

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ**

**FAKULTA STAVEBNÍ**

**Katedra materiálového inženýrství a chemie**



**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

**Charakterizace kompozitních materiálů  
pomocí vysokoteplotního dilatometrického  
měření**

**Jakub Rašovec**

**2020**

**Vedoucí bakalářské práce: prof. Ing. Milena Pavlíková, PhD.**

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, pouze za odborného vedení vedoucí prof. Ing. Mileny Pavlíkové, Ph.D.

Dále prohlašuji, že veškeré podklady, ze kterých jsem čerpal, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

.....

podpis

Na tomto místě bych chtěl velice poděkovat paní prof. Ing. Mileně Pavlíkové, Ph.D. za odborné a pedagogické vedení a všem zaměstnancům laboratoře chemie na katedře materiálového inženýrství a chemie ČVUT, kteří mi v průběhu bakalářské práce pomáhali.

Bakalářská práce vznikla za podpory projektu CZ.02.1.01/0.0/0.0/16\_017/0002623 - Vytvoření infrastruktury pro inovované doktorské studijní programy Fyzikální a materiálové inženýrství v rámci Operačního programu Výzkumu, Vývoje a Vzdělávání, Evropské strukturální a investiční fondy MŠMT.

Charakterizace kompozitních materiálů  
pomocí vysokoteplotního dilatometrického  
měření

The Characterisation of Composite Materials  
Using High Temperature Dilatometry

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

### I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: Rašovec Jméno: Jakub Osobní číslo: 468419  
Zadávací katedra: Katedra materiálového inženýrství a chemie (k123)  
Studijní program: Stavební inženýrství  
Studijní obor: Příprava, realizace a provoz staveb

### II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce: Charakterizace kompozitních materiálů pomocí vysokoteplotního dilatometrického měření.

Název bakalářské práce anglicky: The Characterisation of Composite Materials Using High Temperature Dilatometry.

Pokyny pro vypracování:

Vypracujte rešerši, zaměřte se na využití vysokoteplotní dilatometrie ve výzkumu a vývoji kompozitních materiálů, vysvětlete princip dilatometrie a metodu vysokoteplotní dilatometrie.

U vybraných kompozitních materiálů změřte a vyhodnoťte dilatometrické křivky.

Seznam doporučené literatury:

POUCHLÝ, V. Slinování pokročilých keramických materiálů s využitím vysokoteplotní dilatometrie [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. 2009.

Netsch, Operating Manual DIL 402 Expedis, 2018.

Jméno vedoucího bakalářské práce: prof. Ing. Milena Pavlíková, PhD.

Datum zadání bakalářské práce: 19.2.2020 Termín odevzdání bakalářské práce: 24.5.2020

*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 bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je nutné uvést v bakalářské 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“.*

\_\_\_\_\_  
Datum převzetí zadání

\_\_\_\_\_  
Podpis studenta(ky)

## **Anotace:**

Bakalářská práce je zaměřena na výzkum a charakterizaci vybraných kompozitních materiálů za použití vysokoteplotního dilatometru DIL 402 Expedis Select od firmy NETZSCH. V práci jsou také popsány další možná použití dilatometru pro zkoumání vlastností různých materiálů a uplatnění těchto poznatků v praxi. Cílem této práce bylo vypracovat rešerši na téma využití vysokoteplotní dilatometrie vy výzkumu a vývoji kompozitních materiálů, vysvětlit princip dilatometrie a vypracovat metodiku měření vysokoteplotním dilatometrem. Praktická část byla zaměřena na sledování chování vybraných materiálů za vysokých teplot.

**Klíčová slova:** *vysokoteplotní dilatometrie, kompozitní materiály, teplotní roztažnost, vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select*

## **Abstract:**

The bachelor thesis is focused on research and characterization of selected composite materials using a high-temperature dilatometer DIL 402 Expedis Select from the company NETZSCH. The work also describes other possible uses of the dilatometer to examine the properties of various materials and the use of this knowledge in practice. The aim of this work was to bring overview of the high-temperature dilatometry usage in research and development of composite materials, to explain the principle of dilatometry and to propose a methodology of high-temperature dilatometer measuring. The practical part was focused on monitoring the behavior of selected materials at high temperatures.

**Keywords:** *high temperature dilatometry, composite materials, temperature expansion, high-temperature dilatometer DIL 402 Expedis Select*

## Obsah

Seznam použitých symbolů .....	3
<b>1 Úvod.....</b>	<b>4</b>
<b>2 Teoretická část.....</b>	<b>5</b>
2.1 Teplotní roztažnost .....	5
2.1.1 Součinitel teplotní roztažnosti .....	6
2.2 Dilatometrie (objemové změny látek).....	8
2.2.1 Deformace materiálu zatížením.....	9
2.2.2 Chemické procesy .....	10
2.2.3 Absorpce tekutiny .....	11
2.2.4 Změna teploty.....	12
2.3 Vysokoteplotní dilatometrie .....	17
2.3.1 Dilatometr s tlačnou tyčí .....	18
2.3.2 Optický dilatometr.....	19
2.3.3 Kapacitní dilatometr .....	20
2.3.4 Difrakční dilatometry .....	22
<b>3 Praktická část .....</b>	<b>24</b>
3.1 Vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select.....	24
3.1.1 Design.....	25
3.1.2 Pec .....	25
3.1.3 Držák vzorku .....	26
3.1.4 Měřicí systém (NanoEye).....	28
3.2 Příklady použití vysokoteplotního dilatometru DIL 402 Expedis Select.....	28
3.2.1 Teplotní roztažnost .....	28
3.2.2 Teploty fázových přechodů .....	31
3.2.3 Změny hustoty .....	33
3.2.4 Kalorimetrické jevy .....	34
3.2.5 Kinetika slinování .....	35
3.3 Měřený vzorek.....	37
3.3.1 Dihydrát síranu vápenatého ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).....	37
3.3.2 Hořecnatý cement (MOC).....	38
3.4 Příprava vzorků .....	38
3.5 Postup měření .....	39
<b>4 Výsledky a diskuse .....</b>	<b>40</b>
4.1 Dihydrát síranu vápenatého ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).....	40
4.2 Hořecnatý cement (MOC).....	41
<b>5 Závěr.....</b>	<b>43</b>
<b>6 Literatura.....</b>	<b>44</b>

<b>Seznam obrázků .....</b>	<b>49</b>
<b>Seznam tabulek.....</b>	<b>51</b>



## Seznam použitých symbolů

$dV$	[m <sup>3</sup> ]	změna objemu
$V_0$	[m <sup>3</sup> ]	počáteční objem
$dT$	[K]	změna teploty
$\beta$	[K <sup>-1</sup> ]	součinitel objemové teplotní roztažnosti
$dl$	[m]	změna délky
$l_0$	[m]	počáteční délka
$\alpha$	[K <sup>-1</sup> ]	součinitel délkové teplotní roztažnosti
$\Delta l$	[m]	prodloužení vzorku
$k$	[-]	počet proužků ve vymezené délce
$\lambda$	[m]	vlnová délka
$\Delta n$	[-]	přírůstek počtu proužků
$a$	[m]	vymezená zkoumaná délka
$D$	[m]	vodorovná vzdálenost hrotu vzorku a břítu
$\Delta T$	[K]	rozdíl teplot
$C$	[F]	kapacita kondenzátoru
$\varepsilon$	[F·m <sup>-1</sup> ]	permitivita prostředí
$A$	[m <sup>2</sup> ]	plocha desek kondenzátoru
$d$	[m]	vzdálenost mezi plochami desek kondenzátoru

# 1 Úvod

Výzkum vysokoteplotního chování materiálů má velký význam v řadě technických odvětví průmyslu, ale i ve stavebnictví. Ve sklářském průmyslu je důležité sledovat působení vysokých teplot na sklářský křemen při výrobě skla a dalších výrobků, v cihlářském průmyslu to jsou procesy vypalování keramiky nebo glazury, v hutnickém průmyslu pak optimalizace procesů lití kovů. Ve stavebnictví se poznatky získané z vysokoteplotních měření využívají např. při navrhování nosných konstrukcí mostovek a dalších konstrukčních prvků, nebo se používají pro simulaci chování konstrukce budovy během požáru. Proto byl nutný vývoj přesných aparátů, které jsou schopné zkoumat a vyhodnocovat charakteristické vysokoteplotní chování materiálů.

V teoretické části se bakalářská práce věnuje vysvětlení teplotní roztažnosti materiálů a dalších vlivů, které způsobují deformaci materiálu, jako jsou např. působením vnějšího zatížení tlakem nebo tahem, chemické procesy na povrchu či uvnitř materiálu, nebo absorpce tekutiny. Dále jsou v bakalářské práci jsou představeny historické a současné přístroje a metody, které zkoumají vysokoteplotní chování různých typů materiálů.

V praktické části jsou podrobně popsány jednotlivé segmenty použitého vysokoteplotního dilatometru DIL 402 Expedis Select od firmy NETZSCH a uvedeny některé příklady, při kterých se může dilatometr použít pro zkoumání vlastností materiálů. Dále v praktické části byla provedena analýza vzorků sádrovce a hořčnatého cementu a byly popsány a vyhodnoceny výsledky měření.

## 2 Teoretická část

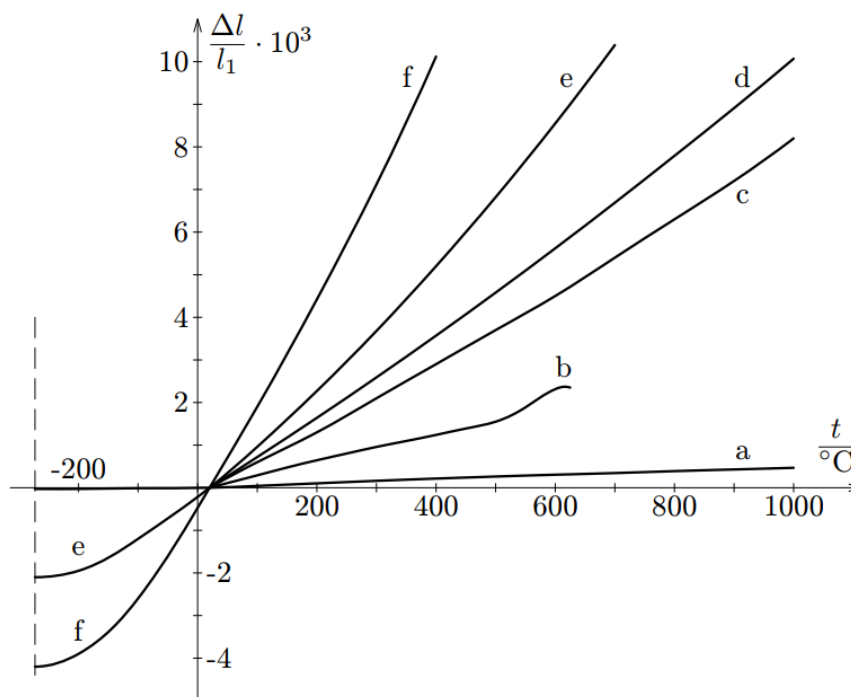
### 2.1 Teplotní roztažnost

Teplotní roztažnost je obecný projev změny objemu materiálu s jeho měnící se teplotou, to znamená, že jeho molekuly zrychlují nebo zpomalují svůj pohyb a jejich rovnovážné polohy se mění. Obvykle se vyjadřuje jako podíl změny délky nebo objemu ku změně jednotky teploty. U pevných látek se používá koeficient délkové teplotní roztažnosti, zatímco u kapalných a plynných se používá koeficient teplotní roztažnosti objemové [1].

Klasickým případem objemové roztažnosti je rtuťový teploměr. Čím vyšší je teplota, tím více rtuť zvětší svůj objem. Toto se dá pozorovat na rostoucím sloupci teploměrné stupnice.

Objemové změny těles probíhají ve všech směrech, avšak s rostoucí převahou délky jedné strany jsou objemové změny v ostatních směrech zanedbatelné. Proto se ve stavebnictví, při návrhu nosných stavebních konstrukcí, kde převažuje délka (mostní konstrukce, nosníky, vazníky, sloupy, TZB nebo dálková plynovodní potrubí) používá délková teplotní roztažnost.

Součinitel teplotní roztažnosti se materiál od materiálu různí. Najdou se ovšem i materiály, které jsou si svými vlastnostmi velmi podobné, a tudíž spolu v kompozitu synergují. Takovým příkladem je železobeton, kde je použita železná výztuž a beton. Spolupůsobením těchto dvou materiálů nevzniká v konstrukci téměř žádné vnitřní napětí vlivem působení teploty. Na druhou stranu výsledný železobeton přebírá kladné vlastnosti z obou materiálů a vzniká tak dokonalý konstrukční materiál.



Obr. 1: Teplotní závislost relativního prodloužení vybraných materiálů

(a) křemenné sklo, (b) sklo SIMAX, (c) polykrystalický korund, (d) platina, (e) ocel, (f) hliník [2]

Z grafu na obr. 1 je zřejmé, že při velkém teplotním intervalu nelze považovat prodloužení v závislosti na teplotě za lineární. U teplot blízkých se absolutní nule, se délka téměř nemění, avšak u vysokých teplot dochází k podstatným změnám, jelikož zde vznikají strukturální změny látek (rekrytalizace, bod měknutí apod.). To je zřejmé z průběhu křivky skla SIMAX, kde je jasně vidět bod měknutí [2].

### 2.1.1 Součinitel teplotní roztažnosti

Součinitel objemové teplotní roztažnosti je veličina, která udává změnu objemu tělesa zvýšením teploty. Ta se mění se vzrůstající teplotou. V teplotním intervalu, kde není rozdíl teplot moc velký, se uvádí, že teplotní roztažnost je konstantní a roztažnost tělesa má lineární průběh. Ve větších teplotních rozmezích platí, že roztahování již není rovnoměrné a tvoří závislost, kterou lze popsat vztahem:

$$\beta = \frac{dV}{V_0} \frac{1}{dT}, \quad (1)$$

kde  $\beta$  je koeficient objemové roztažnosti [ $K^{-1}$ ]  
 $dV$  je změna objemu [ $m^3$ ]  
 $V_0$  je počáteční objem [ $m^3$ ]  
 $dT$  je změna teploty [ $K$ ]

Pro snadnější stanovení součinitele teplotní roztažnosti z experimentálního měření se zavádí veličina délková roztažnost. Její hodnota je definována stejně jako u objemové roztažnosti, pouze se nahradí objem jednotkou délky, tudíž lze psát:

$$\alpha = \frac{dl}{l_0} \frac{1}{dT}, \quad (2)$$

kde  $\alpha$  je koeficient délkové roztažnosti [ $K^{-1}$ ]  
 $dl$  je změna délky [ $m$ ]  
 $l_0$  je počáteční délka [ $m$ ]  
 $dT$  je změna teploty [ $K$ ]

Pokud se zavede objem krychle jako  $V = l^3$ , lze z rovnic (1) a (2) vyvodit, že délková roztažnost je třikrát menší než objemová roztažnost:

$$\beta \approx 3\alpha, \quad (3)$$

kde  $\beta$  je koeficient objemové roztažnosti [ $K^{-1}$ ]  
 $\alpha$  je koeficient délkové roztažnosti [ $K^{-1}$ ]

Tato skutečnost však platí pouze pro izotropní materiály, jelikož anizotropní látky jako jsou krystaly (s výjimkou krychlové soustavy) se v různých směrech roztahují odlišně [3].

Tabulka 1 prezentuje hodnoty součinitele délkové teplotní roztažnosti při 20 °C u vybraných, nejčastěji používaných, stavebních materiálů.

Tab. 1: Vybrané materiály a jejich součinitelé délkové teplotní roztažnosti  $\alpha$  při 20 °C [4].

Materiál	$\alpha$ [ $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ]
Olovo	29
Hliník	23
Ocel	17
Měď	17
Železo	11
Beton	11-14,5
Žula	8
Cihla	5,5
PVC	52
Cement	10
Malta	7,3-13,5
Guma	77

## 2.2 Dilatometrie (objemové změny látek)

Ve stavitelství je termín dilatometrie velmi známý pojem. Objemové změny látek se nesmí opomíjet při návrhu stavební konstrukce, jinak by docházelo k praskání okenních tabulí a povrchových úprav, odlupování omítky, poruše tmelu či hydroizolace nebo dokonce uvolnění a pádu materiálu do okolí. Tyto poruchy jsou nevzhledné, vytvářejí bezpečnostní rizika při užívání a vlivem klimatických podmínek mohou způsobovat další degradace, které mají vliv na bezpečné fungování konstrukce. Příkladem je zatékání vody do vzniklých prasklin, které se mohou časem rozšiřovat, protože při změně skupenství voda zvětšuje svůj objem a generuje v materiálu napětí, které ho rozrušuje. Abychom tomu zabránili, navrhují se dilatační spáry, vhodně se volí jednotlivé složky kompozitních materiálů, mezi kterými nevznikají chemické reakce, nebo vhodným umístěním materiálů náchylných na vlhkost.

Faktory způsobující objemové změny a následné poruchy:

- 1) elastické a plastické deformace materiálu způsobené tlakem nebo tahem,
- 2) chemické procesy uvnitř materiálu za přítomnosti vlhkosti,
- 3) absorpce tekutiny,
- 4) teplotní výkyvy vedoucí k protažení či smrštění [5].

## 2.2.1 Deformace materiálu zatížením

Deformací materiálu se zabývá fyzikální obor pružnost a pevnost. Zkoumá charakteristické vlastnosti materiálu, který je zatěžován tlakem nebo tahem a výsledky měření dále slouží jako teoretický základ pro navrhování stavebních konstrukcí (např. modul pružnosti  $E$ ). Kořeny tohoto vědního oboru sahají hluboko do historie. Mezi průkopníky v oboru patří Leonardo da Vinci v 16. století, Hook v 17. století, Euler či Coulomb ve století 18. a v pozdější době např. Navier (1821) nebo Cauchy (1822). V teorii se pružnost a pevnost řídí předpoklady, které však nemusí zcela platit pro reálné materiály, ale pro orientační návrh konstrukcí se uplatňují. Vztah mezi přetvořením a napětím reálné látky má většinou nelineární průběh. Lineární průběh, kterou popisuje Hookův zákon probíhá jen při nízkých napětích, přičemž od určité meze vznikají plastické (nevratné) deformace. Dle chování se materiály rozlišují na tři typy:

### 1) Lineárně pružné (křehké)

Po dosažení maximální meze, pružné chování končí a napětí prudce klesne k nule. Toto chování je typické např. pro sklo.

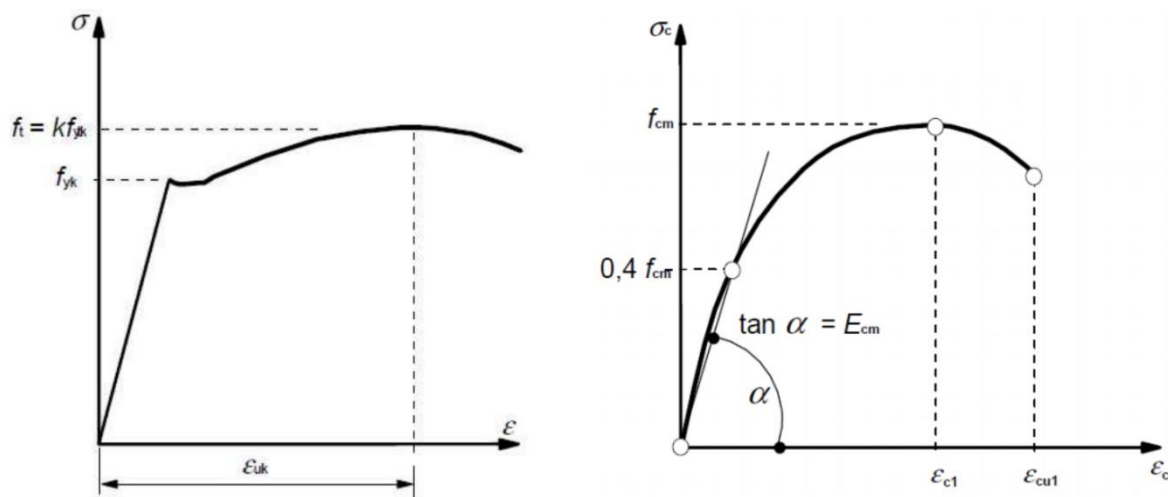
### 2) Pružno-plastické

Od určitého bodu se napětí přestává zvyšovat, avšak přetvoření dále narůstá, dochází k „tečení“ materiálu. Takto se chovají při tahovém namáhání např. kovy nebo polymery.

### 3) Kvazikřehké

Napětí po dosažení maxima postupně klesá, dochází ke změkčení materiálu – stejný princip jako u pružno-plastického chování. Typickými představiteli tohoto chování jsou beton či kompozitní materiály během namáhání tlakem [6].

Dilatometrické měření deformace materiálů se měří na vzorcích normalizovaných rozměrů. Podle druhu zatěžování se vzorek vloží do hydraulického trhacího přístroje nebo tlačného lisu, který působí známým pomalu vzrůstajícím nebo konstantním zatížením. Stroje během zkoušky zaznamenávají a vyhodnocují řadu veličin (tažnost, kontrakci, mez pevnosti nebo mez kluzu). Na *obr. 2* jsou znázorněny pracovní diagramy přetvoření ocele a betonu. Pro snazší zaznamenání přetvoření v rizikové oblasti se na vzorek nakreslí terče, jejichž pohyb sleduje CCD kamera [7]. U některých materiálů na bázi polymeru (plasty, kaučuk) může docházet k celkovému nárůstu objemu během tahového namáhání, je to projevem kavitace neboli vznikem dutin ve vzorku během plastické deformace, které se zjišťují pomocí elektronového mikroskopu (SEM) [8].



Obr. 2: pracovní diagram oceli v tahu (vlevo) a betonu v tlaku (vpravo) [9]

### 2.2.2 Chemické procesy

Na stavební materiály po dobu jejich životnosti působí řada chemických procesů, které mají za následek degradaci materiálu. Tyto procesy se nazývají chemická koroze a probíhají na vzduchu, ale většinou za přítomnosti vlhkosti, protože ve vodě se snadno rozpouští agresivní látky, které k degradaci přispívají. Průběh koroze je ovlivněn koncentrací agresivních látek v okolí, okolní teplotě, porozitě materiálu nebo rychlosti výměny kapalného prostředí.

Chemická koroze v kapalném prostředí se dělí do tří typů [10]:

#### 1) Koroze I. druhu

Vyznačuje se vyluhováním a rozpouštěním složek pojiva, například hydroxidu vápenatého  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  z betonu. Tento druh koroze se často vyskytuje u vodních staveb.

#### 2) Koroze II. druhu

Reakcí agresivních látek  $\text{CO}_2$ , hydroxidů, kyselin, nebo hořčnatých či amonných solí s  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  vznikají rozpustné a nerozpustné sloučeniny, které nemají vazebné vlastnosti.

#### 3) Koroze III. druhu

Vzniká vlivem tvorby objemných sloučenin, způsobených sírany nebo chloridy [11], které reagují s  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  v cementu. Vznikají krystaly v pórech, které jsou spojeny s nárůstem objemu vzorku a narůstajícím krystalickým napětím. Tato koroze často vzniká u podzemních staveb, na které působí agresivní spodní vody [12], nebo u průmyslových objektů a objektů v jejich okolí [13].



V plynném prostředí dochází k chemické korozi působením agresivních plynů, které reagují s hydroxidem vápenatým v betonu. Nejprostudovanější korozi je reakce agresivního plynu  $\text{CO}_2$ , též známá jako karbonatace.  $\text{CO}_2$  neutralizuje hydroxid vápenatý, jehož výskyt v betonu je velmi důležitý, protože vytváří kyselé prostředí, které zabraňuje korozi výztuže.

K degradaci materiálu nemusí docházet jen chemickými reakcemi způsobené agresivním prostředím, ale i z důvodu vlastního rozpínání nezhydratovaného pojiva (např.  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ) nebo kameniva (např. dolomitické kamenivo), při kontaktu s vodou [14].

### 2.2.3 Absorpce tekutiny

Voda, ať už v jakékoli formě, je obsažena ve většině materiálů používaných ve stavitelství, s výjimkou kovových nebo plastových materiálů, či skla. Její přítomnost má vliv na fyzikálně-mechanické a tepelně-izolační vlastnosti a také na biologickou degradaci materiálu. Voda se šíří v pórech materiálu působením hydrostatických či kapilárních sil. V prostorách s vysokou relativní vlhkostí vzduchu materiály přijímají i vlhkost z okolí díky jejich hyroskopickým vlastnostem.

Voda, která je obsažena ve stavebních materiálech se rozděluje do tří druhů:

#### 1) Voda chemicky vázaná

Tato voda je součástí chemických sloučenin. Např. u betonu vzniká hydratací cementu. Chemicky vázanou vodu lze uvolnit pouze při vysokých teplotách.

#### 2) Voda vázaná

Tato voda se liší u organických a anorganických materiálů. U organických materiálů, jako je dřevo, je tato voda vázaná vodíkovými můstky na hydroxylové skupiny OH amorfních částí celulózy a hemicelulózy a její přítomnost ovlivňuje fyzikální a mechanické vlastnosti dřeva, např. nárůst hmotnosti nebo objemu (bobtnání, sesychání). U anorganických materiálů (beton, cihla), je tato voda fyzikálně vázaná na povrchu jemných částic a v kapilárách.

#### 3) Voda volná

Tato voda vyplňuje větší dutiny a póry materiálu a může snadno migrovat. U dřeva nemá téměř žádný vliv na fyzikální a mechanické vlastnosti, ale u betonu je její přítomnost velmi důležitá, zvláště během zrání betonu. Pokud se totiž z betonu odpaří a není včas nahrazena ošetřovací vodou, dojde k vypaření vázané vody z kapilár a vzniku smršťovacích trhlin na povrchu, jako je tomu tak na obr. 3. To má za následek snížení celkové pevnosti a trvanlivosti konstrukce [15; 16].



*Obr. 3: Smršťovací trhliny způsobené nedostatečným ošetřováním betonu [17]*

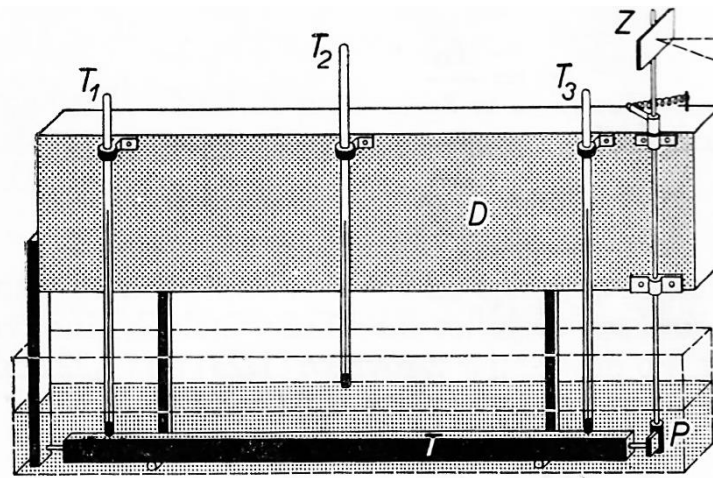
Bobtnání vnímáme většinou jako nechtěný jev, který má neblahé účinky na vlastnosti materiálu. Avšak u některých materiálů jako např. bentonitu, vnímáme jeho bobtnání velmi pozitivně, protože vytváří vodonepropustnou bariéru, která funguje jako hydroizolace. Z tohoto důvodu se často používá, ve formě pásů, jako hydroizolace podzemních staveb nebo jako těsnící prvky pracovních spár spodní stavby z vodonepropustného betonu (bílé vany) [18; 19].

#### **2.2.4 Změna teploty**

Objemové změny látek vlivem kolísání teplot je hlavním tématem této práce. Fenoménu jako takovému se práce věnovala již v kapitole 2.1 a v této kapitole se zaměří na historické způsoby měření. Metody zaznamenávání chování materiálů teplotním působením prošly historickým vývojem. Mezi první aparáty měřící délkovou teplotní roztažnost látek se mohou zařadit kontaktní Edelmannův a Chevenardův dilatometr nebo optický křemenný interferenční (Fizeau-Abbe-Pulfrichův), či Priestův interferenční dilatometr, které byly vyvinuty v první polovině 20. století.

**Edelmannův dilatometr**, jehož schéma je na *obr. 4*, je aparát měřící délkovou roztažnost tyče vzorku o délce 0,5 – 1 m zrcátkovou metodou. Měřená tyč se vloží do kapalné lázně, která se postupně a rovnoměrně zahřívá. Teplota se kontroluje pomocí dvou teploměrů umístěných v lázni poblíž tyče a jednoho teploměru, který měří teplotu vzduchu nad lázní. Tyč spočívá na dvou válečcích připevněných k trámku, po kterých se posouvá. Jeden konec tyče se opírá o pevnou oporu a na opačné straně o pohyblivý hrot, který je přitlačen k tyči pružinou. Hrot se otáčí kolem svislé osy, která je prodloužena svisle do prostoru a opatřena zrcátkem na jejím

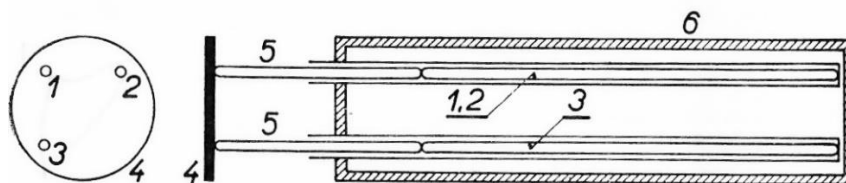
konci. Naproti zrcátku je postaven dalekohled s měrnou stupnicí. Edelmannův dilatometr dokáže určit průměrnou délkovou teplotní roztažnost s přesností asi 4 % [20].



Obr. 4: Schéma Edelmannova dilatometru

(D) dřevěný trámek, (T1, T2, T3) teploměry, (T) měřená tyč, (P) otočná páka, (Z) zrcátko [20]

**Chevenardův dilatometr** (obr. 5) se používá pro měření délkové teplotní roztažnosti malých vzorků pevných látek, často v metalurgii pro měření roztažnosti kovů. Aparát se skládá z topné pícky, kde se nacházejí křemenné válečky umístěné tak, že tvoří pravouhlý trojúhelník. Ve válečcích jsou vloženy tři tyčinky (křemenná, srovnávací a zkoumaná), které se opírají o zrcátko umístěného mimo pec pomocí nastavných křemenných tyčinek.

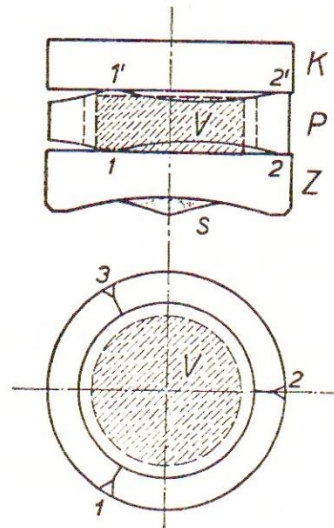


Obr. 5: Schéma Chevenardova dilatometru

(1) křemenná tyčinka, (2) srovnávací tyčinka, (3) zkoumaná tyčinka, (4) zrcátko, (5) pomocné křemenné tyčinky, (6) pícka [20]

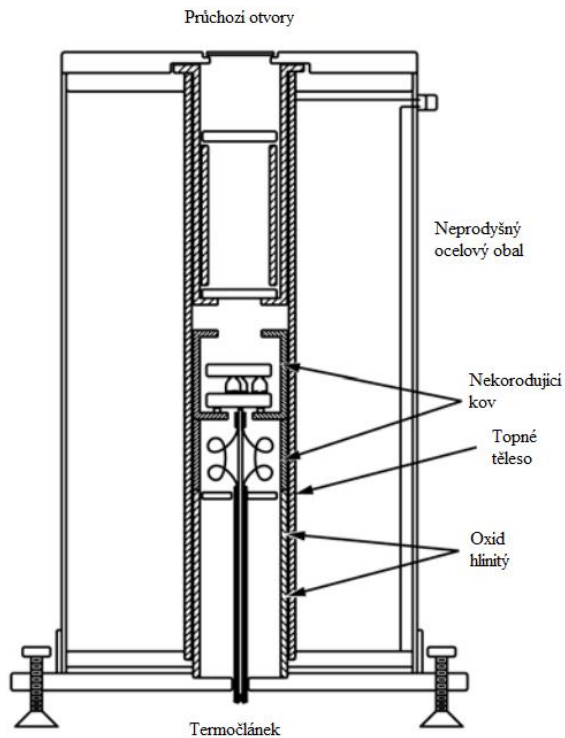
Během zahřívání tyčinky posouvají zrcátkem, které odráží paprsek světla na fotografický papír a tvoří přímku (záznam) pod jistým sklonem. Křemenná tyčinka má tak malé protažení, že ji lze zanedbat, a proto je záznam tvořen jen poměrem součinitelem teplotní roztažnosti srovnávacího a zkoumaného kovu. Jelikož jsou známy vlastnosti srovnávacího kovu, lze z tohoto poměru vypočítat teplotní roztažnost kovu zkoumaného [20].

**Křemenný interferenční dilatometr** byl prvním otickým dilatometrem vyvinutým vědci Fizeauem, Abbem a Pulfrichem. Vlastní zařízení (*obr. 6*) je vyrobeno z taveného křemene, protože křemen má velmi malou teplotní roztažnost. Vzorek tvaru válce a výšce 1 cm je vložen na základní křemennou desku, která má klenutou spodní část nalakovanou na černo a uvnitř křemenného prstence, který se bodově dotýká základní desky a skleněné krycí destičky. Celé zařízení se vloží do plechové nádoby a s ní do termostatu (*obr. 7*) nebo kryostatu (*obr. 8*), jehož teplota se mění. Prstenec má větší výšku než vzorek, a tak mezi horní plochou vzorku a spodní plochou krycí destičky vzniká klínová vzduchová mezera. Teplotní roztažnost u tohoto přístroje se stanoví pomocí interferenčních proužků z kolmo dopadajícího světla. Jak se zmenšuje mezera mezi vzorkem a krycí destičkou, zkracuje se i dráha paprsků a dochází k posunutí interferenčních proužků. Tyto posuny jsou zaznamenány a měřeny okulárním mikrometrem [21; 22].

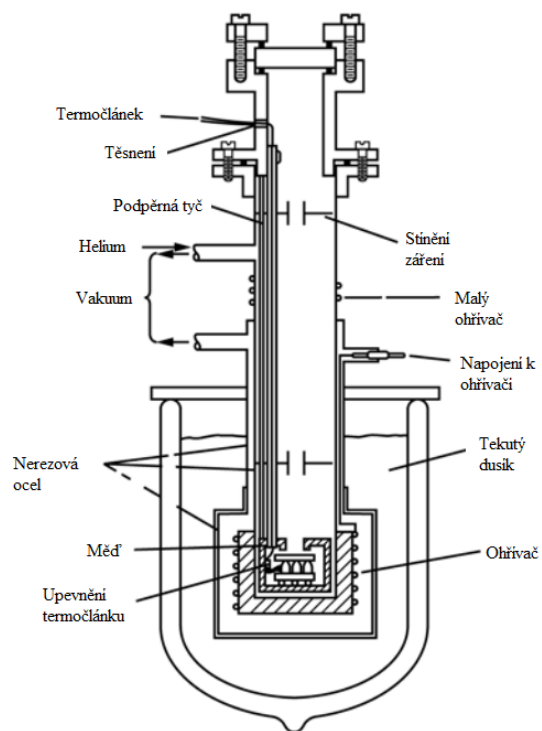


*Obr. 6: Měřící zařízení křemenného interferenčního dilatometru*

(*K*) krycí destička, (*V*) vzorek, (*P*) prstenec, (*Z*) základní destička, (*1, 2, 3, 1', 2', 3'*) výstupky, (*s*) spodní plocha [21]

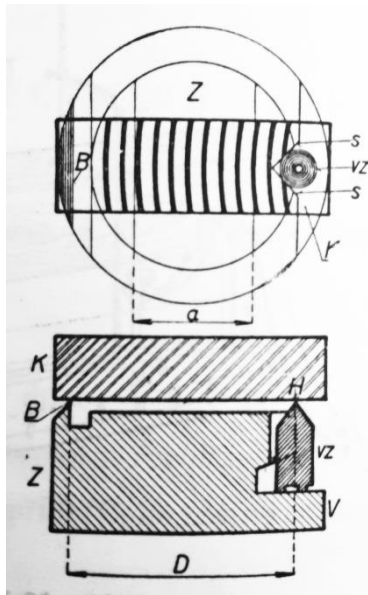


Obr. 7: Termostat [23]



Obr. 8: Kryostat [23]

**Priestův interferenční dilatometr** je také optický dilatometr, avšak oproti předešlému dilatometru je tento principi měření výhodnější. Ze schématu na obr. 9 je vidět, že jeho konstrukce je velice jednoduchá. Ve spodu se nachází základová deska kruhového půdorysu. Ta má na jedné straně přímý břit a na straně druhé stupňovitý výběžek a klínový zářez, kam se vloží měřený vzorek tvaru válce s kuželovitým hrotem.



Obr. 9: Měřící orgán Priestova dilatometru

(Z) základní deska, (B) přímý břit, (H) hrot vzorku, (V) stupňovitý výběžek, (VZ) vzorek, (K) krycí destička, (s) klínový výřez [21]

Vzorek by měl mít přibližně stejnou výšku jako je výška břitu, aby krycí skleněná destička byla jen nepatrně skloněná k horní lesklé ploše základní desky. Osvětlíme-li zařízení ze shora, vzniknou interferencí paprsků v klínové vrstvě tmavé a světlé proužky, jejichž počet se mění s měnícím se sklonem krycí desky. Délková teplotní roztažnost se získá ze vtahu mezi zvýšením  $\Delta l$  hrotu vzorku (3) a přírůstkem  $\Delta n$  počtu proužků (4) na délce  $a$  [21].

$$\Delta l = k \frac{\lambda}{2}, \quad (3)$$

kde  $\Delta l$  je prodloužení vzorku [m]  
 $k$  je počet proužků ve vymezené délce [-]  
 $\lambda$  je vlnová délka [m]

$$\Delta n = \frac{a}{D} k, \quad (4)$$

kde  $\Delta n$  je přírůstek počtu proužků [-]  
 $a$  je vymezená zkoumaná délka [m]  
 $D$  je vodorovná vzdálenost hrotu vzorku a břitu [m]

$k$  je počet proužků ve vymezené délce [-]

Z toho roztažnost:

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \frac{\Delta l}{\Delta T} = \frac{\lambda}{2l_0} \frac{D \Delta n}{a \Delta T}, \quad (3)$$

kde  $\alpha$  je součinitel délkové teplotní roztažnosti [ $K^{-1}$ ]

$l_0$  je počáteční délka vzorku [m]

$\Delta l$  je prodloužení vzorku [m]

$\Delta T$  je rozdíl teplot [K]

$\lambda$  je vlnová délka [m]

$D$  je vodorovná vzdálenost hrotu vzorku a břitu [m]

$a$  je vymezená zkoumaná délka [m]

$\Delta n$  je přírůstek počtu proužků [-]

S rozvojem počítačové techniky a citlivějších senzorů dosahují dnešní dilatometry velmi přesných výsledků měření za působení extrémních teplot a jsou schopné zkoumat zároveň i jiné aspekty chování materiálů. V současné době pro laboratorní výzkumy termických vlastností látek se využívá hlavně tzv. vysokoteplotní dilatometrie.

### 2.3 Vysokoteplotní dilatometrie

Vysokoteplotní dilatometrie je termoanalytická metoda, která slouží ke studování délkových změn smrštěním či protažením vzorku během řízeného teplotního nebo časového programu. Toto měření dokáže simulovat teploty v rozmezí od  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Metodou lze charakterizovat pevné látky, prášky, pasty, ale také kapaliny při zanedbatelném zatížení. Specifické programy řízené teploty mohou poskytnout nahlédnutí do procesů, které probíhají v různých průmyslových odvětvích. Používá se v keramické technologii během vypalování keramiky, při vývoji glazury a CTE (glazura-keramika, kov-keramika), ve sklářském průmyslu, metalurgii, strojírenství a v dalších oborech. Může být použita pro tvorbu studií řízeného slinování reaktivních prášků v oblastech, jako je pokročilá keramika nebo prášková metalurgie. Dilatometrie dokáže stanovit koeficient teplotní roztažnosti, teplotu skelného přechodu, bodu

měknutí, zhutnění a studie slinování a kinetiky. Dnešní moderní přístroje pracují plně automaticky a výsledná data zasílají do PC [24; 25].

Dilatometry se mohou rozdělit do několika typů na základě toho jakým způsobem fungují. Mezi tři základní dilatometry patří:

- kontaktní dilatometr využívající tlačné tyče,
- bezkontaktní optický dilatometr,
- kapacitní dilatometr.

Dalšími typy mohou být dilatometry využívající difrakce rentgenového záření, neutronů či elektronů [26].

Během měření se sledují:

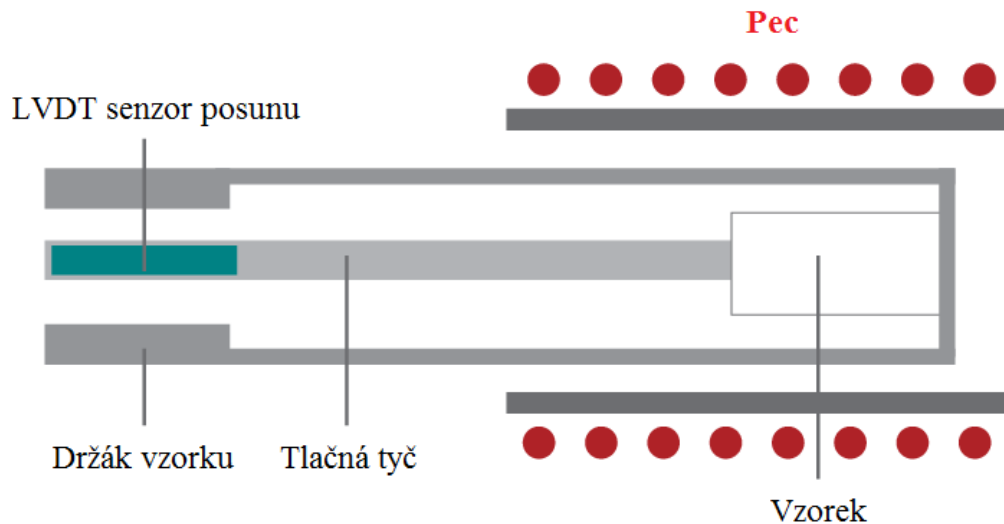
- a) změny po vystavení vysokým teplotám
- b) kontinuální změny

### **2.3.1 Dilatometr s tlačnou tyčí**

Dilatometr s tlačnou tyčí, někdy nazývaný jako spojovací tyčový dilatometr se používá pro měření expanze materiálu. Zařízení měří změnu objemu vzorku vzhledem k tlačné tyči uvnitř přístroje, která je vyrobená z amorfního křemene. Používá se křemen, protože s jistotou známe jeho tepelné vlastnosti, a protože má velmi nízký součinitel teplotní roztažnosti oproti ostatním materiálům ( $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). Při měření do  $1100 \text{ }^\circ\text{C}$  je nutné použít tlačnou tyč a držák vzorku vyrobené z křemenného skla a u teplot do  $1600 \text{ }^\circ\text{C}$  z korundu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Jak je vidět na *obr. 10*, dilatometr se skládá z trubkové pece, ve které se nachází měřený vzorek. Naproti vzorku je umístěna tlačná tyč. Protější konec tlačné tyče je připojen k LVDT senzoru (lineární převodník posunu). Objemové změny vzorku, které nastávají během řízeného teplotního programu jsou zaznamenány tak, že tlačná tyč fyzicky přenáší délkové změny do LVDT. Protažení je zaznamenáno vzhledem k teplotě snímané termočlánkem umístěným u vzorku.





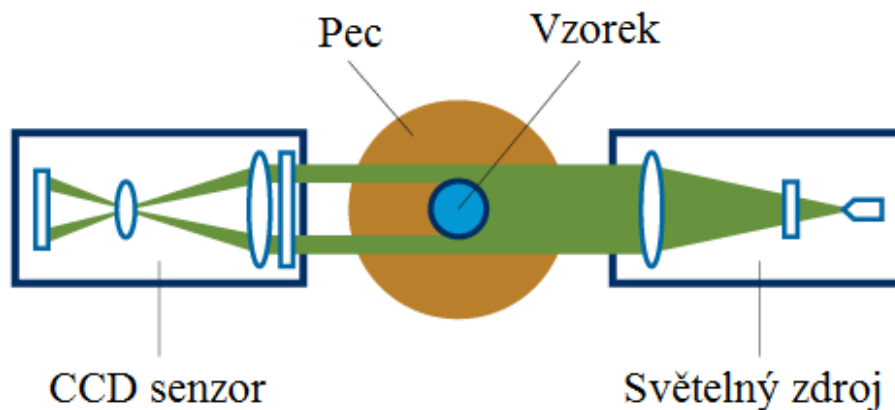
Obr. 10: Schéma dilatometru s tlačnou tyčí [27]

Z důvodu objemových změn držáku vzorku a tlačné tyče je nutné použít kalibraci nebo korekční křivku, aby výsledná křivka nebyla chybná. Doporučuje se, aby tlačná tyč i držák byly ze stejného materiálu. Dalším případem nepřesného měření může být také kontaminace tlačné tyče vzorkem materiálu a tvorby nechtěné krystalizace. Mnoho dilatometrů je orientováno horizontálně, kvůli lepší rovnoměrné teplotě v peci. V případech, kdy se však na vzorku provádí měření chlazením je nutné působit na vzorek malou přítlačnou silou, aby se zajistilo, že nedojde ke ztrátě kontaktu komponentů. Naproti tomu vertikálně orientované přístroje zajišťují kontakt mezi komponenty svou vlastní vahou. Je ale nutné zajistit i speciální systém protiváh, aby tlačná tyč příliš nezatěžovala zkoumaný vzorek. Celý proces měření probíhá ve vakuu, okolním vzduchu nebo v inertní atmosféře [25; 26].

### 2.3.2 Optický dilatometr

Optický dilatometr je přístroj, který dokáže velmi přesně měřit i nepatrné změny objemu zkušební vzorku v reálném čase, a to sice pořizováním videa nebo jednotlivého snímku. Velkou výhodou této metody je její bezkontaktní měření a nepotřebnost zavádět korekční křivky či kalibrovat přístroj kvůli rozdílné roztažnosti ostatních komponentů přístroje, jako tomu je u dilatometru s tlačnou tyčí. Další výhodou je, že vzorek není zatížen žádnou silou a nedochází tak ke zkreslení výsledků u vzorků, které během měření tají. Přístroj taktéž umožňuje bezproblémové testování vzorků nepravidelného tvaru. Dle schématu na obr. 11 je zkušební vzorek umístěn na plošině uprostřed kruhové pece. Vysoce výkonný světelný zdroj vysílá na

vzorek široký paprsek světla. Stín vzorku je následně z druhé strany pece detekován CCD senzorem s vysokým rozlišením.



Obr. 11: Schéma optického dilatometru [28]

Signál je poté vyhodnocen digitálním procesorem detekující hrany, který poskytuje citlivé a přesné zaměření změn rozměrů. Tento princip je též známý jako metoda stínového světla, která poskytuje přesné a absolutní změření vzorku s měnící se teplotou. Tak jako dilatometr s tlačnou tyčí, lze i optickým dilatometrem měřit vzorek ze normálních podmínek, ve vakuu či v inertní atmosféře [28; 29].

### 2.3.3 Kapacitní dilatometr

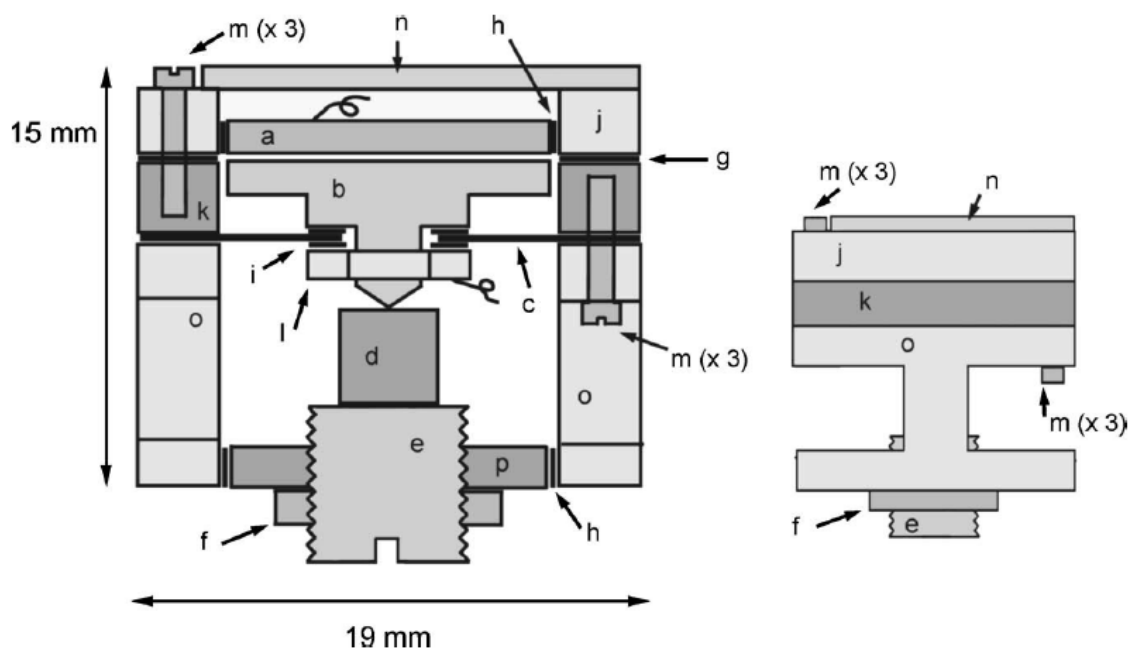
Kapacitní dilatometr, stejně jako kondenzátor, využívá změny elektrické kapacity. Ta je zapříčiněna změnou velikosti mezery páru rovnoběžných kapacitních desek. Jedna deska je pevně umístěná, druhá pohyblivá. Elektrická kapacita vyjadřuje množství náboje na deskách, je-li mezi nimi jednotné elektrické napětí. Tudíž, když se měřený vzorek v kapacitním dilatometru smršťuje či roztahuje mění se i mezera kapacitních desek a velikost elektrické kapacity. Změnu délky vzorku, nutnou pro výpočet součinitele teplotní roztažnosti, lze zjistit pomocí měnící se velikosti mezery mezi deskami kondenzátoru, která se vyjádří z rovnice (4).

$$C = \frac{\varepsilon \cdot A}{d}, \quad (4)$$

kde  $C$  je kapacita kondenzátoru [F]  
 $\varepsilon$  je permitivita prostředí [ $F \cdot m^{-1}$ ]

- A je plocha desek kondenzátorů [m<sup>2</sup>]  
 d je mezera mezi plochami desek kondenzátorů [m]

Jelikož na celý aparát působí zkoumaná teplota, musí být pečlivě vybrán materiál z kterého bude přístroj vyroben. Dilatometry jsou konstruovány z mědi a slitin mědi nebo z křemíku či taveného křemene. Na obr. 12 je schématické znázornění kapacitního dilatometru s měděnou konstrukcí. Elektrické články, včetně kapacitních desek, jsou vyrobené z mědi. Technika měření tepelné roztažnosti založená na elektrické kapacitě má řadu výhod. Zásadními výhodami jsou velmi vysoká citlivost na změnu rozměru vzorku a celková velikost dilatometru (jeho rozměry se pohybují v řádech cm<sup>3</sup>). Data se shromažďují nepřetržitě s měnící se teplotou. U této metody se ale objevuje i několik aspektů, které se nesmí zanedbat, aby výsledné měření nevykazovalo chyby. Tepelné vlastnosti konstrukce přístroje musí být dobře známé, aby byly přírůstky objemových změn spolehlivě odečteny z prvotních dat [30; 31].



Obr. 12: Schéma kapacitního dilatometru měděné konstrukce [31]

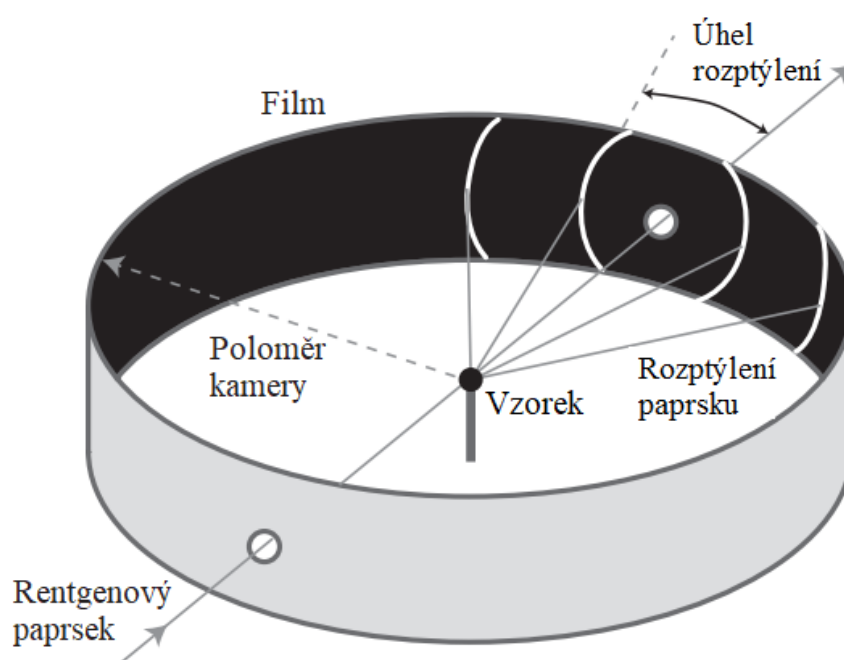
- (a) pevná deska, (b) posuvná deska, (c) pružina, (d) vzorek, (e) plošina pro vzorek, (f) pojistka, (g) měděná podložka, (h) elektrická izolace, (i) elektrická izolace, (j) vrchní ochranný prsteneček, (k) spodní ochranný prsteneček, (l) matice, (m) měděné šrouby, (n) základní deska, (o) hlavní příruba, (p) spodní příruba.

### 2.3.4 Difrakční dilatometry

Tyto dilatometry dokážou stanovit teplotní roztažnost z měření mřížkové konstanty materiálu díky difrakci (rozptýlení) vln rentgenového záření na krystalové mřížce daného materiálu.

#### Postup měření:

Vzorky ve formě prášku, polykrystalického drátu nebo rotujícího krystalu se vloží do vhodné pece. Posléze se na vzorek vyše paprsek rentgenového záření a úhel, ve kterém byl paprsek rozptýlen se zaznamenává pomocí Debye-Scherrerovy kamery (obr. 13) nebo difraktometru. Opakováním tohoto postupu při jiné teplotě lze vypočítat expanzi krystalové mřížky.



Obr. 13: Schéma Debye-Scherrerovy kamery [32]

Tato technika je vhodná pro malé vzorky a pro velmi křehké materiály. Může se také použít pro zkoumání anizotropních materiálů, které se rozšiřují v každém směru jinak. Nevýhodou této techniky je fakt, že se přímo neměří nárůst parametru, ale spíše se od sebe odečtou dvě samostatná měření. A protože jsou si tyto hodnoty velmi blízké, tak procentuální chyba v tepelné roztažnosti bude mnohem větší než ta pro mřížkovou konstantu. Je nutno také poznamenat, že expanze mřížkové konstanty nutně nemusí odpovídat makroskopické expanzi sypkého materiálu. Například u mědi v práškové formě byla naměřena procentuální chyba kolem 6 %. Kromě rentgenových paprsků se dále používají také neutronové paprsky, které dokážou proniknout hlouběji do vzorku ve srovnání s rentgenovými paprsky, nebo elektronové

paprsky, které dokážou zkoumat teplotní roztažnost v povrchových vrstvách krystalických materiálů [26].

### 3 Praktická část

Pro charakterizaci vlastností kompozitních materiálů jsem zvolil vysokoteplotní dilatometr od německé firmy NETZSCH se sídlem v Selbu. Tato firma má dlouhou historii, založena byla v roce 1873 a specializuje se na výrobu laboratorních a průmyslových zařízení uplatnitelných v široké škále odvětví. Firma nabízí nástroje pro tepelnou analýzu materiálů a stanovení jejich termofyzikálních vlastností nebo požární testery. Dále vyrábí přístroje pro mokré či suché broušení, jakož i pro míchání, rozstříkávání, homogenizaci a třídění, a také různé typy čerpadel a jejich příslušenství.

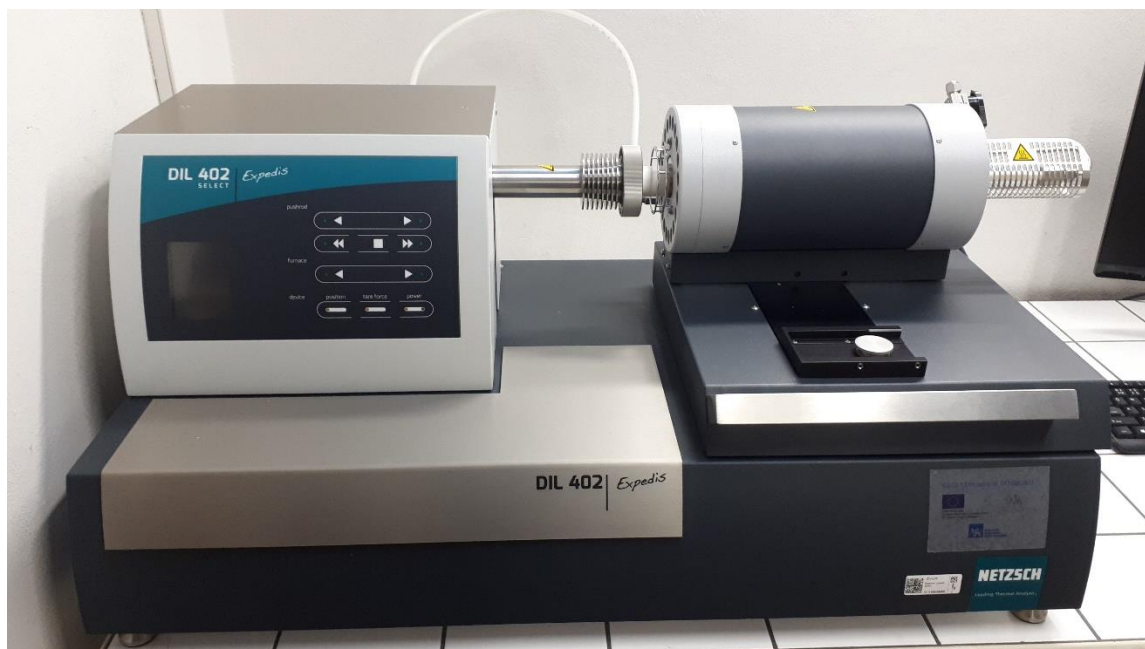
#### 3.1 Vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select

Vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select je horizontální dilatometr s tlačnou tyčí, princip fungování tohoto typu dilatometru byl popsán v kapitole 2.3.1. Přístroj operuje v teplotním rozsahu od  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (podle druhu pece) a má měřicí rozsah  $\pm 10\text{ mm}$  s přesností měření  $1\text{ nm}$ . Zařízení dokáže na vzorek působit přítlačnou silou od  $0,01\text{ N}$  do  $3\text{ N}$  s přesností menší než  $0,001\text{ mN}$ . Měřením tímto konkrétním přístrojem lze zkoumat:

- délkovou teplotní roztažnost,
- koeficient teplotní roztažnosti (CTE),
- teploty fázových přechodů,
- teplotu a kinetiku slinování,
- kroky smrštění,
- teplotu skelného přechodu,
- dilatometrický bod měknutí,
- objemovou roztažnost,
- teplotu rozkladu např. organických poživ,
- kalorimetrické jevy,
- změny hustoty,
- procesy vypalování,
- řízené slinování [33; 34]

### 3.1.1 Design

Přístroj, jak je vidět na *obr. 14*, má kompaktní vzhled. Základová deska tvaru kvádru spočívá na čtyřech podpěrách v každém rohu. Uvnitř základové desky se nachází regulátor plynu a chlazení, a také řídicí a pohonná jednotka (dle konfigurace). Na základové desce v pravé polovině je umístěn ovládací panel s displejem, obsahující termostat a měřící systém „NanoEye“. V levé polovině je umístěna samostatná nebo dvojitá pec (podle konfigurace) na pojízdné plošině. Z boku ovládacího panelu vyčnívá držák vzorku tyčového tvaru, do kterého se umísťuje zkoušený vzorek materiálu. Na zadní stěně základové desky se nachází síťový vypínač přístroje, připojení plynů, připojení chlazení stlačeným vzduchem pomocí vzduchového kompresoru pro chlazení pláště pece, dále se zde nachází samostatný napájecí kabel pro pec a napájecí kabel pro elektroniku, připojení k PC a připojení pro vakuovou pumpu.



*Obr. 14: Vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select*

### 3.1.2 Pec

Pec trubkového tvaru je přidělaná k pohyblivé plošině, to má výhodu, že pec může automaticky a samostatně najíždět na držák vzorku. Tato možnost je ale pouze u typu přístroje Supreme, u typu Select se plošina posouvá pouze manuálně. Rychlost vytápění pece je v rozsahu od 0,001 do 50 K/min a teplotní stabilita je  $\pm 0,02$  K. Pece mohou být vystaveny různými topnými tělesy v závislosti na požadovaném měřicím rozsahu (tab. 2).

Tab. 2: Materiálové rozdělení topných těles a příslušný teplotní rozsah měření

Typ pece / topné těleso	Maximální teplotní rozsah
Měď	-180 °C až 500 °C
Nerezová ocel	-150 °C až 1000 °C
Křemenné sklo (SiO <sub>2</sub> )	PT až 1150 °C
Karbid křemíku (SiC)	PT až 1600 °C

PT... pokojová teplota

Velkou výhodou pece s topným tělesem z karbidu křemíku je možnost rychlého poklesu teploty, tudíž rychlé výměny vzorku. Chlazení zajišťuje vírová trubice, tekutý dusík (N<sub>2</sub>(l)) nebo vzduchový kompresor. Uvnitř pece může být vytvořeno vakuum nebo dle potřeby inertní, oxidační, či redukční atmosféra [33; 34].

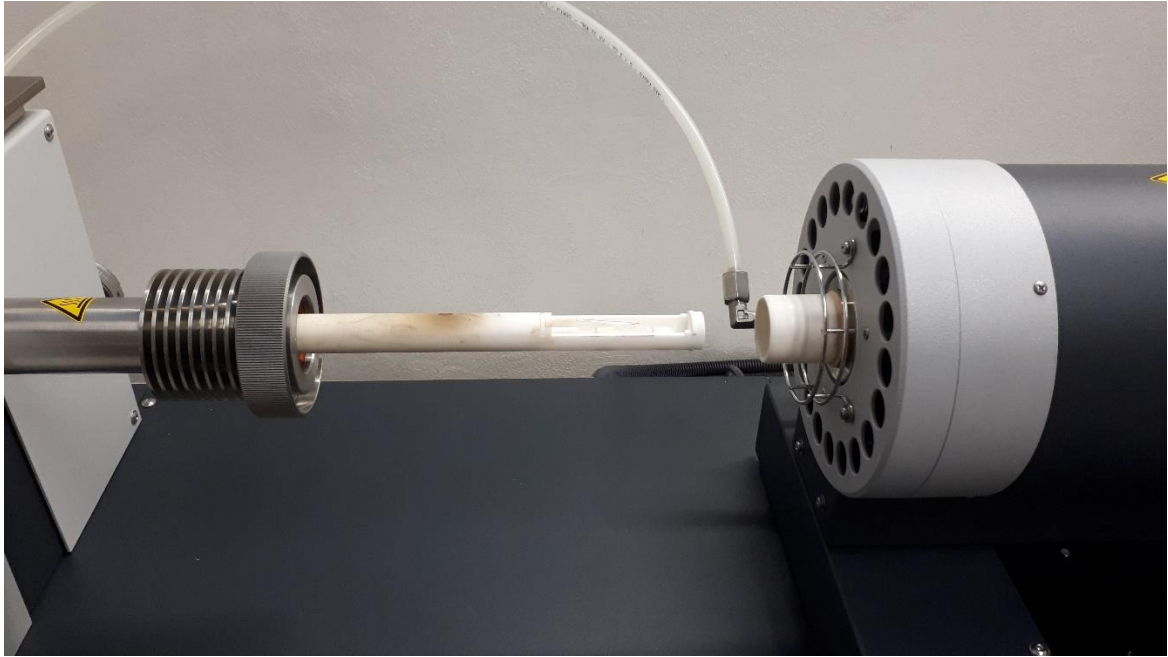
### 3.1.3 Držák vzorku

Držák vzorku (*obr. 15 a 16*) je tyčový komponent dilatometru vybíhající z boku ovládacího panelu, do kterého se umísťuje zkoušený vzorek. Spojení vzorku a měřicího zařízení zajišťuje přítlačnou silou systém samostatné, nebo dvojité tlačné tyče (podle konfigurace), a dokáže automaticky uvést vzorek do správné polohy. Tlačná tyč může na vzorek působit buď konstantní tlačnou silou, která se nastaví při vytváření teplotního programu, nebo lineárně se zvětšující nebo klesající silou (tzv. rampovou). Vzorky materiálů musí mít velikost do 52 mm délky a průměru do 12 mm u sestavy s jednou tlačnou tyčí, nebo do 8 mm u sestavy se dvěma tlačnými tyčemi. Optimálně se však u sestavy s jedním táhlem doporučuje vkládat vzorky do průměru 8 mm a délky podobné jako je délka korekčního korundového standardu (*obr. 17*). V prostoru pro vzorek se nachází polohovatelný termočlánek z platiny snímající teplotu. Držák vzorku pro typ přístroje Select se vyrábí ve dvou materiálových variantách:

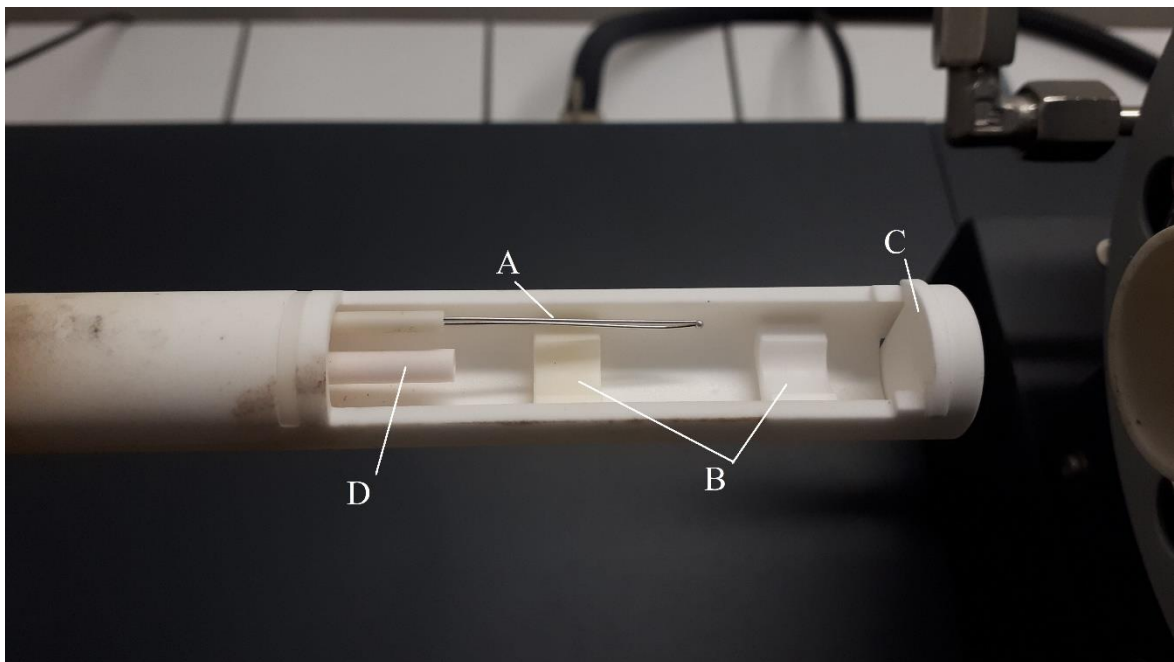
- Korund (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - do teploty 1600 °C,
- Křemenné sklo – do teploty 1100 °C.

Ze stejných materiálů se také vyrábí různé doplňkové komponenty (segmenty termočlánek, podložky pod vzorek různé velikosti, zarážky vzorku, kontejnery pro práškové nebo tekuté vzorky, separační terče a další). K držáku se také dá připojit proplachový plyn, nejčastěji dusík nebo argon, sloužící k zabránění usazování odpařeného materiálu ze vzorku, který může způsobovat poškození nebo korozi komponentů uvnitř přístroje [34; 33; 35].

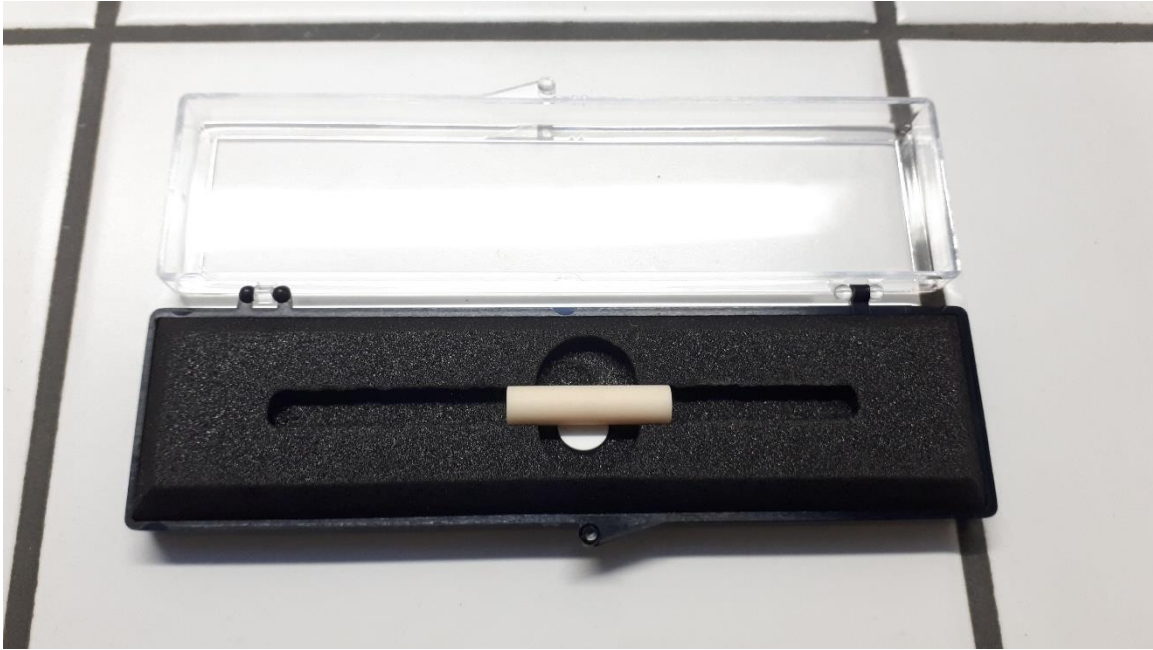




*Obr. 15: Korundový držák vzorku*



*Obr. 16: Detailní záběr prostoru pro vzorek:  
(A) termočlánek, (B) podložky, (C) zarážka, (D) tlačná tyč*



*Obr. 17: Korekční korunkový standard*

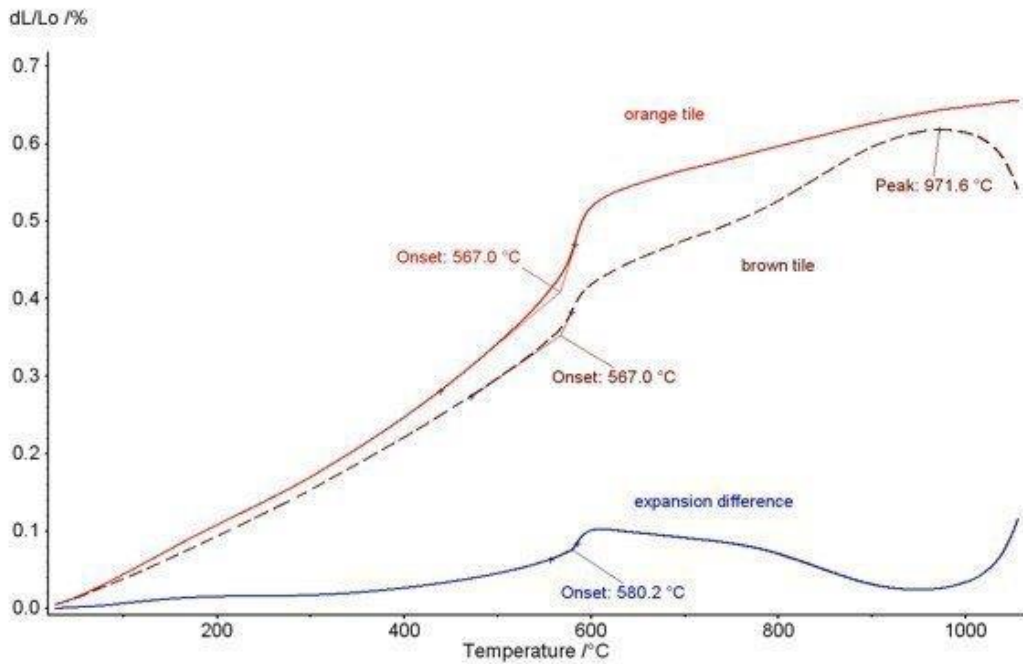
### **3.1.4 Měřicí systém (NanoEye)**

Měřicí systém tzv. „NanoEye“ se skládá z optického laserového snímače (snímající pohyb optické dráhy), siloměru a aktuátoru (akční člen). Ten společně se siloměrem hlídá, jak se vzorek roztahuje a tzv. „před vzorkem utíká“, aby byla zajištěna správná konstantní přítlačná síla táhla na vzorek.

## **3.2 Příklady použití vysokoteplotního dilatometru DIL 402 Expedis Select**

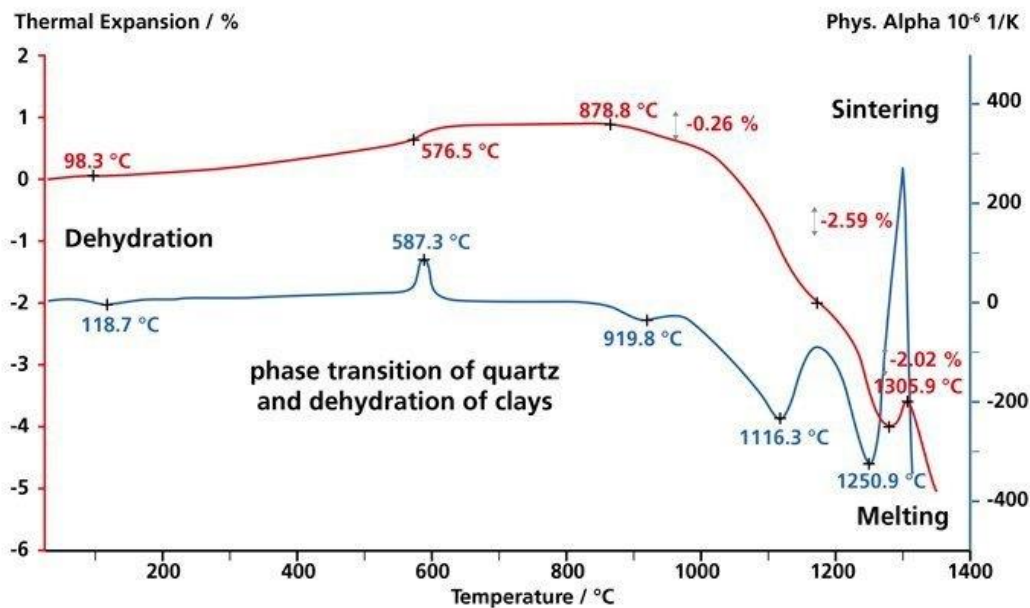
### **3.2.1 Teplotní roztažnost**

Hlavní využití nachází vysokoteplotní dilatometr při zkoumání teplotní roztažnosti materiálů. V prvním příkladu na *obr. 18* jsou v teplotním programu současně zahřívány rychlostí 3 K/min dvě barevné keramické dlaždice s rozdílným obsahem křemene (oranžová a hnědá), proto vykazují významné rozdíly v roztažnosti nad teplotou 567 °C. Tento rozdíl je graficky znázorněn modrou křivkou pomocí softwaru Proteus [36].



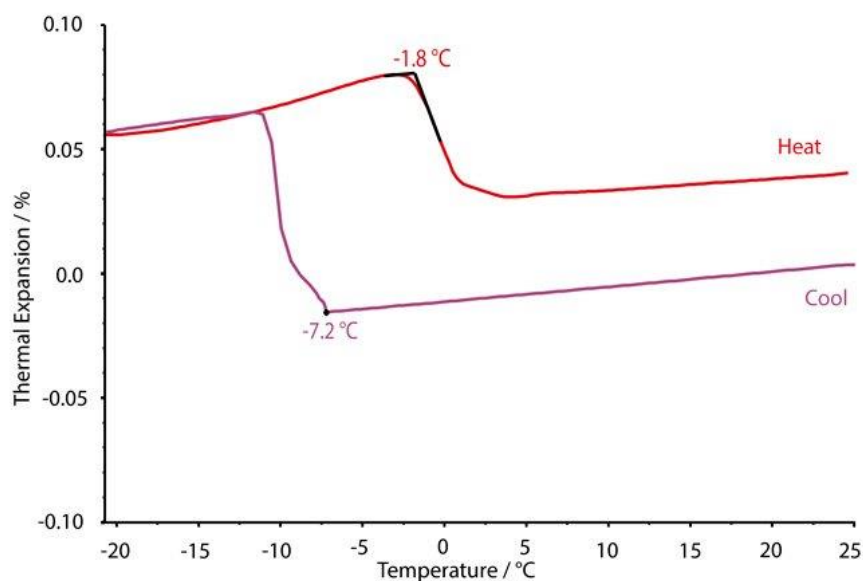
Obr. 18: Teplotní roztažnost dvou barevných keramických dlaždic [36]

Na dalším příkladu (obr. 19) je znázorněn průběh teplotní roztažnosti cihlářského jílu (červená křivka) a průběh koeficientu teplotní roztažnosti (modrá křivka), na které jsou pozorovatelné píky způsobené fyzikálními a chemickými změnami materiálu. Při teplotě 587  $^{\circ}C$  je vidět pík odpovídající fázové změně křemíku a dehydratace jílu. U teplot nad 800  $^{\circ}C$  začíná slinovací proces, během kterého lze pozorovat změny způsobené natavováním povrchu částic a jejich spojováním pomocí krčků, což má za následek snížení pórovitosti a smrštění materiálu [37].



Obr. 19: Graf průběhu teplotní roztažnosti a koeficientu teplotní roztažnosti cihlářského jílu [37]

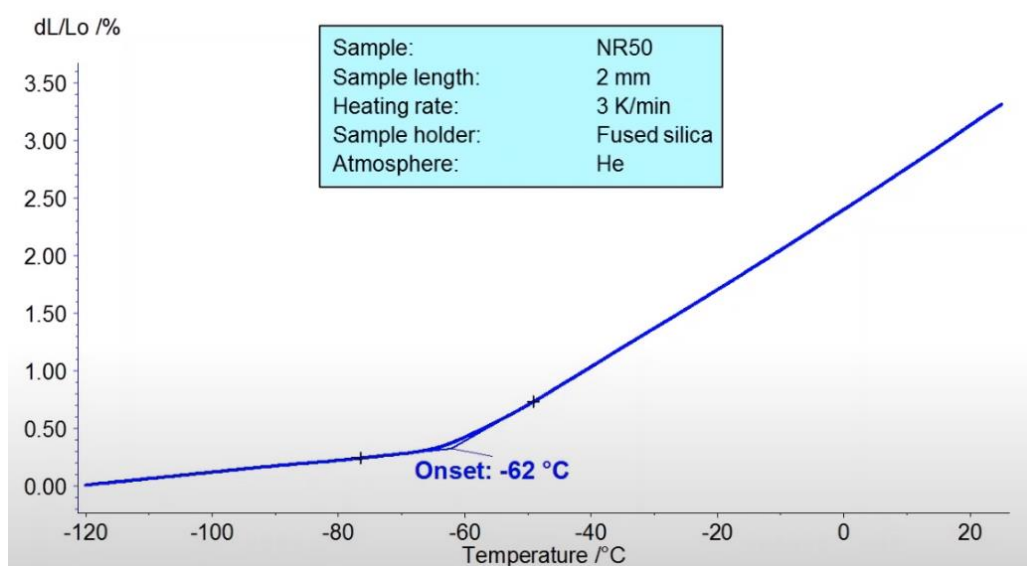
Na třetím příkladu (obr. 20) je znázorněn průběh měření vypálené střešní keramické tašky, která byla vystavena vodě po dobu 24 hodin a poté byla testována teplotním programem při teplotách od -20 °C do 25 °C. Při ochlazování voda obsažená v pórech keramické tašky začala při -7 °C mrznout, a způsobila tak prodloužení vzorku téměř o 0,08 %. Během opětovného zahřívání led začal tát při teplotě -2 °C, což způsobilo zpětné smrštění vzorku. Výsledkem měření bylo, že zmrznutí vody v pórech vyvolalo nevratné přetvoření, které má neblahý efekt na celkovou živostnost střešní tašky [38].



Obr. 20: Graf průběhu teplotní roztažnosti keramické střešní tašky [38]

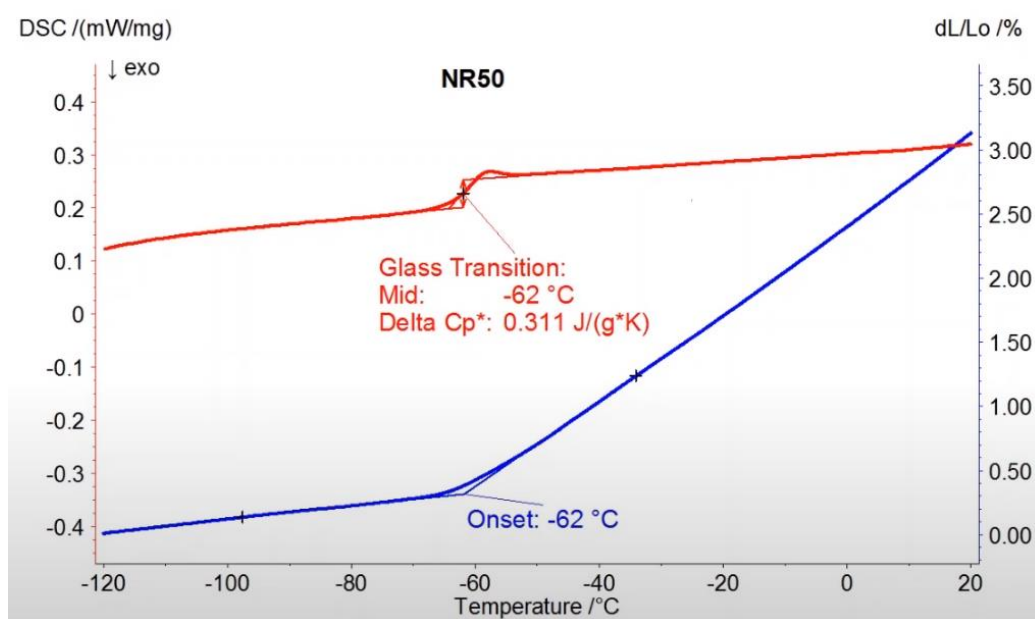
### 3.2.2 Teploty fázových přechodů

Další využití nachází dilatometrické měření při sledování fázových přeměn. Na obr. 21 je pro ukázkou znázorněn průběh měření vzorku z přírodního kaučuku, který byl měřen v teplotním rozmezí od -120 °C po pokojovou teplotou. Modře je znázorněna expanzní křivka, kde je změnou sklonu expanze, při teplotě -62 °C, zřetelný fázový přechod z tvrdého a křehkého stavu do stavu měkkého nebo gumového.



Obr. 21: Expanzní křivka přírodního kaučuku [39]

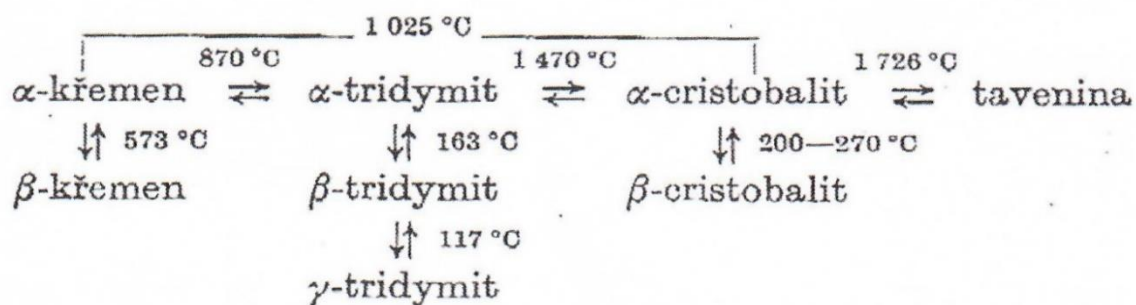
Tento jev se také nazývá skelný přechod (přechod ze skelné fáze amorfní do fáze kaučukovité), který se detekuje metodou DSC (diferenciální skenovací kalorimetrií), jenž je znázorněna červenou křivkou na *obr. 22*.



*Obr. 22: Skelný přechod přírodního kaučuku [39]*

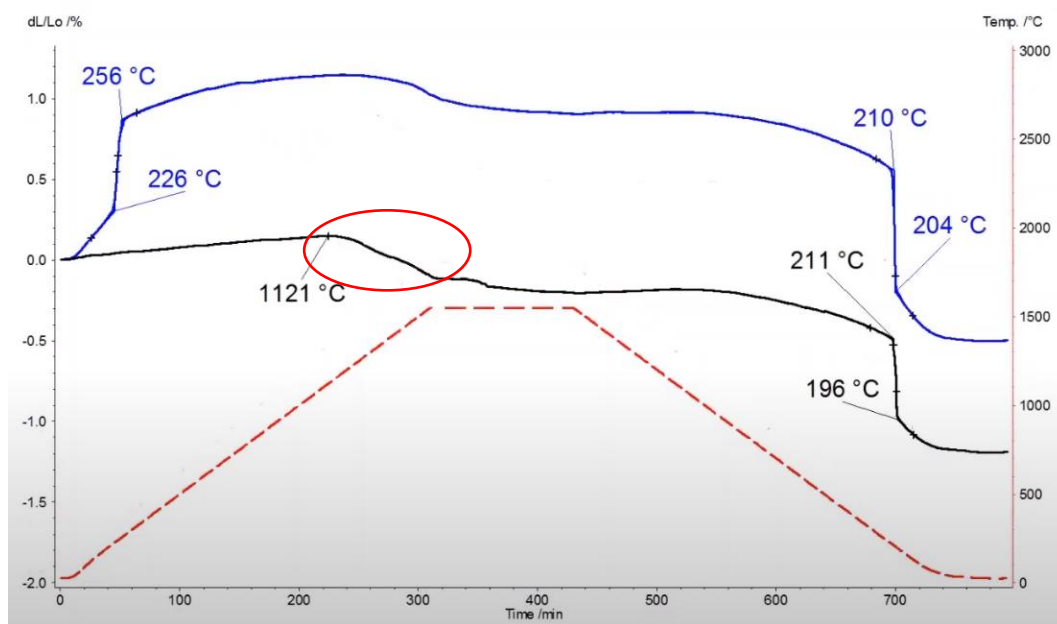
Zde jsou oba dva výsledky velmi podobné, ale u ostatních materiálů se můžou mírně lišit. Proto se aplikují dvě rozdílné techniky. Technika DSC, která zobrazuje kalorimetrické jevy uvnitř vzorku a dilatometrické měření (DIL), které aplikuje zatížení na vzorek a měří jeho mechanické vlastnosti.

Dalším příkladem je fázový přechod materiálu, v tomto případě křemene ( $\text{SiO}_2$ ). Na *obr. 24* je černá křivka, ukazující průběh teplotní roztažnosti a teplotní křivka znázorněná červeně. Ta říká, že vzorek byl konstantně ohřátý na určitou teplotu, kterou byl vystaven po danou dobu a následně zase postupně schlazen na pokojovou teplotu. Expanze dosáhla maxima při 1121 °C, a poté se vzorek začal smršťovat.



*Obr. 23: Přeměny čistého  $\text{SiO}_2$  [40]*

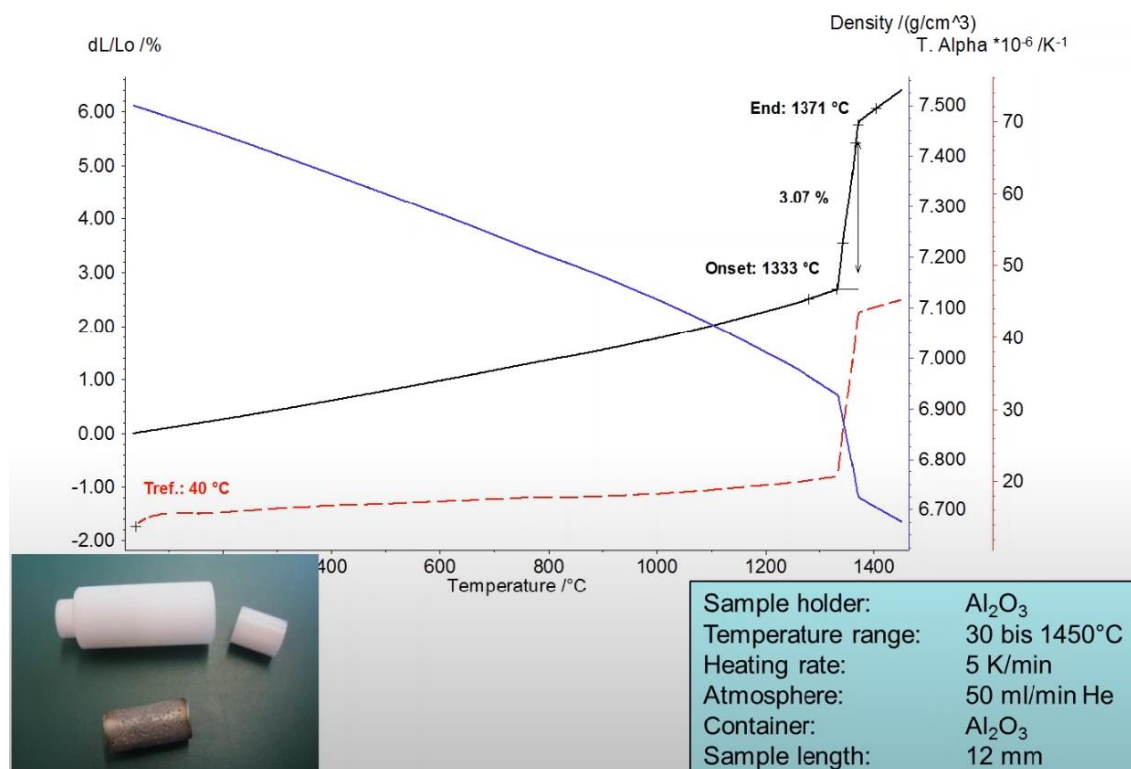
To bylo způsobeno fázovým přechodem a vzniku alfa-cristobalitu (oblast označená červeně). Dále teplota postupně klesala až k 211 °C, kde došlo k dalšímu fázovému přechodu z alfa-cristobalitu na beta-cristobalit. Při opakovaném zahřátí vzorku se podobný skok průběhu teplotní roztažnosti (modrá křivka) projeví na začátku měření a na konci tohoto skoku opět dojde k fázovému přechodu zpět z beta-cristobalitu na alfa-cristobalit. Tyto skutečnosti jsou patrné z *obr. 23*, kde jsou zobrazeny teploty přeměn čistého SiO<sub>2</sub>. Z *obr. 24* je však jasné, že teplota v grafu přímo nekoresponduje s teplotou přeměny čistého SiO<sub>2</sub>, to mohlo být způsobeno obsahem nečistot ve vzorku [39].



*Obr. 24: Graf průběhu teplotní roztažnosti SiO<sub>2</sub> [39]*

### 3.2.3 Změny hustoty

Dalším příkladem využití dilatometrického měření může být stanovení změny hustoty vzorku s měnící se teplotou. V grafu na *obr. 25* probíhá měření na vzorku litiny, která se vložila do zkušební trubkové nádoby, uzavřené dvěma válečky z každé strany. Červená křivka zobrazuje průběh koeficientu teplotní roztažnosti a černá křivka průběh expanze vzorku, na té jsou vidět dvě fázové změny. První změna je při 1333 °C, kdy dochází k přechodu z pevné fáze do kašovitě a druhá změna je při 1371 °C, při níž dochází ke změně z kašovitě fáze na fázi tekutou. Použitím obou dat, lze vypočítat hustotu materiálu, která je znázorněna modrou křivkou, avšak za předpokladu, že zkoušený materiál má izotropní vlastnosti a nedochází ke ztrátám hmoty při tepelném rozkladu. Výsledky měření mohou být použity např. pro optimalizaci procesů lití kovů [39].

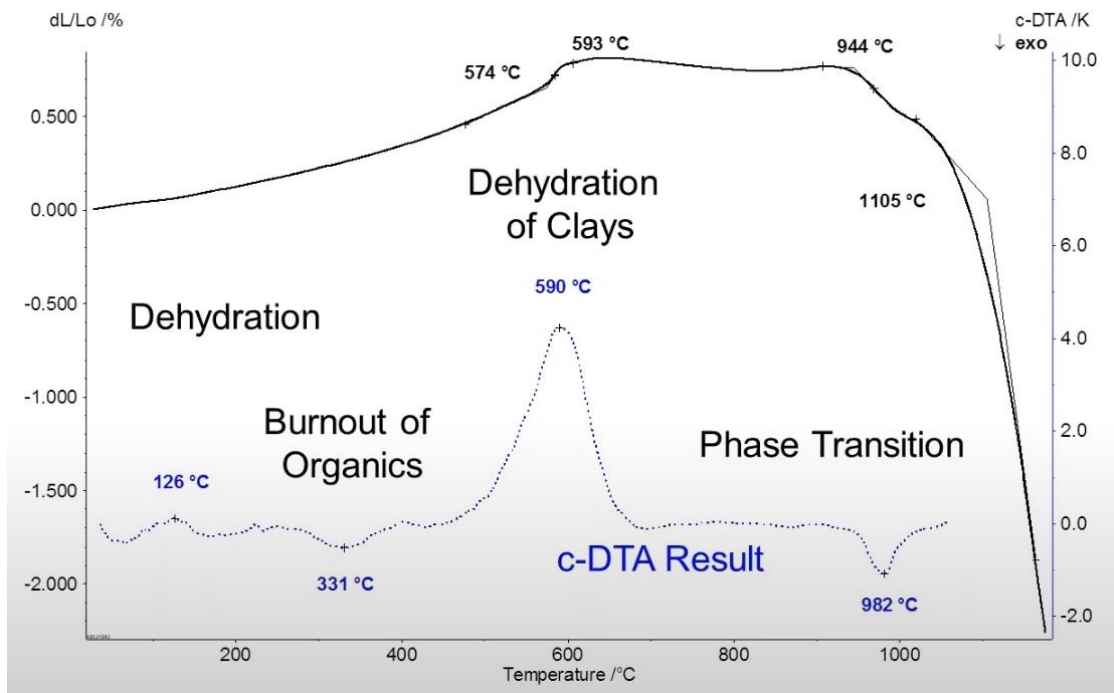


Obr. 25: Graf změny hustoty litiny, teplotní roztažnosti a teplotní křivky s obrázkem vzorku litiny a kontejneru pro vzorek [39]

### 3.2.4 Kalorimetrické jevy

Kalorimetrické jevy měří přístroj pomocí softwarového nástroje, který se nazývá c-DTA, což znamená vypočítaná diferenční termická analýza. Ta slouží k detekci endodermálních, či exodermálních jevů uvnitř vzorku, nebo může být využita při kalibraci teploty. Na obr. 26 je příklad měření slinování vzorku jílu s c-DTA vyhodnocením. Černá křivka představuje průběh teplotní roztažnosti a modrá c-DTA křivku. Jak je vidět na modré křivce, c-DTA senzor detekoval endotermické jevy uvnitř vzorku. Na začátku křivky je patrný malý endotermický vrchol, způsobený dehydratací volné a vázané vody. Dále je znázorněn exotermický pík při 331 °C, kde došlo k vyhoření organických látek, pak je vidět vysoký endotermický pík při 590 °C, způsobený dehydratací jílu, a na konci křivky se nachází další výrazný exotermický pík při 982 °C, způsobený fázovým přechodem. Ačkoli se v grafu objevuje křivka teplotní roztažnosti (dilatační), kalorimetrické jevy zvýrazněné c-DTA křivkou jsou vypočítány pomocí teplotní křivky, která není v grafu znázorněná. [39].

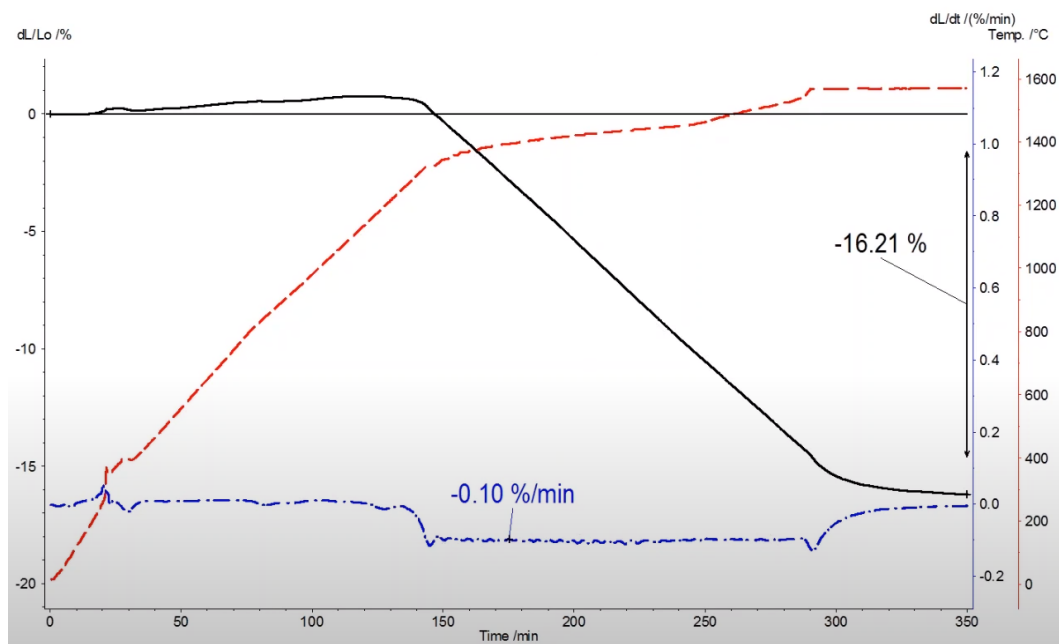




Obr. 26: Graf teplotní roztažnosti jílu s c-DTA vyhodnocením [39]

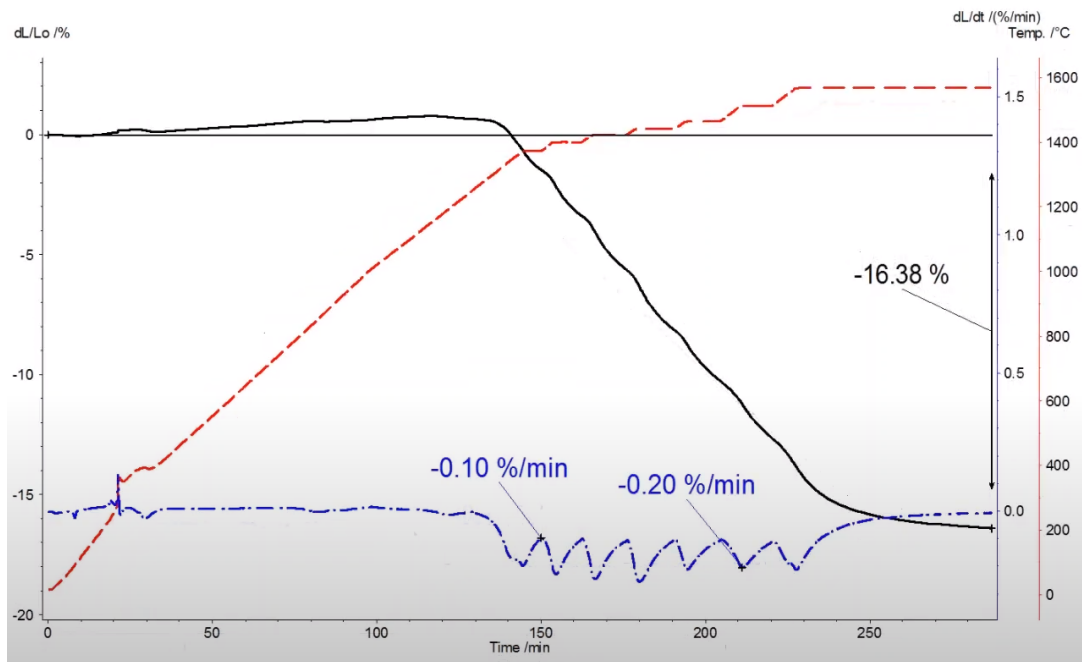
### 3.2.5 Kinetika slinování

Obvykle se měření slinování vzorku provádí s konstantní rychlostí zahřívání. Avšak součástí tohoto dilatometru je i speciální program řízeného slinování (RCS), který slouží k úpravě teplotního programu tak, aby byla udržována stálá rychlost slinování vzorku, jak je vidět na obr. 27.



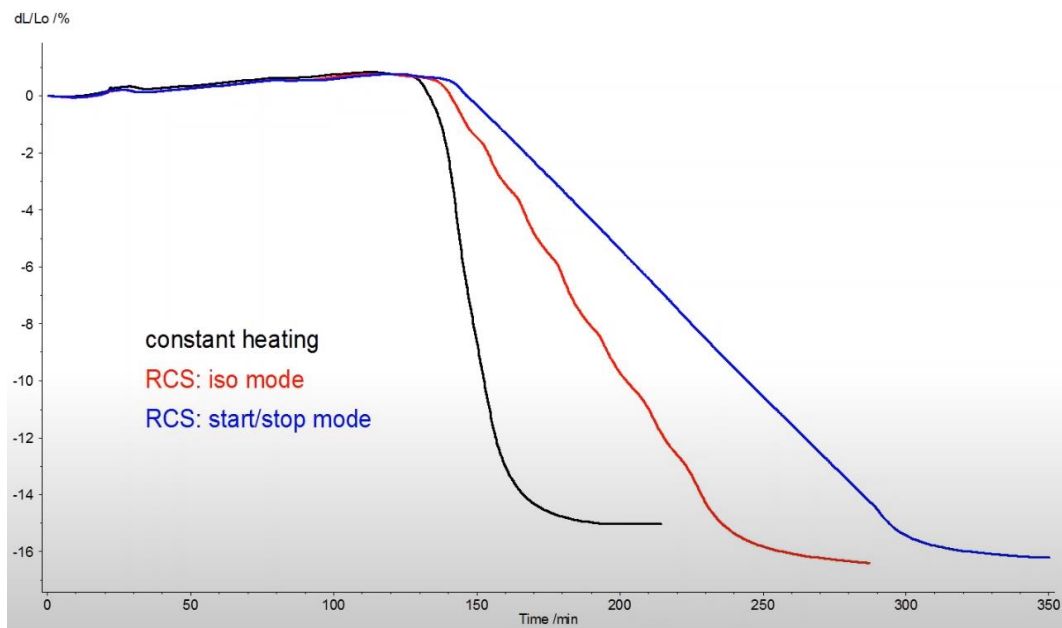
Obr. 27: Proces slinování při módu Start/Stop [39]

Tento mód RCS se nazývá Start/Stop. Dalším módem, který je k dispozici, je ISO mód, který cyklicky střídá rychlost slinování mezi dvěma hodnotami, v případě grafu na obr. 28 se rychlost pohybuje mezi -0,1 až -0,2 %/min.



Obr. 28: Proces slinování při módu ISO [39]

Porovnáním konstantního ohřívání, ISO módu a Start/Stop módu zjistíme velké rozdíly v době trvání měření (obr. 29).



Obr. 29: Porovnání procesu slinování během konstantního zahřívání, při ISO módu a Start/Stop módu [39]

Hlavním cílem RCS programů je najít optimální teplotu slinování nebo teplotní program, který zajistí kvalitní zhutnění materiálu, ale také úsporu času při výpalu, čímž se výrazně ušetří náklady na energii. V tomto případě ISO mód poskytuje vyšší zhutnění vzorku a šetří čas ve srovnání s módem Start/Stop [39].

### 3.3 Měřený vzorek

#### 3.3.1 Dihydrát síranu vápenatého ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

Vzorek dihydrátu síranu vápenatého (*obr. 30*), byl připraven smícháním sádry a vody. Sádra se řadí mezi vzdušná pojiva, tj. pojiva, u kterých dochází k vytvrzení pouze na vzduchu. Je to anorganické práškové pojivo, které se získává tepelným zpracováním (částečnou nebo úplnou dehydratací) přírodního nebo umělého sádrovce ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). V přírodě se sádrovec také objevuje jako bezvodá forma síranu vápenatého tzv. anhydrit ( $\text{CaSO}_4$ ) [41].

Ve stavebnictví se sádra využívá např. pro výrobu sádrokartonových, či sádrovláknitých desek, sádrových omítek, nebo anhydritových samonivelačních podlah.



*Obr. 30: Vzorek sádrovce*

### 3.3.2 Hořčnatý cement (MOC)

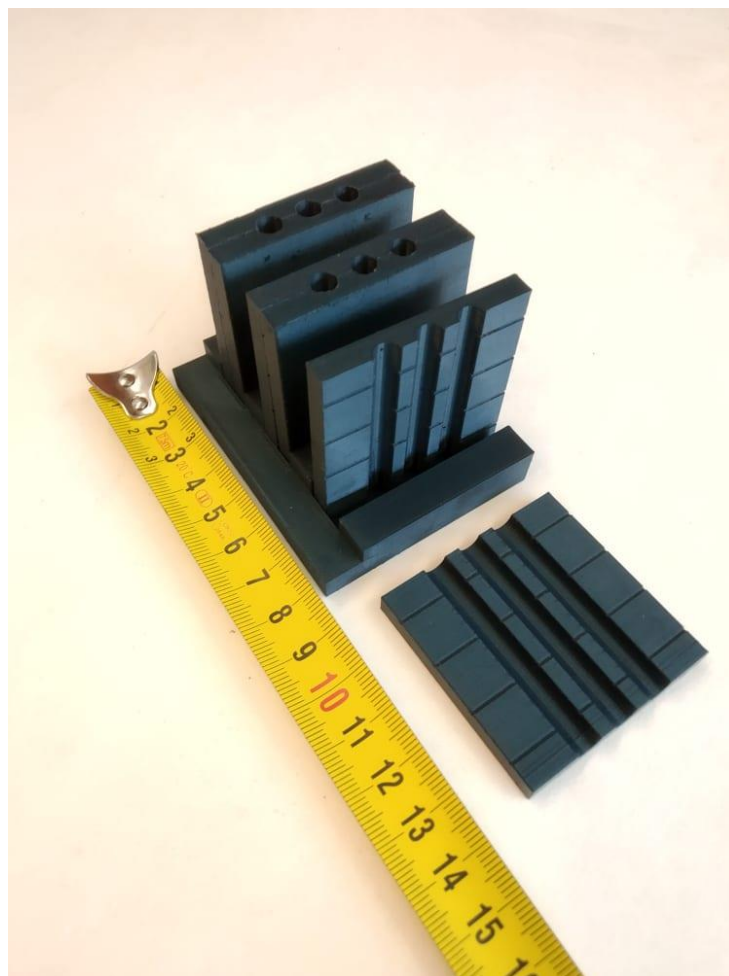
Hořčnatý cement (*obr. 31*) poprvé představil Sorel v roce 1867, jedná se o vzdušné pojivo s velkou pojivovou schopností. Přípravuje se smícháním roztoku chloridu hořčnatého a páleného oxidu hořčnatého. Pojivem je pak za normálních podmínek sloučenina  $\text{MgO-MgCl}_2\text{-H}_2\text{O}$  s hlavními krystalickými složkami označovanými jako fáze 3 ( $3\text{Mg}(\text{OH})_2\cdot\text{MgCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) a fáze 5 ( $5\text{Mg}(\text{OH})_2\cdot\text{MgCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) [42]. Jehličkovitá struktura těchto fází má za následek vysoké hodnoty mechanických parametrů [43]. Na vzduchu probíhá při vytvrzování karbonatační reakce a vznikají sloučeniny  $[\text{Mg}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})\text{Cl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  a  $[\text{Mg}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$  [44].



*Obr. 31: Vzorek MOC*

### 3.4 Příprava vzorků

Vzorky dihydrátu síranu vápenatého a oxichloridu hořčnatého byly vyrobeny podle dané receptury a odlity do připravených forem (*obr. 32*). Stáří vzorků při měření bylo půl roku, s tím že oba byly vytvrzené a MOC částečně zkarbonatované. Koncové plochy vzorků byli seříznuty a obroušeny, aby byly sobě rovnoběžné.



*Obr. 32: Formy pro odlévání vzorků materiálu*

### **3.5 Postup měření**

Před zahájením měření samotného vzorku je nutné nastavit teplotní program, kterým se měřící proces bude řídit, tzn.:

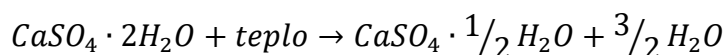
- nastavení tepelného rozsahu teplotního programu,
- nastavení rychlosti ohřevu,
- nastavení velikosti přitlačné síly.

Dále tímto nastaveným programem je nutné provést korekční měření na korekčním standardu (v tomto případě korundu od firmy NETZSCH) a následně po provedení korekčního měření lze stejným teplotním programem provést i měření vzorku materiálu.

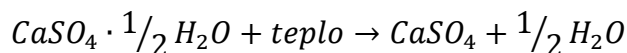
## 4 Výsledky a diskuse

### 4.1 Dihydrát síranu vápenatého (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)

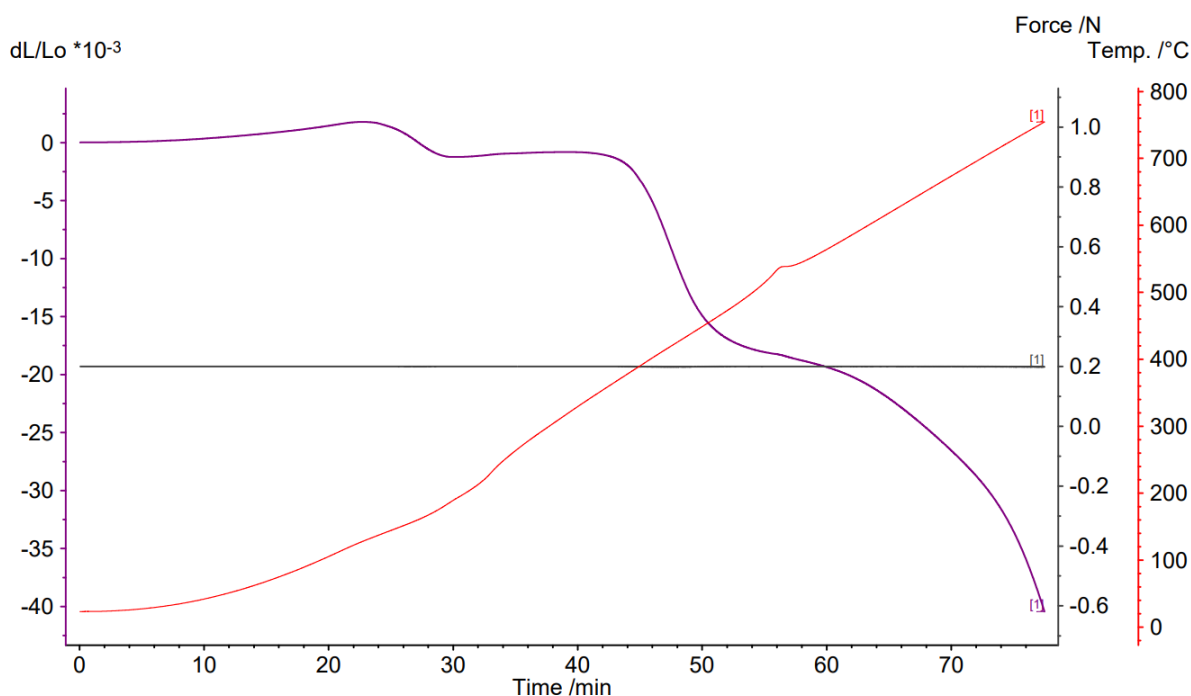
Pro vzorek umělého sádrovce byl nastaven teplotní rozsah od 25 °C do 800 °C s teplotním nárustem 10 K/min a přítlačnou silou 0,2 N. Vzorek měl původní délku 49,35 mm a na konci měření se zmenšil na konečnou délku 35,25 mm. Průběh křivek dilatometrické analýzy ohřívaného vzorku je zobrazen v grafu na *obr. 33*. Červenou křivkou je znázorněn průběh teploty v teplotním programu a fialovou křivkou průběh teplotní roztažnosti. První výrazný jev od počátku zahřívání probíhá mezi teplotami cca 120-320 °C. Dochází tu k pozvolnému rozpínání a rychlému smrštění, což bylo zapříčiněno dehydratací sádrovce, tvorbou hemihydrátu síranu vápenatého neboli sádry a uvolnění 1 a ½ molekuly vody dle rovnice:



Dalším termickým jevem, probíhajícím od cca 500 °C po 550 °C, je opět pozvolné rozpínání a rychlé smrštění vzorku z důvodu úplné dehydratace síranu vápenatého za tvorby tzv. anhydritu dle rovnice:



Postupně dochází ke smrštění vzorku až do teploty 760 °C, kdy bylo měření ukončeno. Vzorek byl opatrně změřen a vyndán z trubice, nicméně byl velice křehký a rozpadl se na několik kusů.

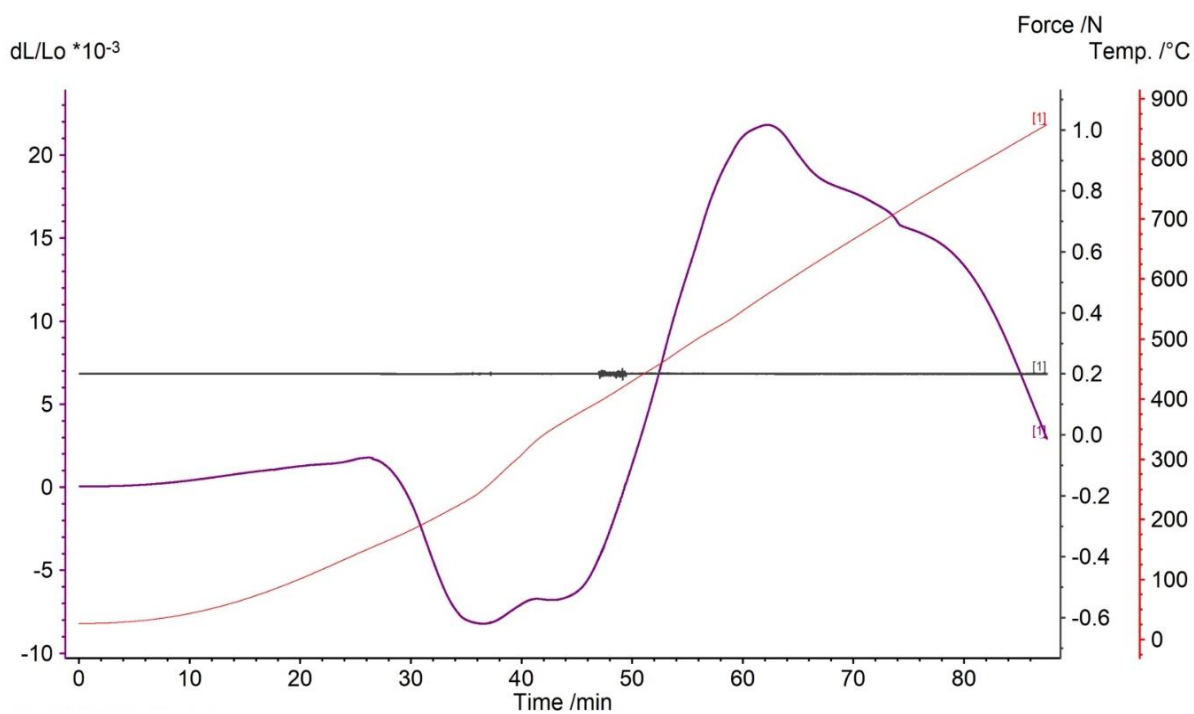


Obr. 33: Graf průběhu teplotní roztažnosti sádrovce

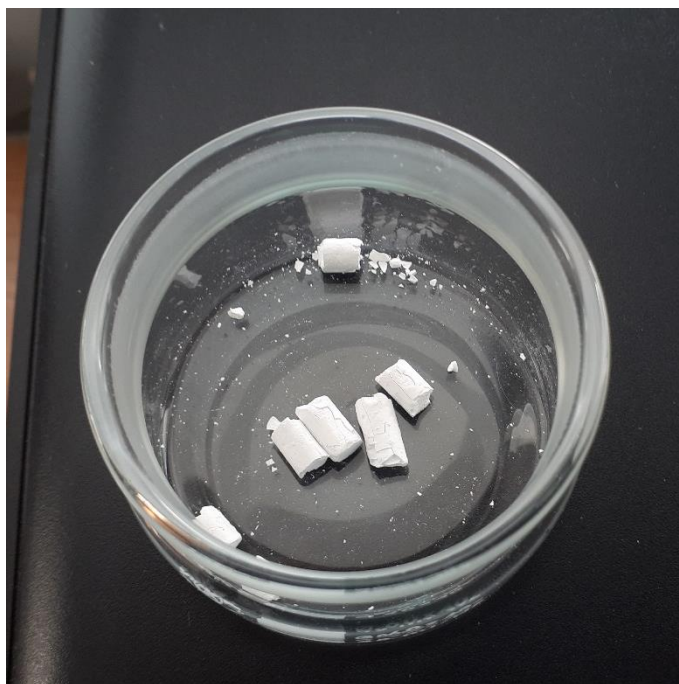
## 4.2 Hořčnatý cement (MOC)

Na obr. 34 je vidět dilatometrická křivka hořčnatého pojiva. Jednotlivé změny odpovídají teplotám, při kterých se rozkládají nebo mění jednotlivé sloučeniny. První skok na dilatometrické křivce je vidět v teplotním rozmezí od 80–180 °C s vrcholem kolem 160 °C, kdy dochází k postupnému úniku fyzikálně a následně i šesti molekul chemicky vázané krystalové vody ve struktuře MOC. Nad 200 °C nastává uvolnění zbývajících dvou molekul chemicky vázané krystalové vody, maximum křivky se nachází kolem 230°C. Nastává rekonstrukce struktury, vrchol v rozmezí 320–340 °C, s následným uvolněním dalších dvou molekul vody, tentokrát z hydroxylové skupiny ve struktuře MOC. Následuje rozklad sloučenin za vzniku hydroxidu-chloridu hořčnatého s uvolněním oxidu a hydroxidu hořčnatého a vodní páry. Postupně dochází k rekonstrukci a rozkladu pevné krystalické struktury materiálu a uvolnění vody, oxidu uhličitého a kyseliny chlorovodíkové ve formě par. Pozorujeme nárůst na dilatometrické křivce, který je ukončen zlomem s vrcholem při 580 °C, kdy dochází k rozpadu pevné krystalické struktury materiálu na oxid hořčnatý [42; 43; 44].

Měření bylo ukončeno při 800 °C. Vzorek byl opatrně změřen a vyndán z trubice, opět byl velice křehký a rozpadl se na několik kusů (obr. 35).



*Obr. 34: Graf průběhu teplotní roztažnosti hořčnatého cementu*



*Obr. 35: Rozpad MOC na oxid hořčnatý*



## 5 Závěr

Cílem této práce bylo vypracovat rešerši na téma využití vysokoteplotní dilatometrie vy výzkumu a vývoji kompozitních materiálů, vysvětlit princip dilatometrie a vypracovat metodiku měření vysokoteplotním dilatometrem. Praktická část byla zaměřena na sledování chování vybraných materiálů za vysokých teplot.

Vybranými materiály byla pojiva, konkrétně sádra a hořecnatý cement, z nichž byly vyrobeny vzorky odlitím do forem. Po zatvrdnutí byly vzorky testovány pomocí vysokoteplotní dilatometrie. Měření bylo prováděno v atmosféře okolí v teplotním rozsahu 25–800 °C s plynulým nárůstem teploty 10 °C/min. Teplota 800 °C byla zvolena proto, aby nedošlo k rozpadu vzorku uvnitř pece. I přes opatrnou manipulaci se vzorky po vyndání z držáku rozpadly.

Samotná práce s vysokoteplotním dilatometrem není náročná, aly vyžaduje pečlivost a opatrnost při manipulaci s pecí. V uživatelsky přívětivém prostředí softwaru dilatometru se rychle nastaví požadovaný teplotní program, rychlost ohřevu, přitlačná síla a další podmínky, které software nabízí. Zdlouhavější je samotné měření při zvoleném teplotním programu. Probíhá většinou několik hodin a zpravidla je nutné provést ještě před vlastním měřením kalibraci a korekci přístroje. Velmi náročná je příprava vzorku, protože pro správné výsledky měření je nutné zajistit, aby se ve vzorku nenacházely žádné kaverny a aby koncové plochy vzorku byly navzájem rovnoběžné. Nedodržení těchto zásad může vést k chybným výsledkům měření.

Vysokoteplotní dilatometrie nachází uplatnění v řadě technických a průmyslových oborů. Nejčastěji se využívá ve sklářském průmyslu při výrobě skla a dalších výrobků ze sklářského křemene, keramickém průmyslu pro zkoumání a optimalizování slinovacích procesů při vypalování keramiky nebo glazury a hutnickém průmyslu pro optimalizaci procesů lití kovů. Testování kompozitních materiálů využívaných ve stavebnictví pomocí vysokoteplotního dilatometru umožňuje sledovat děje, probíhající za vysokých teplot, které jsou spojené s objemovými (déлковými) změnami. Výsledky měření pak nám dávají představu, jak se budou chovat výrobky z těchto materiálů např. během požáru. Ze získaných výsledků je možné charakterizovat požární odolnost stavebních materiálů, a také navrhovat stavební konstrukce tak, aby předpokládané objemové nebo délkové změny nezapříčinili poškození konstrukce.

## 6 Literatura

- [1] Thermal expansion. *Encyclopædia Britannica* [online]. Chicago: Encyclopædia Britannica, inc., 2017 [cit. 2020-03-29]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/thermal-expansion>
- [2] ŠEDIVÝ, Přemysl. *Teplotní závislost fyzikálních veličin* [online]. b.r. [cit. 2020-03-29]. Dostupné z: <http://fyzikalniolympiada.cz/texty/teplota.pdf>
- [3] HORÁK, Zdeněk a František KRUPKA. *Fyzika: Příručka pro vysoké školy technického směru*. 2. přeprac. vyd. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1976. ISBN 2660582807.
- [4] DEMO, Pavel. *Fyzika*. 2. vydání. V Praze: České vysoké učení technické, 2015. ISBN 978-80-01-05759-9.
- [5] BAKER, Maxwell Clifford. *Thermal and moisture deformations in building materials*. NATIONAL RESEARCH COUNCIL OF CANADA OTTAWA (ONTARIO) DIV OF BUILDING RESEARCH, 1964.
- [6] NOVÁK, DRAHOMÍR a DrSc Ing LUDĚK BRDEČKO. *Pružnost a pevnost*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta stavební, 2004.
- [7] ILSENG, Arne, Bjørn H SKALLERUD a Arild H CLAUSEN. An experimental and numerical study on the volume change of particle-filled elastomers in various loading modes. *Mechanics of Materials*. Elsevier, 2017, **106**, 44-57. ISSN 0167-6636.
- [8] ADDIEGO, Frederic, Abdesselam DAHOUN, Christian G'SELL a Jean-Marie HIVER. Characterization of volume strain at large deformation under uniaxial tension in high-density polyethylene. *Polymer*. Elsevier, 2006, **47**(12), 4387-4399. ISSN 0032-3861.
- [9] 2\_Materiály a diagramy. *Vysoké učení technické v Brně: fakulta stavební* [online]. Brno: VUT v Brně, 2020 [cit. 2020-03-27]. Dostupné z: [https://www.fce.vutbr.cz/bzk/simunek.p/prvky/02\\_cv1\\_materi%C3%A1ly\\_diagramy.pdf](https://www.fce.vutbr.cz/bzk/simunek.p/prvky/02_cv1_materi%C3%A1ly_diagramy.pdf)
- [10] ROVNANÍKOVÁ, Pavla, Pavel ROVNANÍK a Jitka MALÁ. *Stavební chemie*. Vyd. 1. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2014. Studijní opory pro studijní programy s kombinovanou formou studia. ISBN 978-80-7204-902-8.

- [11] DAVID DARWIN, JOANN BROWNING, LIEN GONG, and Sean R. Hughes. Effects of Deicers on Concrete Deterioration. *ACI Materials Journal*. 2008, **105**(6). DOI: 10.14359/20204.
- [12] ROMER, M, L HOLZER a M PFIFFNER. Swiss tunnel structures: concrete damage by formation of thaumasite: concrete damage by formation of thaumasite. *Cement and Concrete Composites*. Elsevier, 2003, **25**(8), 1111-1117. ISSN 0958-9465.
- [13] JONAITIS, B, G MARČIUKAITIS a J VALIVONIS. Analysis of the mechanics of carbamide induced destruction of concrete and ceramic bricks. *Construction and Building Materials*. Elsevier, 2013, **48**, 917-924. ISSN 0950-0618.
- [14] JIŘIČKOVÁ, Milena, Zbyšek PAVLÍK a Jiří HOŠEK. *Materiálové inženýrství I. 2.,* přeprac. vyd. V Praze: České vysoké učení technické, 2011. ISBN 978-800-1049-327.
- [15] ŠČUČKA, Jiří a Petr MARTINEC. *Stavební hmoty I: Beton* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2020-03-27]. Dostupné z: [http://homel.vsb.cz/~khe0007/Predmety/Stavebni\\_hmoty\\_II/Scucka\\_Martinec-SH1-Betony.pdf](http://homel.vsb.cz/~khe0007/Predmety/Stavebni_hmoty_II/Scucka_Martinec-SH1-Betony.pdf)
- [16] KUKLÍK, Petr. *Dřevěné konstrukce*. 1. vyd. Praha: Informační centrum ČKAIT, 2005. ISBN 9788086769721.
- [17] TŮMA, Petr a Jiří DOHNÁLEK. Smršťování betonu, platné normy a betonové podlahy. *Tzb-info* [online]. Praha: topinfo s.r.o., c2001-2020 [cit. 2020-03-27]. Dostupné z: <https://stavba.tzb-info.cz/podlahy-pricky-povrchy/6479-smrstovani-betonu-platne-normy-a-betonove-podlahy>
- [18] Bentonitový hydroizolační systém. *Tvstav.cz* [online]. Zlín: Stavební portál TVstav.cz, c2010-2020 [cit. 2020-03-27]. Dostupné z: <https://tvstav.cz/clanek/2052-dual-sealr>
- [19] KRÄTSMAR-ŠMOGROVIČ, Juraj. Izolace spodních staveb – použití bentonitových izolačních systémů. *Izolace* [online]. Praha: izolace.cz, c2000-2019 [cit. 2020-03-27]. Dostupné z: <https://www.isolace.cz/clanky/izolace-spodnich-staveb-pouziti-bentonitovych-izolacnich-systemu/>
- [20] BROŽ, Jaromír. *Základy fyzikálních měření*. 1. vyd. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1967.
- [21] HORÁK, Zdeněk. *Praktická fyzika*. 3. přeprac. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1958.

- [22] KEESOM, Wilhelmus Hendrikus a Dobieslaw W DOBORZYŃSKI. Measurements by the interferometric method on the thermal expansion of Jena glass 2954III down to 4° K. *Physica*. Elsevier, 1934, **1**(7-12), 1089-1102. ISSN 0031-8914.
- [23] *ASTM E289-04, Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Rigid Solids with Interferometry*. ASTM International: West Conshohocken, 2004. DOI: 10.1520/E0289-04. Dostupné také z: [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [24] *Dilatometry* [online]. Selb: NETZSCH, b.r. [cit. 2020-03-11]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-academy.com/en/advanced-materials-testing/methods/dilatometry/>
- [25] *Dilatometry & Thermal Expansion (CTE) Testing Services* [online]. Fredericton: Thermal Analysis Labs, 2019 [cit. 2020-03-11]. Dostupné z: <http://thermalanalysislabs.com/dilatometry/>
- [26] JAMES, J, JA SPITTLE, S.G.R. BROWN a R EVANS. A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures. *Measurement Science and Technology*. 2001, **12**, 1. DOI: 10.1088/0957-0233/12/3/201.
- [27] *Dilatometry* [online]. Selb: NETZSCH, b.r. [cit. 2020-03-12]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/contract-testing/methods/dilatometry-dil/>
- [28] *DILATOMETRY PUSH-ROD AND OPTICAL* [online]. New Castle: TA Instruments, 2019 [cit. 2020-03-12]. Dostupné z: <https://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/BROCH-DIL.pdf>
- [29] *Optical Dilatometer Heating Microscope* [online]. Selb: Linseis GmbH, 2020 [cit. 2020-03-12]. Dostupné z: <https://www.linseis.com/en/products/dilatometer/174-optical-dilatometer/#beschreibung>
- [30] NEUMEIER, JJ, RK BOLLINGER, GE TIMMINS, CR LANE, RD KROGSTAD a J MACALUSO. Capacitive-based dilatometer cell constructed of fused quartz for measuring the thermal expansion of solids. *Review of Scientific Instruments*. American Institute of Physics, 2008, **79**(3), 033903. ISSN 0034-6748.
- [31] SCHMIEDESHOFF, GM, AW LOUNSBURY, DJ LUNA et al. Versatile and compact capacitive dilatometer. *Review of scientific instruments*. American Institute of Physics, 2006, **77**(12), 123907. ISSN 0034-6748.

- [32] PETRUS, JA, KC ROSS a AM MCDONALD. DIIS: a cross-platform program for the reduction of X-ray diffraction data from a cylindrical area detector: a cross-platform program for the reduction of X-ray diffraction data from a cylindrical area detector. *Computers & geosciences*. Elsevier, 2012, **38**(1), 156-163. ISSN 0098-3004.
- [33] *Dilatometer Series DIL 402 Expedis® Select, Supreme and Supreme HT: Method, Instruments, Applications* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products-solutions/dilatometer/dil-402-expedis-select-supreme/>
- [34] *Technical Specifications: DIL 402 Expedis Supreme and Select* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products-solutions/dilatometer/dil-402-expedis-select-supreme/>
- [35] *Accessories for Dilatometers and Thermomechanical Analyzers: Sample Holders, Spare Parts and Calibration Materials* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products-solutions/dilatometer/dil-402-expedis-select-supreme/>
- [36] Fired Tiles — Thermal Expansion. *Netzsch* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/materials-applications/building-materials/fired-tiles-thermal-expansion/>
- [37] Brick Clay — Thermal Expansion. *Netzsch* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/materials-applications/building-materials/brick-clay-thermal-expansion/>
- [38] Roof Tiles — Thermal Expansion. *Netzsch* [online]. Selb, b.r. [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/materials-applications/building-materials/roof-tiles-thermal-expansion/>
- [39] *DIL 402 Expedis more than just determination of thermal expansion with dilatometry* [online]. 2019 [cit. 2020-04-23]. Dostupné z: <https://www.youtube.com/watch?v=zkuAYmAc3QU&t=1429s>. Kanál uživatele NETZSCH Instruments.
- [40] HLAVÁČ, Jan. *Základy technologie silikátů. 2. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1988: Státní nakladatelství technické literatury, 1988. ISBN 04-816-88, b.r.*

- [41] VAŇURA, Tomáš. *Stavební hmoty*. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2003. ISBN 80-719-4612-5.
- [42] MATKOVIC, Boris a JF YOUNG. Microstructure of magnesium oxychloride cements. *Nature physical science*. Nature Publishing Group, 1973, **246**(153), 79-80. ISSN 2058-1106.
- [43] LI, Zongjin a CK CHAU. Influence of molar ratios on properties of magnesium oxychloride cement. *Cement and Concrete Research*. Elsevier, 2007, **37**(6), 866-870. ISSN 0008-8846.
- [44] JIŘÍČKOVÁ, Adéla, Michal LOJKA, Anna-Marie LAUERMANNNOVÁ et al. Synthesis, Structure, and Thermal Stability of Magnesium Oxychloride  $5\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ . *Applied Sciences*. Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2020, **10**(5), 1683. DOI: 10.3390/app10051683.

## Seznam obrázků

Obr. 1: Teplotní závislost relativního prodloužení vybraných materiálů .....	6
Obr. 2: pracovní diagram oceli v tahu (vlevo) a betonu v tlaku (vpravo) .....	10
Obr. 3: Smršťovací trhliny způsobené nedostatečným ošetřováním betonu .....	12
Obr. 4: Schéma Edelmannova dilatometru .....	13
Obr. 5: Schéma Chevenardova dilatometru .....	13
Obr. 6: Měřicí zařízení křemenného interferenčního dilatometru .....	14
Obr. 7: Termostat .....	15
Obr. 8: Kryostat .....	15
Obr. 9: Měřicí orgán Priestova dilatometru .....	16
Obr. 10: Schéma dilatometru s tlačnou tyčí .....	19
Obr. 11: Schéma optického dilatometru .....	20
Obr. 12: Schéma kapacitního dilatometru měděné konstrukce .....	21
Obr. 13: Schéma Debye-Scherrerovy kamery .....	22
Obr. 14: Vysokoteplotní dilatometr DIL 402 Expedis Select .....	25
Obr. 15: Korundový držák vzorku .....	27
Obr. 16: Detailní záběr prostoru pro vzorek: .....	27
Obr. 17: Korekční korunkový standard .....	28
Obr. 18: Teplotní roztažnost dvou barevných keramických dlaždic .....	29
Obr. 19: Graf průběhu teplotní roztažnosti a koeficientu teplotní roztažnosti cihlářského jílu .....	30
Obr. 20: Graf průběhu teplotní roztažnosti keramické střešní tašky [38] .....	31
Obr. 21: Expanzní křivka přírodního kaučuku [39] .....	31
Obr. 22: Skelný přechod přírodního kaučuku [39] .....	32
Obr. 23: Přeměny čistého SiO <sub>2</sub> [40] .....	32
Obr. 24: Graf průběhu teplotní roztažnosti SiO <sub>2</sub> [39] .....	33
Obr. 25: Graf změny hustoty litiny, teplotní roztažnosti a teplotní křivky s obrázkem vzorku litiny a kontejneru pro vzorek .....	34
Obr. 26: Graf teplotní roztažnosti jílu s c-DTA vyhodnocením .....	35
Obr. 27: Proces slinování při módu Start/Stop .....	35
Obr. 28: Proces slinování při módu ISO .....	36

Obr. 29: Porovnání procesu slinování během konstantního zahřívání, při ISO módu a Start/Stop módu .....	36
Obr. 30: Vzorek sádrovce .....	37
Obr. 31: Vzorek MOC .....	38
Obr. 32: Formy pro odlévání vzorků materiálu .....	39
Obr. 33: Graf průběhu teplotní roztažnosti sádrovce .....	41
Obr. 34: Graf průběhu teplotní roztažnosti hořečnatého cementu.....	42
Obr. 35: Rozpad MOC na oxid hořečnatý .....	42



## Seznam tabulek

- Tab. 1: Vybrané materiály a jejich součinitelé délkové teplotní roztažnosti  $\alpha$  při 20 °C. .... 8
- Tab. 2: Materiálové rozdělení topných těles a příslušný teplotní rozsah měření ..... 26