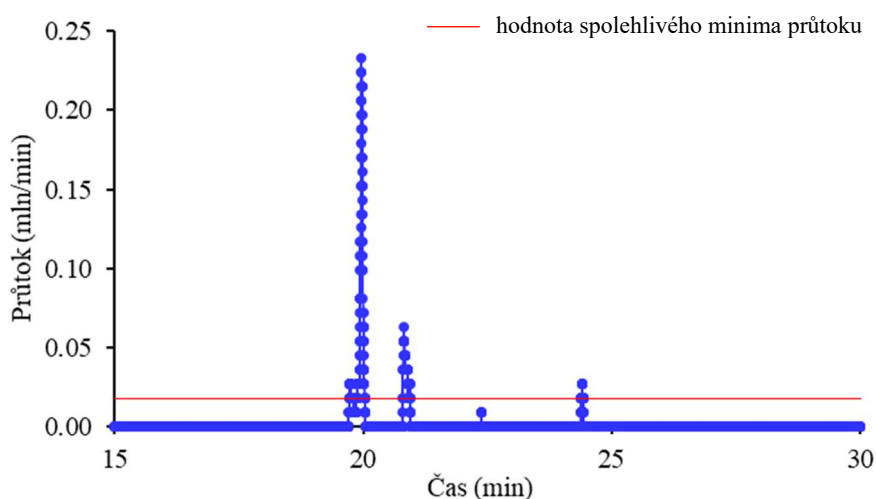
U tohoto experimentu byl změřen rozdíl mezi výškou hladiny v zamrzlém a roztátém stavu. Tento rozdíl činil  $3,4\text{ mm}$ .



Obrázek 34: Graf s průběhem teplot v E7



Obrázek 35: Graf s průběhem průtoku argonu v E7



Obrázek 36: Graf s průběhem průtoku argonu v E7, detail

## 6.2 Experimenty s plně nasyceným pískem

Během provádění experimentu E8 teplota podobně jako u předchozích experimentů klesla na minimum  $-0,6\text{ }^{\circ}\text{C}$  v první minutě měření. Poté začala stoupat, kdy kolem 30. minuty stoupání zpomalilo a pozvolna pokračovalo až do chvíle, kdy se teplota uvnitř vzorku ustálila na hodnotě  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Obrázek 37).

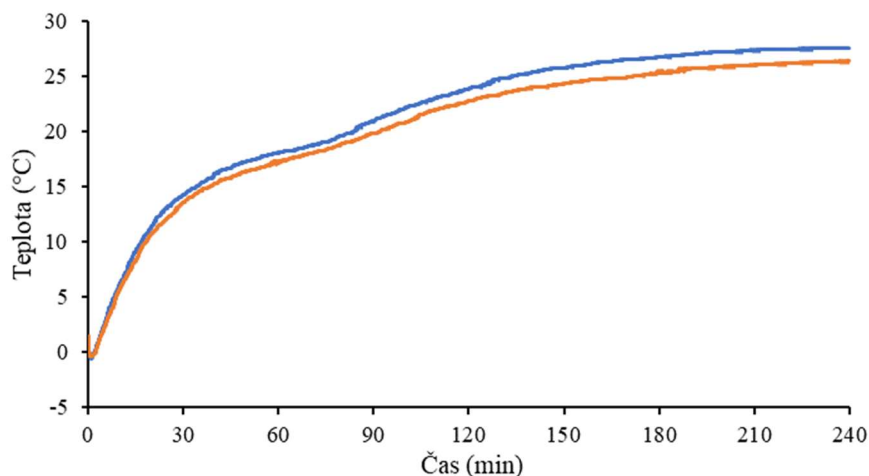
Měření průtoku argonu v tomto experimentu probíhalo jak průtokoměrem, tak pomocí metody počítání bublin (viz. kapitola 5). Z obrázku 38 je patrné, že průtokoměr po celou dobu měření experimentu kontinuálně zaznamenával nenulové hodnoty průtoku. Většina z těchto hodnot se nacházela pod hranicí spolehlivého minima průtoku. Maximální průtok argonu



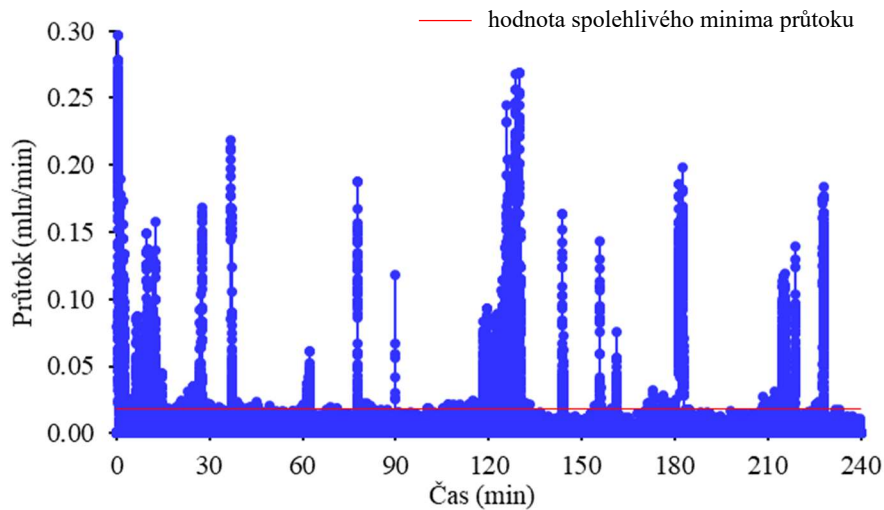
0,29 mln/min byl změřen v 1. minutě. Dále byly měřeny tyto hodnoty průtoku argonu: ve 12. minutě byl zaznamenán průtok 0,15 mln/min, ve 27 minutě 0,16 mln/min, ve 37. minutě 0,21 mln/min, v 77. minutě 0,18 mln/min, ve 129. minutě 0,27 mln/min a ve 182. minutě 0,2 mln/min.

Důvodem těchto nízkých průtoků je skutečnost, že měření průtoku průtokoměrem probíhalo souběžně s měřením průtoku pomocí metody počítání bublin. Hadice, která vedla od průtokoměru k místu, kde se napojovala na hadici s tekoucí vodou, velmi pravděpodobně nasávala z této hadice vodu a ta pravděpodobně ovlivňovala hodnoty průtoku. Toto nasávání vody směrem zpět do vzorku je více popsáno v kapitole 5.3.

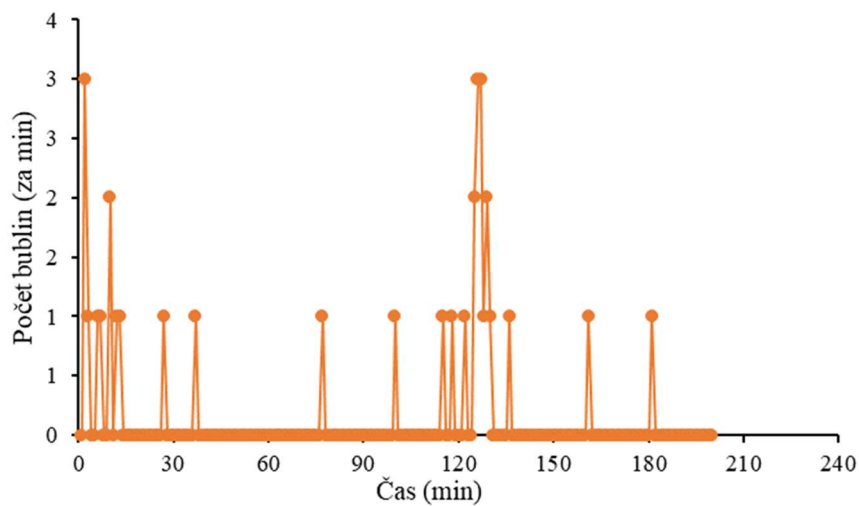
U tohoto experimentu byla změřena změna výšky vzorku mezi zamrzlým a roztátým vzorkem. Tento rozdíl výšek činil 3,5 mm.



Obrázek 37: Graf s průběhem teplot v E8



Obrázek 38: Graf s průběhem průtoku argonu v E8



Obrázek 39: Graf zobrazující počet uvolněných bublin v E8

Při porovnání výsledků v grafu (Obrázek 38) zobrazující průtok argonu průtokoměrem a grafu (Obrázek 39) s počtem bublin za minutu, byla pozorovatelná vzájemná korelace. Vrcholy průtoku argonu měřené průtokoměrem a vrcholy počtu bublin probíhaly ve stejném časovém momentu.

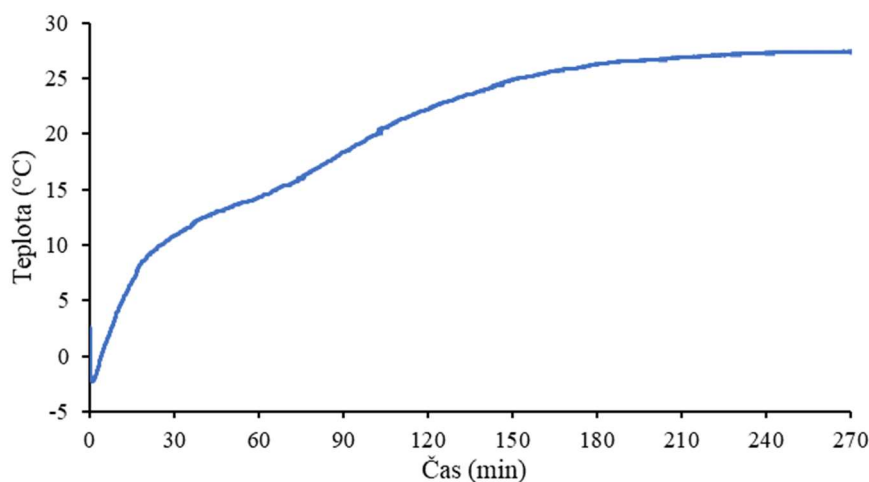
Při použití kalibrační rovnice z kapitoly 5 a s její pomocí vypočítáme celkový objem uvolněného argonu z nádoby vyjde hodnota  $5,8 \mu\text{l} = 0,0058 \text{ ml}$ .

## E9

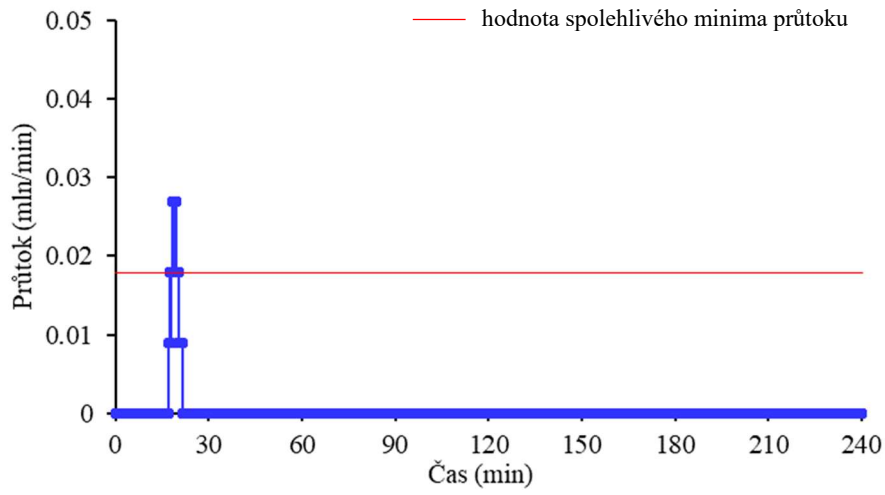
Z výsledků měření průtoku argonu, bylo patrné, že u toho experimentu (E9) probíhal průtok argonu zcela odlišně než u experimentu předchozího, i když zde byly dodrženy stejné vstupní parametry měření (24 hodin sycení argonem při tlaku 3 bary a teplotě 23 °C a následné mrznutí při -10 °C). Průtokoměr zaznamenal pouze jeden interval, ve kterém došlo k průtoku argonu. Interval se nacházel mezi 17. a 22. minutou a jeho maximum činilo 0,026 mln/min.

Průběh teploty po zahájení měření klesl na své minimum -2,3 °C v 1. minutě, následně pak začal prudce stoupat, kdy se okolo 30. minuty prudké stoupání zpomalilo a pokračovalo a do konce měření, kdy se teplota ustálila na hodnotě okolo 25 °C (Obrázek 40).

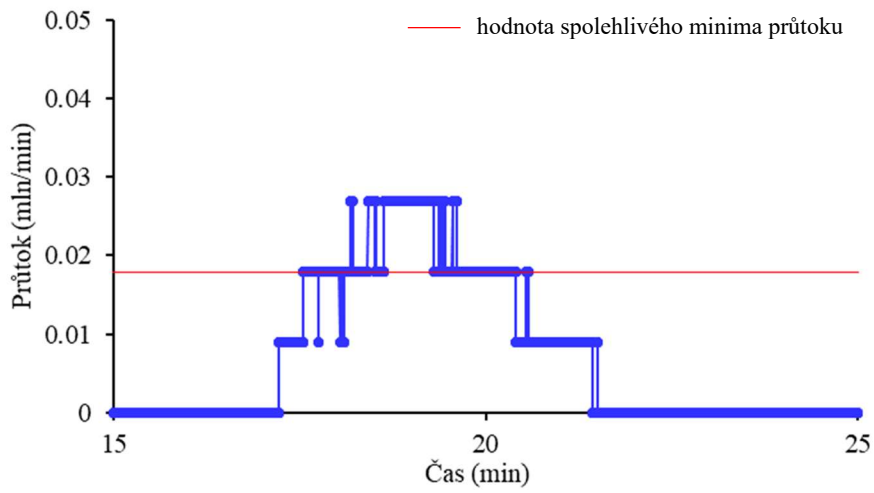
U tohoto experimentu byla rovněž změřena deformace a rozdíl mezi zmrzlým a roztátým vzorkem činil 2,6 mm.



Obrázek 40: Graf s průběhem teplot v E9

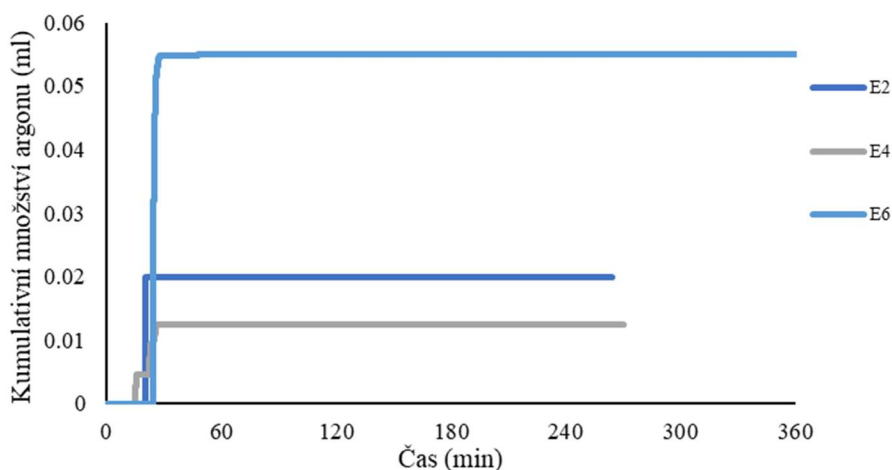


Obrázek 41: Graf s průběhem průtoku argonu v E9

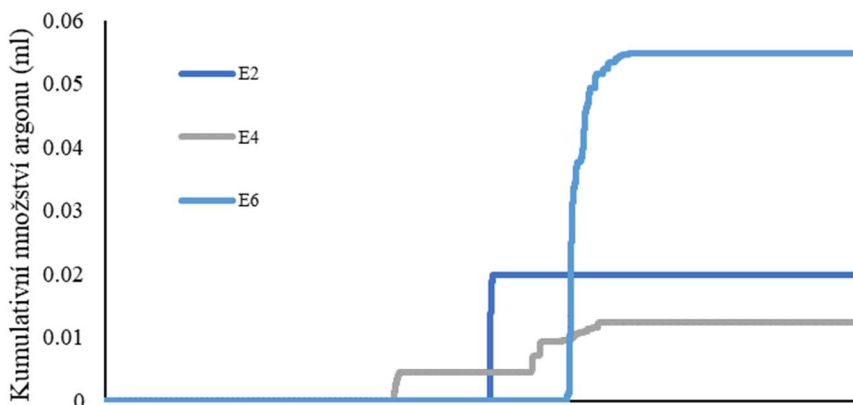


Obrázek 42: Graf s průběhem průtoku argonu v E9, detail

Při porovnání experimentů s dobou sycení 24 hodin (označeny E2, E4 a E6) bylo vidět, že první průtoky uvolněného argonu byly zaznamenány mezi 20. a 30. minutou měření (E2 a E6), u E4 už okolo 15. minuty. U experimentu E2 byl zaznamenán pouze jeden vrchol, avšak s nejvyšší hodnotou průtoku (0,95 mln/min). U experimentu E4 měření ukázalo více vrcholů průtoku argonu, nejčastěji se vyskytovaly mezi 20. a 30. minutou měření, kdy nejvyšší hodnota průtoku činila 0,035 mln/min. U experimentu E6 byl nejvyšší průtok zaznamenán také mezi 20. a 30. minutou a jeho hodnota byla 0,35 mln/min. Všechny experimenty s dobou sycení 24 hodin mají podobný scénář, kdy se většina argonu uvolnila v době mezi 20. a 30. minutou tání. Naměřené hodnoty se až řádově liší. Na obrázku 43 lze vidět kumulativní množství uvolněného argonu během experimentů. Experiment s označením E1 nebyl do této kategorie zahrnut z toho důvodu, že všechna naměřená data byla pod hodnotou spolehlivého minima.

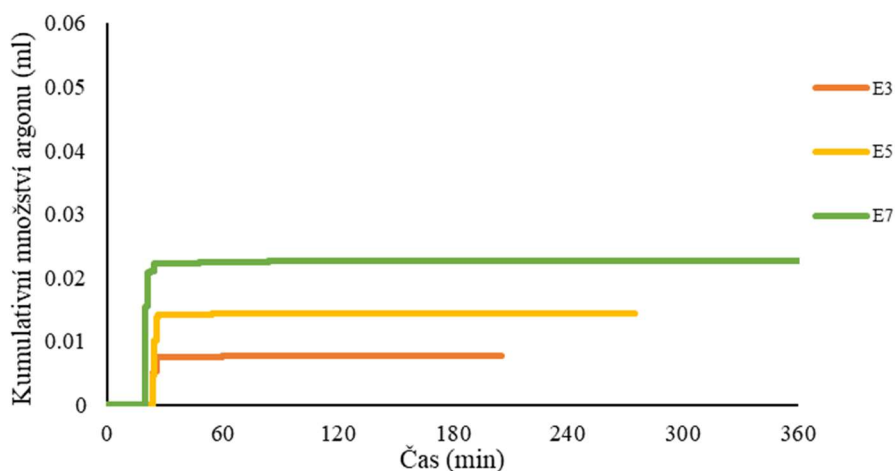


Obrázek 43: Graf zobrazující kumulativní množství uvolněného argonu v E2, E4 a E6

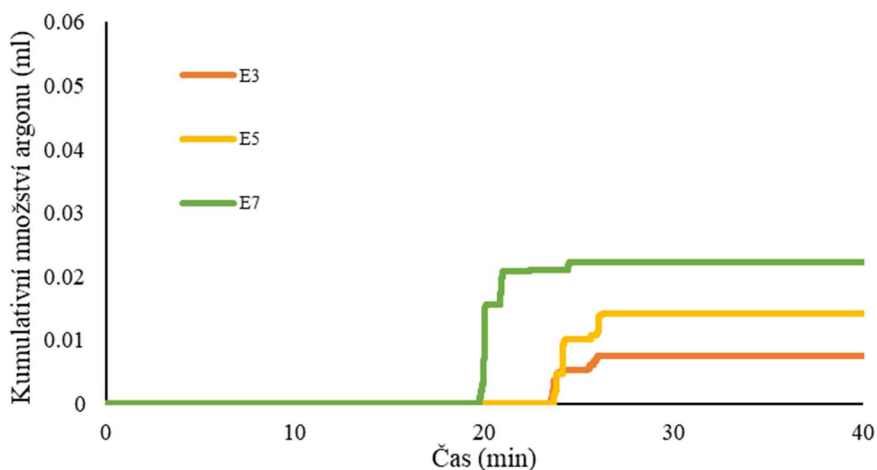


Obrázek 44: Graf zobrazující kumulativní množství uvolněného argonu v E2, E4 a E6, detail

Uvolňování argonu u experimentů s dobou sycení 36 hodin (označeny E3, E5 a E7) mělo podobný scénář jako u experimentů s dobou sycení 24 hodin. První a zároveň nejvyšší hodnoty průtoku byly zaznamenány mezi 20. a 30. minutou tání. U experimentu E3 to bylo mezi 23. a 26. minutou s hodnotou 0,053 ml/min. Experiment E5 měl nejvyšší průtok 0,13 ml/min ve 23. minutě měření a E7 ve 2. minutě s hodnotou 0,23 ml/min. Dalším společným rysem těchto experimentů byl zaznamenaný průtok i okolo 60. minuty měření u E3 a E5 0,035 ml/min a u E7 0,017 ml/min. Na obrázku 44 je do grafu vyneseno kumulativní množství uvolněného argonu v těchto třech experimentech.



Obrázek 45: Graf zobrazující kumulativní množství uvolněného argonu v E3, E5 a E7



Obrázek 46: Graf zobrazující kumulativní množství uvolněného argonu v E3, E5 a E7, detail

Tabulka 2: Souhrnná tabulka s výsledky experimentů

Označení	Doba sycení/ mrznutí	Hmotnost vody	Objem vody (20 °C)	Objem ledu (-10 °C)	Rozdíl objemu (voda-led)	Teor. množství argonu	Naměřené množství argonu	Součet rozdílu objemu a měřeného argonu
	(h)	(g)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)
E2 <sub>(voda)</sub>	24/22	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.019	2.45
E3 <sub>(voda)</sub>	36/30	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.007	2.43
E4 <sub>(voda)</sub>	24/24	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.012	2.44
E5 <sub>(voda)</sub>	36/35	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.014	2.44
E6 <sub>(voda)</sub>	24/24	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.055	2.48
E7 <sub>(voda)</sub>	36/30	28.00	28.05	30.48	2.43	2.86	0.022	2.45
E8 <sub>(písek)</sub>	24/24	11.26	11.28	12.26	0.98	1.15	0.844	1.82
E9 <sub>(písek)</sub>	24/24	12.36	12.38	13.45	1.07	1.26	0.071	1.14

Tabulka 2 zahrnuje označení experimentů, jejich dobu sycení a mrznutí, naměřené hmotnosti použité odplyněné destilované vody, vypočítaný objem vody při 20 °C, vypočítaný objem ledu při -10 °C, rozdíl těchto objemů, vypočítané teoretické množství argonu rozpuštěného ve vodě, naměřené množství uvolněného argonu ze vzorku a součet rozdílů objemů ledu a vody a naměřené množství uvolněného argonu.

Naměřené množství uvolněného argonu u všech experimentů (s výjimkou E8) je řádově nižší, než vypočítaná teoretická hodnota rozpuštěného argonu ve vzorku.

Skutečnost, že led má při -10 °C větší objem než voda při 20 °C, ovlivnila výsledky všech naměřených experimentů. Naměřené množství uvolněného argonu ze vzorku je řádově nižší, než uvádí teoretický výpočet. Při experimentech docházelo k jevu, kdy byl do nádoby nasáván vzduch skrze plastovou hadici, kudy měl unikat uvolněný argon. Teoretická hodnota uvolněného argonu je přibližně stejná jako rozdíl objemů vody (při 20 °C) a ledu (při -10 °C). Z toho důvodu byly naměřené hodnoty uvolněného argonu nízké. Argon rozpuštěný ve vodě se uvolňoval, avšak proti němu byl nasáván vzduch z okolí.

Pokud odečteme rozdíly objemů vody a ledu a skutečně naměřené množství uvolněného argonu (tabulka 2, 9. sloupec), dosáhneme hodnot, které se blíží hodnotám teoretickým (tabulka 2, 7. sloupec). U experimentů E2, E3, E4, E5, E6, E7 a E9 vyšla teoretická hodnota rozpuštěného

argonu vyšší než součet rozdílu objemů a skutečně naměřeného uvolněného argonu. To by mohlo být způsobeno například tím, že část uvolněného argonu neprošla skrze průtokoměr a např. netěsností kabelových průchodků či některého otvoru ve víčku.

Měření průtoku průtokoměrem bylo stěžejní metodou měření průtoku v této práci. Nicméně jak se ukázalo, zvolený průtokoměr pro parametry experimentální nádoby měřil spolehlivě pouze vrcholy průtoků. Mnoho zaznamenaných průtoků se nacházelo pod hodnotou spolehlivého minima průtoku. Další nevýhodou zvoleného průtokoměru je měření průtoku pouze v jednom směru. To zabránilo zachytit průtok vzduchu směrem do nádoby způsobenou rozdílnými objemy vody a ledu při stejné hmotnosti.

Jako další varianta měření průtoku byla vyzkoušena metoda počítání bublin. To, jak se ukázalo u experimentu označeného E8, nebylo možné kombinovat s měřením pomocí průtokoměru. Jako další nevýhodou tohoto měření je fakt, že uvolněné bubliny mohou mít různý tvar nebo velikost a tím je ovlivněna velikost výsledného průtoku. Tato metoda je také časově náročná a vyžaduje nepřetržitou osobní přítomnost v průběhu celého experimentu.

Jako nejvhodnější metoda k měření uvolněného argonu by mohla být metoda s vytlačováním vody v kapiláře. Tato metoda byla v této práci popsána v kapitole 5 pro důkaz nasávání vzduchu do experimentální nádoby. Tuto metodu by bylo možné využít i při měření množství uvolněného argonu. Způsob měření by probíhal podobně jako experiment v kapitole 5. Nádoba by byla pomocí plastové hadičky napojena na skleněnou kapiláru, do které by bylo na opačném konci nasáto malé množství vody (v lepším případě oleje, předejde se tak nechtěnému odpařování). Nasycený a zmrzlý vzorek by byl napojen na kapiláru a pomocí pohybu tekutiny v ní, by se dal sestrojít časový průběh uvolňování argonu.



## 7. Závěr

Diplomová práce si kladla za cíl prohloubit znalosti o fyzikálních principech mrznutí a tání vody na malém vzorku. V rámci řešení diplomové práce byla rozšířena rešerše na téma mrznutí a tání permafrostu, tvorbu a únik plynů ze zamrzlé půdy. Byla navržena zcela nová unikátní laboratorní sestava pro provedení experimentů mrznutí a tání na vzorcích nasycených vzácným plynem. Nově navržená sestava zahrnuje experimentální nádobu na vzorek, mrazící jednotku, teplotní čidla, přetlakový aparát, průtokoměr, tlakovou láhev s argonem, vakuovou pumpu a stolní počítač.

Experimentální nádoba složená z vnitřní a vnější nádoby a víčka byla navržena tak, aby vzorek mrznul a tál v horizontálním směru. V rámci diplomové práce byly provedeny experimenty s odplyněnou destilovanou vodou (označeny E1 až E7) a plně nasyceným pískem (E8 a E9). Vzorky byly v průběhu experimentu syceny vzácným plynem argonem při tlaku 3 bary. Výsledky obsahují data měření průběhu teplot vzduchu nad vzorkem a průtoku uvolněného argonu ze vzorku během tání.

Výsledky ukázaly, že téměř u všech experimentů docházelo k prvnímu uvolnění argonu mezi 20. a 30. minutou od zahájení měření experimentu. V tomto časovém úseku byly naměřeny nejvyšší hodnoty průtoků. S postupujícím časem se naměřené hodnoty průtoků snižovaly. Měření průtoku probíhalo téměř u všech experimentů (s výjimkou E8) výhradně průtokoměrem. Výsledky měření průtokoměrem ukázaly, že mnohé naměřené hodnoty průtoku nedosáhly hranice spolehlivého minima (0,01794 mln/min) průtoku. Proto teoreticky vypočtená hodnota množství uvolněného argonu se může lišit od skutečně naměřeného uvolněného argonu. Proto u experimentu s plně nasyceným pískem (označení E8) byla použita metoda měření průtoku argonu pomocí počítání uvolněných bublin. Během provádění experimentu byl průtok argonu měřen oběma způsoby: průtokoměrem a metodou počítání bublin. Nicméně z naměřených výsledků je patrné, že tyto dvě metody nejsou vhodné k souběžnému použití. Proto doporučuji pro další měření využít pouze metodu měření průtoku pomocí počítání bublin uvolněného argonu. Jako další možnou metodou se jeví metoda s vytlačováním vody v kapiláře, pomocí které byla experimentálně měřena anomálie vody.

Z provedených experimentů a výsledků vyplynuly tyto závěry:

1. Průběh teplot při tání vzorku probíhal ve všech experimentech podobným způsobem. Teplota v prvních minutách nejprve klesla na své minimum, posléze začala strmě stoupat. U experimentů s odplyněnou destilovanou vodou cca po prvních 60. minutách měření růst teploty zpomalil a až kolem 160. minuty teplota opět začala stoupat rychleji až se ustálila. U experimentů s nasyceným pískem růst teplot zpomalil okolo 30. minuty a okolo 80. minuty teplota začala stoupat rychleji.
2. První průtok argonu byl u všech experimentů zaznamenán mezi 20. a 30. minutou měření, kdy se zároveň uvolnila většina argonu ze vzorku.
3. Metoda měření průtoků průtokoměrem je pro zvolené parametry vzorku nutná doplnit o metodu, která zachytí i průtoky nižší, než je hodnota spolehlivého průtokoměru.

Nově navržená experimentální sestava je funkční a s drobnými úpravami, lze sestavu využít pro další experimentální měření. Naměřená data budou nadále využita pro matematické modelování.

## 8. Seznam obrázků

Obrázek 1:	Experimentální nádoba	20
Obrázek 2:	3D model experimentální sestavy	21
Obrázek 3:	Vnitřní a vnější nádoba na vzorek a víčko s průchodkami	22
Obrázek 4:	Vnitřní a vnější nádoba experimentální sestavy	23
Obrázek 5:	Vnější nádoba	24
Obrázek 6:	Vnitřní nádoba	24
Obrázek 7:	Vnitřní a vnější nádoba experimentální sestavy	25
Obrázek 8:	Víčko experimentální nádoby	26
Obrázek 9:	Víčko s průchodkami	26
Obrázek 10:	Nákres horní části vnitřní válcové nádoby a víčka	27
Obrázek 11:	Schéma experimentální sestavy, fáze sycení a mrznutí	30
Obrázek 12:	Schéma experimentální sestavy, fáze tání	31
Obrázek 13:	Schéma experimentální sestavy, fáze tání s počítáním bublin	34
Obrázek 14:	Graf s vyznačenou závislostí počtu bublin na průtoku	36
Obrázek 15:	Graf s vyznačeným pohybem vodního sloupce	37
Obrázek 16:	Graf s průběhem teplot v E1	39
Obrázek 17:	Graf s průběhem průtoku argonu v E1	39
Obrázek 18:	Graf s průběhem průtoku argonu v E1, detail	39
Obrázek 19:	Graf s průběhem teplot v E2	40
Obrázek 20:	Graf s průběhem průtoku argonu v E2	40
Obrázek 21:	Graf s průběhem průtoku argonu v E2, detail	41
Obrázek 22:	Graf s průběhem teplot v E4	42
Obrázek 23:	Graf s průběhem průtoku argonu v E4	42
Obrázek 24:	Graf s průběhem průtoku argonu v E4, detail	42
Obrázek 25:	Graf s průběhem teplot v E6	43

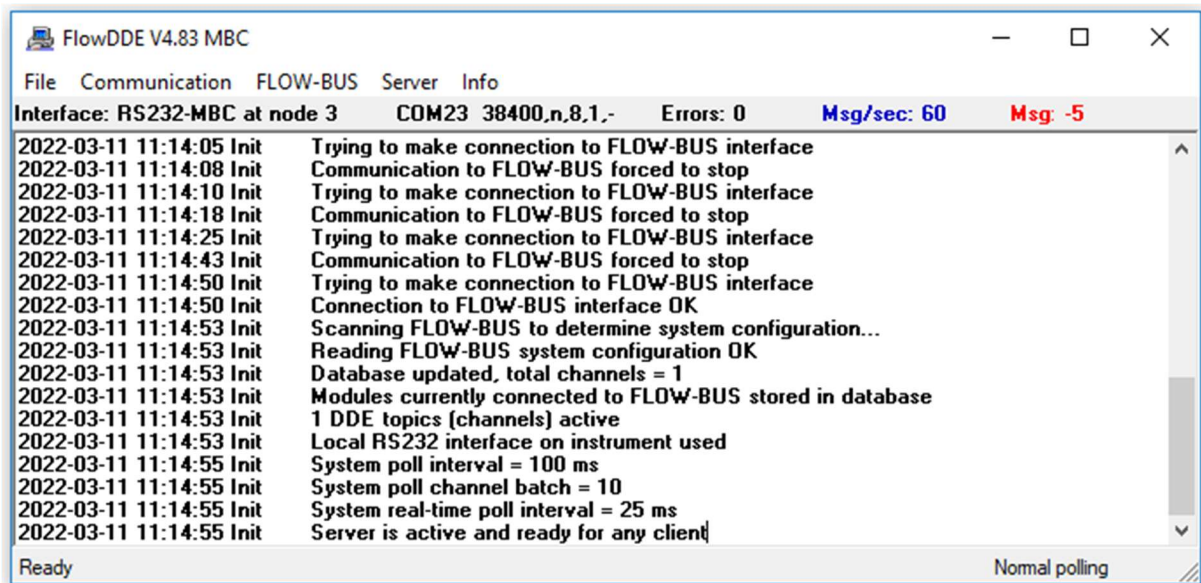
Obrázek 26:	Graf s průběhem průtoku argonu v E6	43
Obrázek 27:	Graf s průběhem průtoku argonu v E6, detail	44
Obrázek 28:	Graf s průběhem teplot v E3	44
Obrázek 29:	Graf s průběhem průtoku argonu v E3	45
Obrázek 30:	Graf s průběhem průtoku argonu v E3, detail	45
Obrázek 31:	Graf s průběhem teplot v E5	46
Obrázek 32:	Graf s průběhem průtoku argonu v E5	46
Obrázek 33:	Graf s průběhem průtoku argonu v E5, detail	46
Obrázek 34:	Graf s průběhem teplot v E7	47
Obrázek 35:	Graf s průběhem průtoku argonu v E7	48
Obrázek 36:	Graf s průběhem průtoku argonu v E7, detail	48
Obrázek 37:	Graf s průběhem teplot v E8	49
Obrázek 38:	Graf s průběhem průtoku argonu v E8	50
Obrázek 39:	Graf zobrazující počet uvolněných bublin v E8	50
Obrázek 40:	Graf s průběhem teplot v E9	51
Obrázek 41:	Graf s průběhem průtoku argonu v E9	52
Obrázek 42:	Graf s průběhem průtoku argonu v E9, detail	52
Obrázek 43:	Graf zobrazující kumulativní množství argonu v E2, E4 a E6	53
Obrázek 44:	Graf zobrazující kum. množství argonu v E2, E4 a E6, detail	53
Obrázek 45:	Graf zobrazující kumulativní množství argonu v E3, E5 a E7	54
Obrázek 46:	Graf zobrazující kum. množství argonu v E3, E5 a E7, detail	54

## **9. Seznam tabulek**

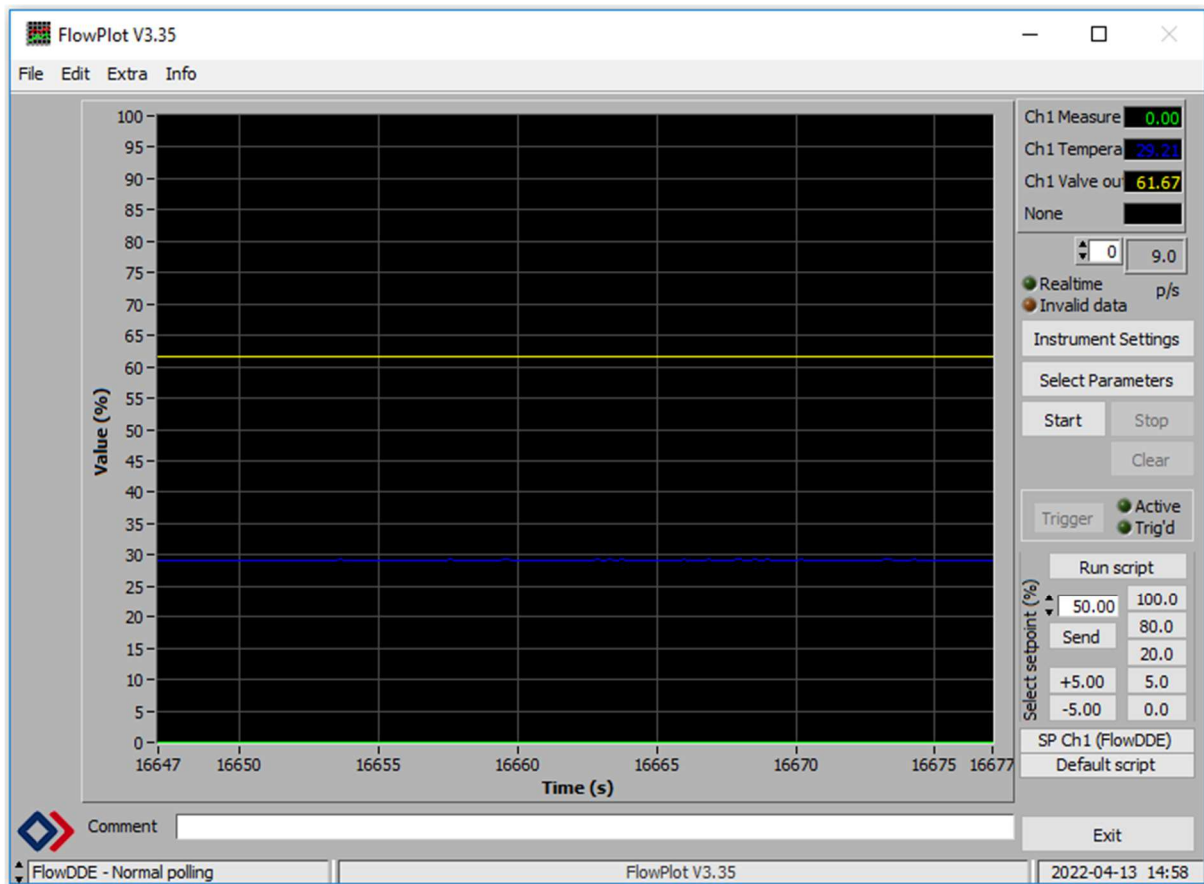
Tabulka 1:	Počet bublin při daném průtoku pro kalibrační rovnici	35
Tabulka 2:	Souhrnná tabulka s výsledky experimentů	55

## 10. Přílohy

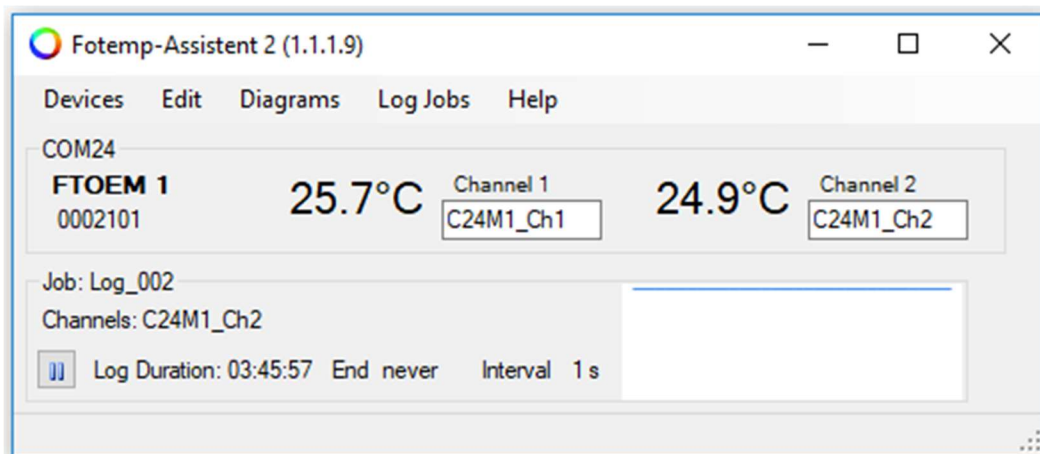
Příloha 1: Prostředí programu FlowDDE



## Příloha 2: Prostředí programu FlowPlot



Příloha 3: Prostředí programu FotempAssistent2





## Seznam literatury

- Bos M., Greenhouse gas emissions when freezing and thawing sewage sludge and compost, SLU, Swedish University of Agricultural Sciences, Department of Energy and Technology, Report 2013:062, ISSN 1654-9406, 2013.
- Brouchkov A. and Fukada M., Preliminary Measurements on Methane Content in Permafrost, Central Yakutia, and some Experimental Data, *Permafrost Periglacial Process*, 13, 187-197, 2002.
- Goldberg S. D., Muhr J., Borken W. and Gebauer G., Fluxes of climate-relevant trace gases between a Norway spruce forest soil and atmosphere during repeated freeze–thaw cycles in mesocosms, *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 171, 729-739, 2008.
- Gordon E., Sheffield B., Zhang T., Palmer J., Beitler J., Renfrow S., "All About Frozen Ground." National Snow and Ice Data Center. Accessed 6. 12. 2019. [/cryosphere/frozenground/index.html](#), publication date: December 10, 2008.
- Holocher J., Peeters F., Aeschbach-Hertig W., Hofer M., Brennwald M., Kinzelbach W. and Kipfer Rolf, Experimental investigations on the formation of excess air in quasi-saturated porous media, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol. 66, No. 23, pp. 4103–4117, 2002.
- Holocher J., Peeters F., Aeschbach-Hertig W., Kinzelbach W. and Kipfer R., Kinetic Model of Gas Bubble Dissolution in Groundwater and Its Implication for the Dissolved Gas Composition, *Environmental Science & Technology*, 37 (7), 1337-1343, 2003.
- Holten R., Bøe F. N., Almvik M., Katuwal S., Stenrød M., Larsbo M., Jarvis N., Eklo O. M., The effect of freezing and thawing on water flow and MCPA leaching in partially frozen soil, *Journal of Contaminant Hydrology*, Volume 219, Pages 72-85, December 2018.
- Ishikawaa T., Tokorob T. and Miurac S., Influence of freeze–thaw action on hydraulic behavior of unsaturated volcanic coarse-grained soils, *Soils and Foundations*, 56, (5), 790-804, 2016.
- Jurák J., *Mrznutí a tání vody v porézním prostředí*, Praha, 2020. Bakalářská práce, ČVUT, Fakulta stavební. Vedoucí práce Ing. Martina Sobotková. Ph.D.

- Koven C. D., Schuur E. A. G., Schädel C., Bohn T. J., Burke E. J., Chen G., Chen X., Ciais P., Grosse G., Harden J. W., Hayes D. J., Hugelius G., Jafarov E. E., Krinner G., Kuhry P., Lawrence D. M., MacDougall A. H., Marchenko S. S., McGuire A. D., Natali S. M., Nicolsky D. J., Olefeldt D., Peng S., Romanovsky D. E., Schaefer K. M., Strauss J., Treat C. C., Turetsky M., A simplified, data-constrained approach to estimate the permafrost carbon–climate feedback, *Phil Trans. R. Soc. A* 373, 20140423, 2015.
- Lawrence D. M., Koven C. D., Swenson S. C., Riley W. J. and Slater A. G., Permafrost thaw and resulting soil moisture changes regulate projected high-latitude CO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub> emissions, *Environmental Research Letters*, 2015.
- Li S., Zhang M., Pei W. and Lai Y, Experimental and numerical simulations on heat-water-mechanics interaction mechanism in a freezing soil, *Applied Thermal Engineering*, 132, 209 - 220, 2017.
- Libby M. D., VanderZaag A. C., Gregorich E. G., Wagner-Riddle C., An improved laboratory method shows that freezing intensity increases N<sub>2</sub>O emissions, *Canadian Journal of Soil Science*, Vol. 100(2): 136-149, 2020.
- Lipp G., Körber Ch., English S., Hartmann U. and Rau G., Investigation of the Behavior of Dissolved Gases during Freezing, *Cryobiology*, 24, 489-503, 1987.
- Liu Z. Sun Y., Wang B., Li Q., Experimental Study of Artificial Ground Freezing by Natural Cold Gas Injection, *Applied Science*, 2020, 10, 6055, September 2020.
- Loose B., Schlosser P., Perovich D., Ringelberg D., Ho D. T., Takahashi T. Richter-Menge J. Reynolds C. M. and McGillis W. R., Gas diffusion through columnar laboratory sea ice: implications for mixed-layer ventilation of CO<sub>2</sub> in the seasonal ice zone, *Tellus B*, 63(1), 23-39, February 2011.
- Manuál k optickému teplotnímu čidlu TS3, Optocon, Německo, [https://www.micronor.com/products/files/TS3/MICRONOR\\_DS\\_TS3.pdf?\\_ga=2.48979182.930336652.1650886841-618298382.1650886841](https://www.micronor.com/products/files/TS3/MICRONOR_DS_TS3.pdf?_ga=2.48979182.930336652.1650886841-618298382.1650886841), kde dni 10.03.2022.
- Marion G. M., Freeze-Thaw Processes and Soil Chemistry, US Army Corps of Engineers, Cold Regions Research and Engineering Laboratory, Special Report 95-12, 1995.

- Matzner E., Borken W., Do freeze-thaw events enhance C and N losses from soils of different ecosystems? A review, *European Journal of Soil Science*, Volume 59, Issue 2, p. 274-284, 2008.
- National Center for Biotechnology Information. PubChem Compound Summary for CID 23968, Argon. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Argon>. ke dni 04.04.2022.
- Nsaif M. H., Heron C. and Marshall A. M., Design of a Freeze-Thaw System for Laboratory Soil Testing, *Proceedings of the 4th World Congress on Civil, Structural, and Environmental Engineering*, Rome, 2019.
- Olefeldt, D., Goswami S., Grosse G., Hayes D., Hugelius G., Kuhry P., McGuire A. D., Romanovsky V. E., Sannel A.B.K., Schuur E.A.G., Turetsky M. R. et al., Circumpolar distribution and carbon storage of thermokarst landscapes. *Nat. Commun.* 7, 13043 doi: 10.1038/ncomms13043, 2016.
- Opatrný T., Kapitoly z termodynamiky a statistické fyziky, 2009, <http://www.ktf.upol.cz/tom/bookex1.pdf>, ke dni 10.5.2020
- Sander R.: Compilation of Henry's law constants (version 4.0) for water as solvent, *Atmos. Chem. Phys.*, 15, 4399-4981 (2015).
- Schuur, E., McGuire, A., Schädel, C. et al. Climate change and the permafrost carbon feedback. *Nature* 520, 171–179, 2015.
- Shafique U., Anwar J., Munawar M. A., Zaman W., Rehman R., Dar A., Salman M., Saleem M., Shahid N., Akram M., Naseer A., Jamil N., Chemistry of ice: Migration of ions and gases by directional freezing of water, *Arabian Journal of Chemistry* (2016), 9, S47-S53, February 2011.
- Song G., Chen L., Li K., Zhang D., Xu J., Xu W., Liu C., Zhang J., Experiment and Mechanism Investigation on Freezing-Thawing of Sandstone with Different Water Contents, *Hindawi, Shock and Vibration*, Volume 2021, November 2021.
- Stähli M., Stadler D., Measurement of water and solute dynamics in freezing soil columns with time domain reflektometry, *Journal of Hydrology* 195 (1997) 352-369, 1996.
- Šimůnek J., Šejna M., Saito H. a M. Th. Van Genuchten, The HYDRUS-1D Software Package for Simulating the One-Dimensional Movement of Water, Heat, and

Multiple Solutes in Variably-Saturated Media, Department of Environmental Sciences  
University of California Riversdale, 2013.

Technické specifikace produktu EL-FLOW Select F-110C, Bronkhorst, Nizozemsko,  
<https://www.bronkhorst.com/int/products/gas-flow/el-flow-select/f-110c/>, kde dni  
10.03.2022.

Teepe R., Vor A., Beese F. and Ludwig B., Emissions of N<sub>2</sub>O from soils during cycles  
of freezing and thawing and the effects of soil water, texture and duration of freezing,  
European Journal of Soil Science, 55, 357-365, June 2004.

Turetsky M. R., Abbot B. W., Jones M. C., Anthony K. W., Olefeldt D., Schuur E. A. G.,  
Koven Ch., McGuire A. D., Grosse G., Kuhry P., Hugelius G., Lawrence D. M.,  
Gibson C., Sannel A. B. K., Nature, 569, 32-34, 2019.

Wagner D., Wille C., Kobabe S. and Pfeiffer E. M., Simulation of Freezing-thawing  
Cycles in a Permafrost Microcosm for Assessing Microbial Methane Production  
under Extreme Conditions, Wiley InterScience, 2003.

Wang Q., Liu J., Wang L., An experimental study on the effects of freeze-thaw cycles on  
phosphorus adsorption-desorption processes in brown soil, RSC Advances  
7(59):37441-37446, 2017.

Watanabe K., Kito T., Wake T. and Sakai M., Freezing experiments on unsaturated sand,  
loam and silt loam, Snow, ice and humanity in a changing climate, Annals of  
Glaciology, 52, (58), 37-43, 2011.

Welch C., Arctic permafrost is thawing fast. That affects us all., National Geographic,  
September Issue, 2019.

Zeinali A., Dagli D. and Edeskär T., Freezing-Thawing Laboratory Testing of Frost  
Susceptible Soils, Proceedings of the 17th Nordic Geotechnical Meeting, 2016.