

VUT BRNO - TD BRNO

TANBY V PECI S TEKOUJOU VODOU

(DIPLOMOVÁ PRÁCE)

MARTIN BARÁK
1995

Oponentní posudek
diplomové práce diplomanta pana Martina Baráka:
EXPERIMENTÁLNÍ VÝROBA ŽELEZA V PECI Z DOBY VELKÉ MORAVY

Na Brněnsku a Blanensku probíhají pokusy s přímou výrobou železa z rud v kusových pecích, postavených podle archeologických nálezů, již od začátku sedmdesátých let, povětšině za spolupráce archeologů a metalurgů. Z hlediska zaměření diplomové práce jde o zajímavé interdisciplinární téma, jehož řešení diplomant pojal tak, že navázal na předchozí výzkumy a pokusy a usiloval o nalezení takové technologie přímé výroby železa z rud, která by reprodukovatelným způsobem a s dostatečnou jistotou vedla k získání kovářsky zpracovatelného výtěžku železné houby.

Za tím účelem nejprve definoval základní pojmy, souhrnně zpracoval nejdůležitější historické podklady a těžiště řešení položil do rozboru metalurgických předpokladů redukce železa z rud s tím, že věnoval přiměřenou pozornost železným rudám, redukcí základních oxidů železa, tvorbě železářských strusek a palivu, kterým je v daném případě dřevěné uhlí. Poté podal přehled použitých statistických metod, zpracování výsledků experimentů. Úvodem praktické, experimentální části podal plán taveb a přesně popsal k tavnám použitý typ pece (šlo o vestavěnou pec s tenkou hrudí), jednotlivé metalurgické operace zahrnující přípravu vsázk, dmýchání vzduchu, měření teplot a celkové průběhy taveb.

Ve spolupráci s Technickým muzeem v Brně, v týmu s PhDr. Jiřím Mertou, pak uskutečnil v areálu státní technické rezervace Stará huť u Adamova celkem devět taveb, což je - pokud je mi známo - dosud největší série taveb v regionu uskutečněná v časovém termínu kratším než jeden rok (od 24.6.1995 do 13.5.1995). Experimentální tavby jednotným způsobem vyhodnotil podle předem stanovených kritérií (faktorů) a získal představu, kteří činitelé a přitom jak významně určují a ovlivňují proces přímé výroby železa z rud a jeho výtěžek.

Takto pojatou koncepci diplomové práce pokládám za velmi účelně zvolenou, a to jak z hlediska teoretického přístupu k tématu, tak jeho praktického řešení. Oceňuji též písemné zpracování diplomové práce, tabulkovou část a grafické doklady, které jsou na výborné úrovni a mají velkou vypovídací hodnotu. Diplomová práce je zpracována v rozsahu 73 stran písemného textu, obsahuje

14 odkazů na literaturu, 13 tabulek a 37 obrázků a navíc grafy a tabulky v přílohách a protokoly z taveb.

Diplomantu se podařilo přesvědčivě prokázat, že ze sledovaných faktorů má na konečný výtěžek železné houby u taveb vedených v peci s tenkou hrudí největší vliv **rychlosť hoření paliva** (která řídí teplotu a tím též intenzitu procesů) a **doba dohořívání pece** (která kontroluje především rozsah redukčních procesů).

Pokud jde o koncepci i způsob zpracování, nemohu diplomové práci nic podstatného vytknout, naopak musím ocenit systematicnost, originalitu a komplexnost přístupu ke zpracování toho nikoli jednoduchého interdisciplinárního téma.

Pokud jde o dílčí poznámky, pak ke str.24, 7. odst. uvádí: Vznik tekutého kovu v Číně patrně neumožňovalo nasycení železa fosforem (jak diplomant uvádí) - ten sníží teplotu likvidu jen na 1050 °C [1], nýbrž arzénem, který umožnuje snížit teplotu likvidu až na 830 °C [1,2]. Arzénová litina byla zjištěna nedávno též při rozborech staré (časně novověké) litinové munice z okolí Bystřice nad Pernštejnem [2].

Dotaz, který by měl diplomant při obhajobě zodpovědět je orientován na přesnější objasnění příčin zjištěného značně nízkého vlivu kovnatosti železné rudy (bohatosti kovonosné vsázky) na výtěžek taveb (str.71, 4.odst.). Faktor kovnatosti železné rudy se zpravidla projevuje jako silně statisticky významný v těch případech, kdy se vedou a podrobně sledují tavby s podstatně rozdílnými obsahy železa ve vsázce. Byla tavba **Josefov 9** zahrnuta do korelací v tab.5? Pokud nikoliv, pak se jeví závěr formulovaný na str.71, 4. odst., vcelku přirozený.

Závěr

Diplomovou práci diplomanta pana Martina Baráka, zpracovanou na téma experimentální výroba železa v peci z období Velké Moravy, pokládám za výborně zpracovanou po stránce koncepční i věcné (za jednu z nejlepších, které jsem měl možnost oponovat) a s plnou odpovědností ji doporučuji k obhajobě.

V Brně dne 5. června 1995


Prof. Ing. Karel Stránský, DrSc.
Vojenský technický ústav ochrany Brno

[1] SMITHHELLS, C.J.: Metals Reference Book. London, Butterworths 1967. [2] USTOHAL, V. - STRÁNSKÝ, K. - REK, A: Slévárenství 37, 1989, č.7, s.303-308.

Prohlášení

Prohlašuji tímto, že diplomovou práci jsem vypracoval samostatně na základě uvedené literatury pod vedením vedoucího diplomové práce.

Dne: 23.5.1995



.....
podpis

Poděkování

Děkuji tímto vedoucímu diplomové práce PhDr. Jiřímu MERTOVI,
Doc.Ing.Rudolfu SETNIČKOVI, CSc. a dalším, kteří mi radou nebo
pomocí pomohli k uskutečnění této práce.

M. Boráč

Prohlášení

Jsem si vědom toho, že diplomová práce (dále DP) je podle §17 zákona č. 35 ze dne 25.3.1965 sb. a podle vyhlášky MŠ č.j. 31727/62-III/2 ze dne 13.7.1962 spoluвлastnictvím Vysokého učení technického - fakulty strojní v Brně a že s ní nemohu sám disponovat.

Souhlasím, aby DP, na níž jsem sám pracoval, byla zapůjčena nebo i odprodána za účelem využití jejího obsahu.

Dne: 23.5.1995

M. Boráč

podpis

Obsah:

1.0 Úvod.....	7
2.0 Cíl práce	8
3.0 Teoretická část.....	9
3.1 Základní pojmy	9
3.1.1 Systém vstupů a výstupů, předpokládaný u dýmařského procesu.....	9
3.1.2 Poznámka k pojmulm	10
3.2 Historické podklady	12
3.2.1 Vznik a vývoj zpracování železa	12
3.2.1.1 Původ zpracování železa.....	12
3.2.1.2 Halštatské a laténské železářství	12
3.2.1.3 Železářství v době římské.....	15
3.2.1.4 Slovanské železářství	17
3.2.2 Pec s tenkou hrudí	20
3.2.3 Dochované postupy	23
3.3 Metalurgické předpoklady redukce železa	25
3.3.1 Železné rudy a jejich vlastnosti	25
3.3.1.1 Železné rudy.....	25
3.3.1.2. Fyzikálně-chemické vlastnosti rud.....	27
3.3.1.3. Geologické podmínky hutních lokalit mezi Blanskem a Adamovem	29
3.3.2 Redukce oxidů železa	30
3.3.2.1. Pražení rud	30
3.3.2.2. Redukční pochody	34
3.3.3 Strusky	40
3.3.3.1 Vysokopecní struska.....	40
3.3.3.2 Vývoj sestavování vsázky s ohledem na tvorbu strusky.....	41
3.3.3.3 Chemické složení dýmařských strusek z Blanenska.....	42
3.3.4 Palivo	43
3.3.4.1 Dřevěné uhlí	43
3.3.4.2 Dřevěné uhlí z lokalit mezi Blanskem a Adamovem	44
3.4 Statistické metody	45
3.4.1 Korelační koeficient.....	45
3.4.2 Spearmanův korelační koeficient.....	45
3.4.3 Vícenásobný korelační koeficient.....	45
3.4.4 Test významnosti rozdílu mezi středními hodnotami, jestliže rozptyly nejsou stejné..	46

4.0 Praktická část.....	47
4.1 Plán taveb	47
4.2 Pokusná pec.....	48
4.2.1 Konstrukce pece	48
4.2.2 Stavba pece	50
4.2.3 Příprava pro tavbu	51
4.3 Příprava vsázky	52
4.3.1 Dřevěné uhlí.....	52
4.3.2 Rudná vsázka	52
4.4 Dmýchání vzduchu	54
4.4.1 Použitý zdroj vzduchu	54
4.4.2 Měření množství vzduchu	55
4.5 Průběh tavby	55
4.5.1 Řízení vsázky	56
4.5.2 Vedení zápisu	57
4.6 Měření teplot.....	58
4.6.1 Měření	58
4.6.2 Vyhodnocení naměřených dat.....	59
4.7 Vyhodnocení taveb.....	63
4.8 Popis jednotlivých taveb.....	67
4.9 Diskuse výsledků.....	70
4.10 Doporučený postup "tavby"	72
5.0 Závěr	73

1.0 Úvod

Slévárenství železných kovů vzniklo v rámci výroby železa a jeho zpracování v hutích. Až do počátku 19. století byly u nás slévárny přímou součástí vysokopevního provozu. Slévalo se přímo z vysoké pece a slévárenství se dlouho omezovalo pouze na výrobky pro hutě (litinové desky a pod.) a případně litinové střelivo. Později se objevila stavební a průmyslová litina. U takovýchto hutí též vznikaly dílny s obráběcími stroji. Dalším vzniklým artiklem byla umělecká litina, kterou prosnulo Blansko.

První pokusy s pecí na přetavování litiny se datují již na počátek 17. století, ale první skutečně fungující kuplovna byla postavena v Blansku před rokem 1814.

Dříve však, než byla zvládnuta výroba surového železa ve vysoké peci, produkovalo se železo pomocí tzv. dýmařského procesu v poměrně malých redukčních pecích vyvíjejících se postupně od jednoduchých výhní k šachtovým pecím, které se posléze staly zárodkem vysokých pecí a kuplovny.

Pokusy s železářskými kusovými pecemi probíhají delší dobu ve více zemích. Technické muzeum v Brně, se v rámci své činnosti zabývá i touto činností. Pokusné tavby jsou jedinečným způsobem přiblížení technické úrovně našich předků dnešnímu člověku. Zároveň je tímto způsobem možno upoutat pozornost širší veřejnosti.

Tato práce navazuje na předchozí množství výzkumů a pokusů. Směřuje k nalezení technologie, která při zachování autentických podmínek povede s dostatečnou "jistotou" k získání výtežku železné houby, vhodné k dalšímu zpracování kovářským způsobem.

2.0 Cíl práce

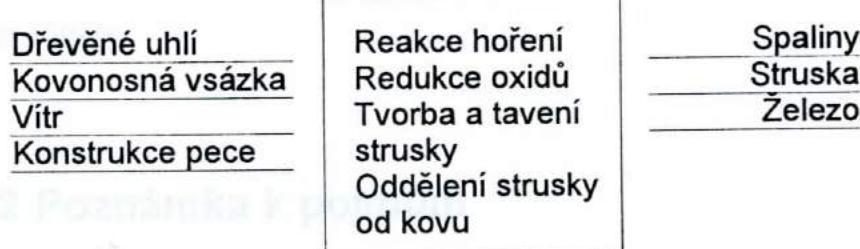
Na základě podkladů pocházejících z archeologického výzkumu zopakovat přímou výrobu železa v peci s tenkou hrudí.

REFERENCES

3.0 Teoretická část

3.1 Základní pojmy

3.1.1 Systém vstupů a výstupů, předpokládaný u dýmařského procesu.



Obr.1: vstupy a výstupy procesu výroby železa

- **Dřevěné uhlí**

vliv na rychlosť hoření a na tvorbu redukční a nauhličovací atmosféry, rozsah práce nezahrnuje výrobu uhlí a omezuje se na použití komerčního dřevěného uhlí.

- **Kovonosná vsázka**

rudy, problematika struskotvorných přísad, třídění rud, tvorby strusky

- **Vítr**

množství vzduchu dmýchaného do pece je jedním z klíčových faktorů podílejících se na funkci vysoké pece, kuplovny a dle předpokladu rovněž i dýmačky

- **Konstrukce pece**

vliv na mechanické pochody, tj.: klesání vsázky, proudění vzduchu, vycezování a odpich strusky, opakováná tavba v jedné peci s minimálními opravami

- **Plynné spaliny**

složení kychtových plynů, redukční atmosféra v peci

- **Struska**

složení strusek a jejich krystalická struktura, informace o teplotě v peci a o složení vsázky použité pro redukci.

- **Železo**

fázové složení vyredukovaného železa, jeho množství (výtěžnost), vliv postupu tavby.

3.1.2 Poznámka k pojmul

V literatuře používané odborné názvosloví není jednotné, dále některé pojmy by mohly být zaměněny s podobnými zcela jiného obsahu.

Přímá výroba železa

výroba železa redukcí z rud při teplotách pod teplotou likvidu, jejím produktem je porézní spečenec zrn železa s nízkým obsahem uhlíku.

Nepřímá výroba železa

výroba železa ve vysoké peci, s dosažením tekutého stavu kovu spojeného s jeho vysokým nauhličením (vzniká surové železo), následuje další operace - oduhličení některým ze známých způsobů, výsledkem je ocel.

Přímá redukce železa

redukce oxidů železa uhlíkem.

Nepřímá redukce železa

redukce oxidů železa oxidem uhelnatým.

Dýmačka, kusová pec ...

další označení slovanské redukční (železářské) pece a pod. - jedná se o zařízení pro přímou výrobu železa.

Dyšna

též dmyšna, dyzna, forma, výfúčna - trubice z žáruvzdorného materiálu, slouží k přívodu vzduchu do prostoru pece

Houba

též kus, dejl ... - spečenec zrn vyredukovaného železa svojí morfologií připomínající houbu, výsledek přímé výroby železa.

Lupa

výlitek nístěje - železná houba + struska

3.2.0 Historické podklady

3.2.1 Vznik a vývoj zpracování železa

3.2.1.1 Původ zpracování železa [1]

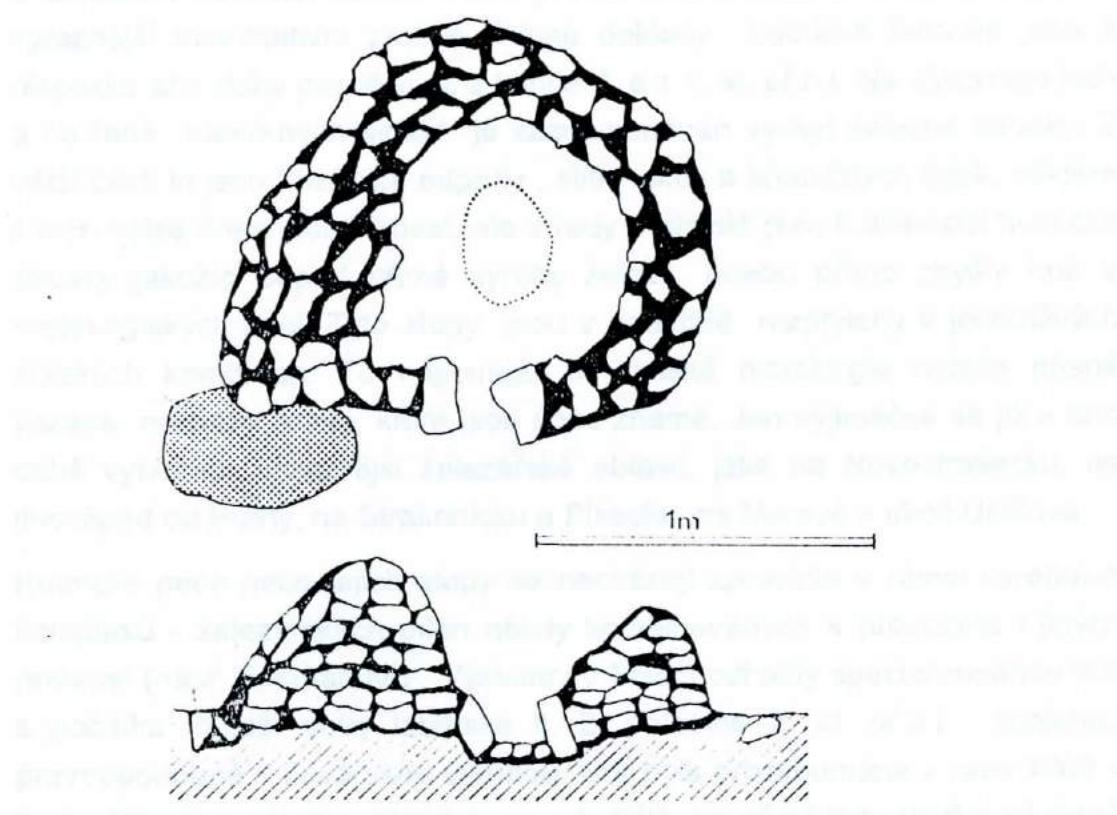
Vznik umění vyrábět železo z rudy má původ v praktikách metalurgie mědi a olova v Anatolii, severní Sýrii a v části Iránu. Při zpracování sircíkových měděných rud se tam přidávaly do vsázk značné podíly železné rudy jako struskotvorné přísady. V měděných a olověných struskách se dodnes možno objevit částečky vyredukovaného železa. Toho si mohli povšimnout tamní hutníci někdy kolem r. 3000 př.n.l. a patrně dovedli nový kov zhruba identifikovat s nálezy meteorického železa, jehož použití je doloženo. Avšak teprve z doby o patnáct století později existují podklady o záměrné výrobě železa z rudy.

Ve druhé polovině 2. tisíciletí př.n.l. přicházelo anatolské železo např. do severní Sýrie, do Egypta, do egejské oblasti a do Řecka. Zatímco na blízkém východě a v Řecku pokračoval rozvoj železářství takřka plynule, ve východní části střední Evropy se objevují po dlouhá staletí jen časově a územně izolované případy výskytu drobných železných věcí nepochybňě cizího původu.

3.2.1.2 Halštatské a laténské železářství [1]

První známky těžby a zpracování železné rudy u nás jsou ze sklonku halštatské doby. Ta zahrnuje zhruba 7. a 6. stol. př.n.l. a vyznačuje se silicím vlivem jižní Evropy. Etnicky byla tehdy většina Čech ve sféře staršího substrátu keltského, severovýchodní Čechy, Morava a větší část Slovenska patřila osídlení venetsko-ilyskému a východní Slovensko spadalo do oblasti trácko-dácké. Nový kov se začal ve střední Evropě vyrábět hutnickou cestou na celé řadě typů pecí respektive výhní. Nálezy metalurgických objektů a průmyslových odpadů pocházejí z Rakouska, Bavorska, a ze středního Porýní. Byly objeveny také na území bývalého Československa.

K nejstarším výrobním zařízením patří prostá otevřená výheň s dmychadlem. V části nezasahované vháněným vzduchem se vytvářely vhodné podmínky pro redukci kousků rudy dřevěným uhlím za teplot 1200-1300°C. Výtěžek byl minimální už pro malou kapacitu výhně, nedokonalými redukčními podmínkami, citelně se snižoval při nových ohřezech častic železné houby, obsažené ve strusce.



Obr.2: Železářský výhňový objekt z halštatského hradiště Molpír u Smolenic na západním Slovensku [1]

U obce Králová na Litovelsku na severní Moravě byly před 2.sv. válkou odkryty zahloubené základy přístřešku o rozměrech 4*7 m, v jehož nehlubším místě byla vypálená výheň o max. hloubce 30 cm, vyplněná kusy strusky, dřevěného uhlí a neredukovanými zbytky výborného krevele šternbersko-rýmařovského typu. Keramický materiál ze zásypu patří do pozdního halštatského období. Jiná výheň byla prozkoumána na hradišti Molpír u Smolenic na západním Slovensku. V jejím okolí se nacházely kusy železné strusky a hrubě vyredukované železné lupy s nerovnoměrně

rozdeleným obsahem uhlíku. V Čechách byly objeveny slitky kompaktní železné strusky v jámách halštatsko-laténského sídliště v Praze - Hloubětíně. Jde o typickou dýmařskou strusku plankonvexního tvaru, představující výlitech nějaké výhně; skládala se průměrně z 56% FeO, asi 11%Fe₂O₃ a 20% SiO₂. Takovýto odpad ukazuje na výrobu železa s velmi nízkým obsahem uhlíku.

V keltském hutnictví železa došlo patrně někdy mezi 3. a 5. st. př.n.l. k výraznější kvantitativní změně. Přímé doklady hutnické činnosti jsou k dispozici až z doby pozdější, tj. z konce 2. a z 1. st. př.n.l. Na všech opidech a na řadě otevřených sídlišť je zaznamenáván výskyt železné strusky. Z větší části to jsou kovářské odpady, slitky okují a křemičitých látek; některé z nich nelze dnes identifikovat, ale z řady nalezišť jsou k dispozici hutnické strusky jakožto odpad přímé výroby železa, anebo přímo zbytky hutí a metalurgických pecí. Tyto stopy jsou v podstatě rozptýleny v jednotlivých sídelních komorách. To napovídá, že keltská metalurgie nebyla přísně vázána na rudní revíry, které jsou dnes známé. Jen výjimečně se již v této době vytvořily výraznější železářské oblasti, jako na Novostrašecku, na jihovýchod od Prahy, na Strakonicu a Písecku, na Moravě v okolí Uničova.

Hutnické pece nebo jejich stopy se nacházejí zpravidla v rámci výrobních komplexů - železářských dílen někdy kombinovaných s provozem i jiných řemesel (např. šperkařství). Výzkumy v Mšeci odhalily specializovanou huť z počátku mladší doby laténské tj. 2. polovina 2. st. př.n.l. spojenou pravděpodobně s kovářskou výrobou. Huť byla prozkoumána v roce 1969 v trati u Pilského rybníka. Skládala se z hutíště, na němž byly zbytky 19 různě zachovalých redukčních pecí, ústřední vyhřívací výheň a základy chaty s kovářským ohništěm v jižní části půdorysu. Huť pracovala po určitou dobu, snad i několik sezón, protože pece nemohly být současně. Provoz zřejmě začínala pícka (průměr nástěje 25cm) ve středu ploché prohlubně. V okruhu kolem prohlubně bylo založeno dalších 5 pecí. Po zanesení prohlubně se vytvořila odpadová vrstva z vypálené hlíny, popela a kusů železné strusky a do ní byly zahloubeny nástěje dalších 13 pecí. Vyhřívací zařízení na západní straně shluku zbytků pecí sloužilo zřejmě po celou dobu hutnické činnosti. Svědčí o tom silné, několik desítek cm mocné vypálení ohniště jámy 100*80 cm, hl. cca 15 cm. V době nálezů bylo ve výhni několik navzájem slinutých struskových bloků z nástějí o celkové hmotnosti 80 kg. Slitky nebo jejich

zlomky nalezené ve zbytcích pecí vážily 11-15kg. Pece i výhně pracovaly na umělý vítr pomocí měchů, vsazovaných do keramických výfučen, jejichž zlomky byly nalezeny mezi průmyslovým odpadem hutě.

Z Podbořan známe nález dvou pecí, které patřily do jedné dílny. Jedna z nich se dokonale zachovala a je dnes vzorem obvyklé redukční pícky se zahloubenou nástějí v laténských hutích.

Měla nízkou slabě zaklenutou šachtu, vysokou 40 cm, a kotlovitou nástěj o hloubce 50 cm (v jedné nástěji vězel ještě struskový slitek, jehož průměr nepřesáhl 33 cm).

Tehdy využívaný vzor pece je tedy vyvinutý typ pece se zahloubenou nástějí, vyznačující se nízkou válcovitou nebo kónickou šachtou, postavenou ze žáruvzdorné hlíny, nebo vypracovanou z podloží a opatřenou výmazem tek, že vyčnívala 60-80 cm nad okolní terén; pec měla kotlovitou nástěj o průměru asi 35cm, zahloubenou 45-50 cm pod úroveň. U paty nadzemní části byla zasunutá cihla s otvorem o průměru 2-3cm, která sloužila jako výfučna od měchu. V prostoru nad výfučnou se odehrával redukční proces anebo jeho rozhodující část, nástěj pod úrovní dmychadla sloužila jako recipient strusky.

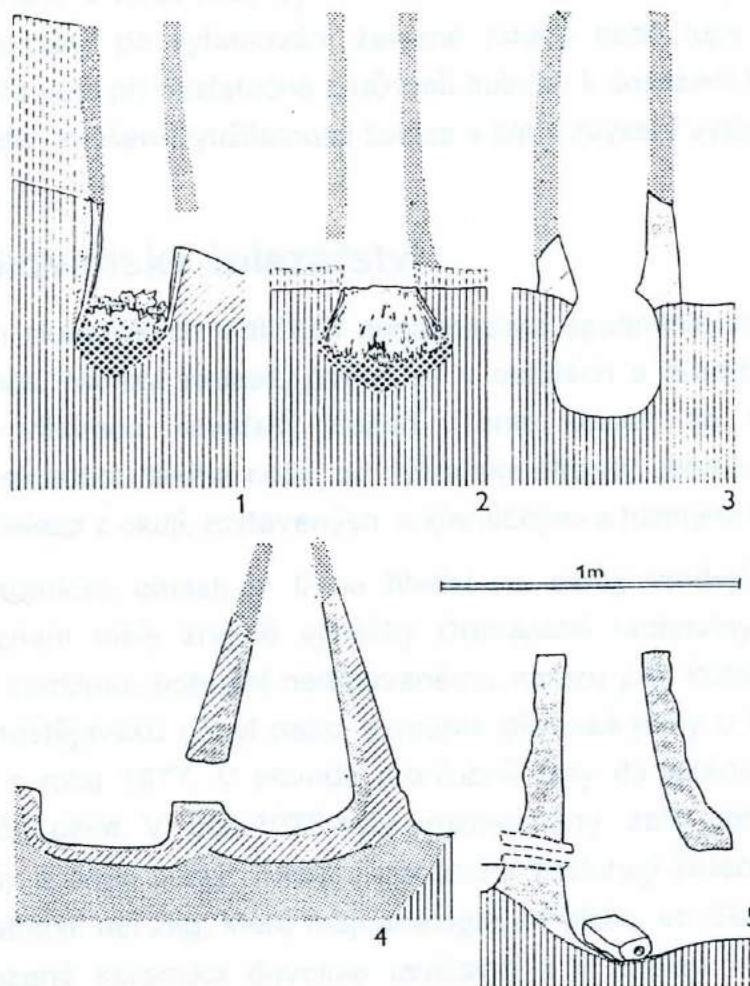
V keltském prostředí je znám další typ pece - pece kupolovitého západokeltského typu. Tyto byly zjištěny v Porýní, ve Württembersku, Bavorsku a v Burgenlandu. U nás byla objevena jen jediná taková pec ve Vyklících na Ústecku. Starý neúplně dokumentovaný nález z r. 1898 neposkytuje již spolehlivou výpověď. Podle dochovaných údajů se jednalo o hliněnou kopuli se spodním průměrem 65 cm a s komínovitě zúženou kychtou o průměru 26 cm. Celková výška byla asi 95 cm. Svou koncepcí připomíná milíř. V některých se metalurgický pochod odehrával v několika ohniscích poblíž vzduchových forem, z jiných se mohla dařit i výpust strusky.

3.2.1.3 Železářství v době římské

V 1. století př.n.l. přešla galská oblast po Caesarově výboji do mocenské a později i kulturní sféry Říma. Technický rozvoj tam nebyl přerušen, pokračoval v rámci římských provincií, a mnohé keltské vynálezy se právě tam široce uplatnily. Podobně římský zábor klientského království Norika v dnešních Korutanech nejenže nepřerušil tamní prosnulou keltskou těžbu

železné rudy a výrobu vynikající vysokouhlíkové oceli, ale vedl k jejímu dalšímu rozšíření přímo v zájmu císařského fisku.

Celkovým pojetím i variantou redukční pece se zahloubenou nístějí navazují tyto hutě na zdejší pozdně laténské železárnny. Byly to jámy různého půdorysného tvaru, které kdysi tvořily část stavení polozemnicového typu, zahloubené pod okolní úroveň. Pece, případně i další pomocná zařízení, včetně vyhříváček, byly umístěny uvnitř, pod střechou, zpravidla při stěnách zahloubeného vnitřku. Úplná dílenská jáma pochází z Prahy - Dolních Počernic. Měla jednu redukční pec, a to v zúžené části jámy protáhlého půdorysu. Redukční pec o průměru 30 cm byla zahloubena 55cm do dna jámy.



Obr.3: Římské železářské pece, 1-3 pece se zahloubenou nístějí, 4-5 s plochou nístějí
(Praha, 5-Loděnice)

Na našem území mělo naprostou převahu redukční zařízení se zahloubenou nístejí, které se buď vyvíjelo nadále z předloh užívaných Kelty, anebo se u nás setkávalo ve dvojí variantě, vzniklé z typu předkeltského a typu předgermánského. Mimoto nacházíme u nás odlišný typ, totiž nízkou šachtovitou pec s plochou nístejí, z níž se struska vypouštěla ven. Ukázkou je pec objevená v Loděnicích u Berouna, jejíž vynikající stav nám dává dokonalou představu o jejím vzhledu a funkci.

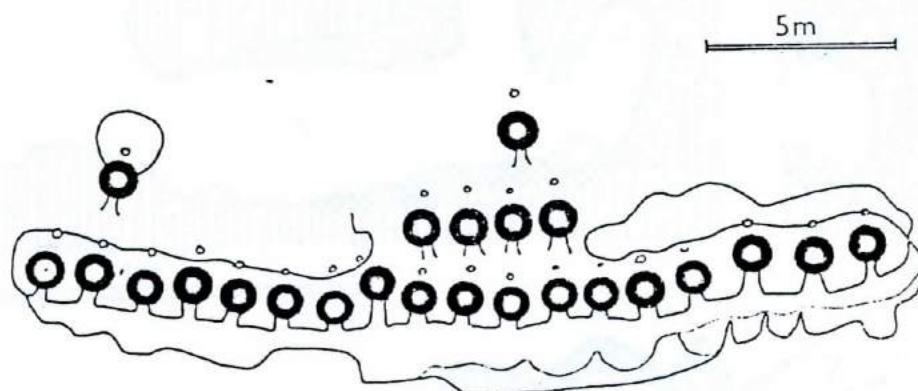
Byla to válcovitá šachta, lepená z prstenců žáruvzdorné hlíny, vysoká 70cm, průměr 25 cm. Na jedné straně byla opatřena formovým otvorem pro zasazení výfuku ve tvaru cihly s kónickým otvorem pro ústí měchu. Na protilehlé straně o něco níže byl umístěn otvor struskové výpusti, v době nálezu prolámaný po vylamování železné houby nebo lupy. Vypouštění strusky mohlo vést při dostatečné zručnosti hutníků k dosažení kompaktnější železné houby, zvýšení využitelnosti železa a tím k zvýšení výtěžku.

3.2.1.4 Slovanské železářství

Na běžných slovanských sídlištích nenacházíme spolehlivé stopy hutnické výroby železa. Nálezy strusek, pokud se v osadách a hradištích objevují, představují většinou kovářský odpad. Tento odpad se ovšem svou chemickou skladbou takřka neliší od dýmařské strusky, jeho hlavní složkou jsou oxidy železa z okuji, roztavených s křemičitými a hlinitými komponenty.

Skutečné hutnické oblasti je třeba hledat na okraji tehdejších sídelních komor. Význam měly zřejmě výběžky Drahanské vrchoviny na západní Moravě. K staršímu, bohužel nedatovanému nálezu pěti hutnických pecí z Určic na Prostějovsku přibyl nález okrouhlé dílenské jámy u Olomučan na Blanensku z roku 1977. V obvodu prohlubně byly do terénu zabudovány čtyři redukční pece. V roce 1978 byly prozkoumány další dobře zachovalé pece, dyzny a další prvky: zvláštní pozornost zasluhují železné naseknuté lupy o hmotnosti asi 2kg, které mají analogie v Polsku, ve Skandinávii a na Rusi. Nalezená keramika dovoluje uvažovat o 9. století - tedy o době největšího rozkvětu Velké Moravy. Celá oblast mezi Adamovem a Blanskem je prosnulá stařinami z mladšího slovanského období. Slovanští hutníci totiž využívali na tehdejší dobu dostačujících zásob tamní hematitové a jurské limonitové rudy.

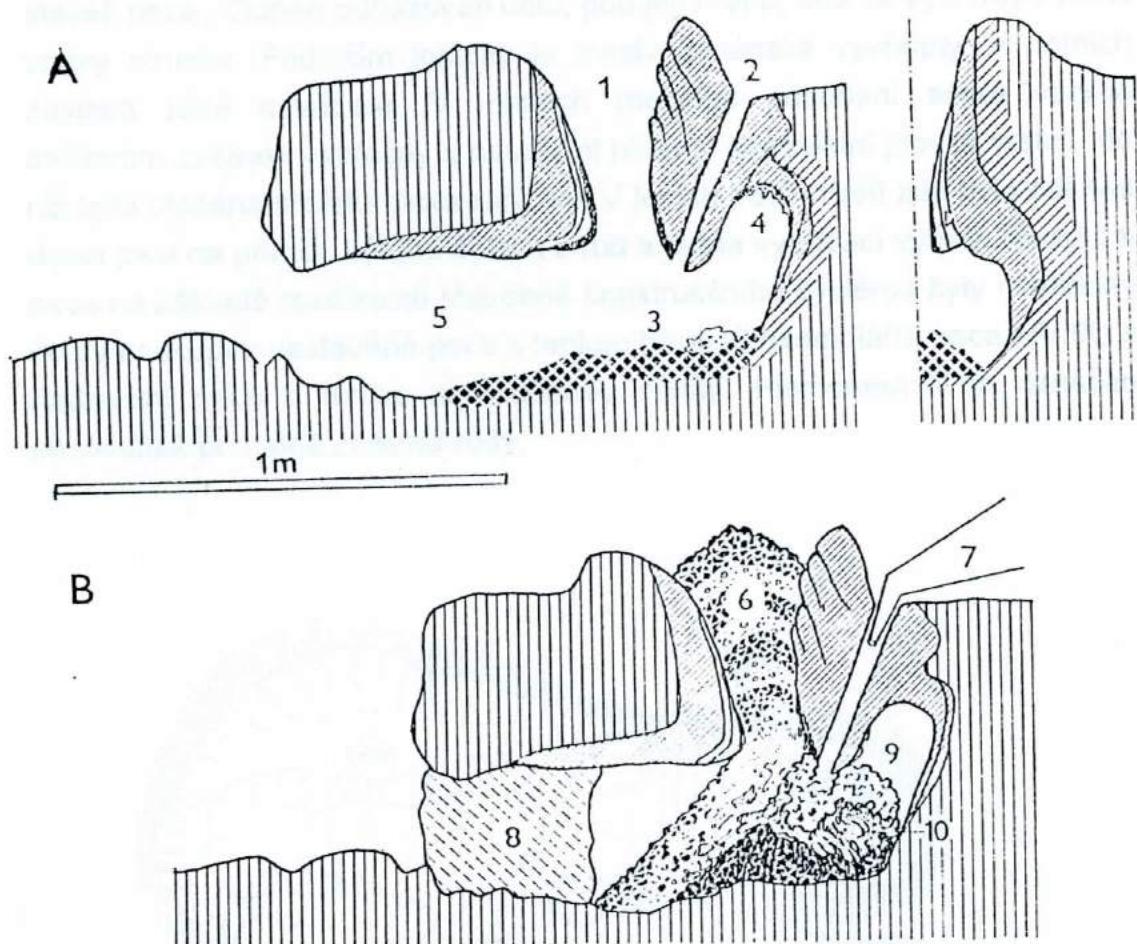
Nejvýznamnějším železářským regionem v době kolem roku 800 bylo podhůří Jeseníků na Uničovsku, tedy na severu Moravy. Zasahovala tam rudní pásma, z nichž úsovsko-vrbenské bylo exploataováno už před zformováním Velkomoravské říše. Nálezy u Dolní Sukomi a u Želechovic patří k těm, jež obohatily naše znalosti o staroslovanském hutnictví železa v největší míře. Huť u Želechovic patří podle kolekce keramiky do pokročilého 8. století. Její plánovité řadové uspořádání svědčí o tom, že se zde jedná o organický výrobní celek. Výzkum baterie pecí byl dokončen v letech 1950-51.



Obr.4: Schematizovaný půdorys baterie pecí

Huť používala speciální konstrukci pece zadlabané do terénu. Staromoravští hutníci dovedli postavit odolnou a tepelně výborně izolovanou pec, která mohla vzdorovat i vysokým teplotám. Celý vnitřní prostor byl vytěsnán z rostlé spraše a opatřen trojím výmazem, které měly různé vlastnosti a účel. Křemité vrstvy, které přicházely do styku se žhavou vsázkou, mohly odolávat teplotám až 1700°C . Mineralogické složení struskové krusty dovolilo odhadnout provozní teplotu asi na 1300°C . Na výzkum navazovaly pokusné tavby, při kterých bylo dosaženo max. teploty 1460°C . Při příkonu vzduch 250 litrů za minutu. Dmychadlo - nějaký jednoduchý typ měchu, ústilo ze zadu do nitra pece šikmou vzduchovou formou, vypracovanou uvnitř pece z žáruvzdorné hmoty podobné šamotu. Dutina vyhloubená v zadní části níštěje byla unikátním zařízením, do kterého dle provedených pokusů struska s vyredukovanou železnou houbou sklouzla po násypném kuželu žhavého paliva a tam za poměrně vysokých teplot (1300°C) vycezovala -

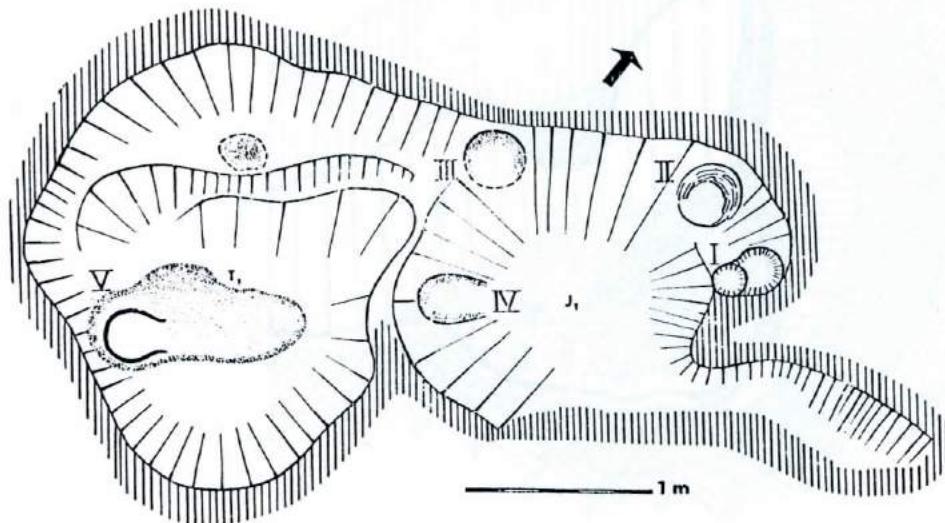
tedy částečně se zbavovala strusky. Takto konstruovaná pec byla schopna zpracovat i obtížně tavitelné rudy, jako byly výborné hematit-magnetity vrbenského pásma. Vzorky této rudy s obsahem 60-80% FeO se vyskytovaly ve struskových odvalech i v zásypech objektů v okolí hutnické baterie.



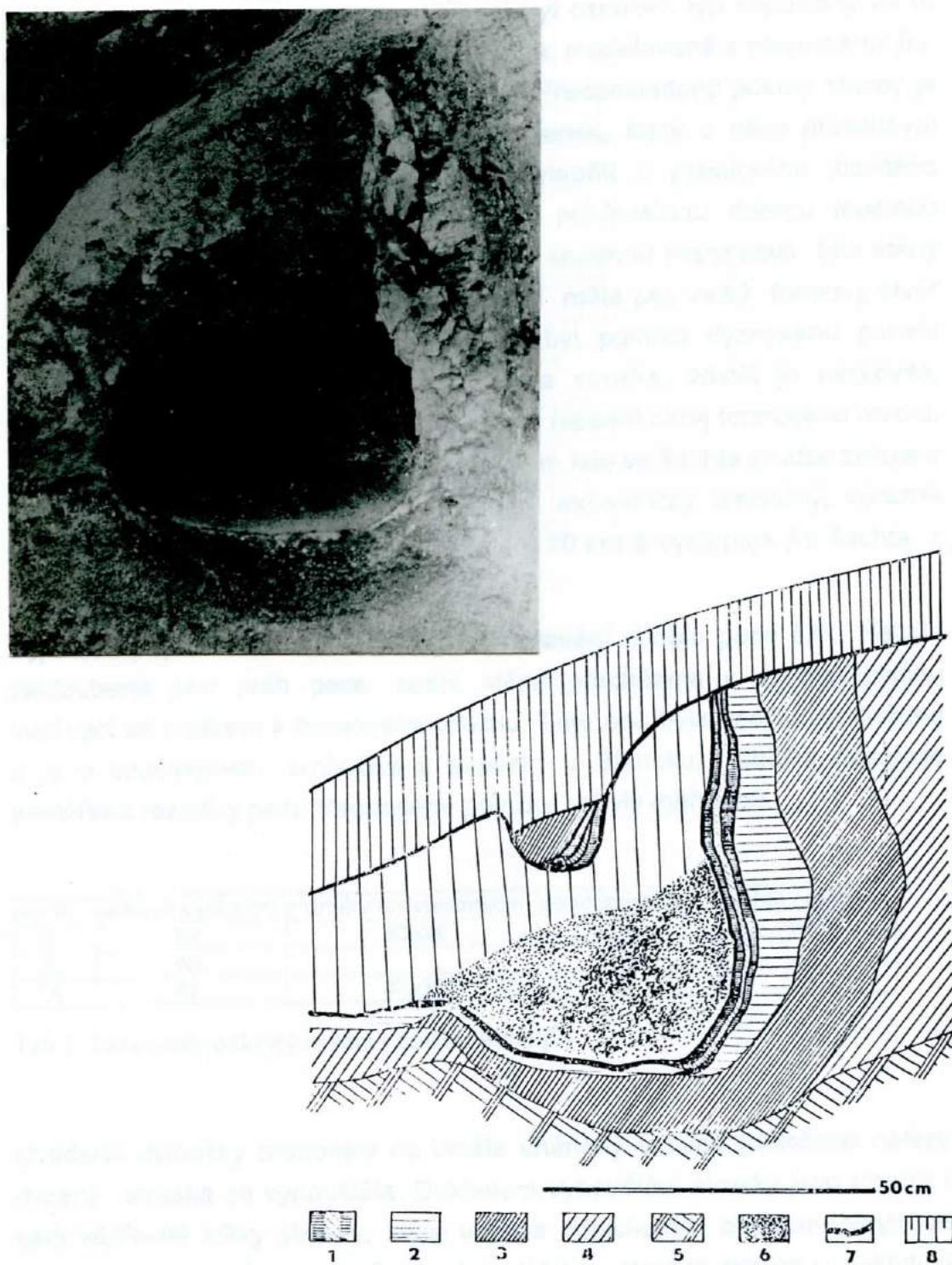
Obr.5: Slovanská vtesaná pec - Želechovice u Uničova, kolem roku 800., A: 1-skloněná nálevkovitá šachta, 2-výfučna, 3-nístěj, 4-zadní dutina, 5-větrný tunel, B: 6-vsázka, 7-dmychadlo, 8-uzavření větrného tunelu, 9-železná houba, 10-hlavní díl procezené strusky [1]

3.2.2 Pec s tenkou hrudí [2]

PhDr. Věra Souchopová popisuje nález Velkomoravské hutě v polesí Olomučany, lesní odd. 98/1. Huť ležela ve stráni nad potokem. Neschůdnost terénu překonali hutníci tím, že ve svahu vybudovali terasu, na niž potom stavěli pece.. Odpad odhazovali dolů, pod její hranu, kde se vytvořily mocné vrstvy strusky. Podložím lokality je masív Brněnské vyvřeliny, v horních částech silně navětralé. V místech menšího působení eroze vznikla smíšením zvětralé vyvřeliny s navátymi hlínami kompaktní jílovitá vrstva, do níž byla vtesána metalurgická zařízení. V letech 1977-1980 zde bylo odkryto deset pecí na přímou výrobu železa z rud a jedna vyhřívací výheň. Redukční pece na základě rozdílnosti stavebně konstrukčního systému byly rozděleny do dvou skupin: vestavěné pece s tenkou hrudí (5 exemplářů, pece I-IV,IX) a nadzemní pece s mělce zahloubenou níštějí. Písmenem T je označen pozůstatek po haldě železné rudy.



Obr.6: Půdorysný plán baterie vestavěných dýmaček s tenkou hrudí. Velkomoravská huť v polesí Olomučany, les.odd. 98/1, o. Blansko.



Obr.7: Řez vestavěnou dýmačkou s tenkou hrudí z 2.poloviny 9.st.. 1-výmaz pece; 2-výdusek; 3-rostlá vypálená hlína; 4-rostlá nepropálená hlína; 5-zvětralá brněnská vyvřelina; 6-sprašová výplň pece; 7-vrstva uhlíků; 8-nadloží a kulturní vrstva.

Termínem vestavěná pec s tenkou hrudí byl označen typ zapuštěný ze tří stran do terénu, pouze hrudní partie je volná, modelovaná z plastického jílu. Řez touto pecí je na obr.7 a na fotografii. Předpokládaný postup stavby je tento: Hutníci vykopali do rostlé hlíny výklenek, který o něco přesahoval velikost budoucí pece. Skutečný tvar vytvořili z plastického jílovitého materiálu. Masa zeminy poskytovala dle předpokladu dobrou tepelnou izolaci a volně přístupná hrudě umožňovala snadnou manipulaci. Síla stěny hrudi se pohybovala kolem 12 cm. Při úpatí měla pec velký formový otvor ve tvaru obráceného písmene U. Tudy byl pomocí dyznového panelu dmýchán vzduch a byla tudy vypouštěna struska. Nístej je miskovitá, zahloubená maximálně 9 cm pod práh pece (spodní okraj formového otvoru). Pracovní prostor sahá zhruba do výše 30 cm, kde se šachta prudce zužuje v úzký komín o průměru 16 cm. Komín je excentricky umístěný, výrazně posunutý k zadní stěně pece. Má délku asi 30 cm a vystupuje jím šachta z lavice rostlé hlíny.

Výjimkou popisované konstrukce bylo tvarování nísteje pece č.IX. Nebyla zahloubená pod práh pece, zadní stěna přecházela v šikmou plochu svažující se směrem k formovému otvoru. Tato pec byla vcelku vyzdvížena a je v současnosti umístěna v expozici v Blansku. Tabulka obsahuje naměřené rozměry pecí. Neuvedené položky nebyly měřitelné.

pec č.	celková výška/cm	rozměry nísteje/cm x cm	zahloubení/cm	kychta / cm x cm
I.	62	30x34	9	15x12
II.	63		8	
IX.	62	40x35	0	12x12

Tab.1: Parametry odkrytých pecí s tenkou hrudí [2]

Uvedené dýmačky pracovaly na uměle vháněný vzduch (doloženo nálezy dyzen), struska se vypouštěla. Dokladem vypouštění strusky jsou zlomky i celé vějířovité slitky strusky, která vytékla odpichovým otvorem. Navíc se popisované dýmačky vyznačují velmi dobrým stavem výmazu, pokrytým jednolitým a hladkým struskovitým povlakem. U bezodpichových zařízení bývá strusková krusta podstatně výraznější a výmazy pecí jsou často poškozeny a potrhány.

3.2.3 Dochované postupy

Archeologické nálezy je možné doplnit velmi zajímavými informacemi, které poskytují záznamy některých etnografů z minulého a počátku tohoto století, kteří se setkali s dožívajícími tradičními výrobami železa u kmenů v Africe a Asii. Podle [3] uvádím několik autorů:

V severním KORDOFANU (Afrika) zaznamenal RUSSENGGER tavení bahenních limonitů v prostých nálevkových výhních vyhloubených do písku. Přívod vzduchu byl realizován jednoduchým koženým měchem a dyznou skloněnou přes okraj díry. Po deseti hodinách se na dně shromázdí struskovitá hmota podobná houbě. Ta se znova protavovala a do výhně se přidávalo určité množství staré strusky. Produktem druhého přetavení je již železná lupa, která si však zachovává pórnatou strukturu.

RUSSENGGER: Reise in Ägypten, Nubien und Ostsudan, Stuttgart 1844, II

V jižní RHODESII se lupy poloredukovaného houbovitého železa vyráběly ještě koncem dvacátých let tohoto století. Domorodci stavěli jílové páinky lahvičkového tvaru vysoké asi 90cm se zahloubenou nástějí. Na jedné straně byl velký lupový otvor (šířka 45cm), do druhé strany byly větveny dvě hliněně dyzny. Do předem rozpálené pece byla vsazována směs dřevěného uhlí a rudy v několika dávkách. Po šesti hodinách z ní byla vytažena železná lupa o průměru asi 50 cm, pokrytá struskou a zbytky paliva. Houbovitá masa musela být ještě několikrát žhavena, než mohla být vykována.

T.A.RICKARD, The Primitive Smelting of Iron, pg 98-100

Podobné pece, ale vysoké jen 50cm, se uvádějí z Angolské vysočiny poblíže Činkusy.

K.KLUSEMANN, Die Entwicklung der Eisengewinnung in Afrika und Europa, MAGW 54

L.Carl a J.Petit podali zajímavý referát o výrobě železa u kmene MOURDI ve východní oblasti Sahary. V zahloubené nástěji šachtové pece získávali

houbovitý blok, který roztloukli, roztrídili a kousky bohatší na železo vyhřívali v mísivitých výhních opatřených měchem za pomoci struskotvorné přísady. Po opakovaném vyhřívání bylo možné železo zpracovávat mechanicky.

L.Carl, J.Petit, Une technique archaïque de la fabrication du fer dans le Mourdi, L'Etnographie, N.S. No50 1955, 60 sq

Nejvýraznějším příkladem výroby železných kup je práce kmene v LAGOS (Nigérie). Hematitovou rudu pečlivě obohacovali, tj. třídili, pražili, propírali, tím ji připravili na redukci v peci z jílu se zahloubenou nístějí ($h=110\text{cm}$, $d=75\text{cm}$) s izolačním výmazem.

Vzduch byl vháněn sadou jílových dyzen předem připravených v keramické výhni. Celá kampaň trvala 36 hodin. Místo struskotvorné přísady používali staré strusky bohaté na FeO .

V závěrečné fázi se probodla hrud' pece sochorem a odpíchl struska. Pak se vyboural větší otvor, kterým bylo vidět žhavou železnou lupa v nístěji. Po ochlazení byla lupa rozbita a prodávána kovářům. Lagosští taviči dosahovali v peci režimu, při kterém se železná lupa oddělí od zcela tekuté strusky.

T.A.RICKARD, The Primitive Smelting of Iron, 98-100

Výroba železných lupy probíhala také v Indii. Používaly se zde pece o výšce 60-90cm tvaru kužele. Před tavením se pec vyhřála, do otvoru v čele byly zasazeny dvě dyzny. Dřevěné uhlí bylo zapáleno těsně nad nimi. Dále se přidávalo dřevěné uhlí a ruda. Teplota byla dostatečně vysoká na vytvoření tekuté strusky. Celá akce zabrala 6 hodin. Za jeden den byli tito taviči schopni dodat z jedné pece tři lupy.

Čína byla první místo, kde se vyráběla skutečná litina. Vyráběla se v kelímcích vsazovaných do pece. Přesné podmínky a postupy nejsou známy. Vznik tekutého kovu pravděpodobně umožňovalo nasycení železa fosforem z místního paliva. Ten posunoval teplotu likvidu až pod 1000°C .

R.J.Forbes Metalurgy in Antiquity

3.3.0 Metalurgické předpoklady redukce železa

3.3.1 Železné rudy a jejich vlastnosti [4],[5]

Železo je poměrně běžný prvek vyskytující se v přírodě. Jedná se zpravidla o různé druhy oxidů, případně jiné chemické sloučeniny v kombinaci s různými příměsemi. V ryzí podobě je velmi vzácné - tzv. meteorické železo.

3.3.1.1 Železné rudy

Z chemického hlediska lze rozdělit železné rudy do 4 skupin:

- 1) Bezdodé oxidy
- 2) Hydratované oxidy
- 3) Uhličitany
- 4) Křemičitany

ad 1: a) oxid železitý Fe_2O_3 - hematit neboli krevet
b) oxid železnatoželezitý Fe_3O_4 magnetit

ad 2: a) hydrohematit
b) götit
c) limonit (hydrogötít)
d) turit - směs hydrohematitu a götitu

ad 3: Uhličitan železnatý FeCO_3 - siderit (ocelek)

ad 4: Hydratovaný hlinito-křemičitan železnatý - chamosit
 $(\text{Fe},\text{Mg})_{15}\text{Al}_{10}\text{Si}_{11}\text{O}_{52} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ (přibližný vzorec)

Hematit

Fe_2O_3 v čistém stavu 70 % Fe a 30% O_2 v přírodě se vyskytuje s obsahem asi Fe 60%. Krystaluje v trigonální soustavě, je tmavě červené až ocelové barvy, matného nebo kovového lesku. $V = 4200 - 5300 \text{ kgm}^{-3}$. Hlušina obsahuje především SiO_2 a malá množství Al_2O_3 , CaO , MgO .

Hematit je ruda snadno redukovatelná, obsahuje obvykle méně jak 0,05% fosforu. Hodí se k výrobě slévárenského surového železa (hematitu). Je častou příměsí magnetovce, má červenohnědý vryp. Není přitahován

magnetem. Bývá jemně rozptýlen v mnoha nerostech a horninách, dodává jím červenou až červenohnědou barvu.

Magnetit

Je na železo nejbohatší rudou. Chemicky jde o Fe_3O_4 (oxid železnatoželezitý) s obsahem až 70% Fe. Redukuje se obtížně, a proto jeho běžné využití v pravěku není příliš pravděpodobné. Existuje ale důkaz o tavení hematit-magnetitové rudy v slovanské době v Želechovicích na Severní Moravě. [3] str.17-20.

Limonit (hnědel) $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Podle obsahu chemicky vázané vody rozlišujeme čtyři druhy limonitů:

- **Hydrohematit**, při $n < 1$, obsahuje v čistém stavu 62-69% Fe. Krystalizuje v trigonální soustavě a je tmavě červené barvy.
- **Götít** při $n=1$, tj. $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ neboli $\text{FeO} \cdot \text{HO}$, obsahuje v čistém stavu 62,9 až 63% Fe. Krystalizuje v rhomboedrické soustavě a má tmavě šedou barvu.
- **Limonit**, neboli hydrogötít, při $1,5 > n > 1$, obsahuje v čistém stavu 59,8 až 63% Fe. Tvoří beztvarou hmotu žluté až šedé barvy. Obvykle obsahuje mnoho hydroskopické vlhkosti.
- **Turit** je směs hydrohematitu a götitu a obsahuje v čistém stavu 63 až 65 % Fe. Je beztvarý, tmavě červené až černé barvy.

Všechny hydratované oxidy obsahují podstatně méně železa než odpovídá čistým minerálům. Jsou obyčejně velmi dobře redukovatelné. [4]

Obvykle obsahuje velmi mnoho hydroskopické vlhkosti a je pak mazlavý. Hlušiny jsou velmi různorodé, většinou v nich převládá SiO_2 . Vzniká rozkladem téměř všech nerostů, které obsahují železo. Bývá zaměňován s hematitem. Limonit je typický druhotný nerost.[5] Hnědel se někdy hromadí vlivem povrchové vlhkosti ve svrchních partiích ložisek různých rud (v tzv. oxidačních pásmech). Vzniklému útvaru se říká "železný klobouk". Je ukazatelem jiných ložisek, neboť bývá nápadně zbarvený do hněda nebo do

červena. Nápadná barva, měkkost a snadnost dobývání spolu s lehkou redukovatelností této rudy lákala staré hutníky a kovkopy.

Siderit (ocelek)

FeCO_3 , Obsahuje v čistém stavu 48,3%Fe, 37,9% CO_2 a 13,8 O₂. Jako železná ruda má pouze 25-40%Fe. Krystalizuje v trigonální soustavě. Má šedou barvu a hustotu asi 3300 kgm^{-3} . Proti limonitu mává nižší obsahy manganu a fosforu (0.01-0.02%). Bývá znečištěn SiO_2 , což mu dodává kyselý charakter. Redukce není obtížná, byl-li předem vyprážen za přístupu vzduchu.

3.3.1.2. Fyzikálně-chemické vlastnosti rud [6]

Měknutí rudy

Měknutí rudy je soustava fyzikálně chemických změn, které prodělává ruda při svém přechodu z pevného do plastického stavu. Tento lze považovat za stav předcházející tekutému stavu. Teplota začínajícího měknutí je značně nižší než teplota likvidu tepelně stálejších jednotlivých složek rudy a tedy přechod z tuhého stavu do kapalného probíhá v poměrně širokém teplotním rozmezí. Jeho horní hranici lze považovat za počáteční teplotu vzniku primární strusky.

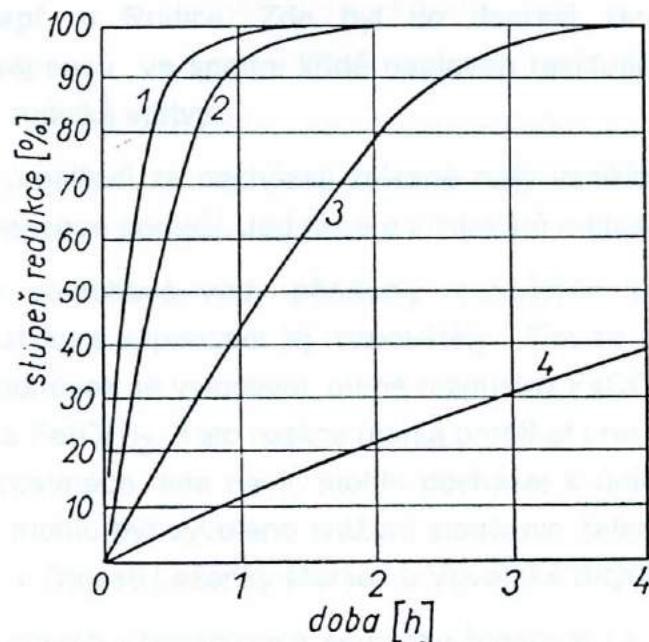
Zkoušky začátku měknutí se provádí laboratorně metodami s a bez mechanického zatěžování, popřípadě dalšími metodami.

Redukovatelnost

Významnou vlastností rud je jejich redukovatelnost. Tu lze definovat jako souhrn jejích chemických, fyzikálních, mineralogických a fyzikálně-chemických vlastností, které ovlivňují její redukci. Měřítkem redukovatelnosti je úbytek hmotnosti za jednotku času, způsobený přechodem kyslíku do plynu.

$$R = \Delta O / \Sigma O \cdot 100\%$$

Redukovatelnost může být rovněž vyjádřena dobou potřebnou k dosažení úplné redukce oxidu železa při daných redukčních podmínkách (teplota, tlak, složení redukční atmosféry, rychlosť proudění redukčního plynu).



Obr.8: Křivky redukovatelnosti rud 1,2 - snadno redukovatelná ruda, 3 -středně těžko redukovatelná ruda, 4 - těžce redukovatelná ruda [6]

Průběh redukce úzce souvisí s pórovitostí a s vnitřním povrchem kusů rudy. Zkouškami však bylo zjištěno, že pórovitost a redukovatelnost nemusí ve všech případech být v přímé závislosti, neboť v průběhu redukce se mění struktura a zejména právě pórovitost a vnitřní povrch. Přesto jsou velmi pórovité rudy zpravidla snadno redukovatelné. Jednoznačně byla prokázána

zvýšená rychlosť redukce při zmenšené kusovitosti, která platí do určité meze. Dalším zmenšováním zrnitosti potom již k růstu rychlosti nedochází. Chemické složení rudy ovlivňuje redukovatelnost méně než její fyzikální a fyzikálně chemické vlastnosti.

3.3.1.3. Geologické podmínky hutních lokalit mezi Blanskem a Adamovem [7]

V okolí Olomučan se nachází hlavní výskyty českých jurských sedimentů. Jsou to zde různé slíny a vápence, z nich některé obsahují chalcedonové rohovce a geody vzniklé mineralizací dutin po organických zbytcích. Ty se nacházení např. u Rudice. Zde byl do depresí zkrasovělého reliéfu devonských vápenců ve spodní křídě naplaven reziduální písčitý a jílovitý materiál - tzv. rudické vrstvy.

V takovémto prostředí se nacházejí železné rudy vzniklé druhotně později než jejich vápencové podloží. Jedná se o infiltračně metasomatická ložiska.

Slabě kyselé povrchové vody přinášely rozpuštěné sloučeniny Fe. Při déletrvajícím styku s vápencem jej rozpouštěly. Tím se snižovalo jejich pH a za těchto podmínek se vylučoval méně rozpustný FeCO_3 , ten je nestálý a rozkládá se na Fe(OH)_3 . Tato reakce mohla probíhat i na dně jeskyň, to je v otevřených prostorách, kde navíc mohlo docházet k úniku CO_2 z vodního roztoku a tím mohlo být vyvoláno srážení sloučenin železa. Takovéto rudy byly popsány v Oblasti Lažánky-Maršov u Veverské Bítýšky.

Zkrasovatělý povrch vápencových souvrství fungoval i v dávné geologické minulosti jako příhodné místo pro akumulaci nejen klasických sedimentů (jura, křída), nýbrž i sedimentů obohacených železem. Tomu odpovídají nálezy rudy v propadáních v okolí Rudice, Babic. V současné době jsou tyto rudy jak svým množstvím tak i obsahem železa průmyslově nevyužitelné.

3.3.2 Redukce oxidů železa

Soustava Fe-O-C je tvořena oxidy železa, kovovým železem, uhlíkem, oxidy uhlíku. Složky mohou být v rovnováze, nebo mohou vzájemně reagovat v důsledku nerovnováhy způsobené například změnami termodynamických podmínek a vzájemnými interakcemi.

K první fázi redukce dochází již za poměrně nízkých teplot, při kterých probíhá v rudě celý komplex fyzikálních a chemických změn, který nazýváme pražením rudy.

3.3.2.1. Pražení rud

Pražení rud má několik cílů:

- Uvolnit CO_2 z uhličitanových rud a odstranit chemicky vázanou vodu z hydrátů
- Podstatně snížit obsah síry v rudách, zejména její sulfidické podoby
- Zlepšit redukovatelnost kompaktních a hutných rud a dosáhnout výhodného vyššího okysličení železa
- Dosáhnout magnetických vlastností kovonosných minerálů pro magnetické obohacování
- Zlepšit drtitelnost příliš pevných rud

Vypařování vlhkosti a disociace hydrátů [6]

Vypařování vlhkosti je tepelně nejméně náročný pochod a probíhá již při teplotách od 100°C .



Konečná teplota této reakce závisí na kusovitosti a póravitosti rudy a na rychlosti ohřevu. Vlhkost se obtížně vypuzuje z koloidních liofilních soustav, které pevně vážou vodu s disperzními koloidy. Při jejich koagulaci se tvoří

gely, z nichž lze vlhkost odstranit jen zahřátím na vyšší teplotu a dehydratace vyžaduje také delší dobu. Takto se chovají zejména gely křemičitých kyselin, které bývají součástí hnědelů.

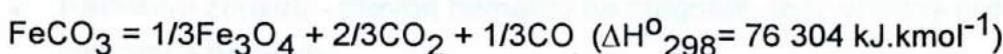
Disociace hydrátů (tepelný rozklad) začíná při teplotě kolem 200°C , avšak pochod může být ukončen až při 500 až 600°C , případně ještě vyšších teplotách.

Disociace uhličitanů

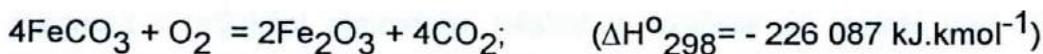
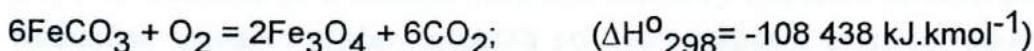
Termický rozklad ocelku vyžaduje teplotu 400 až 550°C a je výsledkem těchto dílčích reakcí:



Jejich součtem je souhrnná reakce



Při pražení v oxidační atmosféře na rozdíl od kalcinačního pražení ocelků vzniká směs Fe_3O_4 a Fe_2O_3 .



Po vypražení je ocelek velmi dobře redukovatelný a jsou doklady o jeho značné oblibě v jiných hutních lokalitách. V oblasti Moravského krasu není ocelek běžný.

Magnetizační pražení

Hlavním účelem magnetizačního pražení rud je převedení slabě magnetických kovonosných složek rudy na silně magnetické a tím umožnit oddělování rudy od hlušiny ve slabém magnetickém poli. V osmém století

tohoto letopočtu nemá tento účinek pražení rudy praktický význam. Jedná se ale o první stupeň chemických přeměn kovonosné složky probíhající ještě mimo pec, tím se sníží energetická náročnost a nárok na množství redukovadla v peci, dále se mění redukovatelnost (zpravidla roste).

Z přírodních železných rud je silně magnetický pouze magnetit a tato vlastnost je dána kubickou prostorově centrovánou mřížkou. Protože se zde jedná o podobné vlastnosti jako u α -železa, nazývají se tyto silné magnetické látky feromagnetickými. Všechny ostatní rudy a hlušiny, které je doprovázejí jsou slabě magnetické, neboli paramagnetické. Oxidací magnetitu vzniká $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, mineralogicky maghemit, který si zachovává magnetitovou mřížku a tedy i magnetické vlastnosti, narozdíl od přírodního hematitu, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ s rhomboedrickou prostorově centrovánou mřížkou, který je paramagnetický.

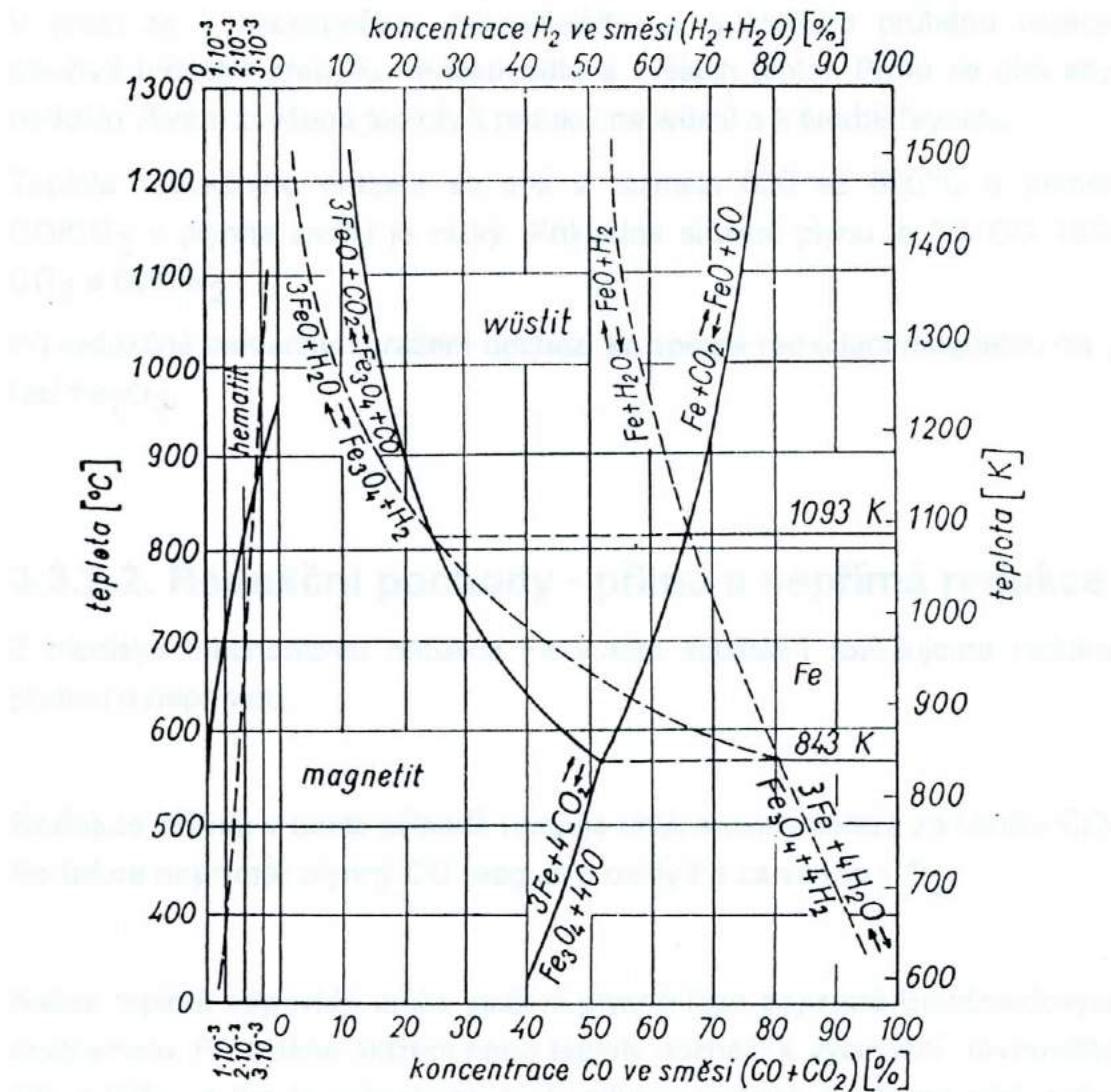
Jsou známy tři způsoby magnetizačního pražení:

- Redukční způsob - převod hematitu na magnetit, tedy vhodný pro limonity a hematity
- Oxidační způsob - pro ocelky a pyrit
- Redukčně - oxidační pražení opět vhodné pro limonit a hematit při kterém je výsledkem γ fáze Fe_2O_3

Z těchto pochodů je z našeho hlediska zajímavý redukční způsob pražení. Redukčně oxidační pražení probíhá ve dvou etapách, první je redukce na magnetit v redukční atmosféře, následuje oxidace při teplotě pod 550°C , vzniká maghemit - magnetická modifikace Fe_2O_3 .

Redukční pražení

Pochod redukčního pražení musí probíhat v takových teplotních podmínkách a při takové koncentraci redukovadla, které odpovídají oblasti stability magnetitu v Baur-Glaessnerově diagramu.



Obr.9: Baur -Glaessnerův rovnovážný diagram soustav Fe-O-C, Fe-O-H [6]

Jako redukovadlo přichází v úvahu CO a případně vodík:



V praxi se k zabezpečení dokonalejšího a rychlejšího průběhu reakce používá určitého přebytku redukovadla a vyšších teplot. Proto se dbá, aby nedošlo vlivem zvýšené teploty k redukci na wüstit a k tvorbě fayalitu.

Teplota redukčního pražení se volí v rozmezí 620 až 880°C a poměr CO/CO₂ v plynné směsi je nízký. Příkladné složení plynu je 5% CO 15% CO₂ a 80% N₂.

Při redukčně oxidačním pražení dochází ke zpětné reoxidaci magnetitu na γ fázi Fe₂O₃.

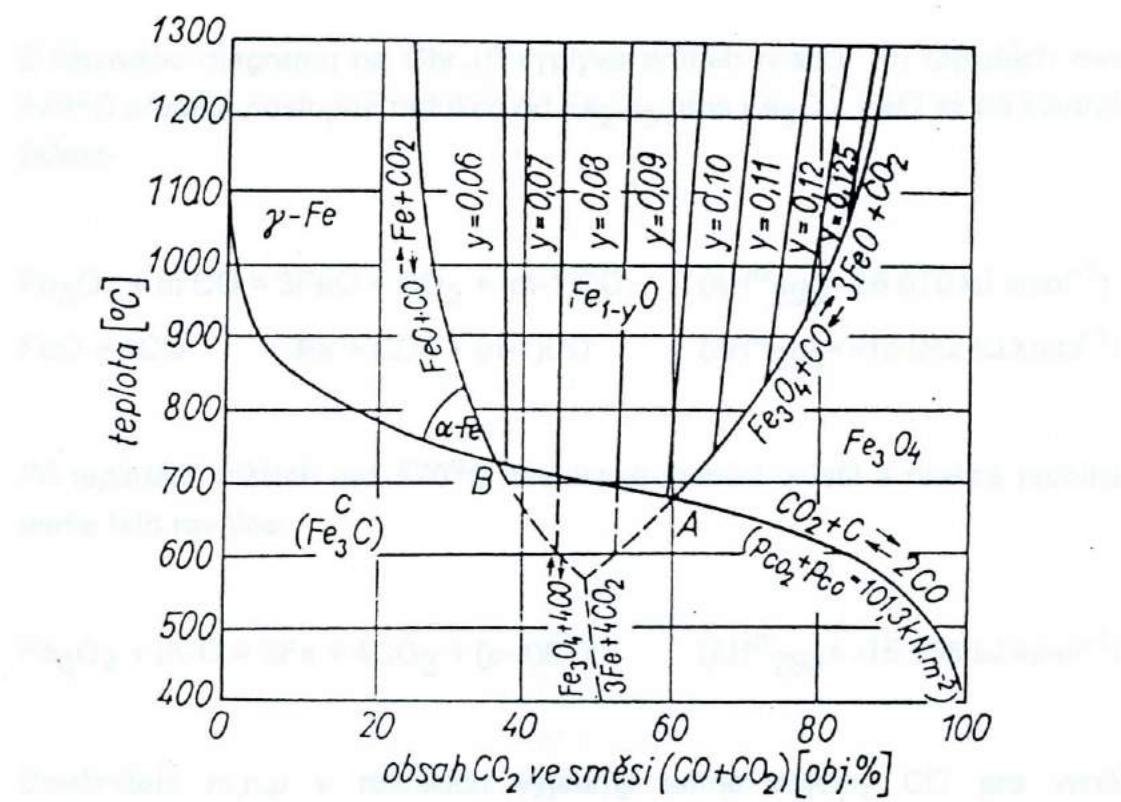
3.3.2.2. Redukční pochody - přímá a nepřímá redukce

Z hlediska mechanizmu redukce Fe v této soustavě rozlišujeme redukci přímou a nepřímou.

Redukce přímá: v tomto případě reaguje uhlík s oxidy železa za vzniku CO.

Redukce nepřímá: plynný CO reaguje s oxidy Fe za vzniku CO₂.

Každé teplotě odpovídá určité složení plynné fáze popsané Bouboardovým diagramem. Při změně složení nebo teploty dochází k vychýlení rovnováhy CO a CO₂, a tím je způsobena buď redukce vyšších oxidů na nižší nebo oxidace nižších na vyšší. Snahou je vyvolat takové prostředí, ve kterém dochází k redukci - tedy prostředí, ve kterém je koncentrace oxidu uhelnatého vyšší než rovnovážná.



Obr.10: Rovnováhy mezi železem, wüstitem, magnetitem, směsi (CO+CO₂) a uhlíkem. [6]

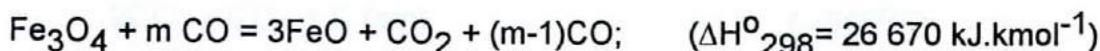
Železo se v uvažovaném rámci této soustavy může vyskytovat ve formě oxidů a jako kov. Jsou to (pořadí podle množství kyslíku) Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeO, a Fe. Skutečné složení oxidů pak je dáno složitějšími stechiometrickými vzorcemi.

Z oxidů železa je nejsnáze redukovatelný Fe₂O₃, který se ve vysoké peci již v sazebně začíná měnit na Fe₃O₄.



Reakce je slabě exotermická a v podmírkách vysoké pece je nezvratná a může probíhat i při podmírkách pražení viz kapitola 3.3.2.1.

Z fázového diagramu na Obr.10 vyplývá průběh reakcí. Při teplotách nad 570°C probíhá postupně redukce od Fe_2O_3 přes Fe_3O_4 , FeO až na kovové železo.



Při teplotách nižších než 570°C neexistuje stabilní wüstit a reakce probíhá podle této rovnice:



Součinitele m, n, p v rovnicích vyjadřují nutné objemy CO pro vznik odpovídajícího objemu CO_2 v příslušné rovnovážné směsi $\text{CO} + \text{CO}_2$.

Nejlépe redukční podmínky a průběh jednotlivých reakcí vystihuje diagram na Obr.10.

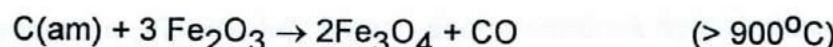
Rovnovážné křivky dělí diagram na tři oblasti stabilního magnetitu, wüstitu a kovového železa. Velmi úzká oblast stabilního hematitu není v grafu vyznačena, v použitém měřítku se přimyká k souřadnici 100% CO_2 . Diagram dále zahrnuje rovnovážnou křivku Boudardovy reakce, platnou pro celkový tlak plynné fáze 101,3 kP. Tato omezuje oblast nepřímé redukce nad teploty $600\text{-}800^{\circ}\text{C}$, tj. oblast nad křivkou. Pod křivkou jsou naopak příznivé podmínky pro vznik přímé redukce. CO_2 je zde stabilní a může tedy probíhat zpětná reakce - tzv. Bellova reakce:



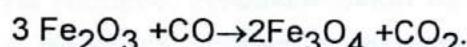
Jako katalyzátor této reakce funguje podle některých zdrojů již vyloučená železná houba (např. v pásmech vysoké pece, kde ještě nedochází k

roztavení již vyredukovaného železa). Amorfni uhlík potom reaguje při vyšších teplotách s oxidy kovů, souhrnně se potom tyto reakce jeví jako redukce nepřímá.

Např.:



Sumárně:



Optimální podmínky pro rozpad CO_2 jsou v rozmezí 400 až 600°C . Dále je reakce též podmíněna vysokou koncentrací CO. Vzhledem k vysokému využití CO a zmíněné teplotě, při které nedochází k reálné redukci železa autor [6] nepředpokládá velký význam této reakce ve vysoké peci. Je otázkou zda v malých zařízeních, jakým je např. popsaná pec s tenkou hrudí, nastávají vhodné podmínky pro tuto reakci.

Rovnovážná křivka Bouduardovy reakce neomezuje průběh nepřímé reakce je na oblast nižších teplot, nýbrž i při teplotách nad 600 až 800°C - v této teplotní oblasti je stabilní složkou plynné fáze CO jako zplodina Bouduardovy reakce.

Z čistě termodynamického hlediska průsečíky Bouduardovy rovnovážné křivky s rovnovážnými redukčními křivkami představují začátek přímé redukce magnetitu a wüstitu. Ve skutečnosti však začátek přímé redukce těchto oxidů spadá do oblasti vyšších teplot než 600 až 800°C . Příčinou je Bouduardova reakce, která probíhá velmi rychle a úplně až při teplotách kolem 1100°C . Při těchto podmínkách může probíhat proces nepřímé redukce následujícím způsobem.

Výchozím bodem reakce mohou zvolíme bod definovaný teplotou 900°C a obsahem 20% CO_2 v systému CO-CO₂. Tento bod se nachází nalevo od rovnovážné křivky železo - wüstit, a toto porušení rovnováhy způsobuje průběh reakce redukce FeO zleva doprava, při této reakci se zvyšuje o parciální tlak CO_2 . To má za výsledek posunování výchozího bodu směrem doprava. Takto vzniklý oxid uhličitý je odváděn a hořením uhlíku paliva vzniká další redukční plyn, který by podle Bouduardovy rovnovážné křivky

při teplotě 900°C měl rovnovážný stav definován obsahem CO_2 nižším než 10%. Tato nerovnováha způsobuje průběh Bouloardovy reakce de facto zleva doprava (ve skutečnosti se přivádí nové redukční médium), a tím posunuje výchozí bod v diagramu směrem doleva. Součinností těchto dějů se dosáhne dynamické rovnováhy procesu redukce železa.

V teoretickém případě, kdy by za všech podmínek byla dodržena rovnováha Bouloardovy (Bellovy) reakce, by ve vysoké peci nemohla vůbec probíhat nepřímá redukce. Redukce oxidů by probíhala jen přímou cestou, a to při nižších teplotách uhlíkem z rozpadu CO a při vyšších teplotách uhlíkem koksu.

Ve skutečnosti je ale oblast nepřímé redukce značně široká a jednotlivá pásma redukce lze vymezit asi takto:

- pod $800 - 900^{\circ}\text{C}$ probíhá jen nepřímá redukce oxidů
- v rozmezí teplot $800 - 1200^{\circ}\text{C}$ může probíhat jak nepřímá, tak přímá redukce
- při teplotách nad $1100 - 1200^{\circ}\text{C}$ může probíhat jen přímá redukce

Mechanismus přímé redukce nebyl dosud spolehlivě popsán, je však pravděpodobné, že probíhá ve dvou fázích: v první jsou oxidy redukovány oxidem uhelnatým a ve druhé je plynná zplodina CO_2 redukována uhlíkem na CO. Bezprostřední reakce uhlíku s oxidy železa je možná za přítomnosti uhlíku z rozpadu CO a při přechodu oxidů do kapalného stavu uhlíkem koksu. I zde jsou však názory na mechanismus rozdílné.

Rovnovážný stav reakcí je totožný se stechiometrickými poměry mezi reagujícími látkami, ale reakce jsou poměrně silně endotermické.

Při teplotách nad 570°C :

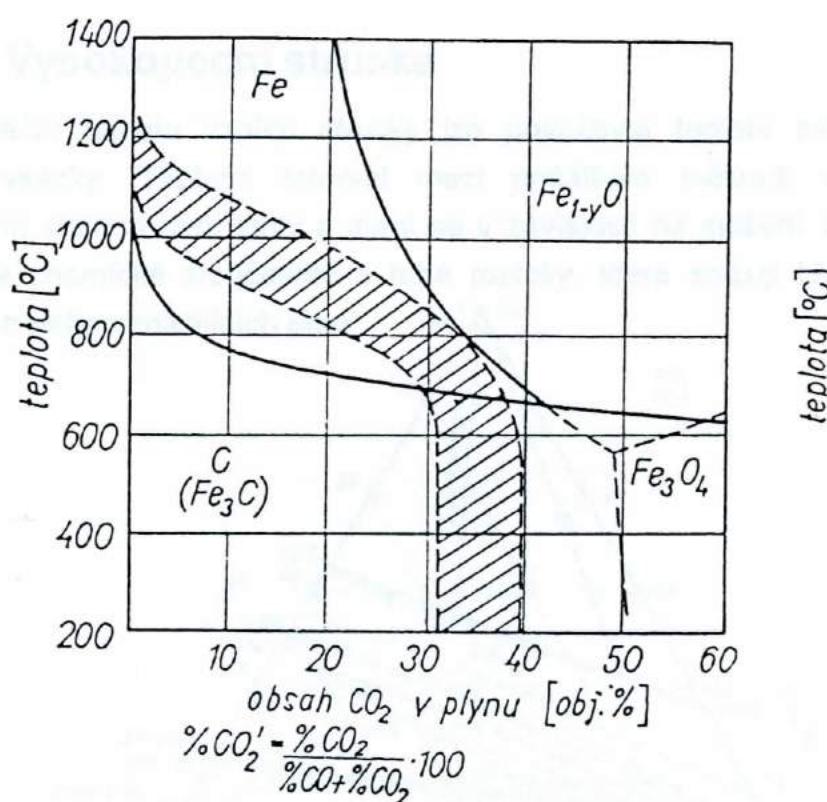


Při teplotách nižších než 570°C neexistuje stabilní wüstit a reakce probíhá podle této rovnice:



3.2.3 Strojky

Reakce nepřímé redukce jsou oproti tomu s výjimkou redukce Fe_3O_4 na FeO exotermické, ale vyžadují nadbytek redukovadla.



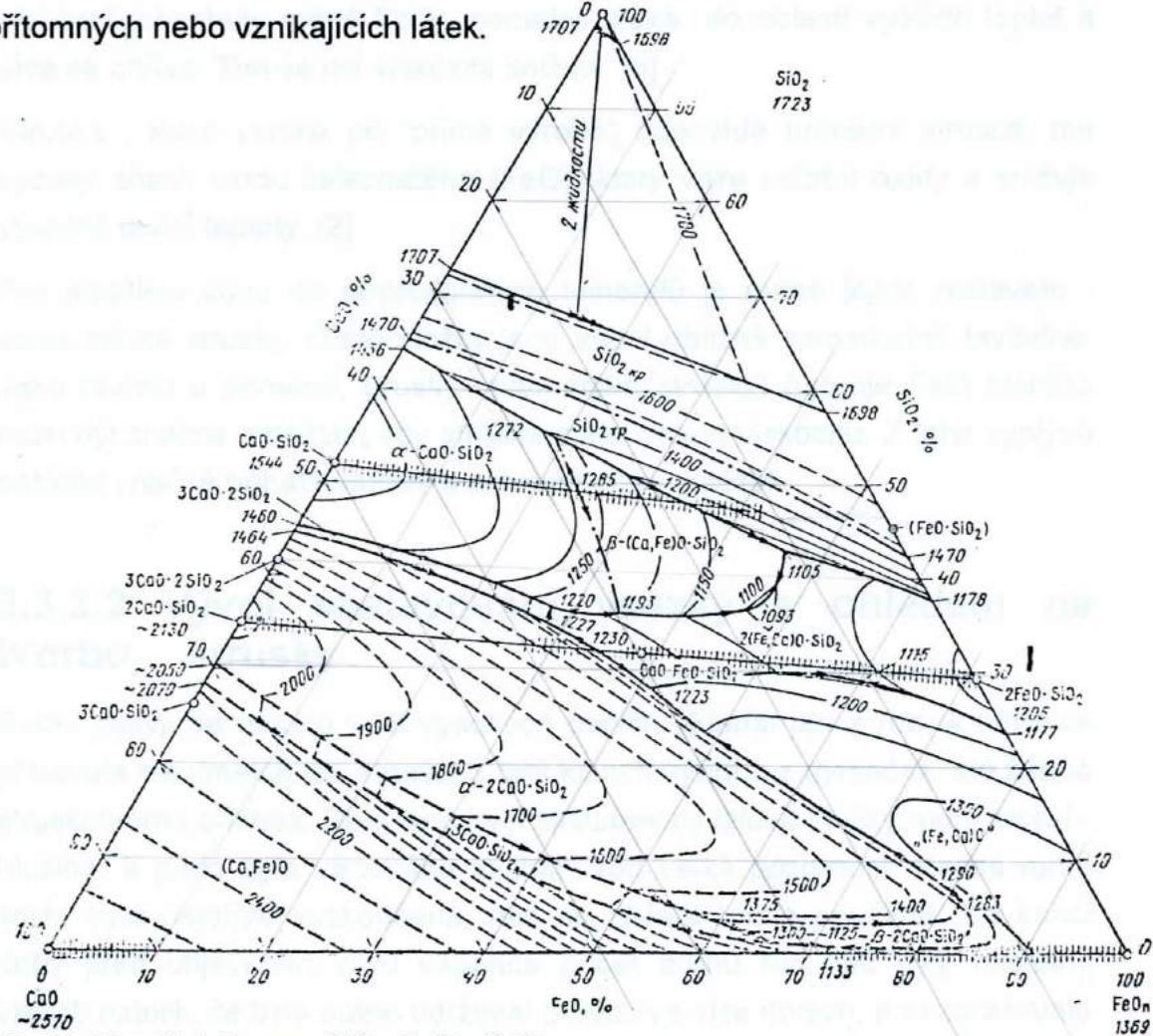
Obr.11 Rovnovážný a skutečný obsah CO_2 ve směsi $\text{CO} + \text{CO}_2$ vysokopecního plynu v současných podmínkách.

3.3.3 Strusky

Strusku tvoří nevyredukované oxidy železa s dalšími oxidy CaO, SiO₂, MgO, Al₂O₃, MnO ... případně jinými chemickými sloučeninami.

3.3.3.1 Vysokopevní struska

Za počáteční teplotu vzniku strusky lze považovat teplotu začínajícího měknutí vsázky. Teplotní interval mezi počátkem měknutí vsázky a roztaveným stavem není stálý a mění se v závislosti na složení. Přitom se tvoří nové chemické sloučeniny a tuhé roztoky, které snižují teplotu tání přítomných nebo vznikajících látek.



Obr. 12: Ternální diagram $\text{SiO}_2\text{-FeO}_{\text{II}}\text{-CaO}$

Prvotní struska ve vysoké peci se vyznačuje vysokým obsahem FeO a popřípadě MnO, zatímco konečná struska neobsahuje obvykle více jak 0,5-0,8% FeO.

Nejdůležitějšími vlastnostmi vysokopecní strusky jsou teplota tání, viskozita a chemické složení. Pro vysokopecní pochod je charakteristická tzv. autoregulace viskozity strusky. Prvotní struska má určitý obsah FeO, MnO, který kromě teploty určuje její viskozitu. Jestliže je málo viskózní, (obsahuje větší množství FeO), poměrně snadno proniká do oblasti vyšších teplot, kde probíhá intenzívní redukce. Tím roste její viskozita, ale ne nadměrně, neboť se struska při rychlém průchodu málo ohřála. V opačném případě, kdy je viskózní (obsahuje méně FeO), pomaleji stéká do oblasti vyšších teplot a více se ohřívá. Tím se její viskozita snižuje. [6]

Struska, která vzniká při "přímé výrobě", odpovídá primární strusce, má vysoký obsah oxidu železnatého (FeO), který váže ostatní oxidy a snižuje výrazně tavící teploty. [2]

Pro oddělení kovu od doprovodných minerálů je nutné jejich roztavení - vznik tekuté strusky. Čisté složky jsou velmi obtížně samostatně tavitelné. Jako tavidlo u primární strusky (dýmařské strusky) funguje FeO, kterého musí být značné množství, aby struska měla nízkou viskozitu. Z toho vyplývá potřeba značně bohaté vsázky a zároveň nízký výtěžek.

3.3.3.2 Vývoj sestavování vsázky s ohledem na tvorbu strusky

Rudní zásyp se dlouho i ve vysokých pecích skládal jen z rud, k nimž se přidávala maximálně jen struska z redukčních výhní a z dýmaček, ale žádná struskotvorná přísada. Do jisté míry ji zastupovaly jalové složky rudní směsi - hlušina, a proto byla věnována míchání rud velká pozornost. Každá rudní směs byla nejdříve vyzkoušena, než se začala trvale používat. Ke konci doby před objevením vlivu vápence počet druhů rud, jež byly míchány, vzrostl natolik, že bylo nutno udržovat provoz ve více dolech, a to zdražovalo dolovací náklady. Význam vápence při vysokopecném pochodu zůstával dlouho neznámý. První zmínka o něm je jako o přísadě při kování. První pokusy s vápencem ve vysokých pecích byly prováděny snad r. 1718 ve zbirožských hutích, ale k jeho pravidelnému používání došlo snad až r.

1773. Obsah vápence předepisovaného do vsázky rostl postupně od 6% až po snad 24% v některých hutích. Tento objev je tedy datován o více než 800 let později než dýmačky s tenkou hrudí.[1]

3.3.3.3 Chemické složení dýmařských strusek z Blanenska

K chemické analýze a zkouškám tavitelnosti vzorků strusek z 8.-11. století bylo vybráno několik vzorků, předběžně označených jako strusky. Zkoušky tavitelnosti a složení byly prováděny odděleně v různých ústavech a nebyla provedena homogenizace vzorků. Proto teploty tavení neodpovídají zjištěnému chemickému složení.

Vybereme - li z analyzovaných vzorků z popisu v tabulce prokazatelné strusky (vzorky 235, 236, 242, 239) nalezneme podíl FeO v rozmezí 34 - 55%, Fe_2O_3 9-15% a CaO v rozmezí 3-8%.

Tabulka výsledků analýz chemického, mineralogického složení a zkoušek tavitelnosti je uvedena v příloze [2].

3.3.4 Palivo

Za palivo jsou obecně považovány přírodní nebo uměle vyrobené látky, které slouží k získávání tepelné energie.

V hutnictví železa je palivo zpravidla nejen nositelem energie, ale zároveň i redukčním činidlem, dále plní další funkce - nauhlícení železa, opora vsázky v peci při vysokých teplotách.

Při úpravě rud za tepla, při výrobě surového železa a při přímých způsobech výroby železa z rud se používá černouhelný a hnědouhelný koks, dřevěné uhlí (historie), antracit, případně jiných druhů uhlí, práškových paliv, těžkých ropných a dehtových olejů.[6]

3.3.4.1 Dřevěné uhlí

Až do konce 18.století a v našich zemích do konce 18.století bylo dřevěné uhlí jediným druhem paliva pro dýmačky a později pro vysoké pece. Jako redukčního prostředku se používalo již od samého vzniku metalurgie jako oboru lidské činnosti. Jeho kvalita z hlediska metalurgických i tepelných vlastností byla výborná a dokud výroba stačila uspokojovat jeho spotřebu, bylo dřevěné uhlí nejlepším a levným palivem.

Pro pravěké a časné dějinné období je jen velmi málo spolehlivých údajů o jeho výrobě. Slovanům je přisuzována výroba v jamách. V Rusku se tato metoda udržela až do 18.-19. století.

Jáma o průměru cca100cm a hloubce 120cm se naplnila poleny a klestím, vše se upěchovalo drnem a obmazalo hlínou s výjimkou několika otvorů, které umožňovaly mírný přístup vzduchu. Dříví bylo zapáleno, zvolna hořelo a po určité době, kdy byly ventily ucpány, se dokončoval proces zuhelňování bez přístupu vzduchu.

Nejznámějším způsobem výroby dřevěného uhlí je pálení v milířích, jež se používaly ve středověku a na počátku novověku.

Vyschlé dříví se skládalo do kuželové stavby, která se posléze pokryla hlínou a drny. Její střed tvořil delší kůl a množství hořlavého materiálu. Jiným kůlem byl v boku milíře upraven vodorovný kanál, kterým se nálož dřeva zapalovala a který také sloužil k regulaci množství vzduchu.[3]

3.3.4.2 Dřevěné uhlí z lokalit mezi Blanskem a Adamovem

Ve slovanských hutnických dílnách v katastru obcí Olomučany a Habrůvka se zachovaly zbytky dřevěného uhlí, používaného hutníky v 8.-11. století. Zvláště v Olomučanech se zachovaly velké kusy dřevěného uhlí, na němž bylo možno sledovat zakřivení letokruhů. V mnoha případech pocházelo z kmenů o průměru přesahujícím 80 cm. Většinou se jedná o nespotřebované uhlí z pecí a z přilehlých prostor. Anatomická struktura zuhelnatělého dřeva zůstala bezvadně zachována. Ve všech vzorcích podrobených analýze se vyskytoval buk lesní (*Fagus silvatica*) - 77,1% všech nalezených zlomků dřevěného uhlí. Příležitostně se nacházely jedle, javor, jasan dub, bříza, vzácně borovice. Přednostní použití buku je vysvětlitelné jeho převahou v místních porostech. Veškeré dřevěné uhlí je nepochybně místní provenience.[2]

Pro srovnání lze uvést složení dřev v jiných hutních lokalitách:

V Želechovicích na Uničovsku byla používána uhlí především z jilmu, dále z jasanu, buku a z křovin byla používána krušina.

V pecích z doby římské ve středních Čechách se vyskytují obvykle borovice, místy dub, ojediněle i jedle.

V římských pecích v Sudicích tvoří 100% všech vzorků dub.

Pokud některá dřevina prevládá v zachovaných vzorcích, je to důsledek druhového složení lesních porostů.

V rámci pokusných taveb s pecemi typu Želechovice roku 1964 Dr. Pleiner provedl úspěšný pokus výroby dřevěného uhlí v milíři. Nezmiňuje se o žádných vážnějších obtížích. [8]

Rozsah této diplomové práce nepředpokládá výrobu dřevěného uhlí. Bude použito nakoupeného uhlí bez zjišťování jeho vlastnosti.

3.4 Statistické metody

3.4.1 Korelační koeficient

měří těsnost, s jakou se napozorované hodnoty závisle proměnné přimykají k hodnotám na regresní křivce. Nabývá hodnot +1 až -1 podle toho, zda jde o přímou nebo nepřímou závislost mezi sledovanými proměnnými.

- $r_{xy} > 0$ jde - li o přímou závislost
- $r_{xy} < 0$ jde - li o nepřímou závislost

V případě statistické (korelační nezávislosti), nemění-li se při změnách hodnot x_i podmíněná rozdělení proměnné y , je regresní přímka $A + B \cdot x = y$ rovnoběžná s osou x . V tomto případě je koeficient korelace roven 0. Protože $r_{xy} = r_{yx}$, nezáleží na tom, zda je závisle proměnné x nebo y .

3.4.2 Spearmanův korelační koeficient.

(koeficient pořadové korelace)

je mírou shody pořadí hodnot dvou proměnných. Výpočet spočívá v nahrazení hodnot obou proměnných uspořádaných podle velikosti jejich pořadovými čísly z přirozené řady čísel a ve výpočtu korelačního koeficientu těchto pořadových čísel. Jsou-li některé z hodnot stejné, přiřadí se jim aritmetický průměr z jím odpovídajících pořadových čísel.

3.4.3 Vícenásobný korelační koeficient

Jedná se o obdobnou funkci, jako u korelačního koeficientu. Vícenásobná korelační závislost je proložena regresní rovinou nebo nadrovinou. Pro výpočet bude použit vzorec:

$$r^2_{x_1x_2y} = (r_{x_1y} + r_{x_2y})^2 / (1 - r^2_{x_1x_2})$$

3.4.4 Test významnosti rozdílu

mezi středními hodnotami, jestliže rozptyly nejsou stejné

Hypotéza: střední hodnoty výběrových souborů se rovnají

$$\mu_1 = \mu_2$$

Testovací veličina:

$$t = |x_1 - x_2| / \sqrt{(c_1 + c_2)}$$

Srovnávací kriterium:

$$t^* = (c_1 \cdot t_{n1-1}(p) + c_2 \cdot t_{n2-1}(p)) / (c_1 + c_2)$$

Jestliže platí, že $t \geq t^*$, hypotézu o rovnosti středních hodnot na hladině významnosti p zamítáme.

Výpočty všech charakteristik, jejichž výpočetní vztahy nejsou uvedeny budou uskutečněny za pomocí předprogramovaných funkcí kalkulátoru CASIO fx570AD. [9], [10].

4.0 Praktická část

Praktická část diplomové práce spočívá v provedení pokusných "taveb" v železářské peci s tenkou hrudí. To zahrnuje rekonstrukci pece podle dochovaných zbytků exemplářů těchto pecí. Provedení přípravy rudné vsázky, vedení a řízení taveb. Z důvodu kompletnosti série taveb na sebe přímo navazujících jsem se rozhodl v této části pracovat i s výsledky první části série taveb označené jako Josefov 1 - Josefov 3, které proběhly v červenci a srpnu roku 1994. Všech těchto taveb jsem se účastnil a aktivně se podílel na jejich realizaci. V textu budou dále označovány jako tavby přípravné.

Druhá část pokusů, tedy tavby Josefov 4 - Josefov 7, jsem řídil a připravoval dle pokynů vedoucího diplomové práce. Tyto tavby jsou vlastním obsahem praktické části diplomové práce a proto především jim bude věnována této části pozornost. Dodatečně byly doplněny pokusy J8 a J9, které proběhly k příležitosti mezinárodního dne muzeí.

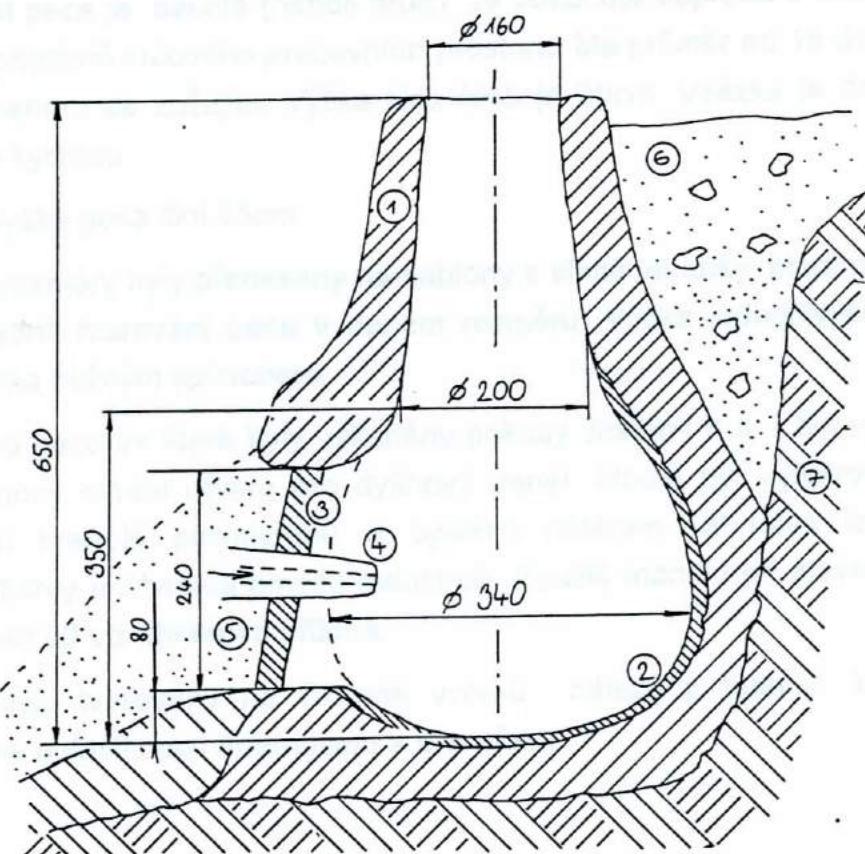
4.1 Plán taveb

Tavby budou vedeny metodou "try and fail" (pokus omyl). Tento způsob sice může zkreslit některá pozorování jistou nesystematičností v měnění vlivů na celý proces. Jeví se však jako nejrychlejší cesta k nalezení funkční, reprodukovatelné technologie výroby železa v tomto typu pece.

4.2 Pokusná pec

4.2.1 Konstrukce pece

Rekonstrukce tvaru pece s tenkou hrudí byla provedena na základě publikovaných výsledků archeologického výzkumu PhDr. Věry Souchopové [2], (kapitola 3.2.2, Obr.7) fotografie ze soukromého archivu a po konzultacích s autorkou. Rozměry pece a tvar částí ukazuje obrázek.



Obr.13: Rekonstrukce pece s tenkou hrudí: 1)tělo pece z jílové směsi, 2)vnitřní výmaz písek + jíl, 3)dyšnový panel, 4)dyšna, 5)písek - izolace panelu, 6)zásyp - strusky + sut', 7)terén

Celá pec se skládá ze dvou základních částí.

První částí je pracovní prostor pece prakticky kulového tvaru, na který navazuje 8-10cm dlouhý vstupní pracovní otvor podkovovitého tvaru, který je v průběhu tavby uzavřen dyšnovým panelem. Spodní část pracovního

prostoru ohraničená úrovní prahu pece bude nazývána nástějí. Je mělká, miskovitého tvaru, v nejhlubším místě maximálně zahloubená 10cm. Do otvoru pracovního prostoru dosedá dyšnový panel. Do otvoru v panelu je zasazena dyšna, na kterou je připojen zdroj větru. Druhý otvor v dyšnovém panelu (vykrojení ve spodní části) je otvor pro odpich strusky, tento otvor byl posléze realizován pouze u pece Josefov6. Celý pracovní prostor je 35 cm vysoký a v úrovni dyšen, kde má největší průřez má rozměry 35*35cm.

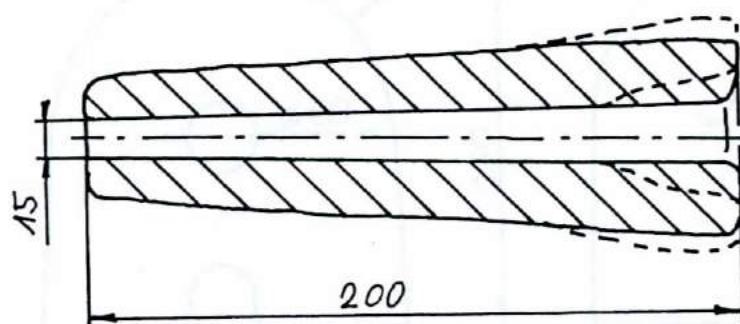
Druhá část pece je šachta (neboli hrud'). Je posunutá dopředu o cca. 3 cm proti ose přibližně kulového pracovního prostoru. Má průměr od 16 do 22cm směrem nahoru se zužující. Výška této části je 30cm. Vsázka je do pece přidávána kychtou.

Celková výška pece činí 65cm.

Uvedené rozměry byly přeneseny na šablony z vlnité lepenky, které měly za úkol usnadnit tvarování pece v daném rozložení. Výška jednotlivých částí byla měřena běžným způsobem.

Pro stavbu pece, ve které byly vykonány pokusy Josefov 6 a 7, byl vyroben polystyrenový model otvoru pro dyšnový panel. Model byl vytvarován ze spletených hranolů polystyrenu a opatřen nátěrem (2*vrstva latexové základní barvy a 2*vrstva emailu Industrol). Použití modelu při stavbě pece ukazuje obr.29 viz obrazová příloha.

Dyšny byly tvarovány na základě vzorků nálezů z hutních lokalit v zmiňované oblasti mezi Adamovem a Blanskem.



Obr.14: Dyšna, čárkovanou čarou je zakreslena úprava pro nasazení na vysavačové nástavce

4.2.2 Stavba pece

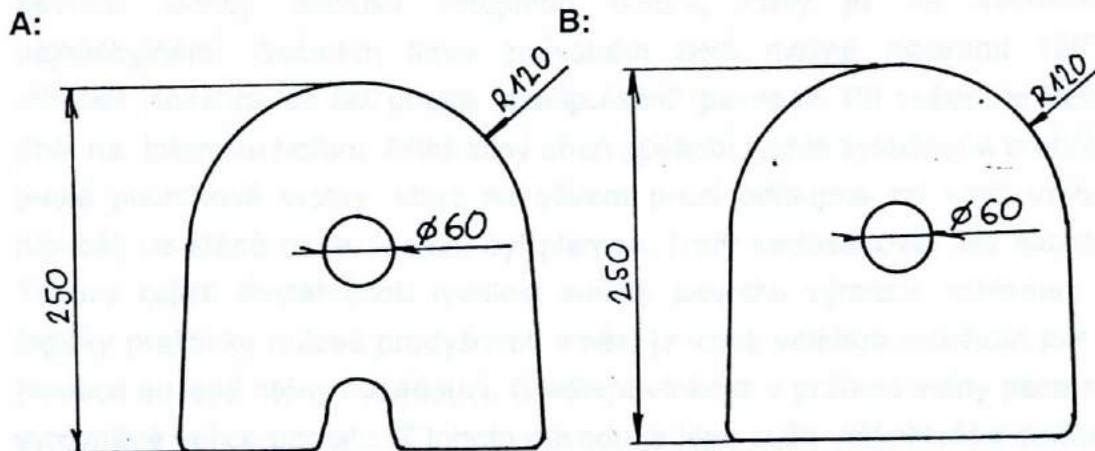
Použitý materiál

Jako stavební a zároveň žáruvzdorný materiál pro pece byl používán jíl nakopaný v okrajové části pískového lomu u obce Rudice (známé Rudické vrstvy). Do jílu byl v různém množství přimíchán i písek z téhož zdroje.

Jíl s pískem byl ručně po částech prohněten s vodou v poměrech daných subjektivním posouzením plastičnosti materiálu a rovněž i nárokem na plastičnost daným částí pece, pro kterou byl určen.

Příprava komponent pece

Dyšnové panely byly předem připraveny. U pecí J1-J5 byly použity vlhké panely, které měly pouze manipulační pevnost dostačující pro uzavření pece a zahájení provozu. U pokusu J6 a J7 byly dyšnové panely připraveny předem, vysušeny týden při teplotě do 35°C a následně přesušeny v plynové troubě. Takto připravené panely měly vyšší pevnost a dále se tímto snížilo nebezpečí praskání panelu. Materiál je shodný s materiélem pro stavbu pece. Panel použitý při pokusu J6 byl vyrobený z rudického jílu, panel pro tavbu J7 z jílu z lokality bývalé cihelny [12] na dnešní ulici Úvoz.



Obr.15:Dyšnové panely pro tavby A: J6, B: J7

Vlastní stavba

Pro pec byl připraven malý zákop. U nalezených pecí se jednalo o rostlé jílové vrstvy, do kterých byly pece z části zadlabány, přední části byly vymodelovány z plastického jílu a celá pec byla opatřena výmazem. Podmínky v areálu Technického muzea takovýto postup stavby neumožnily. Podloží tvoří kulturní vrstva, skládající se především ze stavební sutí a vysokopecní strusky.

Pec byla v připraveném zákopu ručně vymodelována z připravené jílové směsi. Síla stěn pece se pohybovala v rozmezí 5 -12 cm v závislosti na části pece. Vymodelovaná pec byla obsypána ze zadu a ze stran sutí a struskou.

4.2.3 Příprava pro tavbu

Sušení

Pec postavená z jílové směsi má vysokou vlhkost a velmi nízkou pevnost s tendencí se sama vlastní vahou deformovat. Je proto třeba ji ihned po postavení přesušit. To je provedeno mírným ohněm rozdělaným na prahu pece. Přirozený vztlak vzduchu v peci v dostatečné míře zajistí proudění teplých spalin dutinou pece. Pec se tímto způsobem suší zevnitř, zvýší se pevnost klenby oblouku vstupního otvoru, který je na deformaci nejnáchylnější. Sušením tímto způsobem není možné odstranit 100% vlhkosti, dosáhne se tak pouze "manipulační" pevnosti. Při sušení je třeba dbát na intenzitu hoření. Příliš silný oheň způsobí rychlé vysušení a prohrátí tenké povrchové vrstvy, která se vlivem pnutí odloupne od vlhčí vrstvy hlouběji ve stěně pece. Ideální byl plamen, který nedosahoval ústí šachty. Takový zajistí dostatečnou rychlosť sušení povrchu výmazu, vzhledem k logicky prakticky nulové prodyšnosti směsi je vznik velkého množství par v hloubce sušené stěny nežádoucí. Gradient vlhkosti v průřezu stěny pece se vyrovnává velice pomalu. Z tohoto důvodu je lépe sušit několikrát s delšími přestávkami (např. 2 h sušit 2 h přestávka).

Předehřev

K další fází sušení pece dochází již v rámci tavby, v období označeném jako předehřev. Nástěj pece je naplněna dřevěným uhlím, na něm je rozdělán oheň, případně jsou na toto uhlí nasypány žhavé uhlíky. Po rozdmýchání a přidání dalšího uhlí pracovním otvorem následuje jeho zazdění. Po vyzdění dyšnového panelu je ihned také vsazena a utěsněna dyšna a zahájeno dmýchání. Pec se následně naplní až po kychtu dřevěným uhlím.

V průběhu sušení a předehřevu pece dochází k prohřátí stěny natolik, že je pozorovatelné intenzívní odpařování z jejího povrchu, množství páry uniká i ze zásypu zadní a bočních stěn. Později během tavby bylo pozorovatelné vysušení terénu za pecí do vzdálenosti 30-50cm od pece.

4.3 Příprava vsázky

4.3.1 Dřevěné uhlí

V kapitole věnující se palivu používanému v jednotlivých lokalitách je uvedeno, že použité dřevo na uhlí se řídilo především jeho dostupností. Stejně tak tomu bylo i v případě pokusných taveb, kde bylo nejdostupnější komerční dřevěné uhlí. Nakoupené dřevěné uhlí bylo pouze nadrceno na kousky s největším rozměrem cca 30mm. Prachové podíly byly při sázení odloženy. Uhlí bylo váženo v ošatce ze slámy, ručně přenášeno do plechového korýtka, kterým se sázel do pece. Na dně ošatky při tomto způsobu manipulace zůstávaly prachové a drobné podíly, které byly před každým vážením vyklepány.

4.3.2 Rudná vsázka

Železná ruda je jedním z rozhodujících faktorů pro úspěch tavby. Musí mít dostatečně velký obsah železa. Oxidy železa jsou hlavním tavidlem ve strusce, která jich obsahuje řádově 60%. Tím je vymezena nutná bohatost rudy. Dále je třeba zajistit dostatečnou redukovatelnost rudy a podpořit tvoření strusky.

Použité rudy

Při tavbách byly použity celkem 4 různé materiály obsahující železo.

Nejdůležitější je kvalitní hematitová ruda. Tato ruda se v současné době používá v ocel produkových slévárnách, označovaná též jako "ruda brazilská". Jedná se o kvalitní hematity s vysokou kovnatostí (65-68% Fe) z hematitových ložisek v ústí řek Roi Doce a Rio Paraopeba ve státě Minas Gerais, která jsou svými zásobami i těžbou řazeny mezi nejvýznamnější na světě.[11]

Složení: 84-88% FeO_x , zbytek SiO_2 , zanedbatelné množství příměsí

Místní rudy byly použity v podstatně menším množství pro svůj malý obsah železa. Jedná se o limonity. Jejich použitím bylo sledováno především přiblížení se k složení hlušiny kvalitnějších rud z místních, dnes již vyčerpaných zdrojů.

První typ této rudy pochází z archeologických nálezů, není jasné šlo-li o odpad, rudu před či po pražení. Tato ruda byla použita při tavbě J3a4. K dispozici bylo jen malé množství.

Složení: 40-60% FeO_x , zbytek SiO_2 , ($\text{Al}_2\text{O}_3, \text{MnO}$)

Druhý typ místní rudy pochází z nalezu "pecky" železné rudy v sedimentech v pískovém lomu u Rudice, kde se těží tzv. Rudické vrstvy. Na fotografiích je vidět jednak v měřítku velikost celého ložiska, jednak detail vrstev rudy v okolním materiálu tvořeném jemným křemičitým pískem. (obrazová příloha obr.26 a 27)

Složení 33% FeO_x , rozbor rudy viz příloha

Poslední složkou vsázky obsahující železo je struska z předchozích taveb (z taveb s označením Josefov X). Struska je značně nehomogenní (mikro i makroskopicky), obsahuje cca 70% oxidu železa.

Příprava rudné sázky

Příprava rudy pro proces v peci sestává z několika částí. Nejdříve je třeba ze vsázky odstranit zjevnou hlušinu - přebrat nakopanou rudu, očistit ji od kousků hlušiny. Dále byla ruda drcena na kousky o největším rozmezru 15mm. Tato operace je při ručním provedení značně namáhavá, a proto

nebyly dodrženy ideální rozměry kousků rudy velikosti asi lískového ořechu. V průběhu taveb se granulometrie rudné vsázky neměnila.

V teoretické části je uveden vliv pražení na vlastnosti rudy a též podmínky, při kterých pražení probíhá.

Pražení rudy bylo provedeno de-facto dvojím způsobem.

Při provedení taveb s nepraženou rudnou vsázkou bylo dosaženo špatných výsledků - ruda zůstala nezredukovaná, byla však velmi dobře vyprážená, rozpraskala, lehko se drtila a měla feromagnetické vlastnosti.

Před provedením závěrečných dvou taveb bylo též provedeno pražení rudy na otevřeném ohni.(obr.28 v příloze).

K tomuto účelu byl připraven přibližně 1m^3 palivového dřeva. Pražení se uskutečnilo na ohništi $80*100\text{ cm}$. Na rozdělaný oheň, který následně zajistil rychlé rozhoření velkého množství dřeva, byly naskládány dvě na sebe kolmé vrstvy polen. Na takto vzniklý rošt se nasypala ruda (20kg). Následovala další vrstva polen, ruda ... Celkem bylo praženo 30kg brazilské a 20 kg místní rudy. Poslední vrstvu tvořila polena. Hranice se rychle rozhořela. Ruda v první fázi na povrchu zvlhla, později praskala. Celá akce trvala cca 1,5 h do dohoření hranice. Kusy rudy byly vybrány. Ukázalo se, že kusy, které byly blízko okraje, byly hůř vypráženy, byly hutnější a pevnější. Rudická ruda měla po vyprážení šedou barvu oproti původní hnědo-rezavé a velmi lehko se drolila. Vyprážená ruda měla feromagnetické vlastnosti.

4.4 Dmýchání vzduchu

4.4.1 Použitý zdroj vzduchu

Originální zdroj vzduchu používaný peci s tenkou hrudí není znám. Jednalo se s velkou pravděpodobností o nějaký typ jednoduchého měchu s ručním pohonem, případně dvojice měchů připojených na jednu dyšnu.

Při realizaci pokusů byl použit dostupný zdroj vzduchu s dostatečným výkonem - vysavač (ČS výrobek, typ STANDARD 401 el.výkon 276W). Jeho největší naměřený výkon při zatížení byl $10,5 \text{ dm}^3\text{s}^{-1}$ vzduchu.

Rozdílnost průběhů charakteristik těchto zdrojů se může výrazně projevit při zvýšeném odporu zavážky, tedy při zatížení. Tlak vzduchu dmýchaného měchem je daný jeho rozměrem a silou, která na něj působí. Při zvýšení odporu na výstupu je možné působit na měch zvýšenou silou. Vysavač v takovéto situaci dodá menší množství vzduchu. Dalším rozdílem je časový průběh práce - měch pracuje cyklicky, určité množství vzduchu setrvává po určitou prodlevu v peci v relativním klidu, vysavač pracuje kontinuálně. Toto může způsobit rozdílné redukční podmínky v peci.

Vzduch byl do pece doprovázen standardními nástavci na vysavač. Plastová trubka odolává tepelnému namáhání v kontaktu s dyšnou, chlazení proudícím vzduchem je dostatečné. Ve vedení byl upraven i měřící úsek pro vložení sondy tepelného anemometru. Pro pokus s označením J6 byla připravena redukce na průměr 16mm. Vzduch byl veden duralovou trubkou do dyšny.

4.4.2 Měření množství vzduchu

Pro uskutečněná měření množství vzduchu dodávaného do pece byl použit tepelný Anemometr pracující na principu měření elektrického odporu žhaveného vlákna ochlazovaného proudícím plynem. Na stupnici přístroje je odečet rychlosti proudícího média. Z rychlosti a z parametrů trubice je vypočteno množství proudícího vzduchu v dm^3s^{-1} , případně je ještě uváděno množství vztažené na plochu horizontálního řezu peci v úrovni dyšny. To má význam při porovnávání taveb prováděných v pecích různého rozměru.

Přístroj byl Technickému muzeu zapůjčen soukromou osobou a pro tavbu s pořadovým číslem 6-9 se nezdařilo tento ani podobný zajistit.

4.5 Průběh tavby

Tavba je rozdělena do tří období 1) předehřev

- 2) rovnoměrné přisazování rudy a uhlí
- 3) dohořívání

4.5.1 Řízení vsázky

Předehřev

Předehřev je období na začátku tavby. Za předehřev je považována doba od počátku dmýchání vzduchu do pece po první vsázku rudy. V peci je spalováno dřevěné uhlí. Toto období je zaznamenáno v tavebním protokolu, všechny vsázky uhlí jsou váženy a zapsány.

Rovnoměrné přisazování

je nejdelší období celého procesu s dmýcháním vzduchu. Vsázky rudy a uhlí jsou váženy a zapisovány v tavebním protokolu. Poměr rudy a uhlí se pohybuje v mezích 1:1 - 2:3 (ruda:uhlí). Po zvážení jsou dávky (ruda 0,5kg, uhlí 1,0kg) po menších množstvích přisazovány do pece dle její spotřeby. Při přisazování je rozhodujícím měřítkem zaplnění šachty vsázkou s cílem dosažení co nejplynulejšího chodu a omezení kolísání teplot zvláště v horních partiích pece.

Dohořívání

je závěrečnou fází tavby. V pokusech bylo provedeno několik různých způsobů ukončení tavby

- a) Po vypnutí dmýchání vzduchu byla pec zaizolována a zanechána v klidu do vychladnutí 1-3dny.
- b) Pec po vypnutí dmýchání ponechána krátký čas (1-3 hodiny) dohořívat a za tepla rozebrána.
- c) Po ukončení vsázek byl do pece vzduch dmýchán až do vyhoření paliva, pec poté za tepla rozebrána.

Podle předpokladu bude mít doba dohořívání vliv na výtěžnost, případně na nauhličení.

4.5.2 Vedení zápisu

Osvědčilo se vedení tavebního protokolu, ve kterém jsou zaznamenány v reálném čase veškeré události. Jeho základ tvoří vodorovná časová osa rozdělená po hodinách. Další nezbytnou a předem připravenou částí jsou dva pruhy rovnoběžné s časovou osou pro zaznamenávání vsázk uhlí a rudy. Ty jsou zaznamenávány ihned po zvážení určenou značkou do příslušného místa, údaj o čase je upřesněn poznámkou o minutách. Na zápisu je dále dostatek prostoru pro stručné poznámky, pozorování, komentáře. Tento zápis je nadále pouze vnitřním podkladem pro další zpracování.

V příloze DP jsou zpracované přepisy protokolů taveb. V případě taveb J5,J6 a J7 byly pro zpracování protokolu základem zápisy průběhu teplot z bodového zapisovače, tento protokol potom dává kompletní záznam průběhu tavby. (Vzhledem k uspořádání záznamu teplot mají jmenované protokoly nezvyklý směr časové osy zprava doleva)

Dalším podkladem je souhrnná tabulka, obsahující základní údaje o tavbě. Ta slouží především k porovnávání taveb navzájem, zvažování vlivů jednotlivých vstupů procesu. (viz. příloha)

4.6 Měření teplot

4.6.1 Měření

Při realizaci přípravných taveb byla teplota měřena optickým pyrometrem PYROMET. Měření se uskutečňovalo otvorem dyšny a šachtou. Výhodou je změření teploty přímo v peci. V případě měření otvorem dyšny je tepelná ztráta pece relativně malá, je však zapotřebí po dobu měření přerušit dmýchání vzduchu a odpojit aparaturu. Další způsob měření - šachtou je možný pouze při vyprázdněné šachtě, tedy při změněných podmínkách provozu a za cenu nepříznivých podmínek v peci. Snahou bylo změření nejteplejšího místa v peci, t.z.n. oxidačního pásma.

Tento způsob měření je vhodný k zjištění dosahované či dosažitelné teploty v tomto jednoduchém redukčním zařízení.

Nejvyšší naměřené teploty jsou uvedeny v souhrnné tabulce v příloze a veškerá měření v protokolech tamtéž.

Nevýhodou tohoto způsobu měření je nemožnost sledování procesu v čase. Tuto nevýhodu odstraňuje měření teploty termočlánkem připojeným k zapisovači.

Pokus s měřením termočlánkem byl rovněž proveden v rámci přípravných taveb. Byl použit termočlánek NiCr-Ni, který se v peci přepálil.

Podle výsledků přípravných taveb bylo navrženo použití termočlánků Pt-PtRd. V tomto konkrétním případě se jednalo o články Pt-PtRd10. Termočlánky byly připojeny na kompenzační vedení dostatečné délky. Výstup naměřených teplot byl realizován bodovým zapisovačem. Ten umožnil současné měření více bodů.

Termočlánky bylo třeba izolovat od prostředí pece. U pokusu J5 byly termočlánky navlečeny v keramické dvojkapiláře, zasunuty v křemíkové trubičce o průměru 5mm. V peci byla zabudovaná 4 měřící místa tvořená keramickou trubkou na čele zaslepenou obaly keramiky, která se používá pro metodu přesného lití v TM v Brně. Takto vestavěné články měřily teplotu dosti hluboko ve stěně a vraceley proto značně podhodnocené výsledky. Lze však z průběhů teplot a z poměrů teplot usuzovat na rozložení teplotního pole v peci a na průběh teplot v čase.

Při realizaci taveb J6 a J7 byl odstraněn vnější keramický obal. Při stavbě pece byly do boční stěny zabudovány křemíkové trubičky. Trubička vyčnívá asi 5mm do prostoru pece. Po první tavbě se na stěně utvořil tenký sklovitý povlak, který trubičku přilepil. Do nich potom byly vloženy termočlánky navléknuté ve dvojkapiláře.

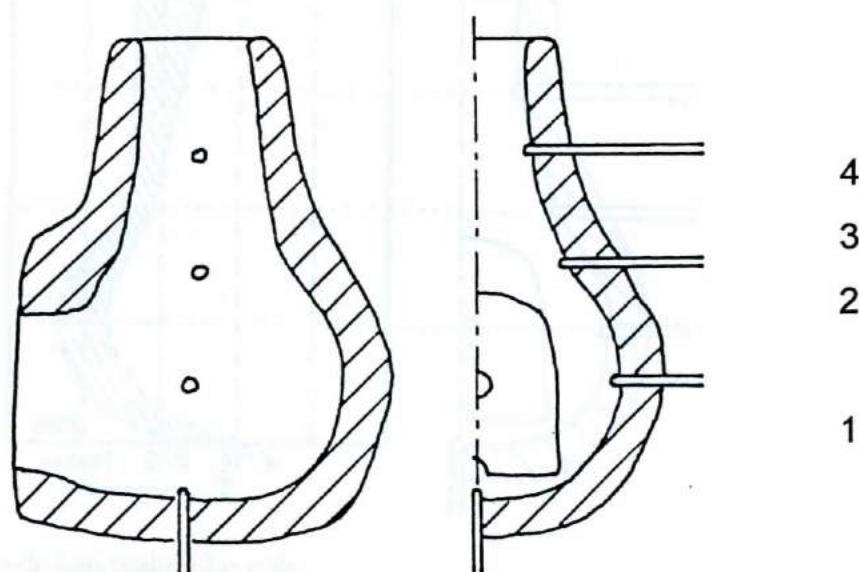
Křemíkové trubičky zůstaly i po druhé tavbě neporušené, termočlánky bylo možné lehce vyjmout.

Naměřené teploty stále podhodnocují stav v peci měřením v tepelně izolovaném prostoru. Odhadovaný rozdíl daný gradientem v prostředí mezi prostorem pece a termočlánkem se pohybuje okolo 100-200°C.

Naměřené průběhy teplot J6 a J7 se staly podkladem pro porovnání první a opakované tavby v peci.

4.6.2 Vyhodnocení naměřených dat

Tavba J5 byla zaměřena na zjištění průběhu teplotního pole v peci. K tomu byla navržena umístění termočlánků ve čtyřech charakteristických bodech v peci. Jedná se o nástěj, úroveň dyšny, vyústění pracovního prostoru do šachty a šachtu. Umístění termočlánků je patrné z obrázku.



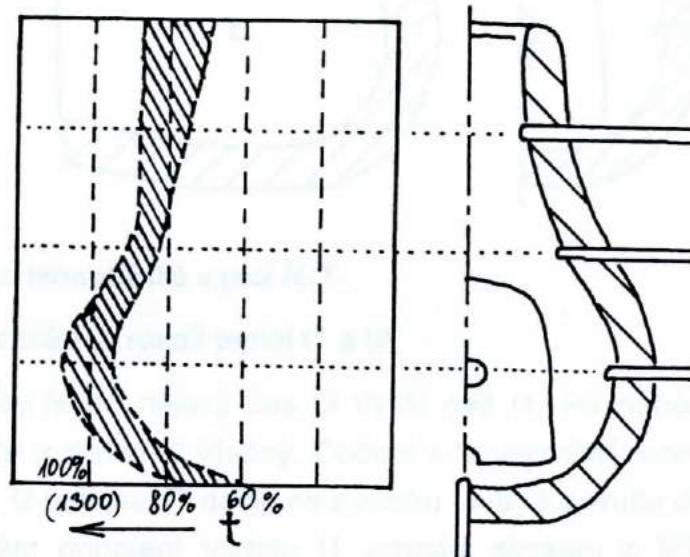
Obr.16: Umístění termočlánků v peci J5.

Tavba byla vedena s postupně snižovaným výkonem dmychadla. Z průběhu teplot (viz přílohy) je patrné, že pec za daných podmínek poměrně malého dmýchání vzduchu stále prosychala. Přesto, že na konci tavby bylo dodáváno poloviční množství než v první fázi, je celkový průběh charakterizovaný celkovým nárůstem teploty. Tento jev je patrně charakterističtější pro teplotu ve stěně pece než pro vlastní atmosféru v peci. Procesy vysychání a prohřívání tělesa pece, ale pochopitelně budou ovlivňovat i atmosféru v peci. Pro porovnání teplot byly zpočítány aritmetické průměry měřených teplot v 5-minutových intervalech z úseku tavby charakterizovaného dmýcháním vzduchu rychlostí $2,8 \text{dm}^3 \text{s}^{-1}$, jedná se o čas 160-230 min.. Značně nízké teploty, které byly naměřeny, byly

převedeny na procentuální hodnoty podělením nejvyšší průměrnou teplotou. Vypočtené hodnoty jsou v tabulce.

Sonda	průměrná teplota [oC]	odchylka sn	poměrná teplota [%]
t1	394	10,08	56
t2	704	18,96	100
t3	579	3,74	82
t4	613	10,59	87

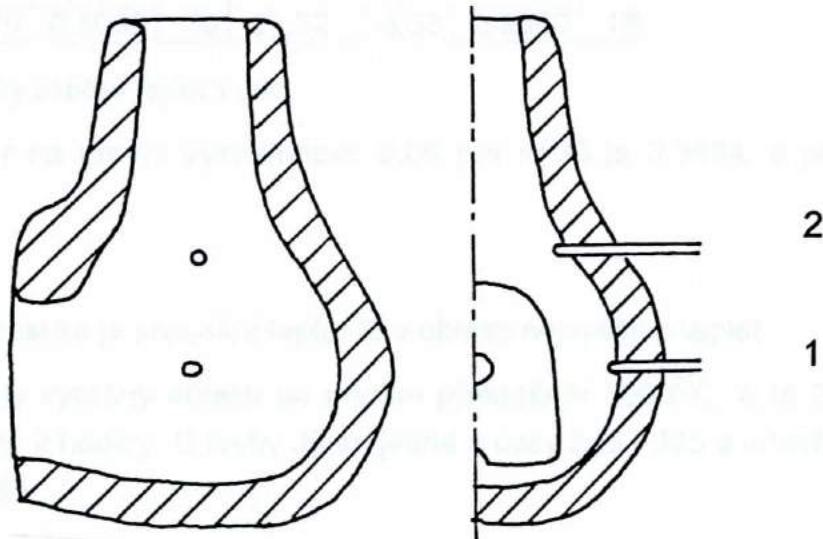
Tab.2: Odhad rozložení teplotního pole



Obr.17: Odhad rozložení teplotního pole

V tomto zobrazení není uvažovaná oblast v blízkosti dyšny, kde jednak probíhá intenzívní hoření, jednak ochlazování přiváděným vzduchem. Dále dochází k jisté odchylce u teploty níštěje, která je v případě reálného pochodu intenzivněji ohřívána klesající vsázkou a roztaženou struskou.

Tavby J6 a J7 byly srovnány na základě několika pozorování na souboru dat naměřených ve dvou bodech.



Obr.18: Umístění termočlánků v peci J6/7.

První charakteristika je rozdíl teplot t_1 a t_2 .

Z počátku tavby je po nějaký čas t_2 vyšší než t_1 . Po náběhu do oblasti vyšších teplot je rozdíl t_1-t_2 kladný. Období s "inverzním" režimem teplot J6 trvá 125 minut. U pokusu J7 došlo na začátku tavby k poruše dmychadla. Po opravě a novém připojení teplota t_1 vzrostla skokem z 360 na 625°C . Celkem trval inverzní režim 50 minut. V čase 30min je pozorovatelný stav odpovídající ukončení inverzního režimu. V tomto bodě došlo k ukončení dmýchání, způsobenému poruchou. Lze proto uvažovat o trvání inverzního režimu 30min od začátku dmýchání.

Další charakteristikou je směrnice přímky interpolující průběh teplot v intervalu od počátku dmýchání do dosažení teploty 800°C . Interpolace byla provedena metodou nejmenších čtverců předprogramovanou na kalkulátoru CASIO fx750AD.

	J6				J7			
	A	B	r	n	A	B	r	n
t1	177,78	4,58	0,9602	30	5,32	10,00	0,9686	18
t2	359,00	3,15	0,8099	30	96,32	6,03	0,9500	18

Tab.3: Charakteristiky náběhu teplot v peci.

Kritická hodnota r na úrovni významnosti 0,05 pro n=30 je 0,3494, a pro n=18 0,4555.

Poslední charakteristika je srovnání teplot t2 v oblasti nejvyšších teplot.

Pro porovnání byly vybrány oblasti po prvním překročení 1000°C, a to 25 měřených bodů - tj. 2 hodiny. U tavby J6 se jedná o časy 245 - 365 a u tavby J7 o časy 165 - 285.

	J6		J7	
	x	sn	x	sn
t1	1025,00	32,40	1027,40	42,26
t2	932,20	19,39	802,20	61,01

Tab.4: Charakteristiky teplot v peci.

Přestože průměry teplot t1/6 a t1/7 jsou si nápadně podobné, byly nejprve podrobeny testu významnosti rozdílu mezi středními hodnotami, jestliže rozptyly nejsou stejné. (teoretická část) Tato metoda byla použita i při porovnání teplot t2.

Test shodnosti teplot v měřeném místě t1

Hypotéza: střední hodnoty výběrových souborů se rovnají ($\mu_1 = \mu_2$).

testovací veličina: $t = |x_1 - x_2| / \sqrt{(c_1 + c_2)} = 0,223$

Srovnávací charakteristika t^* ($n_1 = n_2$).

$t^* = (c_1 \cdot t_{n_1-1}(p) + c_2 \cdot t_{n_2-1}(p)) / (c_1 + c_2) = 2,064$

$t < t^*$ hypotézu na úrovni významnosti 0,05 nelze zamítnout.

Test shodnosti teplot v měřeném místě t2

Hypotéza: střední hodnoty výběrových souborů se rovnají ($\mu_1 = \mu_2$).

testovací veličina: $t = |x_1 - x_2| / \sqrt{(c_1 + c_2)} = 13,699$

Srovnávací charakteristika t^* ($n_1 = n_2$).

$$t^* = (c_1 \cdot t_{n_1-1}(p) + c_2 \cdot t_{n_2-1}(p)) / (c_1 + c_2) = 2,064$$

$t > t^*$ hypotézu na hladině významnosti 0,05 zamítu.

U tavby J6 je teplota t2 statisticky významně vyšší než u tavby J7.

4.7 Vyhodnocení taveb

Pro vyhodnocení a vzájemné porovnání výsledků taveb provedených v roce 1994 a 1995 bylo vytvořeno celkem devět bezrozměrných kriterií, které popisují jednotlivé proměnlivé charakteristiky provozu. Tvorba těchto kriterií není provedena na základě fyzikální podobnosti a z tohoto hlediska nejde o kriteria.

Kriteria

K1 - Výtěžek

Je definován poměrem hmotnosti kousků vyredukovaného železa prosyceného struskou k hmotnosti kovonosné vsázky. Je vyjádřen v %. Dále je kriterium převedeno na bezrozměrné v rozsahu 0 - 1 vydělením všech hodnot, kterých nabývá jeho maximem.

K2 - Spotřeba paliva

Charakterizuje rychlosť hoření. Je popsáno jako průměrné množství spáleného dřevěného uhlí za hodinu na 1dm^2 plochy průřezu pece v úrovni dyšny. Jednotka: $[\text{kg} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{dm}^{-2}]$. Dále je kriterium převedeno na bezrozměrné v rozsahu 0 - 1 vydělením všech hodnot, kterých nabývá jeho maximem.

K3 - Doba dohořívání

Je definována jako doba od ukončení sázení kovonosné vsázky do otevření pece. Jednotka [h]. Dále je kriterium převedeno na bezrozměrné v rozsahu 0 - 1 vydělením všech hodnot, kterých nabývá jeho maximem.

K4 - Varianta dohořívání

Nabývá hodnot 1 a 0. "1" znamená "K3 => 12 h"
 "2" znamená "K3 < 12 h"

Poznámka: Pec byla otevřena variantně 2-3 hodiny po ukončení vsázk nebo minimálně následující den.

K5 - Pražení

Nabývá hodnot 0 a 1: "1" - pražená vsázka
 "0" - nepražená vsázka

K6 - Bohatost kovonosné vsázky (v nepraženém stavu)

Je definována podílem oxidů železa v kovonosné vsázce. Obsahy byly vypočítány jako poměrný obsah oxidů železa ve vsázce kombinované z různých kovonosných surovin. Dále je kriterium převedeno na bezrozměrné v rozsahu 0 - 1 vydělením všech hodnot, kterých nabývá jeho maximem.

K7 - Žíhání pece

Definuje stav pece na začátku tavby.

"1" - vyžíhaná pec, tj.. v peci již byla vykonány tavba.

"0" - tavba je provedena v syrové peci s obsahem volné a vázané vody.

K8 - Struska

Je definován přítomností strusky z předchozích taveb ve vsázce.

"1" - kovonosná vsázka obsahuje přetavenou strusku.

"0" - kovonosná vsázka neobsahuje strusku.

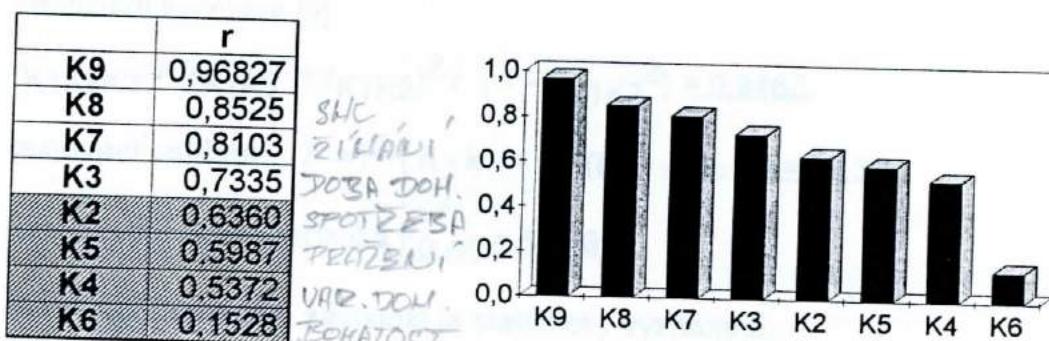
K9 - Součtové charakteristika

Je dáno součtem poměrných kriterií bez K4 (opakuje vlastně K3). Je součtem jednotlivých vlivů s odstraněním poměrů mezi jejich číselnými hodnotami. $K9 = K2 + K3 + K5 + K6 + K7 + K8$.

Pro Spearmanův test jsou hodnoty kriterií nahrazeny pořadovými čísly, v případě rovnosti kriterií je použit aritmetický průměr pořadí všech shodujících se hodnot. Tabulky s použitými kriterii jsou uvedeny v příloze.

Vliv jednotlivých charakteristik K2 - K9 na výtěžek K1 byl posuzován koeficientem korelace. V tabulce jsou výsledky uspořádány podle vypočteného r. Pro rozsah dat n=8 odpovídá kritická hodnota korelačního koeficientu na hladině významnosti 0,05 hodnoty 0,7067. Korelace nižší neumožňuje zamítnout hypotézu o nezávislosti.

Všechny testy byly provedeny na kalkulátoru CASIO fx-570AD s předprogramovanou regresní analýzou. Všechny kriteria jsou vztahována v testu k K1 - tedy výtěžku z tavby.



Tab.5: Tabulka výsledků korelace poměrných kriterií, ve vyšrafovane oblasti jsou statisticky nevýznamné hodnoty.

	r	t
K2	0,8539	4,0190
K3	0,7609	2,8724
K6	-0,0260	0,0637

SPOTŘEBA
DOBA DOH.
BOHATOST

Tab.6: Tabulka výsledků Spearmanova testu, ve vyšrafovane oblasti jsou statisticky nevýznamné hodnoty.

Test významnosti Spearmanova testu:

$$\text{testovací veličina: } t = r_s \cdot \sqrt{(n - 2)} / \sqrt{(1 - r_s)^2}$$

$$\text{Srovnávací charakteristika } t^* = t_{n-1}(p) = 2,36$$

$t > t^*$ na hladině významnosti 0,05 zamítnu hypotézu o nezávislosti.

Poznámka: při testování taveb byl pro doplnění proveden test pořadové závislosti výtěžku na pořadí tavby, ze kterého byly vypuštěny tavby J5 a J9, které nebyly vedeny s cílem získat výtěžek, ale pouze jako informativní. Závislost je vyjádřena koeficientem závislosti 0,9429. $t=5,66$; $t^*=2,57$. To ukazuje na postupné zlepšování procesu odpovídající původnímu plánu vedení série taveb.

Poslední test závislosti je test vícenásobné korelace, kterému byla podrobena kriteria K2 a K3, tedy kriteria charakterizující chod pece. Korelace mezi K2 a K3 je velmi malá $r_{K2K3}=0,1376$ - vzájemnou závislost těchto kriterií proto zamítну. Z tabulky výsledků regresní analýzy $r_{K1K2}=0,6360$ a $r_{K1K3}=0,7335$ podle výpočtového vzorce pro vícenásobný koeficient korelace [9],

$$r_{K1K2K3} = (r_{K1K3} + r_{K1K2})^2 / (1 - r_{K1K2}^2) = 0,9462$$

$$\text{testovací veličina: } F = r^2 (n - k - 1) / ((1 - r^2) \cdot k) = 22,59$$

$$\text{Srovnávací charakteristika } F_{0,95} = 5,786$$

$F > F_{0,95}$ korelační závislost je statisticky významná.

Vyredukované železo

Po ukončení úspěšné tavby je z pece vyjmut slitek strusky s žezelnou kostrou nebo izolovanými zrny železa a s kousky dřevěného uhlí, které bylo zalito struskou. Vyseparování železa bylo prováděno mechanicky rozbitím kladivem. Vyredukované železo je narozdíl od strusky houževnaté. Pevné kusy, které zůstanou, jsou s velkou pravděpodobností kusy žezelné kostry. V méně úspěšných tavbách s uvedeným výtěžkem do 10% vznikla sice souvislá kostra železa, je však tenkostenná a při rozbití kladivem se velmi snadno rozlamuje. Proto byl při separování výtěžku použit i jednoduchý přístroj určený k detekci kovových předmětů DEKOV (reaguje i na nežezelné kovy).

Po vyseparování byly vybrané kousky rozřezány a vybroušeny, několik vzorků bylo předáno na metalografický rozbor, který je součástí příloh.[13]

Na řezu bylo možné pozorovat rozložení železné kostry ve strusce. To se vyskytovalo jako shluky zrn o rozměru 3-8 mm, jako pásky ohraňující styk strusky s kousky dřevěného uhlí. Tyto plochy velmi přesně reprodukují strukturu dřeva. Ve složitém komplexu dějů spékání a difuzních procesů může probíhat proto i tento děj: Zrnka plovoucí ve strusce se při protékání strusky pevnou kostrou tvořenou dřevěným uhlím na něm usazují jako na filtru. Zároveň může těžší železo klesat v klidné strusce vlastní hmotnosti. Posledním typem výskytu jsou kousky rudy, které si zachovaly zhruba svůj vnější tvar, takže mohou být považovány za nezredukované, pouze vyprážené. Na řezu jsou patrný dvě vrstvy - povrch kousku tvoří pásek železa a jádro struska černé barvy. Pásek železa je silnější v tenkých partiích úlomku rudy.

4.8 Popis jednotlivých taveb

Přípravné tavby (Josefov 1-3)

Jak jsem se již v úvodu zmínil, série taveb je rozdělena do dvou částí. Tato první část sloužila k získání základních dovedností a poznatků o vedení tavby, přípravě surovin, stavbě pece v podmínkách exteriéru, tedy co nejvíce se blížících originálním podmínkám, při kterých bylo toto zařízení původně provozováno. Jedná se o tavby s označením Josefov 1-3, které proběhly v červenci a srpnu 1994.

Ukázalo se, že na plynulý chod pece má zásadní vliv tvarování šachty /hrudi) pece. Ta musí mít tvar komolého směrem nahoru se zužujícího se kužele a hladký výmaz. Nedokonale tvarovaná hrud' způsobila v několika případech vytvoření klenby, což způsobuje vznik dutin ve vsázce v pracovním prostoru, dále je takovouto klenbu nutno prorážet sochorem zvrchu. Toto vše způsobuje nepravidelnost v chodu pece s předpokládaným negativním dopadem na výsledek - výtěžnost.

Při tavbách J1 a J2 byla použita nepražená ruda s vysokým obsahem Fe - hematit. Do vsázky druhé tavby byl přidán vápenec v poměru vápenec:ruda 1:5. Oprávněnost této přísady je dána složením analyzovaných strusek z výše uvedených nálezů (v příloze je uvedena tabulka složení [2]). Přítomné

CaO ve strusce pocházelo patrně z hlušiny zpracovávaných místních rud. Použití vápence jako struskotvorné přísady bylo zavedeno mnohem později u vysokopecního procesu [1]. Tavba J3 byla vedena s praženou rudou z předchozích dvou taveb kombinovanou s místními rудami z archeologického výzkumu. Veškeré výsledky jsou shrnuty v tabulce 7 a 8, kde je možné porovnat jednotlivé parametry.

Josefov 4

Pokus Josefov 4 byl veden s cílem dosáhnout podmínek, při kterých vzniknou vyredukované kusy železa - tzv. houba.

Jako vsázka byla použita vypražená ruda (hematit) z předchozích taveb, ruda z nálezů na hutních stařinách a struska vyprodukovaná při předchozích tavbách v poměru 1:1:1. Poměr dřevěného uhlí a kovonosné vsázky se pohyboval v rozmezí 3:2 - 2:1. Vzduch byl dmýchán vysavačem bez redukce výkonu 10,5-9 l/s tj. 1,1-0,9 l/s/dm² (vztaženo na průřez pece v úrovni dyšen). Maximální spotřeba paliva 9 kg/h, maximální teplota naměřená termočlánkem u ústí dyšny 1420°C.

Josefov 5

Tavba byla uspořádána výhradně za účelem změření průběhu teplot v peci. Do vsázky byla použita nepražená hematitová ruda a dřevěné uhlí. Vypražená ruda byla posléze znova použita. Dmýcháno bylo jen malé množství vzduchu 4,6-5,0 l/s (0,48-0,52 l/s/dm²).

JOSEFOV 6, 7

Tyto dvě tavby plánované jako závěrečné byly uspořádány s cílem ověřit poznatky nabyté při předchozích tavbách, ověřit znovupoužitelnost pece po tavbě a porovnat výsledky první a druhé tavby bezprostředně po sobě uspořádané v jedné peci. Pracovní otvor se ukázal být dostatečně velký pro vyjmutí struskového slitku z nástěje pece a provedení oprav. Pec byla po první i druhé tavbě ve velmi dobrém stavu a opravy nebyly nutné. V boční stěně byly umístěny dva termočlánky Pt-PtRd10, jeden v úrovni dyšny, druhý v napojení hrudi na pracovní prostor pece. Oba byly připojeny na bodový

zapisovač. Zápis průběhu teplot je základem pro sestavení protokolu o tavbě, který je připojen jako příloha. Fotografie dokumentující tavby jsou součástí obrazové přílohy.

Josefov 8

Přetavba struskových slitků v žíhací výhni. Jáma vymazaná jílem měla průměr 45cm, hloubku 30cm. 15cm pod horním okrajem byla umístěna dyšna. Po rozdělání ohně bylo zahájeno dmýchání vzduchu cca $10\text{dm}^3\cdot\text{s}^{-1}$. Jáma byla naplněna dřevěným uhlím. Po 15 minutách byly přidány kusy železné kostry se struskou, zasypány uhlím a výheň byla přikryta poleny. Po 15 minutách byly kusy slitků vždy nadzvednuty, tak aby "seděly" na vrstvě žhavého uhlí, přes které mohla vycezovat struska. Znovu byly zasypány a přikryty poleny. To se opakovalo 4x. Ze slitků se pozorovatelně otavovala struska, při manipulaci měly jasně oranžovou barvu. Při poslední manipulaci byly vybrány tenkostenné kusy železné kostry. Železnou tyčí, kterou byla manipulace prováděna, bylo možné na dně žíhačky nabrat strusku. Celá akce trvala 1,5 hodiny, bylo spotřebováno celkem 15 kg dřevěného uhlí. Ze slitků v nástěji žíhačky byly vybrány další dva kusy hutnějšího železa.

Josefov 9

Tavba byla provedena pro ověření použití místní rudy. Ruda má nízký obsah FeO_x , tím vysokou teplotu tavení. Případná vyredukovaná zrna železa se nemohla z nenatavené rudy vyseparovat. Malé množství strusky, které vzniklo, navíc patrně koncentrovalo oxidy železa jako tavidlo. Výsledkem tavby jsou jednotlivé kousky rudy v několika případech slepené struskou sklovitého vzhledu.

4.9 Diskuse výsledků

O procesu přímé výroby železa bylo v rámci této práce získáno množství informací. Ty jsou jednak statisticky zpracovatelné a jednak empirické, bez číselného vyjádření. Tavby byly vedeny metodou pokus-omyl a v průběhu série se zlepšoval stupeň zvládnutí technologie. U následující tavby bylo vždy používáno nových zkušeností z tavby předchozí. To potvrzuje i stupeň korelace mezi pořadím tavby a jejím výtěžkem. Tento jev spolu s ze statistického hlediska malým počtem pokusů a velkým množstvím nezávislých respektive závislých vlivů mohou do jisté míry zpochybňovat výsledky analýz korelace některých jevů s výtěžností. Tento vliv je možné odstranit postupným doplňováním dalších dat.

Hlavní dva parametry určující provoz pece a celý proces redukce a shlukování železných zrn jsou spotřeba paliva a doba dohořívání po ukončení rudných vsázek (kriteria K2 a K3). Oba tyto parametry jsou velmi snadno sledovatelné bez náročných přístrojů. Vhodnou rychlosť chodu pece byl zkušený hutník schopen rozeznat "od oka" při použití měrových jednotek jako kbelík, ošatka atd. Ponechání vsázky v peci do druhého dne pochopitelně není třeba měřit.

Oba tyto vlivy při tavbách spolu vzájemně nesouvisí (koeficient korelace <0,2). Vliv spotřeby paliva nebyl statisticky prokázán. Doba ponechání v peci byla posuzována jako číselná hodnota a jako booleovská veličina. Proti očekávání je korelace mezi výtěžkem a booleovskou hodnotou dohořívání nižší než je tomu u číselné hodnoty. To je ale při tomto rozsahu dat možné přičíst matematickému aparátu a náhodě .

Podstatným jevem je ale součinnost obou těchto vlivů. Vícenásobný korelační koeficient dosáhl pro dané podmínky "astronomické výše" 0,9462. Dovolím si proto tvrdit, že tyto dva faktory rozhodujícím způsobem ovlivňují úspěch tavby. Děje se tak součinností a za splnění dalších podmínek.

Rychlosť hoření je měřítkem uvolněného tepla a množství spalin, tím i teploty s důsledkem i v chemickém složení spalin a rozložení oxidačních a redukčních pásem v peci. Po tavbě je pec i s okolím dobře prohřátá a vysušená. To umožňuje i po ukončení tavby pokračování procesu redukce a shlukování zrn železa. Při zachování izolace pravděpodobně zůstává struska v peci dlouho v tekutém nebo polotekutém stavu. Je zde možné

hledat analogii v tuhnutí těžkých tlustostěnných odlitků. Ilustrací může být například pokus zařazený s označením J8. Zde byly výrazně horší izolační podmínky. Otevřená nástěj byla ponechána 12 hodin chladnout přikrytá pouze vrstvou velkých kusů rudy. V průběhu této doby minimálně 3 hodiny intenzívne pršelo. Kousky strusek a rudy v popelu byly stále vyhřáté natolik, že je nebylo možné uchopit rukou.

Další významný vliv je stav pece na začátku tavby. Bohužel nebylo možné provést více dvojic typu J6-J7, kterými by se tento vliv potvrdil. Za stávajícího stavu, kdy byl sice tento vliv statisticky prokázán, ale výsledek se opírá pouze o jedno pozitivní pozorování, není možné náhodnost tohoto jevu zcela popřít. Po úvaze je ale zjevné, že z těsně předcházející tavby (12hodin) vysušená a vyžíhaná pec lépe izoluje teplo a nespotřebovává teplo na odpařování vody. O tom svědčí jak korelace mezi výtěžkem a žíháním, tak i výsledky vyhodnocení průběhu teplot v čase u taveb J6 a J7. Otázkou je vysvětlení statisticky významného rozdílu teplotního gradientu mezi t1 a t2. Lze vyslovit hypotézu, že ve vyžíhané peci se rychle a účinně rozvine řada silně endotermických reakcí, které spotřebovávají teplo. (Jedná se zde především o Boudouardovu reakci, dále v menší míře o reakce přímé redukce, které probíhají reálně od teploty 800°C. Rychlý průběh Boudouardovy reakce je podmíněn vysokou teplotou a rovněž podíl přímé redukce s teplotou roste.) Potvrzení této hypotézy předpokládá další zkoumání tohoto jevu izolovaně.

Dále byl v teoretické části zmíněný vliv úpravy rudné vsázky. Tavby, které použily nepraženou rudu, byly neúspěšné. Korelace s výtěžkem je pouze 0,5987, tedy pod hranicí statistické významnosti. Pražení je poměrně nenáročná operace, která značně zvyšuje pravděpodobnost úspěchu. Nabízí se dále spekulace, zda by pražení rudy nemohla být používána stejná pec jako k tavbě, zvláště v případě možnosti spojení žíhání pece s pražením rudy. Uspokojující výsledek je dosažen i při pražení na otevřeném ohni.

Vliv bohatosti rudy nebyl ze statistického hlediska prokázán. Významný je vliv přítomnosti strusky ve vsázce. Ta je pochopitelně snadněji tavitelná než ruda a umožňuje tak roztavení dalšího materiálu s vyšší teplotou likvidu, který se v ní rozpouští. Jde tedy o jakousi "syntetickou" strusku. Vysoký obsah železa ve strusce si vynucuje použití vysoce kovnaté kovonosné vsázky. Pokus J9, kde byla použita výhradně pražená místní ruda s

obsahem Fe_xO_y do 30%, ukázal, že takováto vsázka je nepoužitelná. (povrch kousků rudy připomínal spíše zesklovatělý povrch žáruvzdorniny na bázi SiO_2 .

4.10 Doporučený postup "tavby" v malé redukční peci

Na základě poznatků, které jsem získal v této práci, navrhoji technologický postup redukce železa v kusové peci s tenkou hrudí.

- tavbu připravte v dostatečném předstihu
- pro tavbu si opatřete kvalitní hematitovou rudu nadrcenou na velikost 5-8mm, zdroj vzduchu schopný dodávat minimálně $0,75 \text{ dm}^3 \text{s}^{-1} \text{dm}^{-2}$ vzduchu (tenož požadavek splnípatrně většina vysavačů), 8 kg dřevěného uhlí na každý dm^2 průřezu pece, uhlí nadříte na rozměr 2-4cm
- pec postavte minimálně dva dny před datem tavby, pracovní otvor at' má dostatečnou velikost, která vám umožní manipulaci s velkými struskovými slitky, v opačném případě pec po první tavbě rozbijete
- věnujte dostatečnou pozornost tvarování vnitřního tvaru pece, nejmenší průměry šachty nevolte menší než 150mm, šachta se zužuje směrem vzhůru, výmaz musí být hladký
- den před vlastní tavbou uspořádejte pražení rudy v postavené peci, předsušenou pec rozdmýchejte, naplňte uhlím a dále přisazujte rudu a uhlí v poměru 2:1 při stálém dmýchání, po zpracování cca 2 kg/dm² rudy zakryjte kychtový otvor a ukončete dmýchání
- v den tavby z pece vyberte vypraženou rudu z pece
- provedíte nutné opravy
- naplňte pec do úrovně dyšny dřevěným uhlím, na něm rozdělejte oheň nebo lépe přeneste žhavé uhlíky a pec zazděte a zahajte dmýchání
- naplňte pec uhlím až po kychtu a po celou tavbu přisazujte veškeré suroviny po malých dávkách tak, aby pec zůstala stále plná,
- první část tavby je předehřev pece, přisazujte pouze dřevěné uhlí
- dmýchání udržujte na takové intenzitě, aby spotřeba paliva byla cca 0,7-0,8kg/h/dm² průřezu pece
- po vznícení kychtových plynů můžete přisazovat vypraženou rudu v poměru ruda : uhlí - 1:1
- po ukončení vsázk přisadíte asi 2/3 obsahu pece dřevěného uhlí
- ukončete dmýchání a plnou pec uzavřete i na kychtě
- pec rozeberte nejdříve 12 hodin po ukončení dmýchání
- struskové slitky rozbijte a vyseparujte kusy vyredukovaného železa
- vše dokumentujte a vedeť tavební protokol, výsledky publikujte nebo sdělte Technickému muzeu v Brně.

5.0 Závěr

Cíl diplomové práce byl splněn. V sérii taveb cílevědomě zdokonalovanou technologií bylo získáno železo v podobě železné houby. Na základě zjištěných zákonitostí a vlastností tohoto pochodu byl navržen postup vedení tavby, který dává velkou pravděpodobnost úspěchu.

Práce dále dává základ pro další upřesňování vlastností redukčního procesu v tomto typu pece. Klade otázku na vliv přípravy pece před tavbou, vlastnosti jílových žáruvzdorných směsí.

Další postup výzkumu TM bude směřovat k ověření a stabilizaci navrženého postupu a následné zpracování železné houby v užitné předměty známé z archeologických nálezů.

Literatura

- [1] PLEINER, R.:Dějiny hutnictví železa v Československu 1 - Od nejstarších dob do průmyslové revoluce, 1. vydání, Academia Praha 1984
- [2] SOUCHOPOVÁ, V.: Hutnictví železa v 8.-11. století na západní Moravě, studie archeologického ústavu ČSAV v Brně, 1. vydání, Akademia Praha 1986
- [3] PLEINER, R.:Základy slovanského železářského hutnictví v Českých zemích, 1. vydání, Nakladatelství ČSAV Praha 1958
- [4] KALOČ, M., BROŽ, L., KRET, J.: Hutnictví železa I., 1. vydání, Vysoká škola báňská, Ostrava 1986
- [5] TUČEK, K., TURZ, F.: Kapesní atlas nerostů a hornin, 2. vydání, SNP 1982
- [6] BROŽ, L.:Teoretické základy výroby železa , 2. vydání, STNL Praha 1975
- [7] BERNHARD, J.H. a kol: Mineralogie Československa, 2. vydání, Academia Praha 1981
- [8] PLEINER, R.:Zpráva o pokusných tavbách ocele ve staroslovanském typu železářské pece, kopie rukopisu v soukromém archivu PhDr. Věry SOUCHOPOVÉ
- [9] KAŇOKOVÁ, J.:Teorie statistiky pro řízení a plánování, 1. vydání, SNTL Praha 1989
- [10] ŠIKULOVÁ, M., KARPÍŠEK, Z.:Matematika IV - Pravděpodobnost a matematická statistika, 1. vydání, VUT Brno 1987
- [11] VANĚČEK, M. a kol.:Nerostné suroviny světa - Rudy a nerudy, 1. vydání, Academia Praha 1995
- [12] kolektiv autorů pod vedením redaktora DŘÍMAL, J.:Dějiny města Brna 1, 1. vydání, Blok Brno 1969
- [13] STRÁNSKÝ, K.: Podklady a rozbory k tavbě J6 (Stará huť v Josefovském údolí), zpráva, 1995
- [14] MERTA, J. :Protokoly taveb J1-3

Použité přístroje:

- Tepelný anemometr "ANEMOTHERM" DCA Pensilvania, USA (J1-J5)
- Optický pyrometr "PYROMET" METRA (J1-J3)
- Zdroj vzduchu - vysavač čs. výroby typu STANDARD 401 (el.výkon 276W)
- Bodový zapisovač 12 bodů: MKVT 12 MESSGERÄTEWERK MAGDEBURG, výr.č.002/1468 rozsah zápisu 0-1600°C, použitá rychlosť měření každých bod/2,5s posuv 120 a 360 mm/h (J5 - J7)
- Termočlánky PtRd-Pt 10 (J5 - J7)
- DEKOV , Kovoslužba n.p. hl.m. Prahy, (přístroj pro vyhledávání kovových předmětů)

Přílohy:

Tabulky:

Tab.7: Souhrnná přehledná tabulka taveb J1-J9

Tab.8: Tabulka kriterií + Tabulka pořadí pro Spearmanův test

Tab.11:Naměřené teploty Josefov 5

Graf závislosti teploty na čase $T[{}^{\circ}\text{C}]/t[\text{min}]$

Tab.12:Naměřené teploty Josefov 6

Graf závislosti teploty na čase $T[{}^{\circ}\text{C}]/t[\text{min}]$

Tab.13:Naměřené teploty Josefov 7

Graf závislosti teploty na čase $T[{}^{\circ}\text{C}]/t[\text{min}]$

Podklady a rozbory k tavbě Josefov 6 [13]

Obrazová příloha

Rozbory strusek želzářských pecí z Blanenska [2]

Protokoly taveb J1,2,3,4,5,6,7,9 [14]

Tab.7/1 Souhrnná tabulka

Charakteristika režimu tavby		Označení tavby			
		J1	J2	J3	J4
		24.6.1994	25.6.1994	24.8.1994	28/29.9.1994
Zapálení a pře- dehřátí pece	čas / h	1,00	0,70	1,00	1,00
	palivo / kg	3,00	6,00	4,00	8,50
	ruda / kg	0,00	0,00	0,00	0,00
	teplota / oC	1100,00	1200,00	-	-
Rovnoměrné při- sazování paliva a železné rudy	čas / h	5,33	5,80	3,75	5,00
	palivo / kg	12,00	16,00	17,00	35,50
	ruda / kg	7,00	10,00	13,00	20,50
	teplota / oC	1300,00	1350,00	-	1420,00
Dohřívání a chladnutí pece až do vyjmutí lupy z nástěje	čas / h	2,00	42,00	12,00	18,00
	palivo / kg	3,00	0,00	0,00	4,00
	ruda / kg	0,00	0,00	0,00	0,00
	teplota / oC	-	-	-	-
Hmotnost slitku	m / kg	0,00	1,00	5,50	10,00
Hmotnost Fe	mfe / kg	0,00	0,00	0,53	1,50
Výtěžek	mfe/mrud	<1,00%	>1,00%	4,10%	7,32%
Množství dmých. vzduchu	dm3/s/dm2	0,58	0,77	-	1,20

Hmotnost slitku

- hmotnost kompaktních kusů strusky bez ohledu na obsah železa

Hmotnost Fe

- hmotnost vyseparovaných kusů železa prosycených struskou, obsah Fe odhadem 1/2 hmotnosti

Tab.7/2: Souhrnná tabulka

Charakteristika režimu tavby		Označení tavby			
		J5	J6	J7	J9
		27.10.1994	7.4.1995	8.4.1995	13.5.1995
Zapálení a pře- dehrátí pece	čas / h	2,00	1,16	2,00	1,33
	palivo / kg	6,00	6,00	10,00	8,00
	ruda / kg	0,00	0,00	0,00	0,50
	teplota / oC	350,00	700,00	850,00	-
Rovnoměrné při- sazování paliva a železné rudy	čas / h	3,25	3,16	3,30	3,00
	palivo / kg	8,00	17,00	15,00	10,00
	ruda / kg	7,00	10,00	10,00	6,50
	teplota / oC	800,00	1125,00	1150,00	-
Dohřívání a chladnutí pece až do vyjmutí lupy z nástěje	čas / h	0,00	1,75	72,00	0,50
	palivo / kg	0,00	1,00	0,00	1,00
	ruda / kg	0,00	0,00	0,00	0,00
	teplota / oC	-	1000,00	20,00	-
Hmotnost slitku	m / kg	0,00	8,61	7,60	0,00
Hmotnost Fe	mfe / kg	0,00	0,73	1,50	0,00
Výtěžek	mfe/mrud	<<1,00%	7,30%	15,00%	<<1,00%
Množství dmých. vzduchu	dm3/s/dm2	0,39	-	-	-

Hmotnost slitku

- hmotnost kompaktních kusů strusky bez ohledu na obsah železa

Hmotnost Fe

- hmotnost vyseparovaných kusů železa prosycených struskou, obsah Fe odhadem 1/2 hmotnosti

Označení J9 nese pokus o vycezování strusky, v tabulce neuveden

Tab.8: Tabulka kriterií pro test korelace

	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J9
K1	0,0000	0,1333	0,2733	0,4880	0,0000	0,4867	1,0000	0,0000
K2	0,3171	0,3885	0,6385	1,0000	0,3467	0,7577	0,6402	0,4695
K3	0,0278	0,5833	0,1667	0,2500	0,0000	0,0278	1,0000	0,0069
K4	0,0000	1,0000	1,0000	1,0000	0,0000	0,0000	1,0000	0,0000
K5	0,0000	0,0000	1,0000	1,0000	0,0000	1,0000	1,0000	1,0000
K6	1,0000	1,0000	0,7412	0,7294	1,0000	0,6824	1,0000	0,3529
K7	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	1,0000	0,0000
K8	0,0000	0,0000	0,0000	1,0000	0,0000	1,0000	1,0000	0,0000
K9	1,3449	1,9719	2,5463	2,9794	1,3467	2,4678	4,6402	1,8294

Tabulka pořadí pro Spearmanův test

.	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J9
K1	2,00	4,00	5,00	7,00	2,00	6,00	8,00	2,00
K2	1,00	3,00	5,00	8,00	2,00	7,00	6,00	4,00
K3	3,50	7,00	5,00	6,00	1,00	3,50	8,00	2,00
K6	6,50	6,50	3,00	4,00	6,50	2,00	6,50	1,00

Podklady a rozbory k tavbě Josefov 6^[13]

zpracoval Vojenský technický ústav ochrany Brno

Tab:9 Výsledky analýz strusky z tavby J6 (7.4.1995) [mh.%]
Stará huť v Josefovském údolí

Složka	Průměrné složení	Wüstit	Fayalit	Sklovitá hmota
Na ₂ O	0,37±0,17	0,24	0,09	0,52
MgO	0,14±0,03	0,31	0,28	0,07
Al ₂ O ₃	0,74±0,22	0,48	0,22	5,86
SiO ₂	25,13±2,70	0,44	31,02	64,81
P ₂ O ₅	0,26±0,02	0,12	0,58	0,45
S	0,11±0,03	0,09	0,23	0,17
K ₂ O	1,10±0,12	0,07	0,17	17,28
CaO	1,57±0,37	0,07	0,23	2,93
MnO	0,10±0,04	0,06	0,15	0,03
FeO+Fe ₂ O ₃	70,50±2,37	98,12	66,24	7,87

Poznámky:

- analytický komplex JXA - 8600/KEVEX Delta V
- průměrné složení je ze tří míst vzorku vždy z plochy 1mm²
- wüstit, fayalit a sklovitá hmota měřeny jedenkrát bodově
- U = 15 kV, doba expozice 100s, korekce ZAF

Tab.10: Výsledky analýz železné rudy z lokality Rudice (lom); [mh.%]

Složka	Průměrné složení	Směrodatná odchylka
Na ₂ O	0,079	0,043
MgO	0,152	0,121
Al ₂ O ₃	1,574	0,152
SiO ₂	64,895	3,074
P ₂ O ₅	0,000	0,000
S	0,045	0,029
K ₂ O	0,059	0,024
CaO	0,019	0,016
TiO ₂	0,015	0,033
Cr ₂ O ₃	0,016	0,017
MnO	0,011	0,012
FeO+Fe ₂ O ₃	33,135	3,199

Poznámky:

- analytický komplex JSM - 840/LINK
- průměrné složení je z pěti míst vzorku vždy z plochy 4mm²
- U = 25 kV, doba expozice 100s, korekce ZAF

Texty k obrázkům[13]

Obr.19:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Převážně nespojitá část - kostra - železné houby (světlé ojedinělé i spojité vyloučené částice železa) vyredukované během tavby a uložené ve strusce (světle šedá matrice - původně železná ruda). Vzorek odebrán po ukončení tavby a vyjmutí železné houby z pece. Neleptáno, zvětšeno 100x.

Obr.20:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Částečně spojitá kostra železné houby vyredukovaná během tavby (světlé částice tvořící převážně spojitu kostru obklopenou šedě se zobrazující struskou). Ke slinutí (spečení) čistic železa dochází difúzními procesy v redukční atmosféře pece jak během pochodu, tak během povlovného chladnutí po ukončení tavby. Neleptáno, zvětšeno 100x.

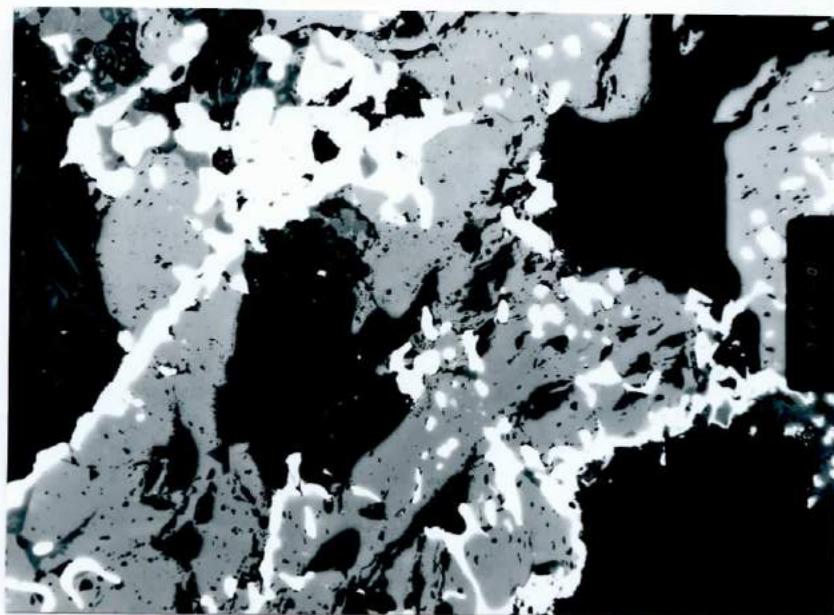
Obr.21:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Rozhraní mezi dvěma granulemi (zrny) železné houby. Rozhraní je částečně spojité, mezi světle se zobrazujícími nepravidelnými zrny železa se nachází šedé částice strusky a tmavé (černé) dutiny. Ke granulaci menších zrn železa ve větší celky dochází slinutím, spečením difúzními procesy za působení tlaku vsázky, jak během tavby, tak po jejím ukončení při povlovném chladnutí v peci z vysokých teplot. Neleptáno, zvětšeno 100x.

Obr.22:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Detail granule železné houby zachycující přibližně uprostřed perlitické zrno nepravidelného tvaru, vyloučené ve feritu. Perlitické zrno je obklopeno síťovím terciálního cementitu. Perlit je velmi jemný a částečně sferoidisován. Leptáno nitalem, zvětšeno 400x.

Obr.23:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Detail granule železné houby zachycující dvě perlitická zrna, jejichž hranice jsou lemovány nespojitým síťovím terciálního cementitu. Perlit je velmi jemný, částečně sferoidisovaný. Leptáno nitalem, zvětšeno 400x.

Obr.24:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Detail perlitického zrnu nepravidelného tvaru v jedné z kompaktnějších granulí železa. Perlitické zrno je v přímém kontaktu s dutinami v železné houbě (vlevo i vpravo), které jsou jak během tavby, tak po jejím ukončení a povlovném chladnutí vyplněny redukční atmosférou pece a působí jako zdroj nauhličování železné houby. Leptáno nitalem, zvětšeno 200x.

Obr.25:Tavba J6 - vestavěná pec s tenkou hrudí. Struska z tavby, jejíž analýza je v tab.9, obsahující 70,50 hm.% oxidů na bázi železa. Světlá, nepravidelná zrna - wüstit. Šedá protáhlá zrna - fayalit. Tmavosedé výplně mezi útvary fayalitu - sklovitá hmota. Neleptáno, zvětšeno 100x.



Obr. 19: J6 vz1

M1329

100x



Obr.20: J6 vz. 1

M1330

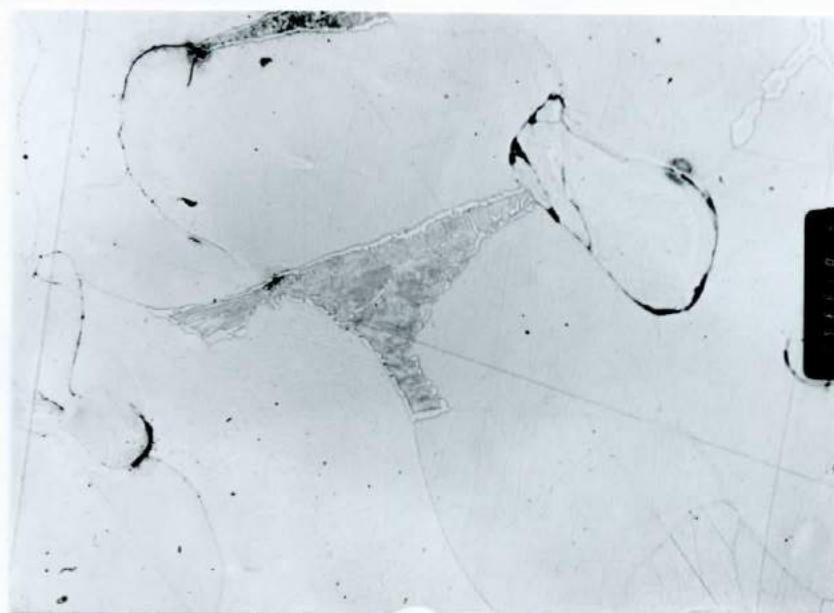
100x



Obr. 21:J6 vz.2

M1331

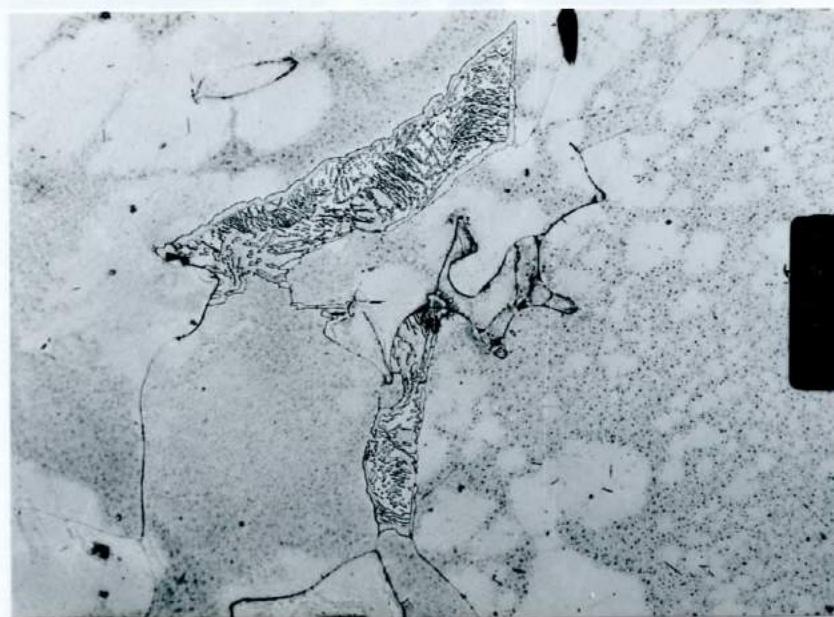
100x



Obr.22:J6 vz.2 nital

M1333

400x



Obr. 23:J6 vz.2 nital

M1334

400x



Obr.24:J6 vz.2 nital

M1335

200x

Tav. 11 Nachlazené čepeny zavetv. 5

JOSEFOV 5



Obr. 25: J6 vz.2 (struska)

M1332

100x

FLOŠNÁ ANALÝZA NA SLOŽKY ZODOVA / E 583 ZODÓ

4 SLOŽKY W F S (F+S)

	W	F	S	(F+S)
E	100	121	51	111
%	26,1	39,6	13,3	29,0
E	100	176	106	/ / / /
%	26,1	46,0	27,7	

ZODÓ
(F+S) ROZDĚLENÉ
1:1 MÉRÍ F a S

W = WÜSTIT FeO 98 % FeO

F = FAJOLIT SiO₂ · FeO SiO₂ = 91% 66 FeO

S = SKLO

F+S = SLOŽKA TVOŘENÁ ZRNY AZ LAMELAMI FAS (ZODÓBA)
LEDEBURITU

65% SiO₂ 17% K₂O 8% FeO 3% CaO

ANALÝZA PROUVEDENÁ NA YEROXU (ZVĚTŠENO 2x DÉLKOU Ě)
SÍŤ 3 KROKEM ODPONÍDRJDÍM 95 cm NA FOTCE.

KONTROLA

	W	F	S
FeO	98	66	8
SiO ₂	0	51	65
CaO	0	0	3
K ₂ O	0	0	17

26,1 46,0 27,7

	celková procenta
58,3	70,50 ± 2,37
32,3	25,13 ± 2,70
0,8	1,57 ± 0,37
4,7	1,10 ± 0,12

△ 10

△ 7

△ 0,7

△ 3,5

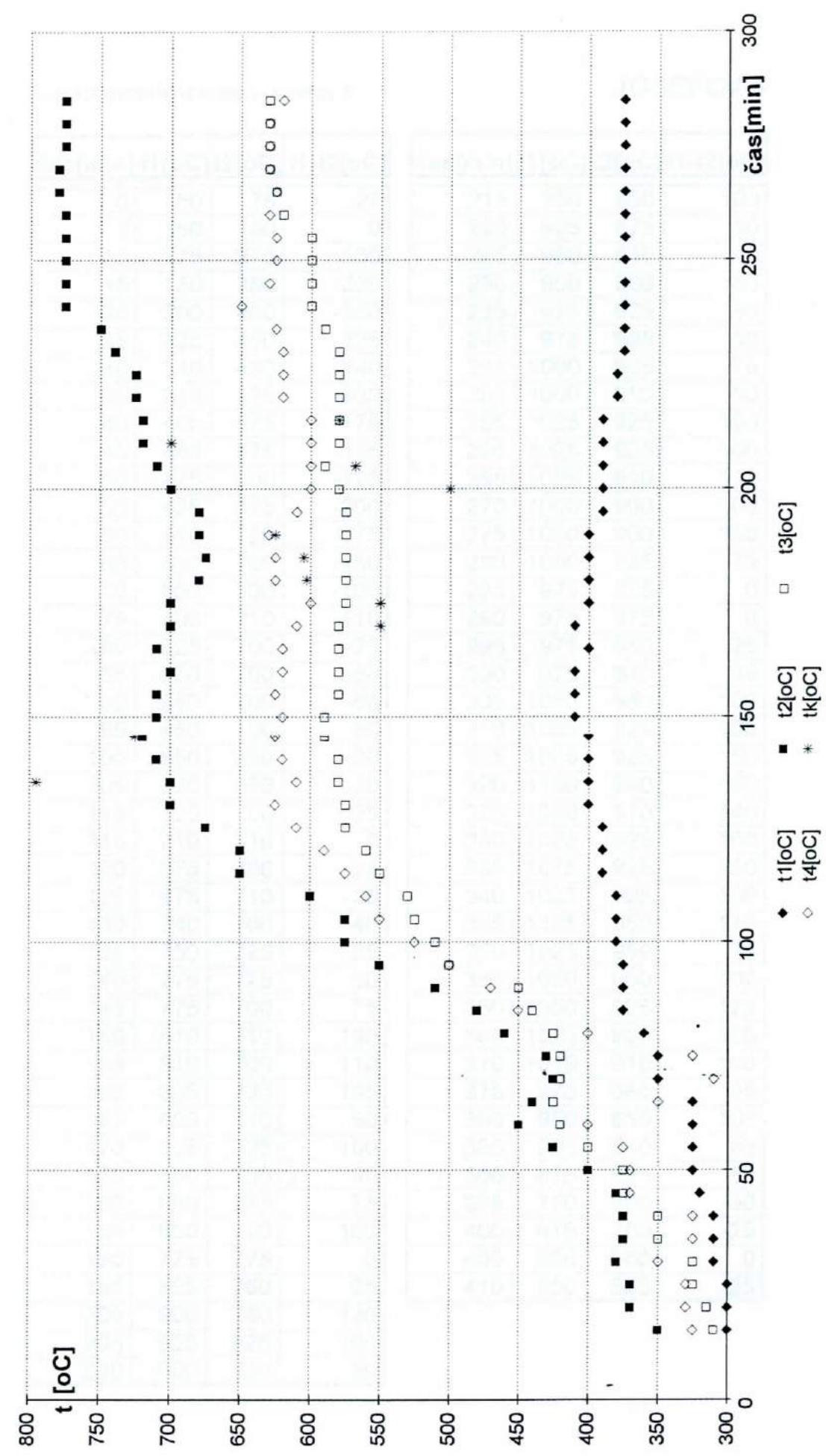
% z ROZBORU

Tab.11:Naměřené teploty Josefov 5

JOSEFOV 5

čas[min]	t1[oC]	t2[oC]	t3[oC]	t4[oC]	tk[oC]
15	300	350	310	325	
20	300	370	315	330	
25	300	370	325	330	
30	310	380	325	330	
35	310	375	350	325	
40	310	375	350	325	
45	320	380	375	370	
50	325	400	375	370	
55	325	425	400	375	
60	325	450	420	400	
65	325	440	425	350	
70	350	425	420	310	
75	350	430	420	325	
80	360	460	425	400	
85	375	480	440	450	
90	375	510	450	470	
95	375	550	500	500	
100	380	575	510	525	
105	380	575	525	550	
110	380	600	530	560	
115	390	650	550	575	
120	390	650	560	590	
125	390	675	575	610	
130	400	700	575	625	
135	400	700	580	610	795
140	400	710	580	620	
145	400	720	590	625	725
150	410	710	590	620	
155	410	710	580	625	
160	410	700	580	620	
165	400	710	580	620	
170	410	700	580	610	550
175	400	700	575	600	550
180	400	680	575	625	603
185	400	675	575	625	605
190	400	680	575	630	625
195	390	680	575	610	
200	390	700	580	600	500
205	390	710	590	600	568
210	390	720	580	600	700
215	390	720	580	600	580
220	380	725	580	620	
225	380	725	580	620	
230	375	740	580	620	
235	375	750	590	625	
240	375	775	600	650	
245	375	775	600	630	
250	375	775	600	625	
255	375	775	600	625	
260	375	775	620	630	
265	375	780	625	625	
270	375	780	630	630	
275	375	775	630	630	
280	375	775	630	630	
285	375	775	630	620	

JOSEFOV 5



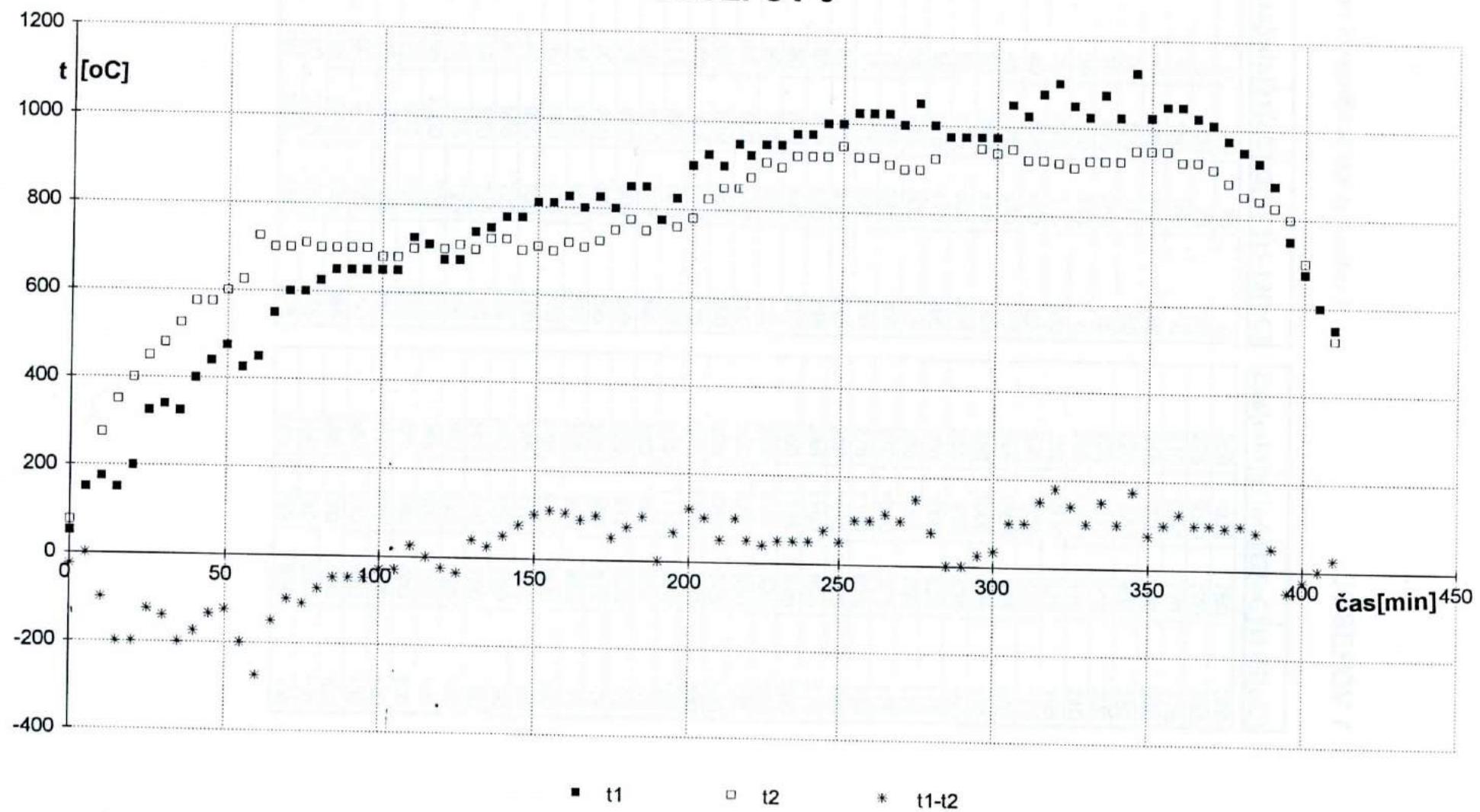
Tab.12:Naměřené teploty Josefov 6

JOSEFOV 6

čas[min]	t1[oC]	t2[oC]	t1-t2[oC]
0	50	75	-25
5	150	150	0
10	175	275	-100
15	150	350	-200
20	200	400	-200
25	325	450	-125
30	340	480	-140
35	325	525	-200
40	400	575	-175
45	440	575	-135
50	475	600	-125
55	425	625	-200
60	450	725	-275
65	550	700	-150
70	600	700	-100
75	600	710	-110
80	625	700	-75
85	650	700	-50
90	650	700	-50
95	650	700	-50
100	650	680	-30
105	650	680	-30
110	725	700	25
115	710	710	0
120	675	700	-25
125	675	710	-35
130	740	700	40
135	750	725	25
140	775	725	50
145	775	700	75
150	810	710	100
155	810	700	110
160	825	720	105
165	800	710	90
170	825	725	100
175	800	750	50
180	850	775	75
185	850	750	100
190	775	775	0
195	825	760	65
200	900	780	120
205	925	825	100
210	900	850	50

čas[min]	t1[oC]	t2[oC]	t1-t2[oC]
215	950	850	100
220	925	875	50
225	950	910	40
230	950	900	50
235	975	925	50
240	975	925	50
245	1000	925	75
250	1000	950	50
255	1025	925	100
260	1025	925	100
265	1025	910	115
270	1000	900	100
275	1050	900	150
280	1000	925	75
285	975	975	0
290	975	975	0
295	975	950	25
300	975	940	35
305	1050	950	100
310	1025	925	100
315	1075	925	150
320	1100	920	180
325	1050	910	140
330	1025	925	100
335	1075	925	150
340	1025	925	100
345	1125	950	175
350	1025	950	75
355	1050	950	100
360	1050	925	125
365	1025	925	100
370	1010	910	100
375	975	880	95
380	950	850	100
385	925	840	85
390	875	825	50
395	750	800	-50
400	675	700	-25
405	600	600	0
410	550	525	25

JOSEFOV 6



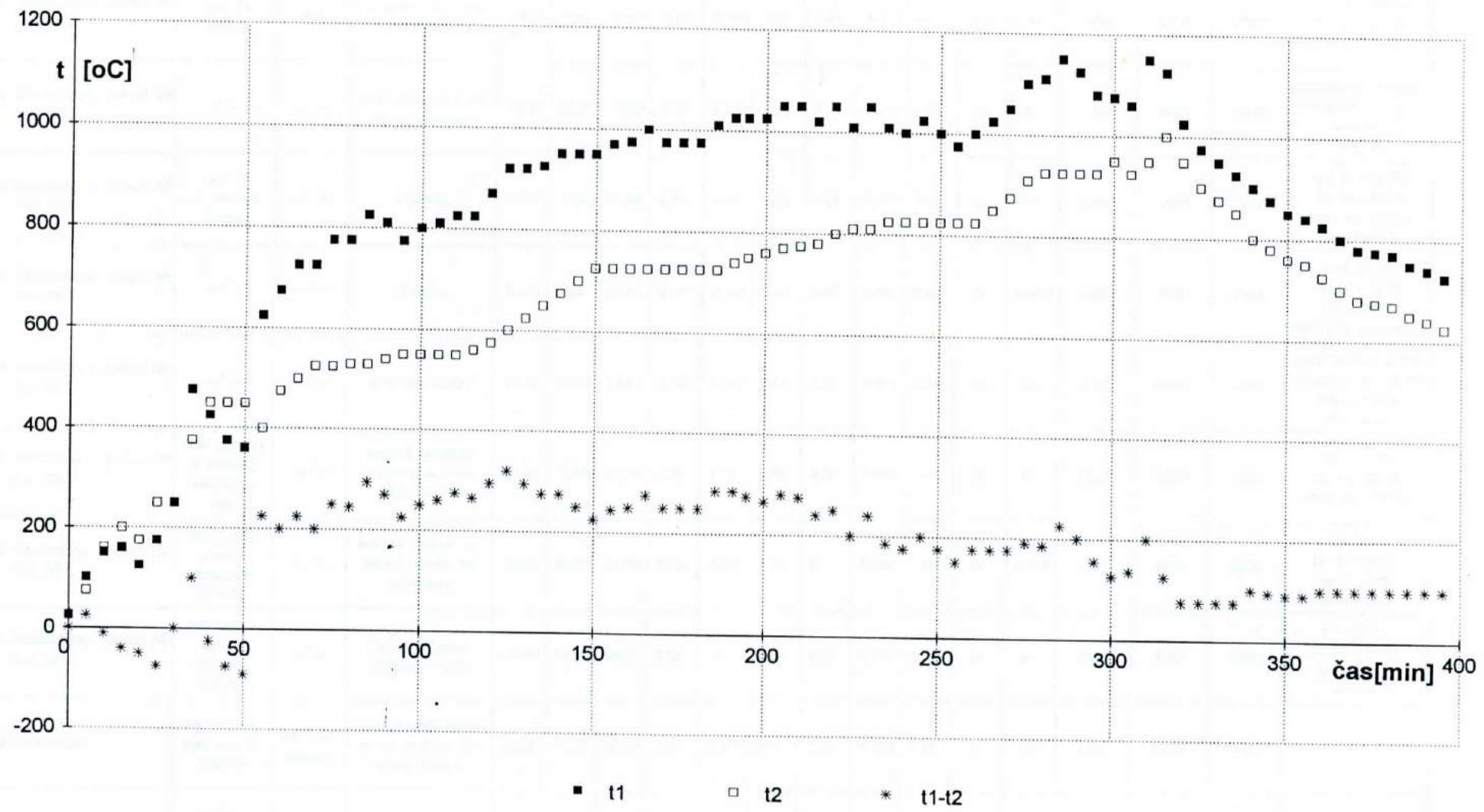
Tab. 13: Naměřené teploty Josefov 7

JOSEFOV 7

čas[min]	t1[oC]	t2[oC]	t1-t2[oC]
0	25	25	0
5	100	75	25
10	150	160	-10
15	160	200	-40
20	125	175	-50
25	175	250	-75
30	250	250	0
35	475	375	100
40	425	450	-25
45	375	450	-75
50	360	450	-90
55	625	400	225
60	675	475	200
65	725	500	225
70	725	525	200
75	775	525	250
80	775	530	245
85	825	530	295
90	810	540	270
95	775	550	225
100	800	550	250
105	810	550	260
110	825	550	275
115	825	560	265
120	870	575	295
125	920	600	320
130	920	625	295
135	925	650	275
140	950	675	275
145	950	700	250
150	950	725	225
155	970	725	245
160	975	725	250
165	1000	725	275
170	975	725	250
175	975	725	250
180	975	725	250
185	1010	725	285
190	1025	740	285
195	1025	750	275

čas[min]	t1[oC]	t2[oC]	t1-t2[oC]
200	1025	760	265
205	1050	770	280
210	1050	775	275
215	1020	780	240
220	1050	800	250
225	1010	810	200
230	1050	810	240
235	1010	825	185
240	1000	825	175
245	1025	825	200
250	1000	825	175
255	975	825	150
260	1000	825	175
265	1025	850	175
270	1050	875	175
275	1100	910	190
280	1110	925	185
285	1150	925	225
290	1125	925	200
295	1080	925	155
300	1075	950	125
305	1060	925	135
310	1150	950	200
315	1125	1000	125
320	1025	950	75
325	975	900	75
330	950	875	75
335	925	850	75
340	900	800	100
345	875	780	95
350	850	760	90
355	840	750	90
360	825	725	100
365	800	700	100
370	780	680	100
375	775	675	100
380	770	670	100
385	750	650	100
390	740	640	100
395	725	625	100

JOSEFOV 7



Chemické a mineralogické složení a zkoušky tavitelnosti hutnických odpadů z Olomučan

lokalita a č. vz. AÚ	objekt	datování	druh vzorku					chemické složení (%)						tavitelnost (°C)			mineralogie	
				SiO ₂	Fe ₂ O ₃	FeO	Fe _{met}	MnO	CaO	MgO	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	NiO ₂	Cuo	měknutí	tání	tečení	
240 Olomučany, polesí 98 huf 98/2	pec IV želech.	800	porézní narezlá struska	19,32	24,62	46,67	0,46	0,954	3,92	2,04	0,473	1,13	st.	st.	1450	1480	1500	wü 30–40 % fa 50–60 % pórovitost
241 Olomučany, polesí 98 huf 98/2	—“—	—“—	část výmazu s ul- pěšlou struskou	69,50	12,47	4,96	0,30	0,318	9,53	0	0,189	2,00	st.	st.	1550	1570	1600	křemen, cristobalit tridymit, oxidy Fe hematit wü, fa
235 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	pec IX s tenkou hrudi	9. stol.	struska	16,45	9,05	55,64	0,46	1,59	7,69	1,61	0,355	7,69	st.	st.	1460	1480	1510	wü 30–40 % fa 40–50 % sklo 10–15 % pórovitost
236 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	—“—	—“—	struska	24,43	25,67	34,43	0,56	0,212	5,61	1,20	0,363	6,46	st.	0,501	1490	1510	1540	wü 20 % fa 60–70 % sklo 20 % slida 1 % pórovitost
237 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	—“—	—“—	hlušina rudy?	35,85	37,00	12,60	2,72	0,901	5,04	1,20	0,418	3,26	st.	st.	1420	1450	1470	plagioklas 20 % křemen 30–40 % limon. tmel Fe, sklo
242 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	pod pecemi s nálezy naťatých lup	—“—	tmavá porézní struska s lesk- lým lomem	27,56	5,56	47,70	0,25	4,72	5,04	0,80	0,363	st.	st.	st.	1250	1260	1280	wü < 5 % fa 70–80 % sklo 10–20 %
238 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	pec s nad- zemní šachrou (VIII)	—“—	rezavě hnědá že- lezová houba se struskou	30,05	46,91	15,90	2,36	0,265	2,80	0	0,166	st.	st.	0,704	1270	1290	1310	wü — Fe fa 50–80 % sklo 10 % pórovitost
239 Olomučany, polesí 98 huf 98/1	pec s nad- zemní šachrou (VIII)	—“—	černá struska z tuhlého toku	24,25	14,31	46,04	0,56	st.	7,29	0,80	0,379	2,94	st.	st.	1210	1240	1280	wü 20 % fa 60–70 % sklo 15 % hutná
233 Padouchov	halda pod pecí inv. č 130/78	10.—11. století	tmavohnědá hmo- ta se zbytky že- lezové houby	11,31	51,56	19,89	5,18	0,254	8,07	1,92	0,210	0,94	st.	st.	1340	1370	1400	—
234 Padouchov	—“— inv. č. 1-S-098	—“—	houbovitá tmavá struska	15,99	13,74	49,35	0,97	0,477	8,72	0,40	0,157	6,06	st.	st.	1510	1530	1550	—



Obr. 26: Ložisko rudy v lomu u Rudice



Obr.27: Detail vrstev rudy v okolním písku.



Obr. 28: J6/7: Pražení rudy.



Obr.29: J6: Stavba pece.



Obr. 30: J6/7: Umístění termočlánků.



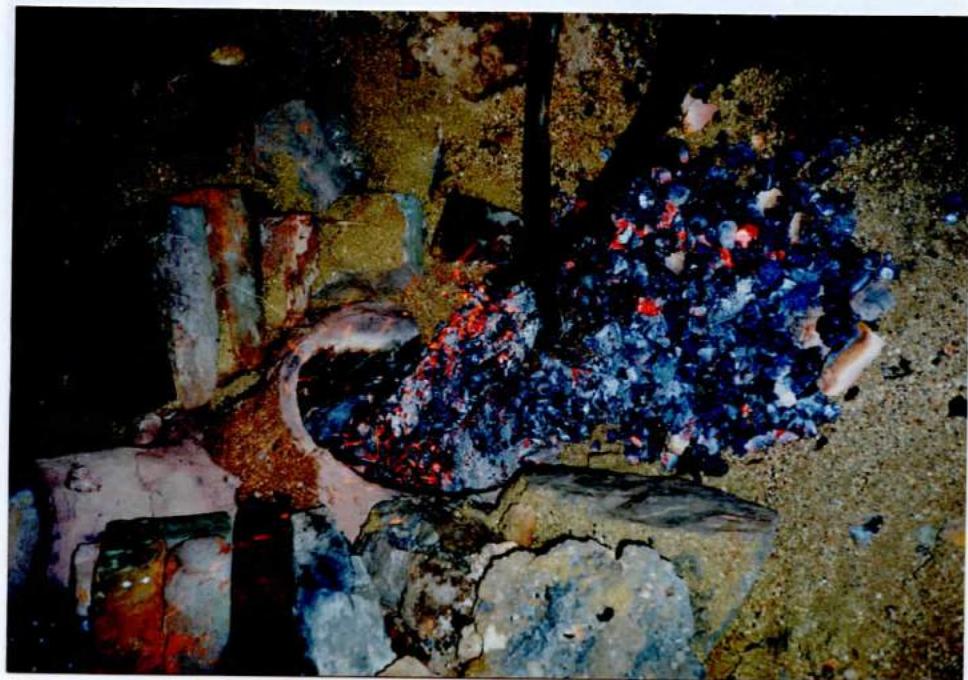
Obr.31: J6/7 Uspořádání pracoviště.



Obr. 32: Pec s přívodem vzduchu.



Obr.33: J6: Detail pece při odkrytí zásypu dyšnového panelu.



Obr. 34: J6: Vybírání struskového slitku z pece.



Obr.35: J6: Panel, dyšna a rozlomený struskový slitek.



Obr. 36: J7: Panel a dyšna po tavbě



Obr.37: J7 Struskový slitek.

Scénář diplomové práce "Řízení redukčního procesu kusových železářských pecí"

1) Řízení spalovacího procesu, 2 tavby v říjnu 1994

- standardizace geometrie používané pece při tavbách na základě vykopávek PhDr. Věry Souchopové
- řízení procesu spalování regulací množství větra
- sledování teplotního pole pomocí elektrických termočlánků
- sledování složení kychtových plynů
- vynesení závislosti teplot a složení kychtových plynů na množství dmýchaného vzduchu
- provedení ve dvou tavbách koncem října 1994 za použití nepříliš vhodné brazilské rudy bez záměru dosažení jakékoliv výtežnosti

Materiální nároky:

- dřevěné uhlí, asi 80 kg
- termočlánky PtRh-Pt + příslušenství (mikrovoltmetr, keramické trubky a podobně)
- analyzátor složení kychtových plynů

2) Teoretická část

- vysokopecní pochody
- redukce rud oxidem uhelnatým v rozmezí teplot do 1000°C
- redukovatelnost rud, jejich příprava k redukčnímu procesu
- další body podle průběžně vznikajících požadavků
- bez materiálních nároků

3) Rozbory vzorků strusek a spečených rud - složení, metalografické snímky z taveb Adamov 3 a Adamov 4

Materiální nároky po konzultaci s Ing. Ptáčkovou - Ústav materiálů F.Píska, VUT Brno

4) Podle arch. nálezů bylo používáno dřevěné uhlí z buku (*Fagus silvatica*)

- pokus získat toto uhlí od dodavatele
- alternativně vypálení v milíři

Materiální nároky

- dodávka uhlí alternativně bukového dřeva (asi 150 kg uhlí)
- platové položky vyplývající z časové náročnosti
- případné nutné cestovní výdaje

5) Obstarání vhodné rudné vsázky

- vychází z bodu 2
- sběr v lokalitách Moravského krasu s malou pravděpodobností získání dostatečného množství rudy
- nalezení alternativního zdroje rudy v dostatečném množství asi 100kg

Materiální nároky

- cestovní náklady
- telefonní poplatky

6) 4 tavby v březnu až dubnu 1995

- na základě výsledků taveb Adamov 3-6
- použití standardizované geometrie pece z taveb Adamov 5-6
- předredukční příparva rudy - žihání, drcení, třídění
- řízení spalovacího procesu - měření teploty ve vybraných 1-2 bodech
- případné použití vhodnějšího dmýchání měchy a bukového dřevěného uhlí závisí na získání (výrobě) vhodných měchů, uhlí dle bodu 4)
- každé uspořádání tavby je nutno provést dvakrát identicky k vyloučení některých náhodných vlivů
- cílem taveb Adamov 7-10 je získání železné lupy

Materiální nároky

- dřevěné uhlí
- termočlánky + příslušenství
- cestovní náklady

7) Rozbory výsledků

- metalografické zpracování
- analýza strusek

Materiální nároky po konzultaci s Ing. Ptáčkovou -Ústav materiálů F.Piška, VUT Brno

