



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STAVEBNÍ

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING

ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT A DÍLCŮ

INSTITUTE OF TECHNOLOGY OF BUILDING MATERIALS AND COMPONENTS

VLIV TECHNOLOGIE VÝROBY NA VLASTNOSTI FORSTERITU

THE EFFECT OF PRODUCTION TECHNOLOGY ON THE PROPERTIES OF FORSTERITE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Martin Nguyen

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. RADOMÍR SOKOLÁŘ, Ph.D.

BRNO 2018



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STAVEBNÍ

Studijní program	N3607 Stavební inženýrství
Typ studijního programu	Navazující magisterský studijní program s prezenční formou studia
Studijní obor	3607T020 Stavebně materiálové inženýrství
Pracoviště	Ústav technologie stavebních hmot a dílců

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Student	Bc. Martin Nguyen
Název	Vliv technologie výroby na vlastnosti forsteritu
Vedoucí práce	doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.
Datum zadání	31. 3. 2017
Datum odevzdání	12. 1. 2018

V Brně dne 31. 3. 2017

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

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

PODKLADY A LITERATURA

- [1] Hanykýř, V., Kutzendorfer, J. Technologie keramiky. Vega 2001
[2] Tomšů, F., Palčo, Š. Žárovzdorné materiály IV. Netvarové žárovzdorné materiály. ČSVTS - Silikátová společnost ČR, 2009
[3] Kutzendorfer, J., Tomšů, F. Žárovzdorné materiály I. Základní pojmy, rozdělení, vlastnosti. ČSVTS - Silikátová společnost ČR, 2008.

ZÁSADY PRO VYPRACOVÁNÍ

Forsteritová keramika je v technické praxi využívána pro svou žárovzdornost a vysokou délkovou teplotní roztažnost. Výroba forsteritu není v současné době v ČR realizována.

Cíle diplomové práce lze definovat v následujících bodech:

- v rámci teoretické části práce popište doposud známé možnosti výroby forsteritu a charakterizujte jednotlivé suroviny, které je možno pro výrobu forsteritu použít,
- posuďte surovinové možnosti v ČR pro výrobu forsteritu a navrhnete nejvhodnější technologii jeho výroby,
- v rámci praktické části práce posuďte různé technologie výroby forsteritu (z hlediska složení surovinové směsi, způsobu vytváření a teploty výpalu) v kontextu s mineralogickým složením vzniklého střepu (RTG difrakční analýza) a jeho fyzikálně mechanickými vlastnostmi (pevnost, pórovitost, součinitel tepelné vodivosti, žárovzdornost, únosnost v žáru, odolnost proti změnám teploty).

Předpokládaný rozsah práce cca 60 stran.

STRUKTURA DIPLOMOVÉ PRÁCE

VŠKP vypracujte a rozčleňte podle dále uvedené struktury:

1. Textová část VŠKP zpracovaná podle Směrnice rektora "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchování vysokoškolských kvalifikačních prací" a Směrnice děkana "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchování vysokoškolských kvalifikačních prací na FAST VUT" (povinná součást VŠKP).
2. Přílohy textové části VŠKP zpracované podle Směrnice rektora "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchování vysokoškolských kvalifikačních prací" a Směrnice děkana "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchování vysokoškolských kvalifikačních prací na FAST VUT" (nepovinná součást VŠKP v případě, že přílohy nejsou součástí textové části VŠKP, ale textovou část doplňují).

doc. Ing. Radomír Sokolář, Ph.D.

Vedoucí diplomové práce

ABSTRAKT

Cílem této diplomové práce je posoudit vliv technologie výroby na vlastnosti forsteritu. Teoretická část obsahuje základní parametry a využití forsteritu v praxi současně s různými možnostmi výroby forsteritu. Hlavní důraz je kladen na charakteristiku surovin pro výrobu a také surovinové možnosti v České republice. Konec teoretické části obsahuje návrh technologie výroby forsteritu, který bude ověřen v praktické části.

Praktická část ověřuje použití různých surovin pro složení surovinové směsi. Na vyrobených zkušebních tělesech byla provedena rentgenová difrakční analýza, stanovení pevnosti v tahu za ohybu, součinitele tepelné vodivosti, zdánlivá pórovitost, objemová hmotnost, zdánlivá hustota, nasákavost, trvalé délkové změny v žáru, žárovzdornost, stanovení koeficientu teplotní roztažnosti, únosnost v žáru a odolnost proti náhlým změnám teplot. Na konci praktické části je poté ověření návrhu technologie výroby forsteritu.

KLÍČOVÁ SLOVA

Forsterit, žárovzdornost, technologie výroby, surovinové možnosti, pórovitost, teplotní roztažnost, reakce v pevné fázi

ABSTRACT

The main objective of this thesis is to evaluate the effect of production technology on the properties of forsterite. The theoretical part contains the fundamental parameters and the use of forsterite in the industry together with various possibilities of forsterite production. The main emphasis is placed on the characteristics of the raw materials for production as well as the raw materials possibilities of the Czech Republic. The end of the theoretical part contains a design for the production technology of forsterite, which will be verified in the practical part.

The practical part verifies the use of various raw materials for the composition of the raw material mixture. The created test specimens were subjected to the X-ray diffraction analysis, the determination of tensile bending strength, thermal conductivity coefficient, apparent porosity, bulk density, apparent density, water absorption, permanent change in dimension on heating, refractoriness, thermal expansion coefficient, refractoriness under load and the thermal shock resistance. At the end of the practical part is the verification of the design of the production technology of forsterite.

KEYWORDS

Forsterite, refractoriness, production technology, raw materials options, porosity, thermal expansion, solid state reaction

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE VŠKP

Bc. Martin Nguyen *Vliv technologie výroby na vlastnosti forsteritu*. Brno, 2018. 84 s., 26 s. příl. Diplomová 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 diplomovou práci zpracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 11. 1. 2018

Bc. Martin Nguyen
autor práce

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému vedoucímu diplomové práce panu doc. Ing. Radomírovi Sokoláři, Ph.D. za pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady a zkušenosti při zpracování mé diplomové práce.

Bc. Martin Nguyen
autor práce

Obsah

1 ÚVOD	11
2 TEORETICKÁ ČÁST	12
2.1 Základní parametry forsteritu.....	12
2.2 Využití forsteritu v praxi.....	13
2.3 Možnosti výroby forsteritu.....	14
2.3.1 Syntéza reakcí v pevné fázi	14
2.3.1.1 Výhody syntézy reakcí v pevné fázi.....	15
2.3.2 Syntéza metodou sol-gel.....	15
2.3.2.1 Výhody a využití metody sol-gel pro syntézu forsteritu	16
2.3.3 Mechanochemická syntéza	17
2.3.4 Mikrovlnná syntéza	17
2.4 Charakteristika surovin pro výrobu forsteritu	18
2.4.1 Mastek	18
2.4.2 Olivíny	19
2.4.3 Magnezit	19
2.4.4 Oxid hořečnatý	20
2.4.5 Hydroxid hořečnatý	20
2.4.6 Serpentin.....	21
2.4.7 Křemenné písky	21
2.4.8 Další suroviny obsahující oxid křemičitý.....	21
2.4.8.1 Zeolity	21
2.4.8.2 Koloidní oxid křemičitý	22
2.4.8.3 Křemičité úlety	22
2.5 Surovinové možnosti ČR	23
2.5.1 Surovina magnezit	23
2.5.2 Surovina oxid hořečnatý.....	23
2.5.3 Surovina mastek	23
2.5.4 Surovina křemenný písek	24
2.6 Návrh technologie výroby forsteritu	25
2.6.1 Technologie výroby litím ze suspenze	25
2.6.2 Technologie výroby tažením z plastického těsta.....	26
2.6.3 Technologie výroby lisováním z granulátu	27

3 PRAKTICKÁ ČÁST.....	28
3.1 Charakteristika vstupních surovin.....	28
3.1.1 Mastek	29
3.1.2 Magnezit	29
3.1.3 Oxid hořečnatý	29
3.1.4 Oxid křemičitý.....	29
3.1.5 Jíl B1.....	30
3.1.6 Kaolín Sedlec Ia.....	30
3.1.7 Pyrofosforečnan sodný technický.....	30
3.2 Návrh složení surovinové směsi	31
3.2.1 Porovnání jílu B1 a kaolínu Sedlec Ia ve směsi	31
3.2.2 Surovinová směs A.....	31
3.2.3 Surovinová směs B	33
3.2.4 Surovinová směs C	34
3.3 Metodika experimentů	36
3.3.1 Stanovení pevnosti v tahu za ohybu	36
3.3.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, objemové hmotnosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti	37
3.3.3 Stanovení trvalých délkových změn v žáru.....	38
3.3.4 Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou	38
3.3.5 Stanovení žárovzdornosti	39
3.3.6 Stanovení únosnosti v žáru	40
3.3.7 Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty	40
3.3.7.1 Metoda A	40
3.3.7.2 Metoda B	41
3.3.8 Stanovení součinitele tepelné vodivosti	41
3.3.9 Stanovení mineralogického složení.....	41
3.4 Příprava zkušebních vzorků	42
3.4.1 Příprava licí suspenze	42
3.4.2 Příprava plastických těst.....	44
3.4.3 Příprava směsi na suché lisování	45
3.4.4 Výpal zkušebních vzorků	45

3.5	Výsledky prováděných experimentů.....	46
3.5.1	Rentgenová difrakční analýza	46
3.5.2	Pevnost v tahu za ohybu	49
3.5.3	Stanovení součinitele tepelné vodivosti	50
3.5.4	Stanovení zdánlivé pórovitosti	51
3.5.5	Stanovení objemové hmotnosti	52
3.5.6	Stanovení zdánlivé hustoty	54
3.5.7	Stanovení nasákavosti	55
3.5.8	Stanovení trvalých délkových změn v žáru.....	57
3.5.9	Stanovení žárovzdornosti	59
3.5.10	Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou.....	60
3.5.11	Stanovení únosnosti v žáru.....	62
3.5.12	Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty.....	63
3.6	Ověření návrhu technologie výroby forsteritu	64
3.6.1	Ověření technologie výroby litím ze suspenze.....	64
3.6.2	Ověření technologie výroby z plastického těsta	65
3.6.3	Ověření technologie výroby lisováním z granulátu.....	66
4	ZÁVĚR	67
	Seznam použité literatury	72
	Seznam použitých zkratk a symbolů.....	81
	Seznam použitých obrázků	82
	Seznam tabulek	83
	Seznam grafů	84
	Přílohy.....	85

1 ÚVOD

Cílem této diplomové práce je posouzení vlivu technologie výroby na vlastnosti forsteritu. Teoretická část obsahuje základní parametry a využití forsteritu v praxi současně s různými doposud známými možnostmi výroby forsteritu. Hlavní důraz je kladen na charakteristiku surovin pro výrobu surovinové směsi a také jsou posouzeny surovinové možnosti v České republice. Konec teoretické části je zaměřen na návrh technologie výroby forsteritu, který bude ověřen v praktické části.

Praktická část ověřuje použití různých surovin z hlediska složení surovinové směsi. Zkušební tělesa byla vyrobena třemi různými způsoby vytváření pro zohlednění jejich vlivu na výsledné vlastnosti. Zkušební tělesa byla poté vypálena na tři různé vypalovací teploty pro zohlednění vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti.

Na vypálených zkušebních tělesech byla provedena rentgenová difrakční analýza pro stanovení mineralogického složení a fyzikálně mechanické vlastnosti zkušebních těles byly stanoveny těmito zkouškami: pevnost v tahu za ohybu, součinitel tepelné vodivosti, zdánlivá pórovitost, objemová hmotnost, zdánlivá hustota, nasákavost, trvalé délkové změny v žáru, žárovzdornost, koeficient teplotní roztažnosti, únosnost v žáru a odolnost proti náhlým změnám teplot. Konec praktické části poté ověřuje návrh technologie výroby forsteritu z teoretické části.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Základní parametry forsteritu

Forsterit je minerál, který patří do skupiny olivínů. Konkrétně je to koncový člen izomorfní řady olivínů, který obsahuje majoritní podíl hořčíku. Chemický vzorec forsteritu je $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$, obsahuje tedy 2 moly oxidu hořečnatého a jeden mol oxidu křemičitého.

V přírodě se čistý minerál forsterit vyskytuje velmi zřídka, většinou lze v přírodě nalézt olivín, jehož chemický vzorec je $(\text{Mg}^{2+}, \text{Fe}^{2+})_2[\text{SiO}_4]$, s příměsí 10-25 % fayalitu, což je druhý krajní člen skupiny olivínů, který obsahuje železo. Forsterit se většinou nalézá v bazických vyvřelinách nebo metamorfovaných dolomitech. ^{[1] [2]}

Forsterit byl pojmenován po Jacobu Forsterovi, což byl londýnský sběratel a obchodník s minerály. ^[3] Forsterit drahokamové kvality se nazývá peridot a obsahuje více než 90 % forsteritu a méně než 10 % fayalitu. Právě malé množství železa dodává forsteritu jeho zelenou barvu. Čistý minerál forsterit je bezbarvý a průhledný. ^{[4] [5]}

Světová naleziště forsteritu s vysokou čistotou se nacházejí v USA, Číně, Vietnamu, Pákistánu, Myanmaru či na ostrově Zabargad, který leží u pobřeží Egyptu. ^[6]



Obr. 1 - Zelený forsterit s příměsí fayalitu (vlevo) a čistý průhledný forsterit (vpravo) ^[7]

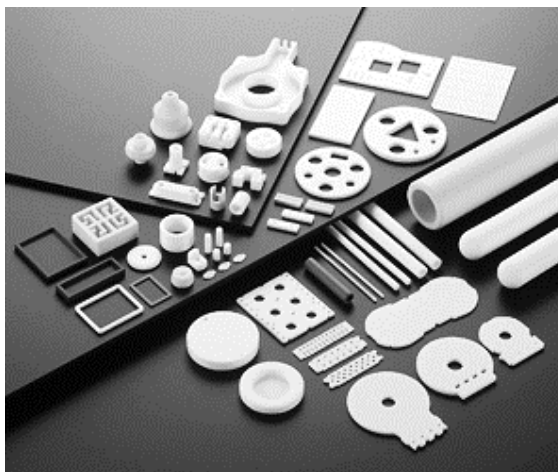
Tab. 1: Fyzikální a chemické parametry forsteritu

Chemický vzorec:	2MgO·SiO ₂
Chemické složení:	57,29 % MgO + 42,71 % SiO ₂
Krystalografická soustava:	kosočtverečná
Tvrdość dle Mohse:	7
Molární hmotnost:	140,69 g/mol
Hustota:	3 270 kg·m ⁻³
Teplota tání:	1 890°C
Žárovzdornost:	1 850°C [8] [9]
Únosnost v žáru:	1 600°C [9]
Součinitel tepelné vodivosti při 1 000°C:	3,0 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ [2]
Součinitel tepelné vodivosti při 30-100°C:	1,4 – 4,0 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ [10]
Poměrná délková teplotní roztažnost při 20-1000°C	1,10 % [2]
Koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{30-100^\circ\text{C}}$:	8·10 ⁻⁶ – 11·10 ⁻⁶ K ⁻¹ [10]
Koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{120-1890^\circ\text{C}}$:	28·10 ⁻⁶ – 45·10 ⁻⁶ K ⁻¹ [11] [12]
Koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{20-1650^\circ\text{C}}$:	27·10 ⁻⁶ – 52·10 ⁻⁶ K ⁻¹ [13]

2.2 Využití forsteritu v praxi

Forsterit je primárně využíván jako žárovzdorný materiál, a to díky vysoké teplotě tání 1 890°C a žárovzdornosti až 1 850°C [8] [9]. Dalším důležitým parametrem forsteritu je koeficient délkové teplotní roztažnosti, který je s rostoucí teplotou velmi podobný kovům. Proto je forsteritová keramika hojně využívána v elektrotechnice. [10]

Žárovzdornou forsteritovou keramiku lze také využít pro méně namáhaná místa vyzdívků hutnických pecí. [14][15] Speciální využití nachází forsteritová keramika například jako součást jádra rezistorů či substrátu pro rezistory. [16] Další možností využití forsteritu je při výrobě palivových článků s tuhými oxidy (SOFC), kde forsterit působí jako porézní podpora pro elektrodu palivového článku. [17] [18]



Obr. 2 – Elektronické forsteritové součástky vyráběné firmou Kyocera [16]

Současné studie vyšetřují použitelnost forsteritu jako biomateriálu pro biomedicínské aplikace. Forsterit vykazuje velmi dobrou biokompatibilitu s živou tkání a jeho nanokrystalická struktura má velmi vysokou lomovou houževnatost. ^{[19] [20]}

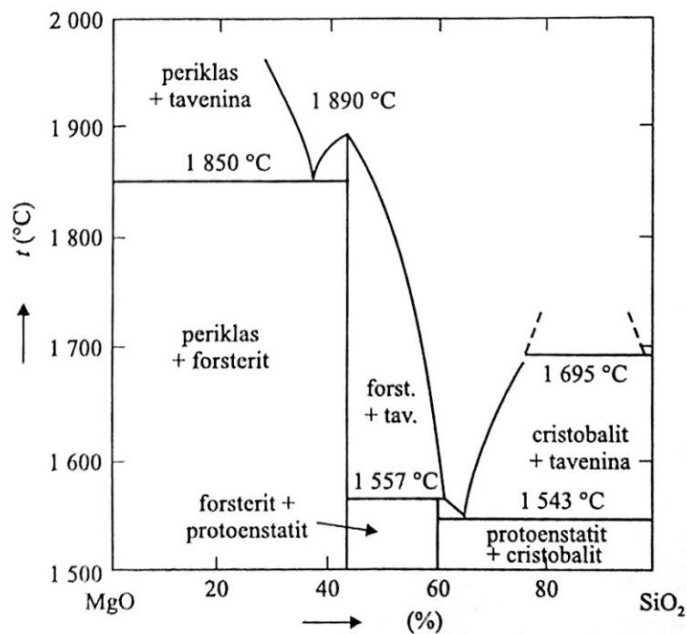
2.3 Možnosti výroby forsteritu

Forsterit lze produkovat mnoha různými způsoby výroby. Ať už se jedná o různé metody syntézy, jako je syntéza reakcí v pevné fázi ^{[10][21][22]}, syntéza forsteritu metodou sol-gel ^{[19] [23] [24] [25] [26]}, mechanochemická syntéza ^{[27][28]} či mikrovlnná syntéza ^[29].

2.3.1 Syntéza reakcí v pevné fázi

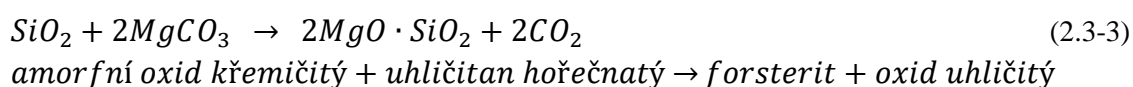
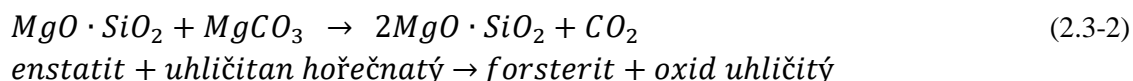
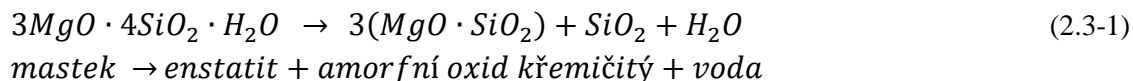
Tento druh syntézy je jedním z nejvíce používaných jak v minulosti, tak v současnosti. Je poměrně technologicky nenáročný a patří k jedné z nejstarších metod pro syntézu anorganických pevných látek. Podstatou je vytvoření směsi ze dvou a více vstupních surovin, které je potřeba důkladně homogenizovat, vhodná je také úprava jejich granulometrie pomletím, což vede ke zvětšení měrného povrchu částic. ^[30]

Pevné látky se sebou běžně za pokojové teploty a během krátkého časového intervalu nereagují. K tomu je zapotřebí jim dodat energii ve formě tepla, zahřát je tedy obvykle i přes 1 000°C. Dodáním potřebné energie vstupním surovinám obvykle dojde k reakci, která probíhá značnou rychlostí. Mezi faktory, které ovlivňují rychlost a proveditelnost reakce, náleží měrný povrch vstupních surovin, jejich reaktivita, nebo reakční podmínky. ^[30]



Obr. 3 - Rovnovážný fázový diagram binární soustavy MgO-SiO₂ ^[10]

Podle V. Hanykýře a J. Kutzendörfera^[10] lze syntetizovat forsterit reakcí v pevné fázi z mastku a magnezitu jako vstupních surovin. Molární poměr oxidu hořečnatého k oxidu křemičitému je požadován 2:1, aby byl zachován stechiometrický poměr forsteritu $2MgO \cdot SiO_2$. Syntéza reakcí v pevné fázi probíhá dle následujících chemických rovnic:



Nejintenzivněji probíhá syntéza forsteritu reakcí v pevné fázi z výše uvedených vstupních surovin při teplotách výpalu v intervalu 1 100°C – 1 300°C. Pro plastifikaci směsi je vhodné přidání menšího množství jílů a plastické těsto pak lze tvarovat vakuovým šnekovým lisem.^[10]

2.3.1.1 Výhody syntézy reakcí v pevné fázi

Největší výhodou této syntézy je především technologická nenáročnost na vybavení. Jedná se také o nejrozšířenější metodu výroby keramiky a je využívána většinou keramických závodů po světě. Vstupními surovinami jsou většinou pevné a krystalické látky, jejichž pořízení je ekonomicky výhodnější, než například prekurzory pro syntézu metodou sol-gel. Homogenizace vstupních surovin pak probíhá při jejich mletí.^[10]

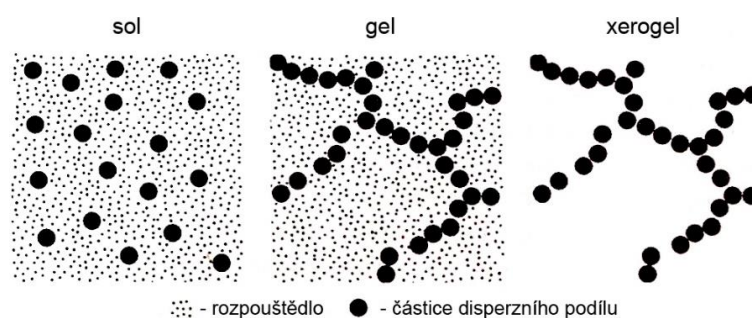
2.3.2 Syntéza metodou sol-gel

Metoda sol-gel má širokou použitelnost v materiálovém inženýrství a je velmi využívána chemická metoda přípravy speciálních nekovových materiálů, zvláště pak pro přípravu vrstev modifikujících fyzikální a chemické vlastnosti různých substrátů. V principu se jedná o skupinu přesně určených postupů pro přípravu materiálů, jejichž cílem je homogenizace výchozích složek do formy roztoku (mokrý proces).^[31]

Sol je málo koncentrovaný koloidní roztok, který je stabilní. Stabilita solu je zajištěna pomocí molekul rozpouštědla, kterým jsou koloidní částice obaleny a tím se zabrání, aby navzájem interagovaly. Dalším kritériem stability solu je i vznik elektrické dvojvrstvy na povrchu koloidních částic, na které působí odpuzivá elektrostatická síla.

Gel vzniká ze solu procesem zvaným gelace, kdy dochází k vzájemné interakci mezi koloidními částicemi solu a k jejich prostorovému propojení. Při gelaci dochází k růstu viskozity a výsledný gel má již stálý tvar, je pružný a jeho struktura je tvořena vysoce porézní prostorovou sítí s rozpouštědlem v pórech.

Xerogel je dehydratovaný gel, který vzniká opatrným odpařením rozpouštědla z pórovité struktury. Vznikne tak tuhý materiál se vzduchem v pórech, který je vysoce porézní a má vyšší měrný povrch. [31]



Obr. 4 - Schematické vyjádření struktury solu, gelu a xerogelu^[31]

2.3.2.1 Výhody a využití metody sol-gel pro syntézu forsteritu

Primární výhodou užití metody sol-gel pro syntézu forsteritu je velikost částic v řádu nanometrů, které vykazují zlepšené vlastnosti než částice větší. Mezi tyto vlastnosti náleží hlavně výborná homogenita a čistota produktů, zvýšená pevnost, vysoká tvrdost, vyšší rychlost difúze a snížení doby anebo teploty slinování. Nevýhodou metody sol-gel je vyšší cena prekurzorů. [24] [32]

Nanočástice forsteritu připravené metodou sol-gel jsou použitelné například jako aktivní médium pro laditelné lasery díky vysoké žárovzdornosti, chemické stability, izolačním vlastnostem za vysokých teplot a teplotní roztažnosti. [17] Další využití nanočástic forsteritu, díky nízké dielektrické konstantě a shodném koeficientu teplotní délkové roztažnosti s kovy, je například u LTCC (*low temperature co-fired ceramics* neboli „nízkoteplotně vypalovaná keramika“), která se používá pro výrobu různých elektronických součástek. [33]

Další zkoumané využití forsteritových nanočástic je v biomedicíně, díky biokompatibilitě forsteritu s živou tkání a také jeho mechanickým vlastnostem. [19] Siyu Ni et al. [34] zjistili, že forsterit připravený metodou sol-gel má ideální vlastnosti – optimální pevnost v ohybu a lomovou houževnatost, pro jeho použití jako biomateriál.

2.3.3 Mechanochemická syntéza

Mechanochemická syntéza spočívá v reakci za účasti mechanicky dodané energie (mechanická aktivace) reaktantům pomocí kulového mlýna či podobného zařízení. Mechanická aktivace výchozích složek většinou trvá několik hodin s následným tepelným zpracováním. Výhodou tohoto procesu je snížení vypalovací doby a teploty, nevýhodou je riziko vnesení nečistot při mechanické aktivaci. ^[35] ^[27]

M. H. Fathi a M. Kharaziha ^[28] zkoumali vliv fluoru na výrobu nanokrystalického forsteritu během mechanochemické syntézy. Nejlepšího výsledku dosáhli mechanickou aktivací magnezitu a amorfního oxidu křemičitého po dobu 5 hodin a následným tepelným zpracováním při 900°C po dobu jedné hodiny. Tímto procesem vznikl nanokrystalický forsterit se střední velikostí částic 30 nm.

2.3.4 Mikrovlnná syntéza

Patří mezi nové a stále se vyvíjející metody syntézy. Principem je využití mikrovlnného záření na vstupní suroviny, které využívá vysokofrekvenčních elektromagnetických vln. Tyto elektromagnetické vlny působí na molekuly směsi surovin, čímž dojde k jejich rozkmitání a tím se směs ohřívá. ^[36] ^[37]

H. B. Bafrooei et. al. ^[29] zkoumali využití mikrovlnné syntézy forsteritu společně s vysokoenergetickým mletím v kulovém mlýně. Vstupními surovinami byl koloidní oxid křemičitý a hydroxid hořečnatý. Velikost částic vstupních surovin byla v řádech mikrometrů. Směs surovin byla poté pomleta v kulovém mlýně po různé doby mletí od 15 minut po 40 hodin. Kalcinace pomleté směsi pak probíhala při 500-1200°C pomocí mikrovlnného ohřevu. Slinování probíhalo dvěma způsoby, a to reakcí v pevné fázi a pomocí mikrovln. Čistý krystalický forsterit vznikl již při teplotě slinování 900°C a s rostoucí teplotou výpalu rostla také velikost částic ze 45 nm při 900°C až na 64,5 nm při 1200°C.

Mikrovlnná syntéza měla oproti syntéze reakcí v pevné fázi výhodu v menší velikosti zrn, vyšší relativní hustotu, která vedla k lepšímu zhutnění a rovnoměrnějšímu růstu zrn forsteritu při stejných teplotách výpalu. ^[29]

2.4 Charakteristika surovin pro výrobu forsteritu

Chemický vzorec forsteritu je $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$, skládá se tedy ze dvou molů oxidu hořečnatého a jednoho molu oxidu křemičitého. Suroviny pro výrobu forsteritu tedy musí obsahovat tyto oxidy. Mezi surovinu, jež obsahuje oba oxidy a je cenově dostupná patří mastek s chemickým vzorcem $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$. Mastek je hojně využíván při výrobě forsteritu syntézou reakcí v pevné fázi. ^{[10][21][38]}

Dalšími surovinami, které obsahují jak oxid hořečnatý, tak oxid křemičitý jsou ultrabazické horniny bohaté na olivíny, jako jsou dunity či peridoty, které s magnezitem jako korekční surovinou po výpalu vytvoří forsterit. ^[9]

Mezi suroviny, které obsahují oxid hořečnatý a lze je použít pro výrobu forsteritu, patří magnezit ^{[10][38]}, magnézie (oxid hořečnatý) ^{[21][38]}, hydroxid hořečnatý ^[29] nebo serpentiny ^[39]. Mezi suroviny obsahující oxid křemičitý patří primárně křemenné písky ^[40], avšak lze využít i jiné suroviny obsahující oxid křemičitý jako syntetické zeolity ^{[41][17]}, koloidní oxid křemičitý ^[19] či křemičité úlety ^{[29][42]}.

Jako suroviny pro výrobu forsteritu metodou sol-gel lze použít hořečnaté prekurzory hexahydrát dusičnanu hořečnatého ^{[19][24]}, či tetrahydrát octanu hořečnatého ^[23]. Jako křemičitý prekurzor pak tetraethyl ortosilikát (tetraethoxysilan) ^[24].

2.4.1 Mastek

Mastek, jehož chemický vzorec je $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$, je vodnatý druh křemičitanu hořečnatého s kryptokrystalickou strukturou a velikostí krystalů v řádech mikrometrů. ^[43] Svůj název získal podle toho, že je na dotek mastný. Podle Mohsovy stupnice tvrdosti se jedná o nejměkčí minerál s tvrdostí 1. Mastek se v minulosti těžil u Sobotína, v dnešní době se nejbližší k ČR těží na Slovensku a v Rakousku, v Evropě dále pak ve Francii a Finsku, kde se obě země podílejí na více než 60 % produkce mastku v Evropě. ^[44]

V roce 2015 se na světě vytěžilo přibližně 8 200 000 tun mastku a největšími světovými producenty mastku v roce 2015 byla Čína (27 % světové produkce), Indie (9 % produkce) a Mexiko (9 % světové produkce). ^[45]

Mastek se v průmyslu používá především jako plnivo do barev, plastů, ve farmaceutickém průmyslu, do adheziv a barev. Také je hojně využíván v papírenském průmyslu jako surovina. ^[44] V keramickém průmyslu je mastek využíván při výrobě kameniny a porcelánu a taktéž pro žárovzdornou steatitovou keramiku k výrobě izolátorů vysokého napětí a cordieritovou keramiku, která vyniká nízkým koeficientem délkové teplotní roztažnosti. ^[10]

2.4.2 Olivíny

Olivíny jsou nesilikáty ostrůvkovitého typu, krystalují v kosočtverečné soustavě. Chemický vzorec olivínů je $(\text{Mg}, \text{Fe})_2[\text{SiO}_4]$, kde podíl hořčíku a železa je proměnlivý a závisí na podmínkách při jeho krystalizaci. Krajní člen izomorfní řady olivínů bohatý na hořčík je forsterit $\text{Mg}_2[\text{SiO}_4]$ a krajní člen bohatý na železo je fayalit $\text{Fe}_2[\text{SiO}_4]$. ^[46]

Podle P. P. Budnikova ^[9] se v Rusku vyrábí forsterit z ultrabazických hornin dunitu a peridotu s přidáním magnezitu jako korekční složky pro oxid hořečnatý. Dunit je hornina, která obsahuje více než 90 % olivínů ^[47] a peridot je odrůda forsteritu. ^[5]

2.4.3 Magnezit

Surový magnezit má chemické složení MgCO_3 (uhličitan hořečnatý), má bílou barvu a v přírodě se vyskytuje jako klencový minerál i hornina. Vzniká metamorfní přeměnou serpentínů nebo sedimentárně vysrážením z mořské vody při evaporaci. Magnezitové horniny obsahují oxidy železa, křemíku, hliníku a uhličitanu vápenatého. Čistý magnezit obsahuje 47,82 % MgO a 52,18 % SiO_2 . Velká ložiska krystalického magnezitu se nacházejí na Slovensku (Jelšava). ^[43]

Tvrдость magnezitu dle Mohsovy stupnice je 3,5–4. Kalcinací magnezitu vzniká oxid hořečnatý a oxid uhličitý, počátek kalcinace začíná již při 450°C a do 900°C vzniká měkce pálený vysoce reaktivní oxid hořečnatý, nad 900°C vzniká ostře pálený nereaktivní oxid hořečnatý, který je vhodnější jako surovina pro žárovzdorné materiály. ^[10] Magnezit je ve vyšší míře využíván jako surovina pro výrobu žárovzdorných cihel do pecí, dále k výrobě porcelánu, hořečnatých glazur a Sorelovy hořečnaté maltoviny. ^{[48] [49]}

2.4.4 Oxid hořečnatý

Magnézie je obecný název pro oxid hořečnatý, chemický vzorec MgO. V přírodě se oxid hořečnatý nachází jako minerál periklas. Synteticky vzniká oxid hořečnatý kalcinací magnezitu. Při teplotách do 900°C vzniká měkce pálená, kyprá, hygroskopická a reaktivní magnézie. ^[43]

Oxid hořečnatý je z ekonomického hlediska jako základní surovina výhodnější, protože odpadá nákladná kalcinace magnezitu, jenž obsahuje 52,18 % oxidu uhličitého, jenž se při výpalu uvolňuje do okolí. Teplota tání čistého oxidu hořečnatého je 2 852°C. Úplná kalcinace magnezitu nastává při 900°C podle této rovnice ^[2]:



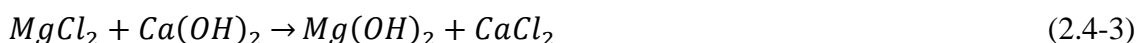
Díky vysoké teplotě tání je oxid hořečnatý hojně používán jako surovina pro přípravu žárovzdorných výrobků. Také jej lze použít jako surovinu pro výrobu Sorelovy hořečnaté maltoviny nebo pro výrobu nátěrových hmot, protože má vysokou bělost. ^[48]

2.4.5 Hydroxid hořečnatý

Hydroxid hořečnatý má chemický vzorec Mg(OH)₂ a v přírodě se nachází jako minerál brucit. Synteticky vyráběný hydroxid hořečnatý lze získat z mořské vody, ze které nejprve izolujeme roztok chloridu hořečnatého MgCl₂ a smícháním s hydroxidem sodným vzniká ve vodě nerozpustný hydroxid hořečnatý Mg(OH)₂ a roztok chloridu sodného podle následující rovnice ^[48]:



Další možností získání hydroxidu hořečnatého je ze solanek obsahujících chlorid hořečnatý, kdy přidáním hašeného vápna vzniká ve vodě rozpustný chlorid vápenatý a hydroxid hořečnatý tak lze snadno odfiltrovat. Tato reakce probíhá dle následující rovnice:



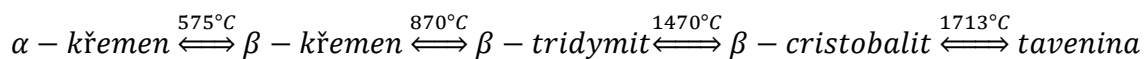
Hydroxid hořečnatý se jako surovina nejvíce používá v papírenském průmyslu pro zpracování dřeva, či jako konzervant v potravinářském průmyslu. ^[48]

2.4.6 Serpentin

T. W. Cheng et al. [39] zkoumali využitelnost odpadních zbytků drceného serpentinu pro výrobu forsteritové keramiky. Na Tchaj-wanu se nachází přes 40 lomů serpentinu, z nichž vznikají tisíce tun odpadu jako podsítný zbytek, který nemá komerční využití. Teoretické složení serpentinu je 34 % SiO₂, 44 % MgO a 6 % Fe₂O₃. Přidáním zdroje oxidu hořečnatého lze získat forsterit o čistotě až 85 %. Výsledky studie prokázaly, že přidáním zdroje oxidu hořčíku k serpentinu lze získat forsterit při teplotách výpalu do 1 500°C. Použití serpentinu tedy umožňuje jeho využití jako potenciální suroviny pro výrobu forsteritu s příznivým ekonomickým faktorem – cenou pořízení suroviny, která v roce 2 000 byla přibližně 500 Kč za tunu. [39]

2.4.7 Křemenné písky

Křemenný písek je surovina s vysokým obsahem oxidu křemičitého SiO₂. V přírodě se vyskytuje ve značném množství jako minerál křemen. Krystaluje v klencové soustavě a dle Mohsovy stupnice tvrdosti má tvrdost 7. Hustota křemene je 2 650 kg·m⁻³ a molární hmotnost oxidu křemičitého 60,085 g·mol⁻¹. [50] Křemenné písky jsou v keramickém a sklářském průmyslu běžně používanou surovinou. Teplota tání čistého oxidu křemičitého je 1 713°C. Mezi základní modifikace oxidu křemičitého patří [43]:



V České republice se nacházejí tři významné oblasti s významnými ložisky křemenných písků. Mezi tyto oblasti patří oblast Střelečská, Provodínská a Adršpašská.

2.4.8 Další suroviny obsahující oxid křemičitý

Mezi další suroviny, které obsahují oxid křemičitý, patří syntetické zeolity [41] [17], koloidní oxid křemičitý [19], či křemičité úlety [29] [42].

2.4.8.1 Zeolity

Zeolity jsou mikroporézní aluminosilikáty, které se průmyslově používají jako adsorbenty a katalyzátory. [51] Do konce roku 2016 bylo identifikováno přes 40 v přírodě se vyskytujících zeolitových struktur a přes 230 průmyslově vyráběných zeolitových struktur. [52] Zeolity se vyznačují tím, že mají porézní strukturu a v těchto pórech se nachází kationty sodíku, hořčíku, vápníku, či draslíku. [53]

Kosanović et al. [41] studovali použití synteticky vyrobených zeolitů s amonnými kationty ve struktuře. Tyto křemičité prekurzory byly použity kvůli úzkému rozdělení velikosti částic, která zaručuje lepší kontrolu nad mikrostrukturou výsledné keramické fáze. Nevýhodou použití zeolitů je přítomnost Al-spinelů v množství okolo 20 % v keramickém střepu. Výhodou zeolitů je jejich poměrně snadná výroba a komerční dostupnost.

2.4.8.2 Koloidní oxid křemičitý

Koloidní oxid křemičitý je synteticky vyráběný sol amorfního oxidu křemičitého s velikostí částic pod 1 μm dispergovaných v kapalině. Koloidní oxid křemičitý se většinou vyrábí neutralizací sodného vodního skla pomocí kyseliny sírové. Takto vzniká vysoce čistý sol oxidu křemičitého. [54]

M. Kharaziha a M. H. Fathi [19] použili jako křemičitý prekurzor 34% disperzi koloidního oxidu křemičitého spolu s hexahdrátem dusičnanu hořečnatého k syntéze forsteritu metodou sol-gel. Výsledný forsterit měl velmi vysokou čistotu a velikost částic 25-45 nm při kalcinační teplotě 800°C.

2.4.8.3 Křemičité úlety

Křemičité úlety jsou amorfni pórovitá látka s velmi nízkou sypnou hmotností a vyšším měrným povrchem. Vyrábí se pyrolýzou chloridu křemičitého či křemenného písku v obloukové peci při 3 000°C. Chlorid křemičitý vzniká jako vedlejší produkt při procesu rafinace kovů z ferosilicia. Vznikají tak mikroskopické amorfni částice, které jsou aglomerovány do řetězců. Velikost těchto částic je 5-50 nm s měrným povrchem 50-600 m^2/g . [55] [42]

L. Chen et al. [29] ve své práci zkoumali využití křemičitých úletů a hydromagnezitu k syntéze forsteritu reakcí v pevné fázi. Velikost částic křemičitých úletů byla nižší než 200 nm, což zaručuje vysokou kinetiku reakce a syntézu při nižších vypalovacích teplotách. Výsledný forsteritový prášek, který byl kalcinován při 1 100°C, byl velmi čistý s vysokou reaktivitou.

2.5 Surovinové možnosti ČR

Vstupními surovinami pro syntézu forsteritu mohou být libovolné minerály či horniny, jež obsahují oxid hořečnatý MgO anebo oxid křemičitý. Suroviny, které obsahují oxid hořečnatý, jsou magnezit (uhličitan hořečnatý), magnézie (oxid hořečnatý) či mastek. Suroviny, které obsahují oxid křemičitý, jsou převážně křemenné písky a mastek.

2.5.1 Surovina magnezit

Magnezit neboli uhličitan hořečnatý $MgCO_3$, se v přírodě vyskytuje jako nerost i hornina. Velká ložiska krystalického magnezitu, která jsou nejbližší k České republice, jsou na západě až severozápadě Slovenska. ^[43] Ve světě se pak největší ložiska magnezitu nachází v Číně (Mandžusko), Rusku (Sibiř, Ural) a Turecku. V současné době se magnezit v České republice netěží a je importován ze zahraničí. V roce 2015 bylo do ČR importováno 3 176 tun magnezitu s průměrnou dovozní cenou 2 100 Kč za tunu. ^[56] Největšími světovými vývozci magnezitu v roce 2017 byla Čína (73 % světové produkce), Turecko (7 % světové produkce) a Rusko (6 % světové produkce). ^[45]

2.5.2 Surovina oxid hořečnatý

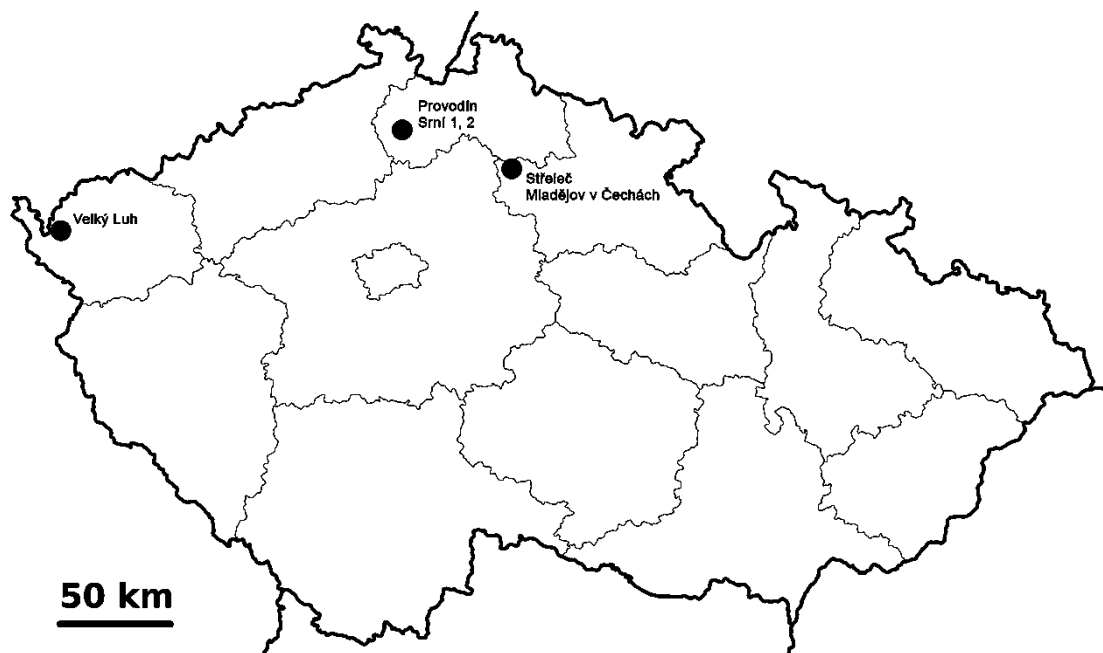
Magnézie neboli oxid hořečnatý MgO, se v přírodě nachází jako minerál periklas. Avšak ve většině případů se vyrábí synteticky kalcinací magnezitu, kdy vzniká takzvaná magnézie. ^[48] Oxid hořečnatý je do ČR importován ze zahraničí. V roce 2015 bylo do ČR importováno 60 681 tun oxidu hořečnatého s průměrnou dovozní cenou 8 000 Kč za tunu. ^[56] Dovoz magnézie je výhodnější zejména proto, že odpadá energeticky náročná kalcinace magnezitu, proto je cena magnézie vyšší než u magnezitu. Největším vývozcem magnézie je Čína a Rusko a v Evropě potom Nizozemsko, Slovensko a Turecko. ^[45]

2.5.3 Surovina mastek

Mastek, jehož chemický vzorec je $3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$ je zdrojem jak oxidu hořečnatého, tak oxidu křemičitého a je tak vhodnou surovinou pro výrobu forsteritu. Mastek se v minulosti těžil u Sobotína. ^[1] V současnosti se do ČR importuje. V roce 2015 bylo do ČR importováno 17 390 tun mastku s průměrnou dovozní cenou 8 700 Kč za tunu. ^[56] Největšími světovými producenty mastku v roce 2015 je Čína (27 % světové produkce), Indie (9 % světové produkce) a Mexiko (9 % světové produkce). ^[45]

2.5.4 Surovina křemenný písek

Chemický vzorec křemenného písku je SiO_2 neboli oxid křemičitý. V České republice se nacházejí významná ložiska křemenných písku ve třech hlavních oblastech – Střelečská, Provodínská a Adršpašská. ^[48] Česká republika v roce 2015 vyprodukovala 812 000 tun sklářských písků, které jsou velmi výhodné jako základní surovina pro svou vysokou čistotu. Průměrná cena křemenného písku v roce 2015 byla 590 Kč za tunu. Současnými těžebními organizacemi v ČR, které těží sklářské písky, jsou Sklopísek Střeleč, a. s., Provodínské písky, a. s. a LB Minerals, s. r. o. ^[56]



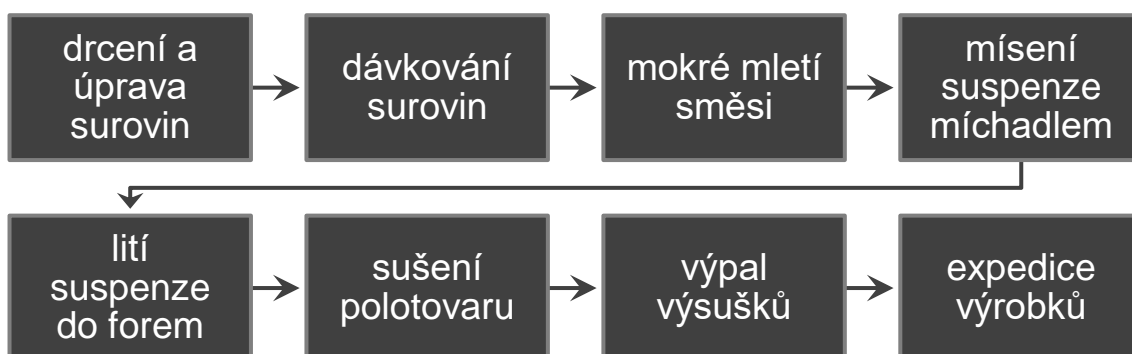
Obr. 5 – Těžená ložiska sklářských písků v České republice ^[56]

2.6 Návrh technologie výroby forsteritu

Nejběžněji používanou technologií výroby žárovzdorných a jiných keramických výrobků je syntéza reakcí v pevné fázi. Ta je poměrně technologicky nenáročná, lze ji aplikovat pro velkoobjemovou výrobu a vstupní suroviny vytvářejí finální produkt s minimem aditiv. ^[30]

Surovinová směs může být tvořena celou škálou různých surovin, které jsou popsány v kapitole 2.4, z nichž nejvíce dostupné suroviny byly použity v praktické části této práce. Těmito surovinami je mastek, magnezit, křemenný písek a oxid hořečnatý. Způsob výroby forsteritu může být různý v závislosti na finálním využití výrobku a požadovaných parametrech. Forsterit lze vyrábět jak litím ze suspenze, tažením z plastického těsta, tak i lisováním z granulátu.

2.6.1 Technologie výroby litím ze suspenze



Obr. 6 – Schéma technologie výroby forsteritu litím ze suspenze

Prvním krokem v technologii výroby je úprava vstupních surovin. Pokud mají suroviny velkou frakci, je vhodné je zdrobnit drcením například kladivovým drtičem či v kolovém mlýně. Následně je potřeba vstupní suroviny odvážit v přesném množství, aby měly správný poměr pro vytvoření forsteritu. Pro zlepšení homogenity je velmi výhodné suroviny pomlít za mokra v bubnovém mlýně, tím se dostatečně promíchají a zdrobní, čímž dosáhneme většího měrného povrchu pro pozdější reakci mezi nimi. Následně se suspenze vypustí z kulového mlýnu přes elektromagnet a vibrosíto do zásobníku.

Pro další zlepšení homogenity licí suspenze je vhodné ji po určitou dobu mísit pomocí vrtulového či planetového míchadla společně s přidáním ztekucovadla. Po upravení litrové hmotnosti na optimální hodnotu lze suspenzi lít do připravených sádrových

forem, které mají tvar finálního výrobku. Po zatuhnutí střepe se polotovary odformují a umístí do sušárny, kde se vysuší až do konstantní hmotnosti. Následně se vysušené polotovary vypálí v peci na požadovanou teplotu, při které probíhá syntéza a tvoří se forsterit. Vychlazené výrobky jsou poté připraveny k expedici.

2.6.2 Technologie výroby tažením z plastického těsta



Obr. 7 – Schéma technologie výroby forsteritu tažením z plastického těsta

Prvním krokem v technologii výroby je úprava vstupních surovin. Pokud mají suroviny velkou frakci, je vhodné je zdrobnit drcením například kladivovým drtičem či v kolovém mlýně. Následně je potřeba vstupní suroviny odvážit v přesném množství, aby měly správný poměr pro vytvoření forsteritu. Pro zlepšení homogenity je velmi výhodné suroviny pomlít za mokra v bubnovém mlýně, tím se dostatečně promíchají a zdrobní, čímž dosáhneme vyššího měrného povrchu pro pozdější reakci mezi nimi. Následně se suspenze vypustí z kulového mlýnu přes elektromagnet a vibrosíto do zásobníku.

Ze zásobníku se poté suspenze odvodní v kalolisech, které z ní odfiltrují přebytečnou vodu. Vzniklé plastické těsto se poté dopraví do vakuového šnekového lisu, který z plastického těsta odstraní přebytečný vzduch a výlisky jsou tvarovány horizontálním tažením do nekonečného pásu, který je dělen odřezávači, který výliskům dodá konečný tvar. Následně se výlisky vysuší do konstantní hmotnosti a vypálí v peci na požadovanou teplotu, aby proběhla syntéza forsteritu. Vychlazené výrobky jsou poté připraveny k expedici.

2.6.3 Technologie výroby lisováním z granulátu



Obr. 8 – Schéma technologie výroby forsteritu lisováním z granulátu

Prvním krokem v technologii výroby je úprava vstupních surovin. Pokud mají suroviny velkou frakci, je vhodné je zdrobnit drčením například kladivovým drtičem či v kolovém mlýně. Následně je potřeba vstupní suroviny odvážit v přesném množství, aby měly správný poměr pro vytvoření forsteritu.

Pro zlepšení homogenity je velmi výhodné suroviny pomlít za mokra v bubnovém mlýně, tím se dostatečně promíchají a zdrobní, čímž dosáhneme většího měrného povrchu pro pozdější reakci mezi nimi. Následně se suspenze vypustí z kulového mlýnu přes elektromagnet a vibrosíto do zásobníku.

Ze zásobníku se poté suspenze odvodní v rozprachové sušárně, kde se suspenze zbaví většiny vlhkosti až na konečných zhruba 5-15 %, sušením vzniká zavlhlá drolenka. Výlisky se vytvářejí lisováním drolenky pomocí hydraulických lisů. Lisovací tlak závisí na vlhkosti drolenky, zavlhlá drolenka s vlhkostí 8-12 % se lisuje tlakem 10-80 MPa. ^[57]

Vzniklé výlisky již mají finální podobu výrobku a mají vysokou rozměrovou přesnost. Výlisky se poté vysuší do konstantní hmotnosti v sušárně a poté proběhne výpal výlisků na požadovanou teplotu pro syntézu forsteritu. Vychlazené výrobky jsou poté připraveny k expedici.

3 PRAKTICKÁ ČÁST

Experimentální část této diplomové práce se zabývá posouzením navržené technologie syntézy forsteritu, jenž je syntéza reakcí surovin v pevné fázi. Jedná se o jednu z nejpoužívanějších a technologicky nenáročných metod k syntéze anorganických pevných látek. Principem je homogenizace dvou a více jemně mletých vstupních surovin o vysokém měrném povrchu.

Dále byly posouzeny různé technologie výroby forsteritu, a to jak z hlediska složení surovinové směsi, tak z hlediska způsobu vytváření zkušebních těles a také teploty výpalu. Vhodnost těchto technologií výroby byla posuzována v souvislosti s mineralogickým složením keramického střepe a jeho fyzikálně mechanickými vlastnostmi. Na vypálených zkušebních vzorcích byly provedeny následující zkoušky:

- rentgenová difrakční analýza
- stanovení pevnosti v tahu za ohybu dle ČSN EN 993-6^[58]
- stanovení zdánlivé pórovitosti, objemové hmotnosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti dle ČSN EN 993-1^[59]
- Stanovení trvalých délkových změn v žáru dle ČSN EN 993-10^[60]
- stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou dle ČSN EN 993-19^[61]
- stanovení žárovzdornosti dle ČSN EN 993-12^[62]
- stanovení únosnosti v žáru dle ČSN EN ISO 1893^[63]
- stanovení odolnosti proti změnám teploty dle ČSN EN 993-11^[64]
- stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu dle ČSN EN 993-15^[65]

3.1 Charakteristika vstupních surovin

Forsterit, jenž má chemický vzorec $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$, byl syntetizován reakcí v pevné fázi. Chemické složení jednotlivých surovin bylo získáno z atestací firem Fichema, s. r. o., Sklopísek Střeleč, a. s., LB-Minerals, s. r. o. a Fosfa, a. s.

Vstupní suroviny pro syntézu jsou:

- **mastek** $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ (čistota 97 %, Fichema, s. r. o.),
- **magnezit** neboli uhličitan hořečnatý MgCO_3 (čistota 98 %, Fichema, s. r. o.),
- **oxid hořečnatý** MgO (čistota 99,7 %, Fichema, s. r. o.)
- **křemenný písek** SiO_2 (čistota 99,6 %, Sklopísek Střeleč, a. s.)
- **jíl B1** (LB-Minerals, s. r. o.),
- **kaolín Sedlec Ia** (Sedlecký kaolín, a. s.)
- **pyrofosforečnan sodný technický** (typ 52, Fosfa, a. s.).

3.1.1 Mastek

Chemický vzorec $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$, molární hmotnost $379,27 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Ve formě jemně mletého prášku bílé barvy o čistotě 97 % a se střední velikostí částic $4,7 \mu\text{m}$. Zbytek na síti $0,025 \text{ mm}$ je 0,8 %, vlhkost maximálně 0,5 % a jeho hustota je $2,73 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Tato surovina byla pořízena od firmy Fichema, s. r. o.

Tab. 2: Chemické složení mastku

MgO	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O + Na ₂ O	Ztráta žiháním
31,5 ± 1 %	> 56 %	1 %	< 0,7 %	1 %	< 0,2 %	6,5 ± 1 %

3.1.2 Magnezit

Chemickým názvem uhličitan vápenatý, chemický vzorec MgCO_3 , molární hmotnost $84,31 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Ve formě velmi objemného bílého prášku farmaceutické kvality o čistotě 98 %. Sypná hmotnost $68 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Střední velikost částic $2 \mu\text{m}$. Surovina byla pořízená od firmy Fichema, s. r. o.

Tab. 3: Chemické složení magnezitu

MgO	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	CaO	Fe ₂ O ₃	Rozpustné látky	Ztráta žiháním
44,2 %	< 0,07 %	< 0,3 %	< 0,4 %	< 0,04 %	< 1 %	52 ± 1 %

3.1.3 Oxid hořečnatý

Chemický vzorec MgO , molární hmotnost $40,30 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Ve formě jemně mletého bílého prášku farmaceutické kvality s velmi vysokou čistotou 99,7 %. Zbytek na síti $0,325 \text{ mm}$ je 19,6 %. Sypná hmotnost $530 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Surovina byla pořízena od firmy Fichema, s. r. o.

Tab. 4: Chemické složení oxidu hořečnatého

MgO	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	CaO	Fe ₂ O ₃	Rozpustné látky
99,7 %	< 0,035 %	< 0,09 %	< 0,05 %	< 0,003 %	0,37 %

3.1.4 Oxid křemičitý

Chemický vzorec SiO_2 , molární hmotnost $60,09 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Ve formě mikromletého křemenného písku ze Střelče s označením ST 9. Velmi vysoká čistota: 99,6 % SiO_2 . Střední velikost zrna $6 \mu\text{m}$, měrný povrch $8\,592 \text{ m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ a sypná hmotnost $920 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Vlhkost maximálně 0,2 %. Surovina byla pořízena od firmy Sklopísek Střeleč, a. s.

Tab. 5: Chemické složení oxidu křemičitého

SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO + MgO	K ₂ O + Na ₂ O
99,6 %	0,05 %	0,2 %	0,1 %	0,1 %

3.1.5 Jíl B1

Je to žárovzdorný vazný kaolinitický jíl. Byl použit pro svou vysokou vaznost. Běžně je užíván při výrobě žárovzdorných materiálů. V surovinové směsi zlepšuje vaznost a při výpalu zlepšuje slínavost. Surovina byla pořízena od firmy LB-Minerals, s. r. o.

Tab. 6: Chemické složení jílu B1

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ztráta žiháním
48,7 %	33,84 %	2,66 %	0,83 %	0,28 %	0,36 %	1,98 %	0,1 %	11,25 %

3.1.6 Kaolín Sedlec Ia

Mineralogické složení kaolínu Sedlec Ia je 91 % kaolinit, 2 % křemen a 7 % slídivých minerálů. Měrný povrch kaolínu je 17,5 m²·g⁻¹. Kaolín Sedlec Ia je lehce ztekutitelný a jeho žárovzdornost se pohybuje mezi 1 770-1 790°C. [10] Jeho sypná hmotnost je 385 kg·m⁻³. Surovina byla pořízena od firmy Sedlecký kaolín, a. s.

Tab. 7: Chemické složení kaolínu Sedlec Ia

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	K ₂ O	Ztráta žiháním
46,80 %	36,60 %	0,85 %	0,70 %	0,50 %	0,25	1,20 %	13,20 %

3.1.7 Pyrofosforečnan sodný technický

Jako ztekucovadlo pro přípravu licí suspenze byl použit pyrofosforečnan sodný technický (typ 52). Používá se pro ztekucení suspenze pomocí elektrolytů na bázi výměny sodných kationtů. Chemický vzorec hexametafosfátu sodného je Na₄P₂O₇. Ztekucovadlo je ve formě bílého jemného prášku a byl pořízen od firmy Fosfa, a. s. Dávkuje se v malém množství do 1 % a intenzivně ztekucuje a snižuje tixotropii.

3.2 Návrh složení surovinové směsi

Surovinová směs A se skládá z magnezitu a mastku v molárním poměru 5:1 (5 molů magnezitu ku 1 molu mastku), aby bylo dosaženo stechiometrického forsteritu $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$. Surovinová směs B je složena z oxidu hořečnatého a mastku v molárním poměru 5:1 (5 molů oxidu hořečnatého ku 1 molu mastku). Surovinová směs C je složena z křemenného písku a oxidu hořečnatého v molárním poměru 1:2 (1 mol křemenného písku ku 2 molům oxidu hořečnatého).

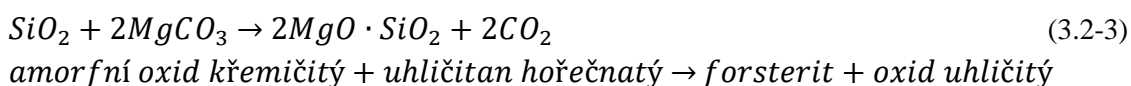
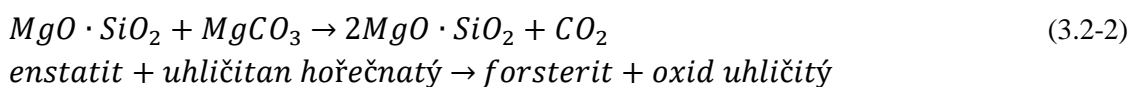
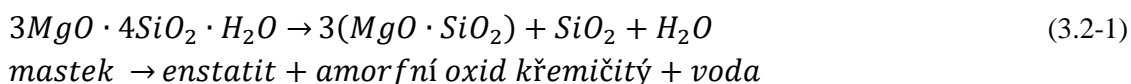
3.2.1 Porovnání jílu B1 a kaolínu Sedlec Ia ve směsi

Kaolín Sedlec Ia byl přidán do všech směsí v množství 10 % hmotnostních, aby byly srovnány vlastnosti licí suspenze při ztekucování a plastického těsta. Při ztekucování licí suspenze s 10 % kaolínu Sedlec Ia bylo množství použitého ztekucovadla vyšší o 0,1-0,3 % oproti ztekucování suspenzí s 10 % jílu B1. Při výrobě plastického těsta s 10 % kaolínu bylo za potřeby zhruba o 5-10 % více vody při zachování stejného deformačního poměru jako u směsi s jílem B1. Vyšší množství použité vody je pravděpodobně z důvodu vyššího měrného povrchu kaolínu, který je $17\,500\text{ m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$.^[10] Bylo tedy zapotřebí více vody na obalení všech zrn kaolínu ve směsi.

Porovnáním chování při výrobě zkušebních těles s kaolínem Sedlec Ia a jílem B1 byl použit pro výrobu zbývajících zkušebních těles jíl B1 z důvodu menšího množství použité vody pro výrobu plastického těsta, a tak i menším smrštěním sušením zkušebních těles a také úsporou ztekucovadla pro výrobu licích suspenzí. Do všech směsí bylo tedy přidáno 10 % hmotnostních vysoce vazného jílu B1 pro zlepšení vaznosti a slínivosti.

3.2.2 Surovinová směs A

Tvořena směsí mletého magnezitu MgCO_3 a mastku $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ v molárním poměru 5:1 v daném pořadí, aby bylo dosaženo stechiometrického forsteritu. Syntéza reakcí v pevné fázi probíhá dle následujících rovnic:



Molární hmotnost magnezitu je $84,313 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ a mastek má molární hmotnost $379,259 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Pro plastifikaci těsta bylo přidáno 10 % jílu B1, jenž se vyznačuje vysokou vazností. Suchá navážka pro směs A činí 600 g pro každý způsob vytváření. Směs A pro vytváření litím ze suspenze je označena A-LB, pro vytváření z plastického těsta je směs označena A-PT a pro vytváření lisováním z granulátu je směs označena jako A-SL.

Tab. 8: Složení surovinové směsi A

Surovina	Navážka směsi A-LB lití ze suspenze [g]	Navážka směsi A-PT plastické těsto [g]	Navážka směsi A-SL lisování z granulátu [g]
mastek	217,08	217,08	217,08
magnezit	322,92	322,92	322,92
jíl B1	60,00	60,00	60,00
celkem	600,0	600,0	600,0

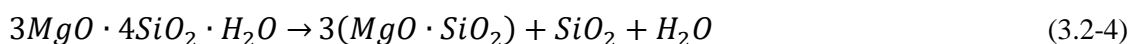
Množství vody a ztekucovadla pro vytvoření licí suspenze bylo zjištěno z úpravy viskozity licí suspenze při zachování co nejlepší tekutosti a maximálním obsahu pevné fáze. Od každé směsi byla vytvořena dvě zkušební tělesa pro každou vypalovací teplotu. Vysušené zkušební vzorky byly vypáleny při teplotách 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C. Zkušební tělesa jsou označena následovně:

Tab. 9: Označení zkušebních těles pro směs A

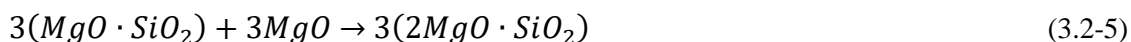
označení vzorků	směs	metoda vytváření	vypalovací teplota	vzorek č.
A-SL-1200-1	A	lisování z granulátu	1 200°C	1
A-SL-1200-2	A	lisování z granulátu	1 200°C	2
A-SL-1250-1	A	lisování z granulátu	1 250°C	1
A-SL-1250-2	A	lisování z granulátu	1 250°C	2
A-SL-1300-1	A	lisování z granulátu	1 300°C	1
A-SL-1300-2	A	lisování z granulátu	1 300°C	2
A-PT-1200-1	A	plastické těsto	1 200°C	1
A-PT-1200-2	A	plastické těsto	1 200°C	2
A-PT-1250-1	A	plastické těsto	1 250°C	1
A-PT-1250-2	A	plastické těsto	1 250°C	2
A-PT-1300-1	A	plastické těsto	1 300°C	1
A-PT-1300-2	A	plastické těsto	1 300°C	2
A-LB-1200-1	A	licí suspenze	1 200°C	1
A-LB-1200-2	A	licí suspenze	1 200°C	2
A-LB-1250-1	A	licí suspenze	1 250°C	1
A-LB-1250-2	A	licí suspenze	1 250°C	2
A-LB-1300-1	A	licí suspenze	1 300°C	1
A-LB-1300-2	A	licí suspenze	1 300°C	2

3.2.3 Surovinová směs B

Tvořena směsí mletého oxidu hořečnatého MgO a mastku $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ v molárním poměru 5:1 v daném pořadí, aby bylo dosaženo stechiometrického forsteritu. Syntéza reakcí v pevné fázi probíhá dle následujících rovnic:



mastek → *enstatit* + *amorfní oxid křemičitý* + *voda*



enstatit + *oxid hořečnatý* → *forsterit*



amorfní oxid křemičitý + *oxid hořečnatý* → *forsterit*

Molární hmotnost oxidu hořečnatého je $40,304 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ a mastek má molární hmotnost $379,259 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Pro plastifikaci těsta bylo přidáno 10 % jílu B1, jenž se vyznačuje vysokou vazností. Suchá navážka pro směs B činí 600 g pro každý způsob vytváření. Směs B pro vytváření litím ze suspenze je označena B-LB, pro vytváření z plastického těsta je směs označena B-PT a pro vytváření lisováním z granulátu je směs označena jako B-SL.

Tab. 10: Složení surovinové směsi B

Surovina	Navážka směsi B-LB lití ze suspenze [g]	Navážka směsi B-PT plastické těsto [g]	Navážka směsi B-SL lisování z granulátu [g]
mastek	338,60	338,60	338,60
oxid hořečnatý	201,40	201,40	201,40
jíl B1	60,00	60,00	60,00
celkem	600,0	600,0	600,0

Množství vody a ztekucovadla pro vytvoření lící suspenze bylo zjištěno z úpravy viskozity lící suspenze při zachování co nejlepší tekutosti a maximálním obsahu pevné fáze. Od každé směsi byla vytvořena dvě zkušební tělesa pro každou vypalovací teplotu. Vysušené zkušební vzorky byly vypáleny při teplotách 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

Zkušební tělesa jsou označena následovně:

Tab. 11: Označení zkušebních těles pro směs B

Označení vzorků	Směs	metoda vytváření	vypalovací teplota	vzorek č.
B-SL-1200-1	B	lisování z granulátu	1 200°C	1
B-SL-1200-2	B	lisování z granulátu	1 200°C	2
B-SL-1250-1	B	lisování z granulátu	1 250°C	1
B-SL-1250-2	B	lisování z granulátu	1 250°C	2
B-SL-1300-1	B	lisování z granulátu	1 300°C	1
B-SL-1300-2	B	lisování z granulátu	1 300°C	2
B-PT-1200-1	B	plastické těsto	1 200°C	1
B-PT-1200-2	B	plastické těsto	1 200°C	2
B-PT-1250-1	B	plastické těsto	1 250°C	1
B-PT-1250-2	B	plastické těsto	1 250°C	2
B-PT-1300-1	B	plastické těsto	1 300°C	1
B-PT-1300-2	B	plastické těsto	1 300°C	2
B-LB-1200-1	B	licí suspenze	1 200°C	1
B-LB-1200-2	B	licí suspenze	1 200°C	2
B-LB-1250-1	B	licí suspenze	1 250°C	1
B-LB-1250-2	B	licí suspenze	1 250°C	2
B-LB-1300-1	B	licí suspenze	1 300°C	1
B-LB-1300-2	B	licí suspenze	1 300°C	2

3.2.4 Surovinová směs C

Tvořena směsí mletého oxidu hořečnatého MgO a mikromletého křemenného písku ST 9 (oxid křemičitý SiO₂) v molárním poměru 2:1 v daném pořadí, aby bylo dosaženo stechiometrického forsteritu. Syntéza reakcí v pevné fázi probíhá dle následující rovnice:



oxid hořečnatý + oxid křemičitý → forsterit

Molární hmotnost oxidu hořečnatého je 40,304 g·mol⁻¹ a oxid křemičitý má molární hmotnost 60,083 g·mol⁻¹. Pro plastifikaci těsta bylo přidáno 10 % jílu B1, jenž se vyznačuje vysokou vazností. Suchá navážka pro směs C činí 600 g pro každý způsob vytváření. Směs C pro vytváření litím ze suspenze je označena C-LB, pro vytváření z plastického těsta je směs označena C-PT a pro vytváření lisováním z granulátu je směs označena jako C-SL.

Tab. 12: Složení surovinové směsi C

Surovina	Navážka směsi C-LB lití ze suspenze [g]	Navážka směsi C-PT plastické těsto [g]	Navážka směsi C-SL lisování z granulátu [g]
křemenný písek ST9	214,08	214,08	214,08
oxid hořečnatý	325,92	325,92	325,92
jíl B1	60,00	60,00	60,00
celkem	600,0	600,0	600,0

Množství vody a ztekucovadla pro vytvoření licí suspenze bylo zjištěno z úpravy viskozity licí suspenze při zachování co nejlepší tekutosti a maximálním obsahu pevné fáze. Od každé směsi byla vytvořena dvě zkušební tělesa pro každou vypalovací teplotu. Vysušené zkušební vzorky byly vypáleny při teplotách 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

Zkušební tělesa jsou označena následovně:

Tab. 13: Označení zkušebních těles pro směs C

Označení vzorků	Směs	metoda vytváření	vypalovací teplota	vzorek č.
C-SL-1200-1	C	lisování z granulátu	1 200°C	1
C-SL-1200-2	C	lisování z granulátu	1 200°C	2
C-SL-1250-1	C	lisování z granulátu	1 250°C	1
C-SL-1250-2	C	lisování z granulátu	1 250°C	2
C-SL-1300-1	C	lisování z granulátu	1 300°C	1
C-SL-1300-2	C	lisování z granulátu	1 300°C	2
C-PT-1200-1	C	plastické těsto	1 200°C	1
C-PT-1200-2	C	plastické těsto	1 200°C	2
C-PT-1250-1	C	plastické těsto	1 250°C	1
C-PT-1250-2	C	plastické těsto	1 250°C	2
C-PT-1300-1	C	plastické těsto	1 300°C	1
C-PT-1300-2	C	plastické těsto	1 300°C	2
C-LB-1200-1	C	licí suspenze	1 200°C	1
C-LB-1200-2	C	licí suspenze	1 200°C	2
C-LB-1250-1	C	licí suspenze	1 250°C	1
C-LB-1250-2	C	licí suspenze	1 250°C	2
C-LB-1300-1	C	licí suspenze	1 300°C	1
C-LB-1300-2	C	licí suspenze	1 300°C	2

3.3 Metodika experimentů

Na vypálených zkušebních tělesech byly provedeny následující zkoušky:

- stanovení pevnosti v tahu za ohybu dle ČSN EN 993-6^[58]
- stanovení zdánlivé pórovitosti, objemové hmotnosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti dle ČSN EN 993-1^[59]
- Stanovení trvalých délkových změn v žáru dle ČSN EN 993-10^[60]
- stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou dle ČSN EN 993-19^[61]
- stanovení žárovzdornosti dle ČSN EN 993-12^[62]
- stanovení únosnosti v žáru dle ČSN EN ISO 1893^[63]
- stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty dle ČSN EN 993-11^[64]
- stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu dle ČSN EN 993-15^[65]
- rentgenová difrakční analýza pro stanovení mineralogického složení

3.3.1 Stanovení pevnosti v tahu za ohybu

Pevnost v tahu za ohybu se stanoví dle normy ČSN EN 993-6: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné – Část 6: Stanovení pevnosti v ohybu při teplotě místnosti.^[58]

Podstatou zkoušky je vysušení zkušebního tělesa do konstantní hmotnosti v sušárně při teplotě $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ a jeho ochlazení na teplotu místnosti. Poté se změří šířka a výška zkušebního tělesa s přesností $\pm 0,1$ mm a také vzdálenost mezi podporami. Poté se zkušební hranolové těleso ze zkoušeného materiálu umístí do zatěžovacího zařízení, kde je zkušební těleso zatěžováno třibodovým ohybem a konstantní rychlostí zvyšování tlaku až do jeho porušení.

Pevnost v tahu za ohybu se poté vypočte dle následující rovnice [58]:

$$\sigma_F = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max} \cdot L_s}{b \cdot h^2} \quad [MPa] \quad (3.3-1)$$

F_{max} ... maximální síla působící na zkušební těleso [N]

L_s ... vzdálenost podpor tělesa [mm]

b ... šířka zkušebního tělesa [mm]

h ... výška zkušebního tělesa [mm]

3.3.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, objemové hmotnosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti

Zdánlivá pórovitost a objemová hmotnost se stanoví dle normy ČSN EN 993-1: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 1: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti ^[59]. Zdánlivá hustota a nasákavost není součástí této normy, ale vzorce pro výpočet těchto parametrů obsahují stejné měřené veličiny.

Principem zkoušky je zvážení vysušeného zkušební tělesa, poté se zkušební těleso umístí do nádoby s vývěvou, která je schopna odsát z nádoby vzduch a dosáhnout tak podtlaku. Tento podtlak se udržuje po dobu 15 minut. Poté se přivádí kapalina, aby byla tělesa plně ponořená a podtlak se udržuje dalších 30 minut. Po vytažení zkušebních těles z nádoby se hydrostaticky zváží ponořené v kapalině a poté se ještě nasycená zkušební tělesa zváží na vzduchu. ^[59]

Zdánlivá pórovitost se poté vypočítá z rovnice:

$$\pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.3-3)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušební tělesa [g]

m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušební tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušební tělesa [g]

Objemová hmotnost se vypočítá dle rovnice:

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot 1000 \quad [kg \cdot m^{-3}] \quad (3.3-4)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušební tělesa [g]

m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušební tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušební tělesa [g]

Zdánlivá hustota se vypočítá dle rovnice:

$$ZH = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \cdot 1000 \quad [kg \cdot m^{-3}] \quad (3.3-5)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušební tělesa [g]

m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušební tělesa [g]

Nasákavost se vypočítá dle rovnice:

$$NV = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.3-6)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušební tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušební tělesa [g]

3.3.3 Stanovení trvalých délkových změn v žáru

Trvalé délkové změny v žáru zkušebních těles se stanoví dle normy ČSN EN 993-10: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 10: Stanovení trvalých délkových změn v žáru. ^[60]

Podstatou zkoušky je změření délky zkušebních těles pomocí posuvného měřítka (pracovní postup 2) s přesností na $\pm 0,02$ mm. Měření se provede na 3 místech. Pro každé měření se vypočte délková změna po výpalu a poté se vypočítá jejich průměrná hodnota.

Trvalá délková změna se vypočítá podle následující rovnice:

$$\Delta L = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.3-7)$$

ΔL ... délka zkušebního tělesa po výpalu [mm]

L_0 ... délka vysušeného zkušebního tělesa před výpalem [mm]

3.3.4 Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou

Teplotní roztažnost se stanoví diferenční metodou dle normy ČSN EN 993-19: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 19: Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou. ^[61]

Podstatou zkoušky je zjištění relativní změny jednoho rozměru (délky) daného tělesa v důsledku změny jeho teploty. Z této hodnoty lze vypočítat koeficient délkové teplotní roztažnosti. Před umístěním vzorku do zkušebního zařízení se změří jeho délka s přesností na 0,1 mm.

Poté se zkušební těleso vloží do zkušebního zařízení, které je opatřeno korundovou tyčí, která je umístěna do kontaktu se zkušebním tělesem a na tuto korundovou tyč je umístěno zařízení pro měření změny délky tělesa v čase.

Zaznamenává se změna jeho délky se změnou teploty v čase a výsledná změna délky zkušebního tělesa, která je relativní k jeho počáteční výšce, se v závislosti na teplotě vypočítá z následující rovnice ^[61]:

$$\Delta L = \frac{L_2}{L_1} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.3-8)$$

ΔL ... relativní změna délky tělesa [%]

L_1 ... původní výška zkušebního tělesa [mm]

L_2 ... změněná výška zkušebního tělesa po zahřátí [mm]

Z naměřených hodnot délky zkušební tělesa lze dopočítat koeficient teplotní délkové roztažnosti pro stanovený teplotní rozsah podle následující rovnice ^[61]:

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{L_2}{L_1 \cdot (T_2 - T_1)} \quad [K^{-1}] \quad (3.3-9)$$

α ... koeficient teplotní délkové roztažnosti [K^{-1}]

L_1 ... původní délka zkušební tělesa [mm]

L_2 ... změněná délka zkušební tělesa po zahřátí [mm]

T_1 ... nižší teplota v měřeném rozsahu teplot [K]

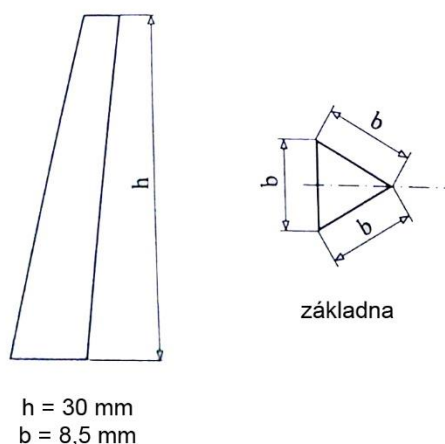
T_2 ... vyšší teplota v měřeném rozsahu teplot [K]

Koeficient délkové teplotní roztažnosti forsteritu se dle Hanykýře a Kutzendörfera ^[10] pohybuje mezi hodnotami $(8-11) \cdot 10^{-6} K^{-1}$ pro teplotní interval 30–100°C. M. Bouhifd et al. ^[11] ve své práci prokázali, že koeficient délkové teplotní roztažnosti forsteritu roste lineárně při vyšších teplotách a stanovili jeho hodnotu na $(10-45) \cdot 10^{-6} K^{-1}$ v teplotním intervalu 20–1890°C.

3.3.5 Stanovení žárovzdornosti

Žárovzdornost zkoumaného žárovzdorného materiálu se stanoví dle normy ČSN EN 993-12: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 12: Stanovení žárovzdornosti. ^[62] Žárovzdornost je schopnost materiálu odolávat vysokým teplotám. Žárovzdornost se stanovuje na základě shody zkušební a referenční žároměrky, které mají tvar komolého trojbokého jehlanu a jejich rozměry jsou definovány normou ČSN EN 993-13 ^[66]. Ke shodě dojde tehdy, ohne-li se zkušební i referenční žároměrka tak, že se vrcholem dotknou podložky při stejné teplotě.

Žárovzdornost se stanoví tak, že se do pece umístí několik referenčních žároměrek spolu se zkušební žároměrkou vyrobenou ze zkoumaného materiálu. Poté se teplota v peci zvyšuje konstantní průměrnou rychlostí 2,5°C/min. Zkouška se ukončí tehdy, když se vrchol jedné ze zkušebních žároměrek dotkne podložky. Žároměrky se vyjmou z pece a zaznamená se číslo referenční žároměrky, která má stejnou žároměrnou deformaci jako zkušební žároměrka. Toto číslo udává jednu desetinu teploty žároměrné deformace (tedy například žároměrka ISO 158 má teplotu žároměrné deformace 1580°C). Výsledkem zkoušky je žároměrná shoda zkoušeného materiálu, jenž se vyjádří číslem referenční žároměrky. ^[62]



Obr. 9 - Jmenovité rozměry referenčních žároměrek^[66]

3.3.6 Stanovení únosnosti v žáru

Únosnost v žáru zkoumaného žárovzdorného materiálu se stanoví dle normy ČSN EN ISO 1893: Žárovzdorné výrobky - Stanovení únosnosti v žáru - Diferenční metoda při stoupající teplotě.^[63]

Únosnost v žáru je teplota, při níž se zkušební těleso deformuje do stupně definovaného normou nebo se náhle poruší při kombinovaném účinku konstantního zatížení, lineárně rostoucí teploty a času. Principem zkoušky je, že na zkušební těleso působí konstantní tlak 0,2 MPa pro výrobky tvarové hutné a teplota se lineárně zvyšuje rychlostí (5-10)°C/min. Zaznamenává se změna výšky zkušebního tělesa v čase a stanoví se teplota ($T_{0,5}$, T_1 , T_2 a T_5) předepsané deformace zkušebního tělesa při změně výšky o 0,5 %, 1 %, 2 % a 5 %.^[63]

3.3.7 Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty

Odolnost proti náhlým změnám teploty zkoumaného žárovzdorného materiálu se stanoví dle normy ČSN EN 993-11: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 11: Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty.^[64]

3.3.7.1 Metoda A

Podstata zkoušky metodou A spočívá v ohřevu zkušebního tělesa na teplotu 950°C, které se poté vyjme a umístí na kovovou podložku a vystaví se proudu vzduchu. Takto prudce ochlazené zkušební těleso se poté vystaví tlaku 0,3 MPa ve zkušebním zařízení pro stanovení pevnosti v ohybu. Tento cyklus se opakuje až do porušení zkušebního tělesa. Odolnost proti náhlým změnám teploty se poté definuje počtem cyklů, které zkušební těleso snese do jeho porušení.^[64]

3.3.7.2 Metoda B

Podstata zkoušky metodou B je obdobná jako metoda A. Zkušební těleso se opět ohřeje na 950°C a vystaví proudu vzduchu. Tento proces se opakuje pouze čtyřikrát. Na konci čtvrtého cyklu se stanoví reziduální pevnost v ohybu (MOR – z anglického *measure of thermal-shock resistance*). Odolnost proti náhlým změnám teploty zkušební tělesa se vyjádří v procentech reziduální pevnosti v ohybu dle následující rovnice^[64]:

$$MOR_{reziduální} = \frac{MOR_{ochlazovaného}}{MOR_{neochlazovaného}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.3-10)$$

3.3.8 Stanovení součinitele tepelné vodivosti

Součinitel tepelné vodivosti žárovzdorných výrobků se stanovuje dle normy ČSN EN 993-15: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 15: Stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu (paralelní uspořádání).^[65] Zkušební vzorky byly měřeny pomocí zařízení Isomet 2114 přiložením povrchové sondy na povrch vzorku.^[67]

3.3.9 Stanovení mineralogického složení

Mineralogické složení materiálu se stanovuje pomocí rentgenové difrakční analýzy prostřednictvím difrakce rentgenových paprsků na krystalické mřížce. Zařízení pro RTG difrakční analýzu se nazývá difraktograf a skládá se ze zdroje rentgenového záření, goniometru a detektoru odražených paprsků. Výsledkem této analýzy je záznam nazývaný difraktogram (též rentgenogram). Je to graf, který zobrazuje závislost intenzity (I/I_0) difraktovaných paprsků rentgenového záření (osa Y) na úhlu (2θ) dopadu tohoto záření (osa X).

Vyhodnocení difraktogramů spočívá v odečtení hodnot úhlů 2θ ve všech místech zvýšené intenzity difraktovaných paprsků. Tato místa se nazývají *peaky* (z anglického *peak* = vrchol) zvýšené intenzity (I/I_0) odražených paprsků. Pomocí tabulek se díky tomuto úhlu a intenzitě stanoví mezimřížková vzdálenost d . Pokud známe mezimřížkovou vzdálenost, poměrnou intenzitu peaků (v procentech) při určitém úhlu 2θ , lze jednoznačně s pomocí tabulek určit, o jaký minerál se jedná.^[57] RTG difrakční analýza vzorků byla provedena na přístroji PANALYTICAL Empyrean XRD vybaveném goniometrem s rentgenovou katodou Cu-K α .^[68]

3.4 Příprava zkušebních vzorků

Licí suspenze pro přípravu zkušebních vzorků metodou lití suspenze do sádrových forem byly připraveny z 600 g suché směsi. Jako ztekucovadlo byl použit pyrofosfát sodný v množství do 1 %. Viskozita licí suspenze byla stanovena pomocí Fordova pohárku s průměrem výtokového otvoru 5 mm. Viskozita licí suspenze je závislá na době průtoku suspenze skrz Fordův pohárek. Optimální viskozita je pak taková, kdy doba průtoku je nejkratší a zároveň má suspenze co nejvyšší podíl pevné fáze (litrovou hmotnost).^[57]

Plastické těsto pro přípravu zkušebních vzorků bylo připraveno z 600 g suché směsi. Optimální vlhkost plastického těsta byla stanovena pomocí Pfefferkornova přístroje. Optimální deformační poměr pro cihlářské těsto je 0,6. Množství vody je při vytváření plastického těsta velmi důležité, aby nedocházelo ke smrštění sušením či tvorbě prasklin na výrobcích. Zároveň však musí být vody dostatek, aby těsto bylo plastické.

Zkušební vzorky vytvořené suchým lisováním byly připraveny z 600 g suché směsi. Optimální lisovací vlhkost byla stanovena na 6 % z důvodu nejvyšší hutnosti, objemové hmotnosti a zároveň co nejmenší pórovitosti výlisku. Zkušební vzorky byly pístově lisovány tlakem 30 MPa. Směs A byla lisována dvoustupňově s odvzdušněním směsi kvůli velmi jemným částicím magnezitu. Všechny zkušební vzorky byly poté vysušeny při 105°C a vypáleny na tři různé vypalovací teploty 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

3.4.1 Příprava licí suspenze

Pro každou směs bylo naváženo 600 g surovin s 10 % jílu B1. Pro zajištění stability a optimální viskozity licí suspenze byla vyzkoušena tekutost suspenzí pomocí Fordova pohárku s těmito ztekucovadly:

- Pyrofosforečnan sodný $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ technický (typ 52)
- Hexametafosforečnan sodný $\text{Na}_6(\text{PO}_3)_6$ technický (typ 65)
- Polykarboxylát Power Flow 1180

Doporučené dávkování pyrofosforečnanu sodného a hexametafosforečnanu sodného je do 1 % z hmotnosti suché směsi. Doporučené dávkování polykarboxylátu Power Flow 1180 je 0,2-5 % z hmotnosti suché směsi. Tabulka č. 12 porovnává jednotlivá ztekucovadla při navážce 200 g suché směsi mastku a oxidu hořečnatého s 10 % jílu B1 a s přidáním 60 % vody.

Tab. 14: Porovnání dávky jednotlivých ztekucovadel při konstantním přidavku vody

Ztekucovadlo	Dávka ztekucovadla na hmotnost suché směsi	Doba průtoku Fordovým pohárkem [s]	Chování suspenze
Pyrofosforečnan sodný	0,4 %	neproteče	stabilní, mírně tixotropní chování
	0,6 %	52	
	0,8 %	28	
Hexametafosforečnan sodný	0,4 %	neproteče	tixotropní chování
	0,6 %	neproteče	
	0,8 %	neproteče	
	1,0 %	73	
Polykarboxylát Power Flow 1180	1,0 %	neproteče	stabilní
	2,0 %	60	
	3,0 %	42	
	4,0 %	27	

Jako nevhodnější ztekucovadlo byl zvolen pyrofosforečnan sodný, který i při poměrně nízké dávce 0,8 % z hmotnosti suché směsi velmi dobře suspenzi ztekutí. Suspenze byla stabilní a měla optimální viskozitu, ale vykazovala mírně tixotropní chování. Teoreticky lze pro výrobu vzorků použít i polykarboxylát Power Flow 1180, avšak tato superplastifikační přísada směs dostatečně ztekutí až při vyšší dávce, a to 4 % z hmotnosti suché směsi. Licí suspenze s hexametafosforečnanem sodným vykazovala tixotropii, kdy při míchání se viskozita suspenze snížila, ale při ponechání suspenze v klidovém stavu se viskozita suspenze opět zvýšila. ^[69]

Následující tabulka č. 15 udává množství použitého ztekucovadla pyrofosforečnanu sodného pro vytvoření licí suspenze s optimální viskozitou ze všech navržených směsí. Dále také množství přidané vody, dobu průtoku Fordovým pohárkem a litrovou hmotnost licí suspenze. Suchá navážka byla 600 g včetně 10 % hmotnostních jílu B1.

Tab. 15: Vlastnosti licích suspenzí pro jednotlivé směsi

Označení směsi	Směs A	Směs B	Směs C
Množství přidaného ztekucovadla na hmotnost suché navážky	1,0 %	0,8 %	0,6 %
Množství přidané vody na hmotnost suché navážky	220 %	60 %	50 %
Doba průtoku Fordovým pohárkem	22 s	28 s	16 s
Litrová hmotnost suspenze [$\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$]	1 240	1 560	1 680

Směs A a směs B vykazovaly mírně tixotropní chování suspenze, které lze přisuzovat mastku, jenž se v obou směsích nacházel v množství 36,2 % hmotnostních ve směsi A a v množství 56,4 % hmotnostních ve směsi B. Této vlastnosti mastku se využívá při výrobě nestékavých barev a nátěrových hmot, kde se mastek používá jako plnivo.^[70]

Vyšší množství přidané vody do směsi A (mastku a magnezitu) bylo způsobeno velmi jemnými částicemi magnezitu. Sypná hmotnost magnezitu udávaná atestem firmy Fichema, a. s. je $68 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Kvůli vysokému měrnému povrchu částic je tedy potřeba více vody na obalení všech zrn ve směsi.

3.4.2 Příprava plastických těst

Pro každou směs bylo odváženo 600 g surovin včetně 10 % hmotnostních jílu B1. Směsi byly poté homogenizovány po dobu 24 hodin v rotačním homogenizátoru. Přidané množství vody pro každou směs bylo různé, v závislosti na tom, aby bylo těsto plastické. Poté byl na těchto plastických těstech stanoven deformační poměr pomocí Pfefferkornova přístroje. V tabulce č. 14 jsou uvedeny jednotlivé vlhkosti a deformační poměry pro každou směs.

Tab. 16: Vlastnosti plastických těst pro každou směs

Označení směsi	Směs A	Směs B	Směs C
Vlhkost [%]	150	30	33
Deformační poměr [-]	0,33	0,52	0,49

Pro vytvoření plastického těsta ze směsi A (mastek, magnezit a 10 % jílu B1) bylo zapotřebí více vody – 150 % hmotnostních na suchou navážku, a to z důvodu vysokého měrného povrchu částic magnezitu (sypná hmotnost $68 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$), kdy bylo potřeba více vody na obalení všech částic. Hmotnostní podíl magnezitu ve směsi dosahoval 53,8 %. To mělo také za následek nižší deformační poměr stanovený pomocí Pfefferkornova přístroje.

3.4.3 Příprava směsi na suché lisování

Zkušební vzorky vytvořené suchým lisováním byly připraveny z 600 g surovin pro každou navrženou směs. Směsi byly poté homogenizovány po dobu 24 hodin v rotačním homogenizátoru. Optimální lisovací vlhkost byla stanovena na 6 % z důvodu nejvyšší hutnosti, objemové hmotnosti a zároveň co nejmenší pórovitosti výlisku. Po ovlhčení byly směsi opět umístěny do rotačního homogenizátoru na 24 hodin, aby bylo dosaženo dokonalého rozmístění vlhkosti před lisováním zkušebních vzorků.

Zkušební vzorky byly pístově lisovány tlakem 30 MPa. Směs A byla lisována dvoustupňově s odvodušněním směsi kvůli velmi jemným částicím magnezitu s nízkou sypnou hmotností $68 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

3.4.4 Výpal zkušebních vzorků

Výpal zkušebních vzorků všech směsí probíhal na tři různé vypalovací teploty pro každou směs. Vypalovací teploty byly 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C. Teplotní nárůst pro všechny vypalovací teploty byl 4°C/min a izotermická výdrž byla 120 minut. Označení vzorku obsahuje teplotu výpalu, například A-LB-1200-1 je vzorek ze směsi A, způsob výroby je licí suspenze a výpal na teplotu 1 200°C.

Vzorky ze směsi A, konkrétně vzorky připravené z licí suspenze, které měly být vypáleny na teplotu 1 300°C, vypáleny nebyly kvůli vyššímu smrštění pálením a objemovým změnám, které vedly k deformaci až destrukci vzorků ze směsi A již při teplotě výpalu 1 250°C. Tyto vyšší objemové změny jsou způsobeny vysokou ztrátou žiháním magnezitu, který je ve směsi A obsažen v množství 53,82 % a ztráta žiháním v důsledku rozkladu magnezitu na oxid hořečnatý a oxid uhličitý je 52,2 %.

3.5 Výsledky prováděných experimentů

Seznam prováděných experimentů na zkušebních tělesech:

- rentgenová difrakční analýza pro stanovení mineralogického složení
- stanovení pevnosti v tahu za ohybu dle ČSN EN 993-6^[58]
- stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu dle ČSN EN 993-15^[65]
- stanovení zdánlivé pórovitosti, objemové hmotnosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti dle ČSN EN 993-1^[59]
- stanovení trvalých délkových změn v žáru dle ČSN EN 993-10^[60]
- stanovení žárovzdornosti dle ČSN EN 993-12^[62]
- stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou dle ČSN EN 993-19^[61]
- stanovení únosnosti v žáru dle ČSN EN ISO 1893^[63]
- stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty dle ČSN EN 993-11^[64]

3.5.1 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční analýza je kvalitativní analýza za účelem stanovení mineralogického složení zkoumaného vzorku. Difraktogramy byly vyhodnoceny s pomocí programu Match! 3.5^[71], který vyhledává minerály z krystalografické databáze COD (Crystallography Open Database).^[72] Vyhodnocené Difraktogramy zkušebních vzorků jsou vyobrazeny v přílohách na konci této práce. Kvantitativní fázová analýza byla vyhodnocena pomocí programu FullProf^[73], který aplikuje Rietveldovu metodu prostřednictvím kalibrace difrakčního profilu.

Tab. 17: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs A

Označení vzorku směsi A	Identifikované minerály	Kvantitativní zastoupení minerálů pomocí Rietveldovy metody
A-SL-1200	forsterit, periklas	95 % forsterit + 5 % periklas
A-PT-1200	forsterit, periklas	97 % forsterit + 3 % periklas
A-LB-1200	forsterit, periklas	95 % forsterit + 5 % periklas
A-SL-1250	forsterit, periklas	93 % forsterit + 7 % periklas
A-PT-1250	forsterit, periklas	94 % forsterit + 6 % periklas
A-LB-1250	forsterit, periklas	96 % forsterit + 4 % periklas
A-SL-1300	forsterit, periklas	95 % forsterit + 5 % periklas

Tab. 18: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs B

Označení vzorku směsi B	Identifikované minerály	Kvantitativní zastoupení minerálů pomocí Rietveldovy metody
B-SL-1200	forsterit, periklas, enstatit	39 % forsterit + 38 % periklas + 23 % enstatit
B-PT-1200	forsterit, periklas, enstatit	41 % forsterit + 43 % periklas + 16 % enstatit
B-LB-1200	forsterit, periklas, enstatit	59 % forsterit + 29 % periklas + 12 % enstatit
B-SL-1250	forsterit, periklas, enstatit	53 % forsterit + 33 % periklas + 14 % enstatit
B-PT-1250	forsterit, periklas, enstatit	47 % forsterit + 40 % periklas + 13 % enstatit
B-LB-1250	forsterit, periklas, enstatit	59 % forsterit + 29 % periklas + 12 % enstatit
B-SL-1300	forsterit, periklas, enstatit	54 % forsterit + 34 % periklas + 12 % enstatit
B-PT-1300	forsterit, periklas, enstatit	58 % forsterit + 33 % periklas + 9 % enstatit
B-LB-1300	forsterit, periklas, enstatit	73 % forsterit + 22 % periklas + 4 % enstatit

Tab. 19: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs C

Označení vzorku směsi C	Identifikované minerály	Kvantitativní zastoupení minerálů pomocí Rietveldovy metody
C-SL-1200	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen	12 % forsterit + 42 % periklas + 19 % enstatit + 27 % β -křemen
C-PT-1200	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen	14 % forsterit + 42 % periklas + 18 % enstatit + 26 % β -křemen
C-LB-1200	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen	11 % forsterit + 51 % periklas + 17 % enstatit + 21 % β -křemen
C-SL-1250	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	13 % forsterit + 55 % periklas + 14 % enstatit + 13 % β -křemen + 5 % cristobalit
C-PT-1250	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	15 % forsterit + 52 % periklas + 17 % enstatit + 13 % β -křemen + 4 % cristobalit
C-LB-1250	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	15 % forsterit + 51 % periklas + 14 % enstatit + 13 % β -křemen + 8 % cristobalit
C-SL-1300	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	14 % forsterit + 48 % periklas + 22 % enstatit + 7 % β -křemen + 8 % cristobalit
C-PT-1300	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	14 % forsterit + 43 % periklas + 34 % enstatit + 6 % β -křemen + 3 % cristobalit
C-LB-1300	forsterit, periklas, enstatit, β -křemen, cristobalit	22 % forsterit + 44 % periklas + 20 % enstatit + 7 % β -křemen + 7 % cristobalit

Tab. 20: Umístění difraktogramů v přílohách práce

Označení vzorku směsi A	Číslo strany v přílohách	Označení vzorku směsi B	Číslo strany v přílohách	Označení vzorku směsi C	Číslo strany v přílohách
A-LB-1200	č. 86	B-LB-1200	č. 89	C-LB-1200	č. 92
A-PT-1200	č. 87	B-PT-1200	č. 90	C-PT-1200	č. 93
A-SL-1200	č. 88	B-SL-1200	č. 91	C-SL-1200	č. 94
A-LB-1250	č. 95	B-LB-1250	č. 98	C-LB-1250	č. 101
A-PT-1250	č. 96	B-PT-1250	č. 99	C-PT-1250	č. 102
A-SL-1250	č. 97	B-SL-1250	č. 100	C-SL-1250	č. 103
A-SL-1300	č. 104	B-LB-1300	č. 105	C-LB-1300	č. 108
		B-PT-1300	č. 106	C-PT-1300	č. 109
		B-SL-1300	č. 107	C-SL-1300	č. 110

Ve všech vzorcích ze směsi A – mastku a magnezitu vznikl forsterit jako majoritní krystalická fáze. Minoritním podílem byl ve vzorcích ze směsi A identifikován periklas. Tento jev mohl pravděpodobně nastat v důsledku neúplné homogenity směsi. Avšak celkově bylo množství vzniklého forsteritu ve směsi A nejvyšší, čistota vzorku byla téměř až stoprocentní. Magnezit se od 500°C rozkládá na oxid hořečnatý a oxid uhličitý, úplný rozklad nastává nad 700°C. Uvolňování plynného oxidu uhličitého má za následek zvýšenou pórovitost střeptu, ale také vyšší reakční schopnost. Tato skutečnost je důvodem toho, že intenzivní syntéza forsteritu probíhá již od 1 100°C. ^[10] Způsob vytváření ani teplota výpalu neměla vliv na podíl vzniklého forsteritu ve směsi A.

Ve všech vzorcích ze směsi B – mastku a oxidu hořečnatého vznikl forsterit. Avšak značná část oxidu hořečnatého (periklasu) ve vzorcích nezreagovala. Kvůli této skutečnosti byl ve vzorcích stále přítomen enstatit jako minoritní fáze. Pravděpodobnou příčinou toho, že se oxid hořečnatý neúčastnil syntézy v celém svém objemu může být proto, že při výrobě suroviny se jemně mleté částice oxidu hořečnatého shlukovali k sobě a tím došlo k nehomogenitě směsi na úrovni jednotlivých částic. Mezi různými způsoby vytváření lze sledovat rozdíly v množství vzniklého forsteritu, kdy v případě lící suspenze je množství vzniklého forsteritu vyšší. To je pravděpodobně způsobeno tím, že mícháním suspenze došlo k rozbití shluků oxidu hořečnatého a tím došlo ke zlepšení homogenity směsi. S rostoucí teplotou výpalu také roste podíl forsteritu ve směsi a klesá podíl periklasu a enstatitu. Při teplotě výpalu 1 300°C je forsterit již majoritní krystalickou fází ve vzorcích ze směsi B.

Ve vzorcích ze směsi C – křemenného písku a oxidu hořečnatého také vznikl forsterit, avšak v menším množství. Dalšími přítomnými minerály byl periklas, enstatit, β -křemen a od teploty výpalu 1250°C také cristobalit. Mezi různými způsoby vytváření byly rozdíly v množství vzniklých krystalických fází minimální. S rostoucí teplotou výpalu také rostl podíl forsteritu a enstatitu ve směsi a klesal podíl periklasu a β -křemene. Avšak ani teplota výpalu 1300°C nebyla dostatečná k tomu, aby vznikl forsterit jako majoritní krystalická fáze. Cílem této práce však bylo porovnat vliv technologie výroby na vlastnosti forsteritu, a proto byly navrženy teploty výpalu stejné u všech směsí.

3.5.2 Pevnost v tahu za ohybu

Pevnost v tahu za ohybu se stanovuje podle normy ČSN EN 993-6 a vypočítá se dle následující rovnice^[58]:

$$\sigma_F = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max} \cdot L_s}{b \cdot h^2} \quad [MPa] \quad (3.5-1)$$

F_{max} ... maximální síla působící na zkušební těleso [N]

L_s ... vzdálenost podpor zkušebního zařízení [mm]

b ... šířka zkušebního tělesa [mm]

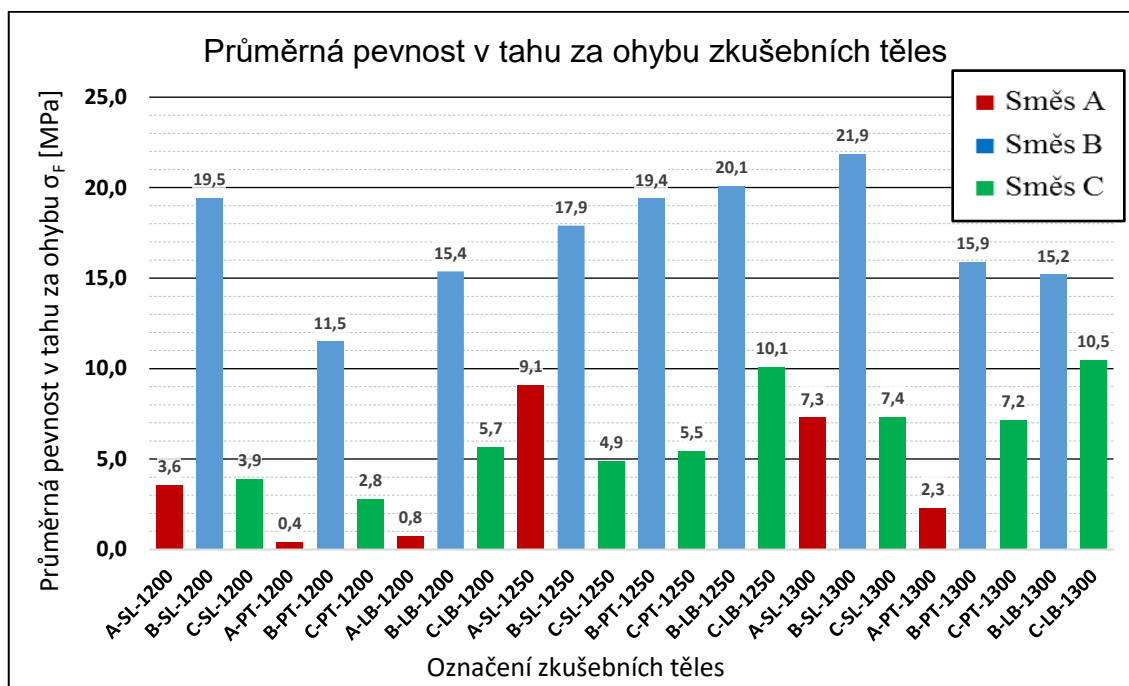
h ... výška zkušebního tělesa [mm]

Název zatěžovacího zařízení pro stanovení pevnosti v tahu za ohybu je Testometric M-350-20CT. Vzdálenost podpor byla nastavena na 70 mm a u kratších těles na 50 mm.

Tab. 21: Průměrná pevnost v tahu za ohybu zkušebních vzorků

Označení vzorku směsi A	Průměrná pevnost v tahu za ohybu σ_F [MPa]	Označení vzorku směsi B	Průměrná pevnost v tahu za ohybu σ_F [MPa]	Označení vzorku směsi C	Průměrná pevnost v tahu za ohybu σ_F [MPa]
A-SL-1200	3,6	B-SL-1200	19,5	C-SL-1200	3,9
A-PT-1200	0,4	B-PT-1200	11,5	C-PT-1200	2,8
A-LB-1200	0,8	B-LB-1200	15,4	C-LB-1200	5,7
A-SL-1250	9,1	B-SL-1250	17,9	C-SL-1250	4,9
A-SL-1300	7,3	B-PT-1250	19,4	C-PT-1250	5,5
A-PT-1300	2,3	B-LB-1250	20,1	C-LB-1250	10,1
		B-SL-1300	21,9	C-SL-1300	7,4
		B-PT-1300	15,9	C-PT-1300	7,2
		B-LB-1300	15,9	C-LB-1300	10,5

Graf č. 1 – Průměrná pevnost v tahu za ohybu za ohybu zkušebních těles



Dle V. Hanykýře a J. Kutzendörfera [10] se pevnost v tahu za ohybu forsteritu s pórovitostí 30 % pohybuje kolem 35 MPa. Vzhledem k tomu, že pórovitost vzorků ze směsi A byla v některých případech i více než dvojnásobná, je i jejich pevnost v tahu za ohybu nižší. Nejvyšších pevností v tahu za ohybu dosahovaly vzorky ze směsi B, které měly nižší pórovitost, avšak množství forsteritu ve vzorcích B bylo nižší než ve směsi A. Avšak pevnost v tahu za ohybu není velmi důležitou vlastností při výrobě žárovzdorných materiálů. S rostoucí teplotou výpalu rostla také pevnost v tahu za ohybu u všech směsí, to je dáno s velkou pravděpodobností tím, že s rostoucí teplotou také klesá pórovitost střepu v důsledku slinování.

3.5.3 Stanovení součinitele tepelné vodivosti

Součinitel tepelné vodivosti žárovzdorných výrobků se stanovuje podle normy ČSN EN 993-15. [65] Zkušební vzorky byly zabroušeny do roviny a poté bylo provedeno měření součinitele tepelné vodivosti pomocí zařízení Isomet 2114 přiložením povrchové sondy na povrch vzorku při laboratorní teplotě. Stanovení součinitele tepelné vodivosti na vzorku ze směsi A nebylo stanoveno v důsledku vyššího smrštění výpalem a vzniku trhlinek ve vzorcích, které by způsobovaly nepřesnosti v měření. Referenční hodnoty pro porovnání pochází z knihy technologie keramiky od V. Hanykýře a J. Kutzendörfera. [10]

Tab. 22: Naměřené hodnoty součinitele tepelné vodivosti v porovnání s referenční hodnotou

Označení vzorku	Součinitel tepelné vodivosti λ [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	Objemová hmotnost [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	Zdánlivá pórovitost [%]
B-PT-1250	1,0086 – 1,0089	1 820	25,1
C-PT-1250	1,0074 – 1,0100	1 620	35,9
Referenční	1,4	1 900	30,0

Součinitel tepelné vodivosti vzorků ze směsi B i C byl nižší v porovnání s referenční hodnotou. Tento jev pravděpodobně nastal v důsledku nižší objemové hmotnosti vzorků, která má přímý vliv na součinitel tepelné vodivosti. Této přímé úměry mezi objemovou hmotností a součinitelem tepelné vodivosti je využíváno u izolačních materiálů.

3.5.4 Stanovení zdánlivé pórovitosti

Zdánlivá pórovitost se stanovuje podle normy ČSN EN 993-1 ^[59]. Zdánlivá pórovitost je definována normou jako poměr objemu všech otevřených pórů pórovitého tělesa k celkovému objemu. Tento poměr je vyjádřen v procentech celkového objemu. ^[59]

Zdánlivá pórovitost se poté vypočítá podle rovnice:

$$\pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5-2)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušebního tělesa [g]

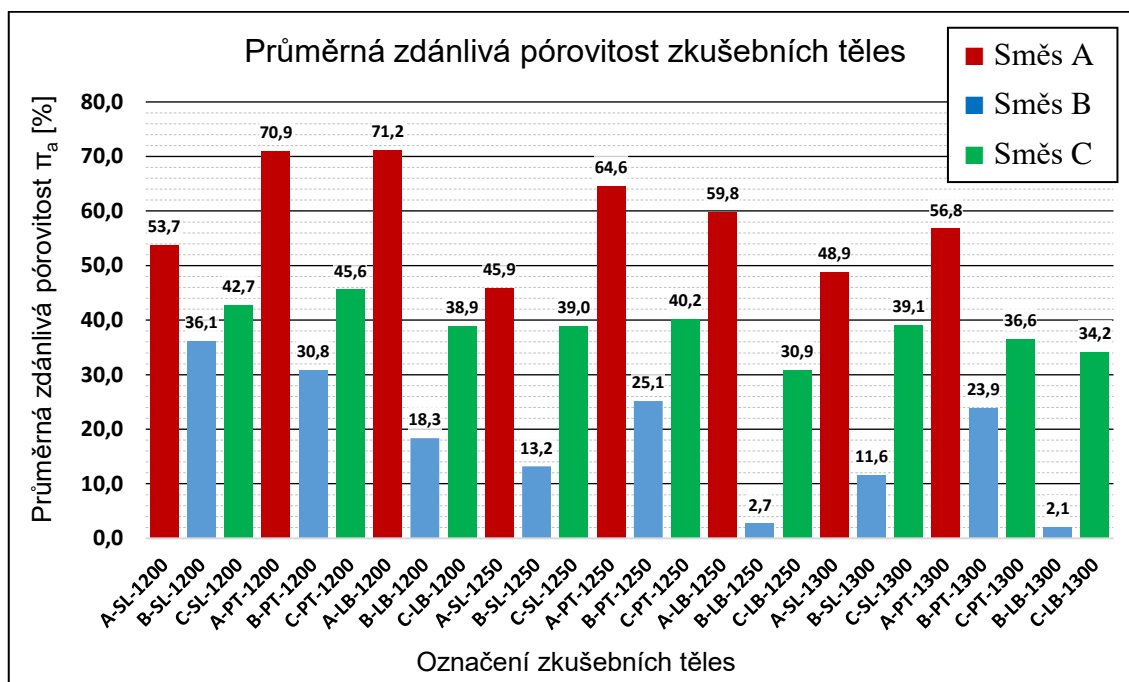
m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušebního tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušebního tělesa [g]

Tab. 23: Průměrná zdánlivá pórovitost zkušebních vzorků

Označení vzorku směsi A	Průměrná zdánlivá pórovitost π_a [%]	Označení vzorku směsi B	Průměrná zdánlivá pórovitost π_a [%]	Označení vzorku směsi C	Průměrná zdánlivá pórovitost π_a [%]
A-SL-1200	53,7	B-SL-1200	36,1	C-SL-1200	42,7
A-PT-1200	70,9	B-PT-1200	30,8	C-PT-1200	45,6
A-LB-1200	71,2	B-LB-1200	18,3	C-LB-1200	38,9
A-SL-1250	45,9	B-SL-1250	13,2	C-SL-1250	39,0
A-PT-1250	64,6	B-PT-1250	25,1	C-PT-1250	40,2
A-LB-1250	59,8	B-LB-1250	2,7	C-LB-1250	30,9
A-SL-1300	48,9	B-SL-1300	11,6	C-SL-1300	39,1
A-PT-1300	56,8	B-PT-1300	23,9	C-PT-1300	36,6
		B-LB-1300	2,1	C-LB-1300	34,2

Graf č. 2 – Průměrná zdánlivá pórovitost zkušebních těles



Průměrná zdánlivá pórovitost u směsi A byla nejvyšší (průměrně 60 %), to je s nejvyšší pravděpodobností dáno uvolňováním plynného oxidu uhličitého při rozkladu magnezitu, který je příčinou zvýšené pórovitosti střepu. S rostoucí teplotou výpalu však klesá i zdánlivá pórovitost u všech směsí, což je dáno počátkem slinování střepu. Nejvýraznější změny ve zdánlivé pórovitosti v závislosti na teplotě výpalu nastaly u směsi B. Způsob vytváření měl jen nepatrný vliv na rozdíly ve zdánlivé pórovitosti u zkušebních těles, kromě těles ze směsi B, které byly vytvořeny litím ze suspenze. Tyto vzorky již při teplotě výpalu 1250°C neobsahovaly téměř žádné otevřené póry a na jejich povrchu se vytvořila slinutá vrstva, která měla jiné zabarvení než zbytek vzorku.

3.5.5 Stanovení objemové hmotnosti

Objemová hmotnost se společně se zdánlivou pórovitostí stanovuje podle normy ČSN EN 993-1. [59] Objemová hmotnost nám udává poměr hmotnosti vysušeného vzorku, včetně všech jeho pórů, k celkovému objemu vzorku. Objemová hmotnost se pak vypočítá dle rovnice:

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot 1000 \quad [kg \cdot m^{-3}] \quad (3.5-3)$$

m_1 ... hmotnost vysušeného zkušebního tělesa [g]

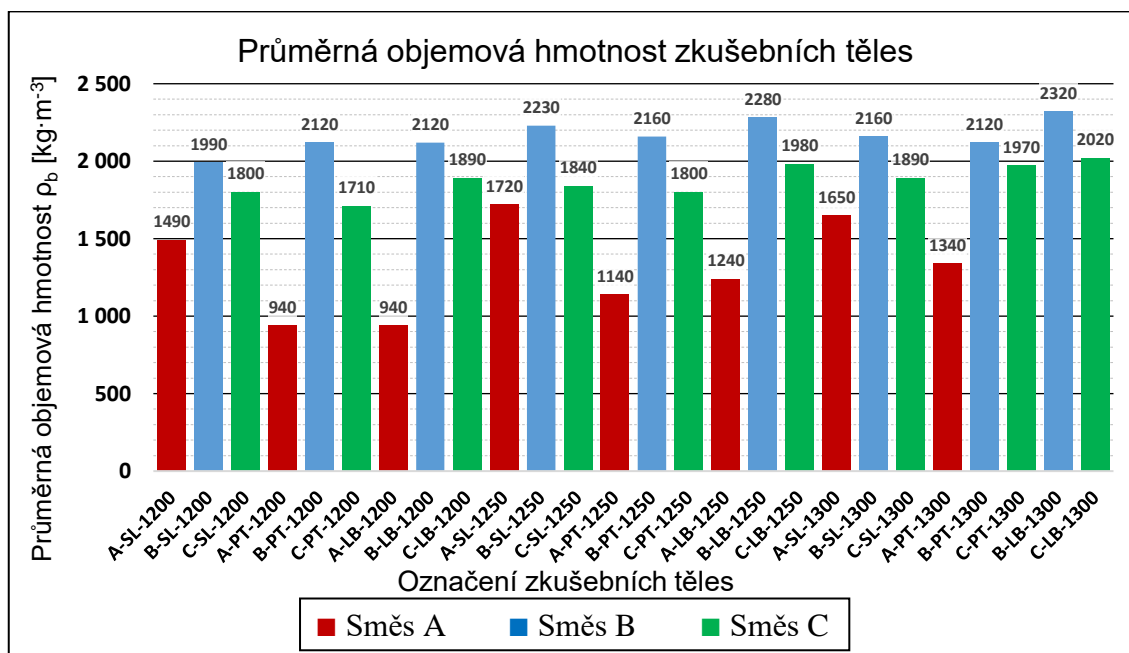
m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušebního tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušebního tělesa [g]

Tab. 24: Průměrná objemová hmotnosti zkušebních těles

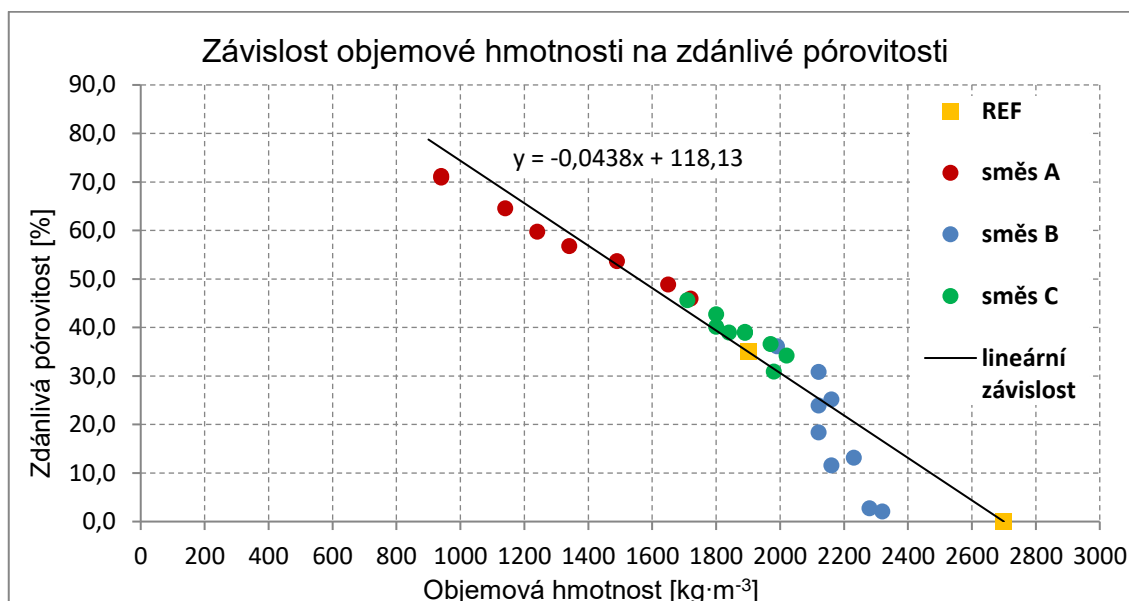
Označení vzorku směsi A	Průměrná objemová hmotnost ρ_b [kg·m ⁻³]	Označení vzorku směsi B	Průměrná objemová hmotnost ρ_b [kg·m ⁻³]	Označení vzorku směsi C	Průměrná objemová hmotnost ρ_b [kg·m ⁻³]
A-SL-1200	1 490	B-SL-1200	1 990	C-SL-1200	1 800
A-PT-1200	940	B-PT-1200	2 120	C-PT-1200	1 710
A-LB-1200	940	B-LB-1200	2 120	C-LB-1200	1 890
A-SL-1250	1 720	B-SL-1250	2 230	C-SL-1250	1 840
A-PT-1250	1 140	B-PT-1250	2 160	C-PT-1250	1 800
A-LB-1250	1 240	B-LB-1250	2 280	C-LB-1250	1 980
A-SL-1300	1 650	B-SL-1300	2 160	C-SL-1300	1 890
A-PT-1300	1 340	B-PT-1300	2 120	C-PT-1300	1 970
		B-LB-1300	2 320	C-LB-1300	2 020

Graf č. 3 – Průměrná objemová hmotnost zkušebních těles



Podle V. Hanykýře a J. Kutzendörfera^[10] je objemová hmotnost pórovitého forsteritu 1 900 kg·m⁻³ a hutného forsteritu 2 700 kg·m⁻³. Objemová hmotnost vzorků ze směsi A je výrazně nižší než referenční hodnoty, což je dáno především vysokou pórovitostí. Závislost objemové hmotnosti na zdánlivé pórovitosti je zobrazena na grafu č. 4. Lze zde vidět klesající lineární závislost mezi objemovou hmotností a zdánlivou pórovitostí. Většina vzorků koreluje s touto lineární závislostí. Některé vzorky ze směsi B, které nekorelují s křivkou mohou obsahovat uzavřené póry, protože jejich povrch měl slinutou vrstvu skelné fáze, avšak zdánlivá pórovitost zahrnuje pouze objem všech otevřených pórů. Skutečná pórovitost těchto vzorků ze směsi B je tak vyšší.

Graf č. 4 – Závislost objemové hmotnosti na zdánlivé pórovitosti



3.5.6 Stanovení zdánlivé hustoty

Zdánlivá hustota se stanoví hydrostatickým vážením, který je popsán v normě ČSN EN 993-1, avšak tato norma zdánlivou hustotu nezahrnuje. Pracovní postup je tak obdobný jako u stanovení zdánlivé pórovitosti. Zdánlivá hustota udává poměr hmotnosti vysušeného vzorku k jeho celkovému objemu, včetně uzavřených pórů.

Zdánlivá hustota se vypočítá dle rovnice:

$$ZH = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \cdot 1000 \quad [kg \cdot m^{-3}] \quad (3.5-4)$$

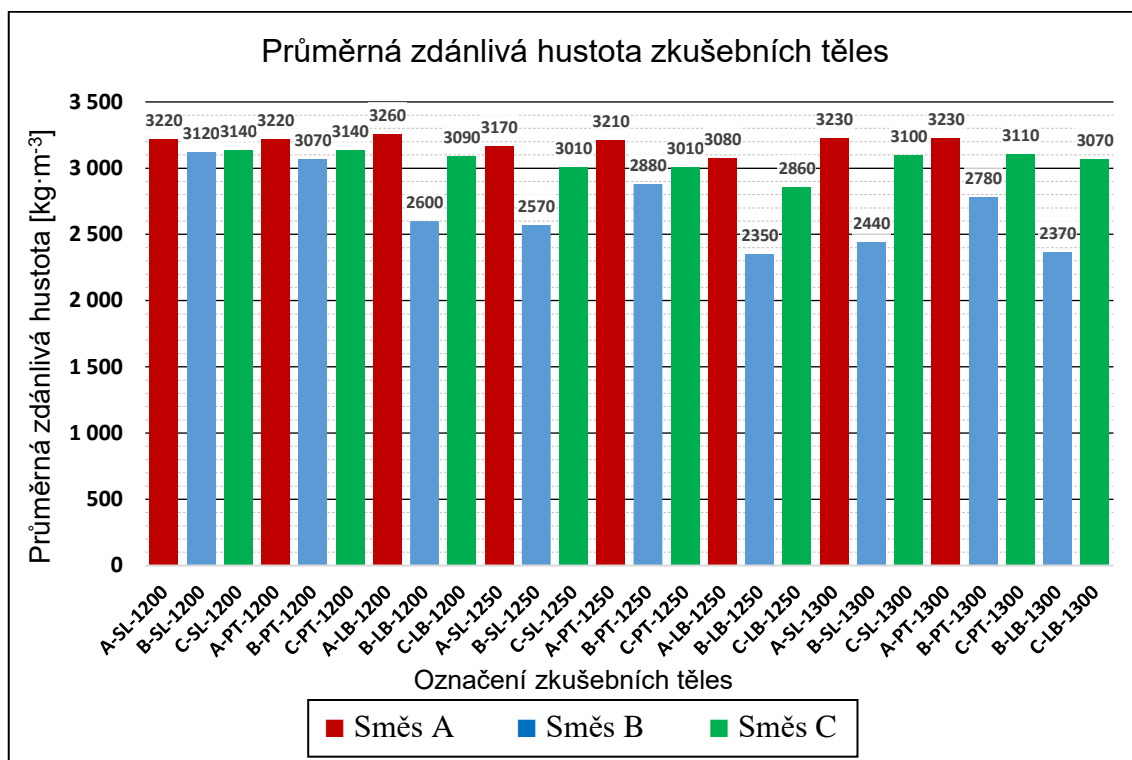
m_1 ... hmotnost vysušeného zkušebního tělesa [g]

m_2 ... hmotnost hydrostaticky váženého zkušebního tělesa [g]

Tab. 25: Průměrná zdánlivá hustota zkušebních těles

Označení vzorku směsi A	Průměrná zdánlivá hustota ZH [kg·m ⁻³]	Označení vzorku směsi B	Průměrná zdánlivá hustota ZH [kg·m ⁻³]	Označení vzorku směsi C	Průměrná zdánlivá hustota ZH [kg·m ⁻³]
A-SL-1200	3 220	B-SL-1200	3 120	C-SL-1200	3 140
A-PT-1200	3 220	B-PT-1200	3 070	C-PT-1200	3 140
A-LB-1200	3 260	B-LB-1200	2 600	C-LB-1200	3 090
A-SL-1250	3 170	B-SL-1250	2 570	C-SL-1250	3 010
A-PT-1250	3 210	B-PT-1250	2 880	C-PT-1250	3 010
A-LB-1250	3 080	B-LB-1250	2 350	C-LB-1250	2 860
A-SL-1300	3 230	B-SL-1300	2 440	C-SL-1300	3 100
A-PT-1300	3 230	B-PT-1300	2 780	C-PT-1300	3 110
		B-LB-1300	2 370	C-LB-1300	3 070

Graf č. 5 – Průměrná zdánlivá hustota zkušebních těles



Hustota čistého forsteritu je 3 270 kg·m⁻³. [7] Zdánlivá hustota udává hmotnost vysušeného vzorku na jednotu objemu včetně uzavřených pórů. Vzorky ze směsi A se blížily hodnotě hustoty čistého forsteritu, vzorky ze směsi B mají průměrnou zdánlivou hustotu nižší, to je pravděpodobně dáno tím, že do objemu vzorku se počítají i uzavřené póry, které vzorek vylehčují a také tím, že na povrchu vzorků byla slinutá skelná fáze, která má hustotu 2 200 kg·m⁻³. Mírně nižší zdánlivá hustota u vzorků ze směsi C je způsobena přítomností křemene, který má hustotu 2 650 kg·m⁻³ a také přítomností amorfní skelné fáze, která má hustotu 2 200 kg·m⁻³.

3.5.7 Stanovení nasákavosti

Podobně jako zdánlivá hustota, tak i nasákavost se stanoví hydrostatickým vážením, který je popsán v normě ČSN EN 993-1, avšak tato norma nasákavost nezahrnuje. Pracovní postup je proto obdobný jako u stanovení zdánlivé pórovitosti. Nasákavost vyjadřuje poměr hmotnostního množství přijaté kapaliny do všech otevřených pórů k hmotnosti vysušeného tělesa.

Nasákavost se vypočítá dle rovnice:

$$NV = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5-5)$$

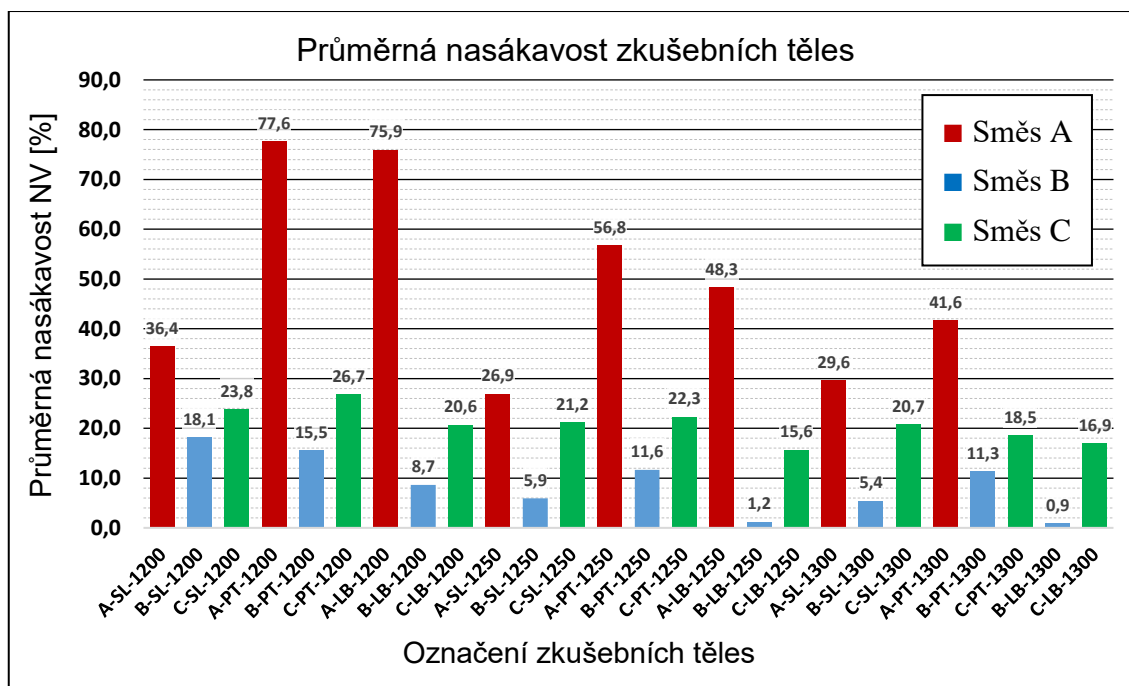
m_1 ... hmotnost vysušeného zkušebního tělesa [g]

m_3 ... hmotnost nasyceného zkušebního tělesa [g]

Tab. 26: Průměrná nasákavost zkušebních těles

Označení vzorku směsi A	Průměrná nasákavost NV [%]	Označení vzorku směsi B	Průměrná nasákavost NV [%]	Označení vzorku směsi C	Průměrná nasákavost NV [%]
A-SL-1200	36,4	B-SL-1200	18,1	C-SL-1200	23,8
A-PT-1200	77,6	B-PT-1200	15,5	C-PT-1200	26,7
A-LB-1200	75,9	B-LB-1200	8,7	C-LB-1200	20,6
A-SL-1250	26,9	B-SL-1250	5,9	C-SL-1250	21,2
A-PT-1250	56,8	B-PT-1250	11,6	C-PT-1250	22,3
A-LB-1250	48,3	B-LB-1250	1,2	C-LB-1250	15,6
A-SL-1300	29,6	B-SL-1300	5,4	C-SL-1300	20,7
A-PT-1300	41,6	B-PT-1300	11,3	C-PT-1300	18,5
		B-LB-1300	0,9	C-LB-1300	16,9

Graf č. 6 – Průměrná nasákavost zkušebních těles



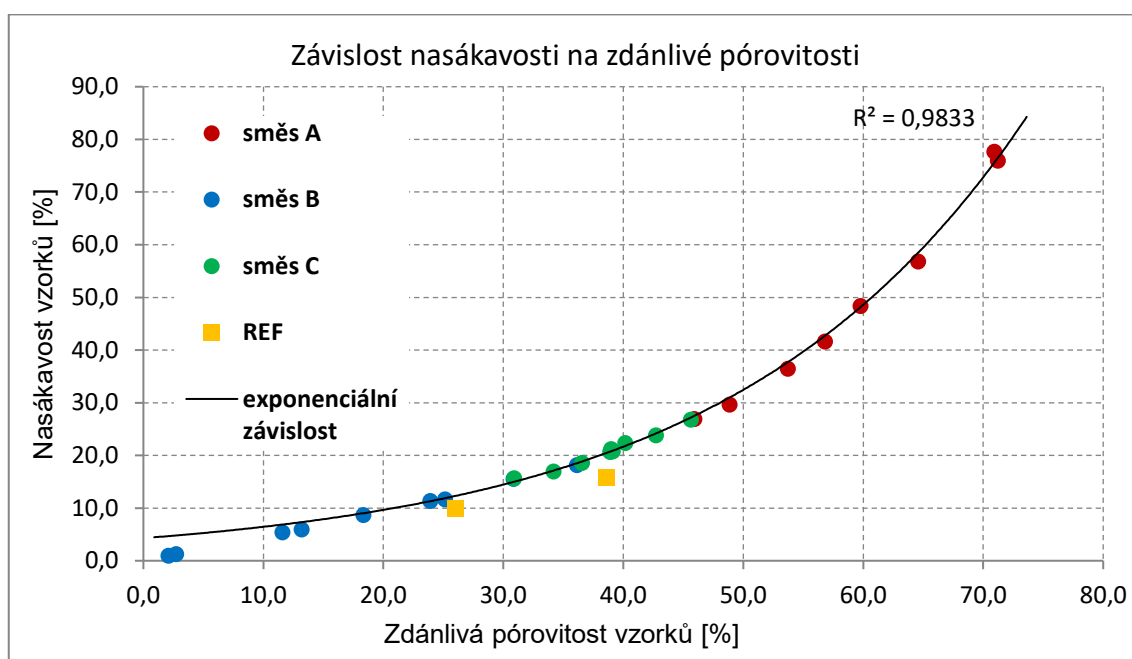
Nasákavost vyjadřuje poměr hmotnostního množství přijaté kapaliny do všech otevřených pórů k hmotnosti vysušeného tělesa. Nasákavost tedy charakterizuje otevřenou pórovitou strukturu.

Referenční hodnoty vzorků byly převzaty z knihy Technologie keramiky od P. P. Budnikova ^[9] a také z práce R. A. Bhargaviho a kol. ^[40] Vzorky ze směsi A měly vysokou nasákavost, což je dáno také jejich vysokou zdánlivou pórovitostí, která je způsobena únikem plynného oxidu uhličitého při rozkladu magnezitu.

Se zvyšující se teplotou výpalu však dochází k postupnému slinování vzorků, a tak ke snižování nasákavosti. Vzorky ze směsi B vyrobené z licí suspenze byly při výpalu na 1250°C již slinuté a téměř nenasákavé.

V grafu č. 7 je zobrazená závislost nasákavosti na zdánlivé pórovitosti všech směsí v porovnání s referenčními hodnotami. Lze vidět, že nasákavost je exponenciálně závislá na zdánlivé pórovitosti a naměřené hodnoty se blíží referenčním hodnotám.

Graf č. 7 – Závislost nasákavosti na zdánlivé pórovitosti zkušebních těles



3.5.8 Stanovení trvalých délkových změn v žáru

Trvalé délkové změny v žáru se stanovují podle normy ČSN EN 993-10. ^[60] Trvalá délková změna se vypočítá podle následující rovnice:

$$\Delta L = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5-6)$$

ΔL ... délka zkušebního tělesa po výpalu [mm]

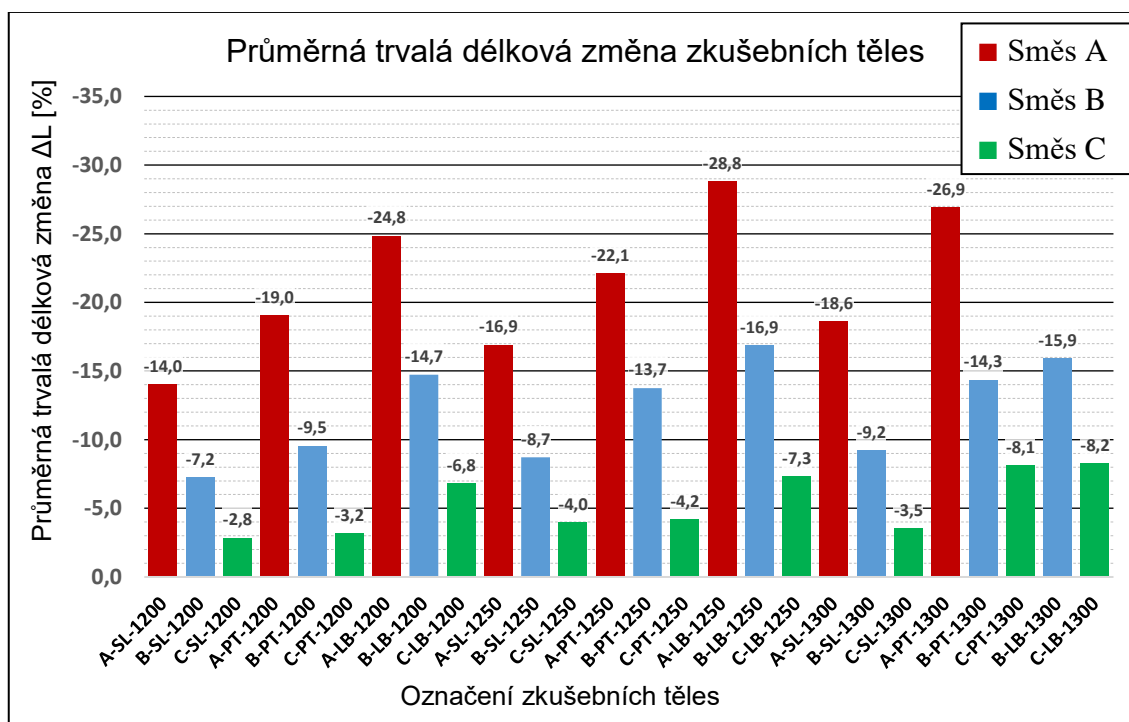
L_0 ... délka vysušeného zkušebního tělesa před výpalem [mm]

Pokud je hodnota délkové změny záporná, jedná se o smrštění zkušebního tělesa, pokud je délková změna kladná, jedná se o rozpínání. Ve všech případech došlo při výpalu ke smrštění zkušebního tělesa.

Tab. 27: Průměrná trvalá délková změna zkušebních těles

Označení vzorku směsi A	Průměrná trvalá délková změna ΔL [%]	Označení vzorku směsi B	Průměrná trvalá délková změna ΔL [%]	Označení vzorku směsi C	Průměrná trvalá délková změna ΔL [%]
A-SL-1200	-14,0	B-SL-1200	-7,2	C-SL-1200	-2,8
A-SL-1250	-16,9	B-SL-1250	-8,7	C-SL-1250	-4,0
A-SL-1300	-18,6	B-SL-1300	-9,2	C-SL-1300	-3,5
A-PT-1200	-19,0	B-PT-1200	-9,5	C-PT-1200	-3,2
A-PT-1250	-22,1	B-PT-1250	-13,7	C-PT-1250	-4,2
A-PT-1300	-26,9	B-PT-1300	-14,3	C-PT-1300	-8,1
A-LB-1200	-24,8	B-LB-1200	-14,7	C-LB-1200	-6,8
A-LB-1250	-28,8	B-LB-1250	-16,9	C-LB-1250	-7,3
		B-LB-1300	-15,9	C-LB-1300	-8,2

Graf č. 8 – Průměrná trvalá délková změna zkušebních těles

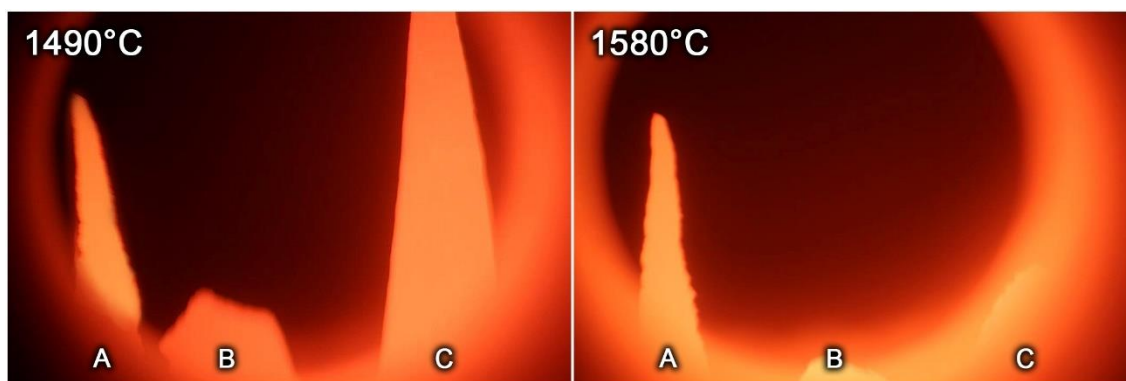


Největší délková změna nastala u vzorků směsi A, což je zapříčiněno rozkladem magnezitu a únikem oxidu uhličitého a také rozkladem mastku, který je doprovázen poklesem objemu vzorku. Vzorky ze směsi B mají také vyšší smrštění v důsledku rozkladu mastku a snížením objemu vzorku. Vzorky ze směsi C měly nejnížší smrštění při výpalu v důsledku toho, že surovinová směs skládající se z křemenného písku a oxidu hořečnatého má téměř nulovou ztrátu žíháním. V závislosti na rostoucí teplotě

výpalu roste také délkové smrštění u všech směsí, což je zapříčiněno vyšší mírou slinování a zhutňování střepu. V závislosti na způsobu vytváření je nejnižší smrštění u vzorků připravených suchým lisováním a největší u vzorků vytvořených z licí suspenze.

3.5.9 Stanovení žárovzdornosti

Žárovzdornost materiálu se stanovuje podle normy ČSN EN 993-12. [62] Typicky se stanovuje žároměrná shoda mezi referenční a zkoušenou žároměrkou, avšak žárovzdornost byla provedena pouze na sadě zkoušených žároměrek ze směsí A, B a C. Tato sada tří žároměrek byla umístěna do pece s průzorem a fotoaparát, který snímal fotografie průzorem do pece při nárůstu teploty o 10°C. Žárovzdornost byla provedena na dvou sadách žároměrek pro porovnání výsledků.



Obr. 10 – Stanovení žárovzdornosti na sadě žároměrek

Na obrázku č. 6 lze vidět, že žároměrka ze směsi B se ohnula při 1 490°C a žároměrka ze směsi C se ohnula při 1 580°C, což je referenční teplota žároměrky č. 158 podle ČSN EN 993-13. [74] Zkouška žárovzdornosti byla ukončena při 1 620°C, protože se zdálo, že se žároměrka ze směsi A ohnula, avšak po vyjmutí z pece bylo zjištěno, že žároměrka A v obou případech stanovení žárovzdornosti pouze spadla (viz obrázek č. 10), pravděpodobně kvůli vzniku eutektické taveniny v podložce. Žárovzdornost směsi A je tedy minimálně 1 620°C.

Podle P. P. Budnikova [9] je žárovzdornost čistého forsteritu 1 850°C. Tuto skutečnost se však nepodařilo ověřit, protože žároměrky ze směsi A (které obsahovaly téměř čistý forsterit) spadly ještě předtím, než se stačily ohnout, a to při teplotě 1620°C. Tato skutečnosti pravděpodobně nastala tím, že se v podložce, která byla tvořená jílem B1 s 10 % korundu, vytvořila eutektická tavenina, která uvolnila žároměrku.

Žárovzdornost směsi B je 1 490°C, a to pravděpodobně kvůli přítomnosti minoritní krystalické fáze enstatitu, jehož teplota tavení je 1 557°C. Podobný případ nastal i u směsi C, s žárovzdorností 1580°C, kvůli přítomnosti minoritní krystalické fáze enstatitu a modifikací oxidu křemičitého. Teplota tavení enstatitu je 1 557°C, přeměna oxidu křemičitého na taveninu je zhruba při 1 720°C.



Obr. 11 – Dvě sady žároměrek po stanovení žárovzdornosti

3.5.10 Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou

Teplotní roztažnost se stanoví diferenční metodou dle normy ČSN EN 993-19. ^[61] Tato zkouška byla provedena pomocí zařízení na měření diferenčně kontrakční termické analýzy s digitálním měřením změny délky zkušebního tělesa v závislosti na teplotě. Změna délky tělesa v závislosti na teplotě se vypočítá z následující rovnice ^[61]:

$$\Delta L = \frac{L_2}{L_1} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5-7)$$

ΔL ...relativní změna délky tělesa [%]

L_1 ...původní výška zkušebního tělesa [mm]

L_2 ...změněná výška zkušebního tělesa po zahřátí [mm]

Z naměřených hodnot délky zkušebního tělesa lze dopočítat koeficient teplotní délkové roztažnosti pro stanovený teplotní rozsah podle následující rovnice ^[61]:

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{L_2}{L_1 \cdot (T_2 - T_1)} \quad [K^{-1}] \quad (3.5-8)$$

α ...koeficient teplotní délkové roztažnosti [K^{-1}]

L_1 ...původní délka zkušebního tělesa [mm]

L_2 ...změněná délka zkušebního tělesa po zahřátí [mm]

T_1 ...nižší teplota v měřeném rozsahu teplot [K]

T_2 ...vyšší teplota v měřeném rozsahu teplot [K]

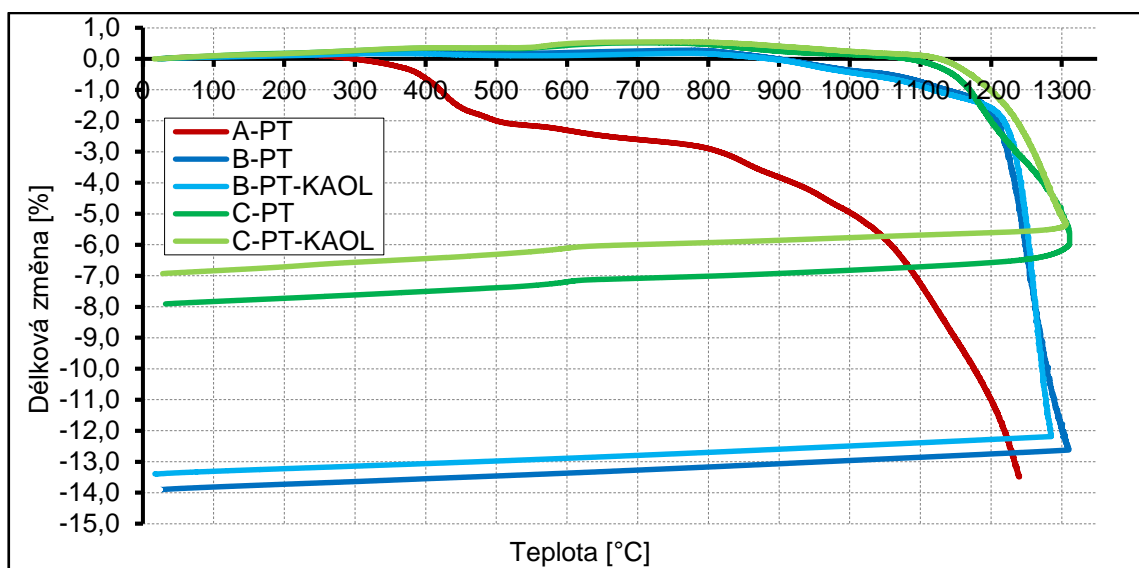
Tab. 28: Stanovení koeficientu délkové teplotní roztažnosti

Označení vzorku	Koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{20-500^{\circ}\text{C}}$ [K^{-1}]	Relativní změna délky tělesa $\Delta L_{20-500^{\circ}\text{C}}$ [%]	Koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{20-1300^{\circ}\text{C}}$ [K^{-1}]	Relativní změna délky tělesa $\Delta L_{20-1300^{\circ}\text{C}}$ [%]
B-PT-1300	$9,21 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,44 %	$10,06 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	1,29 %
C-PT-1300	$11,11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,52 %	$17,98 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	2,30 %
B-PT-KAOL	$8,61 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,42 %	$9,56 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	1,21 %
C-PT-KAOL	$13,14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,62 %	$12,52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	1,60 %
Referenční	$(8-11) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$		$(10-36) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	1,10 %

Koeficient délkové teplotní roztažnosti forsteritu se dle Hanykýře a Kutzendörfera^[10] pohybuje mezi hodnotami $(8-11) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro teplotní interval $30-100^{\circ}\text{C}$. M. Bouhifd et al.^[11] ve své práci prokázali, že koeficient délkové teplotní roztažnosti forsteritu roste lineárně při vyšších teplotách a stanovili jeho hodnotu na $(10-36) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ v teplotním intervalu $20-1300^{\circ}\text{C}$. Referenční hodnota pro relativní změnu délky tělesa dle J. Kutzendörfera a F. Tomšů^[2] v teplotním intervalu $20-1000^{\circ}\text{C}$ je 1,10 %.

Jak lze vidět v grafu č. 9, délková změna vzorku ze směsi A byla příliš vysoká, než je měřicí rozsah testovacího zařízení, proto nelze odečíst hodnoty pro stanovení koeficientu délkové teplotní roztažnosti. V případě vzorků ze směsi B byl stanovený koeficient teplotní délkové roztažnosti v rozmezí daném referenčními hodnotami. V případě vzorků ze směsi C byla hodnota koeficientu délkové teplotní roztažnosti vyšší v důsledku přítomnosti vyššího množství krystalického oxidu hořečnatého ve vypáleném vzorku, jehož koeficient délkové teplotní roztažnosti je $(26-48) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ v teplotním intervalu $20-1300^{\circ}\text{C}$.

Graf č. 9 – Výsledky měření DKTA směsí s jílem B1 a kaolínem Sedlec Ia



3.5.11 Stanovení únosnosti v žáru

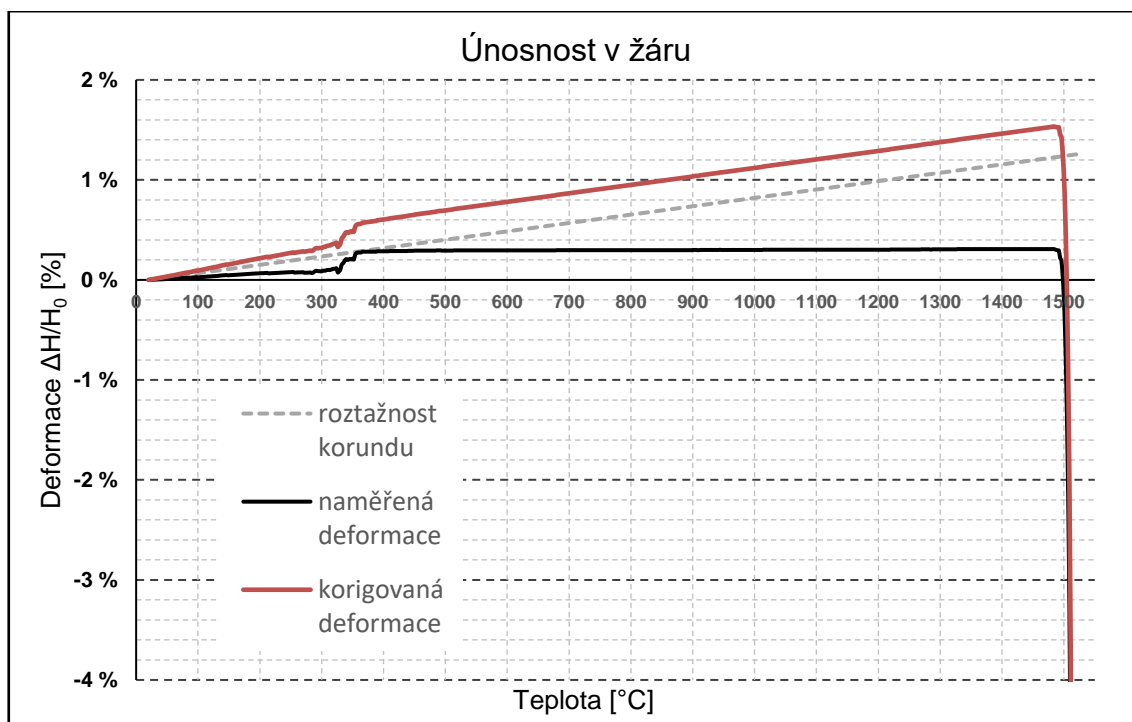
Únosnost v žáru se stanovuje podle normy ČSN EN ISO 1893. [63] Únosnost v žáru je teplota, při níž se zkušební těleso deformuje do stupně definovaného normou nebo se náhle poruší při kombinovaném účinku konstantního zatížení, lineárně rostoucí teploty a času. Principem zkoušky je, že na zkušební těleso ve tvaru válce působí konstantní tlak 0,2 MPa pro výrobky tvarové hutné a teplota se lineárně zvyšuje rychlostí $(5 \pm 0,5)^\circ\text{C}/\text{min}$. Zaznamenává se změna výšky zkušebního tělesa v čase a stanoví se teplota ($T_{0,5}$, T_1 , T_2 a T_5) předepsané deformace zkušebního tělesa při změně výšky o 0,5 %, 1 %, 2 % a 5 %. [63]

Vyhodnocením únosnosti v žáru se nejvyšší bod deformace H_{\max} nachází při deformaci 1,533 % a teplotě $1\,484^\circ\text{C}$. K této hodnotě se vztahují předepsané deformace a teploty, které se nachází v tabulce č. 28.

Tab. 29: Stanovení teploty předepsané deformace

Předepsaná deformace	Teplota předepsané deformace
0,5 %	$T_{0,5} = 1\,500^\circ\text{C}$
1 %	$T_1 = 1\,503^\circ\text{C}$
2 %	$T_2 = 1\,506^\circ\text{C}$
5 %	$T_5 = 1\,511^\circ\text{C}$

Graf č. 10 – Vyhodnocení zkoušky únosnosti v žáru



Podle P. P. Budnikova a kol. [9] je únosnost v žáru čistého forsteritu 1600°C. Únosnost v žáru zkoušeného vzorku byla 1500°C. Avšak do teploty 1480°C se vzorek téměř nedeformoval a poté při teplotě 1500°C nastala téměř okamžitá deformace. Tato nižší hodnota únosnosti v žáru je pravděpodobně způsobena přítomností minoritní krystalické fáze enstatitu ve zkušební vzorku, jehož teplota tavení je 1557°C.

3.5.12 Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty

Odolnost proti náhlým změnám teploty se stanovuje podle normy ČSN EN 993-11. [64] Pro stanovení tohoto experimentu však byla použito pracovního postupu podle německé normy DIN 51068:2008-11. [75] Modifikace pracovního postupu metody B podle ČSN EN 993-11 spočívá v tom, že zkušební těleso po vyjmutí z pece není ochlazováno proudem vzduchu, ale je zcela ponořeno do studené vody. Zbytek pracovního postupu včetně teplot a počtu opakování zůstává stejný.

Zkušební tělesa bez známek mechanického poškození se umístí do pece a ohřejí na teplotu 950°C. Po dostatečné době, aby bylo zajištěno rovnoměrné ohřátí těles, se vyjmou a ihned umístí do nádoby se studenou vodou. Po vychladnutí těles na teplotu místnosti se opět umístí do vyhřáté pece na 950°C. Tento cyklus se opakuje ještě čtyřikrát. Na konci pátého cyklu se stanoví reziduální pevnost v ohybu (MOR – z anglického *measure of thermal-shock resistance*). Odolnost proti náhlým změnám teploty zkušební tělesa se vyjádří v procentech reziduální pevnosti v ohybu dle následující rovnice [64]:

$$MOR_{reziduální} = \frac{MOR_{ochlazovaného}}{MOR_{neochlazovaného}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5-9)$$

Tab. 30: Stanovení odolnosti proti změnám teploty

Označení směsi	Pevnost v ohybu ochlazovaného tělesa	Pevnost v ohybu referenčního tělesa	Reziduální pevnost v ohybu MOR _{reziduální}
Směs B	0,1 MPa	19,4 MPa	0,52 %
Směs C	0,4 MPa	5,7 MPa	7,08 %

Podle Hanykýře a Kutzendörfera [10] je odolnost proti teplotním šokům hutného forsteritu 80 K. Tato hodnota značí teplotní rozdíl mezi nejvyšší teplotou, na kterou se těleso ohřeje a nejnižší teplotou, na kterou se může náhle ochladit bez porušení celistvosti. Hodnota 80 K je velmi nízký teplotní rozdíl, což je dáno poměrně vysokou hodnotou koeficientu délkové teplotní roztažnosti forsteritu, která je $(8-11) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Kvůli této vlastnosti je odolnost proti náhlým změnám teploty forsteritu velmi nízká, což dokazují také výsledky reziduální pevnosti v ohybu zkoušených vzorků.

3.6 Ověření návrhu technologie výroby forsteritu

Byly navrženy 3 různé surovinové směsi:

- směs A (mastek + magnezit + 10 % jílu B1)
- směs B (mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1)
- směs C (křemenný písek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1)

Od každé směsi byly vyrobeny zkušební tělesa třemi různými způsoby vytváření, a to litím ze suspenze, plastickým těstem a lisováním z granulátu. Každá sada zkušebních těles byla vypálena na tři různé vypalovací teploty, a to 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C s nárůstem teploty 4°C/min a dobou výdrže 2 hodiny.

3.6.1 Ověření technologie výroby litím ze suspenze

Při výrobě zkušebních těles se jako nejlepší ztekučovadlo osvědčil pyrofosforečnan sodný. Suspenze směsi A a B vykazovala mírně tixotropní chování, které bylo pravděpodobně způsobeno přítomností mastku ve směsi. Této vlastnosti mastku se využívá při výrobě nestékavých barev a nátěrových hmot, kde se mastek používá jako plnivo. ^[70] Poměrně vysoké množství vody (220 %) v suspenzi směsi A bylo pravděpodobně způsobeno vysokým měrným povrchem magnezitu, který potřeboval vyšší množství vody na obalení všech zrn.

Po výpalu bylo stanoveno mineralogické složení pomocí rentgenové difrakční analýzy, které prokázalo přítomnost forsteritu ve všech směsích. Po aplikaci Rietveldovy metody bylo kvantitativní zastoupení minerálů v případě směsi A: 96 % forsterit a 4 % periklas, v případě směsi B: 64 % forsterit, 27 % periklas a 9 % enstatit a v případě směsi C: 16 % forsterit, 49 % periklas, 17 % enstatit a 18 % křemene (nad teplotou 1 250°C také minoritní fáze cristobalitu).

S nárůstem maximální teploty výpalu směsi B také roste podíl forsteritu a klesá podíl periklasu a enstatitu. Přítomnost vyššího množství periklasu (oxid hořečnatý) ve směsi B je pravděpodobně z důvodu shlukování jednotlivých částic suroviny oxidu hořečnatého (zbytek na síti 0,325 mm byl 20 %) a tím se omezila i jeho reakce s enstatitem za tvorby forsteritu.

V případě směsi C není forsterit majoritní fází, avšak s nárůstem maximální teploty výpalu roste podíl krystalické fáze forsteritu a enstatitu a teoreticky se zvýšením maximální teploty výpalu na 1 500-1 600°C by se pravděpodobně množství krystalické

fáze forsteritu také zvýšilo v důsledku tání enstatitu a jeho reakce s periklasem. Avšak pro zachování komparability různých technologií výroby z hlediska teploty výpalu byly zvoleny teploty 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

3.6.2 Ověření technologie výroby z plastického těsta

Při výrobě zkušebních těles bylo potřeba vyššího množství vody pro směs A (150 %), než u směsí B a C (průměrně 32 %), a to z důvodu vysokého měrného povrchu magnezitu obsaženého ve směsi A, který potřeboval více vody pro obalení všech zrn.

Po výpalu bylo stanoveno mineralogické složení pomocí rentgenové difrakční analýzy, které prokázalo přítomnost forsteritu ve všech směsích. Po aplikaci Rietveldovy metody bylo kvantitativní zastoupení minerálů v případě směsi A: 96 % forsterit a 4 % periklas, v případě směsi B: 49 % forsterit, 39 % periklas a 12 % enstatit a v případě směsi C: 14 % forsterit, 46 % periklas, 23 % enstatit a 17 % křemene (nad teplotou 1 250°C také minoritní fáze cristobalitu). Množství vzniklého forsteritu bylo u směsí B a C nižší než v případě výroby litím ze suspenze, a to pravděpodobně z důvodu dokonalejší homogenizace směsi při míchání suspenze v laboratoři. Tento nepříznivý jev by byl odstraněn v případě mokrého mletí surovin v bubnovém mlýně.

S nárůstem maximální teploty výpalu směsi B také roste podíl forsteritu a klesá podíl periklasu a enstatitu. Přítomnost vyššího množství periklasu (oxid hořečnatý) ve směsi B je pravděpodobně z důvodu shlukování jednotlivých částic suroviny oxidu hořečnatého (zbytek na síti 0,325 mm byl 20 %), či nedokonalou homogenizací směsi v rotačním homogenizátoru. Tímto se omezila reakce oxidu hořečnatého s enstatitem za tvorby forsteritu.

V případě směsi C není forsterit majoritní fází, avšak s nárůstem maximální teploty výpalu roste podíl krystalické fáze forsteritu a enstatitu a teoreticky se zvýšením maximální teploty výpalu na 1 500-1 600°C by se pravděpodobně množství krystalické fáze forsteritu také zvýšilo v důsledku tání enstatitu a jeho reakce s periklasem. Avšak pro zachování komparability různých technologií výroby z hlediska teploty výpalu byly zvoleny teploty 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

3.6.3 Ověření technologie výroby lisováním z granulátu

Do všech surovinových směsí bylo přidáno 6 % vlhkosti a směs byla poté na 24 hodin homogenizována v rotačním homogenizátoru. Při lisování lisovacím tlakem 30 MPa se směs A a B lisovaly velmi dobře a výlisky měly dostatečnou soudržnost, a to pravděpodobně kvůli přítomnosti mastku ve směsi, který má dobré kluzné vlastnosti a omezuje tření.

Po výpalu bylo stanoveno mineralogické složení pomocí rentgenové difrakční analýzy, které prokázalo přítomnost forsteritu ve všech směsích. Po aplikaci Rietveldovy metody bylo kvantitativní zastoupení minerálů v případě směsi A: 94 % forsterit a 6 % periklas, v případě směsi B: 49 % forsterit, 35 % periklas a 16 % enstatit a v případě směsi C: 13 % forsterit, 48 % periklas, 18 % enstatit a 21 % křemene (nad teplotou 1 250°C také minoritní fáze cristobalitu). Množství vzniklého forsteritu bylo u směsí B a C nižší než v případě výroby litím ze suspenze, a to pravděpodobně z důvodu dokonalejší homogenizace směsi při míchání suspenze v laboratoři, protože při homogenizace zavlhělého granulátu došlo ke sbalkování. Tento nepříznivý jev by byl odstraněn v případě mokrého mletí surovin v bubnovém mlýně a následným odvodněním v rozprachové sušárně.

S nárůstem maximální teploty výpalu směsi B také roste podíl forsteritu a klesá podíl periklasu a enstatitu. Přítomnost vyššího množství periklasu (oxid hořečnatý) ve směsi B je pravděpodobně z důvodu shlukování jednotlivých částic suroviny oxidu hořečnatého (zbytek na síti 0,325 mm byl 20 %), či nedokonalou homogenizací směsi v rotačním homogenizátoru. Tímto se omezila reakce oxidu hořečnatého s enstatitem za tvorby forsteritu.

V případě směsi C není forsterit majoritní fází, avšak s nárůstem maximální teploty výpalu roste podíl krystalické fáze forsteritu a enstatitu a teoreticky se zvýšením maximální teploty výpalu na 1 500-1 600°C by se pravděpodobně množství krystalické fáze forsteritu také zvýšilo v důsledku tání enstatitu a jeho reakce s periklasem. Avšak pro zachování komparability různých technologií výroby z hlediska teploty výpalu byly zvoleny teploty 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C.

4 ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo posoudit vliv technologie výroby na vlastnosti forsteritu. Hlavní důraz byl kladen na posouzení technologie výroby z hlediska složení surovinové směsi, způsobu vytváření a teploty výpalu v souvislosti s mineralogickým složením keramického střepu a jeho fyzikálně mechanickými vlastnostmi. Byly navrženy tři různé surovinové směsi – směs A, která obsahovala mastek a magnezit, směs B, která obsahovala mastek a oxid hořečnatý a směs C, která obsahovala křemenný písek a oxid hořečnatý. Všechny směsi také obsahovaly 10 % jílu B1. Zkušební tělesa od každé směsi byly vytvořeny třemi různými způsoby vytváření, a to litím ze suspenze, vytvářením z plastického těsta a lisováním z granulátu. Každá jednotlivá sada zkušebních těles všech směsí a způsobů vytváření byla poté vypálena na tři různé vypalovací teploty 1 200°C, 1 250°C a 1 300°C s nárůstem teploty 4°C/min a dobou výdrže 2 hodiny.

Posouzením vlivu složení surovinové směsi na mineralogické složení obsahovala směs A téměř čistý krystalický forsterit, směs B obsahovala forsterit jako majoritní krystalickou fázi s minoritními podíly periklasu a enstatitu a směs C obsahovala forsterit jako minoritní krystalickou fázi s převažujícími krystalickými fázemi periklasu, enstatitu a křemene. Krystalická fáze periklasu ve zkušebních tělesech směsí B a C byla pravděpodobně způsobena z důvodu shlukování jednotlivých částic oxidu hořečnatého (zbytek na síti 0,325 mm byl 20 %), či nedokonalou homogenizací v rotačním homogenizátoru. Tímto se omezila reakce oxidu hořečnatého s enstatitem na úkor tvorby forsteritu. Zvýšení podílu forsteritu lze teoreticky dosáhnout mokřím mletím surovin či zvýšením teploty výpalu, avšak za účelem porovnání vlivu teploty výpalu byly zvoleny totožné maximální teploty u všech navržených směsí.

Při posouzení vlivu způsobu vytváření na mineralogické složení střepu lze v případě směsi A pozorovat minimální rozdíly ve vzniklých krystalických fázích. Všemi třemi způsoby vytváření vznikl téměř čistý krystalický forsterit. Ovšem u zkušebních těles směsí B a C vytvořených z licí suspenze vzniklo nejvíce krystalického forsteritu. Tento jev nastal s nejvyšší pravděpodobností díky dokonalejší homogenizaci vstupních surovin při míchání suspenze, na rozdíl od homogenizace směsí za sucha v rotačním homogenizátoru v případě vytváření z plastického těsta a lisováním z granulátu.

Posouzením vlivu teploty výpalu na mineralogické složení střepu u směsi A lze pozorovat, že teplota výpalu neměla téměř žádný vliv na množství vzniklé krystalické fáze. Téměř čistý forsterit vznikl ve zkušebních tělesech směsi A již při teplotě výpalu 1 200°C. V případě zkušebních těles ze směsi B lze pozorovat zlepšení v množství vzniklého krystalického forsteritu s nárůstem teploty výpalu s nejvyšším množstvím při výpalu na 1 300°C. V případě zkušebních těles ze směsi C nebyla dostačující ani teplota výpalu 1 300°C pro vznik dostatečného množství krystalického forsteritu. K urychlení reakce a zvýšení množství forsteritu by bylo pravděpodobně zapotřebí zvýšit teplotu výpalu nad 1 500°C.

Posouzením vlivu surovinové směsi na pevnost v tahu za ohybu, vykazovala nejvyšší pevnosti v tahu za ohybu směs B s průměrnou pevností v tahu za ohybu 17,4 MPa. Nejvyšší průměrné pevnosti dosahovala zkušební tělesa vypálená při teplotě 1 250°C. Při porovnání způsobu vytváření zde nebyly příliš velké rozdíly. Průměrná pevnost v tahu za ohybu směsi C byla 6,4 MPa, nejvyšší pevnosti (10,5 MPa) ze směsi C dosahovala zkušební tělesa vytvořená litím ze suspenze vypálená při teplotě 1 300°C. V případě směsi A měla tělesa poměrně malou pevnost v tahu za ohybu (průměrně 3,9 MPa), a to z důvodu vysoké zdánlivé pórovitosti, jež byla způsobena vysokou ztrátou žíhání magnezitu.

Posouzením vlivu surovinové směsi na zdánlivou pórovitost dosahovala nejnižších hodnot směs C s průměrnou pórovitostí 18,2 %, kdy v případě zkušebních těles vyrobených z licí suspenze byla při teplotě výpalu 1 300°C zdánlivá pórovitost 2,1 %. V případě směsi B byla průměrná zdánlivá pórovitost 38,6 %, teplota výpalu ani způsob vytváření neměl příliš velký vliv na zdánlivou pórovitost u této směsi. V případě směsi A byla zdánlivá pórovitost poměrně vysoká (průměrně 59,0 %), což bylo způsobeno vysokou ztrátou žíhání magnezitu. Posouzením způsobu vytváření u směsi A měly nejnižší zdánlivou pórovitost (průměrně 49,5 %) zkušební tělesa vytvořená lisováním z granulátu, teplota výpalu neměla značný vliv.

Posouzením vlivu surovinové směsi na objemovou hmotnost lze pozorovat korelaci mezi objemovou hmotností a zdánlivou pórovitostí. Se snižující se pórovitostí roste objemová hmotnost. Nejnižších objemových hmotností tedy dosahovala tělesa ze směsi A s průměrnou hodnotou 1 310 kg·m⁻³. Průměrná objemová hmotnost směsi B byla 2 170 kg·m⁻³ a průměrná objemová hmotnost směsi C byla 1 880 kg·m⁻³.

Způsob vytváření a teplota výpalu u směsí B a C neměly značný vliv na objemovou hmotnost. U směsi A měla nejvyšší objemovou hmotnost tělesa vytvořená lisováním z granulátu (průměrně $1\,620\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$), což bylo pravděpodobně způsobeno zhutněním struktury při lisování.

Posouzením vlivu surovinové směsi na zdánlivou hustotu lze pozorovat, že směs A s průměrnou zdánlivou hustotou $3\,200\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ se blíží hustotě čistého forsteritu $3\,270\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Průměrná zdánlivá hustota směsi B byla $2\,690\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$, tato nižší hodnota byla pravděpodobně způsobena skelnou fází, která byla na povrchu vzorků ze směsi B, jejíž hustota je $2\,200\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Podobný případ nastal i u směsi C s průměrnou zdánlivou hustotou $3\,060\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$, který také obsahoval určitou část skelné fáze, ale také krystalickou fází křemene s hustotou $2\,650\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. V případě směsí A a C neměla teplota výpalu ani způsob vytváření velký vliv na zdánlivou hustotu. V případě směsi B se zdánlivá hustota zkušebních těles vytvořených z licí suspenze s rostoucí teplotou výpalu snižovala, a to pravděpodobně z důvodu přítomnosti vyššího množství skelné fáze na povrchu zkušebních těles.

Posouzením vlivu surovinové směsi na nasákavost lze pozorovat korelaci mezi nasákavostí a zdánlivou pórovitostí. Se zvyšující se zdánlivou pórovitostí roste také nasákavost zkušebních těles. Nejvyšší průměrné nasákavosti $49,1\%$ dosahovala zkušební tělesa ze směsi A, která měla také vysokou zdánlivou pórovitost $59,0\%$. Průměrná nasákavost zkušebních těles směsi B byla $8,7\%$ a u směsi C byla $20,7\%$. Posouzením vlivu vypalovací teploty na nasákavost lze pozorovat, že se zvyšující se teplotou výpalu klesá nasákavost u všech směsí. Tento jev pravděpodobně nastal z důvodu zhutňování a slinování střepu. Posouzením způsobu vytváření lze pozorovat, že zkušební tělesa ze směsi B vytvořená litím ze suspenze byly již při teplotě výpalu $1\,250^\circ\text{C}$ téměř slinutá s nasákavostí $1,2\%$.

Posouzením vlivu surovinové směsi na trvalou délkovou změnu lze pozorovat, že nejvyšší smrštění výpalem nastalo u zkušebních těles ze směsi A (průměrně $21,4\%$). Toto vysoké smrštění výpalem způsobilo také poměrně značné objemové změny u těchto těles, což mělo za následek také vytvoření trhlinek. U směsi B bylo průměrné smrštění výpalem $12,2\%$ a u směsi C bylo průměrné smrštění výpalem $5,3\%$. V závislosti na teplotě výpalu bylo s rostoucí teplotou výpalu také délkové smrštění vyšší, což je způsobeno zhutňováním a slinováním střepu. V závislosti délkového

smrštění na způsobu vytváření lze pozorovat, že největší délkové smrštění nastalo u zkušebních těles připravených z licí suspenze a nejmenší délkové smrštění u zkušebních těles připravených lisováním granulátu.

Posouzením vlivu surovinové směsi na součinitel tepelné vodivosti lze pozorovat, že hodnoty součinitele tepelné vodivosti směsi B i C byly průměrně $1,009 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Tato hodnota je nižší, než referenční hodnota $1,4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, tento jev nastal pravděpodobně v důsledku nižší objemové hmotnosti zkušebních těles než u referenčního. Stanovení součinitele tepelné vodivosti na vzorku ze směsi A nebylo stanoveno v důsledku velkého smrštění výpalem a vzniku trhlinek ve vzorcích, které by způsobovaly nepřesnosti v měření.

Posouzením vlivu surovinové směsi na žárovzdornost lze pozorovat korelaci mezi žárovzdorností a mineralogickým složením. Žárovzdornost čistého forsteritu je $1\ 850^\circ\text{C}$. Žároměrka ze směsi A, která obsahovala téměř čistý forsterit spadla při $1\ 620^\circ\text{C}$ v obou stanoveních, a to v důsledku vzniku eutektické taveniny v podložce tvořené jílem B1 s 10 % korundu. Žároměrka ze směsi B se ohnula při 1490°C , pravděpodobně kvůli přítomnosti minoritní krystalické fáze enstatitu, jehož teplota tavení je $1\ 557^\circ\text{C}$. Žároměrka ze směsi C se ohnula při 1580°C , také pravděpodobně kvůli přítomnosti minoritní krystalické fáze enstatitu.

Posouzením vlivu surovinové směsi na koeficient délkové teplotní roztažnosti lze pozorovat korelaci mezi teplotní roztažností a mineralogickým složením. Koeficient délkové teplotní roztažnosti čistého forsteritu se pohybuje mezi $(8-11)\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro teplotní interval $30-100^\circ\text{C}$ a mezi $(10-36)\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro teplotní interval $20-1300^\circ\text{C}$. Koeficient délkové teplotní roztažnosti směsi B se nacházel v daném rozmezí s hodnotou $10,06\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro teplotní interval $20-1300^\circ\text{C}$ a koeficient délkové teplotní roztažnosti směsi C měl hodnotu $17,98\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro teplotní interval $20-1300^\circ\text{C}$. Tato vyšší hodnota koeficientu délkové teplotní roztažnosti je způsobena přítomností krystalického oxidu hořečnatého ve zkušebním vzorku, jehož koeficient délkové teplotní roztažnosti je $(26-48)\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Koeficient délkové teplotní roztažnosti směsi A nebyl stanoven kvůli příliš vysoké délkové změně při výpalu, než je měřicí rozsah zkušebního zařízení.

Stanovená únosnost v žáru zkušebního tělesa byla 1 500°C, při této teplotě nastala téměř okamžitá deformace. Zkušební těleso se do teploty 1 480°C téměř nedeformovalo. Únosnost v žáru čistého forsteritu je přibližně 1 600°C, nižší hodnota únosnosti v žáru zkušebního tělesa je pravděpodobně způsobena přítomností minoritní krystalické fáze enstatitu, jehož teplota tavení je 1 557°C.

Odolnost proti náhlým změnám teploty forsteritu je velmi nízká v důsledku poměrně vysoké hodnoty koeficientu délkové teplotní roztažnosti forsteritu. Výsledná reziduální pevnost v ohybu zkušebního tělesa ze směsi B byla 0,52 % a reziduální pevnost v ohybu zkušebního tělesa ze směsi C byla 7,08 %. Tyto nízké hodnoty dokazují nízkou odolnost forsteritové keramiky vůči náhlým změnám teploty.

Lze tedy konstatovat, že výpalem surovinové směsi A tvořenou mastkem, magnezitem a 10 % jílu B1 lze vytvořit pórovitou forsteritovou keramiku, která obsahuje téměř čistý krystalický forsterit. Optimálním způsobem vytváření je lisování z granulátu či tažení z plastického těsta, kterému předchází mokré mletí v bubnovém mlýně pro lepší homogenizaci směsi. Optimální teplota výpalu je v rozmezí 1200-1250°C pro tuto směs.

Výpalem směsi B tvořenou mastkem, oxidem hořečnatým a 10 % jílu B1 lze vytvořit téměř slinutou forsteritovou keramiku, která obsahuje majoritní krystalickou fázi forsteritu s minoritní krystalickou fází enstatitu a periklasu. Optimálním způsobem vytváření je mokré mletí surovin v bubnovém mlýně s následným odvodněním v rozprachové sušárně a následným lisováním z granulátu, které zajistí rozměrovou přesnost výlisků. Optimální teplota výpalu je v rozmezí 1300-1350°C.

Výpalem směsi C tvořenou křemenným pískem, oxidem hořečnatým a 10 % jílu B1 při teplotě 1 300°C nevznikne dostatečně velké množství forsteritu. Tato teplota není dostatečně vysoká na proběhnutí reakce dostatečnou rychlostí, bylo by zapotřebí zvýšit maximální teplotu na 1500-1600°C, což je energeticky náročnější a nákladnější. Je proto výhodnější použití směsi mastku a magnezitu pro vytvoření pórovitého forsteritu nebo směsi mastku a oxidu hořečnatého pro vytvoření slinutého forsteritu.

Seznam použité literatury

- [1] Systematická mineralogie: 7.9 Nesosilikáty. In: *Učebnice mineralogie pro bakalářské studium na PŘF Masarykovy univerzity* [online]. Brno, 2013 [cit. 2016-04-14]. Dostupné z: http://www.sci.muni.cz/mineralogie/kap_7_9_nesosil/kap_7_9_nesosil.htm
- [2] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a František TOMŠŮ. *Žáruvzdorné materiály: díl 1*. Vyd. 1. Praha: ČSVTS - Silikátová společnost České republiky, 2008, 99 s. ISBN 978-80-02-02076-9.
- [3] FRONDEL, Clifford. Jacob Forster (1739–1806) and His Connections with Forsterite and Palladium. *Mineralogical Magazine* [online]. 1972, **38**(297), 545-550 [cit. 2016-04-15]. DOI: 10.1180/minmag.1972.038.297.02. ISSN 0026-461x. Dostupné z: http://www.minersoc.org/pages/Archive-MM/Volume_38/38-297-545.pdf
- [4] Forsterite Mineral Data. In: *Mineralogy Database* [online]. b.r. [cit. 2016-04-15]. Dostupné z: <http://www.webmineral.com/data/Forsterite.shtml>
- [5] Forsterite. In: *Mineralogy Database: Mineral Collecting, Localities, Mineral Photos and Data* [online]. Hudson Institute of Mineralogy, b.r. [cit. 2016-04-15]. Dostupné z: <http://www.mindat.org/min-1584.html>
- [6] Peridot description. In: *Gemological Institute of America* [online]. USA: Gemological Institute of America, c2002-2017 [cit. 2017-12-12]. Dostupné z: <https://www.gia.edu/peridot-description>
- [7] Forsterite. In: *Mindat.org* [online]. Hudson: Hudson Institute of Mineralogy, c1993-2017 [cit. 2017-12-09]. Dostupné z: <https://www.mindat.org/gm/1584>
- [8] HARVEY, Fred a Raymond BIRCH. Olivine and Forsterite Refractories in America. *Industrial & Engineering Chemistry* [online]. 1938, **30**(1), 27-32 [cit. 2016-04-29]. DOI: 10.1021/ie50337a006. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ie50337a006>

- [9] BUDNIKOV, P. *Technologie keramiky a žárovzdorného zboží*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1960.
- [10] HANYKÝŘ, Vladimír a Jaroslav KUTZENDÖRFER. *Technologie keramiky*. 1. vyd. Hradec Králové: Vega, 2000, 287 s., [10] s. barevných obrazových příloh. ISBN 80-900-8606-3.
- [11] BOUHIFD, M., D. ANDRAULT, G. FIQUET a P. RICHEL. Thermal expansion of forsterite up to the melting point. *Geophysical research letters* [online]. 1996, **23**(10), 1143-1146 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: http://dandrault.free.fr/Articles/Bouhifd_Forsterite-HT_GRL-96.pdf
- [12] GILLET, Philippe, Pascal RICHEL, François GUYOT a Guillaume FIQUET. High-temperature thermodynamic properties of forsterite. *Journal of Geophysical Research Atmospheres* [online]. 1991, **96**(7), 11805-11816 [cit. 2017-12-12]. DOI: 10.1029/91JB00680. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1029/91JB00680>
- [13] KATSURA, Tomoo, Anton SHATSKIY, M.A. MANTHILAKE et al. Thermal expansion of forsterite at high pressures determined by in situ X-ray diffraction: The adiabatic geotherm in the upper mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* [online]. 2009, **174**(1-4), 86-92 [cit. 2017-12-12]. DOI: 10.1016/j.pepi.2008.08.002. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0031920108002227>
- [14] VEJVODA, Josef. *Výroba žárovzdorného zboží*. [Vyd. 1.]. Praha: Státní nakl. technické literatury, 1957, 248 p.
- [15] TOMŠŮ, František a Štefan PALČO. *Žárovzdorné materiály: díl 4*. Vyd. 1. Praha: ČSVTS - Silikátová společnost České republiky, 2009, 110 s. ISBN 978-80-02-02170-4.
- [16] Fine Ceramics for Electronics. In: *Kyocera Group Global* [online]. KYOCERA Corporation, b.r. [cit. 2017-12-12]. Dostupné z: <https://global.kyocera.com/prdct/fc/product/pdf/electronic.pdf>
- [17] KOSANOVIĆ, C., N. STUBIČAR, N. TOMAŠIĆ, V. BERMANEC a M. STUBIČAR. Synthesis of a forsterite powder by combined ball milling and thermal treatment. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2005, **389**(1-2), 306-309 [cit. 2016-04-28]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2004.08.015. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838804010412>

- [18] *Solid oxide fuel cell comprising a porous forsterite support and method for producing the same*. 2013. Japonsko. EP2709196 A1. Uděleno 19.3.2014. Zapsáno 16.9.2013. Dostupné také z: <https://www.google.mk/patents/EP2709196A1?cl=en>
- [19] KHARAZIHA, M. a M.H. FATHI. Synthesis and characterization of bioactive forsterite nanopowder. *Ceramics International* [online]. 2009, **35**(6), 2449-2454 [cit. 2016-04-21]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2009.02.001. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884209000686>
- [20] RAMESH, S., A. YAGHOUBI, K.Y. SARA LEE, K.M. CHRISTOPHER CHIN, J. PURBOLAKSONO, M. HAMDI a M.A. HASSAN. Nanocrystalline forsterite for biomedical applications: Synthesis, microstructure and mechanical properties. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* [online]. 2013, **25**, 63-69 [cit. 2016-04-27]. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2013.05.008. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1751616113001653>
- [21] TAN, Chou, Ramesh SINGH, Yee TEH, Yoke TAN a Boon YAP. Sinterability of Forsterite Prepared via Solid-State Reaction. *International Journal of Applied Ceramic Technology* [online]. 2015, **12**(2), 437-442 [cit. 2016-04-22]. DOI: 10.1111/ijac.12172. ISSN 1744-7402. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/ijac.12172>
- [22] KINGERY, W. *Introduction to ceramics*. New York: Wiley, 1960, xvi, 781 s. ISBN 04-714-7883-0.
- [23] EL HADRI, M., H. AHAMDANE a M.A. EL IDRISSE RAGHNI. Sol gel synthesis of forsterite, M-doped forsterite (M=Ni, Co) solid solutions and their use as ceramic pigments. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2015, **35**(2), 765-777 [cit. 2016-04-09]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.09.024. ISSN 09552219. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221914005019>
- [24] SANOSH, K.P., A. BALAKRISHNAN, L. FRANCIS a T.N. KIM. Sol-gel synthesis of forsterite nanopowders with narrow particle size distribution. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2010, **495**(1), 113-115 [cit. 2016-04-20]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2010.01.097. ISSN 09258388. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838810001301>

- [25] MIRHADI, S.M., A. FORGHANI a F. TAVANGARIAN. A modified method to synthesize single-phase forsterite nanoparticles at low temperature. *Ceramics International* [online]. 2016, **42**(7), 7974-7979 [cit. 2017-12-04]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.01.195. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884216002418>
- [26] ANOVITZ, Lawrence, Adam RONDINONE, Lindsay SOCHALSKI-KOLBUS, Jörgen ROSENQVIST a Michael CHESHIRE. Nano-scale synthesis of the complex silicate minerals forsterite and enstatite. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2017, **495**, 94-101 [cit. 2017-12-04]. DOI: 10.1016/j.jcis.2017.01.052. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021979717300607>
- [27] ABDI MAGHSOUDLOU, Mohammad, Touradj EBADZADEH, Zahra SHARAFI, Marziyeh ARABI a Karim ZAHABI. Synthesis and sintering of nano-sized forsterite prepared by short mechanochemical activation process. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2016, **678**, 290-296 [cit. 2016-04-29]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.02.020. ISSN 09258388. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838816302870>
- [28] FATHI, M.H. a M. KHARAZIHA. The effect of fluorine ion on fabrication of nanostructure forsterite during mechanochemical synthesis. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2009, **472**, 540-545 [cit. 2017-10-22]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2008.05.032. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838808007627>
- [29] BARZEGAR BAFROOEI, H., T. EBADZADEH a H. MAJIDIAN. Microwave synthesis and sintering of forsterite nanopowder produced by high energy ball milling. *Ceramics International* [online]. 2014, **40**(2), 2869-2876 [cit. 2016-04-09]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.10.025. ISSN 02728842. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884213012911>
- [30] WEST, Anthony. *Solid state chemistry and its applications: student edition*. 2nd ed. Chichester: Wiley, 2014, 556 s. ISBN 978-1-119-94294-8.
- [31] EXNAR, Petr. *Metoda sol-gel*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006, 61 s. ISBN 80-737-2063-9.

- [32] DOUY, André. Aqueous Syntheses of Forsterite (Mg_2SiO_4) and Enstatite ($MgSiO_3$). *Journal of Sol-Gel Science and Technology* [online]. 2002, **24**(3), 221-228 [cit. 2017-10-22]. DOI: 10.1023/A:1015332607551. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1023/A:1015332607551>
- [33] SASIKALA, T.S., M.N. SUMA, P. MOHANAN, C. PAVITHRAN a M.T. SEBASTIAN. Forsterite-based ceramic-glass composites for substrate applications in microwave and millimeter wave communications. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2008, **461**(1-2), 555-559 [cit. 2016-04-27]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2007.07.084. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838807015605>
- [34] NI, Siyu, Lee CHOU a Jiang CHANG. Preparation and characterization of forsterite (Mg_2SiO_4) bioceramics. *Ceramics International* [online]. 2007, **33**, 83-88 [cit. 2017-10-22]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2005.07.021. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884205002324>
- [35] TSUZUKI, Takuya a Paul MCCORMICK. Mechanochemical synthesis of nanoparticles. *Journal of Materials Science* [online]. 2004, **39**(1617), 5143-5146 [cit. 2016-04-29]. DOI: 10.1023/B:JMISC.0000039199.56155.f9. ISSN 00222461.
- [36] HAYES, Brittany. *Microwave Synthesis* [online]. 1. Matthews, NC: CEM Publishing, 2002 [cit. 2017-12-04]. ISBN 0-9722229-0-1. Dostupné z: <http://faculty.swosu.edu/tim.hubin/share/Microwave%20Synthesis.pdf>
- [37] MINGOS, D. Microwave syntheses of inorganic materials. *Advanced Materials* [online]. 1993, **5**(11), 857-859 [cit. 2016-04-29]. DOI: 10.1002/adma.19930051115. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/adma.19930051115>
- [38] TAVANGARIAN, F. a R. EMADI. Synthesis of pure nanocrystalline magnesium silicate powder. *Ceramics-Silikáty* [online]. 2010, **54**(2), 122-127 [cit. 2016-04-23]. ISSN 1804-5847. Dostupné z: http://www.ceramics-silikaty.cz/2010/pdf/2010_02_122.pdf
- [39] CHENG, T.W., Y.C. DING a J.P. CHIU. A study of synthetic forsterite refractory materials using waste serpentine cutting. *Minerals Engineering* [online]. 2002, **15**(4), 271-275 [cit. 2016-04-27]. DOI: 10.1016/S0892-6875(02)00021-3. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0892687502000213>

- [40] RANI, A., A. ANNAMALAI, M. MAJHI a A. KUMAR. Synthesis and Characterization of Forsterite Refractory by Doping with Kaolin. *International Journal of ChemTech Research* [online]. 2014, **6**(2), 1390-1397 s. [cit. 2016-04-21]. ISSN 0974-4290. Dostupné z: [http://sphinxsai.com/2014/CTVOL6/CT=63\(1390-1397\)AJ14.pdf](http://sphinxsai.com/2014/CTVOL6/CT=63(1390-1397)AJ14.pdf)
- [41] KOSANOVIĆ, C. Synthesis of Forsterite Powder from Zeolite Precursors. *Croatica Chemica Acta* [online]. 2006, **79**(2), 203-208 [cit. 2016-04-24]. ISSN 1334-417X. Dostupné z: http://hrcak.srce.hr/index.php?show=clanak&id_clanak=4149&lang=en
- [42] CHEN, Liugang, Guotian YE, Qingfeng WANG, Bart BLANPAIN, Annelies MALFLIET a Muxing GUO. Low temperature synthesis of forsterite from hydromagnesite and fumed silica mixture. *Ceramics International* [online]. 2015, **41**(2), 2234-2239 [cit. 2016-04-25]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2014.10.025. ISSN 0272-8842. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884214015508>
- [43] KOTŠMÍD, František a Jiří KOCÍK. *Suroviny*. 2. dopl. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1964. Hutní sklářská příručka. řada II, Technologie prvovýroby.
- [44] BROWN, T., S. HOBBS, N. IDOINE, A. MILLS, C. WRIGHTON a E. RAYCRAFT. *European Mineral Statistics 2010-14* [online]. Keyworth, Nottingham: British Geological Survey, 2016 [cit. 2017-10-14]. ISBN 978-0-85272-859-8. Dostupné z: <https://www.bgs.ac.uk/downloads/start.cfm?id=3087>
- [45] World mineral production 2011-2015: British Geological Survey. In: *World mineral production 2011-2015: British Geological Survey* [online]. Keyworth, Nottingham: British Geological Survey, 2017, s. 1-96 [cit. 2017-10-14]. ISBN 978-0-85272-867-3.
- [46] GAINES, Richard. *Dana's new mineralogy: the system of mineralogy of James Dwight Dana and Edward Salisbury Dana*. 8th ed. New York: John Wiley, 1997, xiv, 1819 s. ISBN 04-711-9310-0.
- [47] Dunit. In: *Online geologická encyklopedie* [online]. Česká geologická služba, 2007 [cit. 2017-10-16]. Dostupné z: <http://www.geology.cz/aplikace/encyklopedie/term.pl?dunit>

- [48] KONTA, Jiří. *Keramické a sklářské suroviny*. 1. vyd. Praha: Univerzita Karlova, 1982.
- [49] Magnezit. In: *Přehled minerálů a hornin* [online]. Brno: Pedagogická fakulta, Masarykova univerzita, 2007 [cit. 2017-10-15]. Dostupné z: https://is.muni.cz/elportal/estud/pedf/js07/mineraly/materialy/mineraly/nitraty_magnezit.html
- [50] Quartz. *Mindat.org* [online]. Hudson: Hudson Institute of Mineralogy, 2003 [cit. 2017-10-16]. Dostupné z: <https://www.mindat.org/min-3337.html>
- [51] Zeolity. *Učebnice mineralogie* [online]. Brno: Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, 2013 [cit. 2017-10-16]. Dostupné z: http://www.sci.muni.cz/mineralogie/kap_7_14_tektosil/kap7_14_tektosil.htm#7.14.3.
- [52] Tectosilicate Zeolite group. *Webmineral.com* [online]. USA: Wiley, 2014 [cit. 2017-10-16]. Dostupné z: <http://webmineral.com/dana/dana.php?class=77#.WeTwmlu0NhG>
- [53] Database of Zeolite Structures. *Database of Zeolite Structures* [online]. Zürich: Structure Commission of the International Zeolite Association, 2007 [cit. 2017-10-16]. Dostupné z: <http://www.iza-structure.org/databases/>
- [54] KANG, Kyoung-Ku, Hyun-Seok OH, Dong-Young KIM, Gyurak SHIM a Chang-Soo LEE. Synthesis of silica nanoparticles using biomimetic mineralization with polyallylamine hydrochloride. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2017, **507**, 145-153 [cit. 2017-10-16]. DOI: 10.1016/j.jcis.2017.07.115. ISSN 00219797. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021979717308822>
- [55] MULDERIG, Andrew, Gregory BEAUCAGE, Karsten VOGTT, Hanqiu JIANG a Vikram KUPPA. Quantification of branching in fumed silica. *Journal of Aerosol Science* [online]. 2017, **109**, 28-37 [cit. 2017-10-21]. DOI: 10.1016/j.jaerosci.2017.04.001. ISSN 00218502. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021850217300071>
- [56] Surovinové zdroje České republiky: Nerostné suroviny 2016. In: STARÝ, Jaromír, Ivo SITENSKÝ, Dalibor MAŠEK, Tereza HODKOVÁ, Mirko VANĚČEK, Jaroslav NOVÁK a Pavel KAVINA. *Surovinové zdroje České republiky: Nerostné suroviny 2016* [online]. Praha: Česká geologická služba, 2016, s. 1-412 [cit. 2017-10-14]. ISBN 978-80-7075-920-2. ISSN 1801-6693.

- [57] SOKOLÁŘ, R. a L. SMETANOVÁ. *Keramika - Laboratoře: Modul BJ02_M01*. Brno, 2006. Studijní opory. VUT v Brně.
- [58] ČSN EN 993-6. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné. Část 6: Stanovení pevnosti v ohybu při teplotě místnosti*. Praha: Český normalizační institut, 1997.
- [59] ČSN EN 993-1. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné. Část 1: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti*. 1. Praha: Český normalizační institut, 1997.
- [60] ČSN EN 993-10. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 10: Stanovení trvalých délkových změn v žáru*. 1. Praha: Český normalizační institut, 1999.
- [61] ČSN EN 993-19. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 19: Stanovení teplotní roztažnosti diferenční metodou*. 1. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [62] ČSN EN 993-12. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 12: Stanovení žárovzdornosti*. 1. Praha: Český normalizační institut, 1998.
- [63] ČSN EN ISO 1893. *Žárovzdorné výrobky - Stanovení únosnosti v žáru - Diferenční metoda při stoupající teplotě*. 1. Praha: Český normalizační institut, 2009.
- [64] ČSN EN 993-11. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 11: Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty*. 1. Praha: Český normalizační institut, 2008.
- [65] ČSN EN 993-15. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 15: Stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu (paralelní uspořádání)*. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [66] ČSN EN 993-13. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné. Část 13: Referenční žároměrky pro laboratorní použití. Specifikace*. 1. Praha: Český normalizační institut, 1997.
- [67] Isomet 2114. In: *Applied Precision Ltd.* [online]. Bratislava: Applied Precision Ltd., b.r. [cit.

- 2017-12-15]. Dostupné z: <http://appliedp.com/produkty/isomet/>
- [68] PANALYTICAL Empyrean. In: *AdMaS: Advanced Materials, Structures and Technologies* [online]. Brno: AdMaS, 2016 [cit. 2016-05-14]. Dostupné z: <http://www.admas.eu/vybaveni/xrd-saxs/>
- [69] Tixotropie. *Co je co v povrchové a koloidní chemii* [online]. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2005 [cit. 2017-11-05]. Dostupné z: http://147.33.74.135/knihy/uid_es-001/hesla/tixotropie.html
- [70] TROMPETTE, J., C. CHARNAY a S. PARTYKA. Storage Stability and Rheological Behavior of Talc–Polyacrylylglycinamide Gelified Suspensions. *Langmuir* [online]. 1998, **14**(16), 4475-4481 [cit. 2017-11-05]. DOI: 10.1021/la980054a. ISSN 0743-7463. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/la980054a>
- [71] Match!: Phase Identification from Powder Diffraction. *Crystal Impact: Software for Scientists* [online]. Bonn, 1997-2016 [cit. 2016-05-20]. Dostupné z: <http://www.crystalimpact.com/match/Default.htm>
- [72] Crystallography Open Database: an open-access collection of crystal structures. *Crystallography Open Database* [online]. b.r. [cit. 2016-05-20]. Dostupné z: <http://www.crystallography.net/>
- [73] RODRIGUEZ-CARVAJAL, J. FullProf Suite. *FullProf Suite* [online]. Physica B., 2006 [cit. 2018-01-02]. Dostupné z: <https://www.ill.eu/sites/fullprof/index.html>
- [74] ČSN EN 993-13. *Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 13: Referenční žároměrky pro laboratorní použití. Specifikace*. Praha: Český normalizační institut, 1996.
- [75] DIN 51068:2008-11. *Testing of ceramic raw and basic materials - Determination of resistance to thermal shock - Water quenching method for refractory bricks*. Deutsches Institut für Normung E.V., 2008.

Seznam použitých zkratk a symbolů

SOFC	<i>solid oxide fuel cell</i> – palivový článek s tuhými oxidy
LTCC	<i>low temperature co-fired ceramics</i> – nízkoteplotně slinovaná keramika
MOR	<i>measure of thermal-shock resistance</i> – míra odolnosti proti náhlým změnám teploty
α [K ⁻¹]	koeficient délkové teplotní roztažnosti
RTG	rentgenové záření u rentgenové difrakční analýzy
2θ	úhel 2 θ
I/I_0	poměrná intenzita odražených rentgenových paprsků
d [$\times 10^{-10}$ m]	mezimřížková vzdálenost
DKTA	diferenčně kontrakční termická analýza
Cu K α	rentgenová měděná katoda s K α zářením
COD	<i>Crystallography open database</i> – otevřená krystalografická databáze

Seznam použitých obrázků

Obr. 1 - Zelený forsterit s příměsí fayalitu (vlevo) a čistý průhledný forsterit (vpravo) ^[7]	12
Obr. 2 – Elektronické forsteritové součástky vyráběné firmou Kyocera ^[16]	13
Obr. 3 - Rovnovážný fázový diagram binární soustavy MgO-SiO ₂ ^[10]	14
Obr. 4 - Schematické vyjádření struktury solu, gelu a xerogelu ^[31]	16
Obr. 5 – Těžená ložiska sklářských písků v České republice ^[56]	24
Obr. 6 – Schéma technologie výroby forsteritu litím ze suspenze	25
Obr. 7 – Schéma technologie výroby forsteritu tažením z plastického těsta.....	26
Obr. 8 – Schéma technologie výroby forsteritu lisováním z granulátu	27
Obr. 9 - Jmenovité rozměry referenčních žároměrek ^[66]	40
Obr. 10 – Stanovení žárovzdornosti na sadě žároměrek.....	59
Obr. 11 – Dvě sady žároměrek po stanovení žárovzdornosti	60

Seznam tabulek

Tab. 1: Fyzikální a chemické parametry forsteritu	13
Tab. 2: Chemické složení mastku	29
Tab. 3: Chemické složení magnezitu	29
Tab. 4: Chemické složení oxidu hořečnatého	29
Tab. 5: Chemické složení oxidu křemičitého	29
Tab. 6: Chemické složení jílu B1	30
Tab. 7: Chemické složení kaolínu Sedlec Ia	30
Tab. 8: Složení surovinové směsi A	32
Tab. 9: Označení zkušebních těles pro směs A	32
Tab. 10: Složení surovinové směsi B	33
Tab. 11: Označení zkušebních těles pro směs B	34
Tab. 12: Složení surovinové směsi C	35
Tab. 13: Označení zkušebních těles pro směs C	35
Tab. 14: Porovnání dávky jednotlivých ztekucovadel při konstantním přídávku vody .	43
Tab. 15: Vlastnosti licích suspenzí pro jednotlivé směsi	43
Tab. 16: Vlastnosti plastických těst pro každou směs	44
Tab. 17: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs A	46
Tab. 18: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs B	47
Tab. 19: Výsledky rentgenové difrakční analýzy pro směs C	47
Tab. 20: Umístění difraktogramů v přílohách práce	48
Tab. 21: Průměrná pevnost v tahu za ohybu zkušebních vzorků	49
Tab. 22: Naměřené hodnoty součinitele tepelné vodivosti v porovnání s referenční hodnotou	51
Tab. 23: Průměrná zdánlivá pórovitost zkušebních vzorků	51
Tab. 24: Průměrná objemová hmotnosti zkušebních těles	53
Tab. 25: Průměrná zdánlivá hustota zkušebních těles	54
Tab. 26: Průměrná nasákavost zkušebních těles	56
Tab. 27: Průměrná trvalá délková změna zkušebních těles	58
Tab. 28: Stanovení koeficientu délkové teplotní roztažnosti	61
Tab. 29: Stanovení teploty předepsané deformace	62
Tab. 30: Stanovení odolnosti proti změnám teploty	63
Tab. 31: Identifikované peaky forsteritu	85
Tab. 32: Identifikované peaky enstatitu a periklasu	85
Tab. 33: Identifikované peaky β -křemene a β -cristobalitu	85

Seznam grafů

Graf č. 1 – Průměrná pevnost v tahu za ohybu zkušebních těles.....	50
Graf č. 2 – Průměrná zdánlivá pórovitost zkušebních těles.....	52
Graf č. 3 – Průměrná objemová hmotnost zkušebních těles.....	53
Graf č. 4 – Závislost objemové hmotnosti na zdánlivé pórovitosti	54
Graf č. 5 – Průměrná zdánlivá hustota zkušebních těles	55
Graf č. 6 – Průměrná nasákavost zkušebních těles	56
Graf č. 7 – Závislost nasákavosti na zdánlivé pórovitosti zkušebních těles	57
Graf č. 8 – Průměrná trvalá délková změna zkušebních těles	58
Graf č. 9 – Výsledky měření DKTA směsí s jílem B1 a kaolínem Sedlec Ia.....	61
Graf č. 10 – Vyhodnocení zkoušky únosnosti v žáru	62

Přílohy

Tab. 31: Identifikované peaky forsteritu

Forsterit - $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$					
úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$	úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$
17,37	22	5,1035	46,46	4	1,9546
22,89	68	3,8820	48,50	5	1,8756
23,89	25	3,7216	52,28	58	1,7485
25,46	19	3,4959	52,57	18	1,7394
29,84	17	2,9921	54,93	11	1,6701
32,33	63	2,7665	56,17	11	1,6363
35,73	82	2,5113	56,85	15	1,6181
36,53	100	2,4576	58,70	9	1,5716
38,32	11	2,3473	61,98	34	1,4960
38,87	12	2,3148	62,78	40	1,4789
39,71	42	2,2682	65,00	7	1,4336
40,07	31	2,2482	67,13	11	1,3932
41,81	20	2,1589	69,56	20	1,3504
44,59	8	2,0305	71,66	9	1,3159

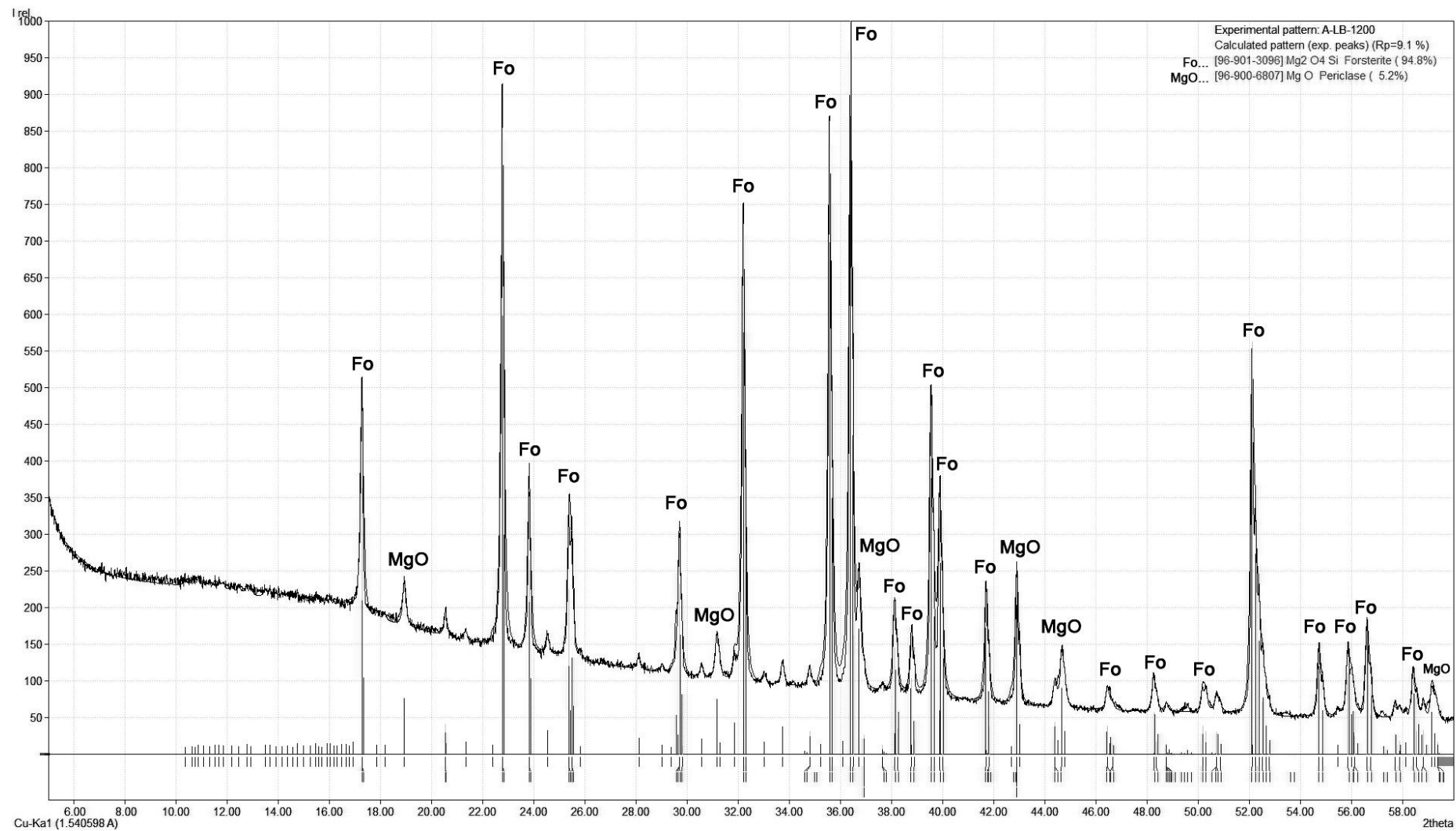
Tab. 32: Identifikované peaky enstatitu a periklasu

Enstatit - $\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$			Periklas (oxid hořečnatý) - MgO		
úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$	úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$
27,19	35	3,2770	36,87	20	2,4358
27,92	100	3,1928	42,91	100	2,1059
30,40	44	2,9378	62,30	60	1,4891
31,11	87	2,8724	74,68	10	1,2736
35,38	43	2,5349			
35,97	51	2,4947			

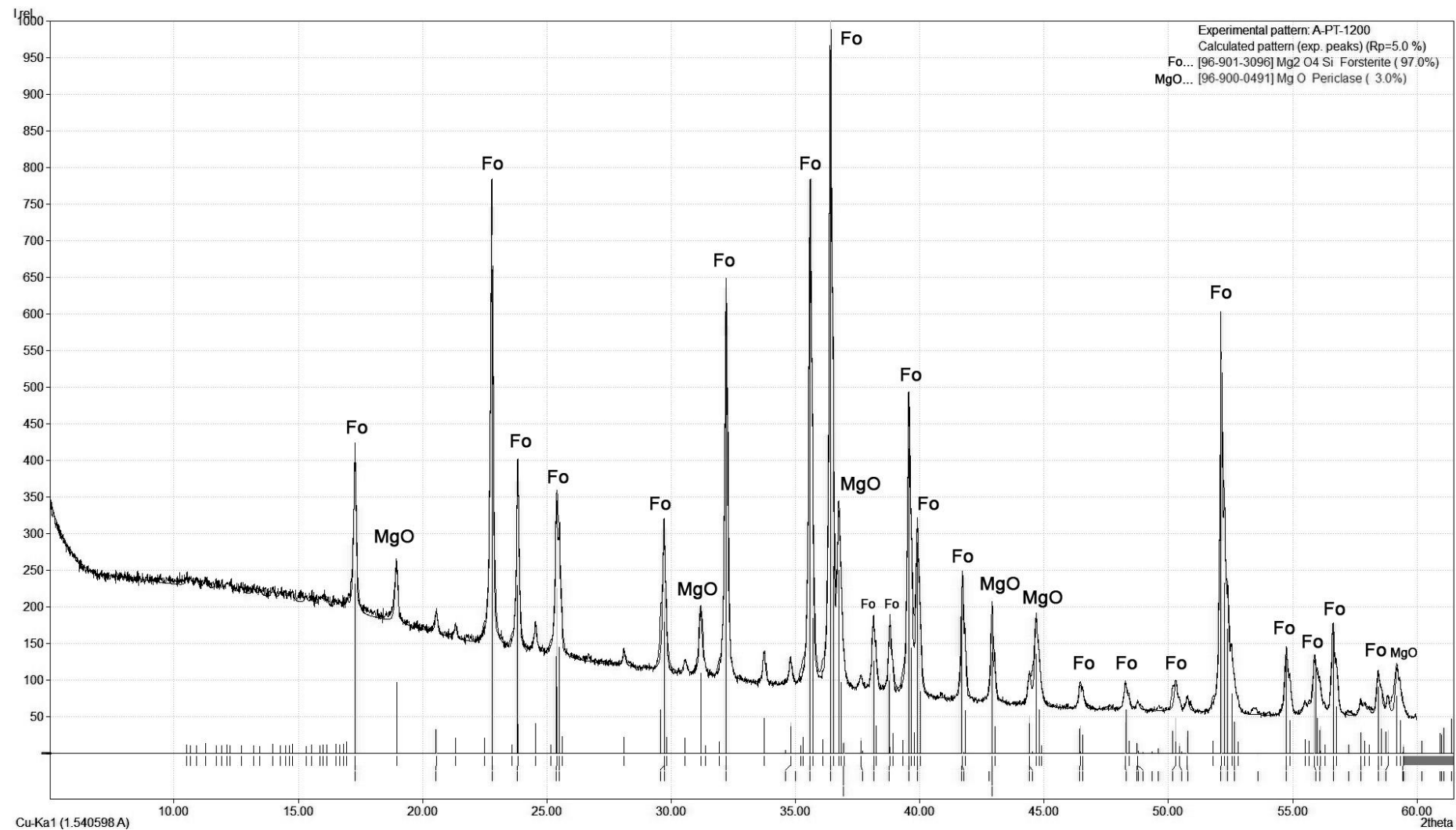
Tab. 33: Identifikované peaky β -křemene a β -cristobalitu

β -křemen - SiO_2			β -cristobalit - SiO_2		
úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$	úhel 2θ	I/I_0	$d [\times 10^{-10} \text{ m}]$
20,84	35	4,2589	21,91	100	4,0533
26,63	100	3,3446	28,39	12	3,1412
36,55	12	2,4564	31,17	14	2,8670
39,46	12	2,2817	35,97	18	2,4947
42,43	9	2,1286	36,36	6	2,4688
50,12	15	1,8186	46,63	4	1,9462

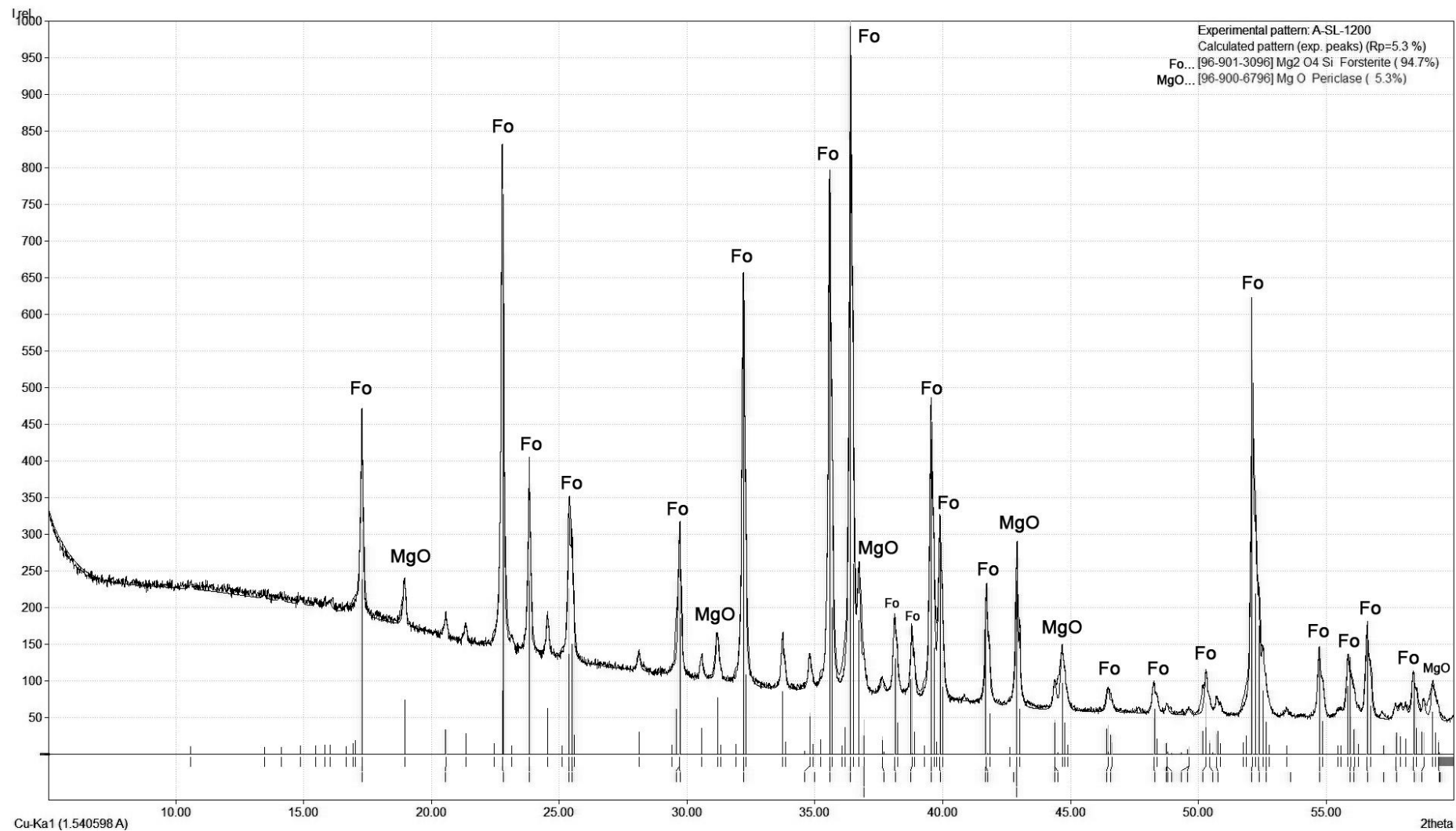
Rentgenogram vzorku **A-LB-1200** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jílu B1, způsob vytváření lití ze suspenze, výpal na 1200°C)



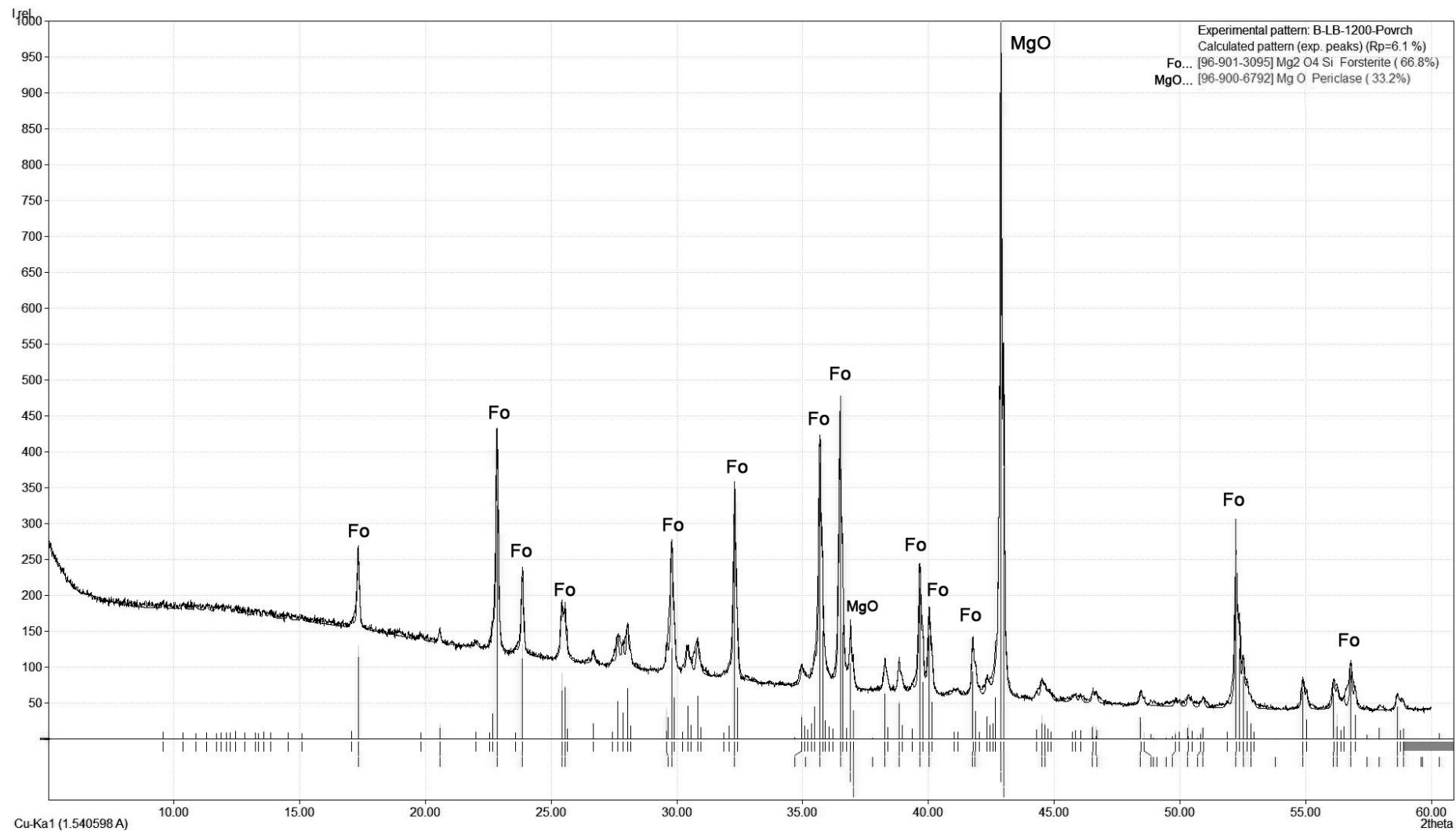
Rentgenogram vzorku **A-PT-1200** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jí B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal na 1200°C)



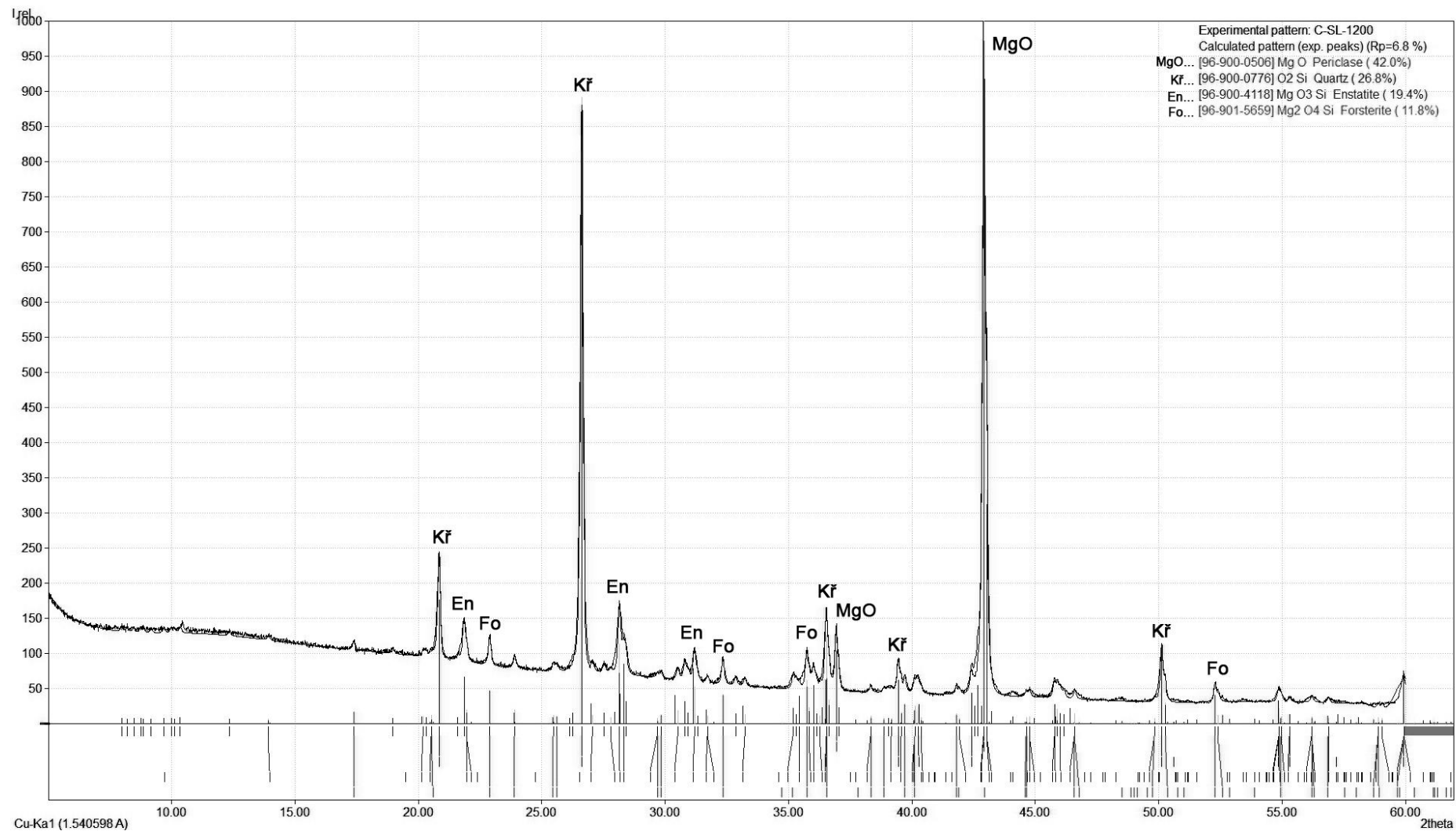
Rentgenogram vzorku **A-SL-1200** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jí B1, způsob vytváření suché lisování, výpal na 1200°C)



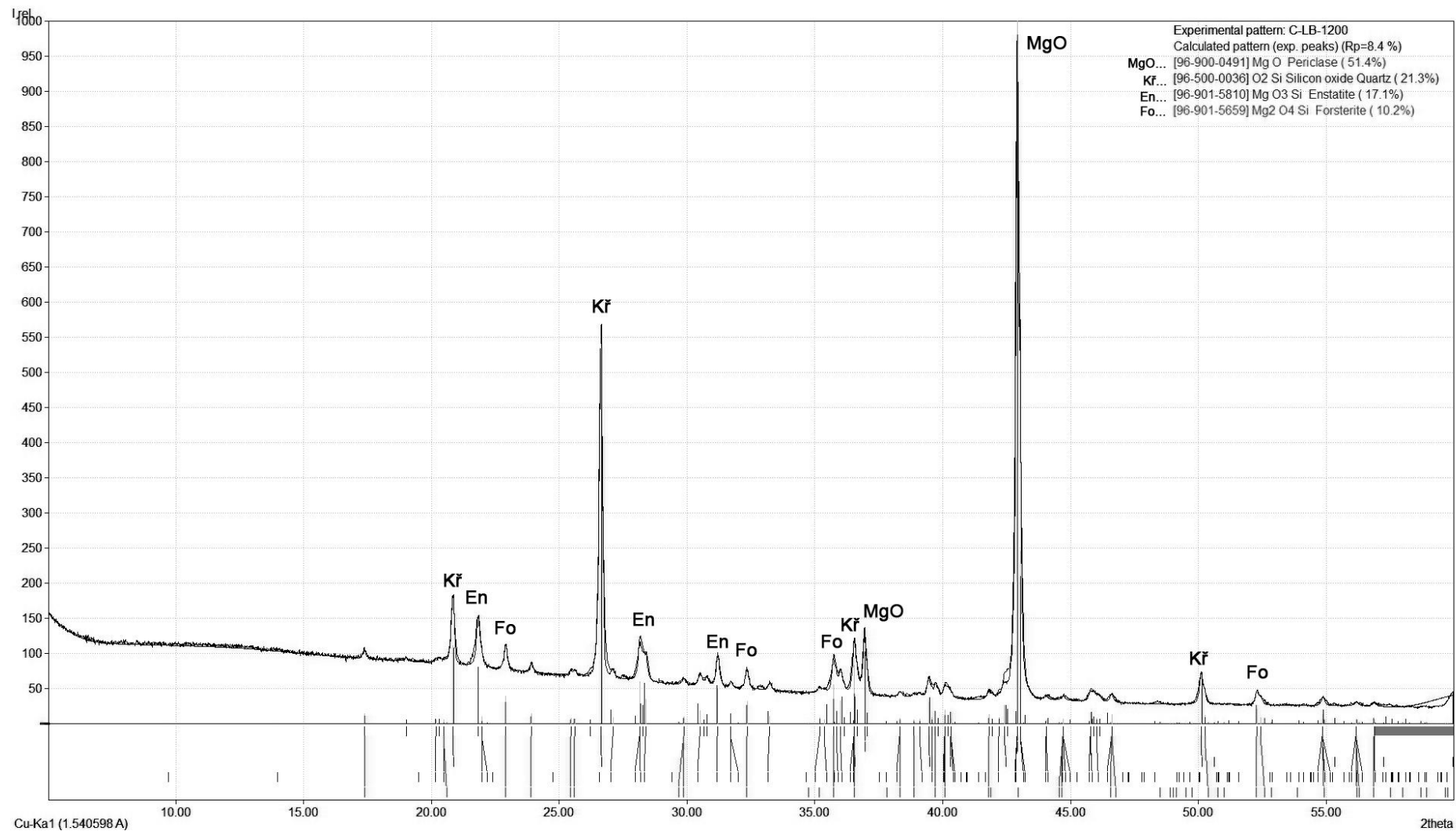
Rentgenogram vzorku **B-LB-1200** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1200°C)



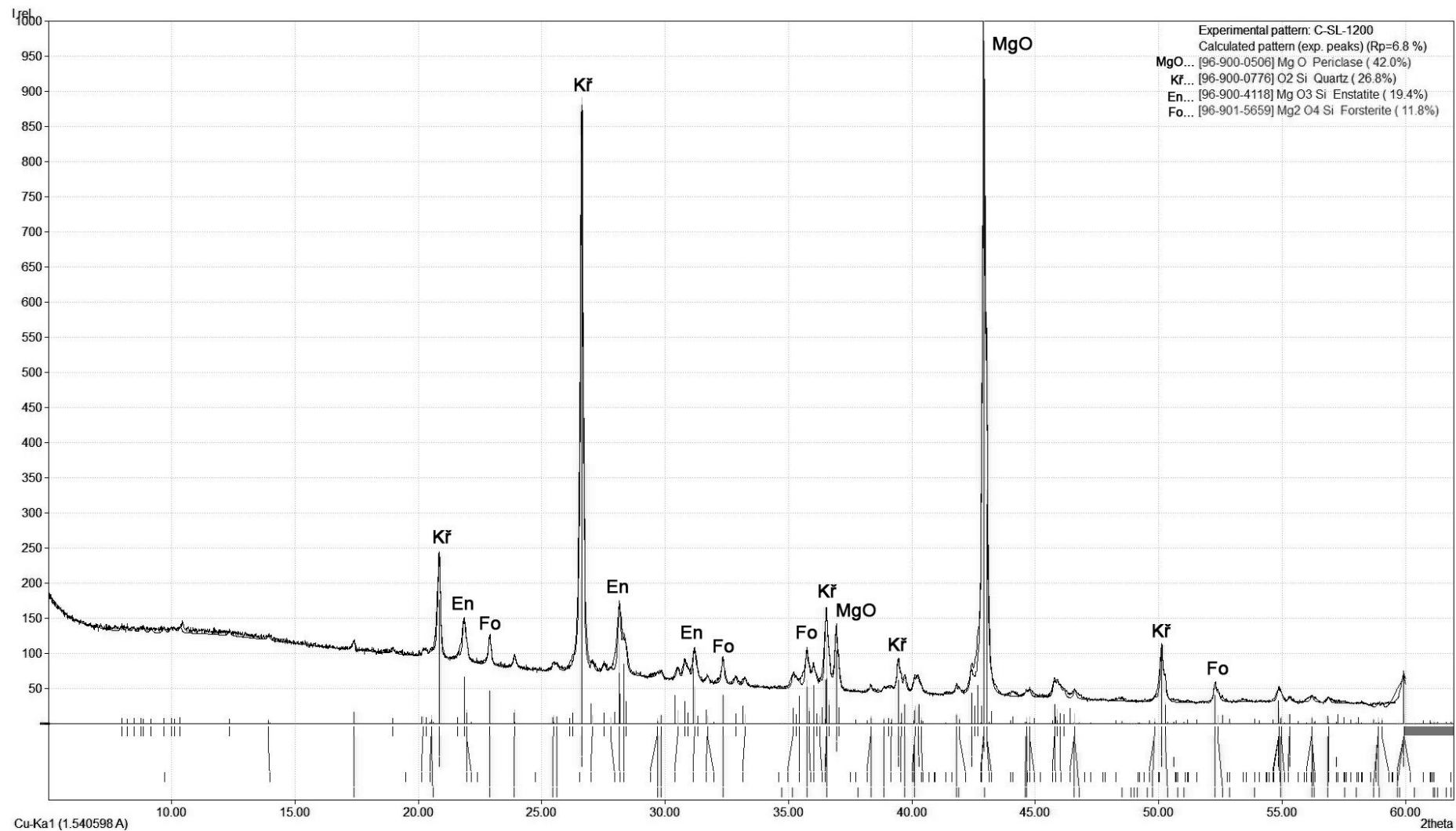
Rentgenogram vzorku **B-SL-1200** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1200°C)



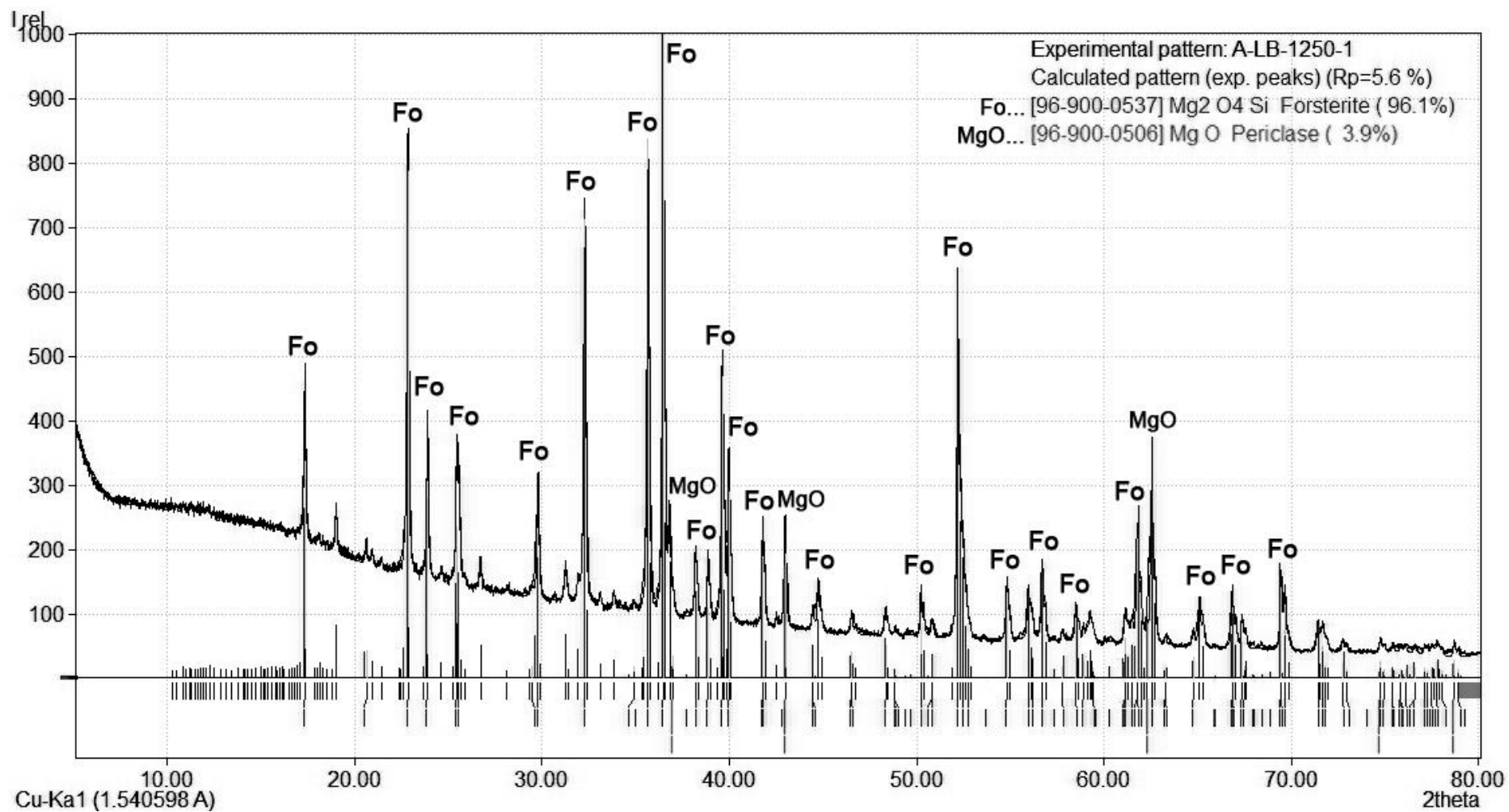
Rentgenogram vzorku **C-LB-1200** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1200°C)



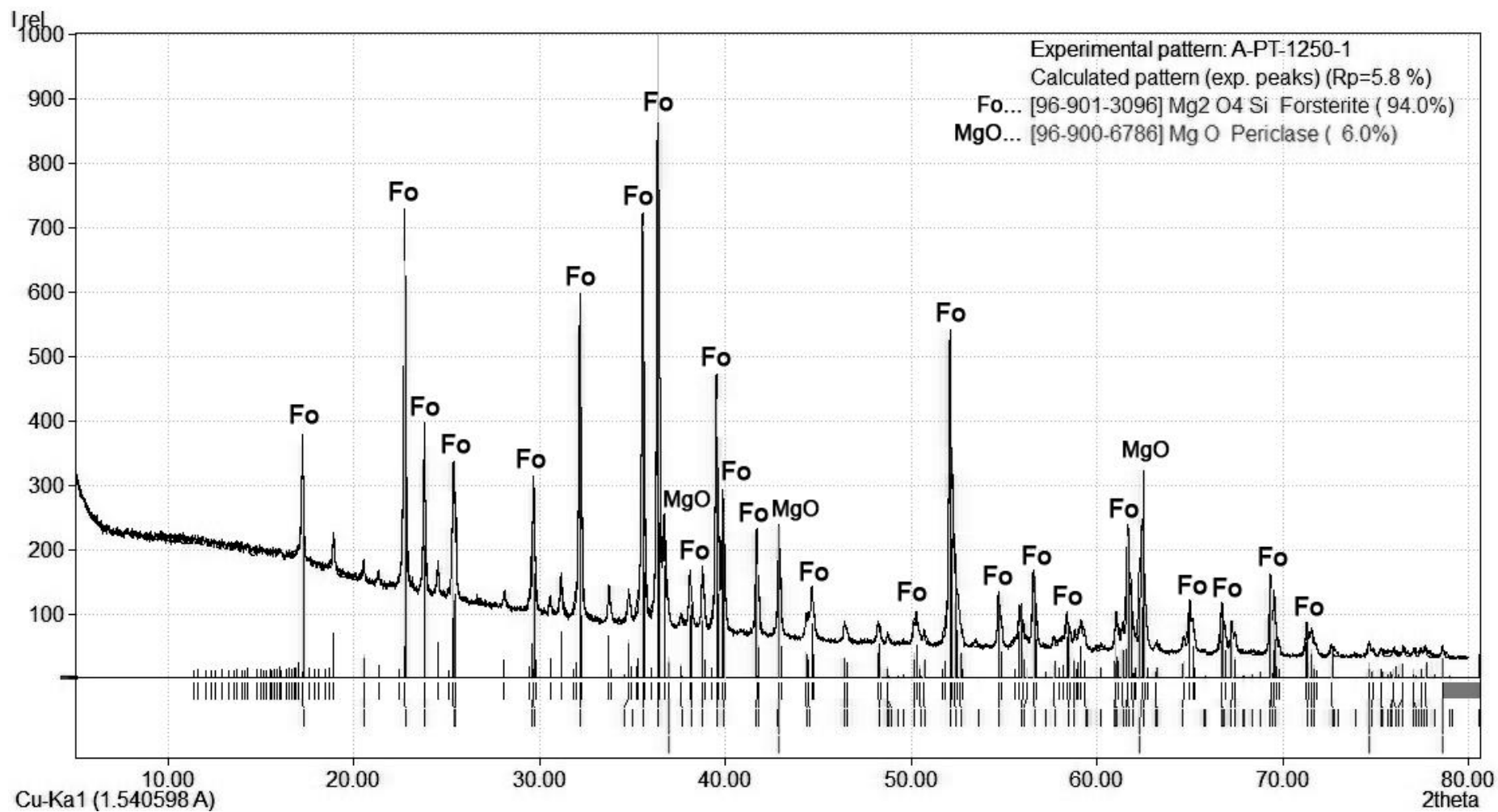
Rentgenogram vzorku **C-SL-1200** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1200°C)



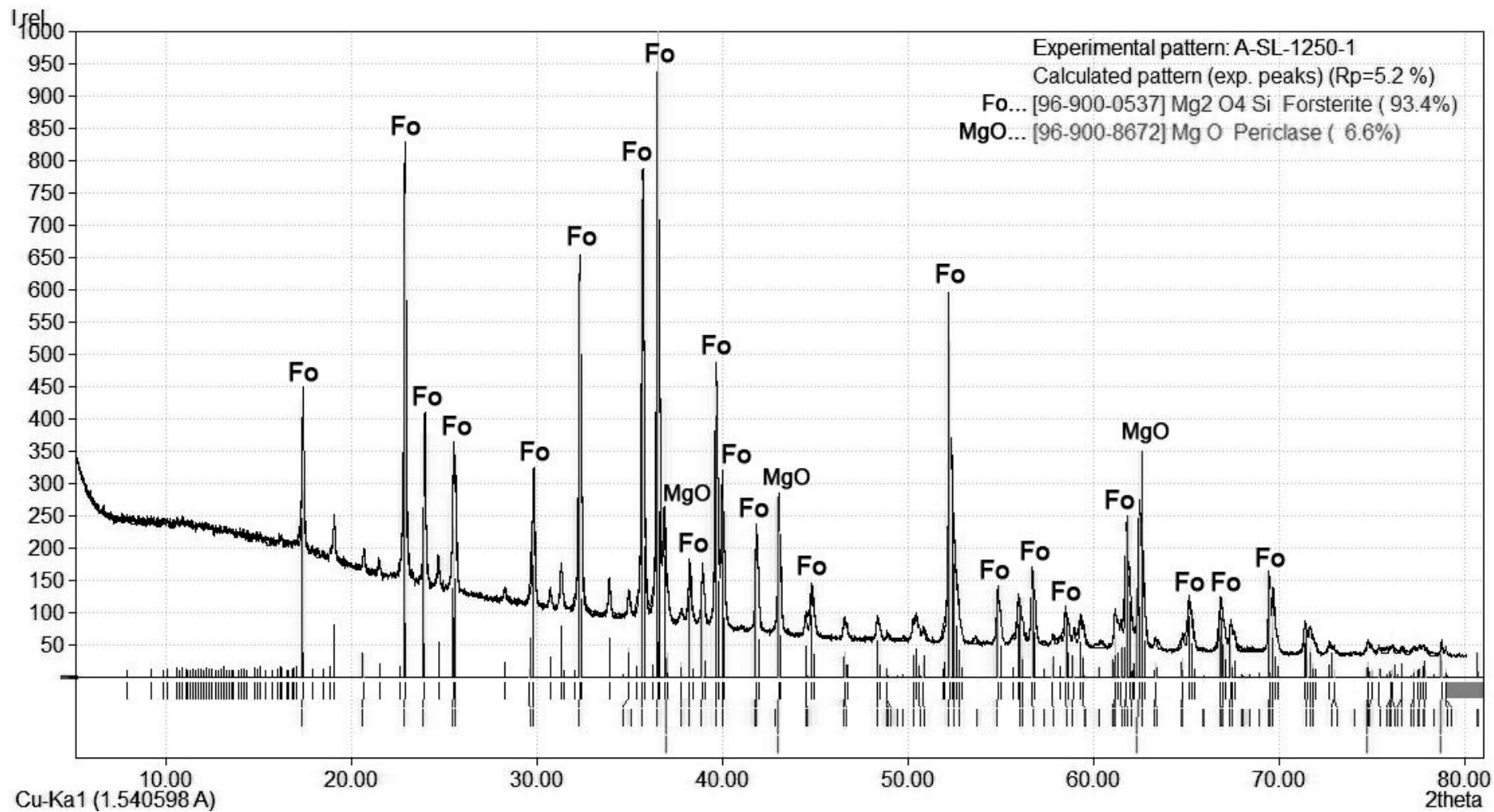
Rentgenogram vzorku **A-LB-1250** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jílu B1, způsob vytváření lití ze suspenze, výpal na 1250°C)



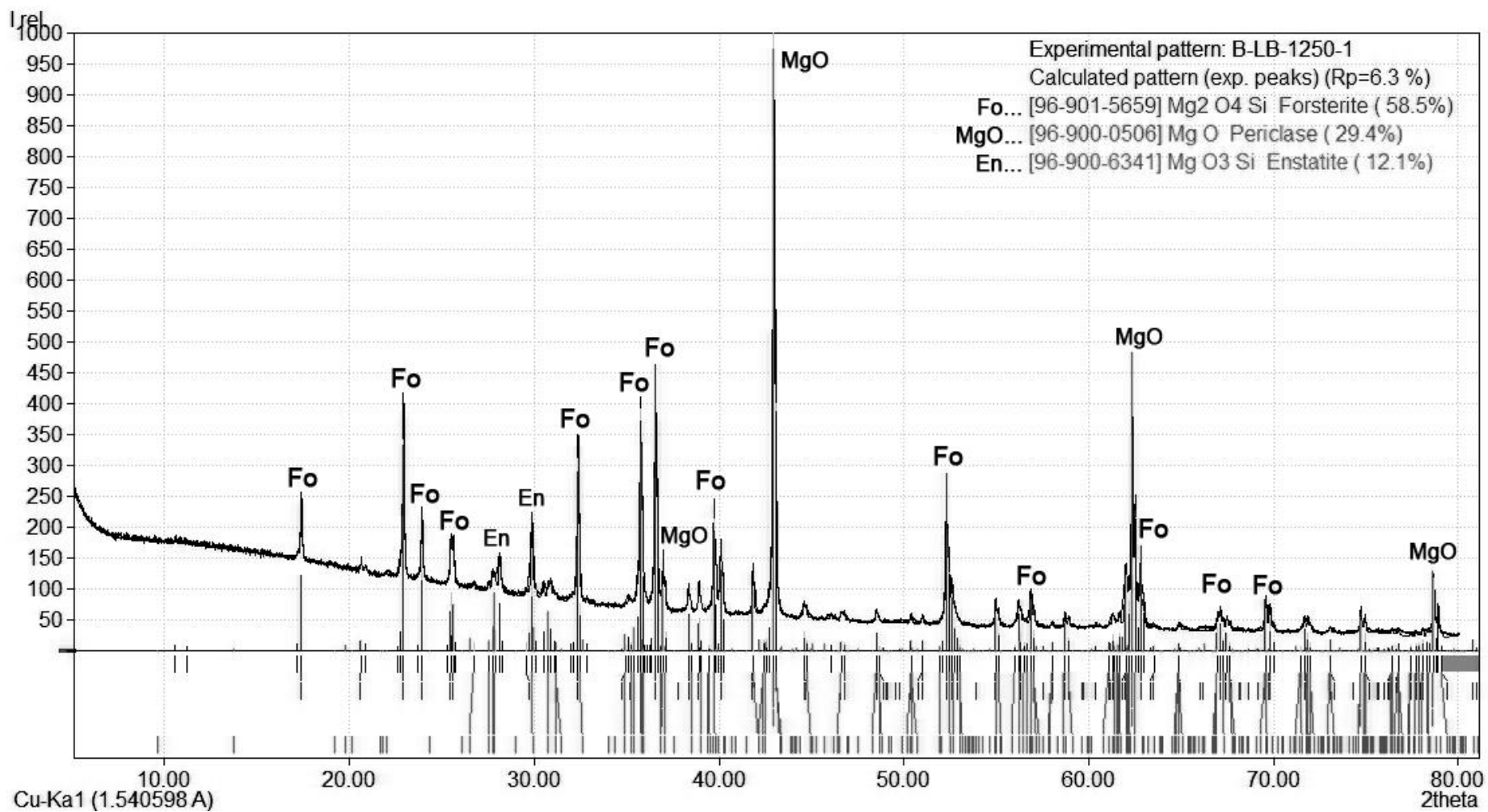
Rentgenogram vzorku **A-PT-1250** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jí B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal na 1250°C)



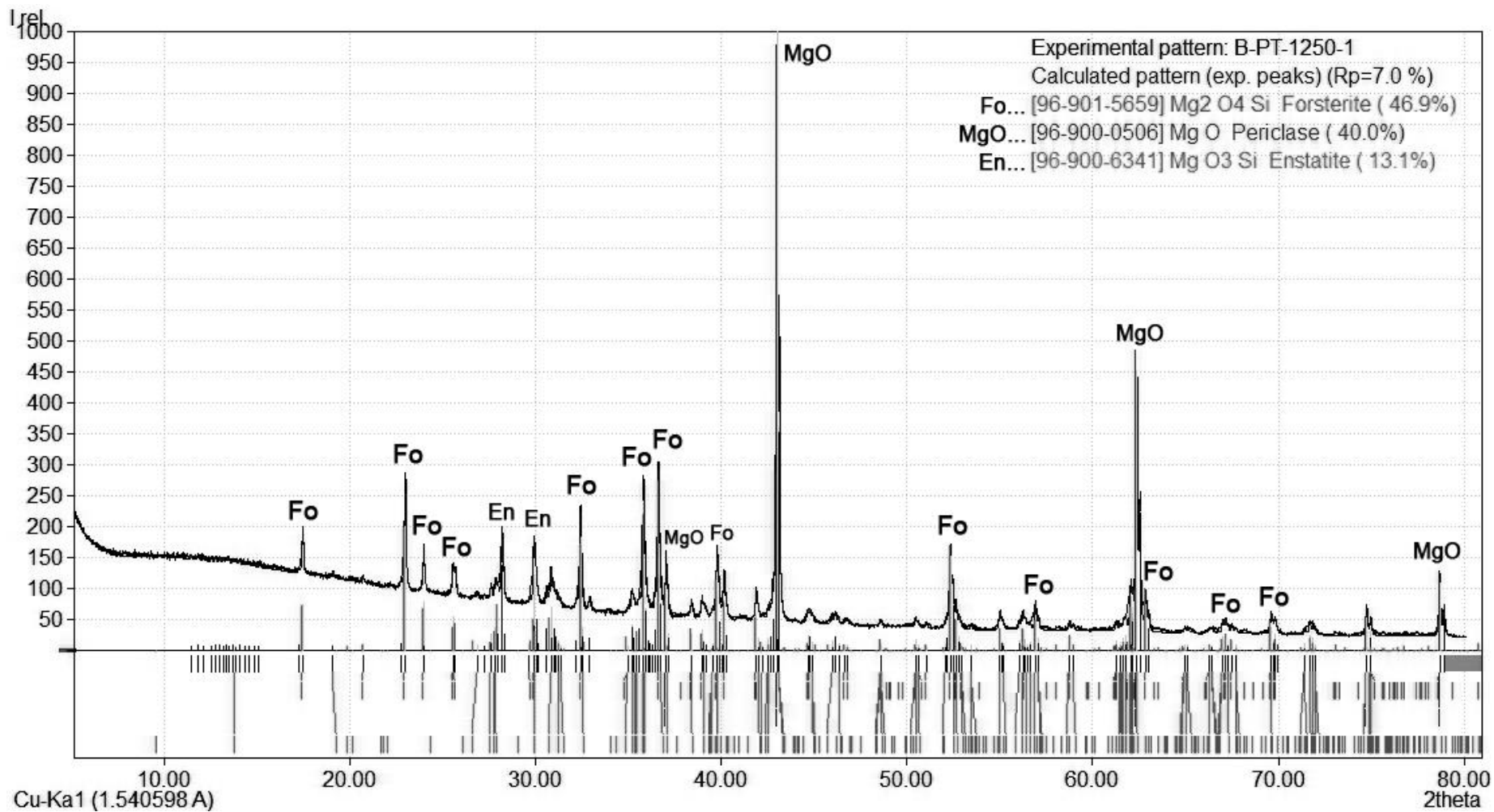
Rentgenogram vzorku **A-SL-1250** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jí B1, způsob vytváření suché lisování, výpal na 1250°C)



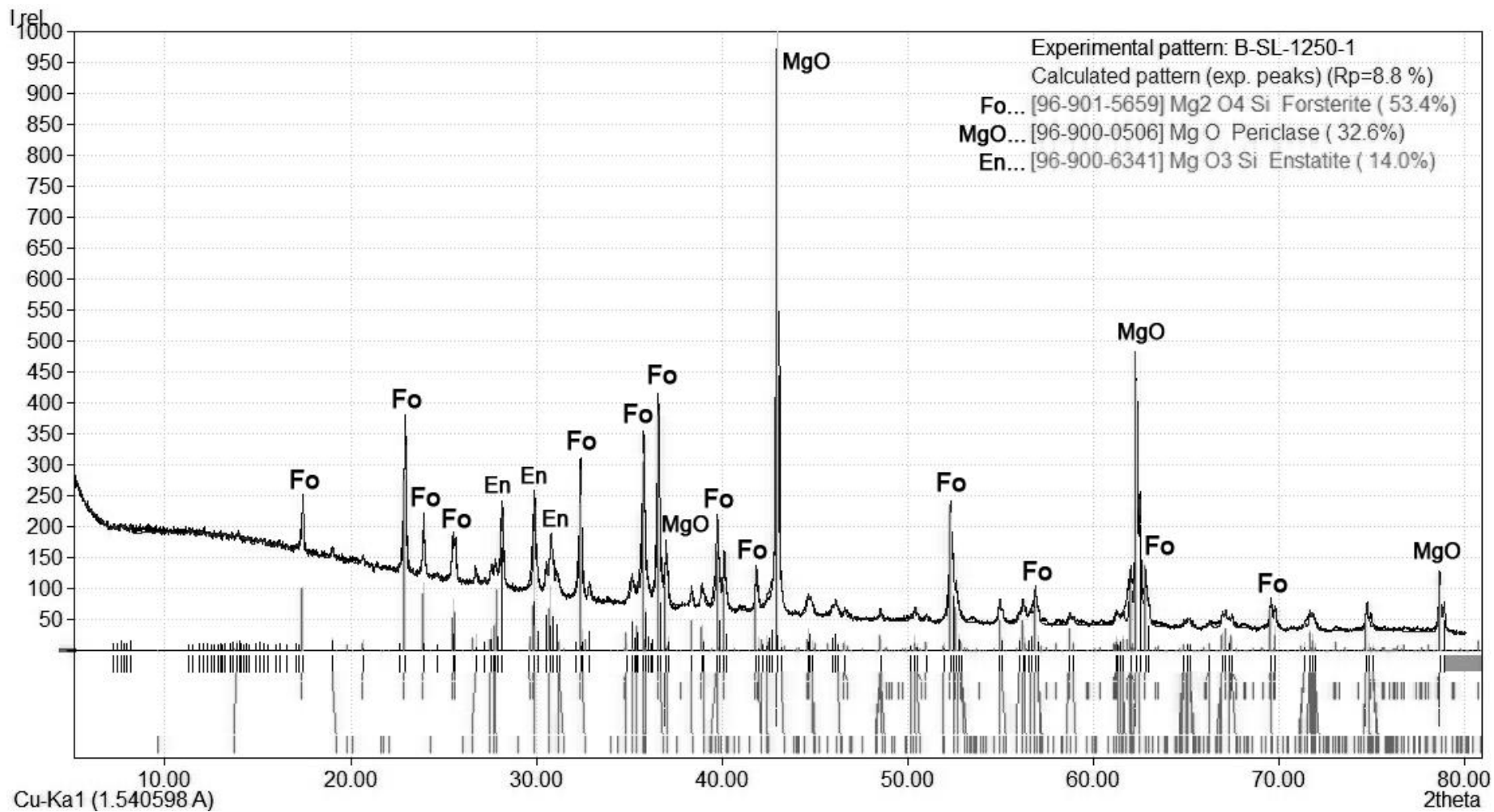
Rentgenogram vzorku **B-LB-1250** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1250°C)



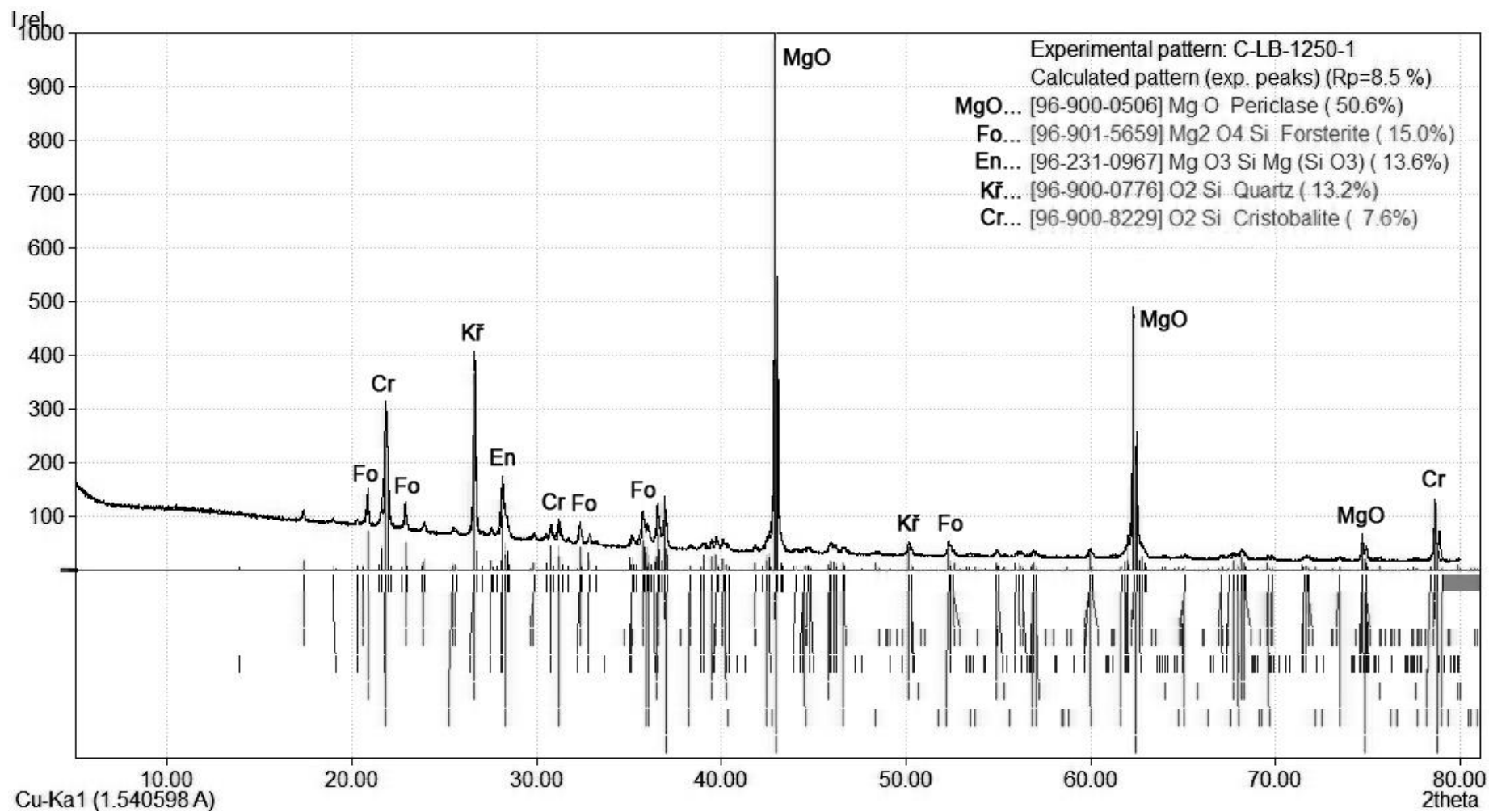
Rentgenogram vzorku **B-PT-1250** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal 1250°C)



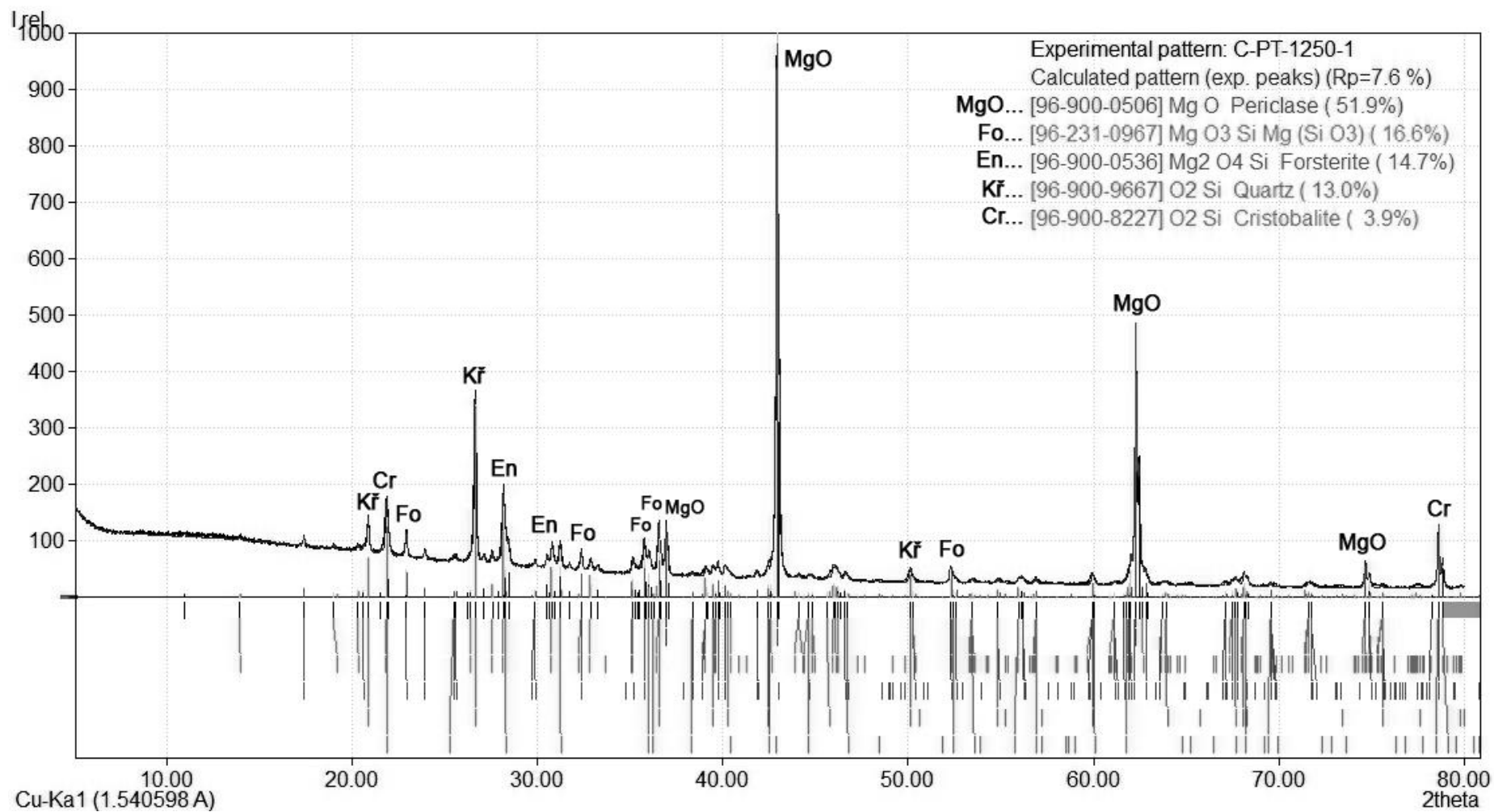
Rentgenogram vzorku **B-SL-1250** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1250°C)



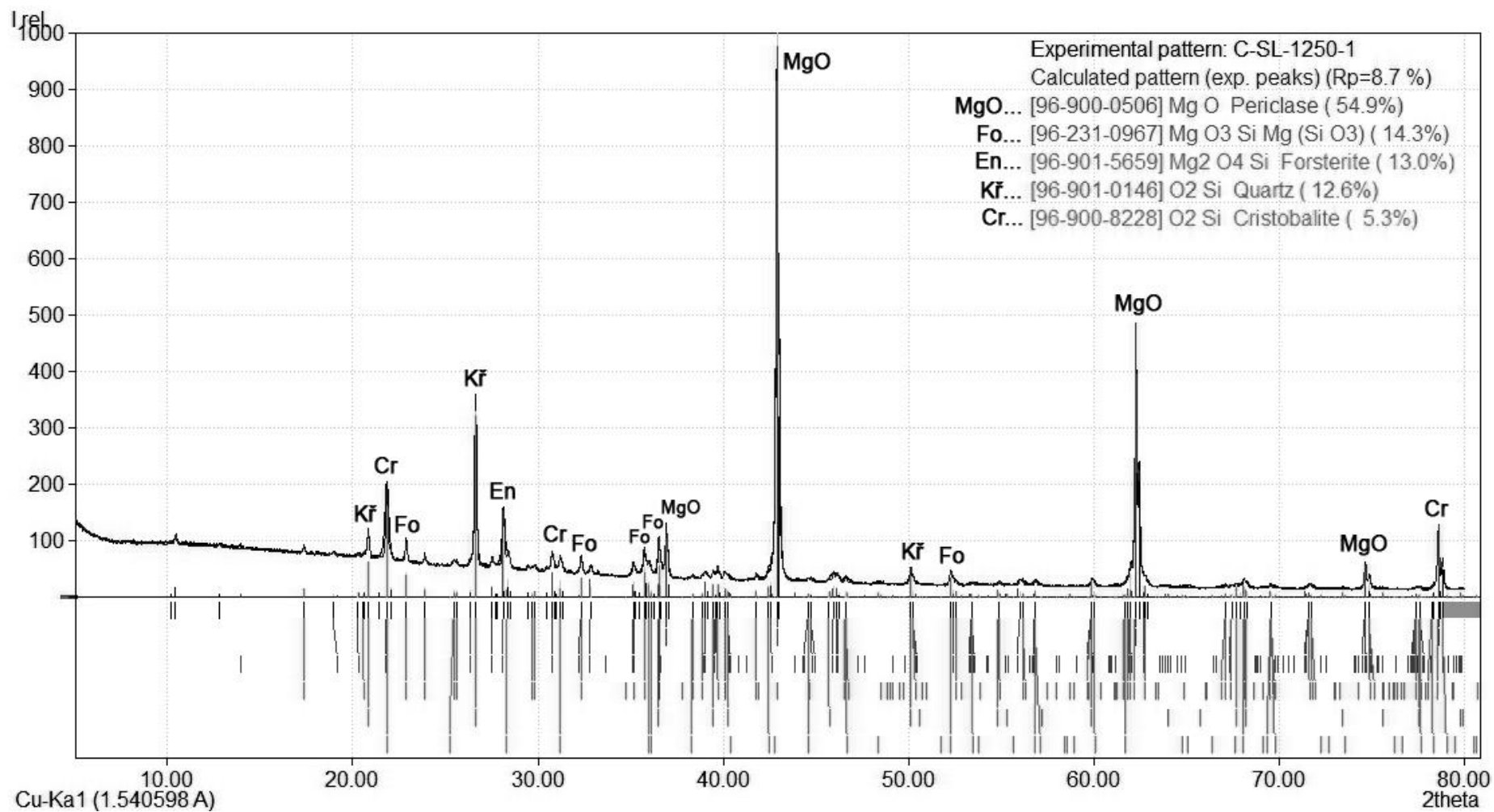
Rentgenogram vzorku **C-LB-1250** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1250°C)



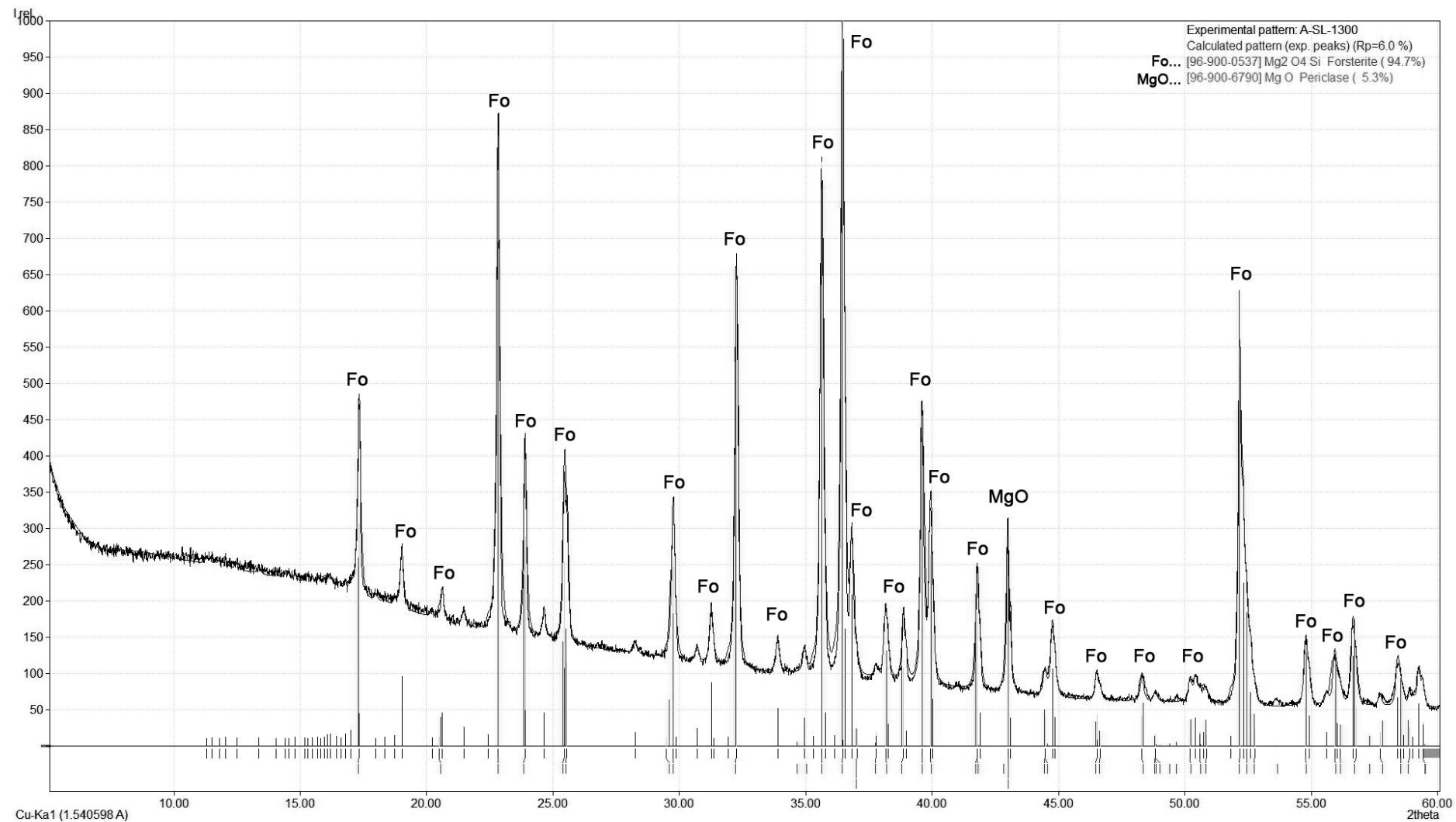
Rentgenogram vzorku **C-PT-1250** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jí B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal 1250°C)



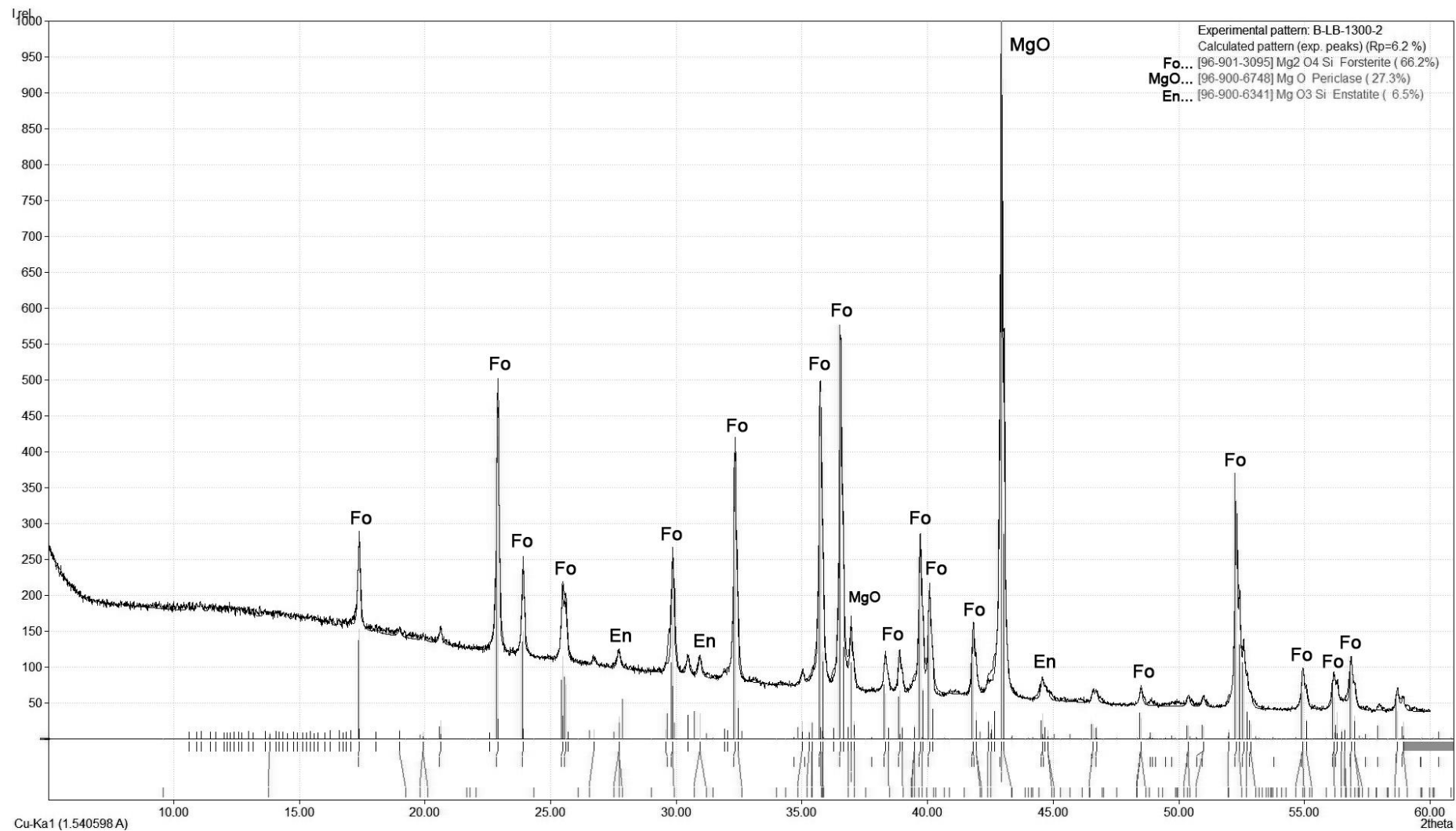
Rentgenogram vzorku **C-SL-1250** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1250°C)



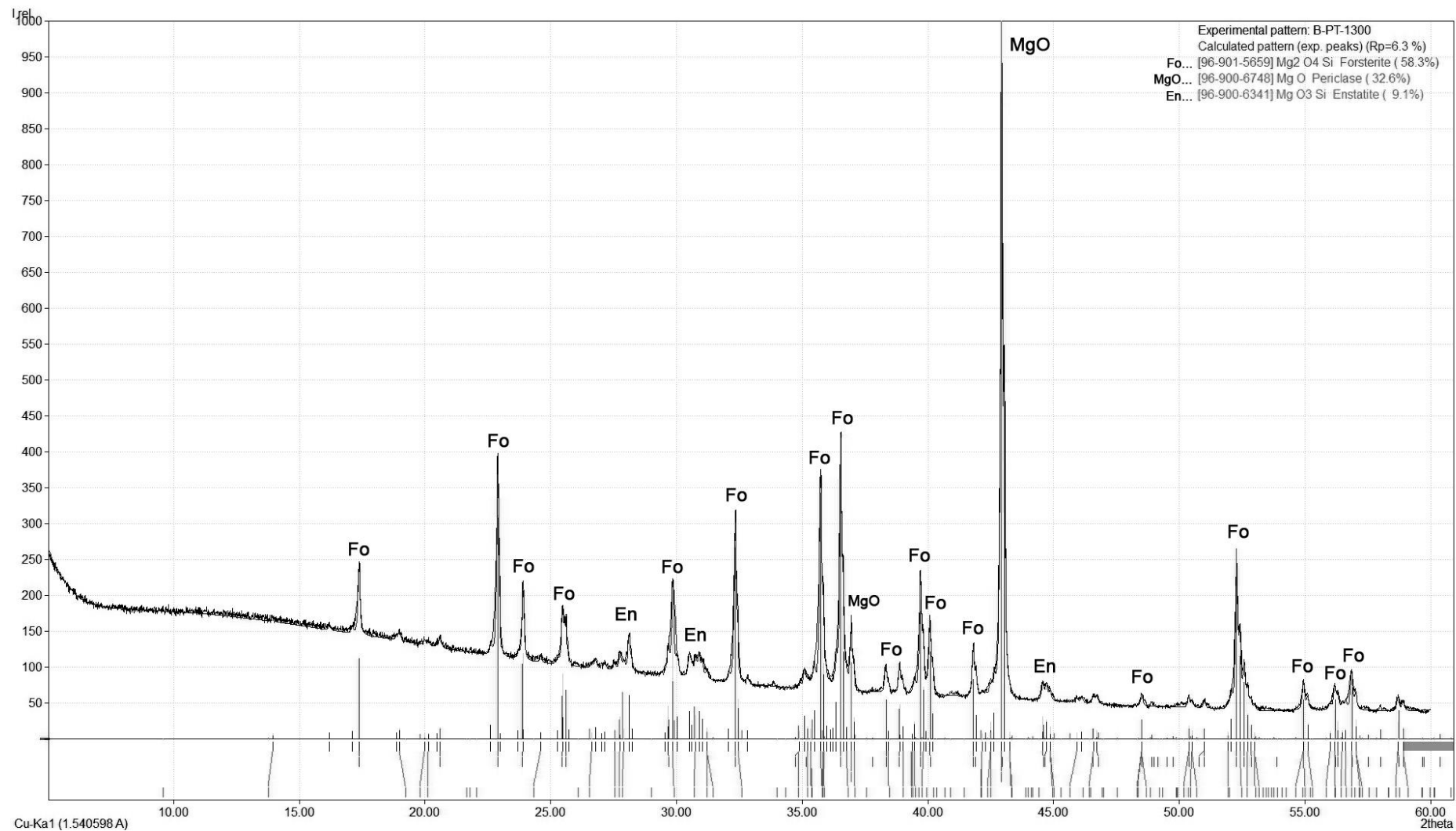
Rentgenogram vzorku **A-SL-1300** (směs A: mastek + magnezit + 10 % jí B1, způsob vytváření suché lisování, výpal na 1300°C)



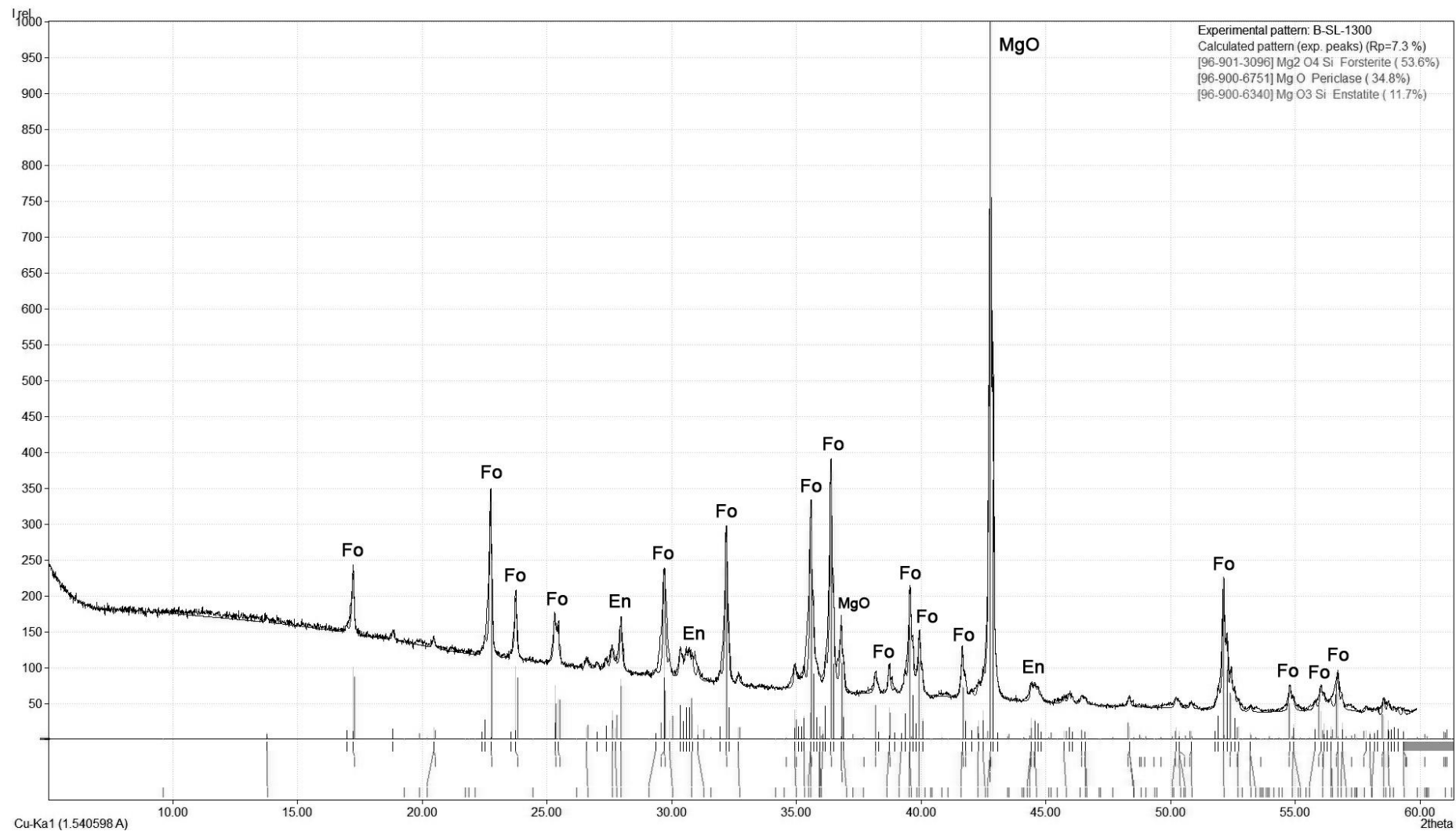
Rentgenogram vzorku **B-LB-1300** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1300°C)



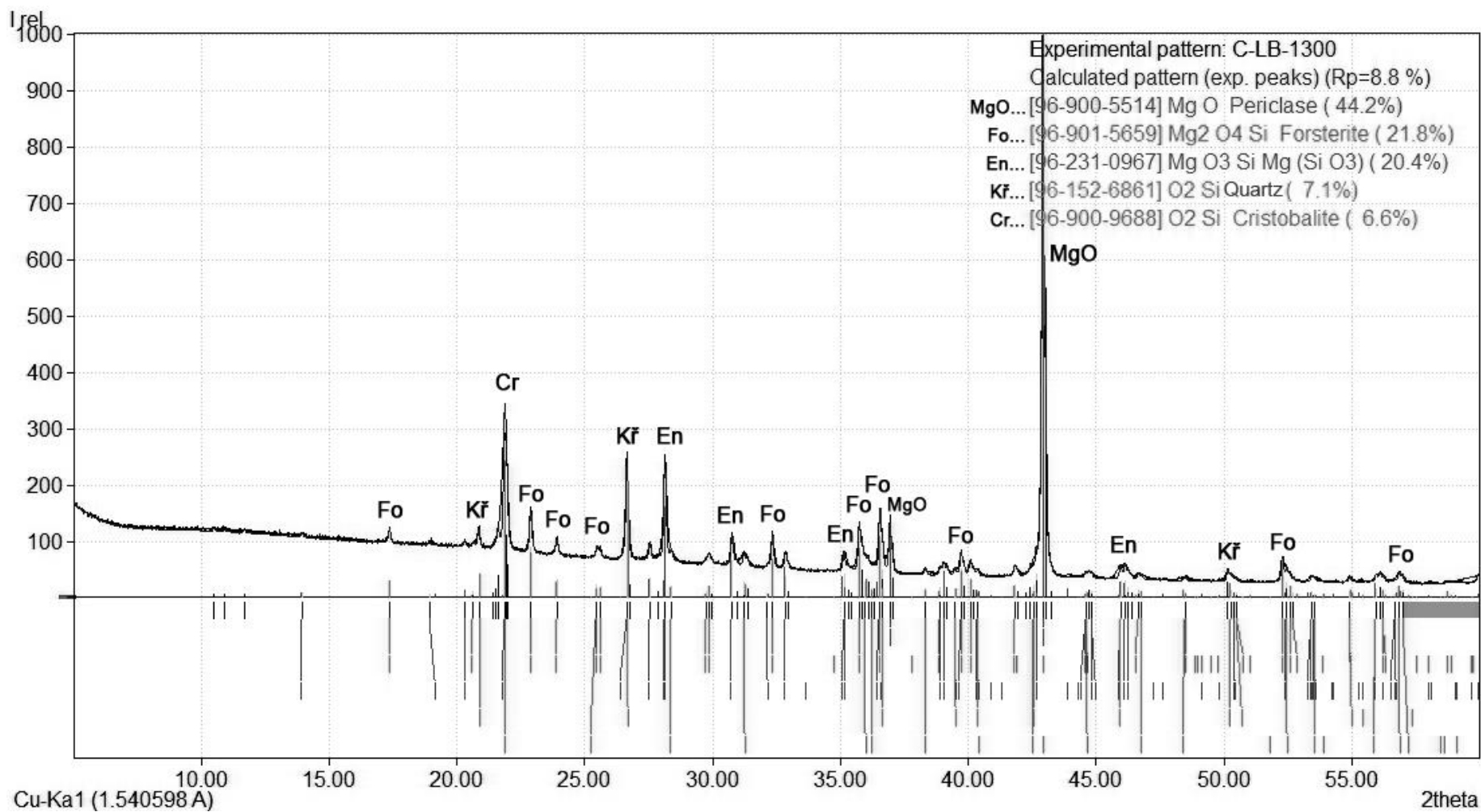
Rentgenogram vzorku **B-PT-1300** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal 1300°C)



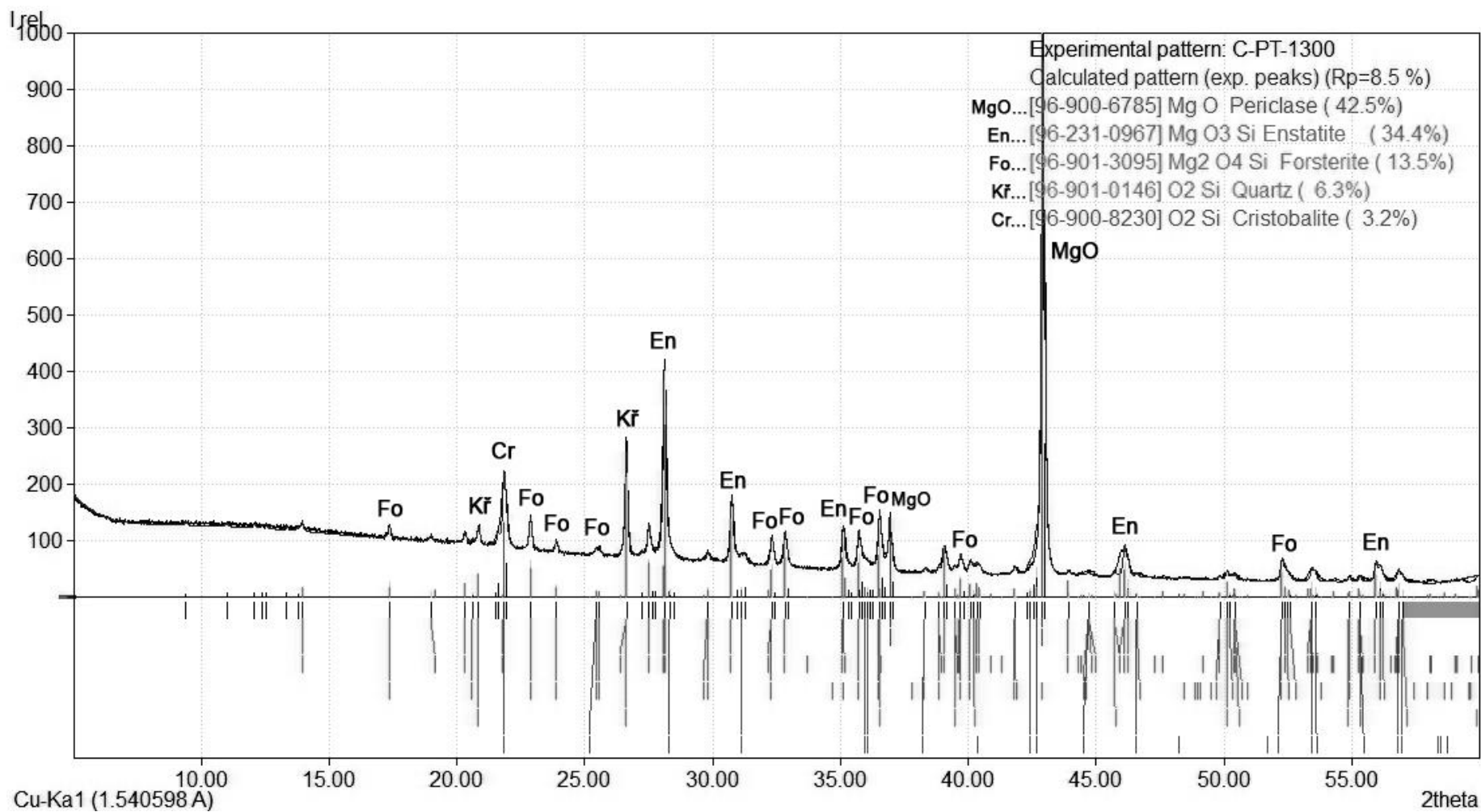
Rentgenogram vzorku **B-SL-1300** (směs B: mastek + oxid hořečnatý + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1300°C)



Rentgenogram vzorku **C-LB-1300** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření licí suspenze, výpal 1300°C)



Rentgenogram vzorku **C-PT-1300** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření plastické těsto, výpal 1300°C)



Rentgenogram vzorku **C-SL-1300** (směs C: oxid hořečnatý + písek + 10 % jílu B1, způsob vytváření suché lisování, výpal 1300°C)

