



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STAVEBNÍ  
ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT A  
DÍLCŮ

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING  
INSTITUTE OF TECHNOLOGY OF BUILDING MATERIALS AND  
COMPONENTS

# VYUŽITÍ METODY SORPCE METYLÉNOVÉ MODŘE PŘI POSUZOVÁNÍ PLATIČNOSTI CIHLÁŘSKÝCH ZEMIN

METHYLENE BLUE TEST PLASTICITY DETERMINATION OF BRICK CLAYS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

ŠTĚPÁN JIROUŠEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. RADOMÍR SOKOLÁŘ, Ph.D.

BRNO 2014



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STAVEBNÍ

<b>Studijní program</b>	B3607 Stavební inženýrství
<b>Typ studijního programu</b>	Bakalářský studijní program s prezenční formou studia
<b>Studijní obor</b>	3607R020 Stavebně materiálové inženýrství
<b>Pracoviště</b>	Ústav technologie stavebních hmot a dílců

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

<b>Student</b>	Štěpán Jiroušek
<b>Název</b>	Využití metody sorpce metylénové modře při posuzování plastičnosti cihlářských zemin
<b>Vedoucí bakalářské práce</b>	doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.
<b>Datum zadání bakalářské práce</b>	30. 11. 2013
<b>Datum odevzdání bakalářské práce</b>	30. 5. 2014
V Brně dne 30. 11. 2013	

.....  
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc., MBA  
Vedoucí ústavu

.....  
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc., MBA  
Děkan Fakulty stavební VUT

## **Podklady a literatura**

- [1] Hanykýř V., Kutzendörfer J., Technologie keramiky, Vega, 2000.
- [2] Sokolář, R. Keramika/Modul BJ01-M01. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta stavební, 2006. 176 s
- [3] Sokolář, R., Smetanová, L. Keramika – laboratoře/Modul BJ02-M01. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta stavební, 2006. 120 s.
- [4] Pytlík, P., Sokolář, R. Stavební keramika. Technologie, vlastnosti a využití. CERM Brno, 2002, ISBN 80-7204-234-3
- [5] Valenta, L. Keramická příručka. Vydavatelství technické literatury. Horní Maršov, 1999.
- [6] Galos, K. Influence of mineralogical composition of applied ball clays on properties of porcelain tiles. Ceramics International, Vol. 37, No 3, 2011, p. 851-861

## **Zásady pro vypracování**

Plastičnost keramických surovin (hlín a jílu) má zásadní vliv na jejich vlastnosti a využití v praxi. Existuje několik zkušebních metod, na základě kterých je možno plastičnost keramických jílu a hlín popsat. Jednou z nejpoužívanějších v oblasti jílu pro jemnou keramiku a kaolínů je metoda sorpce metylénové modře, která se ovšem zatím neuplatnila v cihlářství. Cílem bakalářské práce je v teoretické části uceleně shrnout veškeré normové i nenormové metody posuzování plastičnosti hlín a jílu používané v České republice a v zahraničí. Praktickým výstupem bakalářské práce bude nalezení korelačních vztahů mezi stanovenou hodnotou sorpce metylénové modře (AMM) a dalšími, především zrnitostními charakteristikami cihlářských zemin (mj. obsah jíloviny, prachoviny, pískoviny), resp. ostatními technologickými vlastnostmi (mj. obsah rozdělavací vody, citlivost k sušení, smrštění sušením) s ohledem na jejich mineralogické složení

Rozsah práce 40 - 50 stran.

.....  
doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.  
Vedoucí bakalářské práce

## **Abstrakt**

Bakalářská práce je zaměřena na metody posuzování plastičnosti keramických surovin (hlín a jíílů).

V teoretické části je popsán vznik, druhy, chemické a mineralogické složení těchto surovin. Dále jsou vysvětleny přípravy a postupy normových a nenormových metod posuzování plastičnosti hlín a jíílů používaných v České republice a v zahraničí.

V praktické části jsou popsány provedené zkoušky na vzorcích cihlářských zemín používaných v České republice. Výstupem této práce je pak nalezení korelačních vztahů mezi těmito zkouškami a stanovenou hodnotou sorpce methylenové modře.

## **Klíčová slova**

jíilové zeminy, cihlářské zeminy, plastičnost, zrnitost, methylenová modř

## **Abstract**

The Bachelor thesis is focused on methods for assesing the plasticity of ceramic raw materials (clays).

The theoretical part describes the origin, species, chemical and mineralogical composition of these raw materials. Then we describe the preparations and standardized and nonstandardized methods of assesing the plasticity of clay used in the Czech Republic and abroad.

The practical part describes executed tests of brick soils specimen used in the Czech Republic. The outcome of this work is to find correlations between these tests and the determined value of sorption of methylen blue.

## **Keywords**

Clays, brick soil, plasticity, texture, methylen blue



## **Bibliografická citace VŠKP**

Štěpán Jiroušek *Využití metody sorpce metylénové modře při posuzování plastičnosti cihlářských zemin*. Brno, 2014. 59 s. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.

**Prohlášení:**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci zpracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 30. 5. 2014

.....  
podpis autora  
Štěpán Jiroušek

**Poděkování:**

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu bakalářské práce panu doc. Ing. Radomíru Sokolářovi, Ph.D. za odborné vedení a poskytování cenných rad při zpracování bakalářské práce.

## Obsah

<b>Úvod</b> .....	<b>11</b>
<b>Cíl práce</b> .....	<b>12</b>
<b>Teoretická část</b> .....	<b>13</b>
<b>1 Cihlářské zeminy</b> .....	<b>13</b>
1.1 Technické požadavky .....	13
<b>2 Plastické keramické suroviny (jílové zeminy)</b> .....	<b>15</b>
2.1 Vznik plastických keramických surovin.....	15
2.2 Druhy plastických keramických surovin .....	16
2.2.1 Hlíny .....	16
2.2.2 Jíly.....	16
2.2.3 Kaolíny.....	18
2.3 Chemické složení plastických keramických surovin.....	19
2.4 Mineralogické složení.....	19
2.4.1 Jílové minerály .....	19
2.4.2 Nejílové minerály.....	20
2.5 Úprava jílu a těžba jílu.....	21
<b>3 Stanovení mineralogického složení jílu</b> .....	<b>21</b>
3.1 Rentgenová difrakční analýza (RTG).....	21
3.2 Diferenční termická analýza (DTA) – ČSN 72 1083 .....	23
3.3 Vážková termická analýza (GTA) – ČSN 72 1083 .....	24
3.4 Dilatometrická termická analýza.....	24

<b>4 Granulometrie jílových zemin .....</b>	<b>25</b>
4.1 Sítový rozbor plavením – ČSN 72 1565.....	25
4.2 Stanovení zrnitosti keramických látek sedimentací – ČSN 72 1565.....	26
4.2.1 Metoda podle Andreasena.....	26
4.2.2 Stanovení zrnitosti hustoměrem podle Casagrande.....	28
<b>5 Stanovení konzistenčních mezí – ČSN CEN ISO/TS 17892 – 12.....</b>	<b>30</b>
5.1 Stanovení meze tekutosti .....	30
5.2 Stanovení meze plasticity .....	31
<b>6 Přetvárné (reologické) vlastnosti plastického těsta.....</b>	<b>32</b>
6.1 Stanovení plastičnosti podle Pfefferkorna – ČSN 72 1074.....	32
6.2 Stanovení plastičnosti podle Reikeho.....	35
6.3 Stanovení plastické pevnosti podle Ničiporenka .....	36
6.4 Stanovení plastičnosti těsta Kabusovým přístrojem.....	38
6.5 Stanovení adsorpce vody dle Enslina – ČSN 72 1029 .....	39
6.6 Sorpční zkouška methylenovou modří .....	41
<b>Praktická část .....</b>	<b>44</b>
<b>7 Zkoušky cihlářských zemin .....</b>	<b>45</b>
7.1 Rentgenová difrakční analýza (RTG).....	45
7.2 Derivační termografie (DTG) .....	46
7.3 Dilatometrická termická analýza (DKTA).....	47
7.4 Chemická analýza.....	48
7.5 Sítový rozbor plavením.....	49
7.6 Sedimentační analýza .....	50
<b>8 Zkoušky plastického těsta.....</b>	<b>52</b>
8.1 Plastičnost těsta podle Pfefferkorna .....	52
8.2 Sorpční zkouška metylenovou modří .....	52

<b>Závěr .....</b>	<b>55</b>
<b>Seznam zdrojů .....</b>	<b>56</b>
<b>Seznam obrázků .....</b>	<b>58</b>
<b>Seznam tabulek.....</b>	<b>59</b>

## Úvod

Cihlářské suroviny jsou zeminy a ostatní výchozí látky. Z těchto látek se různou úpravou zhotoví výrobní směs, která je vhodná k vytváření cihlářských výrobků. Tyto výrobky jsou připraveny z jedné nebo několika cihlářských zemin smíšené s vodou a případně i s přísadou. [18]

Cihlářské zeminy, které používáme pro cihlářskou výrobu, se skládají z malého a proměnlivého množství jílových minerálů. Mezi tyto minerály patří kaolinit, illit, montmorillonit, chlorid a jejich smíšené struktury. Větší část cihlářské zeminy tvoří slídy, prachová zrna křemene a úlomky různých hornin. Barvu střepu pak udávají oxidy železa, které jsou různě rozptýleny. Cihlářské zeminy mohou obsahovat i velké krystaly nebo zrna sádrovce ( $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) a kalcitu ( $\text{CaCO}_3$ ). Tato zrna ovlivňují vlastnosti cihlářského výrobku po výpalu. [5]

Při posuzování plastičnosti cihlářských zemin je důležité množství rozdělovací vody v těstě a plastické složky. Mezi plastické složky patří jíly a hlíny, kde hlíny obsahují 20% až 80% jílových částic a jíly obsahují více než 50% jílových částic. Mezi nejběžnější mineralogické zástupce patří kaolinit, montmorillonit, illit a chlorid.

Sorpční zkouška methylenové modře pak stanovuje tzv. stupeň plasticity, což je objem roztoku methylenové modře v mililitrech sorbovaný na 1g jemně mletého vzorku.

V této práci jsou popsány postupy normových a nenormových zkoušek plastičnosti hlín a jílu používaných v České republice a v zahraničí. Praktická část vyhodnocuje výsledky zkoušek na cihlářských zeminách používaných v České republice a hodnotou sorpce methylenové modře. Mezi zkoušky patří rentgenová difrakční analýza, derivační termografie, chemická analýza, síťový rozbor plavením a sedimentační analýza. Tyto zkoušky vyhodnocují mineralogické složení zeminy. Mezi zkoušky na plastickém těstě patří plastičnost těsta dle Pfefferkorna a sorpční zkouška methylenovou modří.

## **Cíl práce**

Cílem této bakalářské práce je v teoretické části uceleně shrnout veškeré normové i nenormové metody posuzování plastičnosti hlín a jílu používané v České republice a v zahraničí.

Praktickým výstupem bakalářské práce je nalezení korelačních vztahů mezi stanovenou hodnotou sorpce methylenové modře a dalšími, především zrnitostními charakteristikami cihlářských zemin (mj. obsah jíloviny, prachoviny, pískoviny), respektive ostatními technologickými vlastnostmi s ohledem na jejich mineralogické složení.



## Teoretická část

V teoretické části bakalářské práce jsou popsány cihlářské zeminy a jejich technické požadavky, dále plastické suroviny (jíly a hlíny), které dávají cihlářským zeminám plastičnost. Další kapitoly popisují veškeré normové i nenormové metody posuzování plastičnosti jílu a hlín používané jak v České republice, tak v zahraničí.

### 1 Cihlářské zeminy

Cihlářské zeminy se používají po technologické úpravě nebo bez úpravy. Vznikly přírodním rozkladem hornin. Tyto zeminy z různých nalezišť, se mezi sebou liší fyzikálně, chemicky a fyzikálně – chemickými vlastnostmi. Po rozmísení s vodou a případně dalšími příměsemi poskytnou tvárné těsto. Cihlářské zeminy rozdělujeme na:

- suroviny kvarterní, což jsou spraše a sprašové jíly
- suroviny nezpevněné tercierní (jíly a slíny) a zpevněné (jílovce, slínovce a jílové břidlice [16])

#### 1.1 Technické požadavky

1. Cihlářské zeminy po úpravě a rozdělání s vodou musí vytvořit dostatečně tvárnou výrobní směs pro příslušný výrobní postup.
2. Pro plastický způsob výroby (tvárné těsto) musí být vlhkost výrobní směsi větší než 18 %
3. V technické dokumentaci lze cihlářské zeminy označovat podle:

a) Petrografického zařazení podle zrnitosti.

b) Zrnitosti na 2 mm.

označení	1	2	3	4
Číslo v %	$\leq 2$	2 až 5	$\leq 10$	$>10$

c) Obsahu uhličitánů

označení	1	2	3	4
Číslo v %	$\leq 1$	$\leq 10$	$\leq 25$	$>25$

d) Optimální vlhkosti

označení	1	2	3	4
Číslo v %	$\leq 20$	$\leq 25$	$\leq 30$	$>30$

e) Smrštění sušením

označení	1	2	3	4
Číslo v %	≤ 5	≤ 7	≤ 10	> 10

f) Závislosti smykového napětí na poměrné vlhkosti podle parametru a

označení	1	2	3	4
Parametr a	>1,35	1,32 až 1,35	1,30 až 1,32	<1,30

g) Závislosti smykového napětí na poměrné vlhkosti podle parametru m

označení	1	2	3	4
Parametr m v MPa	>1,5.10 <sup>3</sup>	<1,5.10 <sup>3</sup>	<5.10 <sup>2</sup>	<5.10 <sup>1</sup>

4. Cihlářské zeminy se zařazují podle technologických vlastností na čtyři skupiny dle obrázku č.1 [17]

Vlastnost	Cihlářské zeminy skupiny			
	I	II	III	IV
	Hodnoty			
<b>a) základní hodnoty</b>				
obsah hrubých těžce držitelných zm nad 2 mm (křemen, tvrdé křemité hominy apod.) v %	<10	<5	<2	<2
oblast zařazení zeminy podle zmitostního diagramu (ČSN 72 1565, část 2)	A	B	C	krytina C obklady B až C
délková změna sušením v %	-3,5 až -5,0	-4,0 až -7,0	-5,0 až -8,0	-5,0 až -8,5
pevnost v ohybu po výpalu V MPa	>3	>5	>7	>7
nasákavost	>12	>12	>12	
<b>b) doporučené hodnoty</b>				
škodlivost cicváru - max. úbytek pevnosti v %	<20	<20	<20	<20
pevnost v ohybu po sušení v MPa pro lícové a obkladové výrobky, krytinu	>2	>3	>3	>3
• povrchové odštěpky po cicváru, hlubší než 1 mm	žádné	žádné	žádné	žádné
• mrazuvzdornost	M25	M25	M25	M25
• náchylnost ke tvorbě výkvětů	žádná	žádná	žádná	žádná
• barva	jednotná	jednotná	jednotná	jednotná

Obr. 1: Doporučené hodnoty pro cihlářské zeminy [17]

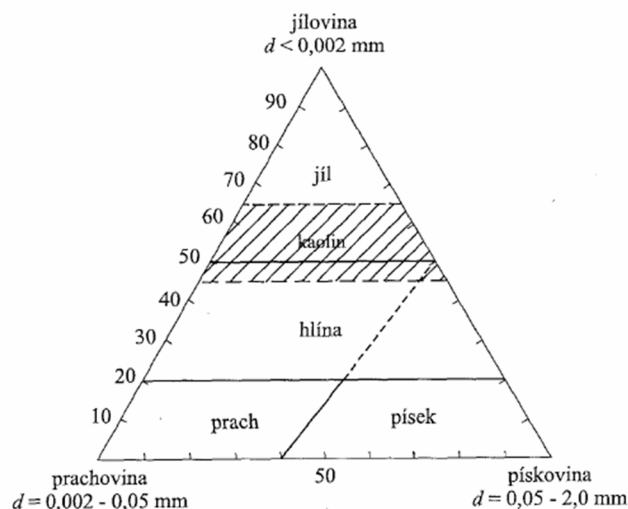
## 2 Plastické keramické suroviny (jílové zeminy)

Plastické suroviny po přidání určitého množství vody vytváří těsto, které je možné tvarovat, aniž by se porušila jeho celistvost. Tuto schopnost zaručuje obsah jílových minerálů, ale také určitý podíl neplastických součástí. [1]

Jílové zeminy rozdělujeme podle obsahu na jíloviny (zrna o průměru  $< 2 \mu\text{m}$ ), prachoviny (zrna o průměru  $2 - 50 \mu\text{m}$ ) a pískoviny (zrna o průměru  $> 50 \mu\text{m}$ ). Obecně platí, že s rostoucím podílem jíloviny roste plastičnost zemin. V keramice se pak jílové zeminy dělí na:

- jíly – obsahují více než 50 % jíloviny,
- hlíny – obsahují 20 – 50 % jíloviny a 50 – 80 % prachoviny s pískovinou. [1]

Mezi další skupiny jílových zemin patří kaoliny, ty lze zařadit na hranici mezi jíly a hlíny, prachy (0-20 % jíloviny, 35-100 % prachoviny, 35-45 % pískoviny) a písky (0-2 % jíloviny, 35-60 % prachoviny, 40-100 % pískoviny). Prachy a písky mají malý či spíše žádný plastický charakter, proto se zařazují mezi neplastické suroviny. Dále se jílové zeminy dělí na sypké (např. jíl, hlína) nebo zpevněné (např. lupek, jílovec). [1] Tuto klasifikaci jílu, hlín a kaolinů názorně zobrazuje následující obrázek 2.



Obr. 2: Klasifikace jílu, hlín a kaolinů dle granulometrie [1]

### 2.1 Vznik plastických keramických surovin

Plastické suroviny (jílové zeminy) řadíme mezi usazené horniny, tzv. sedimenty. Tyto horniny vznikly zvětráváním hornin bohatých na živce – žuly, pegamatity, arkózy aj. hydrotermálním rozkladem a přemístěním rozrušených hornin s následnou sedimentací rozpadajících se složek. Vlastnosti jílové zeminy se odvíjejí podle složení výchozí horniny a na základě prostředí, ve kterém vzniká (zejména pH vody). [1]

## 2.2 Druhy plastických keramických surovin

Mezi plastické keramické suroviny patří jíly, hlíny a kaoliny. Každá z těchto surovin má odlišnou granulometrii, která je podstatná pro použitelnost a vlastnosti jednotlivých druhů jílových zemin. [1]

### 2.2.1 Hlíny

Norma ČSN 72 1330 definuje hlíny jako nezpevněnou horninu, která je tvořena 20 až 80 % jílovými částicemi a zbývajícím množstvím zrn prachu a písku. [11]

Hlíny jsou sladkovodní sedimenty z období čtvrtohor. Používají se v oblasti hrubé keramiky (cihlářství), protože obsahují více nejílového podílu – prachovinu a pískovinu. [1]

Dělení hlín dle vzniku a způsobu uložení:

- **výšinové (eluviální)** – ležící na místě vzniku (výšiny). Jsou tvořeny nezvětralými zrny z výchozí horniny a do hloubky se jejich množství navyšuje.
- **svahové (koluviální)** – vznikají splavením eluvia deštěm z výšin na svahy. Oproti výšinovým hlínám mají více hlíny než jíloviny (zrna jílu splaveny do údolí) a vyznačují se vrstevnatostí.
- **naplavené údolní (aluviální)** – vznikají v údolích, kam byl sediment dopraven splavením z výšin. Mají malý obsah hrubých částic, jsou jemné a plastické, ale při splavení mohly nabrat písek nebo hrubší částice vápence.
- **jeskynní** – pro keramiku nemají význam. Obsahují vápenec ve formě zrn, písek a kosti odumřelých zvířat.
- **ledovcové** – nemají žádným význam, vznikají nahromaděním ledovců.
- **naváté (eolitické) = spraše** – vznikly navátím větru jemných částic. Dalším rozkladem spraše dostaneme tzv. sprašovou hlínu, ve které dochází k růstu jíloviny. Tyto sprašové hlíny jsou výborné pro cihlářskou keramiku. [1]

### 2.2.2 Jíly

Norma ČSN 72 1330 definuje jíl jako nezpevněnou horninu s obsahem více než 50 % jílových částic (zrna pod 2  $\mu\text{m}$ ) a se schopností tvořit plastické těsto, po přidání optimálního množství vody. [11]

Díky obsahu jíloviny, má vyšší plastičnost než hlíny. Rozdělení podle původu:

- **reziduální** – vznikly zvětráváním na místě a vyskytují se většinou v ložiscích malé rozlohy. Pro keramiku mají pouze malý význam.
- **přemístěné (naplavené)** – vznikly odnesením vodou do moří (velká plocha, stejnorodá ložiska), jezer (dobré technologické vlastnosti) a řek (nestejněměrné složení a uložení). [1]

Během transportu se mohou vlastnosti jílu zlepšit (např. oddělením hrubších zrn) nebo také zhoršit (transportováním nežádoucích příměsí). Dle obsahu jílových minerálů rozeznáváme:

- **monominerální jíl** – jedná se o téměř čistý jíl, obsahující 90 % jílových minerálů – např. kaolinitický, illitický jíl apod.
- **polyminerální jíl** – složen z více druhů jílových minerálů – např. kaoliniticko-illitický jíl apod. [1]

Nejčastější příměsí ovlivňující vlastnosti jílu jsou uhličitany, a to zejména vápenec ( $\text{CaCO}_3$ ). Vápenec je v jílech velmi jemně rozptýlen a vytváří mezi sebou a jílem plynulý přechod, proto řada hornin dostala název podle obsahu vápence: [1]

jíl [%]	100	95	75	25	10	0
	jíl	vápnitý jíl	nízko-slín-vysoko procentní	jílovitý vápenec	vápenec	
vápenec [%]	0	5	25	75	90	0

Obr. 3: Názvy jílu dle obsahu vápence [1]

- **Vápnité jíly** – jedná se o jíly mořského původu, jsou jemnozrnné, šedé až šedomodré barvy. Po vypálení dávají keramickému střepu narůžovělou barvu.
- **Slíny** – jíly mořského, ale i sladkovodního původu. Jejich barva je zelenavá až šedomodrá a střepu dávají červené až narůžovělé zbarvení. Kvůli vysoké plasticitě se musí mísit méně plastickými surovinami.
- **Jílovec** – vzniká zpevněním (diagenenzí) jílu. [1]

Třídění jílu dle jejich použitelnosti a požadavků v keramice dle ČSN 72 1330:

- **žáruvzdorné** – výroba žáruvzdorných materiálů; suroviny mají žáruvzdornost nejméně 1580 °C; sleduje se u nich vaznost, obsah  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a další vlastnosti podle účelu použití.
- **kameninové** – použití pro výrobu kameniny a dlaždic; teplota slinutí nejvýše 1300°C (slinutí je teplota, při které má vypálené tělísko nasákavost 2 %); sleduje se vaznost, odolnost proti kyselinám výpalu, obsah zrn písku a další vlastnosti podle účelu použití.
- **pórovité** – použití při výrobě pórovinových obkladaček (žáruvzdornost 1250 - 1280 °C); nasákavost po výpalu 1250 °C nejméně 2 %; sleduje se u nich smrštění, obsah zrn písku, barva, bělost po výpalu a další vlastnosti podle účelu použití.
- **slévárenské** – pevnost v tlaku po vysušení na 200 °C nejméně 0,4 MPa; sleduje se u nich vaznost, teplota žároměrné deformace, zrnitost a další vlastnosti podle účelu použití.
- **hrnčířské** (žáruvzdornost 960 - 1100 °C) a cihlářské. [10]

### 2.2.3 Kaolíny

Jedná se o jílovou zeminu s vysokým obsahem minerálu kaolinitu. Kaolin získáváme těžním. Surová ruda obsahuje 20 – 80 % kaolinitu, a zbytek tvoří křemen, slídy a jiné minerály. Převážně se používá kaolín plavený. Jedná o frakci surového kaolinu pod 20  $\mu\text{m}$ , získanou plavením (dojde k odstranění hrubých částic), s obsahem 80 % kaolinitu.

Kaoliny se dělí dle výplavu:

- **bohaté** – výplav větší než 35 %,
- **středně bohaté** – výplav 20 – 35 %,
- **chudé** – výplav 12 – 20 %, nejsou průmyslově využitelné. [1]

Po plavení kaolinu nám zůstane tzv. šlika, což je frakce na 20  $\mu\text{m}$  s obsahem kaolinu do 5 % – 10 % a dalších minerálů (křemene, slídy a živce). Celý proces plavení kaolinu je zachycen na obrázku 3.

Kaolin se využívá zejména při výrobě porcelánu nebo pálicí se bílé keramiky, která získává svou bílou barvu právě výpalem. Dále je využíván na výrobu glazur a žáruvzdornin, které mají svou vysokou žáruvzdornost díky obsahu  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . [1]

### 2.3 Chemické složení plastických keramických surovin

Znalost chemického složení je důležitá pro vznik taveniny a tedy zjištění vypalovací teploty. Rozlišujeme dvě základní skupiny oxidů – oxidy tavící (snižují teplotu tavení –  $K_2O$ ,  $Na_2O$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $Fe_2O_3$  apod.) a oxidy opačné, jež zvyšují teplotu tavení ( $Al_2O_3$ ). [1]

Chemickým rozbořem stanovujeme:

- **Oxid křemičitý ( $SiO_2$ )** – při obsahu více jak 60 %  $SiO_2$  se sníží citlivost k sušení, ke smršťení a zmenší se i mechanická pevnost.
- **Oxid hlinitý ( $Al_2O_3$ )** – obsažen v jílových minerálech, slídách a živcích. Zvyšuje teplotu tavení a barva střepu po výpalu je světlejší, s vyšší pevností.
- **Oxid titaničitý ( $TiO_2$ )** – výskyt převážně jako minerál rutil, anatas nebo titanit. Působí jako tavivo a ve větším množství jako barvivo.
- **Oxid železitý ( $Fe_2O_3$ )** – výskyt jako minerál hematit, krevet, limonit, magnetit, pyrit a markasit. Při výpalu je nebezpečí nadýmání střepu (velký tavící účinek) a vypálený střep pak má barvu hnědou až červenou, dle obsahu  $CaO$  a  $Al_2O_3$ .
- **Oxid vápenatý ( $CaO$ )** – zkracuje teplotu slinutí a snižuje kyselinovzdornost střepu.
- **Oxid hořečnatý ( $MgO$ )** – používá se jako tavivo při teplotách výpalu nad  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  a především u materiálů, kde potřebujeme vysokou odolnost proti změně teploty.
- **Oxid draselný ( $K_2O$ ) a oxid sodný ( $Na_2O$ )** – jedná se o alkálie (silná zásada). Ve střepu zvyšují pevnost při výpalu a snižují žáruvzdornost. Obsaženy ve slídách a živcích.
- **Fluor a síra** – škodlivé k životnímu prostředí (emise). [1]

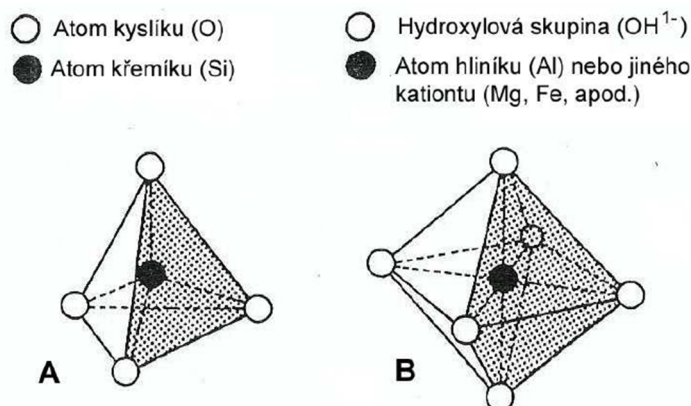
### 2.4 Mineralogické složení

Při posuzování technologických vlastností jílovitých zemin má důležitou roli mineralogické složení. V podstatě se jedná o směsi jílových minerálů (jsou to nositelé plastičnosti) a nejílových minerálů (neplastický charakter). [1]

#### 2.4.1 Jílové minerály

Jedná se o hlinitokřemičitany s chemicky vázanou vodou, které občas mají ve své struktuře atomy hořčíku, železa nebo alkálií (K, Na). Jsou krystalické s vrstevnatou nebo řetězovou

strukturou s uspořádáním Si-O tetraedrů a Al-O-OH oktaedrů. [1] Jejich schéma zobrazuje obrázek 4.



Obr. 4: Struktura Si-O tetraedru (A) a Al-O-OH oktaedrů (B) [1]

Jílové minerály rozdělujeme do čtyř druhů:

- 1) **Kaolinit** – je to dvojrstvý jílový minerál, který je tvořen Si-O tetraedry a Al-O-OH oktaedry. Tento minerál má dvě extrémní struktury: triklinickou (uspořádané dvojrství) a pseudomonoklinickou (méně pravidelná, vyšší plastičnost). Mezi kaolinity ještě patří halloysit, který je velice podobný kaolinitu.
- 2) **Montmorillonit** – jedná se o trojrstvý jílový minerál s absorbovanými kationty (Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>), obklopenými vrstvami vody. Jílové zeminy, ve kterých převažuje tento minerál, se technicky nazývají bentonit.
- 3) **Illit (hydroslídy)** – strukturálně se podobá montmorillonitu, avšak křemíkové ionty jsou do 20 % nahrazeny ionty hliníku. Illit se používá v cihlářských zeminách, jelikož má lepší plastičnost než kaolinit a oproti montmorillonitu nebobtná.
- 4) **Chlorid** – používají se dva typy chloridů – jeden je podobný struktuře kaolinitu a druhý má rozdílnou strukturu oproti dalším jílovým minerálům. [4]

#### 2.4.2 Nejílové minerály

Nejílové minerály tvoří v jílech zrna větší velikosti, které jsou podobné prachovině a pískovině. Tato zrna nepříznivě ovlivňují výpal v důsledku objemových změn. Obráceně však snižují citlivost k sušení, smrštění sušení apod. (tomu nějak nerozumím). V zemině je poznáme podle zbarvení a také dle síťového rozboru plavením – na sítích nám vytvoří zbytky (např. síto 0,063 mm). Mezi tyto minerály patří křemen, živec, vápenec, slída, dolomit, organické látky (zuhlenné zbytky rostlin), hydroxidy železa a další. [1]



## 2.5 Úprava jílu a těžba jílu

Pro keramiku se jíl těží při komplexním využití všech zemín z ložiska. Na haldy v blízkosti lomu se uloží skrývka pod ornici, ta se zpracovává v nejbližší cihelně na cihlářské výrobky. Jednotlivé druhy jílu jsou těženy dle uložení a dováženy nákladními auty na homogenizační skládku, přičemž je každá halda zakryta proti dešti. Před vrstvením jsou jíly roztrhány na kusy o velikosti cca 5 cm a pásovým dopravníkem rovnoměrně vrstveny na haldy v průřezovém tvaru trojúhelníka. Samotné jíly jsou dodávány v homogenizovaném stavu s určitou vlhkostí, s určitou jemností mletí nebo zcela vysušené. K mletí slouží řada zařízení od desintegrátorů až po bubnové sušicí mlýny. Následně se jednotlivé druhy uloží do sila, z kterého se navažují a promíchají (např. kolový Eirichův mísič), aby se získala směs přesně daných vlastností. Tyto směsi se mísí až ze šesti druhů jílu. Těsto je také možné zvlhčit, vznikne tak lisovací drobenka nebo plastické těsto. [5]

Z vytěžených žáruvzdorných jílu (lupky) se výpalem v rotační peci získává šamot, který se následně drtí a třídí na sítích. Také se z jílu vyrábí tzv. Liapor ve Vintřově, který je používán jako tepelně izolační materiál. [5]

## 3 Stanovení mineralogického složení jílu

Druh jílu můžeme stanovit různými způsoby. Nejméně přesnou metodou je optická metoda, při které se pozoruje mikroskopem počet plastických a neplastických složek. Každý druh zrna má pod mikroskopem jinou barvu, např. křemen a živec je světlý. [2]

Mezi další metody, které jsou často využívány, patří rentgenová difrakční analýza (RTG), diferenční termická analýza (DTA, TG), nebo dilatometrická kontrakčně termická analýza (DKTA). [1]

Všechny zmíněné metody, kterými se stanovuje mineralogické složení jílu, popisují následující kapitoly.

### 3.1 Rentgenová difrakční analýza (RTG)

Díky této metodě získáme mineralogické složení látky, a to pomocí difrakce rentgenových paprsků na krystalické mřížce. [3]

Tyto paprsky vychází ze dvou principů:

- krystalografické uspořádání látek
- interakce rentgenového záření s částicemi tvořícími krystalovou mřížku látek [3].

Vzdálenost mezi rovnoběžnými rovinami je stejná. Roviny jsou známé pod tzv. Millerovými indexy (h, k, l). Každý z těchto indexů zobrazuje polohu rovin v krystalové mřížce a vzdálenost těchto rovin je označována písmenem d. [3]

Výpočet se provádí pomocí tzv. Braggovy rovnice: [3]

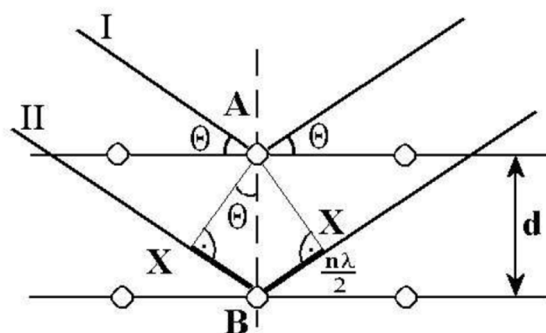
$$n \cdot \lambda = 2 \cdot D \cdot \sin\theta$$

$\theta$  ..... úhel dopadu paprsků původní svazku [°]

$\lambda$  ..... vlnová délka [m]

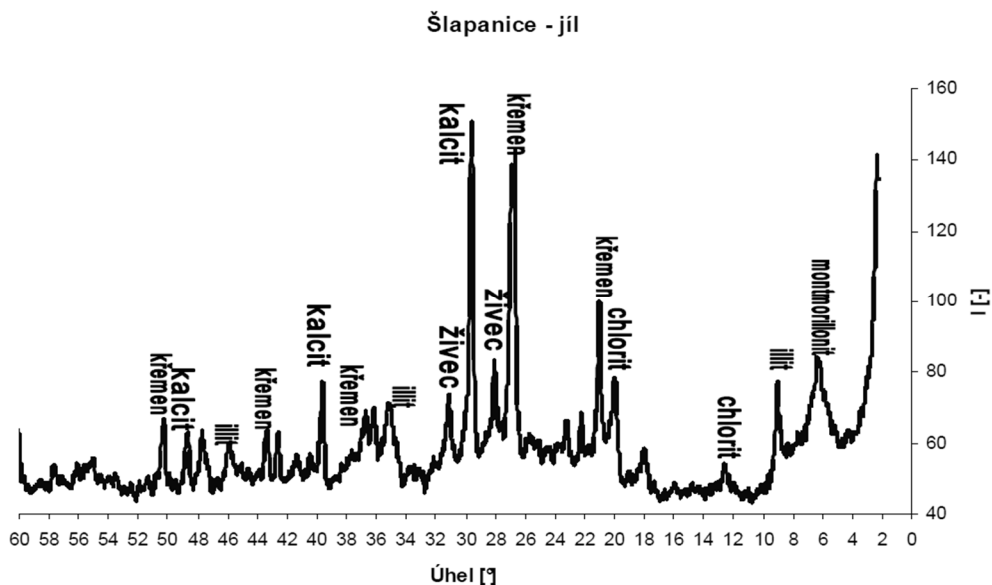
$n \cdot \lambda$  ..... dráhový rozdíl paprsků – n je celé číslo [m]

Braggova rovnice je splněna jen tehdy, pokud dojde k naklonění vzorku a k zesílení odraženého sekundárního záření vzájemným ovlivňováním. Toho docílíme pomocí změny úhlu dopadu monochromatického svazku rentgenového záření na povrch otáčejícího se vzorku. Jakmile známe hodnoty vlnové délky a úhlu dopadu záření, můžeme pomocí Braggovy rovnice spočítat vzdálenost d. [2]



Obr. 5: Vzájemné ovlivňování RTG paprsků na atomech krystalu [3]

Vyhodnocení se provádí intuitivním srovnáním peaků v tzv. rentgenografu s tabulkovými hodnotami. Rentgenograf zobrazuje závislost intenzity odrazu rentgenových paprsků ( $I/I_0$ ) na úhlu dopadu ( $2\theta$ ). [2]. Obrázek 7 zachycuje rentgenogram vápnité zeminy.



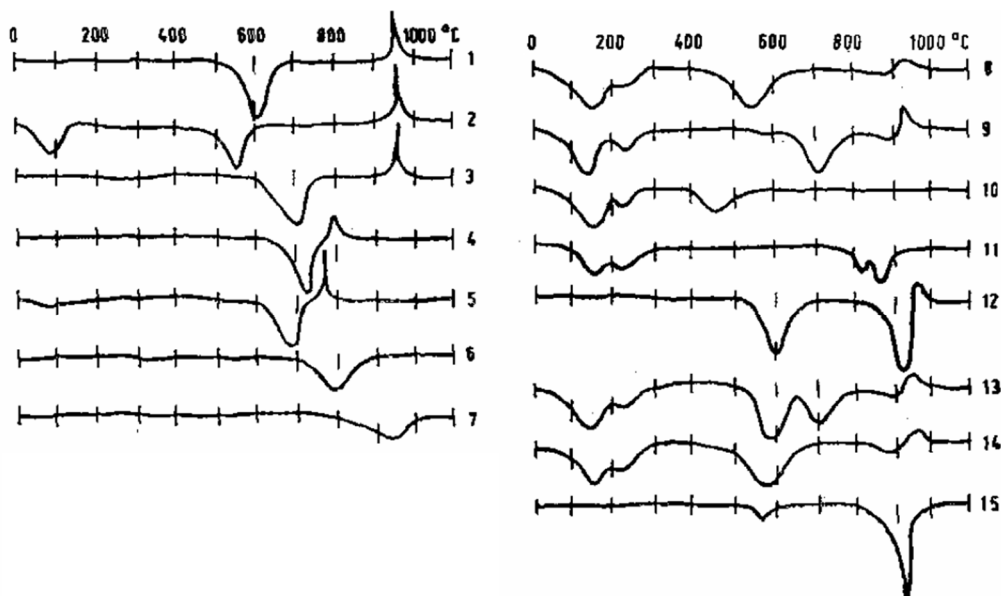
Obr. 6: Rentgenograf vápnité zeminy [3]

### 3.2 Diferenční termická analýza (DTA) – ČSN 72 1083

Pomocí této analýzy se měří rozdíly teplot mezi zkoušeným vzorkem a inertním standardem. Vzorek zahříváme a sledujeme jeho úbytek hmotnosti. V látkách probíhají reakce spojené s uvolňováním (exotermická reakce) nebo spotřebou tepla (endotermická reakce). Mezi endotermní reakce patří dehydratace, dehydroxylace, přeměna apod. [2]

Diferenční termickou (DTA) a termogravimetrickou (TG) analýzou zjistíme mineralogické složení – nejlépe s RTG, kdy určíme přesný druh jílového minerálu v zeminách. Také slouží ke zjištění ideální pálicí křivky a stanovení množství vápence. [2]

Výstupem diferenční termické analýzy je křivka (termogram), která slouží ke zjištění hledané látky, dále ke studiu kinetiky a mechanismu reakcí, k určení tepel apod. Podle této křivky navrhne i optimální křivku výpalu pro daný materiál. [2]



Obr. 7: Normalizované křivky DTA pro minerály vyskytující se v keramických surovinách. 1- kaolinit, 2-hylloysit, 3-dickit, 4-antigorit, 5-chrysolit, 6-pyrofillit, 7-mastek, 8-illit, 9-montmorillonit, 10-nontronit, 11-saponit, 12-směs kaolinitu a  $\text{CaCO}_3$ , 13-směs kaolinitu a montmorillonitu, 14- směs kaolinitu a illitu, 15- směs křemene a  $\text{CaCO}_3$ . [3]

### 3.3 Vážková termická analýza (GTA) – ČSN 72 1083

Při této analýze se zjišťují změny hmotnosti vzorku při současném zahřívání. Navážený vzorek se vloží v nádobě do elektrické pece s regulací teploty. Pec se uvede do provozu a pomocí termováhy se měří úbytek hmotnosti za současného zvyšování teploty. [12]

Výsledkem zkoušky je křivka, na které je zobrazená změna hmotnosti v závislosti na teplotě vyjádřená v g nebo v %. Z této křivky lze vyčíst množství složek ve vzorku. Následný výpočet hmotnostní změny v % se provede následovně:[12]

$$x = \frac{\Delta m}{m} \cdot 100 \%$$

### 3.4 Dilatometrická termická analýza

Tato analýza slouží ke zjištění objemových změn látek v závislosti na teplotě. Změny máme buď vratné (čistě fyzikální) nebo nevratné (fyzikálně-chemické) a proto rozeznáváme: [2]

- **dilatometrické měření (dilatometrii) DTR** – určuje vratné fyzikální (vratné) objemové změny a součinitel teplotní roztažnosti v určitém teplotním rozmezí.
- **kontrakčně dilatometrickou termickou analýzu KDTA** – určuje nevratné změny jako důsledek fyzikálních a chemických procesů v průběhu zahřívání, vhodná ke kvalitativnímu posouzení surovin a směsí, určených k výpalu. [2]

Metodou KDTA se stanovuje mineralogické složení především keramických látek. Dále slouží ke sledování lineárních změn výrobních směsí v keramice jako podklad pro určení pálicích křivek keramických výrobků. Pokud máme výraznou délkovou změnu, musíme pálicí křivku upravit tak, aby výrobek nebyl porušen účinkem napětí ve výrobku. [2]

Přístroj, jímž se měří KDTA, je složen z odporové pece s regulací teploty a registrační části. Vzorky, které se vkládají do pece, mají tvar hranolu o maximálních rozměrech 20 x 30 mm nebo válce o maximálním průměru 25 mm a o délce v rozmezí 20 – 120 mm. [2]

## 4 Granulometrie jílových zemin

Granulometrie určuje množství částic rozptýlených ve vzorku podle jejich velikosti. Nazývá se také zrnitost a většinou se vyjadřuje křivkou zrnitosti, která zobrazuje jednotlivé procentuální podíly frakcí. Nejčastěji se používají tyto metody: [3]

- Stanovení granulometrie nad 0,063 mm – **sítový rozbor plavením**.
- Stanovení mikrogranulometrie pod 0,063 mm – **sedimentační rozbor**.
- **Laserové analýza velikosti částic**. [2]

### 4.1 Sítový rozbor plavením – ČSN 72 1565

Sítový rozbor lze realizovat dvěma způsoby, buď suchým způsobem, nebo plavením přes síta. Suchý způsob je spíše pro sypké suroviny hrubšího zrna nad 0,125 mm (např. ostřiva) a plavení přes síta 0,063 mm pro jílové zeminy. [3]

Účelem této metody je oddělit zrna pod 0,063 mm od suroviny proléváním přes toto síto. Vezmeme přibližně 200 g suroviny a rozplavíme ji ve vodě. Takto rozplavený vzorek proséváme přes proud vody sítem 0,063 mm do té doby, než začne vytékat čirá voda. Zbytek dáme do sušárny a při 110 °C vysušíme do konstantní hmotnosti. Poté vysušený vzorek proséváme přes sadu kontrolních sít (4,0 – 2,0 – 1,0 – 0,5 – 0,25 – 0,125 mm) a zaznamenáváme hmotnosti zbytky na jednotlivých sítích. Tyto získané hodnoty zakreslíme do tabulky a vykreslíme křivku zrnitosti do grafu o dvojité logaritmické síti. Přes získané body se proloží přímka, jejíž směrnice udává exponent zrnitosti  $n$  dle vztahu:

$$y = 100 \cdot \left(\frac{d}{D}\right)^n$$

$y$  ..... procentové množství zrn propadlých sítem o velikosti otvoru  $d$  [mm]

$D$ ..... velikost teoretického největšího zrna v množině zrn vzorku [mm]

$n$  ..... exponent zrnitosti [-]. [13]

Lze určit i zbytek na síti 0,063 mm podle vzorce:

$$z = \frac{m_z}{m} \cdot 100$$

$m_z$  ..... hmotnostní zůstatek na síti 0,063 mm po plavení [g]

$m$  ..... navážka vzorku [g]. [13]

Stejně jako u plastických keramických surovin, lze tento způsob použít i na neplastické keramické suroviny (např. taviva).

## 4.2 Stanovení zrnitosti keramických látek sedimentací – ČSN 72 1565

Pro stanovení zrnitosti keramických látek sedimentací se používají dvě metody, metoda dle Andreasena a stanovení hustoměrem dle Casangranda.

Obě tyto metody jsou založeny na Stokesově zákoně, který pojednává o rozdílné rychlosti usazování částic v kapalině v závislosti na jejich velikosti. Zjišťuje se granulometrie zrn keramických látek pod 0,063 mm. [2]

### 4.2.1 Metoda podle Andreasena

Pro cihlářské zeminy se používá zkrácená analýza, protože měření je dlouhodobé (až 70 hodin). Zkrácenou analýzou se stanoví procentuální obsah částic velikost 0 - 2  $\mu\text{m}$ , 2 - 20  $\mu\text{m}$ , 20 - 63  $\mu\text{m}$ . Tyto naměřené hodnoty se zanesou například do Winklerova diagramu, kde určíme k jakému účelu je zemina vhodná, popřípadě do upraveného Winklerova diagramu, který znázorňuje mikrogranulometrii plastické suroviny. [2]

Princip zkoušky je sedimentace rozmixované suspenze vzorku (250 ml vody + 10 g vysušeného vzorku + 5,23 g dispergátoru (krystalický difosforečnan tetrasodný dekahydrát)) ve válci podle sedimentační doby. Tato doba udává, kdy musíme odebrat pipetou 50 ml suspenze ze vzdálenosti 100 mm pro 0 - 20  $\mu\text{m}$ , 50 mm a 20 mm pro 0 - 2  $\mu\text{m}$  od hladiny. Následně vložíme suspenzi do misky a vysušíme při 110 °C. Po vychladnutí zvážíme. Stejně provedeme tzv. slepý pokus - pro odečtení hodnoty dispergátoru ze sušiny odpipetováním 50 ml ze suspenze 5,23 g dispergátoru v 1000 ml vody. [2]

Procentuální zastoupení frakcí se vypočítá pomocí následujících vzorců, které se liší v závislosti na velikosti zrn.

Pro zrna o průměru pod 2  $\mu\text{m}$ :

$$x_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_n \cdot \left(1 - \frac{w_p}{100}\right)} \cdot 2000 [\%]$$

Pro zrna o průměru pod 2 - 20  $\mu\text{m}$ :

$$x_2 = \frac{m_{20} - m_2}{m_n \cdot \left(1 - \frac{w_p}{100}\right)} \cdot 2000 [\%]$$

Pro zrna o průměru nad 20  $\mu\text{m}$ :

$$x_3 = 100 - x_1 + x_2 [\%]$$

$m_0$  ..... hmotnost sušiny slepého pokusu [g]

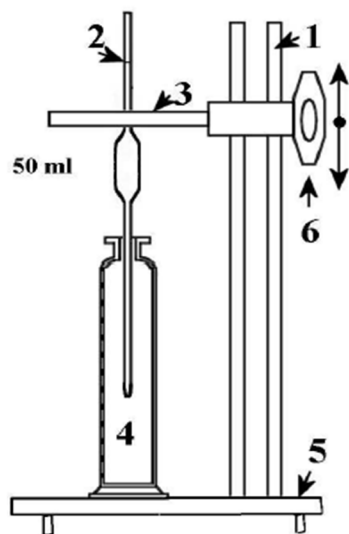
$m_2$  ..... hmotnost sušiny odběru do 2  $\mu\text{m}$  [g]

$m_{20}$  ..... hmotnost sušiny odběru do 20  $\mu\text{m}$  [g]

$m_n$  ..... hmotnost navážky zkoušeného vzorku [g]

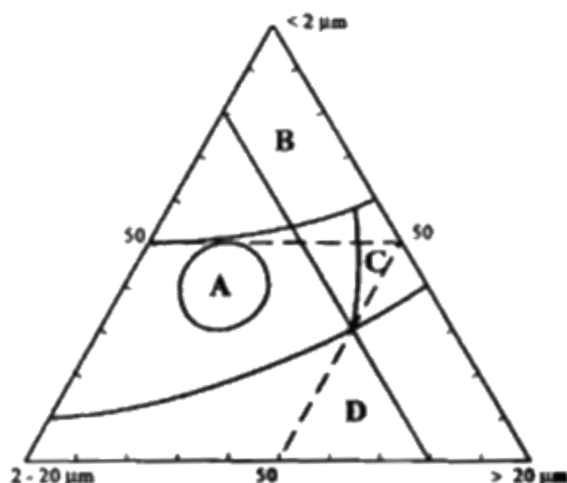
$w_p$  ..... průměrná vlhkost zkoušeného vzorku [%]. [2]

Následující obrázky představují schéma sedimentační metody dle Andreasena a upravený Winklerův diagram.



- 1..... vodící tyče
- 2..... pipeta (50ml)
- 3..... upnutí pipety
- 4..... sedimentační válec
- 5..... deska stojanu
- 6..... šroub pro vertikální posuv pipety. [3]

Obr. 8: Sedimentační metoda dle Andreasena.



- A..... nejhutnější skladba
- B..... vysoké smrštění sušením
- C..... malá pevnost výrobku
- D..... malá soudržnost těsta
- E ..... nedostatek jíloviny k vazbě zrn. [2]

Obr. 9: Upravený Winklerův diagram

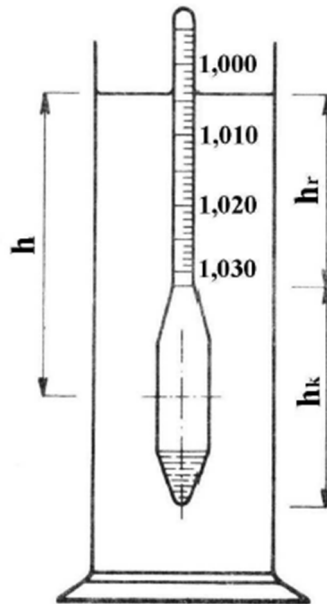
#### 4.2.2 Stanovení zrnitosti hustoměrem podle Casagrandy

Jedná se v podstatě o sedimentační metodu zjišťující koncentraci hustoměrem, při které nám určuje kritérium koncentrací zrn ve vzorku měrná hmotnost nebo hustota. Vše se řídí Stokesovým zákonem, který pojednává o rozdílné rychlosti usazování částic v kapalině v závislosti na jejich velikosti. [2]

Koncentraci usazujících se zrn zjistíme hustoměrem. Určíme hustotu a dráhu sedimentace (pro každý hustoměr specifická). Hustoměr se musí před každým měřením ocejchovat (stanovit závislost sedimentační výšky na údajích stupnice hustoměru). [2]



Cejchování se provádí v odměrném válci o obsahu 1000 ml, který je naplněný destilovanou vodou o teplotě 20°C a zapisují se různé hodnoty hustoty. Poté se musí zjistit objem tělesa hustoměru. [2]



Obr. 10: Hustoměr podle Casagrandy [3]

Samotný postup zkoušky spočívá v přípravě suspenze ze známého vzorku a následné kvalitativní převedení do 1000 ml odměrného válce. Po odstátí můžeme do odměrného válce vložit hustoměr a zapsat naměřenou hodnotu vztlíční hladiny. Takto se provedou i všechna ostatní měření. Během měření musíme kontrolovat teplotu suspenze, měla by se pohybovat stále okolo 20°C s přesností 0,5°C. Výpočet doby sednutí nebo velikost zrn, se sestaví z tabulky. Tato tabulka udává zaznamenanou dobu měření, velikost zrn, teplotu suspenze při jednotlivých měřeních, původní čtení na hustoměru, opravné čtení a součtově vyjádřená procenta jednotlivých podílů. [2]

## 5 Stanovení konzistenčních mezí – ČSN CEN ISO/TS 17892 – 12

Plastické chování hlín objevil a definoval Albert Atterberg a podle něho se jim říká tzv. Atterbergerovy meze – mez tekutosti a mez plasticity.[6]

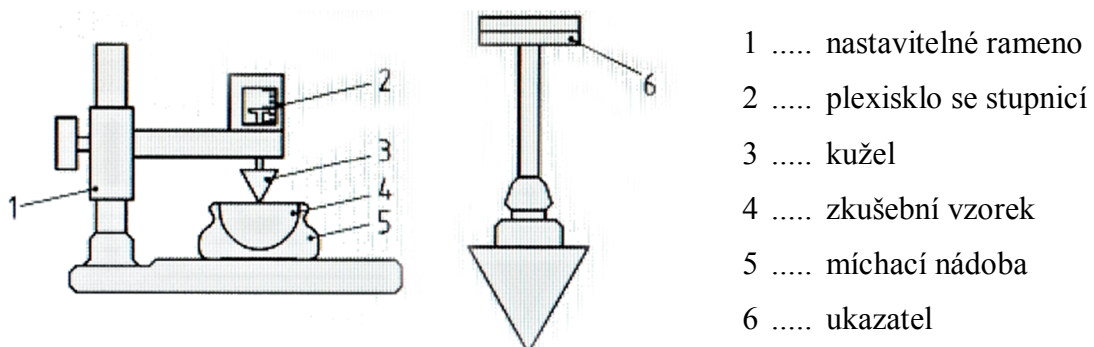
Mez plasticity se zjišťuje pomocí opakovaného rozválení zkoušeného těsta do válečku o průměru 3 mm. Zkouška se opakuje tak dlouho, dokud se nám nezačne těsto drodit. Při opakování ztrácí těsto vlhkost a tak i plasticitu. Poté se odebere asi 10 g zkoušeného těsta, zváží a vysuší při teplotě 105 – 110 °C do konstantní hmotnosti a určí se voda obsažená v procentech. [6]

Mez tekutosti se určí pomocí řídkého těsta vloženého do normalizované Casagrenedeho misky a pomocí vyřezávacího nože se rozloží na dvě části. Musí jít vidět až na dno misky. Miska se následně použije z výšky cca 1 cm po 25 úderech. Pokud se obě části spojí do délky 12,5 mm, zemina obsahuje dostatek vlhkosti na mezi tekutosti. [6]

Metoda, používající se v České republice, vychází z Atterbergových mezí. Jedná se o měření kuželovým přístrojem, výhoda je v přesnějším měření a menších požadavcích na zkušenosti pracovníka. [6]

### 5.1 Stanovení meze tekutosti

Tekutostí se rozumí změna látky z tekutého stavu do stavu plastického. Metoda se stanovuje kuželovým přístrojem, který ukazuje obrázek 11. Přístroj je složen z části držící kužel, umožňující jeho volný pád směrem dolů a rysky na přečtení hloubky penetrace. [8]



Obr. 11: Penetrometr [8]

Vzorek lze připravit dvěma způsoby a to buď suchou metodou (200 g vzorku o velikosti zrn maximálně 0,4 mm) nebo mokrou metodou. Mokrý metoda je složitější. Vzorek se položí na síto 2 mm a pod něj se vloží síto o velikosti ok 0,4 mm. Následně se síta prolíjí vodou do doby, než odtéká čistá voda. Vzorky se částečně vysuší. [8]

Takto připravené vzorky se vloží do kovového prstence a nastaví se hrot kužele tak, aby se opíral o horní plochu zarovnaného vzorku. Uvolní se aretační šroub a po době  $5 \pm 1$  s se změří hloubka penetrace s přesností 0,1 mm. Zkouška se opakuje do té doby, než hodnoty penetrace překročí hodnotu v tabulce 1. Následně se stanoví vlhkost na odebraném vzorku. Zkouší se minimálně tři vzorky odlišných vlhkostí. [8]

Typ kužele	80 g / 30°	60 g / 60°
První penetrace	Cca 15 mm	Cca 7 mm
Penetrační rozsah	15 – 20 mm	7 – 15 mm
Max. rozdíl mezi dvěma zkouškami	0,5 mm	0,4 mm
Hloubka penetrace při $w_L$	20 mm	10 mm

*Tab. 1: Požadavky kuželové penetrace [8]*

Nakonec se zanesou výsledky do grafu, kde na vodorovné ose x je vlhkost a na svislé ose y hloubka penetrace. Těmito body se proloží přímka.

## 5.2 Stanovení meze plasticity

Mez plasticity určí nejnižší obsah vody ve vzorku, který se vyjádří v % hmotnosti vysušené zeminy. Zkoušené těsto se uválí na váleček o průměru 3 mm, a pokud se nedrolí na kousky větší jak 10 mm, tak se znovu prohněte a váleček se uválí ještě jednou. Tak se v těstě snižuje obsah vlhkosti. [3]

Příprava těsta probíhá stejně jako u metody zjišťování meze tekutosti. Většinou tyto zkoušky provádíme za ráz. Samotný postup je potom následující. Z připraveného těsta se odebere cca 20g, které se umístí na rovnou desku. Na desce těsto schne, dokud není plastické. Poté se z něj vytvoří koule, která se hněte do doby, než se objeví na povrchu praskliny. Následně vzniklou kouli rozdělíme na čtvrtiny, z kterých v ruce vytvoříme válečky o průměru cca 6 mm. Tyto válečky se následně válí na rovné desce na průměr 3 až 5 mm. Pokud se nám na povrchu objeví praskliny, jak v příčném tak v podélném směru, tak se dosáhlo meze plasticity. Takto rozdrobené válečky se zváží a vloží do sušárny, kde se nechají vyschnout do

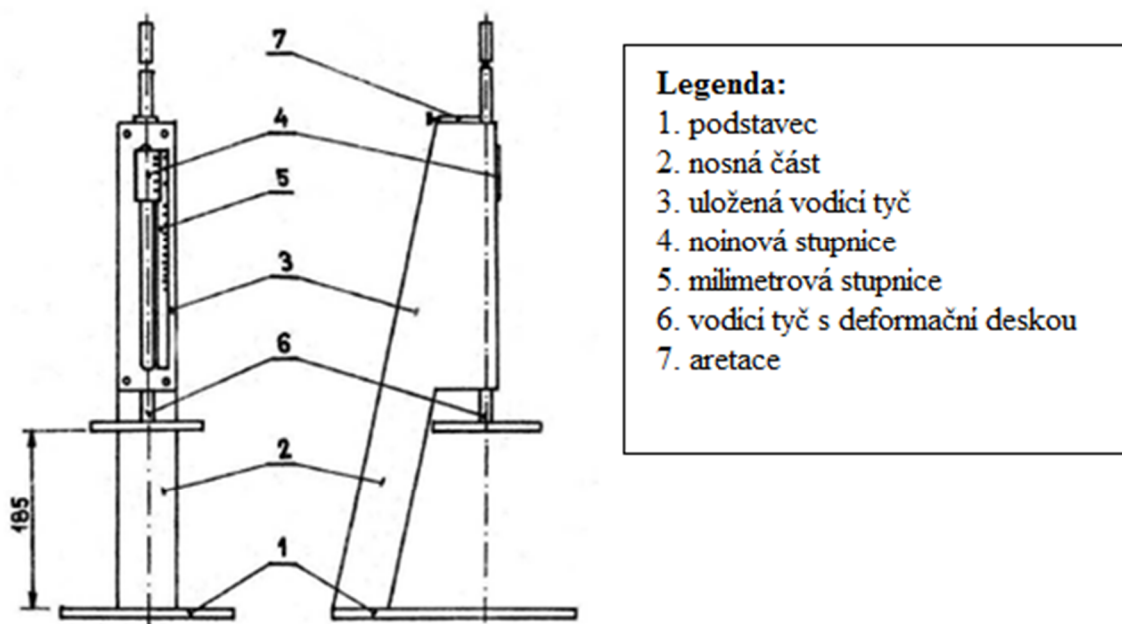
konstantní hmotnosti a vypočítá se jejich vlhkost. Výsledkem je průměr vlhkosti ze vzorků zaokrouhlený na celá %. [8]

## 6 Přetvárné (reologické) vlastnosti plastického těsta

Následující kapitola představuje různé metody stanovení plastičnosti. Mezi ty nejpoužívanější patří stanovení plastičnosti podle Pfefferkona, podle Reikeho, stanovení plastické pevnosti podle Ničiporenka, stanovení plastičnosti těsta Kabusovým přístrojem, stanovení adsorpce vody dle Enslina a sorpční zkouška methylenovou modří.

### 6.1 Stanovení plastičnosti podle Pfefferkona – ČSN 72 1074

Stanovení plastičnosti podle Pfefferkona je jednou z nejpoužívanějších metod v praxi. Jedná se o stanovení plastičnosti na základě deformačního poměru na Pfefferkonově přístroji, jehož schéma zachycuje obrázek 12.



Obr. 12: Schéma Pfefferkonova přístroje [7]

Princip této zkoušky spočívá v dopadu kovové desky na zkušební těleso, kde stanovíme deformační poměr (výška válečku před a po dopadu na zkušební těleso). Dále se stanovuje množství vody ve zkušebním vzorku pomocí interpolace více měření v oblasti deformačního poměru  $d$  (0,2 – 0,8). Závislost těchto deformačních poměrů (0,2 – 0,8) je lineární. Z toho

vypočítáme optimální vlhkost těsta při deformačním poměru 0,4 pro keramické těsto a 0,6 pro cihlářské těsto. Vše se zanesse do grafu, ve kterém mají svislou osu deformační poměry a vodorovnou osu relativní vlhkost. Vynesené body se proloží přímkou a určí se číslo plastičnosti, které odpovídá deformačnímu poměru 0,4 nebo 0,6. [2]

Deformační poměr se značí  $d$  a vypočítá se dle vztahu:

$$d = \frac{h_n}{h_0}$$

$h_0, h_n$  .....výška válečku před ( $h_0$ ) a po ( $h_n$ ) deformaci. [2]

Před samotným měřením si musíme připravit těsto. Existují dvě možnosti:

- 1) **pro keramická těsta** – cca 1500 g zkušební zeminy o velikosti zrn pod 2 mm se nasype do porcelánové misky a zalije vodou. Zemina musí být celá ponořená pod hladinou a takto se nechá stát aspoň 12 hodin. Po dokonalém odležení se vytvoří homogenní směs, z které se musí odstranit přebytečná voda pomocí sádrové desky o rozměrech 500x400x40 mm. Takto odleželý vzorek vytvoří kašovitou směs, která se rozdělí na zhruba dva stejné díly, kdy jeden díl necháme na podložce. Takto nám vzniknou dva vzorky o různých vlhkostech.
- 2) **pro cihlářská těsta** - vytvoříme dvě tvárná tělesa z 500 g vzorku s různou vlhkostí postupným přidáváním vody za současného hnětení.

Z těchto dvou dílů se vytvoří váleček a vloží se exsikátoru na dobu nejméně 24 hodin, přičemž spodní část je naplněna vodou, aby se zachovala hygroskopicitá. Exsikátor je tlustostěnná skleněná nádoba tvořena víkem se zábrusem a nádobou, kde spodní část je oddělena perforovanou deskou. Spodní část se plní sušidlem. [3]

Tyto válečky se upraví na velikost o průměru ( $33 \pm 0,5$  mm) a výšce ( $40 \pm 0,5$  mm), buď na šnekovém lisu, nebo ručním formováním do kovové formy. Vytvořená tělesa musí mít homogenní strukturu bez narušení vzduchovými bublinami. Po zformování těles je nařezeme na pět zkušebních těles a u každého si změříme počáteční výšku  $h_0$ . [7]

Postup vlastní zkoušky začíná vynulováním Pfeifferkernova přístroje, kdy se spustí hlavice přístroje na základní desku a vyrovná se noinová stupnice se spodní ryskou hlavní stupnice (nulová značka). Poté se závaží zvedne až na počátek stupnice a vloží se pod něj

výškově změřené zkušební těleso. Uvolněním aretace se spustí deformační deska, která volným pádem deformuje těleso. Pomocí posuvného měřítka se změří výška tělesa s přesností 0,1 mm. Z důvodu lepení zkušební tělesa k základní desce a hlavici, se musí před každým měřením tyto části jemně naolejovat. Na každém třetím vzorku zkušební tělesa se zjišťuje vlhkost. Odebereme dva zkušební vzorky z tohoto tělesa, které si zvážíme a vložíme je do sušárny o teplotě 100 – 105 °C je sušíme do konstantní hmotnosti. Po každých 30 minutách se tyto dva vzorky zváží, dokud není jejich rozdíl ve váze menší než 0,1 %. Z nich se udělá aritmetický průměr a zaokrouhlí se na 0,1 %. Následně se spočítá vlhkost těsta w:

$$w = \frac{m_z - m_s}{m_s} [\%]$$

$m_z$  ..... hmotnost vlhkého vzorku v gramech na setiny g

$m_s$  ..... hmotnost vysušeného vzorku na setiny g. [7]

Celková vyhodnocení zkoušky se zanesou do protokolu. Z vlhkostí a deformačních poměrů se vypočítá optimální vlhkost  $w_{opt}$  a pracovní vlhkost  $w_p$ . [7]

Optimální vlhkost se vypočítá:

$$w_{opt} = w_1 + \frac{w_2 - w_1}{d_2 - d_1} \cdot (d - d_1) [\%]$$

Pracovní vlhkost:

$$w_p = w_1 + \frac{w_2 - w_1}{d_2 - d_1} \cdot (d_p - d_1) [\%]$$

$w_1, w_2$  ..... vlhkost zkoušeného

$d_1, d_2$  ..... deformační poměr těsta

$d$  ..... deformační poměr hodnoty 0,40 pro keramická těsta  
deformační poměr hodnoty 0,80 pro cihlářská těsta

$d_p$  ..... deformační poměr volitelné hodnoty podle požadavku charakterizující ukazatel pracovní vlhkosti

## 6.2 Stanovení plastičnosti podle Reikeho

Dle Reikeho metody se plastičnost vyhodnocuje podle konzistence těsta a poté je určena číslem plastičnosti. Číslo plastičnosti je dáno rozdílem mezi množstvím rozdělovací vody ( $w_r$ ) a množstvím vody v těstě při tzv. mezi vláčnosti ( $w_s$ ), která tvoří hranici mezi plastickým a tuhým stavem. Číslo plastičnosti se vypočítá ze vztahu:

$$PL_R = w_r - w_s$$

$PL_R$  ..... číslo plastičnosti dle Reikeho [-]

$w_r$  ..... množství rozdělovací vody [%]

$w_s$  ..... množství vody vztažené na vysušenou zeminu na mezi vláčnosti [%]

Mez vláčnosti je definovaná jako obsah vody, jenž je obsažen v hmotnosti vysušené zeminy a vyjádřen v %, při níž se ze zkoušené horniny vytvořený váleček válením o průměru 3 mm začne drobit na jednotlivé části menší jak 10 mm. [3]

Odležené těsto, které je použito pro zkoušku, s tzv. množstvím rozdělovací vody, je dobře zpracovatelné a nelepí se na kůži hřbetu ruky. Z takto odleženého těsta se odeberou minimálně dva vzorky, u kterých se stanoví množství rozdělovací vody  $w_r$ . [3]

### Pracovní postup:

Stanovení vlhkosti těsta na mezi vláčnosti má následující postup. Na nesavé podložce dlaní válíme část odleženého těsta do doby vzniku válečků o průměru 3 mm. Pokud nedojde k rozdrolení válečku, těsto prohněteme podruhé a opakujeme postup k vyválnění válečku o průměru 3 mm. Pokud začne docházet ke drobení válečku na kousky, které budou menší než 10 mm, přestaneme s válením, do této doby jinak stále opakujeme postup. Ke stanovení skutečné vlhkosti odebereme z vytvořených drobin dva vzorky vážící po 10 g. U dvou takto zvolených vzorků můžeme určitě jejich skutečnou vlhkost na mezi vláčnosti  $w_s$ . [3]

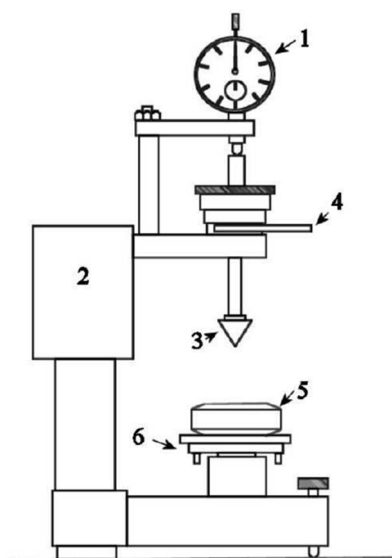
Zeminu můžeme zatřídit dle čísla plasticity po výpočtu střední hodnoty ze stanovených vlhkostí.

$PL_R$	Zemina
< 5	plastická
5 - 8	středně plastická
8 - 10	plastická
10 - 12	silně plastická
> 12	velmi silně plastická

Tab. 2: Číslo plasticity  $PL_R$  podle Reikeho [3]

### 6.3 Stanovení plastické pevnosti podle Ničiporenka

Plastičnost keramického těsta, předpokládáme, že se jedná o pružně plastickou látku, lze zjistit také pomocí plastické pevnosti, která je definována při pomalu probíhající deformaci mezním deformačním napětím ve smyku  $\tau_m$ . V rámci této metody je ke stanovení plastické pevnosti používán kuželový plastometr (v tomto případě se jedná o plastometr dle Ničiporenka, který zobrazuje obrázek 13). [3]



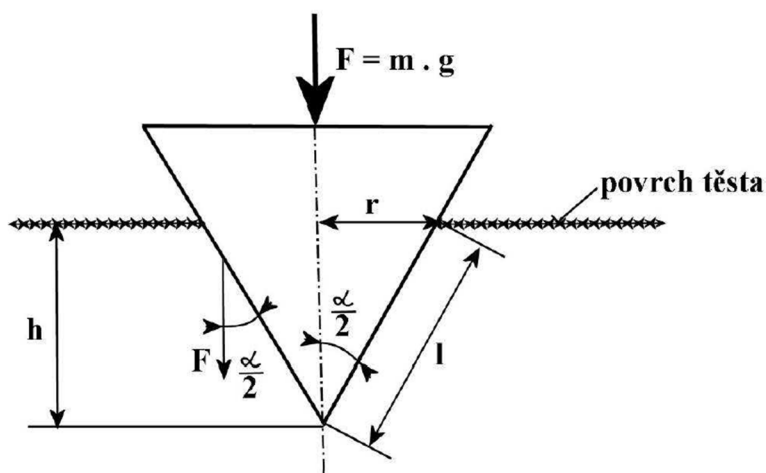
- 1 ..... číselníkový úchylkoměr
- 2 ..... nosný rám
- 3 ..... kužel plastometru
- 4 ..... zajišťovací prvek
- 5 ..... ocelový prstenec
- 6 ..... otočná destička pro uložení a posuv vzorku

Obr. 13: Kuželový plastometr podle Ničiporenka [3]

Schéma měření plastometrem ukazuje obrázek 18. Stanovení plastické pevnosti vyplývá z rovnováhy dvou sil. První síla, která působí na kužel (zde známe hodnotu vrcholového úhlu



$\alpha$ ), druhá ze sil je dána hodnotou odporu, tato síla vzniká při stavu, kdy kužel vniká do hmoty – těsta. Výsledkem je stav, kdy kužel vnikne do těsta do určité hloubky ( $h$ ). [3]



Obr. 14: Schéma měření plastometrem dle Ničiporenka [3]

Výpočtový vztah pro plastickou pevnost  $\tau_m$  je odvozen:

$$\tau_m = \frac{F \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{S}$$

$\tau_m$  ..... plastická pevnost

$S$  ..... plášť ponořené části kužele,  $S = \pi \cdot r \cdot l$

$h$  ..... hloubka ponoření kužele do těsta

Výsledný výpočtový vztah pro plastickou pevnost ( $m = 241$  g):

$$\tau_m = K_a \cdot \frac{F}{h^2} \cdot 10^2 \text{ [Pa]}$$

$\tau_m$  ..... plastická pevnost

$K_a$  ..... konstanta pro kužel, jež závisí na vrcholovém úhlu  $\alpha$

$h$  ..... hloubka ponoření [cm]

$F$  ..... zatížení působící na kužel [g]

Obecný vztah pro výpočet konstanty kužele  $K_a$ :

$$K_a = \frac{\cos^2\left(\frac{\alpha}{2}\right) \cot g\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{\pi}$$

Pro běžně užívaný úhel  $60^\circ$  je konstanta  $K_a = 0,4135$ .

### **Postup zkoušky:**

Prvním krokem pro zkoušku je příprava těst s různým množstvím rozdělovací vody (jako první připravíme těsto s nejnižším množstvím, poté přidáváním většího množství vody postupně vznikají další těsta). Ke zkoušce je nutné mít čtyři druhy těst, u kterých se snažíme, aby těsta měla co největší rozdíly v rámci tuhosti. [3]

Pro jednotlivá těsta vždy budeme opakovat následující postup – ocelový prstenec vtlačíme do těsta tak, aby ho těsto celé zaplnilo. Následně odřízneme okraje a olivovým roztokem potřeme jemně povrch těsta (během zkoušky dojde k zabránění vysoušení těsta). Vážením a sušením určíme vlhkost  $w$  toho těsta. Do výchozí polohy zvedneme kužel a zajistíme ho. Na stolek přístroje se vloží prstenec a postupně se pomalým pohybem blíží ke hrotu kužele tak, aby se lehce dotýkaly. Poté necháme samovolně pronikat kužel do těsta po odstranění pojistky. Hloubka  $h$ , do níž kužel dospěl ponořením, se změří po 2 minutách. Tímto způsobem se pro všechny vzorky těsta určí 5 hodnot hloubek ponoření  $h$ .

### **Zpracování výsledků:**

Vykreslíme grafickou závislost ve tvaru  $\tau_m = f(w)$ . Z tohoto grafu vyčteme funkční uspořádané dvojice hodnot  $[\tau_m; w]$ . Křivka, kterou získáme, je většinou složena přibližně ze dvou lineárních větví. Optimálnímu  $\tau_m$  množství rozdělovací vody odpovídá obsah vody v jejich průsečíku, tj. podle Ničiporenka optimální zpracovatelnost.

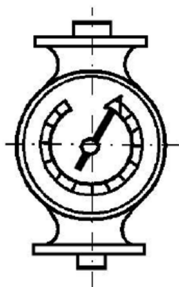
Určení optimálního množství rozdělovací vody podle Ničiporenka a příslušné plastické pevnosti  $\tau_m$  (kPa) bude závěrečným výstupem práce.

## **6.4 Stanovení plastičnosti těsta Kabusovým přístrojem**

Stanovením optimální tuhosti těsta pro vytváření určíme odpor, který těsto klade vniknutím kuželového nebo válcového tělesa při určitém zatížení. [3]

Kabusový přístroj slouží ke kapesnímu stanovení plastické pevnosti pomocí válečku, který vtlačujeme do těsta. Jedná se o velice jednoduchý přístroj. Měření se provádí zatlačením

spodního válečku do plastického těsta a odečtením tuhosti podle Kabuse na stupnici. Tato stupnice má rozsah od 0 do 100. Na zadní straně Kabusova přístroje je šroub, který stupnici vynuluje vždy po měření. Kabusový přístroj je na obrázku 15. [3]



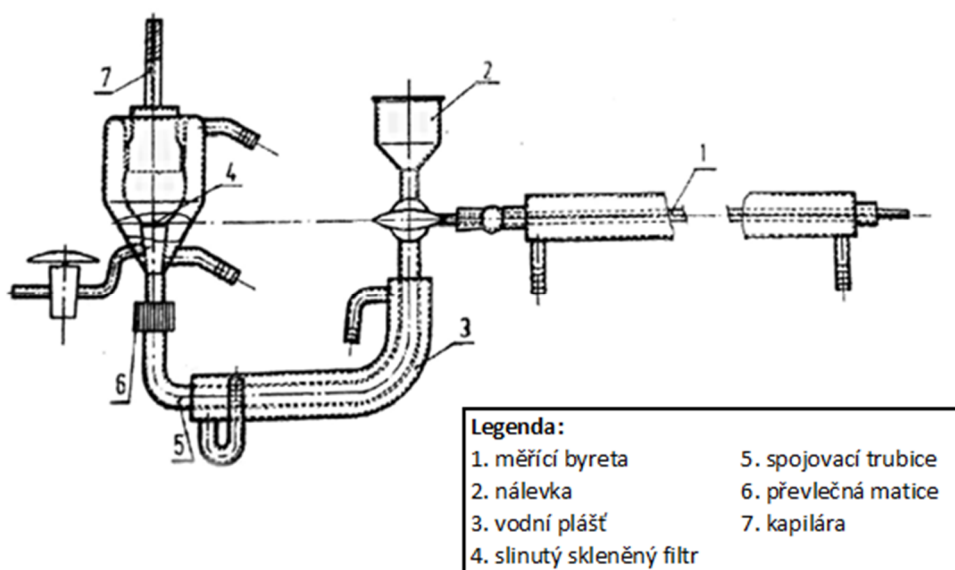
Obr. 15: Kabusový přístroj [3]

V praxi se Kabusový přístroj používá na rychlé a méně přesné změření stejné plastičnosti vytvářených zkušebních vzorků. Není zde podstatná tolik přesnost jako spíš jednoduchost, oproti Pfefferkornově přístroji. [3]

### 6.5 Stanovení adsorpce vody dle Enslina – ČSN 72 1029

Podstatou této zkoušky je stanovení meze nasycení (maximální množství vody nasáklé zkušební látkou) zkoušené látky. Množství vody, kterou látka nasaje, se vyjadřuje v procentech dané látky. Popisuje bobtnání povrchu jílových zemin a smáčitelnost. [9]

Před samotným zkoušením, je potřeba si připravit zkušební vzorek. Ten se upraví na zrnitost pod 0,063 mm a vysuší při teplotě  $60 \pm 5$  °C. [9]



Obr. 16: Enslinův přístroj [9]

Zkouška je potom následovná. Nejprve se upevní Enslinův přístroj (obrázek 16), přičemž nesmí dojít k jeho otřesům. Vodováhou se kontroluje horizontální umístění horní plochy slinutého skleněného filtru, která musí ležet v ose byrety. Byreta s filtračním kelímkem se naplní destilovanou vodou tak, aby neobsahovala bubliny v místě pod slinutým skleněným filtrem až ke špičce byrety. Uvnitř filtračního kelímku nesmí při nasypání ulpět žádné částice, proto musí být plocha suchá a nemastná. Skleněný filtrační kelímkem se uzavře zabroušeným víčkem s kapilárou a zapojí na vhodný termostat. Takto nahříváný kelímkem necháme nejméně hodinu temperovat při teplotě 20 °C. [9]

Po zahřátí na teplotu cca 20 °C se rychlými doteky filtračního papíru na špičku byrety odebere přebytečná voda. Poté se na střed plochy skleněného filtru nanese skleněnou násypkou připravený vzorek o hmotnosti 0,3 g ± 1 mg. Skleněný kelímkem se znova uzavře zabroušeným víčkem s kapilárou a současně se pustí stopky na měření času. Množství vody, nasáklé ve zkušebním vzorku, se čte s přesností 0,01 cm<sup>3</sup> v přesně uvedených intervalech. Intervaly se musí dodržovat při zkoušení neznámých látek, pokud je u látky doba meze nasycení přibližně známá, intervaly se mohou upravit. [9]

Konec zkoušky nastává tehdy, když hodnoty tří po sobě následujících čtení se neliší o více než 0,01 cm<sup>3</sup>. Poté se vzorek ze skleněného filtračního papíru spláchně vodou ze stříčky. Zkouška se provádí vždy na každém vzorku dvakrát a výsledkem je aritmetický průměr obou vzorků, který se nesmí lišit o více než 0,05 cm<sup>3</sup>. Pokud je rozdíl větší, musí se zkouška opakovat s novou navázkou. Výsledek se pak zaokrouhlí na 0,05 cm<sup>3</sup>. [9]

Vyhodnocení naměřených výsledků se vypočítá dle vzorce:

$$E_w = \frac{V \cdot 100}{m} \quad [cm^3 \cdot g^{-1}]$$

$E_w$  ..... adsorpce vody podle Enslina [cm<sup>3</sup>·g<sup>-1</sup> ]

$V$  ..... rozdíl konečného a počátečního objemu [cm<sup>3</sup>]

$m$  ..... navážka vzorku [g]. [9]

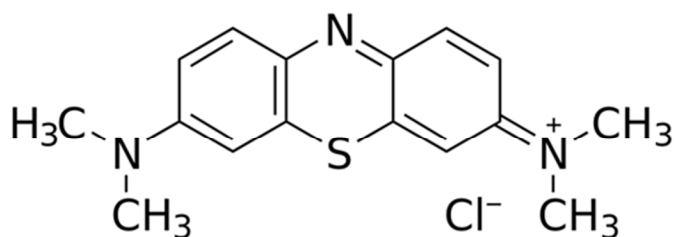
Výsledkem zkoušky jsou hodnoty adsorpce vody v časových intervalech zapsané do tabulky a graf, zobrazující časový průběh adsorpce vody. [9]

## 6.6 Sorpční zkouška methylenovou modří

Methylenovou modří je vidět absorpční spektrum kationových barviv. V posledních letech se tato zkouška využívá pro stanovení povrchových vlastností jílových minerálů, absorpčních schopností a specifického povrchu. Zkouška nám určí tzv. stupeň plasticity Gp, což je objem 0,01 M vodného roztoku methylenové modře v mililitrech sorbovaný na 1 g jemně utřeného vzorku. [2]

Postup a příprava vzorků potřebných na zkoušku je popsán v ASTM C873-09 jako stanovení tzv. Metylene Blue Index (MBI). [2]

Před samotným měřením se musí připravit roztok 0,01 M methylenové modře (MM) (obrázek 17) a roztok 0,5 M kyseliny sírové.



Obr. 17: Roztok methylenové modře (vlevo) a strukturní vzorec methylenové modře C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>SCl (vpravo). [19]

### Roztok 0,01 M MM se připraví následovně:

Naváží se 4,600 g methylenové modře a stříčkou se spláchne do titrační baňky, poté se přidá 1150 ml destilované vody. Baňka se dokonale uzavře a promíchá. Methylenová modř se nechá rozpouštět alespoň čtyři dny, přičemž se během každého dne několikrát promíchá. Po dokonalém rozpuštění se provede kontrola kvality připraveného roztoku na surovině o známé hodnotě stupně plasticity - plavený kaolín Sedlec Ia. Při navážce 1,1 až 1,3 g jsou okrajové hodnoty Gp = 5,3 – 5,4 ml/g. Pokud se naměří nižší hodnoty, do roztoku se přidá voda a při vyšších hodnotách se přidá methylenová modř. Před započítím každého měření se roztok musí promíchat.[10]

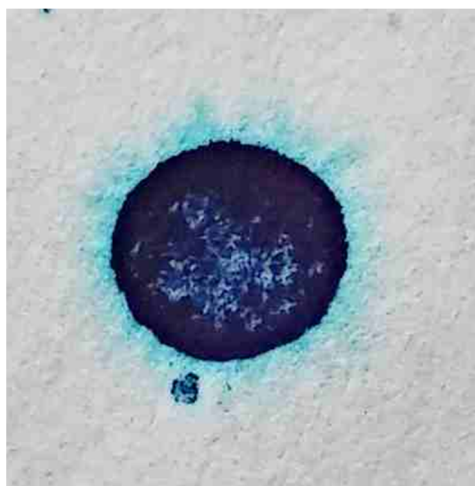
**Roztok 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se připraví následovně:**

Odměrná baňka o objemu 1000 ml se naplní 14 ml koncentrované 96 % kyseliny sírové, odměřené v odměrném válci a dolije se destilovanou vodou až po rysku 1000 ml baňky. [10]

Zkušební vzorek se vysuší na 110 °C v laboratorní sušárně do konstantní hmotnosti a následně se podrtí na hrubost pod 2 mm. Z tohoto podrceného vzorku se odebere cca 50 g. Následně se tato navážka dokonale promíchá a zmenší na cca 10 g (tři lžičky) vzorku. Těchto 10 g se proseje přes síto o velikosti ok 0,09 mm. Na síti nesmí zůstat žádný zbytek vzorku. Pro zdobnění větších zrn se použije třecí miska s paličkou. Takto prosetý vzorek se dokonale promíchá a je připraven na navažování.[10]

Předpokládaná navážka upraveného vzorku se naváží na laboratorní váze s citlivostí minimálně 1 mg a přidá se cca 1,5 g vysušeného křemičitého písku TS 100 (křemičitý písek 0,1-0,5 mm). Poté se do kádinky s naváženým vzorkem a pískem přidá 50 ml destilované vody, promíchá a vaří pod hodinovým sklíčkem 5 minut. Po vychladnutí se stěny kádinky a sklíčko opláchnou destilovanou vodou a suspenze se upraví na objem cca 50 ml. Následně se přidají 2 ml roztoku 0,5M kyseliny sírové a zamíchá se. [10]

Z připravené automatické byrety se najednou přidá 5 ml vodního roztoku methylenové modře a nechá se tři minuty míchat na elektromagnetické míchačce. Po zamíchání se odebere skleněnou tyčinkou středně velká kapka suspenze a nechá se kápnout na archový filtrační papír, průměr této kapky by měl být 6-7 mm. Poté se přidá do suspenze 0,5 ml methylenové modře a nechá půl minuty až minutu působit. Znova se odebere středně velká kapka na filtrační papír. Takto se přidává MM, dokud se na filtračním papíře neobjeví kolem kapky zřetelný zelenomodrý okraj.[10]



*Obr. 18: Bod ekvivalence na lici filtračního papíru*

Kapky zaschnou za dobu cca 30 min a určí se bod ekvivalence, maximální sorpce methylenové modře na navážku vzorku. Jak je vidět na obrázku 22, tak bod ekvivalence nastává v okamžiku vytvoření sotva znatelného zelenomodrého okraje okolo kapky suspenze. Pokud filtrační papír otočíme, tak by nám měl vysvitnout zřetelný zelenomodrý okraj kapky.[10]

Celková spotřeba vodního roztoku methylenové modře by se měla pohybovat v rozmezí 5-10 ml. Pokud je spotřeba větší nebo menší, je vzhledem k přesnosti nutno upravit navážku a zkoušku opakovat.[10]

Pro vyhodnocení zkoušky se vypočítá číslo plastičnosti dle vzorce:

$$MBI = \frac{V}{m} \quad [ml \cdot g^{-1}]$$

*V* ..... objem roztoku MM v bodě ekvivalence odečtený s přesností na ¼ ml [ml]

*m* ..... hmotnost navážky vzorku [g]

Následně se určí plastičnost zeminy podle tabulky:

<b>Číslo plastičnosti</b>	<b>Suroviny</b>
menší než 5	málo plastické
5 - 10	středně plastické
10 - 15	plastické
15 - 20	silně plastické
větší než 20	velmi silně plastické

*Tab. 3: Plastičnosti suroviny podle adsorpce methylenové modře [10]*

## Praktická část

V praktické části bakalářské práce budou vyhodnoceny výsledky ze zkoušek provedených na jílových zeminách, používajících se v České republice. Mezi tyto zkoušky patří rentgenová difrakční analýza (RTG), derivační termografie (DTG), dilatometrická termická analýza (DKTA), chemická analýza, síťový rozbor plavením, sedimentační analýza, plasticnost těsta podle Pfefferkorna a sorpční zkouška metylenovou modří. Použité vzorky jsou z vápenaté a nevápenaté cihlářské zeminy.

Cílem praktické části bude najít vzájemné vztahy mezi těmito zkouškami a sorpční zkouškou metylenové modře.

Zeminy byly použity z ložisek firmy Wienerberger cihlářský průmysl a.s. a z ložiska společnosti Heluz cihlářský průmysl v.o.s. Jejich lokalita jde dle následující tabulky:

A - Týn nad Vltavou	nevápenatá zemina
B - Novosedly	vápenatá zemina
C - Jezernice	vápenatá zemina
D - Novosedly	vápenatá zemina
E - Boleráz	vápenatá zemina
F - Hevlín	vápenatá zemina

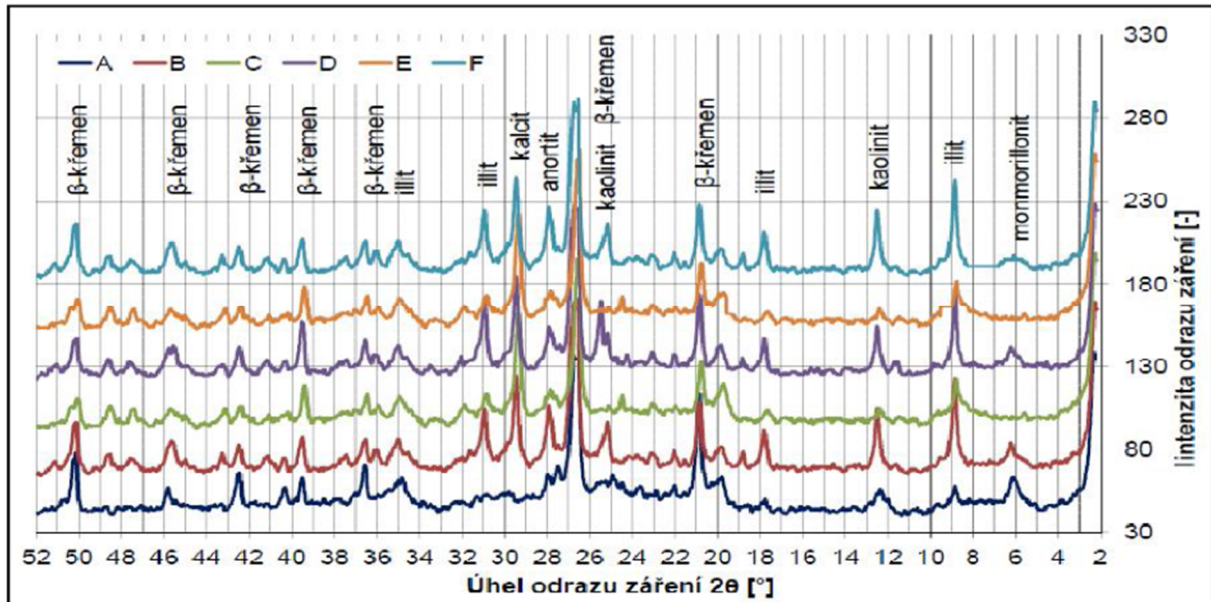
*Tab. 4: Přehled použitých zemin*



## 7 Zkoušky cihlářských zemin

Pomocí těchto zkoušek se zjistilo mineralogické složení zkoušených zemin.

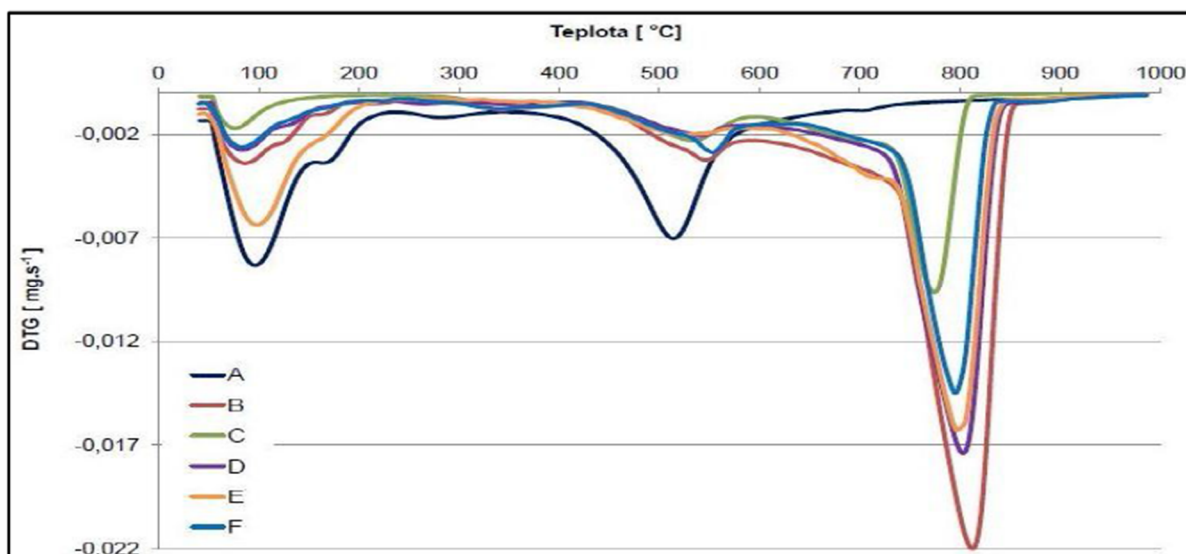
### 7.1 Rentgenová difrakční analýza (RTG)



Obr. 19: Rentgenogram zkoušených zemin [14]

Všechny použité zeminy obsahují nejvíce křemen. Jediná nevápenatá zemina, Týn nad Vltavou, neobsahuje dle rentgenogramu kalcit, méně kaolinitu a anortitu. Ostatní minerály jsou pro všechny zeminy stejné, jedná se o křemen, ve formě  $\beta$ -křemene, illit, kaolinit a montmorillonit.

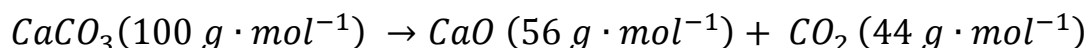
## 7.2 Derivační termografie (DTG)



Obr. 20: Derivační termografie zkoušených zemin [14]

Z grafu lze vidět, že u vzorku A, z nevápenaté zeminy, dochází do teploty 200 °C k dehydrataci, což je odchod fyzikálně vázané vody. Do teploty od 450 – 550 °C dochází k dehydroxylaci, což je odchod hydroxilové vody. U ostatních, vápenatých zemin, dochází k dehydrataci do teploty přibližně 180 °C a při teplotách 460 – 600 °C dochází k dehydroxylaci jílových minerálů.

Pokud se podíváme do vyšších teplot, tak okolo 740 – 840 °C dochází pouze u vápenatých vzorků k dekarbonataci vápence.



Nevápenatá zemina neobsahuje v porovnání s ostatními zeminami vápenec, proto při výpalu nedochází k tvorbě anortitu.

Podle grafu DTA, lze vypočítat množství a následné procentuální zastoupení vápence v jednotlivých zeminách. Výpočet se provádí dle vzorce:

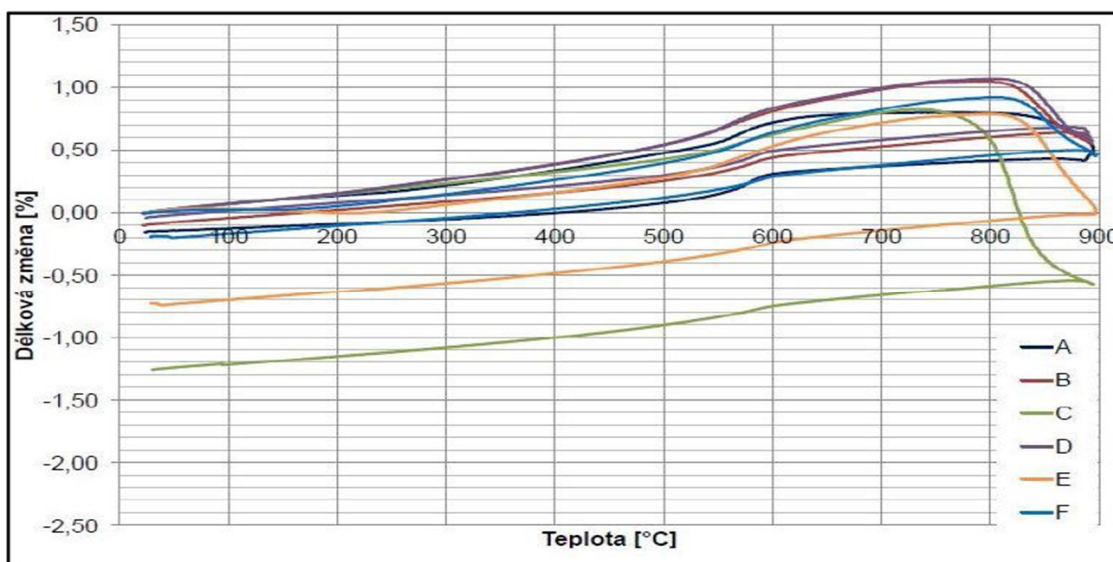
$$m\text{CaCO}_3 = \frac{\Delta m}{44} \cdot 100 [\text{g}]$$

V zemině A je obsah vápence nulový, jedná se o nevápenatou zeminu. V dalších zeminách je obsah vápence dle tabulky 4.

VZOREK	OBSAH $\text{CaCO}_3$	
	[%]	[g]
B	16,2	10,5
C	10,7	3,2
D	16,2	8,2
E	14,8	7,5
F	14,3	5,9

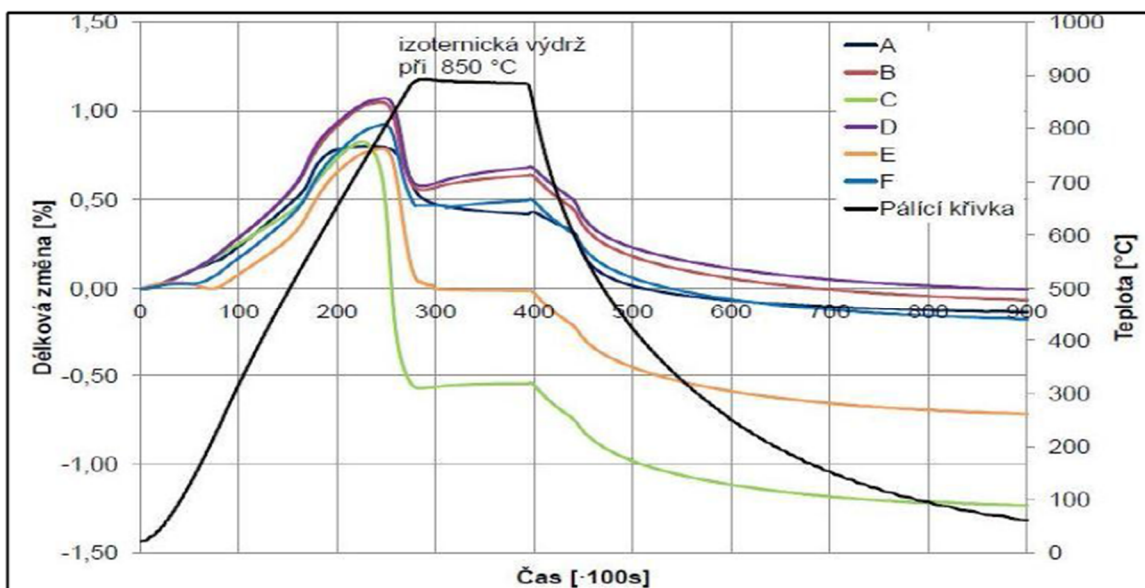
Tab. 5: Obsah vápence ve zkoušených zeminách

### 7.3 Dilatometrická termická analýza (DKTA)



Obr. 21: DKTA zkušebních zemin [14]

Z grafu lze vidět, že největší smrštění změřené v dilatometru nastává u vzorku ze zeminy C a to 1,28 %, o něco menší u vzorku ze zeminy E 0,72 %. U ostatních vzorků je smrštění minimální a zanedbatelné. Vzorek F 0,19 %, B 0,10 %, D 0,03 % a u vzorku A z nevápenaté zeminy 0,15 %.



Obr. 22: DKTA při 850 °C a výdrž 2 hodiny [14]

Z grafu lze vidět, že při vypalovacím režimu s výdrží 2 hodiny při teplotě 850 °C dojde k minimálnímu smrštění. Přičemž seřazeno sestupně je největší smrštění naměřeno u vzorku ze zeminy C a to 1,26 %, u vzorku ze zeminy E 0,77 %, dále jsou už smrštění mnohem menší. U zeminy F 0,17 %, vzorek B 0,1%, vzorek D 0,04 % a u nevápenaté zeminy A 0,15 %.

#### 7.4 Chemická analýza

Vzorek	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	MnO	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>
	[%]										
Zemina A	15,50	1,12	5,20	2,40	1,00	0,04	0,73	0,05	68,80	0,52	0,17
Zemina B	12,70	9,80	4,40	3,00	3,33	0,04	1,70	0,07	56,43	0,62	0,11
Zemina C	11,06	8,08	4,37	2,71	1,75	0,10	0,92	0,12	53,65	1,70	0,51
Zemina D	12,11	8,81	4,37	2,79	2,50	0,06	0,83	0,14	50,70	0,99	0,56
Zemina E	14,24	8,36	5,76	2,67	4,05	0,08	0,67	0,12	46,36	0,40	0,38
Zemina F	14,11	8,36	5,72	2,66	4,04	0,08	0,67	0,12	46,07	0,39	0,38

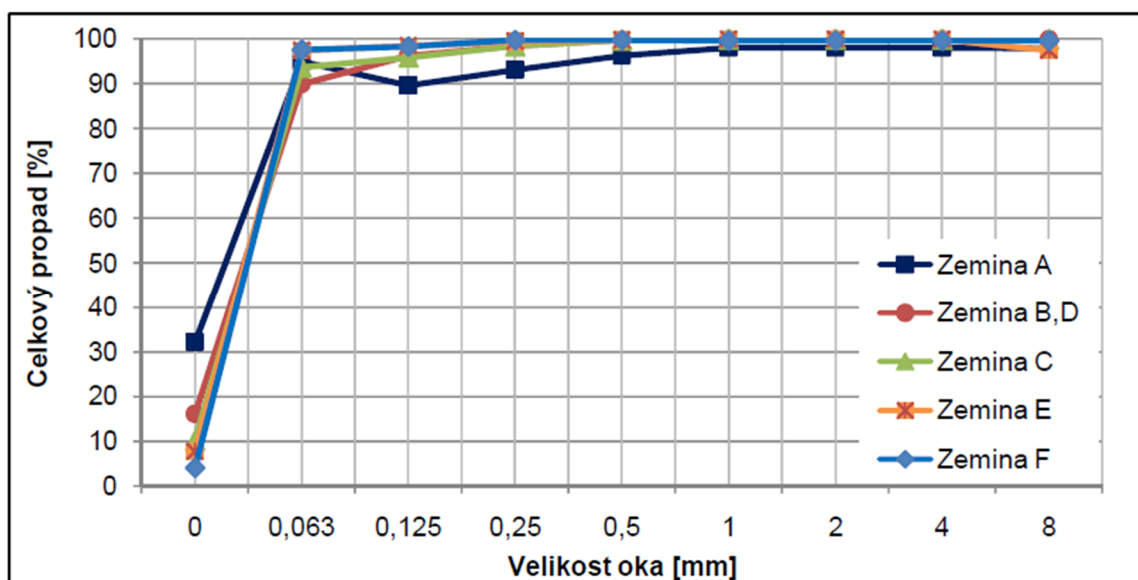
Tab. 6: Chemická analýza jednotlivých vzorků [15]

Podle chemické analýzy lze poznat procentuální obsah vápna v zeminách. Jak se dalo předpokládat, tak vzorek zeminy A, nevápenaté zeminy, obsahuje minimální podíl CaO. Oproti ostatním zeminám, kde se procentuálně pohybuje okolo 8,08 – 9,80 %.

## 7.5 Síťový rozbor plavením

velikost ok [mm]	podstíné [%]				
	zemina A	zemina B, D	zemina C	zemina E	zemina F
>8	97,9	99,9	99,9	97,4	99,6
4-8	98,0	99,9	99,9	99,9	99,6
2-4	98,0	99,9	99,9	99,9	99,6
1-2	98,1	99,9	99,9	99,9	99,6
0,5-1	96,3	99,8	99,7	99,8	99,8
0,25-0,5	93,0	98,5	98,4	99,4	99,8
0,125-0,25	89,6	96,3	95,8	98,4	98,3
0,063-0,125	95,0	89,6	93,6	97,4	97,6
<0,063	32,1	16,0	10,1	7,7	4,0

Tab. 7: Síťový rozbor plavením použitých zemin [15]



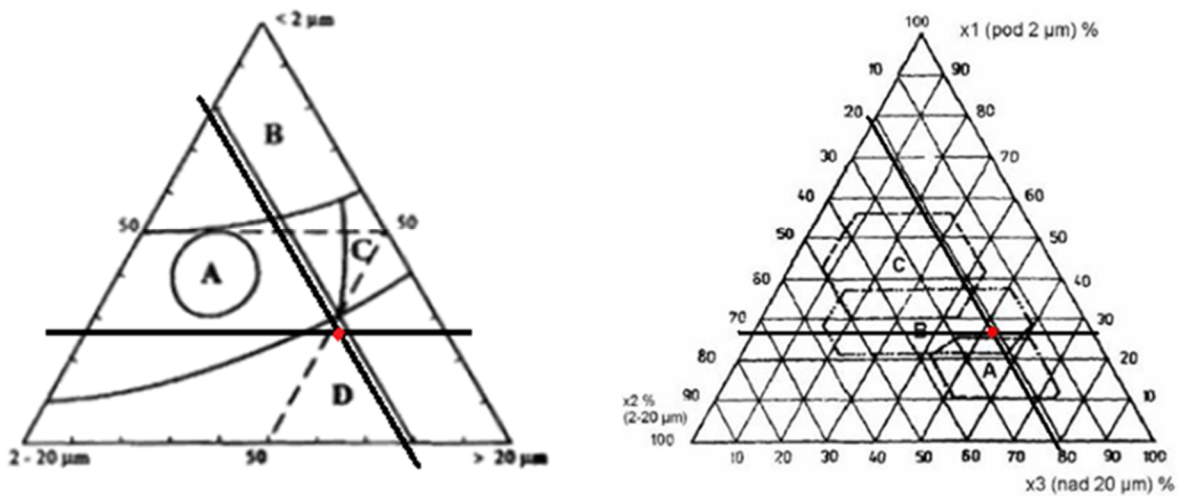
Obr. 23: Křivky zrnitosti jednotlivých zemin [15]

Z grafu lze vidět, že největší propad na síť okem <0,063 mm (odplavených částic) měla zemina A, tedy nevápnitá zemina, a to 32,1 %. Propady na tomto síti se postupně snižovaly až k nejmenší hodnotě a to u zeminy F, která měla odplavených částic na síti 0,063 mm jen 4,0 %.

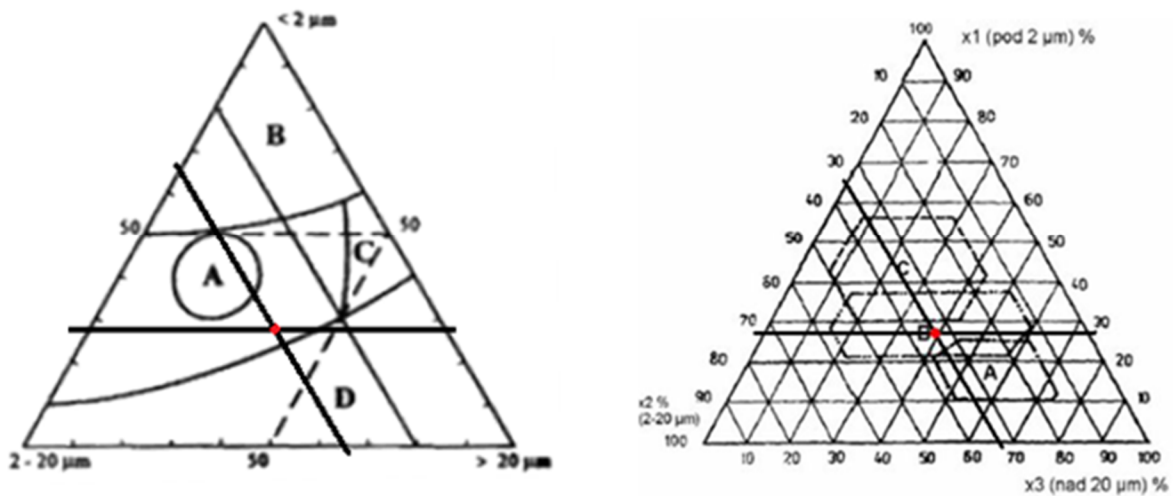
## 7.6 Sedimentační analýza

Velikost zrn [ $\mu\text{m}$ ]	Obsah zrn [%]				
	zemina A	zemina B, D	zemina C	zemina E	zemina F
0-2	27,5	27,6	38,4	26,7	30,0
2-20	20,9	33,9	29,5	25,1	29,2
20-63	51,6	38,4	32,1	48,2	51,9

Tab. 8: Vypočtené hodnoty sedimentační analýzy pro Winklerův diagram [15]

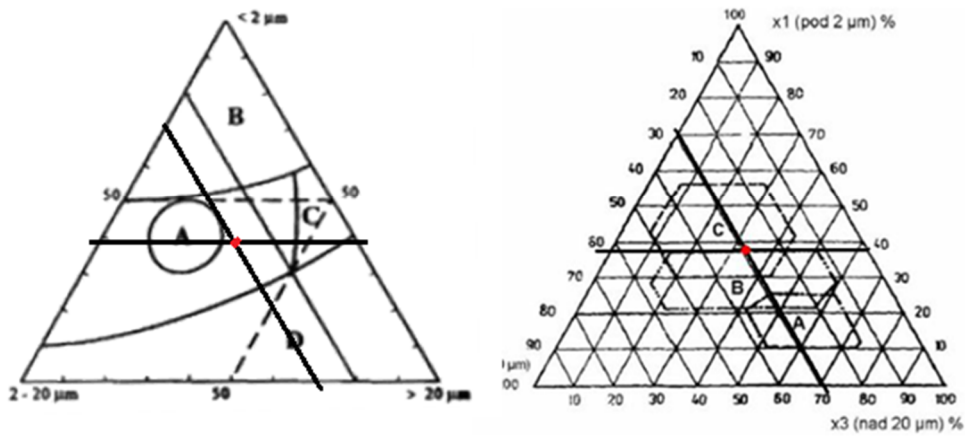


Obr. 24: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy A

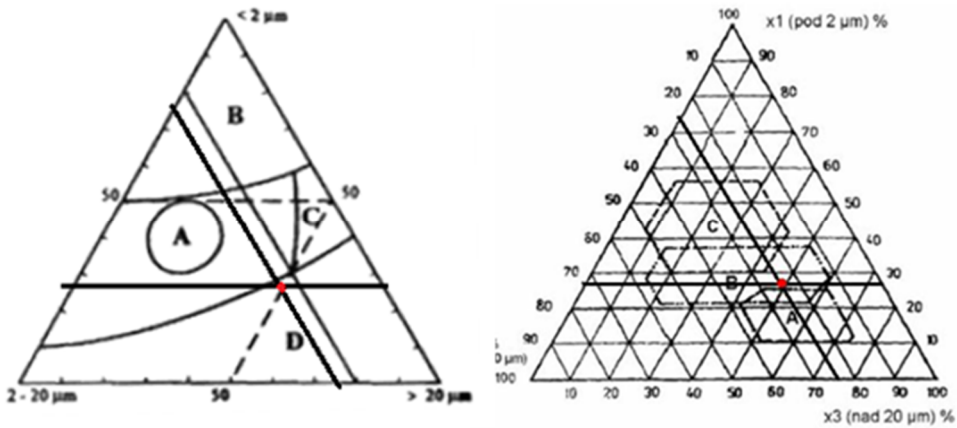


Obr. 25: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy B, D

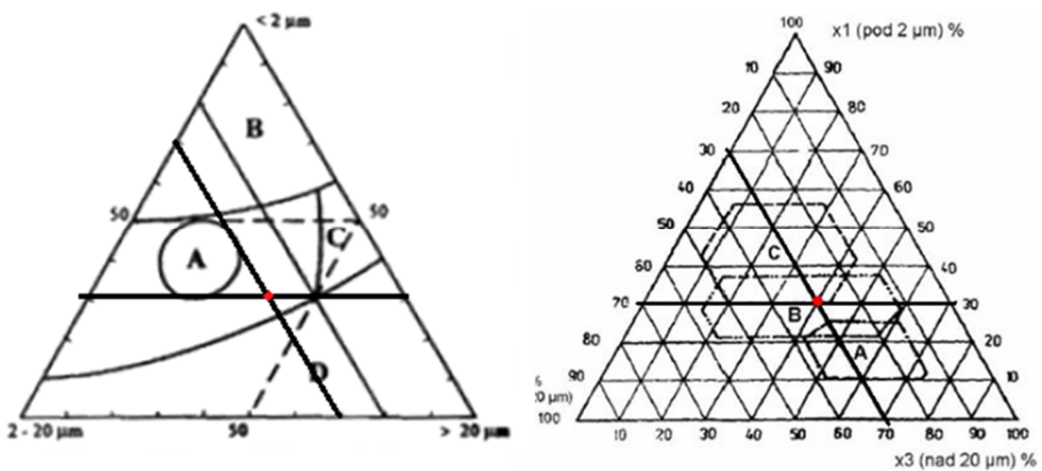




Obr. 26: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy C



Obr. 27: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy E



Obr. 28: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy F

Jak můžeme vidět na Winklerových diagramech, tak zemina A, B, D, E zapadá podle klasického diagramu do kategorie B, tj. děrované výrobky a zemina C do kategorie C, tj. tenkostěnné děrované výrobky. Zemina F se nachází na rozhraní kategorií C a B. Podle upraveného Winklerova diagramu, který znázorňuje mikrogranulometrické plastické suroviny pro cihlářské výrobky podle hutnosti výlisku, se nachází zeminy B, D, C a F v kategorii C, což značí malou pevnost výrobku (nemá střední frakci zrn). Zeminy A a E se nacházejí v kategorii D, která značí malou soudržnost těsta, nedostatek jíloviny ( $< 2\mu\text{m}$ ) k vazbě zrn.

## 8 Zkoušky plastického těsta

### 8.1 Plastičnost těsta podle Pfefferkorna

Vzorek	$h_0$ [mm]	$h_n$ [mm]	$d$ [-]	$w_p$ [%]
A	40,00	22,30	0,56	29,40
B	39,60	25,10	0,63	27,50
C	39,00	24,00	0,60	44,60
D	39,60	22,70	0,57	27,80
E	39,60	26,00	0,66	30,10
F	39,80	21,00	0,53	35,60

Tab. 9: Deformační poměr dle Pfefferkorna na zkoušených zeminách [15]

Deformační poměr těsta podle Pfefferkorna se vypočítá dle kapitoly 5.1 Stanovení plastičnosti podle Pfefferkorna. Z tabulky lze vidět, že největší deformační poměr s nejmenší pracovní vlhkostí má zemina B, která je nejplastičtější. Naopak nejmenší deformační poměr s druhou největší pracovní vlhkostí má zemina F, která je nejméně plastická.

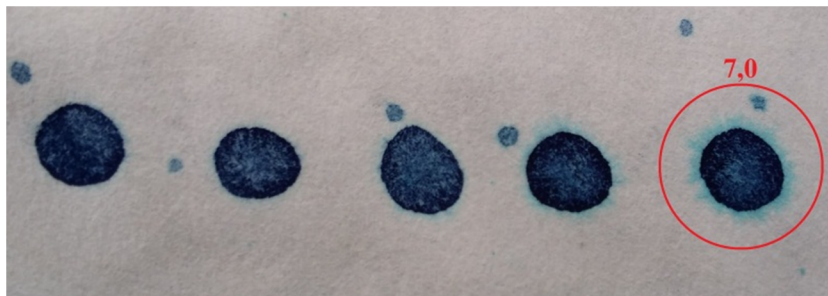
### 8.2 Sorpční zkouška metylenovou modří

Vzorek zeminy	navážka [g]	objem MM [ml]	MBI = $G_p$	stupeň plasticity
A	2,3419	7,0	2,99	málo plastická
C	1,3846	9,5	6,86	středně plastická
E	0,9547	6,0	6,28	středně plastická
F	2,1550	7,5	3,48	málo plastická

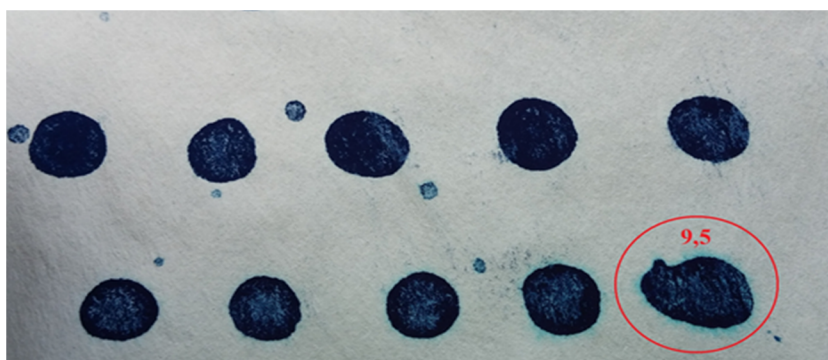
Tab. 10: Výsledky zkoušky methylenové modře



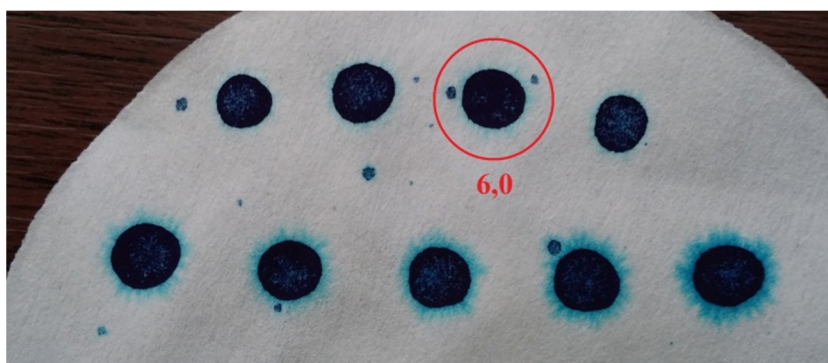
Nejnižší plastičnost vyšla u nevápnité zeminy A, o něco větší plastičnost a však stejně zařazená dle stupně plasticity, vyšla u zeminy F. Zeminy C a E jsou středně plastické. Na obrázcích jde vidět bod ekvivalence jednotlivých zemín.



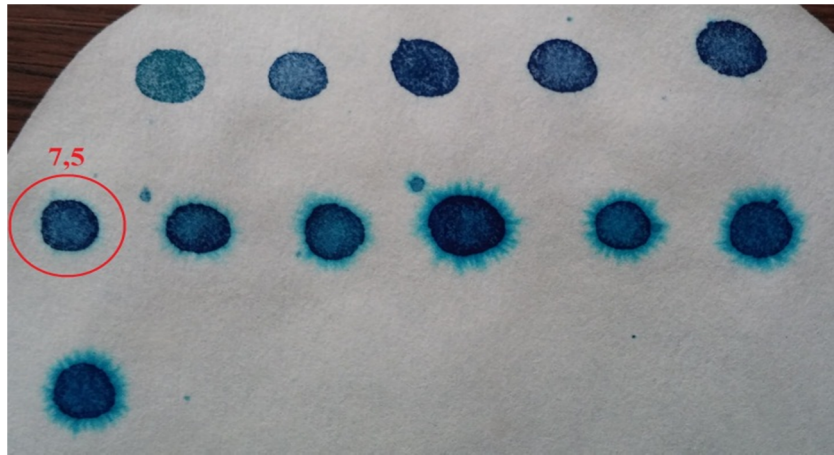
*Obr. 29: Bod ekvivalence pro zeminu A*



*Obr. 30: Bod ekvivalence pro zeminu C*



*Obr. 31: Bod ekvivalence pro zeminu E*



*Obr. 32: Bod ekvivalence pro zeminu F*

## Závěr

Cílem bakalářské práce bylo v teoretické části uceleně shrnout normové i nenormové metody posuzování plastičnosti hlín a jílu používané v České republice a v zahraničí. Praktickým výstupem je pak nalezení korelačních vztahů mezi stanovenou hodnotou sorpce methylenové modře a ostatními zvolenými zkouškami. Jedná se o plastičnost těsta podle Pfefferkorna, sedimentační analýzu, chemickou analýzu a srovnání množství použité MM zkoušených zemín oproti zemínám používaných v České republice.

Při porovnání výsledků methylenové modře s výsledky plastičnosti těsta dle Pfefferkorna, lze vidět, že u zeminy C nastává téměř největší deformační poměr díky největší pracovní vlhkosti. Z výsledků methylenové modře je zřejmé, že zemina C má největší plastičnost. To je zapříčiněno vysokým obsahem vody v zemině a jílové složky. Naopak nejmenší hodnoty nabývá dle pracovní vlhkosti zemina A, což se projevilo i na nejmenší plastičnosti.

Další je vztah mezi methylenovou modří a sedimentační analýzou, přesněji obsahu zrn do 2  $\mu\text{m}$  (jílová zrna). Největší obsah těchto zrn má zemina s největší plastičností, tedy zemina C. Nejmenší obsah těchto zrn má zemina A, její plastičnost je tedy nejmenší.

Z chemické analýzy pro posuzování plastičnosti je nejdůležitější obsah oxidu hlinitého a obsah vápna. Když se poměrově přepočítají tyto dva oxidy, zjistí se, že nejmenší rozdíl je u zeminy C, která vyšla dle sorpční zkoušky methylenovou modří jako nejplastičtější. Největší rozdíl je u zeminy A, což vyšlo i u methylenové modře. Je tedy nejméně plastická.

Pokud srovnáme množství použité methylenové modře na gram vzorku použitých zemín s vybranými jíly používaných v českém keramickém průmyslu, vychází zeminy následovně. Zemina C má největší podíl methylenové modře na gram vzorku a to 6,86 ml/g. Výsledkem se podobá jílu Kyš, který je řazen mezi kaolinitické jíly. Zemina E, s druhým největším množstvím methylenové modře 6,28 ml/g je nejvíce podobná kalu Ledce, což je jílový produkt kaolisu. Zemina F s podílem 3,48 ml/g se podobá jílu HC. Tento jíl je žáruvzdorný pórovitý keramický jíl. Nejnižší hodnota je u zeminy a=2,989 ml/g. Tento výsledek se nepodobá žádnému vzorovému jílu používaného v České republice.

Všechny zkoušky ukázaly, že zemina C je nejvíce plastická, což vyšlo i u sorpční zkoušky methylenové modře.

## Seznam zdrojů

- [1] Sokolář R., Keramika/Modul Bj01-M01. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta stavební, 2006. 176 s.
- [2] Sokolář R., Nevřivová L., Vodová L., Grygarová S., Žáruvzdorné jíly v ČR a metodika posuzování jejich vlastností. Brno: Akademické nakladatelství CERM s.r.o., 2012. 183 s. ISBN 978-80-7204-817-5.
- [3] Sokolář R., Smetanová L., Keramika – laboratoře/Modul BJ02-M01. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta stavební, 2006. 116 s.
- [4] Pytlík P., Sokolář R. Stavební keramika. Technologie, vlastnosti a využití. CERM Brno, 2002, ISBN 80-7204-234-3.
- [5] Hanykýř V., Kutzendörfer J., Technologie keramiky. Silikátový svaz, Praha 2008, ISBN 978-80-86821-48-1.
- [6] Kotásek M., Metody posuzování plastičnosti keramických surovin. Bakalářská práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2011. Vedoucí práce doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.
- [7] ČSN 72 1074, Stanovení optimální a pracovní vlhkosti keramických těst Pfefferkornovým přístrojem. Praha: Úřad pro normalizaci a měření, 1985. 10s.
- [8] ČSN CEN ISO/TS 17892 – 12, Geotechnický výzkum a zkoušení – Laboratorní zkoušky zemin – Část 12: Stanovení konzistenčních mezí.
- [9] ČSN 72 1029, Stanovení adsorpce vody podle Enslina.
- [10] ASTM C837 – 09, Standard Test Method for Methylene Blue Index of Clay. West Conshohocken, PA : ASTM International, 2003. 2s.
- [11] ČSN 72 1330, Jílové suroviny. Základní technické požadavky.
- [12] ČSN 72 1083, Technické rozbory keramických surovin.
- [13] ČSN 72 1565 – 3, Zkoušení cihlářských zemin – Část 3: Stanovení zrnitosti síťovým rozborem.
- [14] Nečasová Z., Možnosti rychlení doby odležení cihlářských zemin. Diplomová práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2012. Vedoucí práce doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.
- [15] Svobodová M., Charakteristika cihlářských zemin používaných pro výrobu tepleně izolačních tvarovek typu Therm. Bakalářská práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2013. Vedoucí práce doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.

[16] Pytlík P., Cihlářství. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 1995. 264 s, ISBN 80-14-0612-7.

[17] ČSN 72 1565 – CIHLÁŘSKÉ ZEMINY. Společná ustanovení.

[18] Sokolář R., Speciální keramika. Modul BJ14-M01. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2006. 67 s.

### **Internetové zdroje**

[19] Methylene blue [online]. [cit. 25.4.2014]. Dostupné z [www: http://en.wikipedia.org/wiki/Methylene\\_blue](http://en.wikipedia.org/wiki/Methylene_blue)

## Seznam obrázků

<i>Obr. 1: Doporučené hodnoty pro cihlářské zeminy [17]</i> .....	14
<i>Obr. 2: Klasifikace jílu, hlín a kaolinů dle granulometrie [1]</i> .....	15
<i>Obr. 3: Názvy jílu dle obsahu vápence [1]</i> .....	17
<i>Obr. 4: Struktura Si-O tetraedru (A) a Al-O-OH oktaedru (B) [1]</i> .....	20
<i>Obr. 5: Vzájemné ovlivňování RTG paprsků na atomech krystalu [3]</i> .....	22
<i>Obr. 6: Rentgenograf vápenné zeminy [3]</i> .....	23
<i>Obr. 7: Normalizované křivky DTA pro minerály vyskytující se v keramických surovinách. .</i>	24
<i>Obr. 8: Sedimentační metoda dle Andreasena.</i> .....	28
<i>Obr. 9: Upravený Winklerův diagram.</i> .....	28
<i>Obr. 10: Hustoměr podle Casagrandy [3]</i> .....	29
<i>Obr. 11: Penetrometr [8]</i> .....	30
<i>Obr. 12: Schéma Pfefferkornova přístroje [7]</i> .....	32
<i>Obr. 13: Kuželový plastometr podle Ničiporenka [3]</i> .....	36
<i>Obr. 14: Schéma měření plostometrem dle Ničiporenka [3]</i> .....	37
<i>Obr. 15: Kabusový přístroj [3]</i> .....	39
<i>Obr. 16: Enslinův přístroj [9]</i> .....	39
<i>Obr. 17: Roztok methylenové modře (vlevo) a strukturní vzorec methylenové modře C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>SCl (vpravo). [19]</i> .....	41
<i>Obr. 18: Bod ekvivalence na líci filtračního papíru</i> .....	42
<i>Obr. 19: Rentgenogram zkoušených zemin [14]</i> .....	45
<i>Obr. 20: Derivační termografie zkoušených zemin [14]</i> .....	46
<i>Obr. 21: DKTA zkušebních zemin [14]</i> .....	47
<i>Obr. 22: DKTA při 850 °C a výdrž 2 hodiny [14]</i> .....	48
<i>Obr. 23: Křivky zrnitosti jednotlivých zemin [15]</i> .....	49
<i>Obr. 24: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy A</i> .....	50
<i>Obr. 25: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy B, D</i> .....	50
<i>Obr. 26: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy C</i> .....	51
<i>Obr. 27: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy E</i> .....	51
<i>Obr. 28: Upravený (vlevo) a klasický (vpravo) Winklerův diagram zeminy F</i> .....	51
<i>Obr. 29: Bod ekvivalence pro zeminu A</i> .....	53
<i>Obr. 30: Bod ekvivalence pro zeminu C</i> .....	53
<i>Obr. 31: Bod ekvivalence pro zeminu E</i> .....	53

<i>Obr. 32: Bod ekvivalence pro zeminu F</i> .....	54
--	----

## **Seznam tabulek**

<i>Tab. 1: Požadavky kuželové penetrace [8]</i> .....	31
<i>Tab. 2: Číslo plasticity <math>PL_R</math> podle Reikeho [3]</i> .....	36
<i>Tab. 3: Plastičnosti suroviny podle adsorpce methylenové modře [10]</i> .....	43
<i>Tab. 4: Přehled použitých zemin</i> .....	44
<i>Tab. 5: Obsah vápence ve zkoušených zeminách</i> .....	47
<i>Tab. 6: Chemická analýza jednotlivých vzorků [15]</i> .....	48
<i>Tab. 7: Sítový rozbor plavením použitých zemin [15]</i> .....	49
<i>Tab. 8: Vypočtené hodnoty sedimentační analýzy pro Winklerův diagram [15]</i> .....	50
<i>Tab. 9: Deformační poměr dle Pfefferkorna na zkoušených zeminách [15]</i> .....	52
<i>Tab. 10: Výsledky zkoušky metylenové modře</i> .....	52