



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STAVEBNÍ

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING

ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT A DÍLCŮ

INSTITUTE OF TECHNOLOGY OF BUILDING MATERIALS AND COMPONENTS

TECHNOLOGICKÉ MOŽNOSTI VYUŽITÍ ODPADNÍCH JÍLOVCŮ PRO VÝROBU PÁLENÉHO ŽÁROVZDORNÉHO OSTŘIVA V ŠACHTOVÝCH PECÍCH

TECHNOLOGICAL POSSIBILITIES OF USING WASTE CLAYSTONE FOR MANUFACTURING
REFRACTORY GROG BURNED IN BLAST FURNACES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Martin Konečný

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. LENKA NEVŘIVOVÁ, Ph.D.

BRNO 2017



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

FAKULTA STAVEBNÍ

STUDIJNÍ PROGRAM	N3607 Stavební inženýrství
TYP STUDIJNÍHO PROGRAMU	Navazující magisterský studijní program s prezenční formou studia
STUDIJNÍ OBOR	3607T020 Stavebně materiálové inženýrství
PRACOVÍŠTĚ	Ústav technologie stavebních hmot a dílců

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

DIPLOMANT	Bc. Martin Konečný
NÁZEV	Technologické možnosti využití odpadních jílovců pro výrobu páleného žárovzdorného ostřiva v šachtových pecích
VEDOUCÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE	Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.
DATUM ZADÁNÍ	31. 3. 2016
DATUM ODEVZDÁNÍ	13. 1. 2017

V Brně dne 31. 3. 2016

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

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

PODKLADY A LITERATURA

1. STAROŇ J., TOMŠŮ F. Žiaruvzdorné materiály, 2000
 2. PYTLÍK, P., SOKOLÁŘ, R. Stavební keramika technologie, vlastnosti a využití, Brno 2002
 3. ŠAŠEK, L., BARTUŠKA, M. Laboratorní metody v oboru silikátů, Praha 1981
 4. KUTZENDORFER J., MÁŠA Z. Žárovzdorné tepelně izolační materiály, 1991
 5. HERAINOVÁ, M. Žárovzdorné materiály, 2003
 6. KUTZENDORFER, J., VÍDEŇSKÁ, M. Žárovzdorné materiály I, VŠCHT Praha 1992
 7. NEVŘIVOVÁ, L. Lupek z lokality Březinka, tradiční surovina pro výrobu žárovzdorných materiálů. In Sborník Maltoviny. Brno. 2011. p. 57 - 62. ISBN 978-80-214-4372-3.
 8. NEVŘIVOVÁ, L.; LANG, K.; KOVÁŘ, P.; TVRDÍK, L. Trendy v těžbě jílovců ložiska Březinka a perspektivy výpalu lupků v šachtových pecích. In Suroviny 2013. Praha, Silikátová společnost. 2013. p. 35 - 42. ISBN 978-80-02-02478-1.
 9. NEVŘIVOVÁ, L.; KOVÁŘ, P.; LANG, K.; TVRDÍK, L. Prvotní zkušenosti a perspektivy produkce žárovzdorných ostřiv pomocí briketace. 2015. Praha, Silikátová společnost České republiky. 2015. p. 17 - 21. ISBN 978-80-02-02610-5. 11.
 10. SOKOLÁŘ, R.; NEVŘIVOVÁ, L.; VODOVÁ, L.; GRYGAROVÁ, S. Žárovzdorné jíly v ČR a metodika posuzování jejich vlastností. 1. Brno, CERM Akademické nakladatelství. 2012. 184 p. ISBN 978-80-7204-817-5.
- Platné normy, internetové zdroje, odborné časopisy (Silika, Keramický zpravodaj, Sklář a keramik,...)

ZÁSADY PRO VYPRACOVÁNÍ (ZADÁNÍ, CÍLE PRÁCE, POŽADOVANÉ VÝSTUPY)

Pro žárovzdorná ostřiva na bázi hlinitokřemičitanů (ČSN EN ISO 10081-1) jsou výrobními surovinami vrstevnaté jílovce či lupky. Cena ostřiv se specifickým obsahem Al_2O_3 je velmi vysoká a tato ostřiva nejsou v regionu dostupná. Jednou z možností je výroba speciálních ostřiv z lupkových prachů, které vznikají jako odpad při drcení jílu a lupků. Vhodnou metodou pro výrobu ostřiva se ukazuje briketace, jež umožňuje produkci ostřiva se speciálními vlastnosti pomocí mísení vhodných surovin (přírodní jíly, lupkový prach, korekce). Připravená směs, zejména podle požadavku na obsah Al_2O_3 , se tvaruje na brikety vhodných rozměrů s vysokou manipulační pevností a následně se provádí výpal v šachtové peci.

Práce má za úkol ve své teoretické části přehledně zpracovat problematiku výroby šamotového ostřiva a shrnout veškeré dosavadní zkušenosti se zpracováním jemných frakcí lupků. Jednou z možností je briketace, která umožňuje zpracovat jak jemné frakce lupků, tak směsné jíly, prachové podíly a další haldové suroviny. V teoretické části práce dále popište vstupní suroviny vhodné pro výrobu hlinitokřemičitých ostřiv a navrhnete recepturu z jemných (odpadních) frakcí lupků, pro přípravu šamotového ostřiva.

V praktické části práce, na konkrétní receptuře pro výrobu ostřiva, popište vliv lisovacího tlaku, vliv pracovní vlhkosti a vliv teploty výpalu na vlastnosti hlinitokřemičitého ostřiva.

STRUKTURA BAKALÁŘSKÉ/DIPLOMOVÉ PRÁCE

VŠKP vypracujte a rozčleňte podle dále uvedené struktury:

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

.....
Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.

Vedoucí diplomové práce

ABSTRAKT

Žárovzdorná hlinitokřemičitá ostřiva jsou vyráběna výpalem žárovzdorných jíílů, jíilovců a lupků. Výpal převážně probíhá v rotačních nebo šachtových pecích. Při úpravě suroviny před výpalem v šachtových pecích však dochází ke vzniku jemných jíílů, které nelze v šachtových pecích běžným způsobem pálit, čímž dochází ke vzniku odpadu. Z těchto jemných jíílů je však možné vytvořit brikety, které již lze v šachtových pecích pálit. Toto řešení sebou také přináší možnost úpravy vstupní směsi pomocí korekčních surovin či jiných druhů jíilu. Touto metodou je pak možné vyrábět speciální ostřiva se specifickými vlastnostmi.

KLÍČOVÁ SLOVA

žárovzdorná ostřiva, odpadní jíilovec, šachtová pec, briketace, zdánlivá pórovitost

ABSTRACT

Aluminosilicate refractory grog are being manufactured by firing refractory clays, claystone and shale. Firing takes place mainly in rotary or blast furnaces. However, when adjusting the raw material before firing in blast furnaces, the formation of the fine clay particles takes place. It is not possible to fire the fine particles in blast furnaces the usual way, which leads to the generation of waste. There is a possibility, however, to form briquettes of these particles, which can be fired in blast furnaces. This solution also brings the possibility of adjusting the mixture by using correction raw materials or other types of clay. Using this method, it is possible to produce a special refractory grog with specific properties.

KEYWORDS

refractory grog, waste claystone, blast furnace, briquetting, apparent porosity

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE VŠKP

Bc. Martin Konečný *Technologické možnosti využití odpadních jílovců pro výrobu páleného žárovzdorného ostřiva v šachtových pecích*. Brno, 2016. 102 s., Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci zpracoval(a) samostatně a že jsem uvedl(a) všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 13. 1. 2017

Bc. Martin Konečný
autor práce

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji Ing. Lence Nevřivové, Ph.D. za metodickou pomoc, cenné rady a vstřícný přístup při zpracování diplomové práce. Dále děkuji Ing. Lukáši Tvrdíkovi, Ph.D. z firmy P-D Refractories CZ a.s. za odbornou pomoc.

Obsah

1. ÚVOD	10
2. TEORETICKÁ ČÁST	12
2.1 Žárovzdorná ostřiva	12
2.1.1 Křemičitá ostřiva	12
2.1.2 Hlinitokřemičitá ostřiva	13
2.1.2.1 Šamotová ostřiva	14
2.1.2.2 Vysocehlinitá ostřiva	14
2.4 Šamotová ostřiva	17
2.4.2 Suroviny	18
2.4.2.1 Jíly	19
2.4.3 Výroba	23
2.4.3.1 Výpal v milířích	23
2.4.3.2 Výpal v komorových pecích	23
2.4.3.3 Výpal v rotačních pecích	24
2.4.3.4 Výpal v šachtových pecích	24
2.4.3 Třídění šamotových ostřiv dle ČSN 72 1300- Pálené žárovzdorné jílové suroviny - Základní technické požadavky	25
2.5. Výroba šamotových ostřiv v závodě Březina	27
2.5.1 Výpal v šachtových pecích v závodě Březina	27
2.5.2 Vznik jemných odpadních jíílů	29
2.5.3 Zásoby jemných odpadních jíílů	29
2.5.4 Možnosti zpracování jemných odpadních jíílů	31
2.5.4.3 Poloprovozní zkoušky 2012	34
3. PRAKTICKÁ ČÁST	37
3.1 Metodika práce	37
3.1.1 Stanovení objemové hmotnosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)	38
3.1.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)	39
3.1.3 Stanovení distribuce velikostí pórů	40
3.1.4 Mineralogické složení	41
3.1.5 Diferenčně termická analýza (DTA)	42
3.1.6 Granulometrie	42

3.1.7 Chemické složení ČSN EN ISO 12677	43
3.2 Popis surovin.....	43
3.2.1 Jíl FIA.....	43
3.2.1.1 Chemické složení.....	44
3.2.1.2 Granulometrie.....	44
3.2.1.3 Mineralogické složení	45
3.2.1.4 Diferenčně termická analýza (DTA).....	46
3.2.2 Technický oxid hlinitý	46
3.3 Příprava zkušebních těles.....	47
3.4 První etapa experimentu - Jíl FIA.....	50
3.4.1 Výsledky a vyhodnocení.....	50
3.5 Druhá etapa experimentu	68
3.5.1 Návrh a příprava vysocehlinitého ostřiva	68
3.5.2 Výsledky a vyhodnocení.....	70
4. ZÁVĚR	94
Seznam použité literatury:.....	96
Seznam obrázků.....	99
Seznam tabulek	102

1. ÚVOD

Šamotová žárovzdorná ostřiva patří do skupiny hlinitokřemičitých materiálů se vyrábí výpalem žárovzdorných jíílů, jíilovců a lupků. Výpal běžně probíhá v šachtových nebo rotačních pecích při teplotách až 1400 °C. Při výpalu dochází ke změnám mineralogického složení a vzniku mullitu, který po výpalu tvoří hlavní složku šamotových ostřiv spolu s křemenem a cristobalitem. Mullit je stabilní sloučenina Al_2O_3 v žáru, a proto při dalším výpalu již nenastávají žádné podstatné fyzikálně chemické změny, díky čemuž se tato ostřiva stávají vhodnou hlavní složkou při výrobě hlinitokřemičitých žárovzdorných materiálů.

Hlavní motivací ke zpracování této práce je snaha najít a popsat možné způsoby využití odpadních jemných podsítných podílů jíílů, které vznikají při těžbě a drcení žárovzdorných jíílů a jíilovců. Tyto jemné podsítné jíily jsou svou velikostí frakce zrna technologicky nevhodné pro výpal v šachtových pecích a proto se v minulosti pouze haldovaly, avšak jejich chemické složení je velmi vhodné pro výrobu hlinitokřemičitých ostřiv. Dokonce kvalitativně převyšují parametry surovin, které jsou v dnešní době v lomu Březinka těženy. Jemných podsítných jíílů je díky několikaletému haldování velká zásoba a proto je hledání možných způsobů využití této kvalitní suroviny velice důležité.

Jedním z možných způsobů jak zpracovávat tyto odpadní jemné podsítné jíily je výroba briket, které již lze v šachtových pecích pálit. Díky tomu můžeme z podsítných jemných jíílů vyrábět stejně kvalitní šamotová ostřiva jako z rostlých jíilovců, ale také můžeme vyrábět ostřiva speciální. Ty je pak možné získat mísením jemných podílů, přírodních jíílů či vhodných korekčních surovin. U těchto speciálních šamotových ostřiv se pak především klade důraz na obsah Al_2O_3 , Fe_2O_3 a obsah alkálií.

V teoretické části práce jsou popsána žárovzdorná ostřiva, vstupní suroviny a možné způsoby výroby šamotových ostřiv a dále veškeré dosavadní zkušenosti se zpracováním jemných podílů ve výrobním závodě Březina patřící firmě P-D Refractories CZ a.s.

Experimentální část práce se zabývá ověřením vlivu vlhkosti vstupní suroviny a velikosti lisovacího tlaku na výsledné vlastnosti šamotového ostřiva a dále ověřením vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti ostřiva. V rámci práce byl

také proveden návrh receptur pro přípravu šamotového ostřiva se zvýšeným obsahem Al_2O_3 na kterých byl opět ověřen vliv vlhkosti vstupní suroviny, vliv velikosti lisovacího tlaku a vliv teploty výpalu na výsledné vlastnosti ostřiva.

2. Teoretická část

2.1 Žárovzdorná ostřiva

Ostřiva mají při výrobě žárovzdorných materiálů nezastupitelnou roli. Rozhodujícím způsobem ovlivňují finální vlastnosti výrobku, proto je výběr vhodného a kvalitního ostřiva při výrobě žárovzdorných materiálů velmi důležitý. Ostřiva tvoří 50 až 98 % surovinové směsi, proto pokud se použijí nekvalitní nebo nevhodná ostřiva tak ani velmi kvalitní pojivová - vazební složka výsledné vlastnosti příliš nezlepší. Ostřiva ve směsi vytváří pevnou kostru, která zlepšuje mechanické vlastnosti během výrobního procesu, snižuje plasticitu dané směsi, omezuje smrštění sušením a pálením.

Žárovzdorná ostřiva lze rozdělit do více skupin, přičemž nejpoužívanějšími skupinami jsou, ostřiva křemičitá a ostřiva hlinitokřemičitá. Hlinitokřemičitá ostřiva lze pak dále dělit podle obsahu Al_2O_3 na ostřiva šamotová a vysocehlinitá.

Žárovzdorná ostřiva jsou využívána jak pro výrobu žárovzdorných kusových materiálů, tak i pro výrobu žárobetonu. Žárovzdorné materiály se dále používají v průmyslových aplikacích, kde jsou vystavovány vysokým teplotám, používají se například jako vyzdívky pecí při výrobě vápna, cementu, kovů a keramických materiálů. Dále se žárovzdorná ostřiva používají například na výrobu forem ve slévárnách.

2.1.1 Křemičitá ostřiva

Křemičitá ostřiva na bázi SiO_2 a jeho několika polymorfních modifikací jsou velice často využívána v technické praxi, především díky dobrému chování při vysokých teplotách. Tato ostřiva však mají také nežádoucí vlastnosti, ke kterým patří změny modifikací, ke kterým dochází vlivem změny teploty. Změny modifikací jsou doprovázeny objemovými změnami, které mohou nabývat hodnot od 2 % až do 12 %. Objemovými změnami vzniká ve střepe napětí, které může zapříčinit vznik trhlinek.

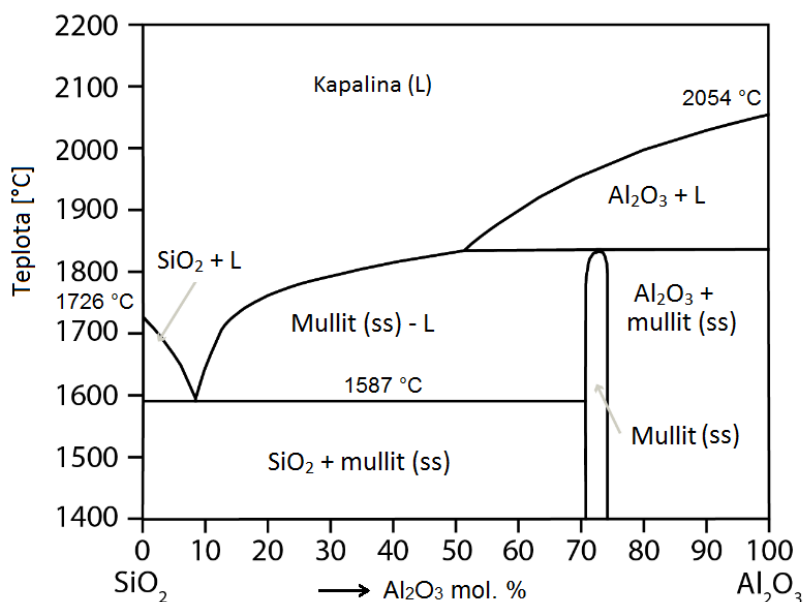
Křemík je druhý nejčastější prvek v zemské kůře s podílem 26 % a oxid křemičitý je nejrozšířenější oxid v přírodě, proto jsou zdroje surovin pro výrobu křemičitých ostřiv poměrně velké. Jako zdroj lze uplatnit žilný křemen nebo

křemence což jsou metamorfované horniny pískovce či slepence nebo sedimentárním tlakem nebo tmelem zpevněná zrna křemene. Dále lze jako ostřívo využít křemelinu což je nezpevněná hornina, která je tvořena schránkami jednobuněčných řas- rozsivek přičemž vysoce kvalitní křemeliny obsahují až 90 % SiO_2 . Dalším možným zdrojem pro výrobu křemičitých ostřív je použití křemičitého písku. Nejvíce se křemičitý písek používá při výrobě skla, ale jeho použití při výrobě žárovzdorných materiálů, především dinasu a kyselého šamotu je poměrně časté.

Podle způsobu použití se požadavky na křemičitá ostřiva mění, ale především se sleduje obsah SiO_2 , žárovzdornost a přesná granulometrie. Nežádoucí je přítomnost vysokých obsahů Al_2O_3 a Fe_2O_3 . [22.]

2.1.2 Hlinitokřemičitá ostřiva

Hlinitokřemičitá ostřiva patří do skupiny žárovzdorných hlinitokřemičitých materiálů. Fázový diagram soustavy $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ je znázorněn na následujícím obrázku. Z něj je jasně patrné, že nejnižší teplota tání 1590°C v této soustavě je při 3 % obsahu Al_2O_3 . S rostoucím obsahem Al_2O_3 se žárové vlastnosti zlepšují a proto vysocehlinité materiály dosahují nejlepších žárových vlastností.



Obr. 1 Rovnovážný fázový diagram $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ [30.]

2.1.2.1 Šamotová ostřiva

Šamotová ostřiva se získávají výpalem žárovzdorných jíílů, jíilovců a kaolínů. Dříve se pro výpal používaly mlíře či komorové pece, dnes už se však převážně používají jen pece šachtové a rotační. Teplota výpalu je určována podle požadavků na výslednou kvalitu vypáleného ostřiva, nejjakostnější ostřiva se získávají při výpalech na 1250 – 1400 °C, zatímco běžná ostřiva se vypalují na teplotu 1000 – 1250 °C. Výpalem dochází odstranění chemicky vázané vody a spalitelných látek, čímž dochází ke snížení objemu a hmotnosti přičemž zároveň dochází k nárůstu mechanické pevnosti. Během výpalu dochází také ke změně mineralogického složení a vzniku mullitu což je stabilní sloučenina Al_2O_3 a proto při dalším výpalu již nenastávají žádné podstatné fyzikálně chemické změny.

Před samotným výpalem se musí natěžená surovina upravit tak, aby vyhovovala danému způsobu výpalu. Pro výpal v šachtových pecích se používají hrubší kusy cca 100 až 200 mm, které jsou zbavené jemných podílů, protože tyto jemné částice by bránily průchodu vzduchu a způsobovaly ucpávání pece. Pro pálení v rotačních pecích se surovina drtí přibližně na 60 až 80 mm. Po výpalu, se ostřiva drtí a třídí na požadované frakce.

2.1.2.2 Vysocehlinitá ostřiva

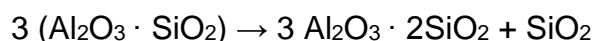
Suroviny vhodné na výrobu vysocehlinitých ostřiv lze rozdělit na přírodní a umělé. Mezi přírodní suroviny patří minerály skupiny sillimanitu, mullit, bauxity a korund. Mezi syntetické suroviny patří technický oxid hlinitý, hydroxidy hliníku a tavený korund. Pro přípravu vysocehlinitých ostřiv musí tyto suroviny obsahovat minimálně 45 % Al_2O_3 .

V České republice se přírodní suroviny s vysokým obsahem oxidu hlinitého nevyskytují a tak se vysocehlinité materiály musí vyrábět buď z dovezených surovin anebo, což se děje častěji musí výroba probíhat ze syntetických surovin. Obě tyto varianty jsou však ekonomicky poměrně náročné.

Sillimanitová skupina

Do skupiny sillimanitových ostřiv patří minerály sillimanit, andalusit a kyanit (disthen). Obecný molekulový vzorec je pro všechny tři minerály shodný $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$, a obsah Al_2O_3 je také u všech minerálů totožný 62,9 %. Jednotlivé minerály se od sebe liší podmínkami vzniku, krystalickou strukturou, fyzikálními vlastnostmi a rozdílnými objemovými změnami při výpalu. Rozdílná je také rychlost a teplota mullitizace. Obecná rovnice vzniku mullitu při zahřívání minerálů sillimanitové skupiny je popsána níže. Nejpoužívanější je andalusit díky svému nejmenšímu objemovému nárůstu. A právě kvůli jejich objemovým změnám při výpalu je vhodné tyto suroviny předem vypalovat na teplotu jejich přeměny aby vznikl mullit, který má výborné vlastnosti.

Rovnice vzniku mullitu při zahřívání minerálů sillimanitové skupiny



Tab. 1 Charakteristické vlastnosti nerostů sillimanitové skupiny [22.]

Nerost	Hustota [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]	Objemový nárůst [%]	Teplota přeměny na mullit [°C]
Sillimanit	3,20 – 3,25	7 – 8	1500 – 1550
Andalusit	3,10 – 3,20	3 – 6	1350 – 1400
Kyanit	3,50 – 3,60	16 – 18	1300 – 1350

Mullitová ostřiva

Mullitová ostřiva jsou v přírodě poměrně vzácná, větší naleziště byly na ostrově Mull, který leží u západního pobřeží Skotska a odkud také pochází jeho název. Vzorec mullitu je $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ a obsahuje 65 až 75 % Al_2O_3 , tvoří se při výpalu jílových minerálů a dalších hlinitokřemičitých materiálů a je jedinou stabilní krystalickou fází systému $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$. Stává se tak základní složkou šamotů a dalších vysocehlinitých materiálů, především díky své stabilitě za vysokých teplot (teplota tání 1840 °C), nízké teplotní roztažnosti, vysoké odolnosti proti tečení, dobré odolnosti vůči korozi a dobré mechanické pevnosti. Mullitová ostřiva se vyrábí tavením v elektrickém oblouku nebo slinováním oxidických složek, syntetického oxidu hlinitého a také velmi čistých kaolínů.

Čistá mullitová ostřiva jsou dodávána v ostře tříděných frakcích a jsou používána pro velmi náročné aplikace, kde je důležitá vysoká teplotní stabilita. Naopak mullitová ostřiva s vyšším obsahem nečistot jsou spíše levnější variantou bauxitových ostřiv. Z Číny jsou převážně dovážena ostřiva vyrobená z bauxitů a jílu, která jsou levnější, ale jejich kvalita a cena je rozdílná. [22.]

Bauxitová ostřiva

Bauxit je hornina, která obsahuje směsi hydroxidu hliníku, hydrargillit neboli gibbsit, bayerit, boehmit a diaspor, a další znečišťující příměsi jako jsou sloučeniny železa, titanu, křemene a jílové minerály. Bauxit obsahuje cca 85 % Al_2O_3 . Bauxitová ostřiva se vyrábějí výpalem v kruhových, šachtových nebo rotačních pecích z bauxitických jílu. Pro výrobu materiálů s vysokým obsahem Al_2O_3 jsou vhodné pouze bauxity s nízkým cca 5% obsahem Fe_2O_3 .

Korundová ostřiva

Korund je jedna z krystalických forem hliníku, v přírodě vzniká v prostředích, které jsou bohaté na hliník a zároveň obsahují malé množství křemíku. Korund je velmi tvrdý, je to druhý nejtvrdší minerál na Mohsově stupnici a jeho teplota tavení je 2050 °C. Jen zřídka se v přírodě vyskytuje v takových množstvích, které by umožňovaly jeho těžbu, takže pro technické účely se převážně vyrábí korund syntetický, takzvaný elektrokorund. Syntetický korund se připravuje tavením v elektrických obloukových pecích z technického oxidu hlinitého nebo z bauxitu. Z bauxitu vzniká takzvaný hnědý korund, který je znečištěný oxidy železa a titanu, z technického oxidu hlinitého vzniká bílý korund, který obsahuje minimálně 99,6 % Al_2O_3 .

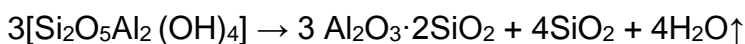
Tab. 2 Průměrná cena některých vysocehlinitých ostřiv za rok 2010 [22.]

Obsah Al_2O_3 [%]	Druh	Cena za 1 tunu [EUR]	Cena za 1 kg Al_2O_3 [EUR]
100	Oxid hlinitý	523	0,52
22	Šamot 0 – 40 mm	118	0,54
40	Šamot izolační 0 – 40 mm	221	0,55
85	Bauxit	475	0,56
100	Korund	700	0,70
75	Mullit	775	1,03

2.4 Šamotová ostřiva

Mezi šamotová ostřiva patří pálené žárovzdorné jíly nebo jílovce. Velmi kvalitním šamotovým ostřivem je vypálený plavený kaolín, avšak jeho cena je velmi vysoká a proto se používá jen výjimečně pro speciální aplikace. Výpal šamotových ostřiv se provádí na teplotu 1000 až 1400 °C a může probíhat v šachtových, rotačních či tunelových pecích. Dříve se pro výpal používaly milíře nebo komorové pece. Při pálení se z jílu odstraňuje chemicky vázaná voda a spalitelné látky, čímž dochází ke ztrátě hmotnosti, zmenšení objemu a nárůstu mechanické pevnosti. Zároveň dochází ke změně mineralogického složení a vzniku mullitu. Mullit je stabilní sloučenina Al_2O_3 v žáru, proto při dalším výpalu již nenastávají žádné podstatné fyzikálně chemické změny. Pálený lupek tak při výrobě žárovzdorných materiálů v surovině vytváří během sušení a pálení pevnou kostru a po výpalu je také nositelem žárových vlastností. Složení vypálených jílu a jílovců lze odvodit podle přítomných jílových minerálů a jejich reakcí během výpalu.

Rovnice reakce kaolinitu



Teoreticky vzniká v páleném produktu 64 % mullitu a 36 % cristobalitu. Při teplotě cca 500 °C dochází ke kvantitativní přeměně kaolinitu na metakaolinit. Jeho další přeměna na spinelovou fázi $\text{Al}_4\text{Si}_3\text{O}_{12}$ probíhá při 950 °C zároveň za vzniku amorfnní fáze. Obsah spinelové fáze se postupně zvyšuje do cca 1000 °C. Nad touto teplotou však nastává silný pokles obsahu spinelové fáze, což je doprovázeno změnami fázového složení, kdy postupně vzniká cristobalit a mullit. Jejich obsah však neodpovídá obsahu přeměněné spinelové fáze, neboť současně vzniká další amorfnní fáze. Při 1200 °C spinelová fáze již zcela mizí a obsah amorfnní fáze se začíná také zmenšovat. Se zvyšující se teplotou obsah mullitu stále roste. [22.]

Během zahřívání (kalcinace) kaolinitu dochází ke čtyřem reakcím, nejprve při 450 až 700 °C nastává dehydroxylace kaolinitu na metakaolinit, poté při 925 až 1050 °C dochází ke krystalizaci Al-Spinelové fáze z metakaolinitu. Při dalším

zahřívání nad 1050 °C dochází k tvorbě mullitu a následně krystalizaci cristobalitu z amorfního SiO₂. Jednotlivé reakce jsou popsány níže. [25.]

1. $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$
2. $2 (\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2) \rightarrow 2 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 + \text{SiO}_2 \text{ (amorfní)}$
3. $3 (\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2) \rightarrow 2 (3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2) + 5 \text{SiO}_2$
4. $\text{SiO}_2 \text{ (amorfní) } \rightarrow \text{SiO}_2 \text{ (cristobalit)}$

Produkce šamotových ostřiv v České republice je z celoevropského pohledu mimořádná. V České republice se lupky vypalují v šachtových pecích P-D Refractories CZ ve Velkých Opatovicích, firma ČLUZ a.s. v Novém Strašecí vypaluje lupky v rotačních pecích. Dále ve firmě Rako lupky Lubná, je výpal v šachtových pecích zastaven a v současné době vypalují v milířích, kde vznikají méně kvalitní lupky C a D. V Evropě produkují hlinitokřemičitá ostřiva především v Německu a výpal provádějí především v tunelových pecích. Ve světě, například v Japonsku a USA se pro výrobu kyselých šamotů používá minerál pyrophylit s chemickým vzorcem $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, který není v Evropě běžný. [22.]

2.4.2 Suroviny

Základními surovinami na výrobu hlinitokřemičitých žárovzdorných ostřiv jsou žárovzdorné jíly, jílovce či lupky. Další velmi vhodnou, avšak kvůli své vysoké ceně nepříliš často používanou surovinou jsou plavené kaoliny. Ty se tedy díky své vysoké ceně používají převážně jen na speciální aplikace. Žárovzdorné jíly, jílovce a lupky patří do skupiny jílovinových zemin, které jsou charakteristické obsahem jílových minerálů. Jílovinové zeminy vznikaly třemi různými způsoby a to zvětráváním hornin bohatých na živce (žuly, pegmatity, arkózy a ruly), hydrotermálním rozkladem a rozrušováním hornin s jejich následným přemístěním a sedimentací. Způsob a podmínky vzniku mají často rozhodující vliv na finální vlastnosti, důležitý parametr je například pH vody. Vznik tedy můžeme teoreticky rozdělit do 3 etap. Kdy první etapu tvoří rozrušování výchozí horniny, druhou etapu tvoří transport rozrušených materiálů a poslední etapu tvoří jejich sedimentace.

Jílovinové zeminy se z hlediska granulometrie dělí na jíly a hlíny, přičemž hlíny se vzhledem k vyššímu obsahu prachoviny (zrna o velikosti 2 – 50 μm) a pískoviny (zrna větší než 50 μm) využívají jen v oblasti hrubé keramiky, především se využívají v cihlářství.[14.]

2.4.2.1 Jíly

Jíly jsou podle ČSN 72 1330 definovány jako sedimentární nebo reziduální nezpevněné horniny složené z více než 50 % jílovin, přičemž jílovina je definována velikostí zrn pod 2 μm a převažujícím obsahem jílových minerálů, především kaolinitu, ilitu a montmorillonitu.

Podle vzniku lze jíly rozdělit do dvou skupin, přičemž první skupinu tvoří jíly reziduální, ty vznikly zvětráváním a usazováním na jednom místě. Ložiska jsou většinou menší rozlohy a obsahují i zbytky nezvětralé mateční horniny. Pro svou malou rozlohu jsou tato ložiska pro průmyslovou výrobu většinou bezvýznamná. Druhou skupinu tvoří jíly přemístěné neboli naplavené. Jak už z názvu vyplývá, rozrušené části mateční horniny byly odnášeny vodou do moří, jezer a řek. Podle toho, kam byly částice vodou odneseny, se mění i vlastnosti ložisek. Mořská ložiska jsou velmi plošně rozsáhlá, stejnorodá a se značnou mocností, jezerní ložiska jsou také rozsáhlá s dobrými technologickými vlastnostmi, oproti tomu říční ložiska mají často proměnlivé složení a nepravidelné uložení. Vlastnosti jílu mohou být ovlivněny i samotným transportem, kdy během transportu může docházet k oddělování jemných částic od hrubých a tím ke zlepšení vlastností. Nebo naopak se vlastnosti mohou zhoršit vlivem přímísení nežádoucích příměsí.

Podle obsahu jílových minerálů můžeme jíly dělit na polyminerální (obsahují více jílových minerálů současně – např. kaoliniticko-ilitický jíl) a monominerální. Abychom mohli jíl označit za monominerální, tak obsah jednoho jílového minerálu musí tvořit alespoň 90 % všech přítomných jílových minerálů.

Dalším možným dělením jílu je podle jejich soudržnosti v ložisku a podle velikosti zpevnění neboli diagenese. Zpevněné a vrstevnaté jíly se nazývají jílovce nebo lupky. Lupky mají na rozdíl od jílovců vrstevnatou strukturu a také jsou tvrdší. Jíly, které jsou zpevněné avšak odležením a zvětráváním se rozpadají, jsou slínovce. Nejpevnější jíly, tedy ty jíly, které prošly největší diagenézí, se nazývají jílové břidlice.

Dělení jílu podle ČSN 72 1330

Z hlediska technických požadavků pro využití jílu v různých odvětvích keramickém průmyslu lze jíly dělit podle jejich základních vlastností, na jíly žárovzdorné, kameninové, pórovinové a slévárenské. Toto členění je popsáno v ČSN 72 1330.

Žárovzdorné jíly

Žárovzdorné jíly jsou vhodné pro použití při výrobě žárovzdorných materiálů, musí splňovat především minimální žárovzdornost 1580 °C a také musí mít předepsané chemické složení. U žárovzdorných jílu se sleduje především obsah Al_2O_3 a Fe_2O_3 . Dalšími sledovanými parametry jsou vaznost a teplota slinutí. Veškeré požadavky na žárovzdorné jíly jsou popsány v následující tabulce z dříve platné normy ČSN 72 1330 z roku 1982.

Vybrané vlastnosti	Požadavek max-min	Třídy						
		1	2	3	4	5	6	
Žárovzdornost [°C]	min	1750	1730	1710	1690	1650	1580	
Teplota slinutí [°C]	max	1250	1350	1410	-	-	-	
Obsah Al_2O_3 [%]	min	40	37	34	30	27	-	
Obsah Fe_2O_3 [%]	max	1,5	2	2,5	3	6	-	
Vaznost [%]	min	60	30	10	-	-	-	
Zrnitost [%]	> 8 mm	max	0	0	0	0	0	0
	> 2 mm		0	1	1	1	1,5	-
	> 0,09 mm		2	5	10	20	-	-

Obr. 2 Požadavky na žárovzdorné jíly [7.]

Jílové minerály

Jílové minerály jsou v podstatě vodnaté hlinitokřemičitany, které někdy obsahují také hořčík, železo, a alkálie. Většina je krystalická se strukturou, kdy jsou základní koordinace křemičitanů tetraedry Si – O a oktaedry Al – O – OH uspořádány vrstevnatě. Tetraedry jsou seskupeny do vrstvy tak, že kyslíkové ionty jsou ve dvou rovinách, a mezi těmito dvěma rovinami jsou v další rovině uspořádány křemíkové ionty. Sestavení těchto iontů odpovídá šestiúhelníkové síti, jedná se tedy o tzv. pseudohexagonální uspořádání. Obdobné je i uspořádání oktaedrů s centrálním iontem hliníku. V případě, trojvrstevných minerálů (montmorillonit, illit) je na dvouvrstvi napojena ještě jedna vrstva tetraedrů, a vzniká tak základní trojvrstvi.

Skupina kaolinitu

Minerál kaolinit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) je nejvýznamnějším minerálem této skupiny. Kaolinit je dobře krystalicky vyvinutý dvojrstvý minerál, jehož chemické složení je 39,5 % Al_2O_3 a 46,6 % SiO_2 a 13,9 % H_2O , po vyžhání (odstranění strukturní chemicky vázané vody, která je součástí chemického vzorce a která odchází při teplotě 500 – 650 °C) je jeho chemické složení 45,9 % Al_2O_3 a 54,1 % SiO_2 . Tloušťka jeho dvojrství je 0,7 nm, přičemž mezivrství má 0,715 nm.

Existují dvě extrémní strukturní skupiny, které se liší v pravidelnosti uspořádání základních dvojrství nad sebou. Kaolinit triklinický (T) má dobře vyvinuté šestiboké lupínkovité krystalky a jeho základní dvojrství je pravidelně uspořádané nad sebou. Pseudomonoklinický (PM) má základní dvojrství nad sebou posunuta, a vyskytuje se ve formě méně pravidelných tenkých lupínků. Kaolinit pseudomonoklinický se vyznačuje vysokou plastičností, která je vyšší než u triklinického kaolinitu.[14.]

Dalšími minerály patřící do této skupiny jsou například Dickit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), nakrit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) a halloysit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Skupina montmorillonitu

Nejvýznamnějším minerálem této skupiny trojrstvých jílových minerálů je montmorillonit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$). Skládá se ze základních trojrství a z adsorbovaných iontů a molekul vody. Mezi základními trojrstvy bývají adsorbovány ionty např. Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , aj. které jsou obklopené molekulami vody. To má značný vliv na vzdálenost základních trojrstev. Vzdálenost trojrstev se může vlivem vlhkosti anebo také podle povahy adsorbovaného iontu měnit. Tyto změny vzdáleností jsou umožněny díky tomu, že základní trojrství jsou k sobě poutána pouze slabými silami. Tudíž voda může mezi vrstvy snadno vnikat a tím pádem může docházet k bobtnání.

Montmorillonit stejně jako další minerál této skupiny nontronit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 4(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) vzniká především při zvětrávání vyvěřelých nebo přeměněných hornin.

Skupina illitu

Skupina illitu, stejně jako skupina montmorillonitu patří mezi trojvrstvé jílové minerály. Nejvýznamnější minerál illit ($n\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) se od montmorillonitu liší tím, že křemíkové ionty v tetraedrech jsou až ve 20-ti % nahrazeny ionty hliníku. Pro zachování elektrické negativy základní trojvrstvy jsou zde draslíkové ionty. Díky tomu, že draslík má vhodný iontový poloměr a pevně poutá jednotlivá trojvrství tak illit téměř nebobtná.

Skupina chloritu

Chlorit ($10(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) jako nejvýznamnější minerál této skupiny má tři základní stavební jednotky- křemíkové tetraedry, hořčíkové oktaedry a hliníkové oktaedry, ty tvoří základní čtyřvrství. Chlorit se také může vyskytovat ve druhém strukturním typu, kdy hořčíkové oktaedry (vrstva brucitu) jsou nahrazeny železem Fe^{2+} . Chlority většinou tvoří lístková zrna, která často vznikají druhotně tzv. chlorilizací. Jež postihuje především feromagnetitové minerály.

Tab. 3 Měrný povrch a průměrná velikost krystalů jílových minerálů [14.]

Jílový minerál	Měrný povrch [$\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$]	Průměrná velikost krystalů [μm]
Kaolinit	řádově 10 (10 – 40)	0,1 – 2,0 (hrubé až 10)
Montmorillonit	500 – 900	pod 0,1 (řádově až 0,00x)
Illit	70 – 150	pod 1
Chlorit	řádově 100	do 5

Tab. 4 Chemické složení jílových minerálů [2.]

Jílový minerál	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	Ostatní	H_2O
Kaolinit (teoreticky)	46,5	39,5	–	–	–	14,0
Kaolinit	45 – 49	38 – 35	0,02 – 2,00	0,1 – 1,0	5 – 1	12 – 15
Montmorillonit	50 – 55	16 – 20	0,06 – 6,00	0,5 – 3,0	4 – 6	8 – 23
Illit	54 – 58	21 – 25	3 – 8	1 – 2	4 – 7	4 – 10

2.4.3 Výroba

Výroba šamotových ostřiv spočívá ve výpalu žárovzdorných jílu, jílovců, lupků a kaolínů. V minulosti se výpal prováděl v milířích nebo komorových pecích, dnes se však už převážně používají jen rotační nebo šachtové pece. Natěžená surovina se musí nejprve podrtit na požadovanou velikost. Přičemž velikost je ovlivněna typem pece, ve které bude výpal probíhat. Pro výpal v šachtových pecích se používají hrubší kusy cca 100 až 200 mm a pro výpal v rotačních pecích se surovina drtí přibližně na 60 až 80 mm. Teplota výpalu je určována podle požadavků na výslednou kvalitu ostřiva a většinou se pohybuje v rozmezí 1000 až 1400 °C. Během výpalu suroviny dochází k odstranění chemicky vázané vody a dalších spalitelných látek, čímž dochází ke snížení objemu a hmotnosti přičemž zároveň dochází k nárůstu mechanické pevnosti. Zároveň se také mění mineralogické složení a dochází ke vzniku mullitu což je stabilní sloučenina Al_2O_3 . Po výpalu, se ostřiva drtí a třídí na požadované frakce.

2.4.3.1 Výpal v milířích

V minulosti se pro výpal šamotových ostřiv používaly milíře, kdy se takto páliily především jíly s vysokým obsahem spalitelných složek. Díky tomu mohl výpal probíhat téměř bez přídavku paliva. Výpal je poměrně časově náročný, probíhal v několika cyklech po dobu více dní. V jednom milíři se mohlo najednou vypalovat až několik set tun lupku. Ostřivo vypálené tímto způsobem dosahuje nižších jakostí, především vykazuje vysoké hodnoty pórovitosti, protože teplota výpalu nepřesahuje 1000 °C.

Dnes na území české republiky pomocí milířů vypaluje snad už jen firma Rako lupky Lubná, která takto produkuje lupky třídy C a D, které se používají především pro méně náročné aplikace.

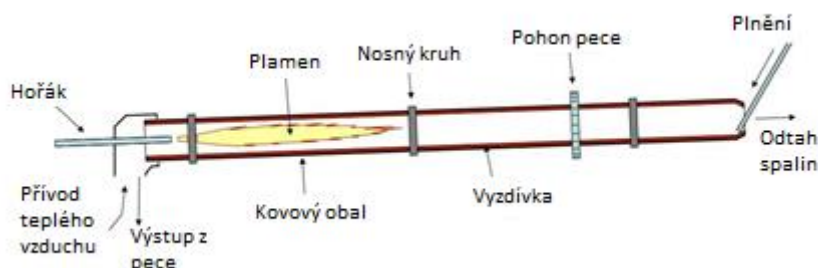
2.4.3.2 Výpal v komorových pecích

Komorové pece na výpal šamotových ostřiv bývaly postavené z šamotových cihel, přičemž v horní části peci se nacházel zavážecí otvor a otvory na odvod spalin. Vypálený lupek se vyvážel otvory u paty pece. Po zavezení pece lupkem se začalo vypalovat, a během výpalu se lupek postupně do pece

dosypával, neboť výpalem lupek postupně sedal. Po výpalu se vybourala vyzdívka a vypálený lupek se vyvážel. Dnes už se tato metoda výpalu nepoužívá.

2.4.3.3 Výpal v rotačních pecích

Rotační pec je dutý kovový válec, který je mírně skloněný, a který se otáčí kolem své podélné osy. Rotační pece pro výpal jílu a lupků mají běžně 50 až 90 m na délku a jejich sklon se pohybuje mezi 3 % až 4 %. V průměru pece mívají 2 až 4 m.



Obr. 3 Schéma rotační pece [28.]

Mezi největší výhody rotačních pecí patří vysoká možnost automatizace, rovnoměrný nepřetržitý výpal a také poměrně vysoká kapacita. Rotační pece jsou také schopné vypalovat i jemný podsítný materiál a lupkový prach. Nevýhodou je, že část jemných, ještě nevypálených částic bývá unášena spolu se spalinami pryč. Proto spolu s rotační pecí musí být zřízeny prašné komory s cyklóny a filtry. Další nevýhodou je poměrně vysoká energetická spotřeba na jednotku vypáleného materiálu.

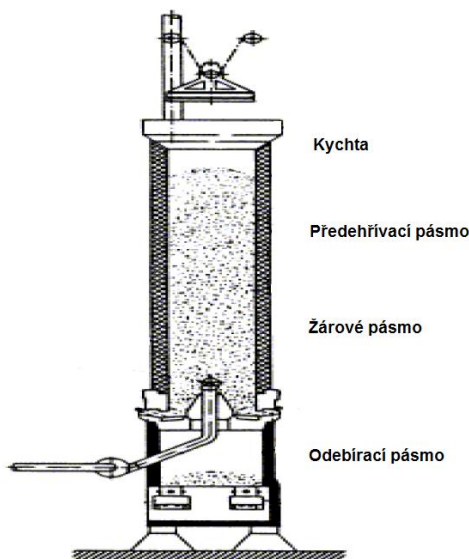
Do horního konce pece se dávkuje materiál, který má zrna velké 60 až 80 mm. Surovina poté putuje do předehřívacího pásma, následně do kalcinačního a vypalovacího pásma. Jako poslední surovina vstupuje do pásma chladícího, chladící pásma může být bubnové, roštové nebo planetové.

2.4.3.4 Výpal v šachtových pecích

Šachtové pece z tepelného hlediska patří mezi nejvýkonnější pece pro výpal jílu a lupků. Avšak jejich nevýhodou je jejich nerovnoměrný výpal a také to že v nich nelze vypalovat jemnější frakce. Neboť tyto jemné podíly by způsobovaly

ucpávání šachty. Pro rovnoměrnější výpal je vhodné vypalovat předem upravené suroviny s rovnoměrnou zrnitostí.

Samotná šachtová pec bývá vysoká 10 až 15 metrů, přičemž její průřez může být kruhový, oválný anebo čtvercový. Šířka otvoru se většinou pohybuje kolem 2 metrů. V horní části pece se nachází plnicí zařízení tzv. kychta, kterou se přivádí surovina pro výpal. Za kychtou následuje pásmo předehřívací, pálicí a chladící. Vypálená surovina se odebírá ve spodní části pece.



Obr. 4 Šachtová pec [20.]

2.4.3 Třídění šamotových ostrív dle ČSN 72 1300- Pálené žárovzdorné jílové suroviny - Základní technické požadavky

Pálené žárovzdorné jílové suroviny jsou v této normě definovány jako žárovzdorné jíly, jílovce a lupky vypálené zpravidla nad 1000 °C. V technické praxi se pro tyto materiály používá označení pálené lupky. Využívají se převážně jako ostřívo do žárovzdorných, zejména šamotových výrobků.

Značení pálené žárovzdorné jílové suroviny se skládá z písmenných a s číselných symbolů, které jsou sestaveny v tomto pořadí.

1. písmeno (A až E) označuje obsah Al_2O_3 podle tab. 5
2. číslice (1 až 6) označuje žárovzdornost podle tab. 5
3. číslice (1 až 7) označuje obsah Fe_2O_3 podle tab. 5

4. číslice (1 až 5) označuje zdánlivou pórovitost podle tab. 5
5. písmeno označuje lokalitu podle tab. 6
6. písmeno označuje vypalovací zařízení podle tab. 6

Tab. 5 Třídění a označování pálených žárovzdorných jílových surovin podle znaků jakosti

Obsah Al ₂ O ₃		Žárovzdornost		Obsah Fe ₂ O ₃		Zdánlivá pórovitost	
[%]	Značka	min	Značka	[%] max	Značka	[%]	Značka
41,0	A	175	1	1,5	1	max 4	1
39,0	B	173	2	1,8	2	5 – 9	2
37,0	C	171	3	2,0	3	10 – 14	3
35,0	D	169	4	2,2	4	15 – 20	4
30,0	E	165	5	2,5	5	21 – 27	5
		158	6	3,0	6		
				3,5	7		

Tab. 6 Třídění a označování pálených žárovzdorných jílových surovin podle lokality a vypalovacího zařízení

Lokalita	Značka	Vypalovací zařízení	Značka
Hořkovec	H	Rotační pec	R
Rakovník	R	Šachtová pec	S
Březina	B	Milířová komorová pec	K
Mladějov	M	Milíř	M
Vyšehořovice	V	Fluidní reaktor	F
Zbůch	Z		

Například hlavní druh páleného lupku, který se vyrábí v závodě Březina, má označení B253 BS. To znamená, že obsah Al₂O₃ je od 39,0 do 41,0 %, žárovzdornost se pohybuje mezi 1730 až 1750 °C, obsah Fe₂O₃ je od 2,2 % až do 2,5 % a zdánlivá pórovitost se pohybuje mezi 10 až 14 %. Poslední dvě písmena dále označují lokalitu Březina a to, že výpal probíhal v šachtové peci.

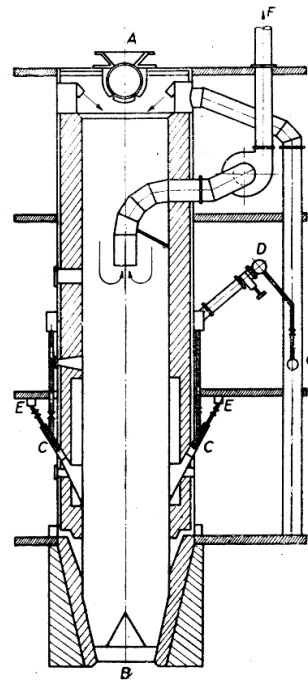
2.5. Výroba šamotových ostřiv v závodě Březina

Ve výrobním závodě Březina, který se nachází nedaleko Velkých Opatovic a který patří společnosti PD Refractories CZ a.s. jsou výpalem v šachtových pecích vyráběna šamotová ostřiva. Základní surovinu tvoří žárovzdorný jíl BVP, který je těžen v nedalekém lomu Březinka a také jíly přikupované od jiných dodavatelů. Velká část produkce ostřiv se spotřebovává ve výrobním závodě ve Velkých Opatovicích a Svitavách.

2.5.1 Výpal v šachtových pecích v závodě Březina

Ve Velkých Opatovicích mají pro výpal lupků k dispozici 12 šachtových pecí, které jsou vysoké 16 metrů. Pece jsou oválného průřezu o délce os 3,5 a 1,2 metru. Pece byly postaveny v letech 1954 až 1956 a v současné době je v provozu šest pecí, z toho 4 již prošly v minulosti rekonstrukcí.

Pece jsou vytápěny generátorovým plynem, který si firma sama vyrábí z hnědého uhlí ve zplynovacích komorách. Využití generátorového plynu k vytápění šachtových pecí sebou nese jak výhody, tak i nevýhody. Největší výhodou oproti zemnímu plnu je, že generátorový plyn hoří „měkkým“ pomalým plamenem, takže se do vsázky dostává postupně a dosahuje i do větších vzdáleností, oproti tomu zemní plyn hoří ostrým ohraničeným plamenem, který se hůře dostává do středu pece. Nevýhodou generátorového plynu je jeho obtížná říditelnost a v neposlední řadě také jeho neekologičnost. Každá pec je na obvodu delších stran vybavena 16 hořáky, které jsou umístěny ve dvou řadách nad sebou. Teplota výpalu se pohybuje v rozmezí 1250 – 1300 °C. Projektovaná kapacita každé pece je 32 t denně. Pece jsou plněny z hora pomocí násypek (každá pec je vybavena 2 zavážecími otvory) a u dna pece jsou odběrové rošty, kde se vypálený lupek chladí pomocí proudícího vzduchu a odkud se již vychlazený lupek odebírá. Vzduch, který se zde využívá ke chlazení, se poté využívá k výpalu.



A – podavač suroviny, B – vyvážecí otvor, C – hořáky,
 D – přívod vzduchu, E – přívod plynu, F odtah spalin
 Obr. 5 Schéma šachtové pece [6.]



Obr. 6 Pohled na zavážecí otvor pece a odběrový rošt

2.5.2 Vznik jemných odpadních jílu

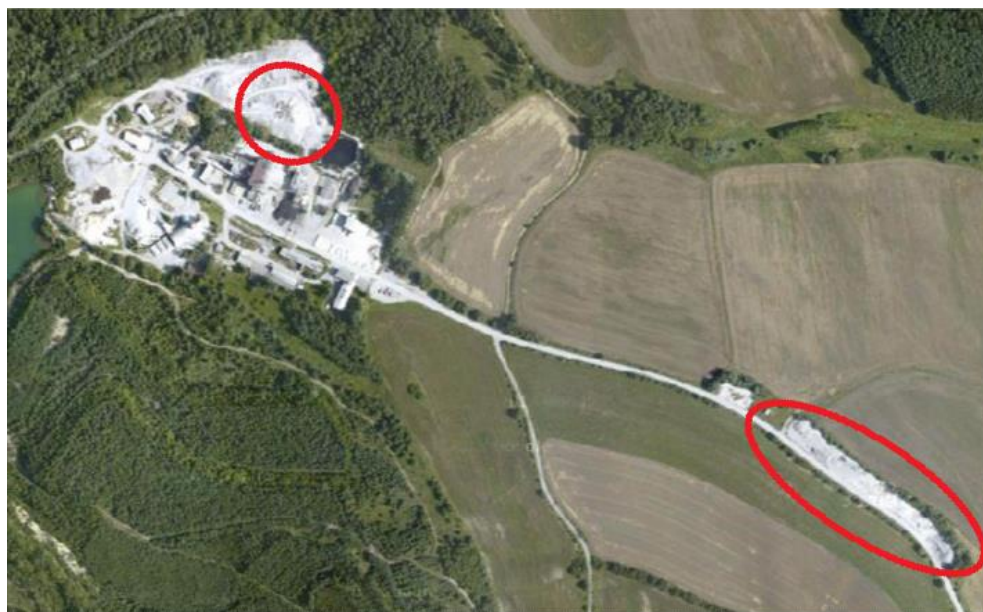
Jak už bylo zmíněno výše, v šachtových pecích se vypalují především vyšší frakce zrna nad cca 35 mm, neboť jemné podíly by mohly způsobovat ucpávání pece. Z tohoto důvodu vzniká při drcení a třídění jílu pro výpal v šachtových pecích poměrně velké množství jemných podsítných podílů označovaných jako jíl FIA, které se v minulosti (do cca roku 1986) pálily v rotační peci ve Velkých Opatovicích, avšak tato pec nebyla vybavena předehřívací a tím pádem docházelo k nedokonalému výpalu a ve vypáleném lupku zůstávaly tzv. černá jádra, navíc výpal v této peci byl značně ekonomicky nevýhodný. Proto byla rotační pec roku 1991 definitivně odstavena. Poté se jemné podsítné podíly pouze deponovaly, což se však v dnešní době jeví značně neekonomicky, protože tato surovina má velmi dobré chemické složení a je vhodná na výrobu šamotových ostřiv. Chemické složení suroviny je uvedeno v následující tabulce.

Tab. 7 Chemické složení odpadních podsítných podílů jílu

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	ZZ
FIA	53,93	41,17	1,77	1,48	0,22	0,25	0,61	0,23	-16,35

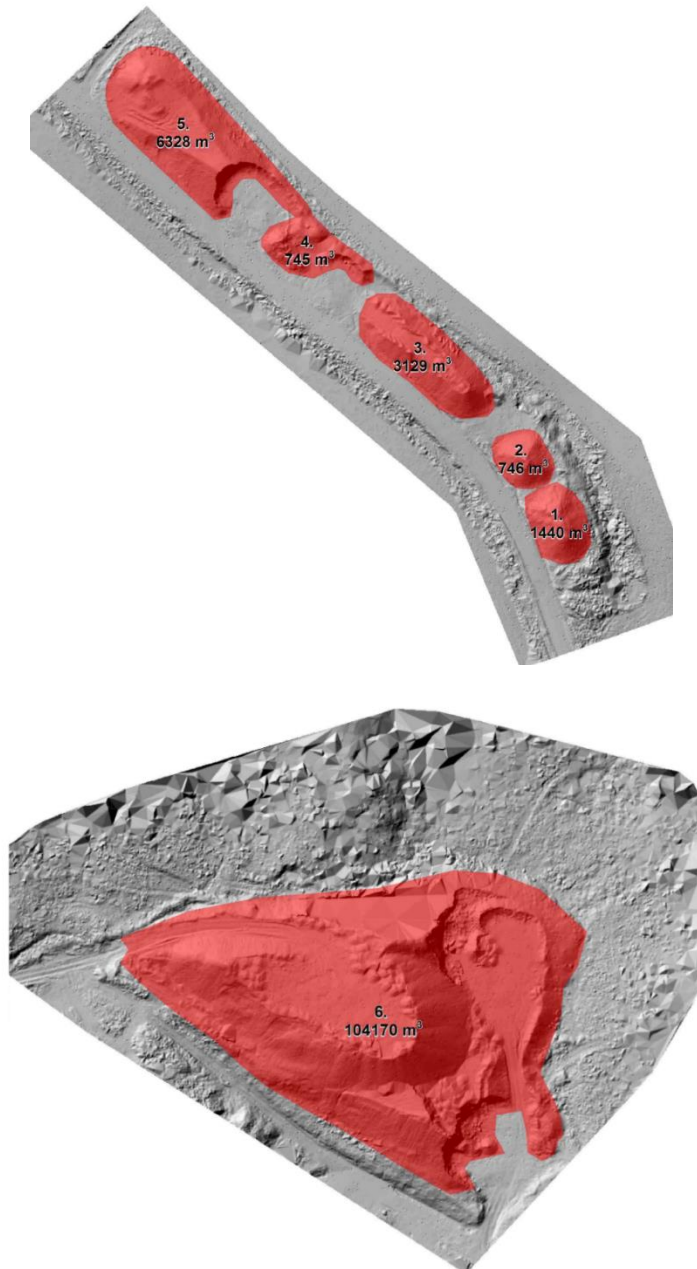
2.5.3 Zásoby jemných odpadních jílu

Na obrázku níže jsou zobrazeny zásoby, které má firma k dispozici přímo ve výrobním závodě Březina. Jedná se o cca 180 000 tun, dále má firma k dispozici zásoby podsítného také v lokalitě na Hřebčí kde se nachází dalších cca 300 000 tun. Při využití veškerých zásob, které jsou k dispozici, a při zachování stávajících spotřeb by mohla firma zpracovávat tyto zásoby několik desítek let.



Obr. 7 Zásoby jemného podsítného jílu v lokalitě Březina

Pro co možná nejpřesnější určení množství zásob, kterými firma disponuje, bylo provedeno laserové skenování terénu. Laserové skenování je bezkontaktní metoda určování prostorových souřadnic, která umožňuje zaměřování velkého množství bodů v krátkém čase. Vzdálenost jednotlivých bodů se měří pomocí pulsní laserové technologie a spolu s naměřenými úhly a vzdálenostmi se přesně určí poloha bodu v prostoru. Takto se zaměří velké množství bodů v prostoru a vznikne tak takzvané mračno bodů. Pomocí počítačových programů se poté vytvoří digitální 3D model terénu.



Obr. 8 3D model zásob jemného podsítného jílu v lokalitě Březina

2.5.4 Možnosti zpracování jemných odpadních jíků

Aby bylo možné využít jemné podsítné podíly, které vznikají při drcení jílovců a již v minulosti deponované jemné podíly, bylo nezbytné vymyslet, jakým způsobem bude surovina dále zpracovávána.

Jedním z možných způsobů jak podsítný jílovec zpracovávat by bylo jeho pálení v rotační peci tak jako tomu bylo v minulosti. Toto řešení by však vyžadovalo rozsáhlé náklady na výstavbu nové pece, která má však oproti šachtovým pecím vyšší energetickou spotřebu při výpalu. Dalšími problémy by

bylo, že lupky, které jsou vypáleny v šachtových a rotačních pecích mají odlišné vlastnosti. Rozdíl je především v různé hodnotě smrštění, což je zřejmě způsobeno dobou, po kterou lupek setrvá v maximální teplotě během výpalu. A ta se v případě výpalu v šachtové nebo rotační peci liší.

Dalším možným způsobem jak tuto „odpadní“ surovinu zpracovávat je lisování těchto jemných částic do větších kusů, které již lze v šachtových pecích vypalovat, aniž by docházelo k jejich ucpávání. K tomuto účelu je možné využít šnekové či pístové lisy, avšak nejlépe se osvědčily briketační válcové lisy. Výhodou tohoto řešení je, že výpal může probíhat ve stávajících šachtových pecích a dokonce vlivem stejnoměrné frakce by výpal měl být rovnoměrnější díky lepšímu proudění vzduchu a tím pádem vypálený lupek by měl dosahovat vyšších kvalit. Dále toto řešení umožňuje výrobu speciálních, upravených ostřív, kdy se vstupní surovina před samotným lisováním briket může různě upravovat. K podsítným jílům mohou být přimíchávány další složky jako například další druhy žárovzdorných jílů, lupkový prach či jiné korekční suroviny. Tím pádem můžeme ovlivňovat vlastnosti a chemické složení výsledného ostřiva. Díky tomu lze tedy vyrábět i nové typy ostřív s upraveným obsahem Al_2O_3 , Fe_2O_3 a alkálií a vyrobit tak ostřiva vyšších kvalit či dokonce vyrobit ostřiva mullitová, vysocehlinitá nebo dokonce ostřiva lehčená.

- 2011

Se snahou o využití podsítných podílů firma P-D Refractories CZ a.s. začala již v minulosti, kdy první testy probíhaly ve spolupráci s TU Košice. Pro výrobu cca 2,5 cm velkých briket byly použity laboratorní lisy, přičemž výpal probíhal také v laboratorních podmínkách. Výsledky zkoušek provedených na takto připravených vzorcích byly pozitivní a naznačovaly, že takto lze podsítné podíly zpracovávat. [21.]

- 2012

Na základě výsledků z předchozích zkoušek byly následně vyrobeny další brikety tentokrát pomocí briketovacího stroje od firmy EURAGGLO. Na tomto zařízení byly vyrobeny brikety, které svým tvarem a velikostí již odpovídaly požadavkům na finální průmyslovou výrobu. Během výroby byly provedeny pokusy pro ověření vlivu zrnitosti a vlhkosti vstupní suroviny na výsledné vlastnosti

lupku vypáleného při teplotě 1300 °C. Bylo proto připraveno 6 směsí s rozdílnou vlhkostí a rozdílnou zrnitostí. [21.]



Obr. 9 Vypálené brikety vyrobené na lisu od firmy EURAGGLO [21.]

Tab. 8 Parametry vstupních surovin briket EURAGGLO [21.]

Surovina	Vzorek	Frakce [mm]	Vlhkost [%]
Fia	1	0 – 20	10,1
BVP	2	0 – 6	8,6
BVP	3	0 – 6	3,5
Fia	4	0 – 12	10,1
Fia	5	0 – 6	10,1
Fia	6	0 – 6	15

Tab. 9 Výsledné vlastnosti briket EURAGGLO po výpalu [21.]

Vzorek	1	2	3	4	5	6
Vlhkost	10,1	8,6	3,5	10,1	10,1	15
OH	2321	2439	2484	2320	2321	2288
NV	5,2	3,03	1,62	5,40	5,34	5,54
ZP	12,07	7,39	4,02	12,53	12,39	12,68
ZH	2661	2655	2609	2674	2670	2640
DLZ 1400°C/2h	-0,99	-0,41	0,61	-0,94	-0,99	0,44

Z výsledků těchto pokusů vyplynulo že, takto vyrobené ostřivo dosahuje kvalit a parametrů běžně vyráběných pálených lupků. A dále se také prokázala závislost vlhkosti vstupní suroviny na výsledné hodnoty zdánlivé pórovitosti. Z toho lze tedy usuzovat že, úpravou vstupních surovin a vlhkosti lze ovlivňovat výsledné parametry.

2.5.4.3 Poloprovozní zkoušky 2012

Na základě pozitivních výsledků z předchozích laboratorních zkoušek byly následně připraveny poloprovozní zkoušky, při kterých se již vpalovalo v reálných provozních podmínkách šachtových pecí. Pro výrobu briket byl tentokrát využit přístroj od společnosti JAP Trading a.s. Na výrobu briket byl použit jíl FIA o zrnitosti 0-20 mm (zrnitost je ovlivněna dobou odležení) a vlhkosti 10 – 14 %, dále cca 20 tun jílu o vlhkosti 10 %, který byl přímo odtříděn z výroby. Brikety vyrobené z těchto surovin byly dobře lisovatelné a nerozpadaly se. Celkem bylo připraveno a následně v šachtové peci vypáleno 100 tun jílu. Výpal probíhal rychlostí 11,4 t/hod. Na vypálených briketách byly opět provedeny zkoušky, které potvrdily že, takto vyrobený pálený lupek dosahuje kvalit a parametrů běžně vyráběných pálených lupků a že brikety těchto tvarů a rozměrů lze pálit na lupek s pórovitostí do 14 %. Zkoušky zároveň neprokázaly žádný výrazný rozdíl mezi laboratorním a provozním výpalem. Výsledky zkoušek však mohou být ovlivněny nešetrným způsobem, kterým byly brikety do pece zaváženy, neboť během plnění byla část briket částečně znehodnocena. [21.]

Tab. 10 výsledky poloprovozní zkoušky [21.]

Vzorek	1	2	3	4	5	6	7	8
OH	2227	2194	2116	2122	2153	2167	2150	2144
NV	5,6	5,5	6,26	5,98	6,6	6,3	6,4	6,46
ZP	12,47	12,04	13,25	12,69	14,21	13,65	13,76	13,85
DLZ 1400°C/2h	-1,37	-1,44	-1,05	-1,37	-1,06	-1,32	-0,3	-1,29

Zhodnocení poloprovozní zkoušky

Z výsledků získaných jak z laboratorních tak poloprovozních zkoušek se ukázalo, že brikety o velikosti cca 70 cm³ je možné pálit na lupek o pórovitosti do 14 %. Tím se dokázalo, že vypálený lupek vyrobený z podsítných jílovců může nahradit pálený lupek z jílovců rostlých. Zároveň však bylo nezbytné upravit dopravní cesty tak, aby při zavážení briket do pece nedocházelo k jejich poškození.

Na základě pozitivních výsledků zkoušek byla postavena nová briketovací linka. Linka je vybavena briketovacím lisem s označením DH 400 od firmy EURAGGLO, která je Evropskou divizí skupiny K. R. KOMAREK, a která působí celosvětově již od roku 1968. Lis má průměr válců 520 mm a výkon, který se může pohybovat v rozmezí 4 až 18 t/hod. Materiál pro briketaci je přiváděn shora násypkou, kterou se dostává mezi dva rotující válce s „kapsami“, které určují finální tvar briket. Tlak, jakým jsou brikety lisovány, závisí na velikosti přítlaku válců, který v tomto případě může dosahovat hodnot až 1,335 KN.

Zkušební provoz linky byl zahájen v dubnu roku 2015. První měsíce testování potvrdily pozitivní výsledky předchozích zkoušek a po získání více zkušeností s výpalem briket v šachtové peci začal pálený lupek dosahovat hodnot zdánlivé pórovitosti mezi 9 a 10%. Tento pálený lupek je označován jako B253BBS. [21.]



Obr. 10 Briketovací lis



Obr. 11 Detail vstupního otvoru

3. Praktická část

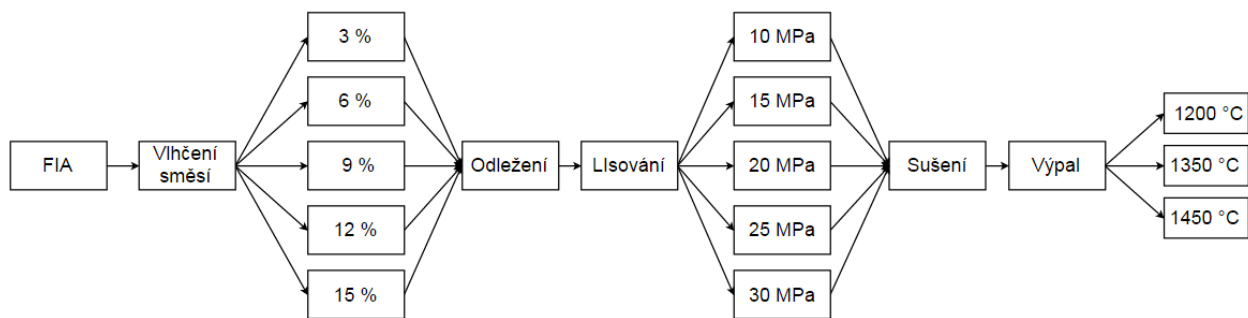
Experimentální část práce je zaměřena na ověřování vlivu změny vlhkosti a změny lisovacího tlaku na výsledné vlastnosti šamotového ostřiva. Hlavními posuzovanými parametry na vypálených vzorcích jsou zdánlivá pórovitost, objemová hmotnost, distribuce velikosti pórů a mineralogické složení.

3.1 Metodika práce

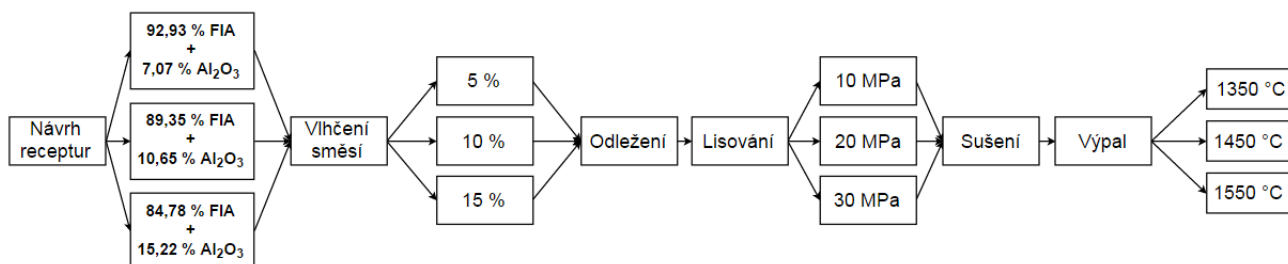
Experiment byl rozdělen na dvě samostatné části. Přičemž každá část se skládá z přípravy směsí, vylisování zkušebních těles, z jejich sušení a výpalu v laboratorní peci.

První část experimentu se skládá z ověření vlivu vlhkosti lisovací směsi a vlivu velikosti lisovacího tlaku na výsledné vlastnosti vypáleného šamotového ostřiva. Přičemž jako vstupní surovina byl použit odpadní podsítný jemný jíł FIA. Za tímto účelem bylo připraveno šest směsí o rozdílné vlhkosti. Jako výchozí byly zvoleny vlhkosti 3, 6, 9, 12 a 15 %. Pro ověření vlivu velikosti lisovacího tlaku byly vzorky lisovány na tlaky 10, 15, 20, 25 a 30 MPa. Dále zde probíhalo zkoumání vlivu teploty výpalu na vlastnosti šamotového ostřiva. Vylisované a vysušené vzorky byly vypalovány v peci při teplotách 1200 °C, 1350 °C a 1450 °C.

Druhá část experimentu se skládá z výpočtu a navržení receptury pro výrobu vysocehlinitého hlinitokřemičitého ostřiva, kdy jako korekční surovina je použit technický oxid hlinitý. V rámci tohoto experimentu byly navrženy tři směsi s obsahem 50, 55 a 62 % Al_2O_3 . Na těchto směsích bylo dále provedeno ověření vlivu vlhkosti lisovací směsi (5 %, 10 %, 15 %), lisovacího tlaku (10 MPa, 20 MPa, 30 MPa) a teploty výpalu (1350 °C, 1450 °C, 1550 °C) na výsledné vlastnosti ostřiva.



Obr. 12 Vývojový diagram první etapy experimentu



Obr. 13 Vývojový diagram druhé etapy experimentu

3.1.1 Stanovení objemové hmotnosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)

Před samotným měřením je nutné vzorky nejprve vysušit do konstantní hmotnosti při teplotě $110 \pm 5 \text{ °C}$. Takto vysušené vzorky se zváží s přesností na 0,01 g (m_s). Vzorky se po zvážení přemístí do exikátoru, ze kterého se pomocí vodní vývěvy odčerpá vzduch. Poté se za stálého podtlaku do nádoby pomalu napustí voda. Množství vody musí být takové, aby byl největší vzorek alespoň 5 cm pod hladinou. Po zrušení vakua se vzorky nejprve zváží ve vodě, pomocí tenkého vytárovaného závěsu (m_{nh}). Vzorky se po vyjmutí z vody na povrchu otřou pomocí vlhké tkaniny a opět se zváží s přesností na 0,01 g (m_n). Naměřené hodnoty se následně dosadí do vzorce a vypočte se objemová hmotnost zkoušeného vzorku.

Objemová hmotnost (OH)

$$OH = \frac{m_s}{m_n - m_{nh}} \cdot \rho_v \quad [kg \cdot m^{-3}]$$

Legenda:

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g]

m_n ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]

m_{nh} ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]
 ρ_v ...hustota vody [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

3.1.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)

Na stanovení těchto vlastností byly použity vzorky, které byly předem vysušeny do ustálené hmotnosti a zváženy s přesností na 0,01 g (m_s). Poté byly vzorky přemístěny do exikátoru, kde byly vakuovým způsobem nasyceny vodou. Po nasycení byly vzorky zváženy na vzduchu (m_n) i hydrostaticky (m_{nh}). Hydrostatické vážení bylo provedeno pomocí tenkého vytárovaného závěsu. Naměřené hodnoty byly poté dosazeny do následujících vzorců.

Nasákavost (NV)

$$NV = \frac{m_n - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad [\%]$$

Legenda:

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g]
 m_n ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]

Zdánlivá pórovitost (PZ)

$$PZ = \frac{m_n - m_s}{m_n - m_{nh}} \cdot 100 \quad [\%]$$

Legenda:

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g]
 m_n ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]
 m_{nh} ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]

Zdánlivá hustota (ZH)

$$ZH = \frac{m_s}{m_s - m_{nh}} \cdot \rho_v \quad [\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$$

Legenda:

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g]
 m_{nh} ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]
 ρ_v ...hustota vody [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

3.1.3 Stanovení distribuce velikosti pórů

Pro stanovení distribuce velikosti pórů se používá vysokotlaká rtuťová porozimetrie. Tato metoda je založena na jevu kapilární deprese, která se projevuje tím, že když do rtuti, která je nesmáčivá (úhel smáčení větší než 90°) ponoříme pevnou porézní látku, tak rtuť může vniknout do jejich pórů jen díky působení vnějšího tlaku. Hodnota potřebného tlaku pro vniknutí rtuti do pórů se zvyšuje s klesajícím poloměrem pórů. Díky tomu můžeme při současném zvyšování tlaku a měření objemového úbytku rtuti zjistit rozdělení objemu pórů podle velikosti.

Pro měření v porozimetru se používají kusové vzorky, které mají hmotnost od 1 do 3 gramů. Tyto vzorky je potřeba před samotným měřením, vysušit do ustálené hmotnosti. Velikost navážky se odvíjí od pórovitosti materiálu, kdy u materiálu s nižší pórovitostí je potřeba větší navážka z důvodu zvýšení přesnosti vyhodnocení. Takto připravená navážka se umístí do skleněného dilatometru, ze kterého se odsaje veškerý vzduch, který by ovlivňoval měření. Po odsátí vzduchu je dilatometr naplněn rtutí do požadované výšky h_0 . Poté se za zvyšování tlaku snižuje objem rtuti v trubici, protože rtuť začne vnikat do pórů materiálu. Nejprve rtuť vniká do větších pórů a až následně s rostoucím tlakem vniká i do menších pórů. Vyhodnocení je provedeno automaticky pomocí přístroje Pascal.

Vztah pro výpočet průměru pórů při daném tlaku:

$$r = \frac{-2 \sigma \cos \theta}{p}$$

Legenda:

σ ...povrchové napětí rtuti 0,476 N·m⁻¹

θ ...úhel smáčení mezi kapalinou a pevnou látkou

p ...tlak [Pa]



Obr. 14 Nízkotlaký a vysokotlaký porozimetr



Obr. 15 Detail dilatometru

3.1.4 Mineralogické složení

Rentgenová difrakční analýza se používá pro stanovování minerálů, které jsou obsaženy ve zkoumaných látkách. Tato metoda je založena na difrakci rentgenových paprsků na rovinách krystalické mřížky.

Analýza byla provedena na přístroji Empyrean od firmy PANalytical, který je umístěn ve výzkumném centru AdMaS. Vyhodnocování rentgenografu (difraktogramu) probíhá pomocí tabulek, kdy se tzv. píky, které značí zvýšenou intenzitu odražených RTG paprsků, porovnávají s tabulkovými hodnotami. Tyto tabulky a další data jsou nyní shromažďovány a spravovány mezinárodní organizací ICDD (International Centre for Diffraction Data) která sídlí v USA.

3.1.5 Diferenčně termická analýza (DTA)

Diferenční termická analýza je dynamická, tepelně analytická metoda, která je založená na měření rozdílů teplot mezi zkoušeným vzorkem a inertním standardem. V průběhu zahřívání dochází u řady látek k reakcím, při kterých dochází k uvolňování (exotermické reakce) nebo naopak spotřebování tepla (endotermické reakce). Exotermálními reakcemi mohou být například oxidace nebo krystalizace a příkladem endotermních reakcí mohou být dehydratace, dehydroxilace, tvorba taveniny, nebo modifikační přeměna. Během měření je analyzovaný vzorek umístěn do pece, kde je postupně navyšována teplota (dříve se spolu s analyzovaným vzorkem zahříval i inertní standard, ten je však dnes většinou virtuální), díky tomu dochází ve vzorku k reakcím, které zaznamenáváme do křivky. Tato křivka se nazývá termogram, a lze ji použít pro identifikaci látky nebo případně ke sledování průběhu reakcí. V průběhu měření je také zaznamenávána změna hmotnosti v závislosti na změně teploty, tzv. termogravimetrická analýza.

3.1.6 Granulometrie

Podstatou zkoušky je proplavení určitého množství zeminy přes síto o délce strany oka 0,063 mm a prosátí zbytku na tomto síti zachyceném sadou normových sít. Zbytky na jednotlivých sítích se vyjadřují v procentech hmotnosti původní zeminy.[13.]

Zkoušený vzorek zeminy se nejprve musí vysušit do konstantní hmotnosti. Poté odvážíme 200 až 500 gramů, které vsypeme do kádinky, kde se v přebytku vody vytvoří suspenze. Následně tuto suspenzi přelijeme na zkušební síto o hraně oka 0,063 mm. Zbytek, který se zachytí na síti, proplavujeme pod stálým proudem vody tak dlouho, dokud nezačne ze síta vytékat čirá voda. Zbytek na síti se poté

kvantitativně převede do porcelánové misky a opět se vysuší. Po vysušení se vzorek proseje normovou sadou sít. Stanoví se zbytky na jednotlivých sítích a vykreslí se křivka zrnitosti.

3.1.7 Chemické složení ČSN EN ISO 12677

Chemický rozbor žárovzdorných materiálů se podle normy ČSN EN ISO 12677 provádí pomocí rentgenové fluorescenční analýzy metodou tavené perly. Pro rentgenovou fluorescenční analýzu se používá zkratka XRF. Touto metodou lze měřit jak hlinitokřemičité materiály s obsahem 7 % až 45 % Al_2O_3 , tak vysocehlinité materiály s obsahem větším než 45 % Al_2O_3 (další materiály jsou v normě dále specifikovány).

Rozemletý vzorek o velikosti zrna maximálně 100 μm se v nesmáčivém tavícím kelímku z platinové slitiny roztaví s vhodným tavivem. Ze vzniklé taveniny se odlije skelná perla, která se umístí do rentgenového spektrometru. Ve spektrometru dojde k měření intenzity fluorescenčního záření jednotlivých prvků perly indukované rentgenovým zářením. Chemické složení vzorku se následně vypočte porovnáním s předem stanovenými kalibračními křivkami nebo kalibračními rovnicemi, které zohledňují korekce na vzájemné interference jednotlivých prvků. Kalibrační křivky a kalibrační rovnice se určují měřením čistých látek a/nebo ze sériových referenčních materiálů (SeRM). [29.]

3.2 Popis surovin

3.2.1 Jíl FIA

Zkoumaná surovina je odpadní podsítný jíl, který vzniká při těžbě, drcení a třídění žárovzdorných jíků a jílovců pro výpal v šachtových pecích ve výrobním závodě Březina. Tato surovina je označována jako jíl FIA a její parametry jsou popsány v následujících kapitolách.

3.2.1.1 Chemické složení

Stanovení chemického složení bylo provedeno pomocí rentgenové fluorescenční analýzy metodou tavené perly. Tato metoda je popsána v normě ČSN EN ISO 12677. Výsledky analýzy provedené na jílu FIA jsou zobrazeny v následující tabulce.

Tab. 11 Chemické složení suroviny FIA

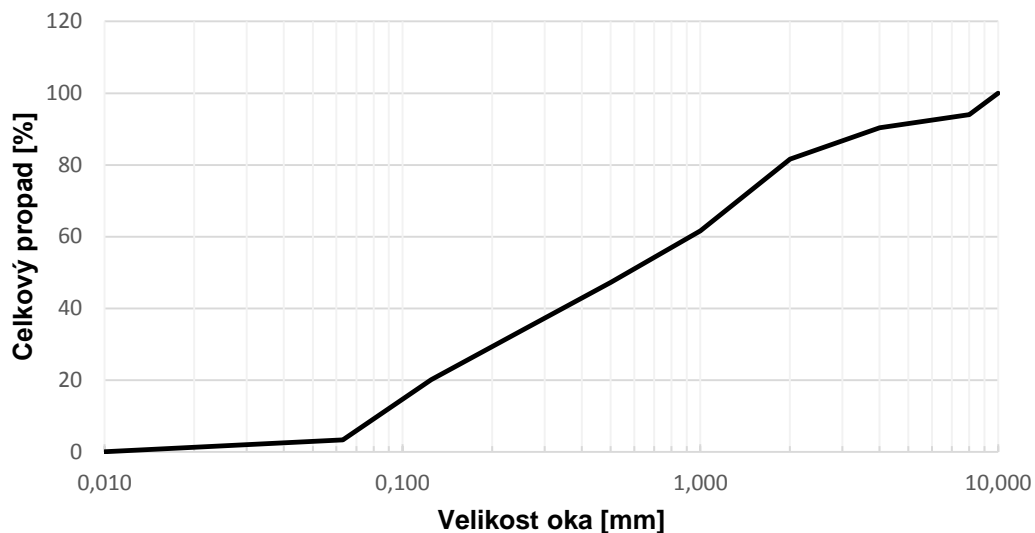
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	ZZ
FIA	53,93	41,17	1,77	1,48	0,22	0,25	0,61	0,23	-16,35

3.2.1.2 Granulometrie

Na stanovení bylo odváženo 300 g vysušeného podsítného podílu jílu FIA, ten byl v přebytku vody rozmíchán, a vzniklá suspenze byla přelita na kontrolní síto o velikosti oka 0,063 mm. Zbytek, který byl zachycen na síti, byl následně promýván pod stálým proudem vody do té doby, než ze síta začala procházet čirá voda. Zachycený zbytek byl po promytí převeden do porcelánové misky a umístěn do sušárny. Po vysušení do ustálené hmotnosti byl vzorek proséván normovou řadou kontrolních sít. Byly použity síta 0,063 mm, 0,0125 mm, 0,25 mm, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 8 mm a 10 mm. Zbytky na jednotlivých sítích byly následně zváženy a byla vykreslena křivka zrnitosti.

Tab. 12 Granulometrie

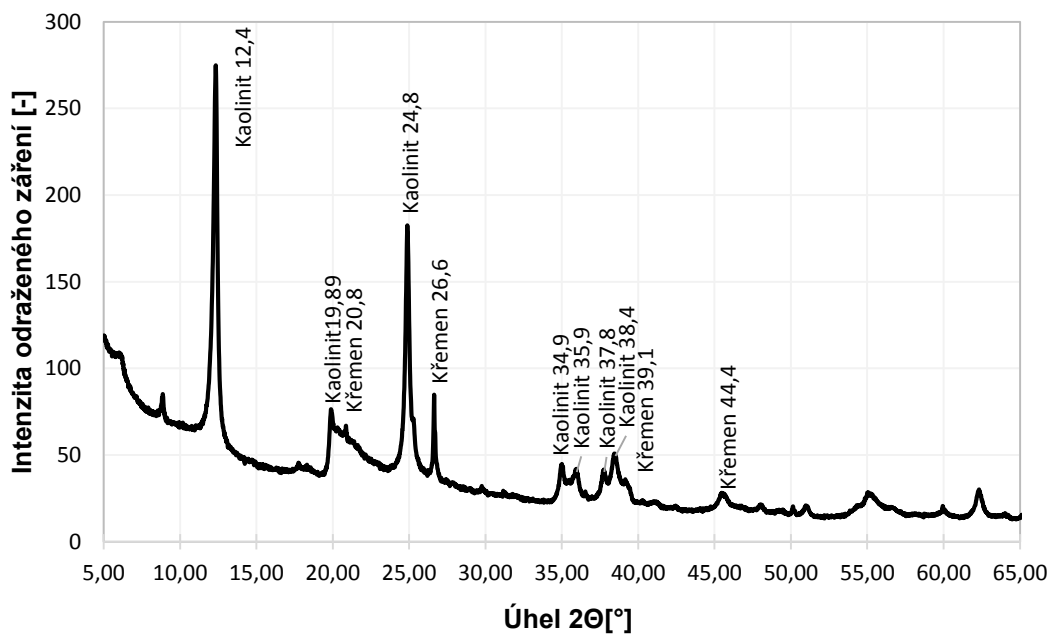
	Propad sítím o velikosti [mm] v %								
	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	10
FIA	3	20	34	47	62	82	90	94	100



Obr. 16 Křivka zrnitosti

3.2.1.3 Mineralogické složení

Vyhodnocování rentgenografu (difraktogramu) probíhá pomocí tabulek. Kdy se tzv. píky, které značí zvýšenou intenzitu odražených RTG paprsků, porovnávají s tabulkovými hodnotami.

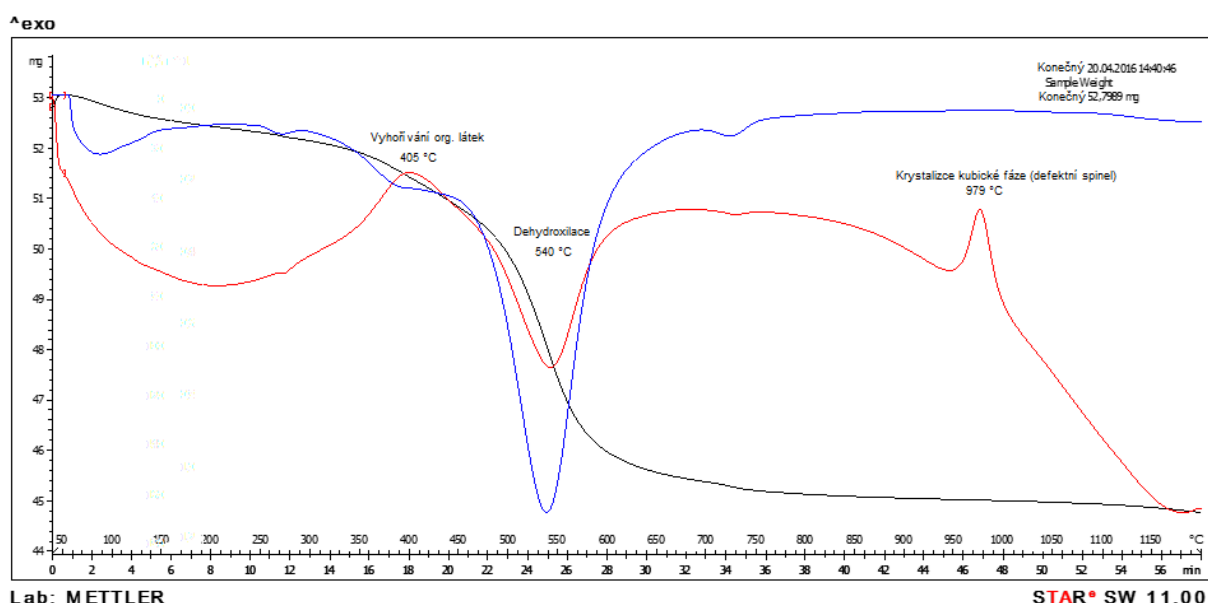


Obr. 17 Difraktogram jílu FIA

3.2.1.4 Diferenčně termická analýza (DTA)

Diferenční termická analýza byla provedena na vzorku odpadního jemného podsítného podílu jílu FIA. Vyhodnocením termogramu bylo zjištěno, že při cca 405 °C dochází k vyhořívání organických látek a při teplotě 540 °C dochází k dehydroxylaci vzorku, která je doprovázena jeho smršťováním. Při teplotě 979 °C dochází ke krystalizaci kubické fáze.

Výpočtem bylo také zjištěno, že zkoumaná surovina obsahuje 67,84 % kaolinitu ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), a že ztráta žíháním činí 15,24 %.



Obr. 18 Diferenčně termická analýza jílu FIA

3.2.2 Technický oxid hlinitý

Technický oxid hlinitý, který byl použit jako korekční surovina při přípravě vysocehlinitého ostřiva se vyrábí z přírodního bauxitu, většinou pomocí tzv. Bayerova postupu. Bauxit je hornina, která obsahuje hydroxid hlinitý jako gibbsit nebo některý z hydroxidů-oxidů hlinitých, jako boehmit nebo diaspor, dále může také obsahovat jílové minerály a železité sloučeniny. Při Bayerově postupu se jemně mletý bauxit rozkládá v ocelovém autoklávu koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného při teplotě 160 – 250 °C a tlaku 0,4 – 0,8 MPa. Během tohoto procesu zreagují nerozpustné oxidy s hydroxidem sodným na rozpustné soli. Následně se filtrací oddělí hlinitanový roztok od tzv. červeného kalu a hlinitanový

roztok se nechá překrystalizovat. Vzniklé krystaly se poté kalcinují na Al_2O_3 . Technický oxid hlinitý se prodává ve formě jemného bílého prášku, který obsahuje 98 % až 99 % Al_2O_3 .

3.3 Příprava zkušebních těles

Na výrobu zkušebních těles byl použit odpadní podsítný jíl FIA, který je blíže popsán v předcházejících kapitolách. Surovina byla nejprve vysušena do konstantní hmotnosti. Následně byla surovina rozdělena a odvážena na jednotlivé části, ke kterým se postupně přidávalo přesně odměřené množství vody pro dosažení požadované vlhkosti směsi. Jako výchozí byly zvoleny vlhkosti o hodnotách 3 %, 6 %, 9 %, 12 % a 15 %. Takto připravená směs byla vždy důkladně promíchána. Případné hrudky, které vznikaly během přidávání vody, byly rozmělněny tak, aby voda (vlhkost) byla ve směsi co nejrovnoměrněji rozptýlena. Po zhomogenizování byl veškerý obsah směsi uzavřen v nepropustném (neprodyšném) polyethylenovém sáčku, který byl umístěn do dalšího polyethylenového sáčku tak, aby se co možná nejvíce zabránilo unikání, nebo případně vnikání vlhkosti z okolního prostředí. Takto připravená směs se nechala minimálně týden odležet. Během této doby, kdy se směs nechávala odležet, byla pravidelně promíchávána tak, aby vlhkost byla rovnoměrně rozptýlena v celém obsahu.

Po odležení suroviny byla vždy laboratorně gravimetricky ověřena vlhkost každé směsi. (Z každé směsi bylo odebráno malé množství vzorku, který se zvažil a následně vysušil do ustálené hmotnosti při 110 ± 5 °C. Z rozdílu hmotnosti před a po sušení se vypočetla výsledná vlhkost směsi.) Od každé vlhkosti (směsi) bylo poté odváženo požadované množství pro výrobu vzorků. Na výrobu jednoho vzorku bylo vždy odváženo 50 g suroviny.

Výroba zkušebních těles nejprve probíhala pomocí hydraulického lisu a kovové formy, ve které byly lisovány cihličky o rozměrech 7 x 7 cm. Celá lisovací sestava skládající se z formy a razníku je znázorněna na následujícím obrázku. Vzorky však měly téměř ihned po vylisování v této formě tendenci se kolmo na směr lisování rozpadat. K rozpadání zřejmě docházelo vlivem špatného odvzdušnění směsi během lisování. Vzduch, který byl ve vzorku během lisování stlačen, měl po odlehčení tendenci se zpět rozpínat a tím docházelo k porušování

vzorků a vzniku trhlin. Detail takto porušeného tělesa je znázorněn na obr. 19. Vzhledem k tomu byl proveden pokus, kdy byly vzorky lisovány pomocí předlisování. To znamená, že se lisuje nadvakrát, nejprve nižším tlakem, po kterém následuje odlehčení a až poté se vzorek lisuje na finální tlak. Během první fáze by mělo dojít k odstranění veškerého přítomného vzduchu, čímž by se mělo zamezit rozpadání vzorků po vylisování. Avšak, žádné výrazné zlepšení nenastalo a proto byla dále na přípravu zkušebních těles použita druhá forma, která již byla vybavena odvzdušňovací drážkou v obvodovém plášti viz obrázek 20.



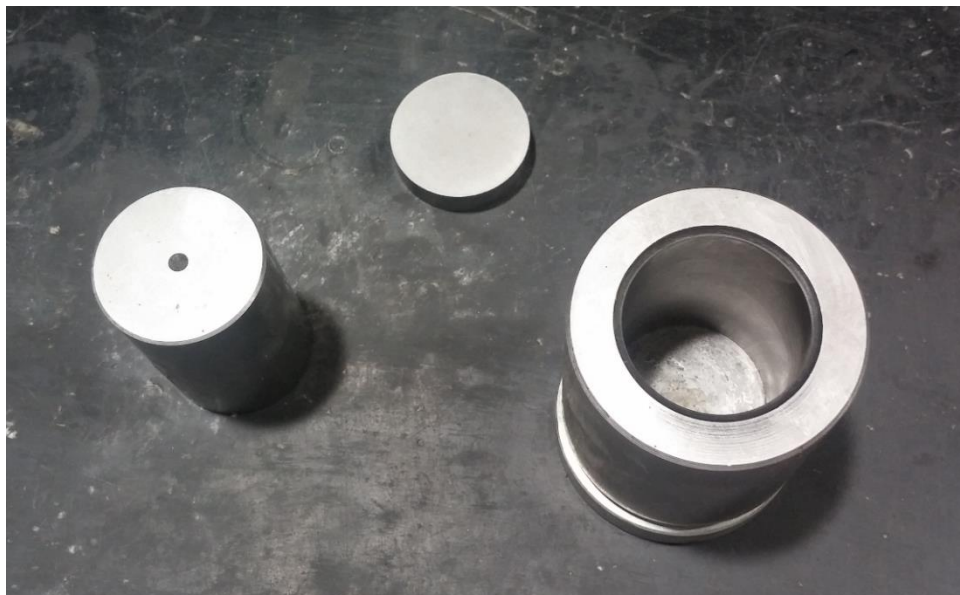
Obr. 19 Kovová forma a porušený vzorek



Obr. 20 Odvzdušnění formy

Vzorky se tedy následně lisovaly v ocelové formě, která je zobrazena na následujícím obrázku. Forma se skládá z podstavce, na který se umísťuje dutý válec a do kterého se sype přesně odvážené množství směsi. Po naplnění se do

válce zasune razník, který přenáší lisovací tlak. Forma musí být před lisováním natřena vazelínou, tak aby se zabránilo případnému zaseknutí formy a také proto, aby šly výlisky snadno vyjmout z formy.



Obr. 21 Lisovací forma



Obr. 22 Vzorok po vylisování

Po vylisování byly vzorky vysušeny v laboratorní sušárně při teplotě 110 ± 5 °C. Výpal probíhal v laboratorní vysokoteplotní superkanthalové peci Clasic. (Obr. 23) Teplota výpalu byla volena na 1200 °C, 1350 °C a 1450 °C.

Přičemž nárůst na tuto teplotu trval 5 hodin a Izotermická výdrž na maximální teplotě byla 4 hodiny.



Obr. 23 Superkanthalová pec

3.4 První etapa experimentu - Jíl FIA

První část experimentu se skládá z ověření vlivu vlhkosti lisovací směsi, vlivu velikosti lisovacího tlaku a vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti šamotového ostřiva, vyrobeného pouze z odpadního podsítného jemného jílu FIA. Za tímto účelem bylo připraveno 5 směsí s rozdílnou vlhkostí (3 %, 6 %, 9 %, 12 %, 15 %), které byly lisovány 5 různými tlaky (10 MPa, 15 MPa, 20 MPa, 25 MPa, 30 MPa). Pro zjištění vlivu vypalovací teploty byly vzorky vypáleny na 1200 °C, 1350 °C a 1450 °C.

3.4.1 Výsledky a vyhodnocení

Výsledky provedených zkoušek a jejich vyhodnocení jsou uvedeny v následujících tabulkách a grafech.

Tab. 13 Parametry vzorků po výpalu na 1200 °C

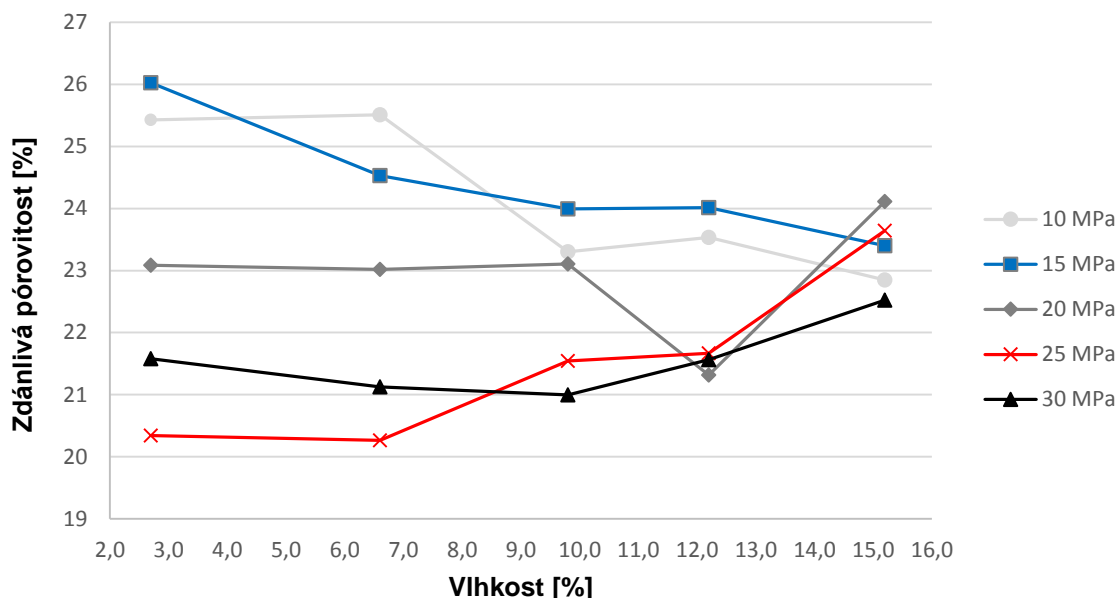
Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
2,7	10	12,6	2012	25,4	2698
	15	13,1	1987	26,0	2687
	20	11,2	2069	23,0	2690
	25	9,5	2137	20,3	2683
	30	10,2	2106	21,6	2686
6,6	10	12,7	2014	25,5	2703
	15	12,1	2035	24,5	2696
	20	11,1	2080	23,0	2702
	25	9,6	2120	20,3	2659
	30	9,9	2130	21,1	2701
9,8	10	11,2	2078	23,3	2709
	15	11,7	2048	24,0	2694
	20	11,1	2086	23,1	2713
	25	10,2	2121	21,5	2703
	30	9,8	2142	21,0	2711
12,2	10	11,3	2074	23,5	2713
	15	11,7	2049	24,0	2697
	20	10,0	2131	21,3	2709
	25	10,3	2111	21,7	2695
	30	10,2	2121	21,6	2704
15,2	10	11,0	2084	22,9	2702
	15	11,2	2080	23,4	2715
	20	11,7	2055	24,1	2708
	25	11,4	2070	23,6	2711
	30	10,7	2096	22,5	2706

Tab. 14 Parametry vzorků po výpalu na 1350 °C

Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
3,2	10	9,8	2119	20,8	2676
	15	9,5	2150	20,5	2703
	20	8,8	2178	19,1	2695
	25	8,6	2195	18,8	2704
	30	7,4	2247	16,7	2698
5,7	10	10,0	2110	21,2	2676
	15	8,6	2192	18,9	2704
	20	8,1	2220	17,9	2704
	25	7,8	2228	17,3	2695
	30	7,1	2263	16,0	2693
8,6	10	9,5	2147	20,5	2699
	15	8,3	2200	18,2	2691
	20	7,6	2236	16,9	2692
	25	7,1	2260	16,1	2694
	30	6,8	2278	15,4	2693
11,6	10	8,6	2190	18,8	2696
	15	7,6	2233	16,9	2687
	20	7,6	2231	17,0	2689
	25	7,5	2243	16,7	2694
	30	7,2	2254	16,2	2688
15	10	7,7	2228	17,0	2688
	15	7,5	2234	16,7	2682
	20	7,9	2220	17,5	2690
	25	7,5	2239	16,8	2690
	30	6,3	2290	14,5	2679

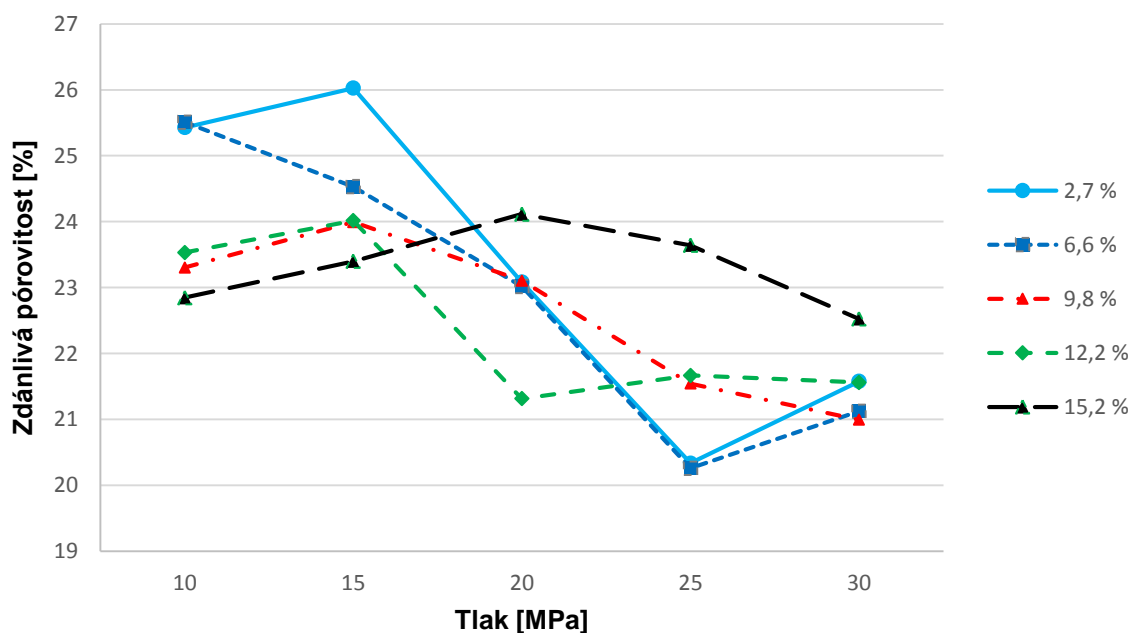
Tab. 15. Parametry vzorků po výpalu na 1450 °C

Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
2,9	10	8,8	2151	19,0	2656
	15	7,5	2212	16,5	2650
	20	6,8	2244	15,4	2651
	25	6,1	2278	13,9	2647
	30	5,7	2299	13,1	2646
5,4	10	8,4	2167	18,3	2651
	15	7,5	2218	16,7	2662
	20	6,4	2261	14,4	2641
	25	6,4	2259	14,4	2640
	30	5,3	2323	12,3	2649
9,3	10	7,4	2222	16,5	2660
	15	6,9	2238	15,4	2644
	20	5,6	2312	13,0	2657
	25	5,2	2322	12,1	2643
	30	4,8	2354	11,3	2652
11,5	10	6,7	2253	15,0	2651
	15	5,3	2322	12,2	2644
	20	4,8	2340	11,3	2638
	25	5,0	2328	11,6	2635
	30	5,0	2333	11,6	2638
14,5	10	6,8	2241	15,3	2645
	15	4,9	2335	11,4	2634
	20	4,7	2338	11,0	2628
	25	4,5	2349	10,5	2625
	30	3,6	2391	8,7	2619



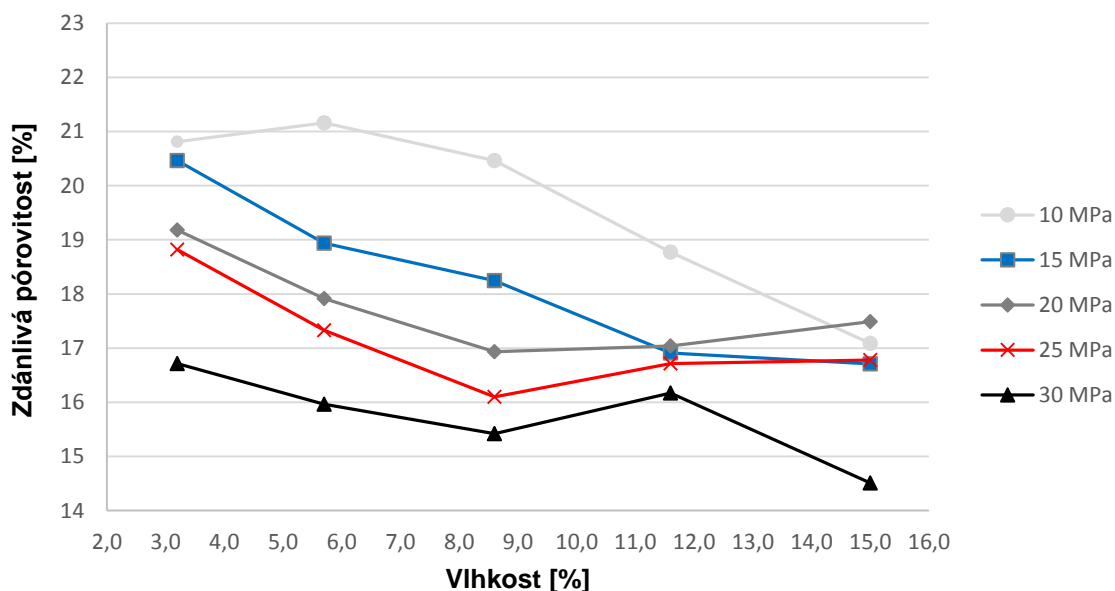
Obr. 24 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1200 °C)

Z grafu je patrné, že velikost lisovacího tlaku ovlivňuje výslednou hodnotu zdánlivé pórovitosti nejvíce při nižších vlhkostech lisovací směsi. Při vlhkostech vyšších než 9,8 % se rozptýl jednotlivých hodnot snižuje. Při 15,2 % vlhkosti lisovací směsi je rozdíl mezi nejvyšší a nejnižší hodnotou zdánlivé pórovitosti jen 1,5 %. Zároveň se zde však nedá říci, že čím vyšší je lisovací tlak tím je nižší zdánlivá pórovitost, neboť nejnižší hodnoty zdánlivé pórovitosti bylo dosaženo při vlhkostech směsi 2,7 % a 6,6 % a lisovacím tlaku 25 MPa.



Obr. 25 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1200 °C)

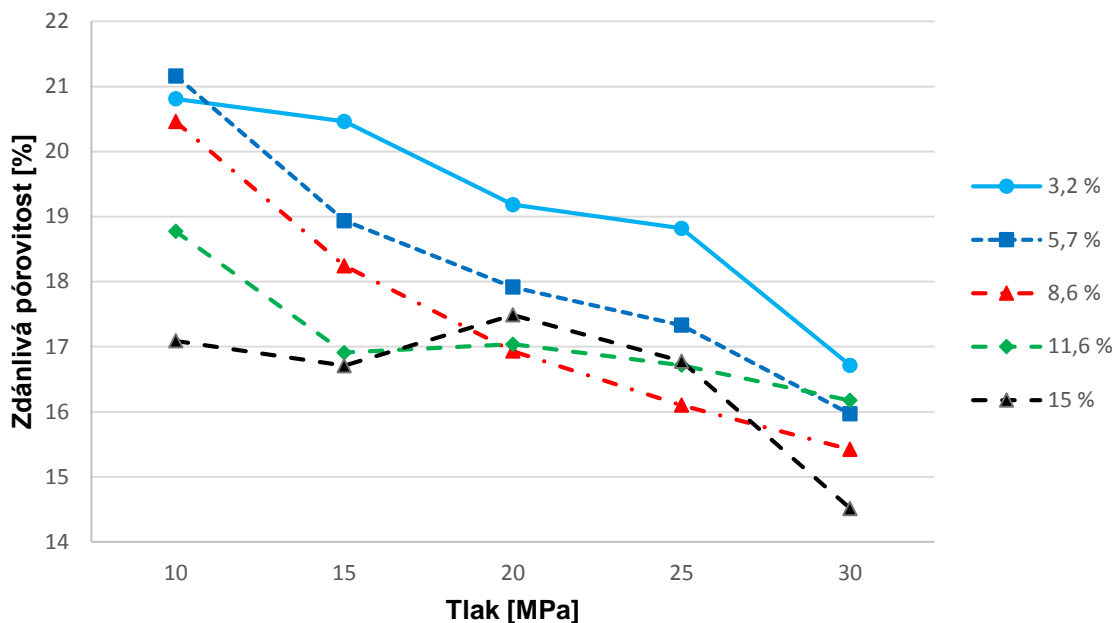
Z grafu na obr. 25 vyplývá, že největší pokles zdánlivé pórovitosti se zvyšujícím se lisovacím tlakem byl naměřen u směsí o vlhkosti 2,7 % a 6,6 %. U směsi s vlhkostí 2,7 % činí rozdíl zdánlivé pórovitosti mezi tlakem 15 MPa a tlakem 25 MPa téměř 6 %. U směsi o vlhkosti 15,2 % lze dokonce pozorovat u tlaků 15 a 25 MPa mírný nárůst zdánlivé pórovitosti oproti tlaku 10 MPa.



Obr. 26 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1350 °C)

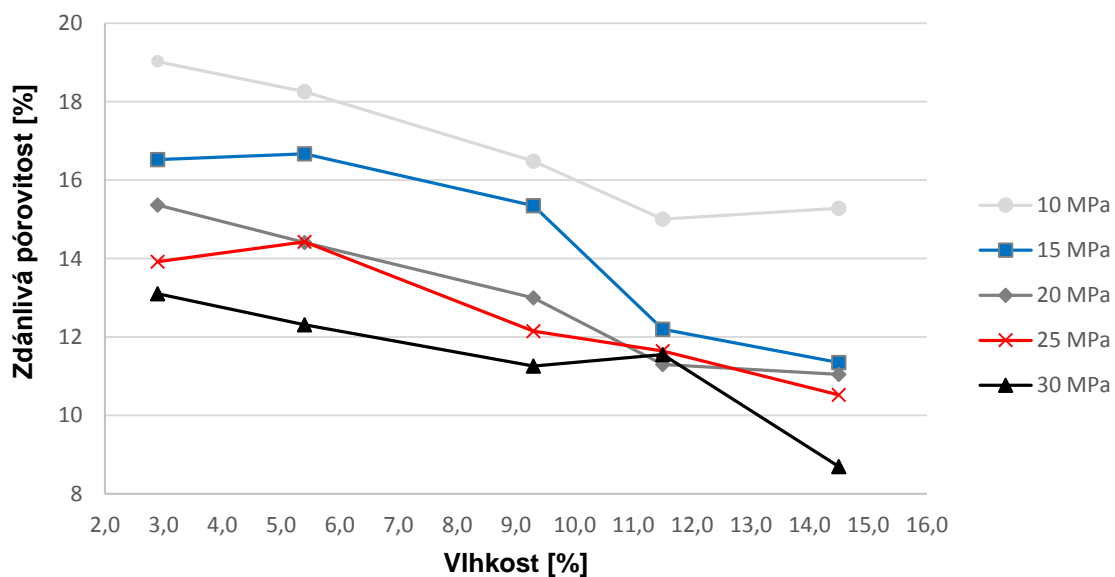
Při výpalu na teplotu 1350 °C je vliv velikosti lisovacího tlaku na výslednou hodnotu zdánlivé pórovitosti již lépe patrný, při nejvyšším tlaku 30 MPa byla u všech vzorků naměřena nejnižší hodnota. Poměrně výrazný je pokles zdánlivé pórovitosti u vzorku, který byl lisován tlakem 30 MPa ze směsí o vlhkosti 15 %. Tento pokles, však mohl být zapříčiněn tím, že část směsi se během lisování vytlačila mezi razníkem a stěnou formy ven. Tím pádem měl vzorek menší výšku.

Pomineme-li vzorek lisovaný tlakem 30 MPa ze směsí o vlhkosti 15 %, jehož výsledná hodnota zdánlivé pórovitosti mohla být ovlivněna rozdílnou výškou vzorku, tak nejnižší hodnota zdánlivé pórovitosti byla neměřena u vzorku lisovaného tlakem 30 MPa ze směsí o vlhkosti 8,6 %. I u tlaků 20 a 25 MPa byla nejnižší hodnota naměřena u vzorků lisovaných právě ze směsí o vlhkosti 8,6 %.



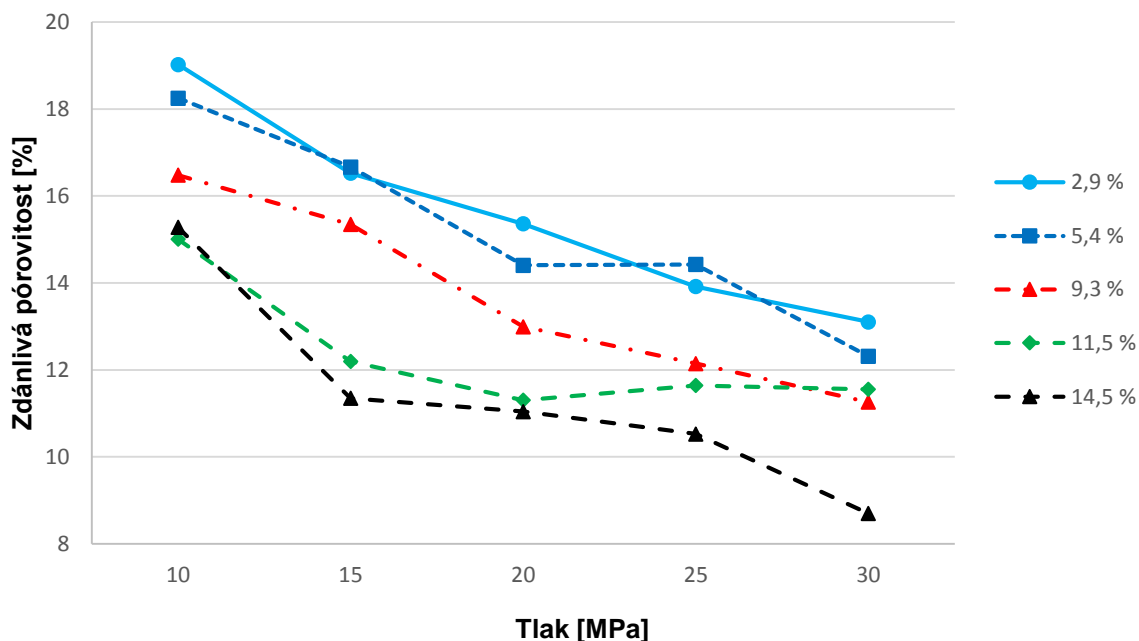
Obr. 27 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1350 °C)

Pokles zdánlivé pórovitosti se vzrůstajícím tlakem je zde dobře patrný, pouze u směsi o vlhkosti 15 % došlo k mírnému nárůstu zdánlivé pórovitosti při zvýšení tlaku z 15 MPa na 20 MPa, Při dalším zvýšení tlaku na 25 MPa je však hodnota zdánlivé pórovitosti téměř totožná s hodnotou která byla naměřena u vzorku, který byl lisován pouze tlakem 15 MPa.



Obr. 28 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1450 °C)

Díky vyšší teplotě výpalu 1450 °C zdánlivá pórovitost u všech vzorků klesla pod 20 %, dokonce v případě vzorku, který byl lisovaný tlakem 30 MPa ze směsi o vlhkosti 14,5 % hodnota zdánlivé pórovitosti klesla pod 10 %. Avšak tato hodnota mohla být ovlivněna menší výškou vzorku, neboť stejně jako v případě vzorků vypálených na 1350 °C tak i zde při lisování nejvyšším tlakem 30 MPa ze směsi o nejvyšší vlhkosti 14,5 % došlo k vytlačení části směsi ven z formy.

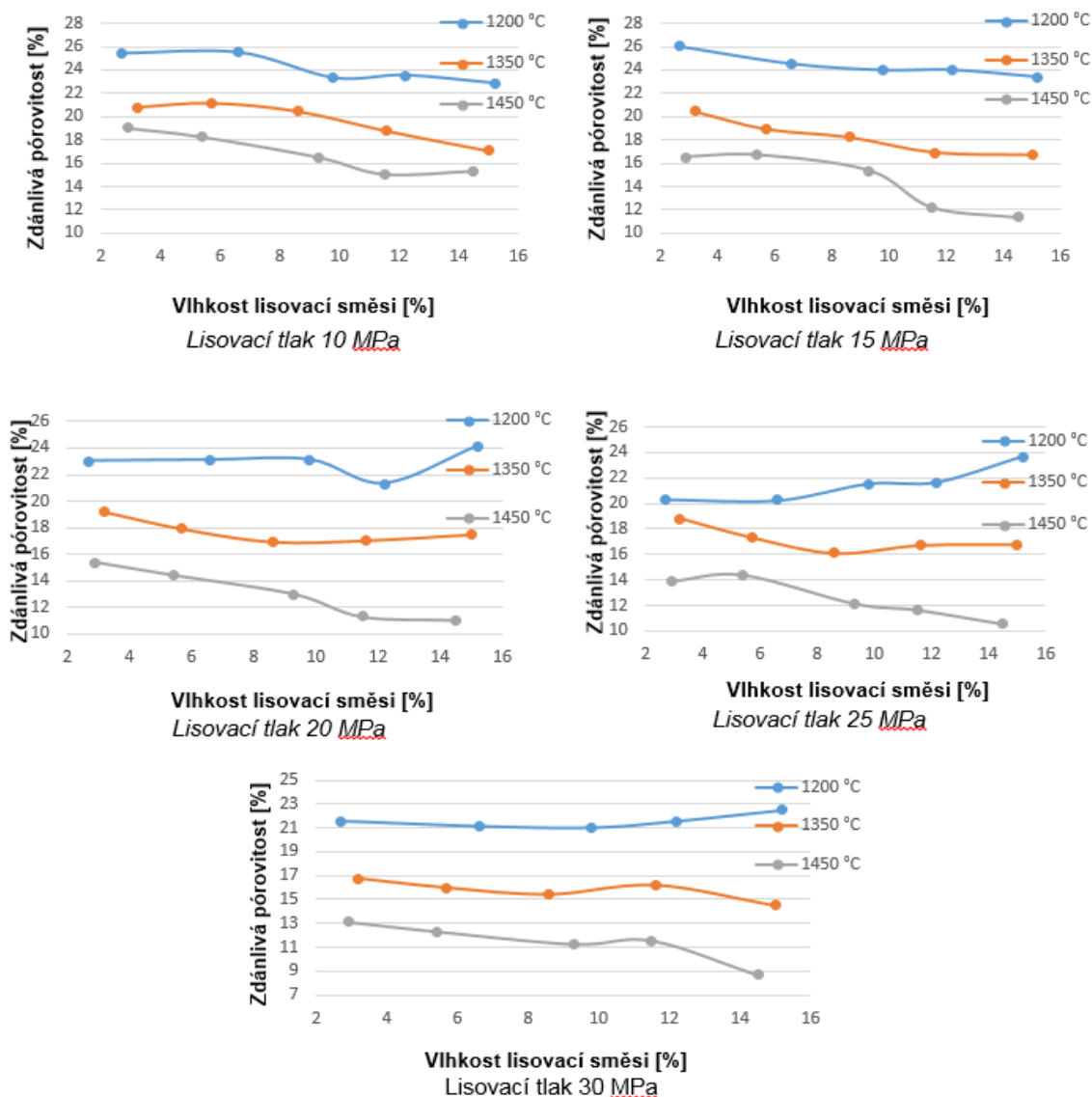


Obr. 29 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1450 °C)

Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku je u vzorků vyrobených ze směsí o vlhkosti 2,9 % a 5,4 % téměř srovnatelná. Obdobně je tomu i při nižších tlacích (do 20 MPa) u směsí s vlhkosti 11,5 % a 14,5 %. Výrazný je zde především pokles zdánlivé pórovitosti u vzorku, který byl lisován ze směsi o vlhkosti 14,5 % tlakem 30 MPa, avšak tato hodnota, jak už bylo zmíněno výše, může být ovlivněna rozdílnou velikostí zkušební vzorku.

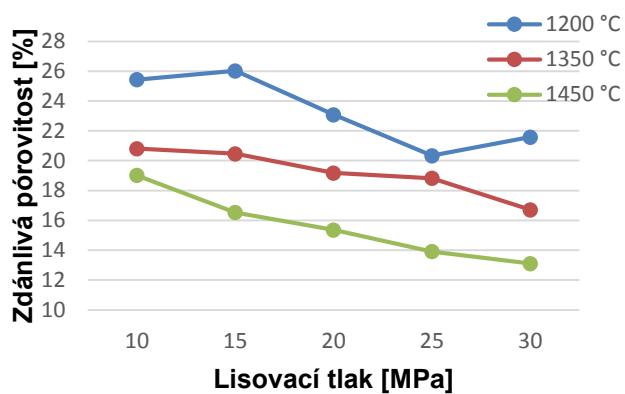
Vliv teploty výpalu

Pro určení vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti ostřiva, byly připraveny tři sady zkušebních vzorků, které byly vypáleny na teploty 1200 °C, 1350 °C a 1450 °C.

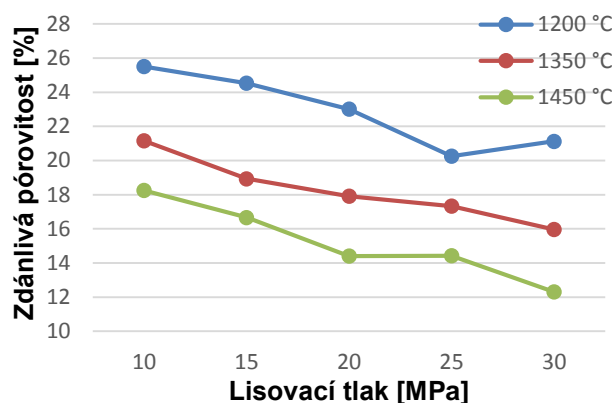


Obr. 30 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu

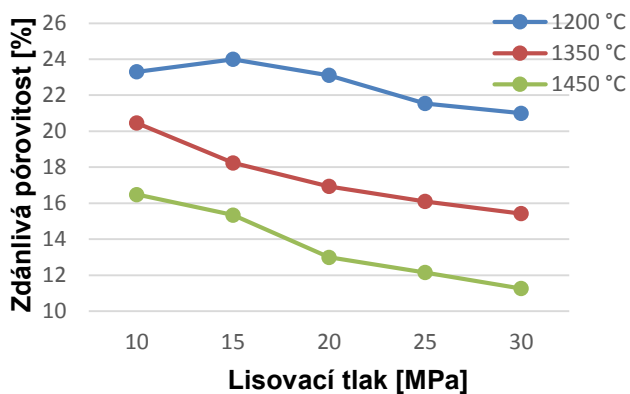
Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti se projevuje především u teplot výpalu 1350 °C a 1450 °C, kdy má zdánlivá pórovitost tendenci s rostoucí vlhkostí klesat.



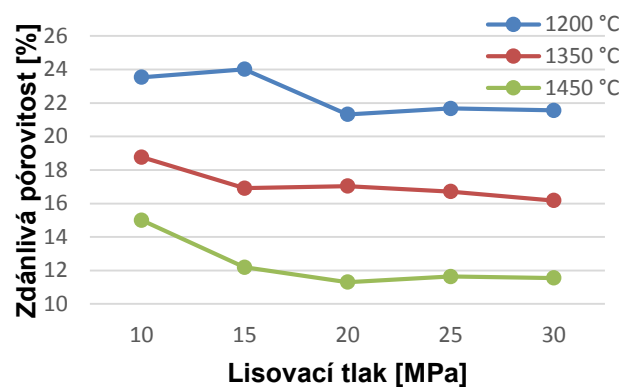
$w \approx 3\%$



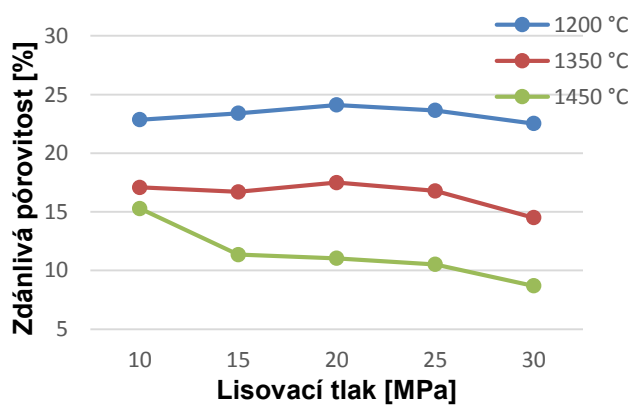
$w \approx 6\%$



$w \approx 9\%$



$w \approx 12\%$



$w \approx 15\%$

Obr. 31 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu

Na grafech na obr. 30 a obr 31 je jasně patrné, že s rostoucí teplotou výpalu lze dosáhnout výrazně nižších hodnot zdánlivé pórovitosti. Při vyšších teplotách výpalu dojde k lepšímu slinutí směsi a vzorky vypálené při vyšších teplotách tak dosahovaly i vyšších objemových hmotností. Především teplota 1200 °C se jeví jako nedostatečná, neboť při této teplotě hodnota zdánlivé pórovitosti ani v jednom případě neklesla pod 20 %, což podle ČSN 72 1300 znamená zařazení do nejhorší 5 kategorie.

Stanovení distribuce velikosti pórů

Na vybraných vzorcích bylo provedeno stanovení pórovitosti a distribuce velikosti pórů pomocí vysokotlakého rtuťového porozimetru. Výsledky jsou uvedeny v následujících tabulkách a grafech. Na obr. č. 39 je uvedeno srovnání hodnot naměřených pomocí hydrostatického vážení a pomocí vysokotlaké rtuťové porozimetrie.

Tab. 16 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1200 °C

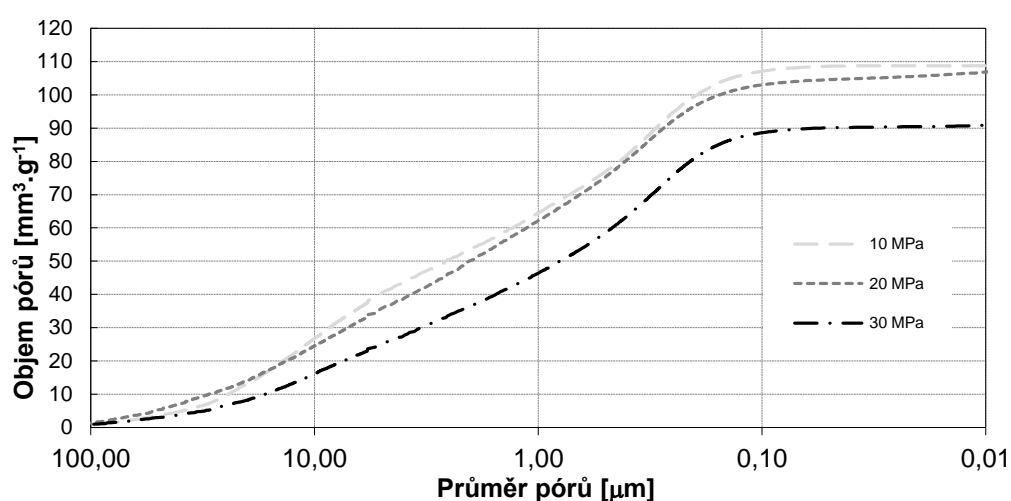
Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
9,8	10	108,79	0,324	22,6	2689
	20	106,92	0,327	22,7	2746
	30	90,93	0,344	19,3	2635

Tab. 17 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1350 °C

Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
8,6	10	89,80	10,396	22,2	2657
	20	71,99	8,588	16,0	2651
	30	61,59	4,692	14,2	2695

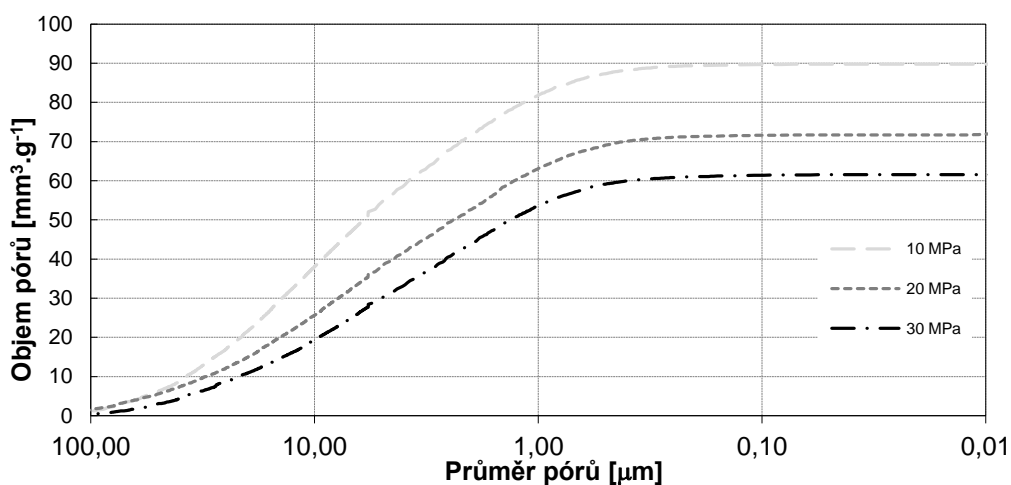
Tab. 18 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1450 °C

Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
9,3	10	79,27	18,604	17,5	2681
	20	54,74	10,577	12,8	2687
	30	46,33	7,026	10,9	2640
14,5	10	55,25	27,453	12,9	2673
	20	40,18	6,590	9,5	2613
	30	30,04	8,511	7,2	2585



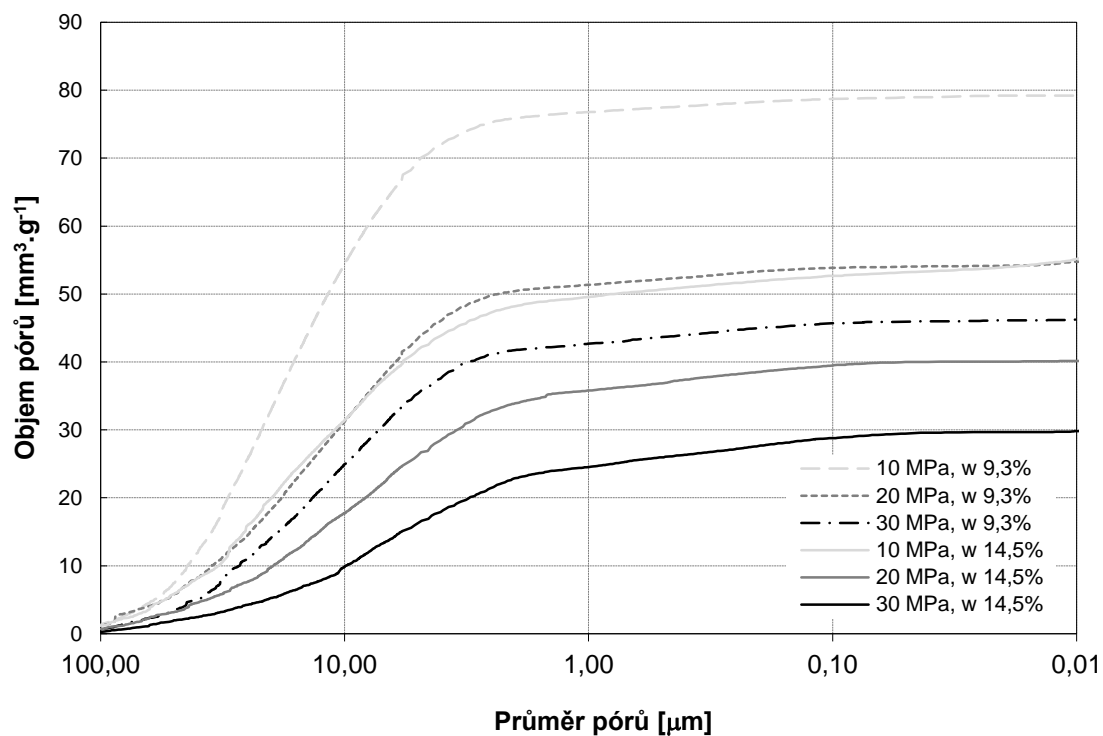
Obr. 32 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1200 °C (w 9,8 %)

Vzorky, které byly vypáleny na teplotu 1200 °C a které byly lisovány tlakem 10 a 20 MPa, mají téměř totožnou distribuci velikosti pórů, tudíž lisovací tlak zde neměl příliš velký vliv.



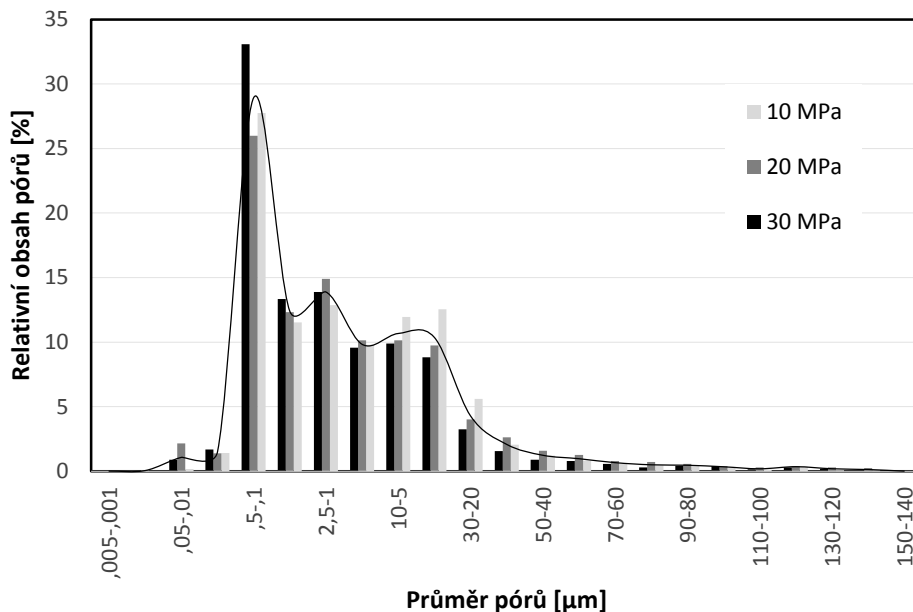
Obr. 33 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1350 °C (w 8,6 %)

Při teplotě výpalu na 1350 °C je již vliv tlaku na distribuci velikosti pórů lépe pozorovatelný. Především je zde dobře patrný rozdíl mezi tlakem 10 MPa a tlaky 20 MPa a 30 MPa. Vzorek lisovaný tlakem 10 MPa obsahuje větší množství větších pórů v rozmezí 10 až 20 μm .



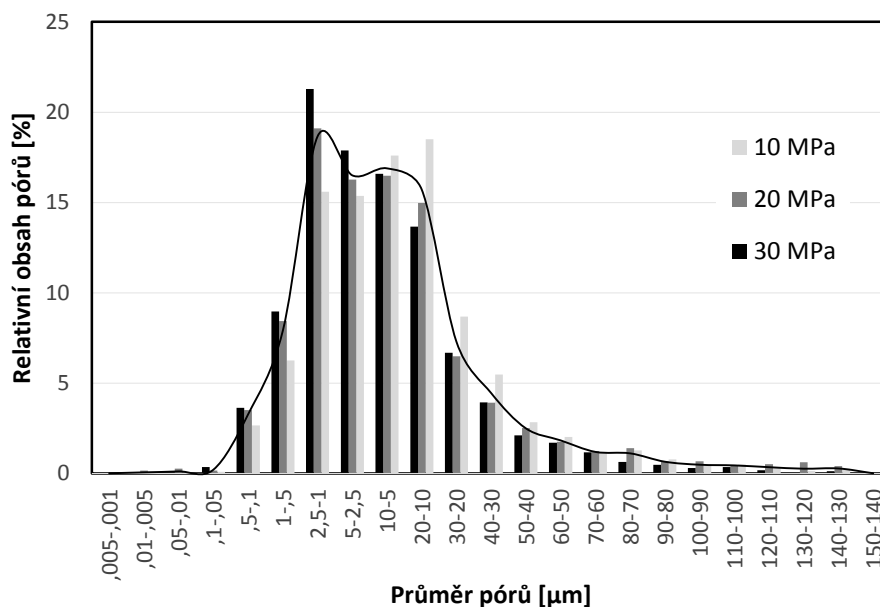
Obr. 34 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C

Téměř totožnou distribuci velikosti pórů a i hodnotu zdánlivé pórovitosti má vzorek vypálený při teplotě 1450 °C, který byl lisován tlakem 10 MPa ze směsi o vlhkosti 14,5 % a vzorek lisovaný tlakem 20 MPa ze směsi o vlhkosti 9,3 %. Dále je zde patrný výrazně větší obsah pórů v rozmezí od 10 do 40 μm , který obsahuje vzorek lisovaný tlakem 10 MPa ze směsi o vlhkosti 9,3 %.



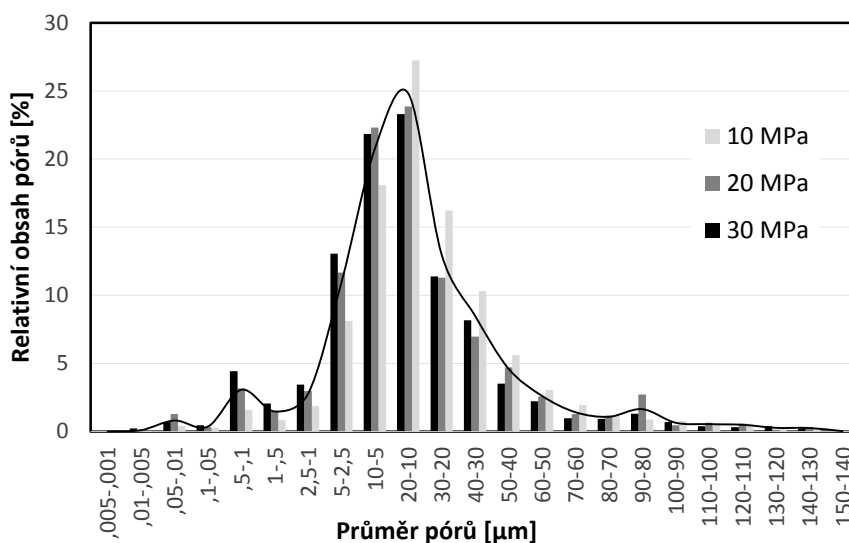
Obr. 35 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1200 °C (w 9,8 %)

Vzorky, které byly vypáleny na 1200 °C, obsahují póry převážně v rozmezí od 0,5 do 20 μm, přičemž nejvíce pórů se nachází v rozmezí 0,1 až 0,5 μm. U vzorku, který byl lisován tlakem 30 MPa se v tomto rozmezí nachází téměř 35 % všech jeho pórů a vzorky lisované tlakem 10 MPa a 20 MPa obsahují v tomto rozmezí více než 25 %.

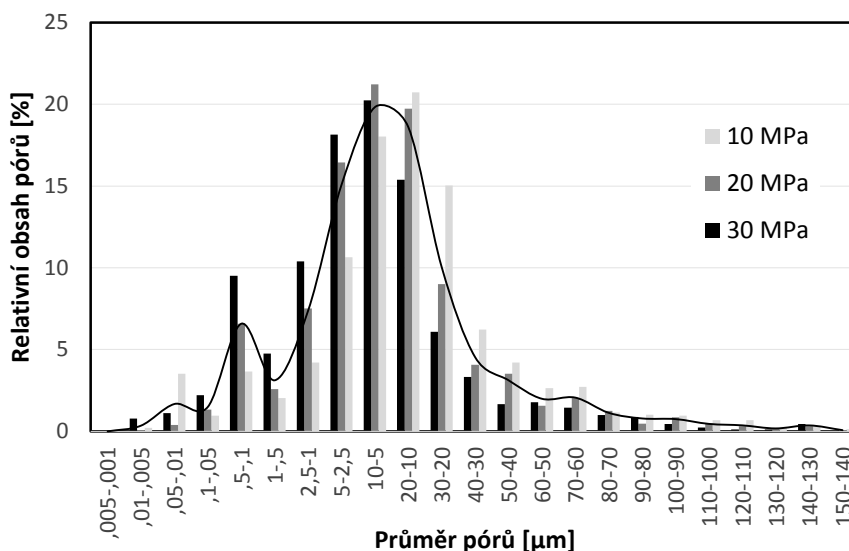


Obr. 36 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1350 °C (w 8,6 %)

Vzorky vypálené na teplotu 1350 °C obsahují převážně póry v rozmezí 0,5 až 30 μm . Obsah póru je zde rovnoměrněji rozložen oproti nižší vypalovací teplotě.

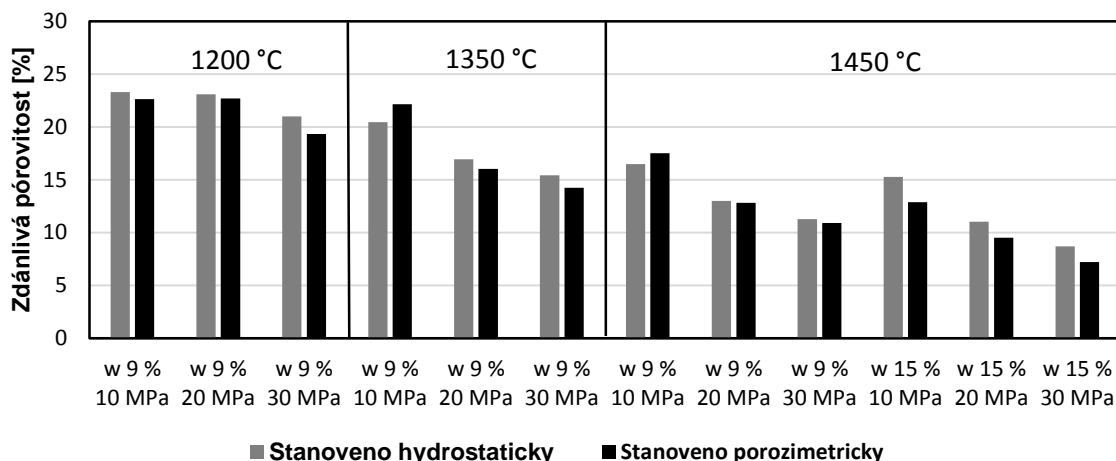


Obr. 37 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C, (w 9,3 %)



Obr. 38 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C (w 14,5 %)

Vzorky vypálené na teplotu 1450 °C obsahují převážně póry až od velikosti 2,5 do 40 μm , Vzorek lisovaný tlakem 30 MPa ze směsi o vlhkosti 14,5 % obsahuje i téměř 10 % pórů v rozmezí 0,1 - 0,5 μm . Lze tedy konstatovat, že póry se s rostoucí teplotou výpalu mírně zvyšují, avšak měrný objem pórů s rostoucí teplotou klesá.

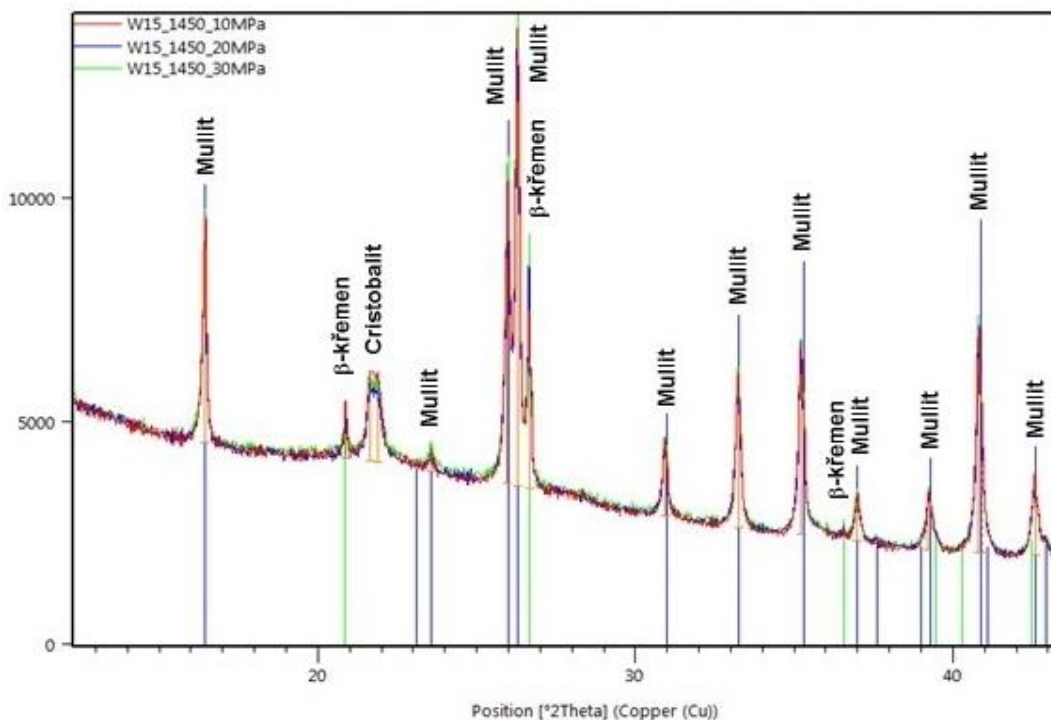


Obr. 39 Zdánlivá pórovitost stanovená porozimetry a pomocí hydrostatického vážení

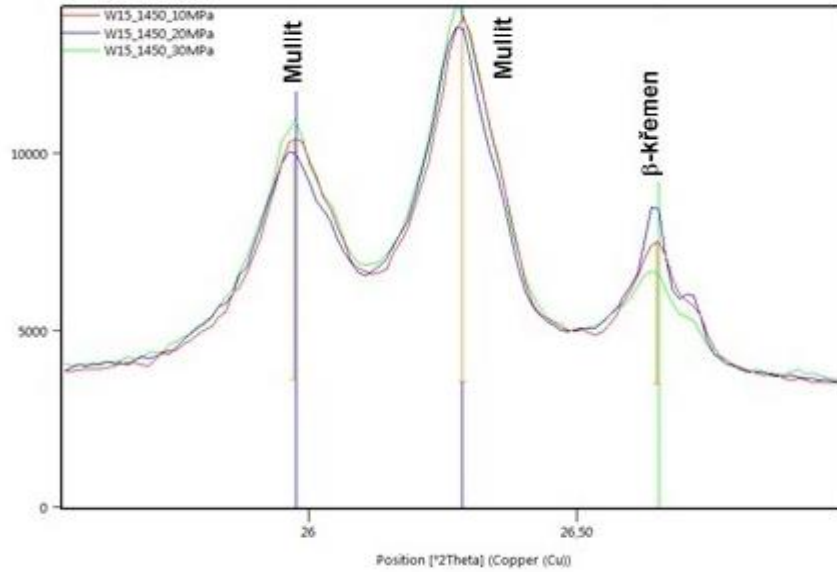
Z grafu na obrázku 39 je patrné, že hodnoty zdánlivých pórovitostí, které byly naměřeny pomocí hydrostatického vážení a pomocí vysokotlakého rtuťového porozimetru jsou téměř srovnatelné. Největší odchylka činí 2,4 %, avšak průměrná odchylka činí pouze 0,6 %.

Mineralogické složení

Z výsledků provedené rentgenové difrakční analýzy vyplývá, že sledované vzorky obsahují mullit, β -křemen, cristobalit a určité množství skelné fáze.

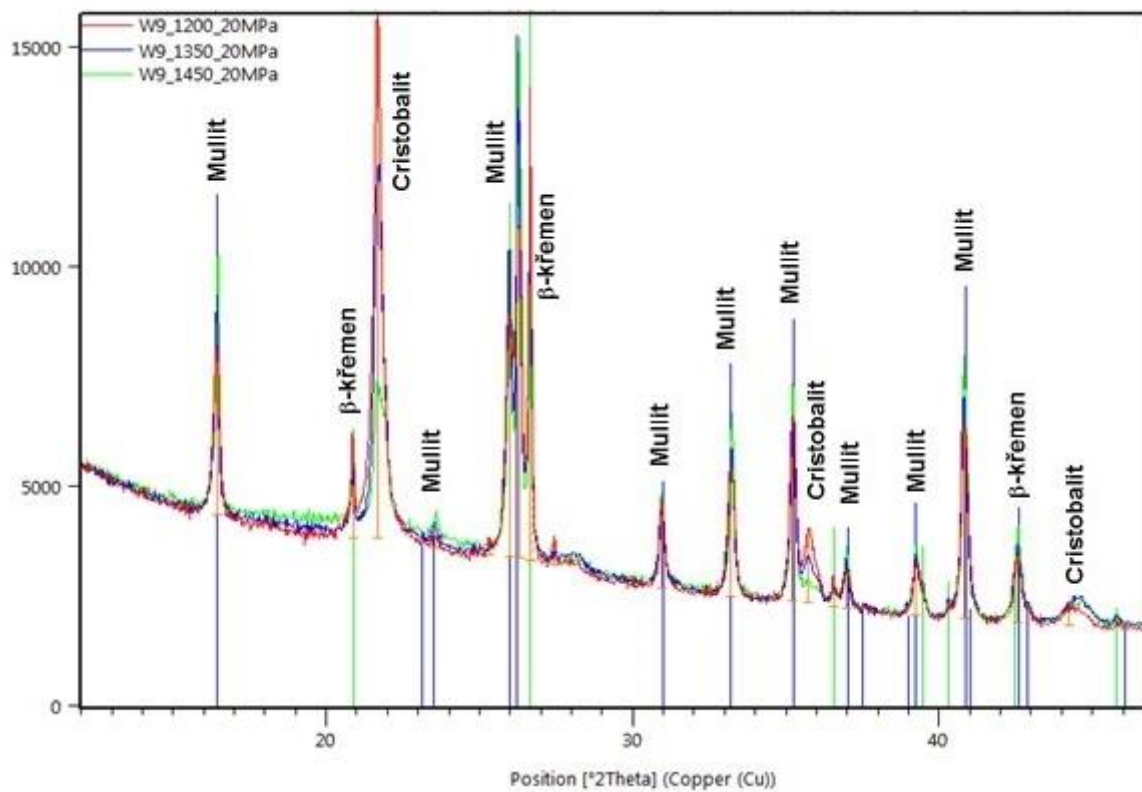


Obr. 40 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie

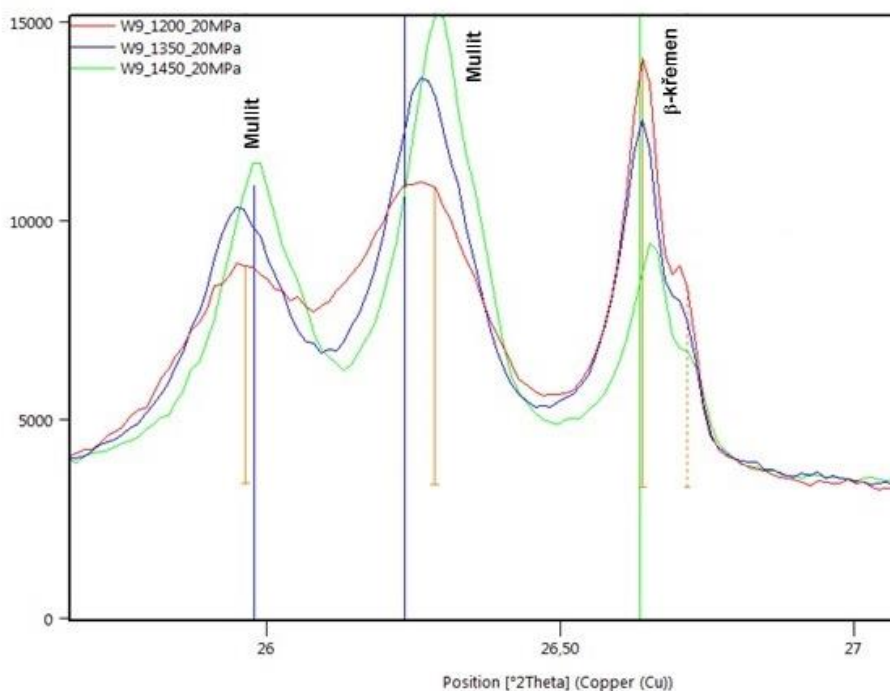


Obr. 41 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (detail)

Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie není při celkového pohledu téměř zřetelný, avšak v detailním pohledu je vliv již patrný. S rostoucím lisovacím tlakem se oba píky mullitu zvyšují, zatímco píky křemene se s rostoucím tlakem snižují. Z toho lze usuzovat, že velikost lisovacího tlaku má jistý vliv na výslednou mineralogii.



Obr. 42 Vliv teploty výpalu na změnu mineralogie



Obr. 43 Vliv teploty výpalu na změnu mineralogie (detail)

Vliv teploty výpalu na změnu mineralogie je už i při celkovém pohledu poměrně dobře patrný. Při nejvyšší teplotě výpalu 1450 °C jsou píky mullitu jednoznačně nejvyšší. S klesající teplotou se píky mullitu snižují, zatímco píky cristobalitu a křemene se zvyšují. Změna je ještě lépe patrnější na detailu na obr. 43. Velikost změny jednotlivých píků jasně ukazuje, že teplota výpalu má značný vliv na výslednou mineralogii.

Zhodnocení první etapy

U vzorků vypálených na teplotu 1200 °C dosahovala průměrná zdánlivá pórovitost hodnoty 23 %, což by podle ČSN 72 1300 znamenalo zatřídění až do 5 kategorie, vzorky vypálené na teplotu 1350 °C lze zařadit do 4 kategorie a vzorky vypálené na 1450 °C lze zařadit do 3 kategorie. Z výsledků je jasně patrné, že vypalovací teplota má na výsledné vlastnosti značný vliv. Zdánlivá pórovitost měla u většiny vzorků tendenci se s rostoucím tlakem zmenšovat, avšak s rostoucí vlhkostí se vliv velikosti lisovacího tlaku zmenšuje. S rostoucím tlakem klesá také měrný objem pórů a snižuje se i jejich průměrná velikost. S rostoucí teplotou výpalu se průměrná velikost pórů zvyšuje, avšak měrný objem pórů s rostoucí teplotou klesá.

Z výsledků rentgenové difrakční analýzy vyplývá, že se zvyšujícím se lisovacím tlakem se naměřené píky mullitu zvyšují, zatímco píky křemene se s rostoucím tlakem snižují. Největší změny v mineralogii se však projevují při srovnání jednotlivých teplot výpalů. S rostoucí teplotou se píky mullitu zvyšují, zatímco píky cristobalitu a křemene se snižují. Velikost změny jednotlivých píků jasně ukazuje, že teplota výpalu má značný vliv na výsledné mineralogické složení.

Na výsledky získané z této etapy navazuje etapa druhá, která se již zabývá výrobou a ověřováním vlastností vysocehlinitého hlinitokřemičitého ostřiva. Ve druhé etapě se vzorky již vypalovaly na teploty 1350 °C, 1450 °C a 1550 °C, neboť vypalovací teplota 1200 °C se ukázala jako nedostatečná.

3.5 Druhá etapa experimentu

Druhá etapa experimentu se skládala z výpočtu a navržení receptury pro výrobu vysocehlinitého ostřiva. V rámci tohoto experimentu byly navrženy tři směsi s obsahem 50, 55 a 62 % Al_2O_3 . Obsah 55 % Al_2O_3 ve směsi odpovídá vysocehlinitým ostřivům polosilimanitové skupiny, zatímco obsah 62 % Al_2O_3 odpovídá skupině silimanitové. Podle normy ČSN EN ISO 10081-1 (Klasifikace žárovzdorných výrobků tvarových hutných- Hlinitokřemičité výrobky) se vysocehlinité výrobky dělí podle obsahu Al_2O_3 do sedmi skupin. Výrobky s obsahem 50 % Al_2O_3 patří do skupiny s označením HA 45, a obsah 55 a 62 % řadí výrobky do skupiny HA 55. Na zkušebních vzorcích vyrobených z těchto směsí bylo dále provedeno ověření vlivu vlhkosti lisovací směsi, vlivu velikosti lisovacího tlaku a vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti ostřiva. Vlhkosti lisovacích směsí a použité lisovací tlaky, vycházejí z první etapy experimentu.

3.5.1 Návrh a příprava vysocehlinitého ostřiva

Návrh receptur vycházel z chemického rozboru, kterým bylo zjištěno procentuální zastoupení jednotlivých oxidů ve vyžíhaném odpadním jemném jílu FIA. Poté bylo výpočtem zjištěno jaké množství oxidu hlinitého je potřeba dodat, aby výsledná směs dosahoval požadovaných parametrů. Poměry mísení

jednotlivých složek, tedy jílu FIA a technického oxidu hlinitého jsou popsány v následující tabulce.

Smísením přesně naváženého množství technického oxidu hlinitého a vysušeného jílu FIA byla vždy vytvořena směs, která se následně nechala 24 hodin homogenizovat v homogenizátoru. Ke směsi bylo poté přidáno přesně odměřené množství vody, nezbytné pro vytvoření směsi o požadované vlhkosti (5 %, 10 %, 15 %). Takto vytvořená směs se nechala ve dvou polyethylenových pytlících týden odležet, aby se vlhkost ve směsi rovnoměrně rozptýlila. Během této doby byla surovina pravidelně promíchávána. Po týdnu se ze směsi pomocí hydraulického lisu v kovové formě vylisovaly zkušební vzorky. Vzorky byly lisovány tlakem 10 MPa, 20 MPa a 30 MPa. Po vylisování se vzorky nechaly vysušit v sušárně při teplotě 110 ± 5 °C a následně byly vypáleny v superkanthalové peci na teploty 1350 °C, 1450 °C a 1550 °C.

Tab. 19 Receptury pro přípravu pracovních hmot

	FIA [%]	Technický oxid hlinitý [%]
Šamot se zvýšeným obsahem Al_2O_3 50 % Al_2O_3	92,93	7,07
Polosilimanitové ostřivo 55 % Al_2O_3	89,35	10,65
Silimanitové ostřivo 62 % Al_2O_3	84,78	15,22



Obr. 44 Vzorky vypálené na teplotu 1350 °C



Obr. 45 Vzorky vypálené na teplotu 1450 °C



Obr. 46 Vzorky vypálené na teplotu 1550 °C

3.5.2 Výsledky a vyhodnocení

Výsledky provedených zkoušek jsou zobrazeny v následujících tabulkách a grafech. Grafy na obrázku 47 a 48 jsou pro srovnání doplněny hodnotami zdánlivých pórovitostí naměřených na vzorcích vyrobených pouze z odpadního jemného jílu FIA, který obsahuje 41 % Al_2O_3 .

Tab. 20 Parametry vzorků vypálených na 1350 °C

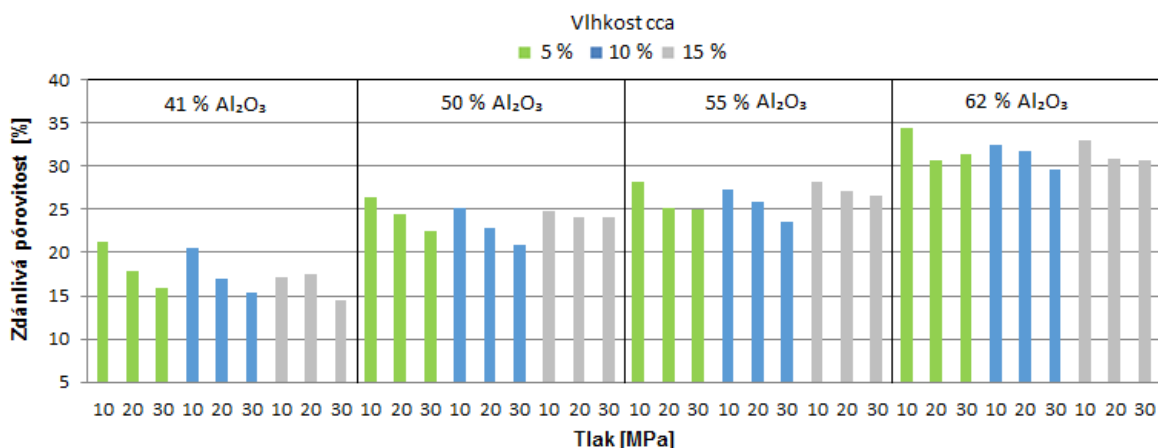
Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	5	10	13,0	2039	26,5	2773
		20	11,7	2091	24,5	2769
		30	10,4	2146	22,4	2765
	10	10	12,1	2070	25,1	2765
		20	10,7	2140	22,9	2775
		30	9,6	2184	20,9	2760
	15	10	11,8	2099	24,9	2794
		20	11,4	2118	24,1	2793
		30	11,3	2123	24,0	2794
55	5	10	14,0	2006	28,1	2790
		20	12,0	2089	25,0	2788
		30	11,9	2095	25,0	2793
	10	10	13,4	2028	27,3	2788
		20	12,4	2082	25,8	2806
		30	11,1	2133	23,6	2792
	15	10	13,9	2026	28,2	2820
		20	13,1	2063	27,0	2827
		30	12,8	2071	26,6	2821
62	5	10	18,5	1863	34,4	2841
		20	15,6	1958	30,6	2822
		30	16,1	1957	31,4	2854
	10	10	16,7	1933	32,4	2857
		20	16,1	1961	31,7	2870
		30	14,7	2010	29,5	2851
	15	10	17,0	1940	33,0	2895
		20	15,5	1989	30,8	2875
		30	15,4	1996	30,7	2881

Tab. 21 Parametry vzorků vypálených na 1450 °C

Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	5	10	10,3	2127	22,0	2725
		20	9,3	2182	20,2	2733
		30	8,2	2225	18,1	2719
	10	10	9,8	2152	21,1	2728
		20	8,0	2238	18,0	2729
		30	7,4	2263	16,8	2718
	15	10	8,8	2203	19,4	2732
		20	8,4	2224	18,7	2737
		30	8,5	2228	18,9	2746
55	5	10	12,2	2065	25,1	2758
		20	10,9	2115	23,1	2750
		30	9,2	2182	20,2	2734
	10	10	11,8	2084	24,5	2761
		20	9,9	2165	21,4	2753
		30	8,4	2225	18,8	2739
	15	10	10,7	2135	22,9	2768
		20	10,4	2155	22,5	2779
		30	10,1	2170	22,0	2780
62	5	10	15,1	1960	29,6	2782
		20	14,4	1996	28,8	2802
		30	12,6	2060	26,0	2785
	10	10	14,6	1987	29,0	2799
		20	13,2	2051	27,2	2817
		30	12,7	2078	26,3	2819
	15	10	13,7	2039	28,0	2833
		20	12,5	2090	26,2	2833
		30	12,4	2094	26,0	2828

Tab. 22 Parametry vzorků vypálených na 1550 °C

Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Nasákavost [%]	Objemová hmotnost [kg·m ⁻³]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	5	10	7,7	2195	16,8	2638
		20	6,2	2249	14,0	2616
		30	5,6	2281	12,7	2614
	10	10	6,9	2239	15,4	2646
		20	5,4	2292	12,5	2618
		30	5,2	2281	11,8	2585
	15	10	5,8	2292	13,4	2646
		20	5,2	2315	12,1	2635
		30	4,9	2330	11,5	2633
55	5	10	9,7	2140	20,7	2701
		20	8,3	2187	18,1	2671
		30	7,6	2234	17,0	2691
	10	10	8,3	2179	18,1	2662
		20	6,5	2270	14,8	2665
		30	6,3	2293	14,4	2677
	15	10	8,0	2218	17,9	2700
		20	7,2	2263	16,3	2702
		30	6,8	2269	15,5	2686
62	5	10	13,0	2010	26,2	2722
		20	12,3	2045	25,2	2734
		30	11,4	2090	23,8	2742
	10	10	13,1	1995	26,1	2701
		20	9,7	2152	20,9	2722
		30	9,1	2184	19,8	2724
	15	10	11,4	2094	23,8	2749
		20	9,6	2177	20,8	2750
		30	9,4	2196	20,6	2764

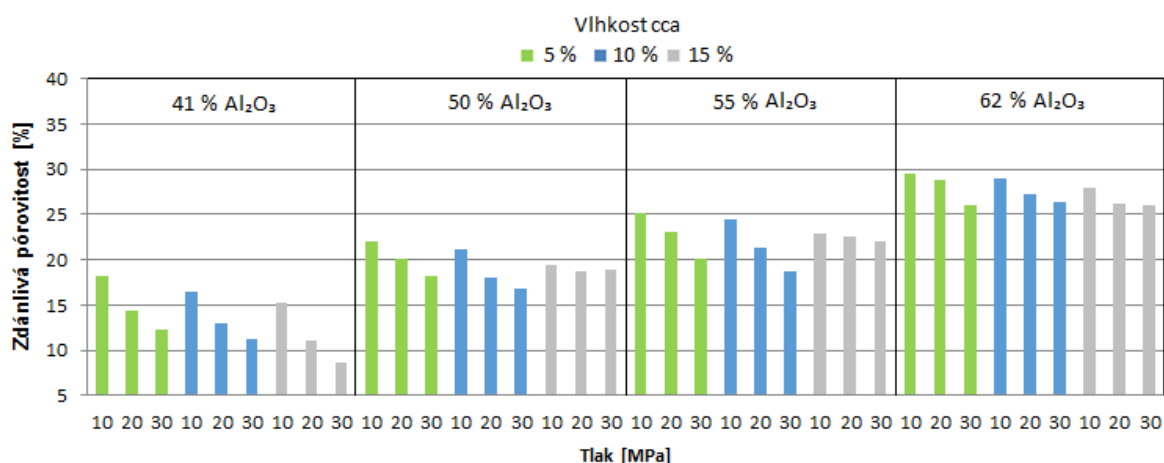


Obr. 47 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al_2O_3 (výpal 1350 °C)

Při výpalu na 1350 °C hodnoty zdánlivé pórovitosti u vzorků, se zvýšeným obsahem Al_2O_3 ani v jednom případě neklesly pod 20 %. Pouze vzorek s obsahem 50 % Al_2O_3 , který byl vylisovaný tlakem 30 MPa ze směsi o vlhkosti 10 % se hodnotou zdánlivé pórovitosti přiblížil nevyšším hodnotám, které byly naměřeny u vzorků vyrobených pouze z jílu FIA bez přidaného technického oxidu hlinitého. Hodnota zdánlivé pórovitosti se s rostoucím obsahem Al_2O_3 zvyšovala.

Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku je poměrně dobře viditelná na vzorcích, které byly vyrobeny ze směsí o vlhkosti 5 a 10 %. S rostoucím lisovacím tlakem se zdánlivá pórovitost snižuje. U vzorků, které byly lisovány ze směsí o vlhkosti 15 % již není tato závislost tak patrná.

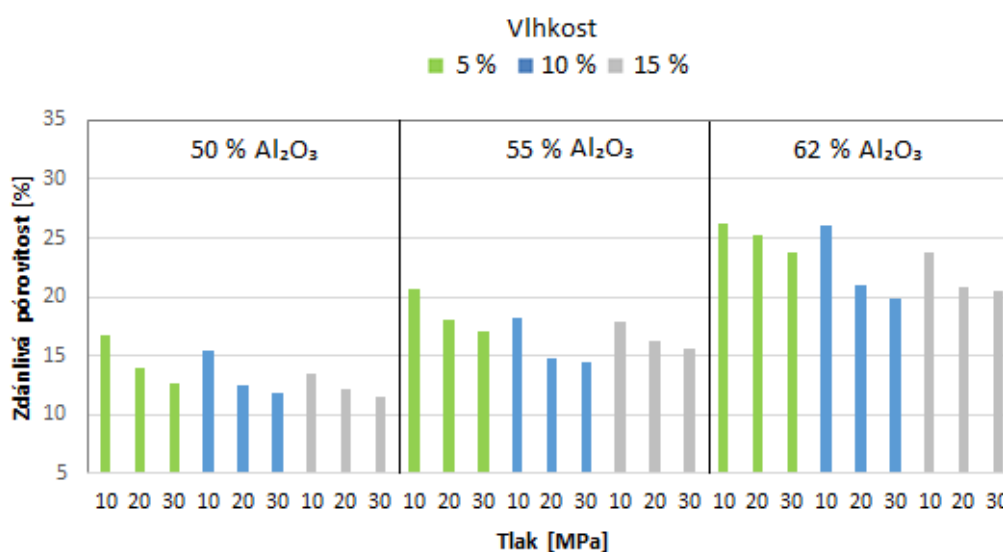
Nejnižší hodnoty zdánlivé pórovitosti byly shodně naměřeny u vzorků vysocehlinitého ostřiva, které byl lisovány tlakem 30 MPa ze směsí o vlhkosti 10%.



Obr. 48 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al_2O_3 (výpal 1450 °C)

Hodnoty zdánlivé pórovitosti jsou při teplotě výpalu 1450 °C v průměru o cca 4 % nižší oproti teplotě výpalu 1350 °C. Při teplotě výpalu 1450 °C se hodnoty zdánlivé pórovitosti u vzorků s 55 % obsahem Al₂O₃, pohybují na stejné úrovni jako u vzorků s 50 % obsahem Al₂O₃, které byly vypáleny na nižší teplotu 1350 °C. Z toho je tedy jasně patrné, že s rostoucím obsahem Al₂O₃ je pro dokonalé slinutí směsi potřeba vyšší teplota.

Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku je opět dobře patrná na vzorcích, které byly vyrobeny ze směsí o vlhkosti 5 a 10 %, zatímco u vzorků, které byly lisovány ze směsí o vlhkosti 15 %, je vliv tlaku na hodnotu zdánlivé pórovitosti minimální.



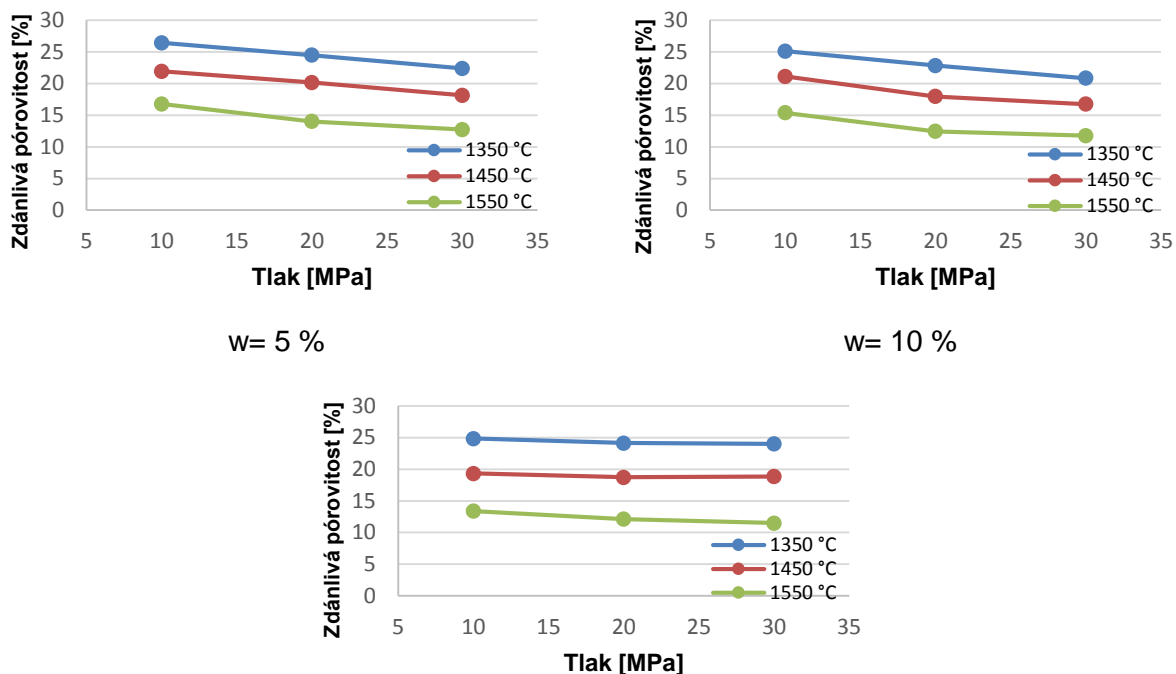
Obr. 49 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al₂O₃ (výpal 1550 °C)

Zdánlivá pórovitost se u vzorků, které byly vypáleny na teplotu 1550 °C ze směsi s 62% obsahem Al₂O₃ pohybovala pod hodnotou 25 %, pouze vzorky lisované tlakem 10 MPa ze směsi o vlhkosti 5 % a 10 % tuto hodnotu lehce překračovaly. U vzorků lisovaných ze směsí s 50% a 55% obsahem Al₂O₃ byla naměřena hodnota zdánlivé pórovitosti nižší než 20 %. Tuto hodnotu překračoval pouze vzorek lisovaný tlakem 10 MPa ze směsi o vlhkosti 5 % s obsahem 55 % Al₂O₃.

Vliv tlaku na hodnotu zdánlivé pórovitosti je zde pozorovatelný u všech vlhkostí, avšak pouze při vlhkosti 5 % se projevuje rozdíl při všech tlacích. U vzorků vyrobených ze směsí o vlhkosti 10 a 15 % je patrný rozdíl mezi 10 MPa a 20 MPa, avšak rozdíl mezi 20 MPa a 30 MPa již není tak patrný.

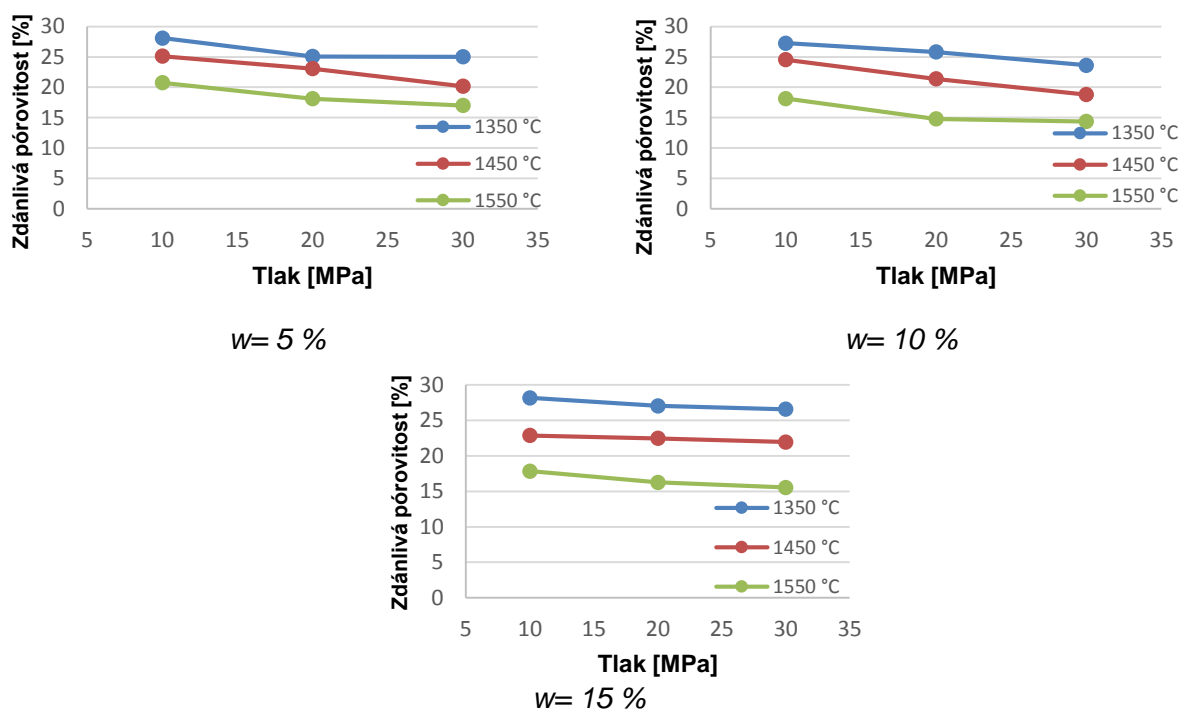
Vliv vypalovací teploty

Pro určení vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti vysocehlinitého ostřiva byly připraveny tři sady zkušebních vzorků, které byly vypáleny na teploty 1350 °C, 1450 °C a 1550 °C.



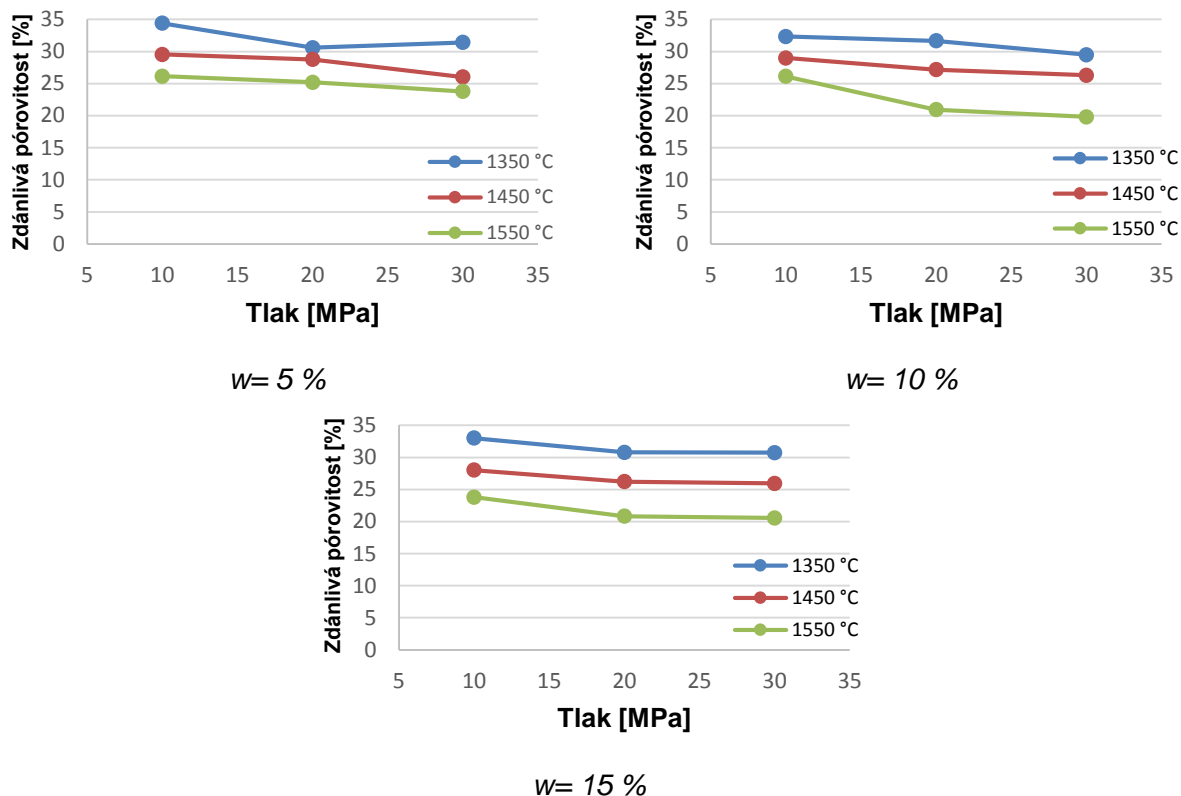
w = 15 %

Obr. 50 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu (50 % Al₂O₃)



w = 15 %

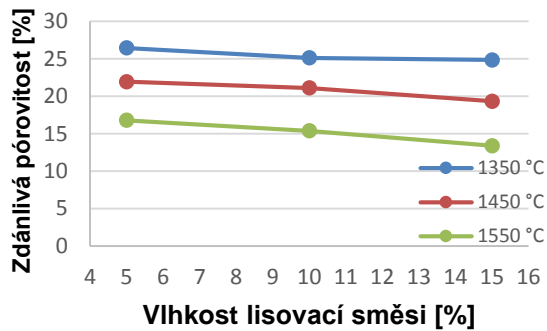
Obr. 51 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu (55 % Al₂O₃)



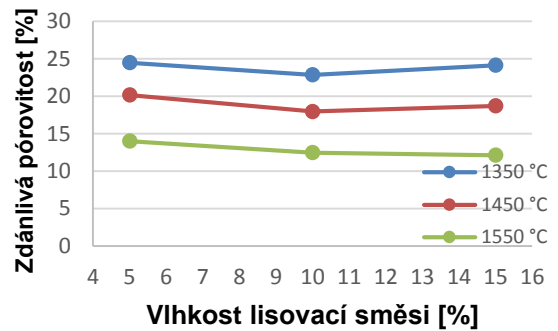
Obr. 52 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu (62 % Al₂O₃)

U vzorků vyrobených ze směsi s obsahem 50% a 55 % Al₂O₃ se pokles hodnot zdánlivé pórovitosti s rostoucím lisovacím tlakem projevuje především při vlhkostech 5 % a 10 %, pouze u teploty výpalu 1550 °C je tato závislost patrná i při vlhkosti 15 %. Pokles hodnot zdánlivé pórovitosti s rostoucím lisovacím tlakem je u vzorků vyrobených ze směsi s obsahem 62 % Al₂O₃ viditelný u všech vlhkostí. Především při vlhkosti lisovací směsi 15 % je patrné, že rozdíl se převážně vyskytuje mezi tlaky 10 MPa a 20 MPa.

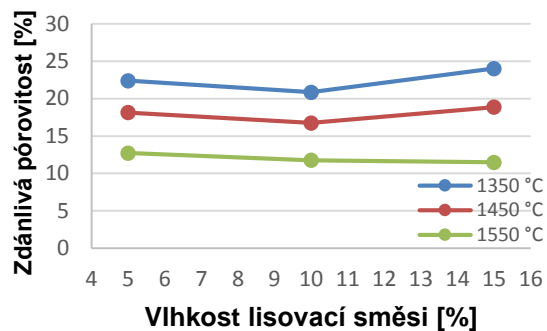
Při porovnání jednotlivých teplot výpalů je jasně patrné, že čím vyšší je teplota výpalu, tím nižší je hodnota zdánlivé pórovitosti, protože během výpalu dojde k lepšímu slinutí vzorku.



Lisovací tlak 10 MPa



Lisovací tlak 20 MPa

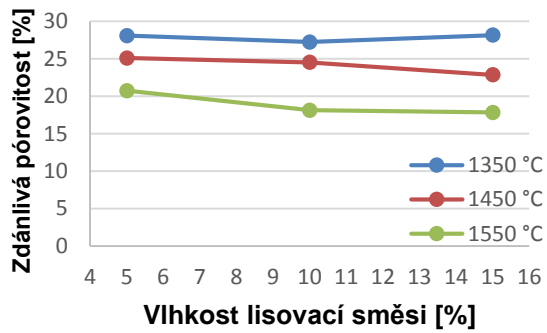


Lisovací tlak 30 MPa

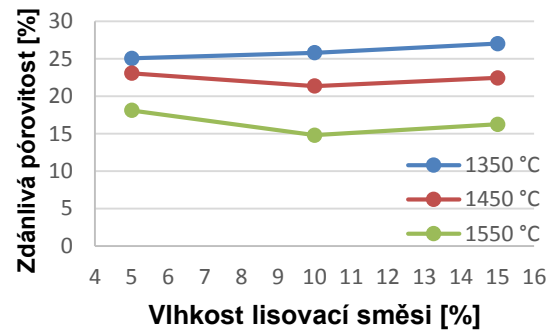
Obr. 53 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu (50 % Al₂O₃)

U vzorků vyrobených ze směsi s 50% obsahem Al₂O₃ se při lisovacím tlaku 10 MPa zdánlivá pórovitost s rostoucí vlhkostí mírně snižuje při všech teplotách výpalu, avšak při vyšších lisovacích tlacích 20 MPa a 30 MPa se hodnota zdánlivé pórovitosti snižuje pouze při teplotě výpalu 1550 °C. Při teplotách výpalu 1350 °C a 1450 °C se zdánlivá pórovitost při vlhkosti lisovací směsi 15 % zvyšuje a při lisovacím tlaku 30 MPa je hodnota zdánlivé pórovitosti při 15 % dokonce vyšší než při vlhkosti 5 %.

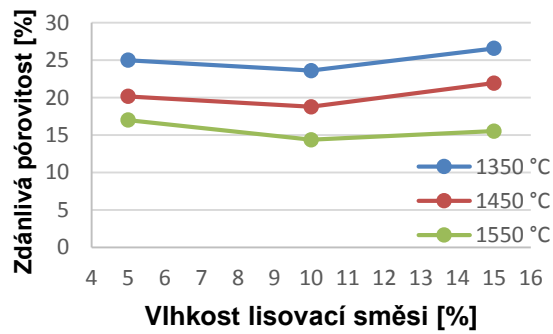
U vzorků vyrobených ze směsi s 55% obsahem Al₂O₃ se při lisovacím tlaku 10 MPa a teplotě výpalu 1350 °C zdánlivá pórovitost s rostoucí vlhkostí téměř nemění, avšak při vyšších teplotách výpalu (1450 °C a 1550 °C) s rostoucí vlhkostí zdánlivá pórovitost mírně klesá. Při vyšších lisovacích tlacích 20 MPa a 30 MPa se nejnížší hodnota zdánlivé pórovitosti vyskytuje u vzorků vyrobených ze směsi o vlhkosti 10 %, pouze u vzorků vypálených na 1350 °C, které byly lisovány tlakem 20 MPa byla nejnížší hodnota zdánlivé pórovitosti naměřena u vzorku vyrobeného ze směsi o vlhkosti 5 %.



Lisovací tlak 10 MPa

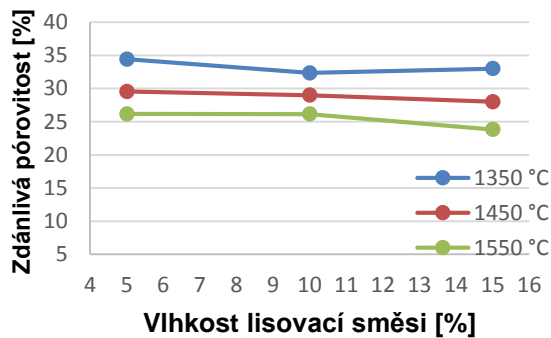


Lisovací tlak 20 MPa

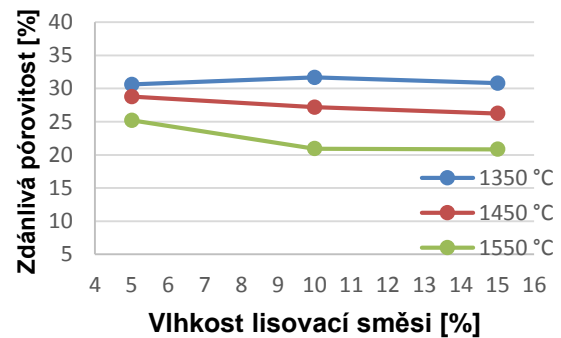


Lisovací tlak 30 MPa

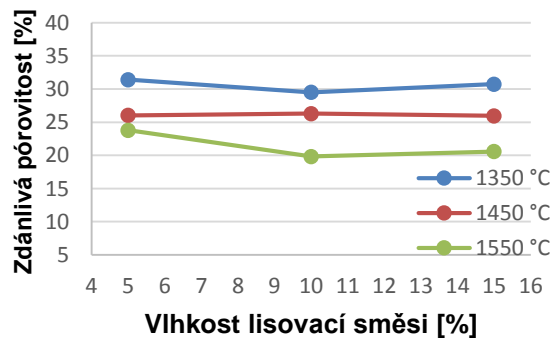
Obr. 54 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu (55 % Al₂O₃)



Lisovací tlak 10 MPa



Lisovací tlak 20 MPa



Lisovací tlak 30 MPa

Obr. 55 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu (62 % Al₂O₃)

Při teplotě výpalu 1350 °C a obsahu 62 % Al₂O₃ se zdánlivá pórovitost s rostoucí vlhkostí lisovací směsi příliš nemění, při lisovacím tlaku 10 MPa se hodnoty pohybují mezi 32 % a cca 34 %, při tlacích 20 MPa a 30 MPa se hodnoty zdánlivé pórovitosti pohybují zhruba v rozmezí 30 % a 32 %. Zdánlivá pórovitost se nijak výrazně nemění ani v případě vypalovací teploty 1450 °C. Ovšem při vypalovací teplotě 1550 °C a lisovacích tlacích 20 MPa a 30 MPa je závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi již patrná. Zdánlivá pórovitost u vzorků vyrobených ze směsi o vlhkosti 5 % dosahuje v obou případech nejvyšších hodnot, avšak rozdíl mezi vlhkostmi 10 % a 15 % již není patrný.

Stanovení distribuce velikosti pórů

Na vybraných vzorcích bylo provedeno stanovení pórovitosti a distribuce velikosti pórů pomocí vysokotlakého rtuťového porozimetru. Vybrány byly vzorky vypálené na 1350 °C, 1450 °C a 1550 °C, které byly lisované tlaky 10 MPa, 20 MPa a 30 MPa ze všech směsí o vlhkosti 10 %. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v následujících tabulkách a grafech.

Tab. 23 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1350 °C

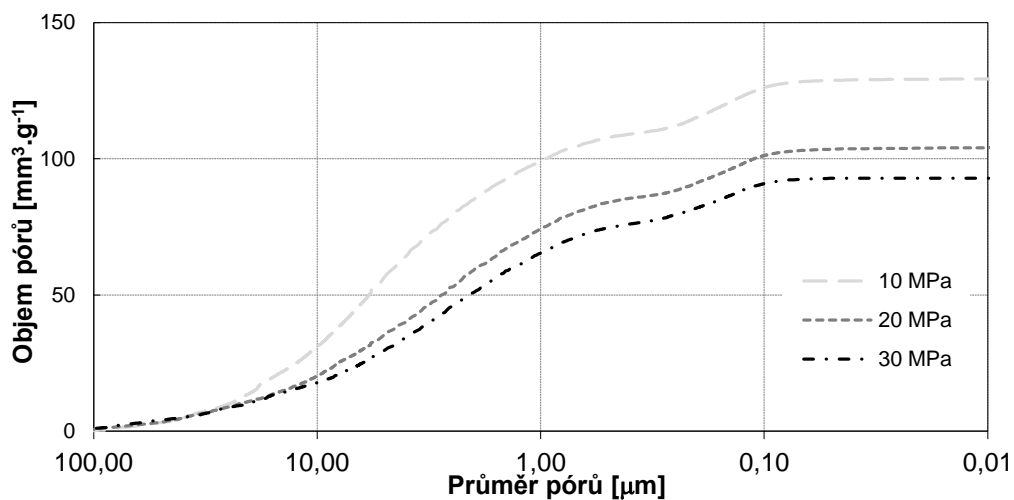
Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	10	10	129,27	4,199	25,5	2648
		20	104,202	2,699	22,2	2740
		30	92,89	2,246	20,4	2765
55	10	10	134,10	4,831	25,7	2579
		20	126,85	4,777	27,1	2927
		30	116,41	3,963	25,6	2953
62	10	10	178,54	8,108	33,7	2841
		20	149,13	5,284	28,8	2708
		30	156,19	7,090	30,6	2822

Tab. 24 Hodnoty stanovené rtuřovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1450 °C

Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	10	10	77,24	8,705	17,3	2706
		20	74,33	4,838	16,9	2731
		30	70,26	7,051	15,9	2683
55	10	10	107,83	8,917	22,9	2751
		20	58,94	7,527	18,5	2689
		30	63,95	4,142	14,4	2639
62	10	10	152,94	10,492	30	2779
		20	128,08	10,341	26,2	2777
		30	128,88	8,703	26,6	2813

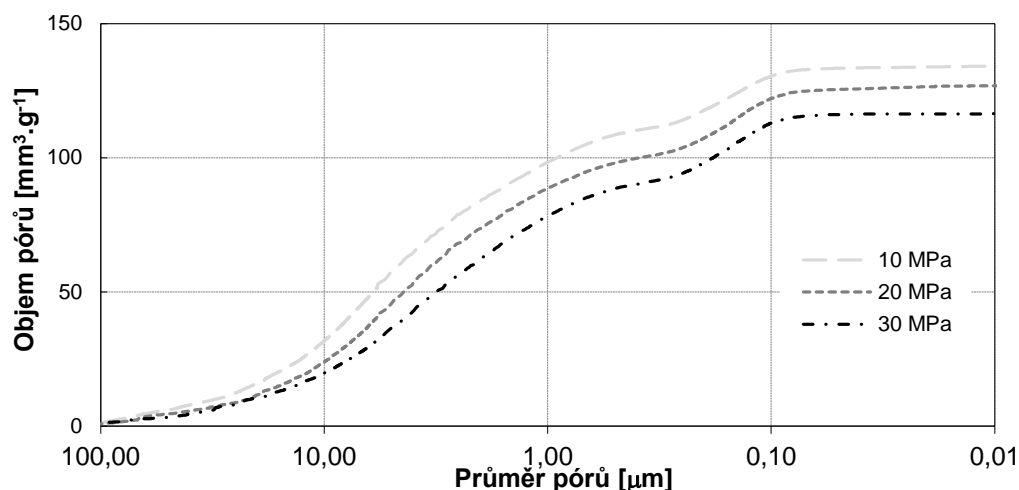
Tab. 25 Hodnoty stanovené rtuřovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1550 °C

Obsah Al ₂ O ₃ [%]	Vlhkost [%]	Lisovací tlak [MPa]	Měrný objem pórů [mm ³ ·g ⁻¹]	Průměrná velikost pórů [μm]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m ⁻³]
50	10	10	68,18	14,798	15,5	2682
		20	53,92	16,346	12,5	2661
		30	42,56	17,314	10,4	2726
55	10	10	76,73	16,791	16,4	2566
		20	66,87	15,672	15,1	2668
		30	63,38	12,028	14,7	2710
62	10	10	112,40	15,552	23,7	2756
		20	105,29	14,778	22,8	2797
		30	82,15	12,480	18,5	2763



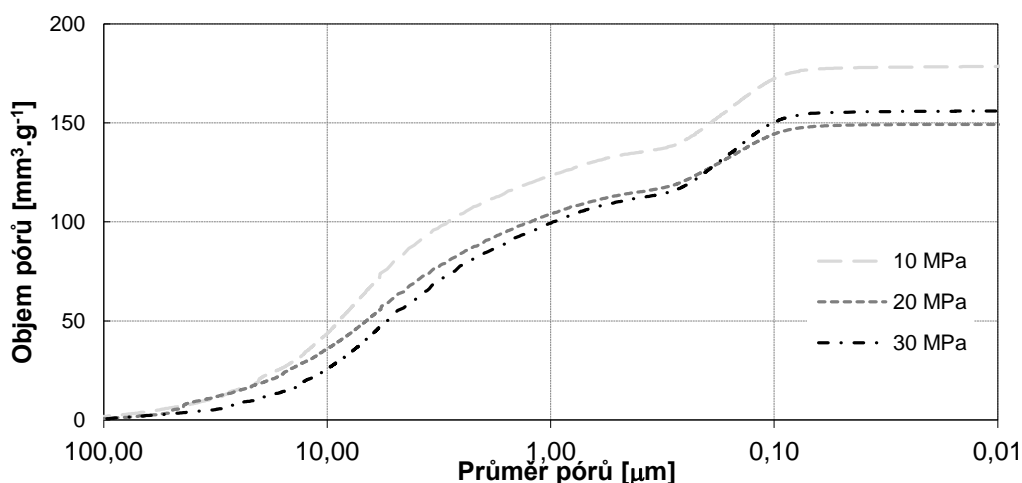
Obr. 56 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al₂O₃ (w= 10 %, teplota výpalu 1350 °C)

Z grafu na obr. 56 vyplývá, že vzorky vylisované ze směsi s 50 % obsahem Al_2O_3 pomocí tlaku 10 MPa obsahují oproti vzorkům vylisovaným tlakem 20 MPa a 30 MPa větší množství pórů v oblasti od 5 do 20 μm . Rozdíl mezi vzorky, které byly vylisované tlakem 20 MPa a 30 MPa již není tak výrazný a dá se říci, že vzorky mají téměř totožnou distribuci velikosti pórů.



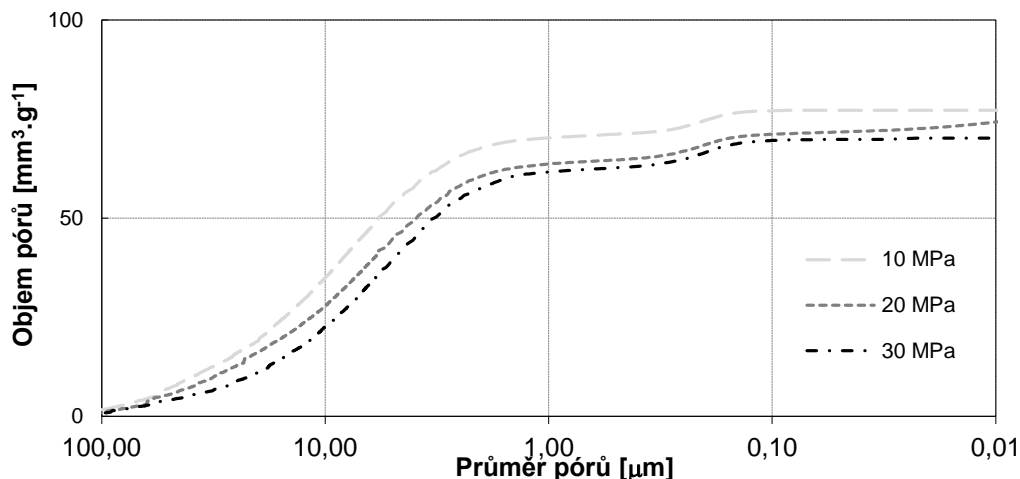
Obr. 57 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al_2O_3 ($w= 10\%$, teplota výpalu 1350 °C)

Distribuce velikosti pórů napovídá, že vzorky lisované vyšším tlakem mají menší objem pórů, měrný objem pórů naměřený u vzorku, který byl lisován tlakem 10 MPa je o cca 10 $\text{mm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ větší než u vzorku, který byl lisován tlakem 20 MPa. A měrný objem pórů naměřený u vzorku, který byl lisován tlakem 20 MPa je opět o cca 10 $\text{mm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ větší než u vzorku, který byl lisován tlakem 30 MPa.



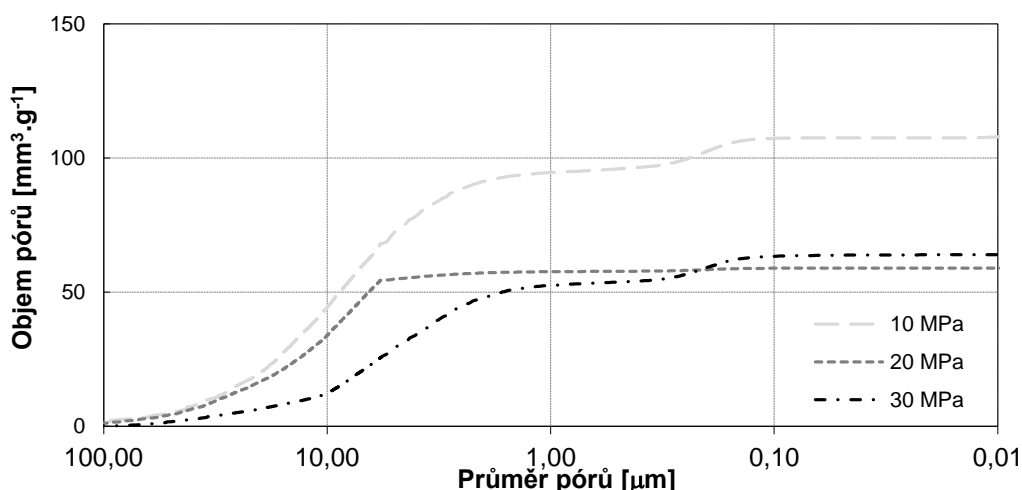
Obr. 58 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al_2O_3 ($w= 10\%$, teplota výpalu 1350 °C)

Rozdíl v distribuci velikosti pórů je zde opět patrný především u vzorku, který byl lisován tlakem 10 MPa. Rozložení velikosti pórů ve vzorcích lisovaných tlakem 20 MPa a 30 MPa je pak velmi podobné, avšak u vzorku s lisovacím tlakem 30 MPa je patrný zvýšený obsah pórů v rozmezí 0,1 až 0,5 μm .



Obr. 59 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al_2O_3 ($w=10\%$, teplota výpalu 1450 °C)

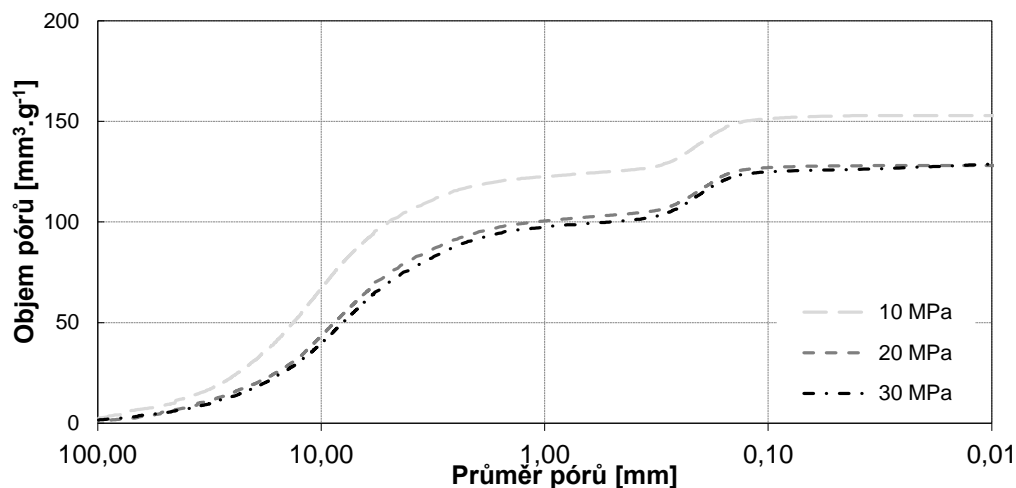
Měrný objem pórů naměřený u vzorků, které byly lisovány tlakem 10 MPa, 20 MPa a 30 MPa je téměř totožný, pokles se zvyšujícím se tlakem činí pouze cca 3 $\text{mm}^3\cdot\text{g}^{-1}$. U vzorku, který byl lisován tlakem 10 MPa lze pozorovat větší přítomnost pórů v rozmezí 10 až 20 μm .



Obr. 60 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al_2O_3 ($w=10\%$, teplota výpalu 1450 °C)

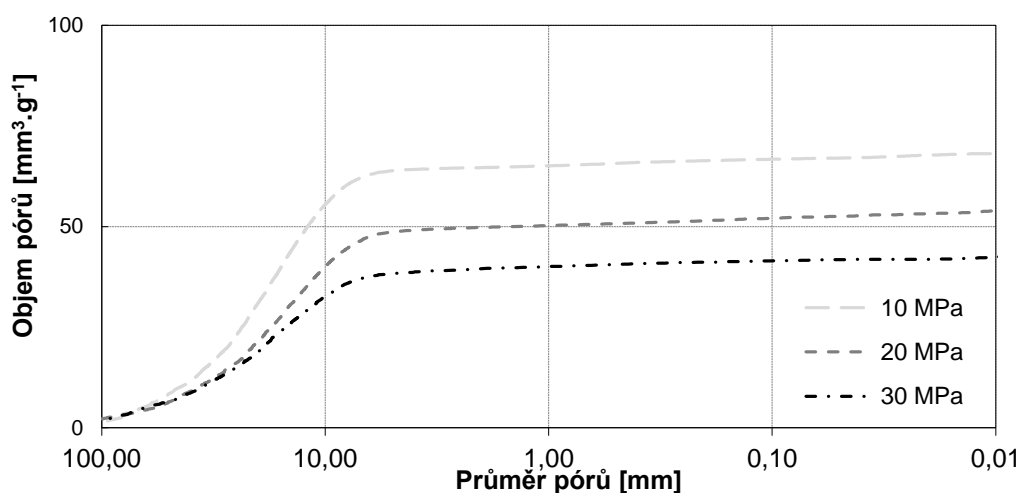
Z grafu na obr. 60 je patrné, že u vzorku s lisovacím tlakem 20 MPa došlo během měření k chybě a menší póry tak nejsou správně změřeny. Avšak při

porovnání lisovacích tlaků 10 MPa a 30 MPa je zde patrný poměrně velký rozdíl. Měrný objem pórů v případě lisovacího tlaku 10 MPa činí 107,83 mm³·g⁻¹ a v případě lisovacího tlaku 30 MPa pouze 63,95 mm³·g⁻¹.

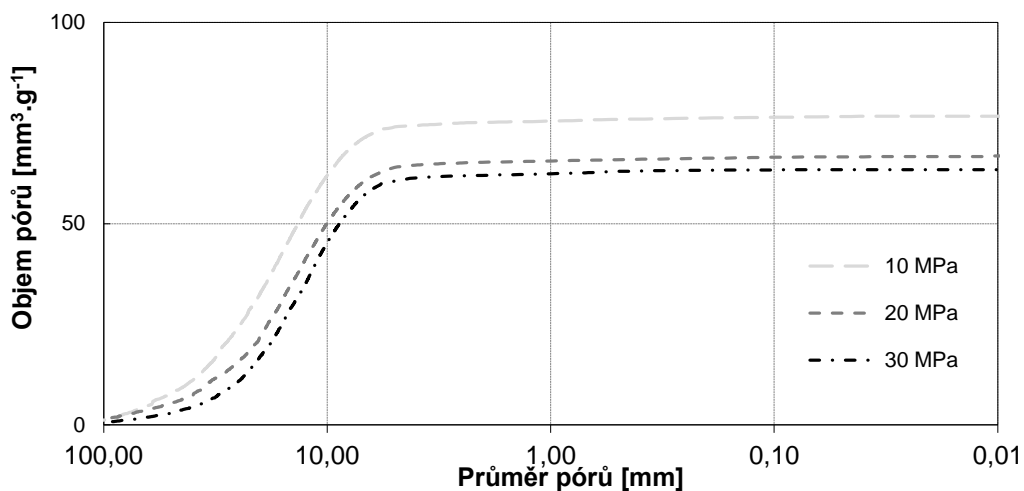


Obr. 61 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al₂O₃ (w= 10 %, teplota výpalu 1450 °C)

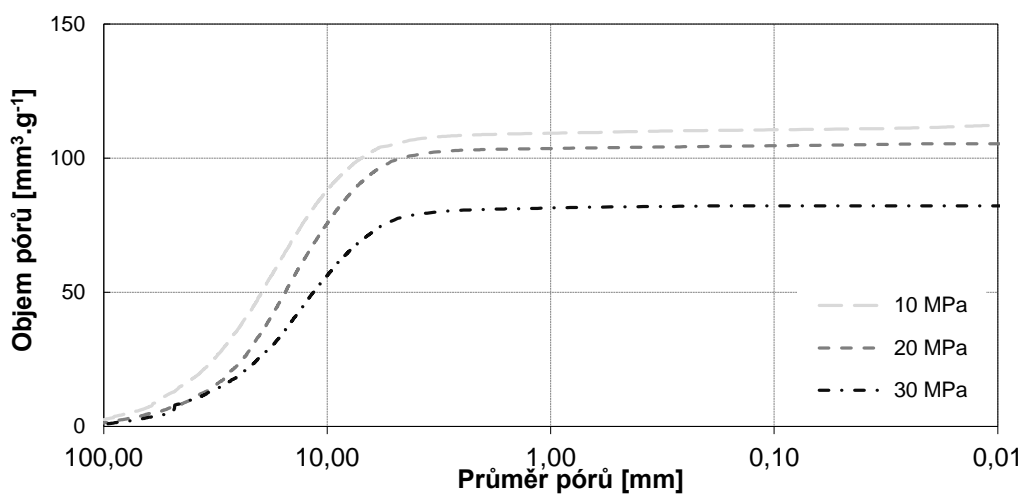
Z grafu na obr. 61 vyplývá, že vzorky vylisované ze směsi s 62 % obsahem Al₂O₃ pomocí tlaku 10 MPa obsahují oproti vzorkům vylisovaným tlakem 20 MPa a 30 MPa větší množství pórů v oblasti od 10 do 30 μm. Rozdíl mezi vzorky, které byly vylisované tlakem 20 MPa a 30 MPa je již minimální.



Obr. 62 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al₂O₃ (w= 10 %, teplota výpalu 1550 °C)

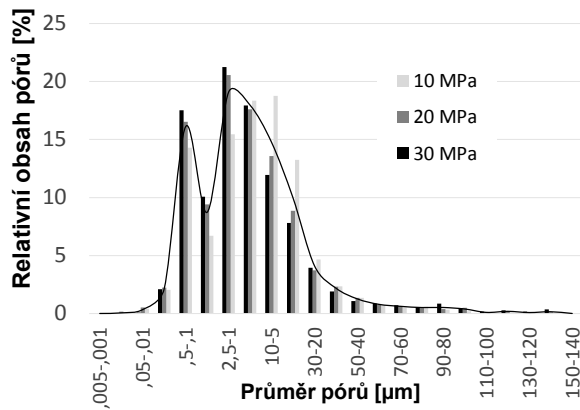


Obr. 63 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al_2O_3 ($w= 10\%$, teplota výpalu 1550 °C)

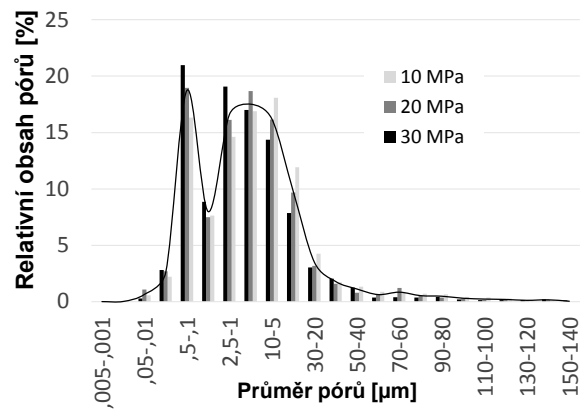


Obr. 64 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al_2O_3 ($w= 10\%$, teplota výpalu 1550 °C)

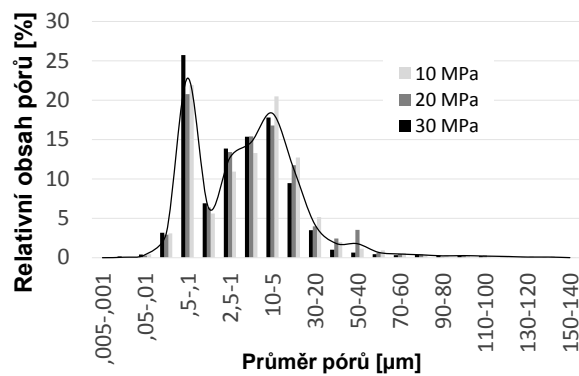
U vzorků vypálených na 1550 °C lze oproti vzorkům, které byly vypáleny na 1350 °C a 1450 °C pozorovat, že obsahují póry pouze v rozmezí od 5 do 40 μm . Přičemž nejvíce póry obsahují v rozmezí 10 až 20 μm , při 50 % obsahu Al_2O_3 se v tomto rozmezí nachází téměř 35 % a při 55 % a 62 % obsahu Al_2O_3 se v tomto rozmezí nachází téměř 40% všech pórů.



50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C

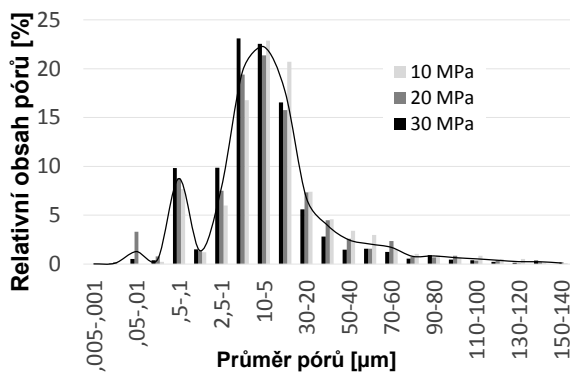


55 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C

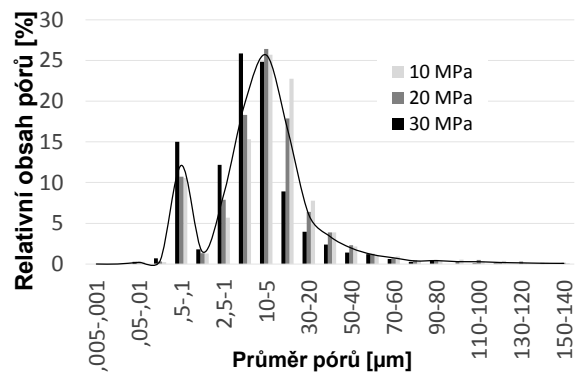


62 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C

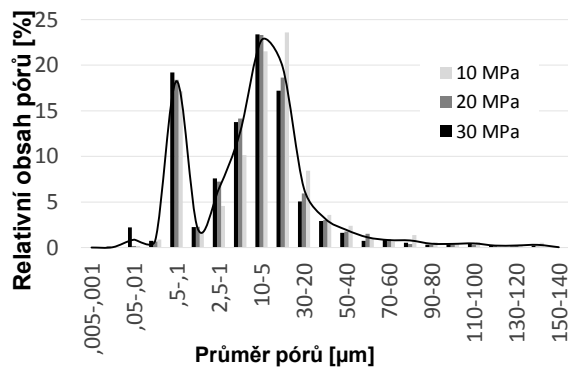
Obr. 65 Histogram rozložení pórů ($w = 10\%$, teplota výpalu 1350 °C)



50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1450 °C

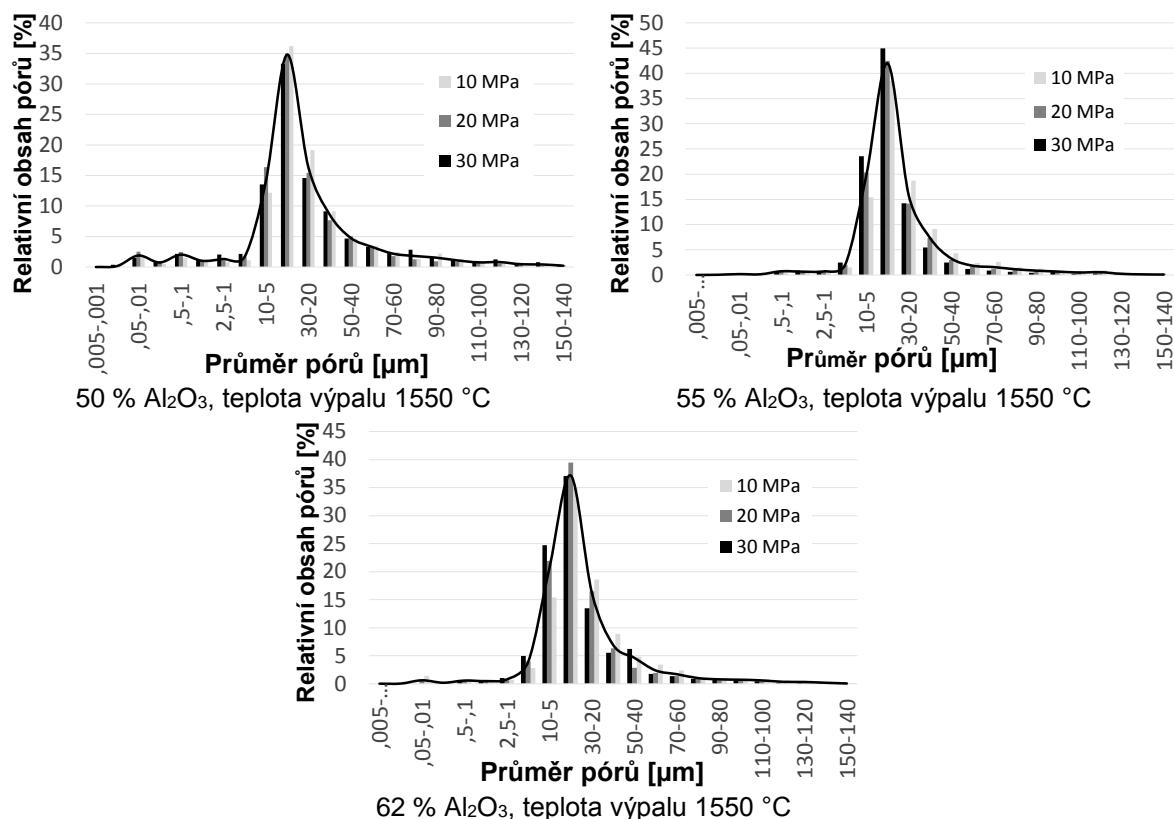


55 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1450 °C



62 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1450 °C

Obr. 66 Histogram rozložení pórů ($w = 10\%$, teplota výpalu 1450 °C)

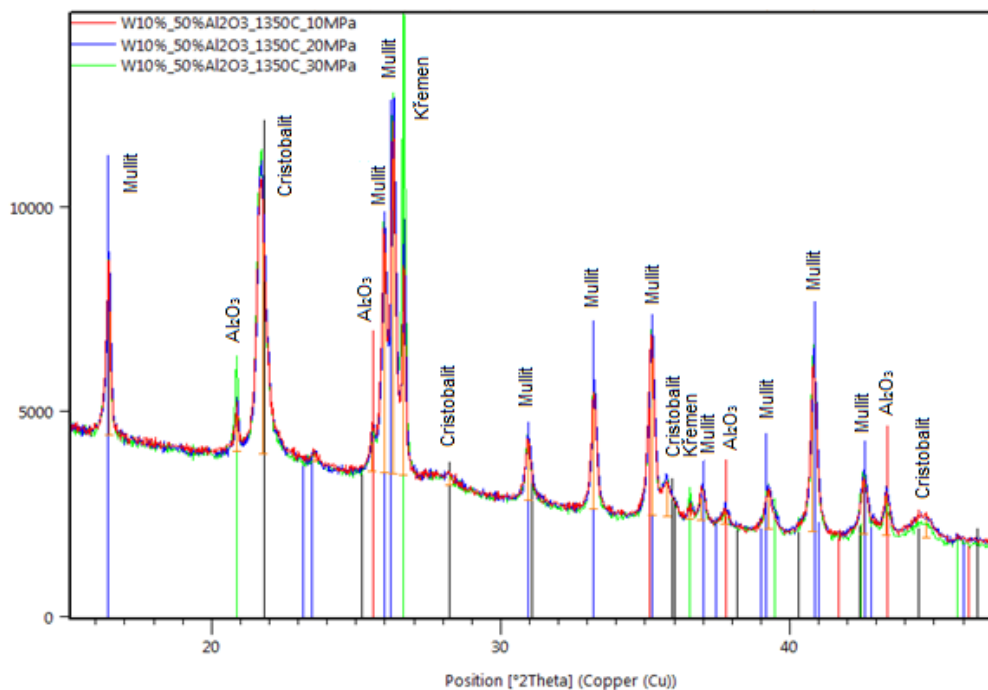


Obr. 67 Histogram rozložení póru ($w = 10\%$, teplota výpalu 1550 °C)

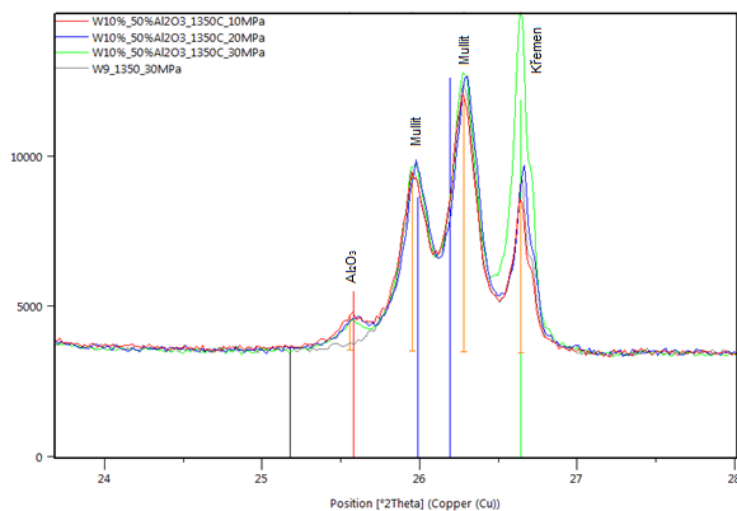
Z histogramu rozložení póru je patrné, že mezi teplotou výpalu 1350 °C a 1450 °C zde není žádný výrazný rozdíl. Při obou teplotách výpalu je vidět zvýšený obsah póru v rozmezí $0,1$ až $0,5\text{ μm}$ a v rozmezí 1 až 30 μm . U vzorků, které byly vypáleny na teplotu 1550 °C , se póry vyskytují převážně v rozmezí 5 a 40 μm . Z toho vyplývá, že vzorky vypálené na teplotu 1550 °C neobsahují menší póry v rozmezí $0,1$ a $0,5\text{ μm}$, které jsou přítomny při nižších vypalovacích teplotách. Při teplotě výpalu 1550 °C je rozložení póru podobné jako u vzorků, ke kterým nebylo přidáváno technické Al_2O_3 . Přítomnost menších póru v rozmezí $0,1$ a $0,5\text{ μm}$ u vzorků, které byly vypáleny na 1350 °C a 1450 °C , tak může být způsobena nezreagovaným technickým Al_2O_3 , který byl přidáván při výrobě.

Mineralogické složení

Na vybraných vzorcích byla provedena rentgenová difrakční analýza, která prokázala přítomnost jednotlivých minerálů ve zkoumaných vzorcích. Níže jsou zobrazeny jednotlivé difraktogramy.

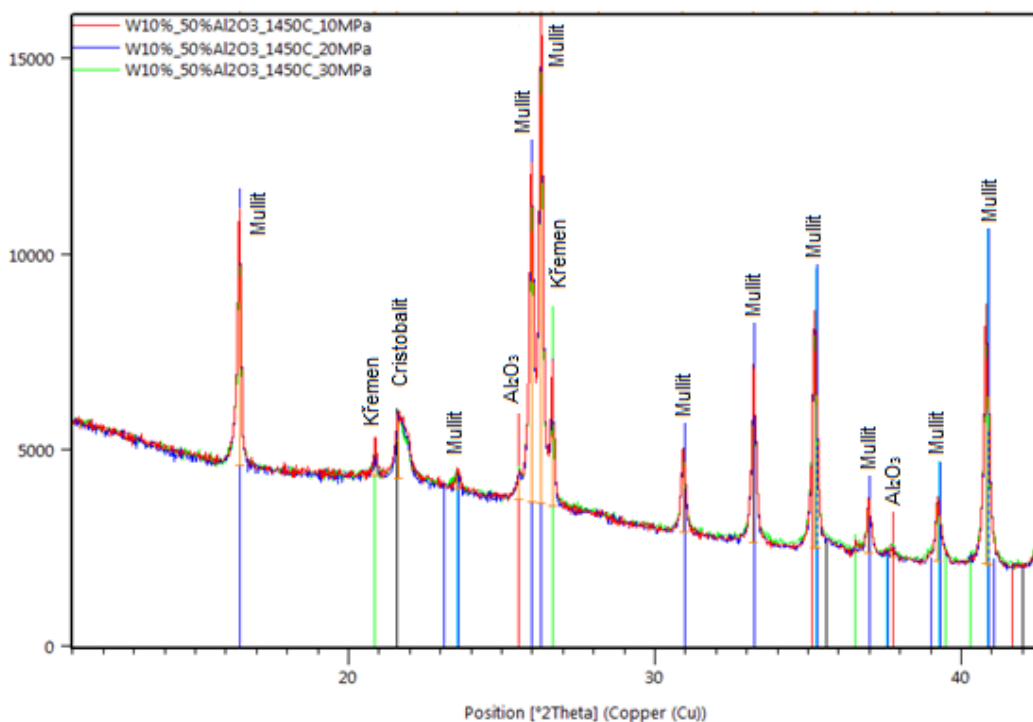


Obr. 68 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C)

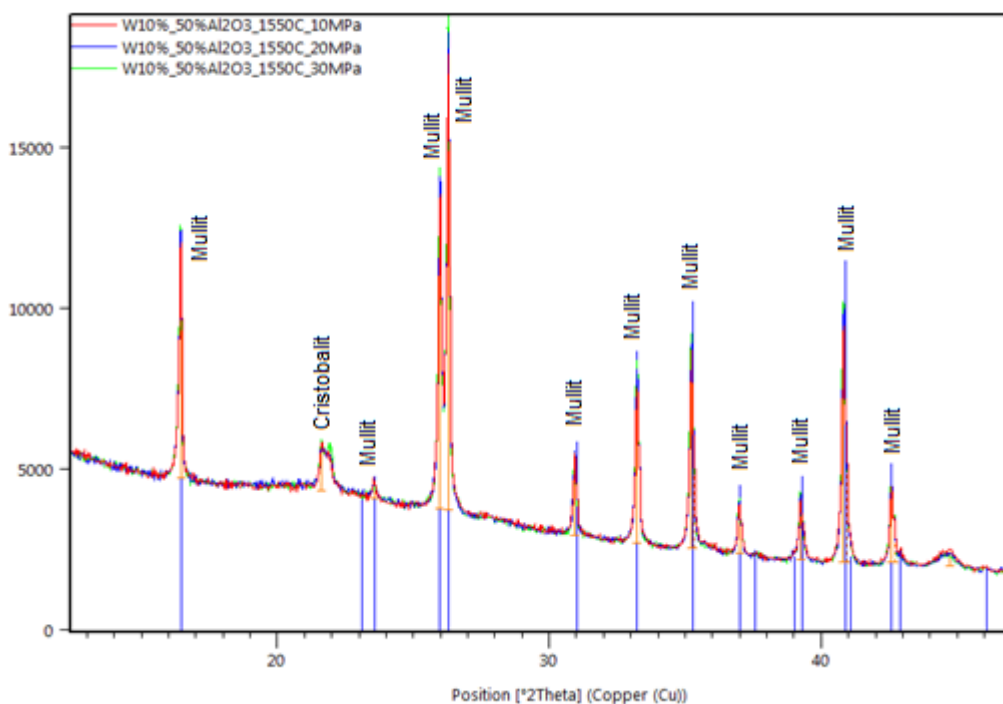


Obr. 69 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % a 41 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C) (detail)

Z difraktogramu na obr. 68 je patrné, že velikost lisovacího tlaku nemá při teplotě výpalu 1350 °C a obsahu 50 % Al_2O_3 výrazný vliv na mineralogii. Pouze u tlaku 30 MPa je dobře viditelný nárůst obsahu křemene, avšak je velice pravděpodobné, že tento nárůst byl způsoben špatnou homogenitou vzorku. Difraktogram na obr. 69 byl pro srovnání doplněn o data naměřená u vzorku, který byl vyroben pouze z jílu FIA. Ze srovnání je dobře patrný pík, nezreagovaného Al_2O_3 , které bylo ke vzorkům přidáno.



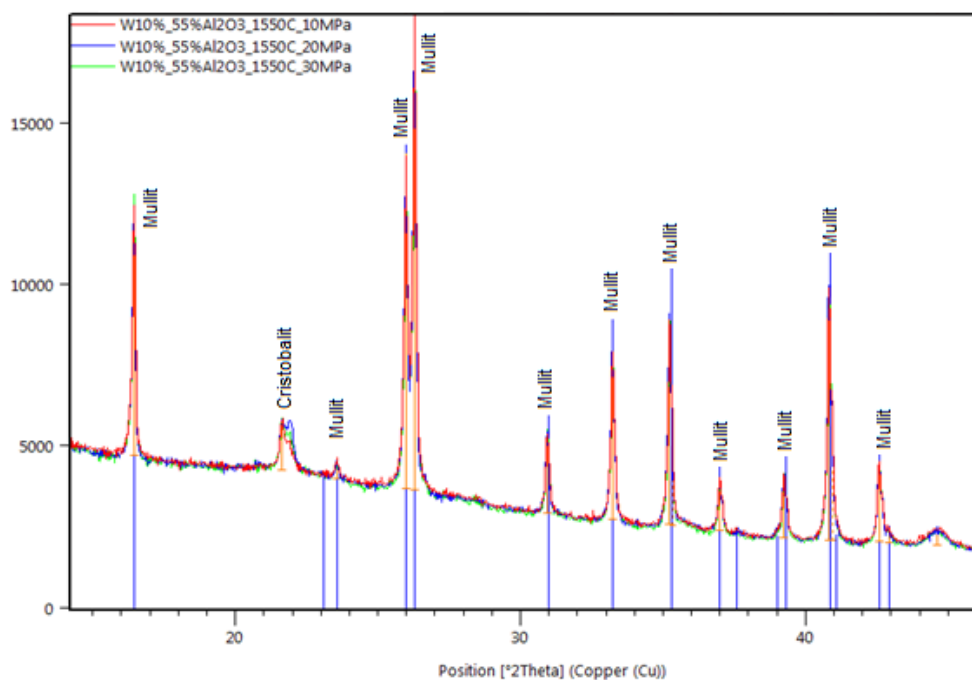
Obr. 70 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1450 °C)



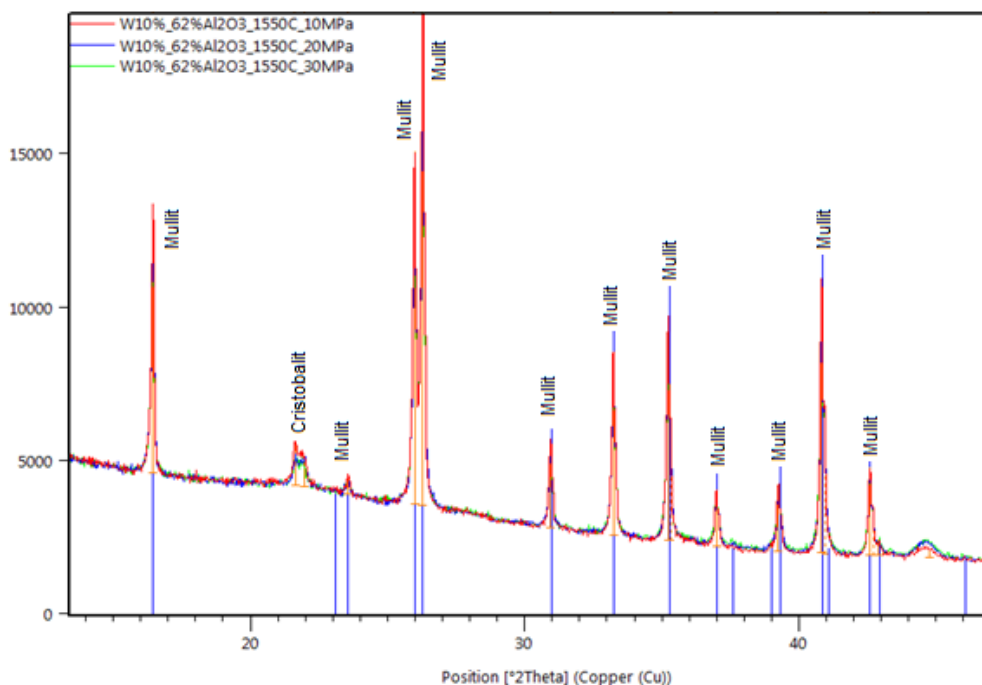
Obr. 71 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1550 °C)

Vzorky ze směsi s 50 % Al_2O_3 , které byly vypálené na teplotu 1450 °C, obsahují převážně mullit a malé množství křemene a cristobalitu. Z difraktogramu vyplývá, že lisovací tlak ani při této teplotě výpalu nemá na výslednou mineralogii

velký vliv. Vzorky vypálené na teplotu 1550 °C již obsahují pouze mullit a na difraktogramu je také patný 100% pík cristobalitu, křemen zde již nebyl identifikován.

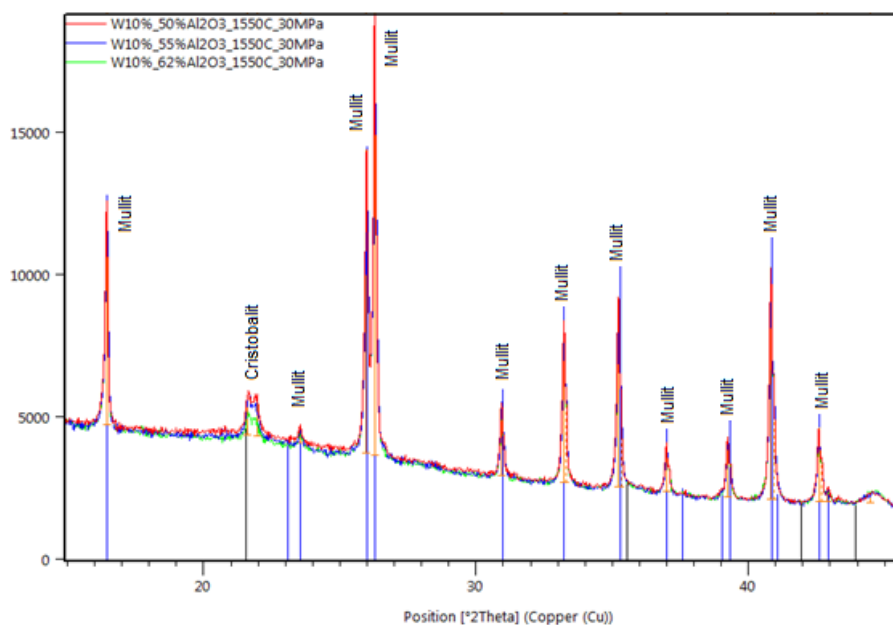


Obr. 72 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (55 % Al₂O₃, teplota výpalu 1550 °C)



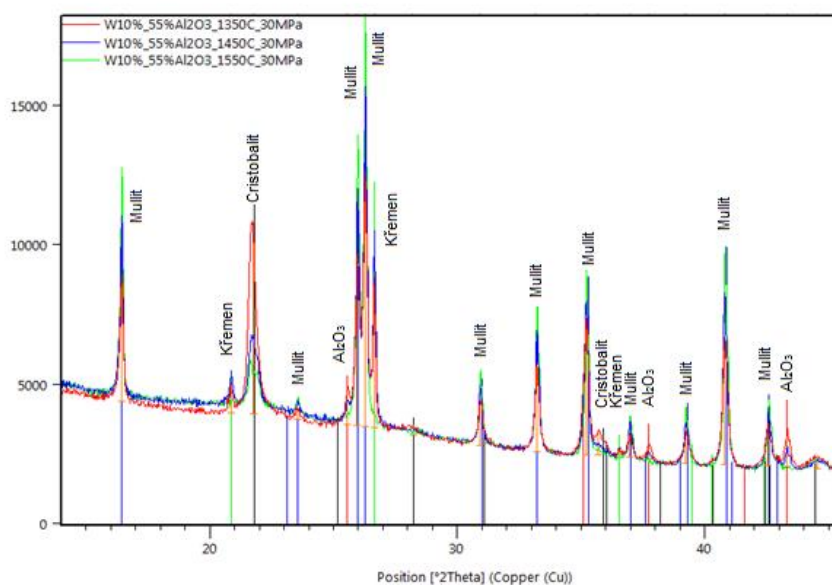
Obr. 73 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (62 % Al₂O₃, teplota výpalu 1550 °C)

Na obr. 72 a 73 jsou difraktogramy vzorků vyrobených ze směsi s 55 % a 62 % obsahem Al_2O_3 , které byly vypáleny na teplotu 1550 °C. Všechny vzorky shodně obsahují pouze mullit a malé množství cristobalitu. Ani zde lisovací tlak mineralogii nijak výrazně neovlivňuje.

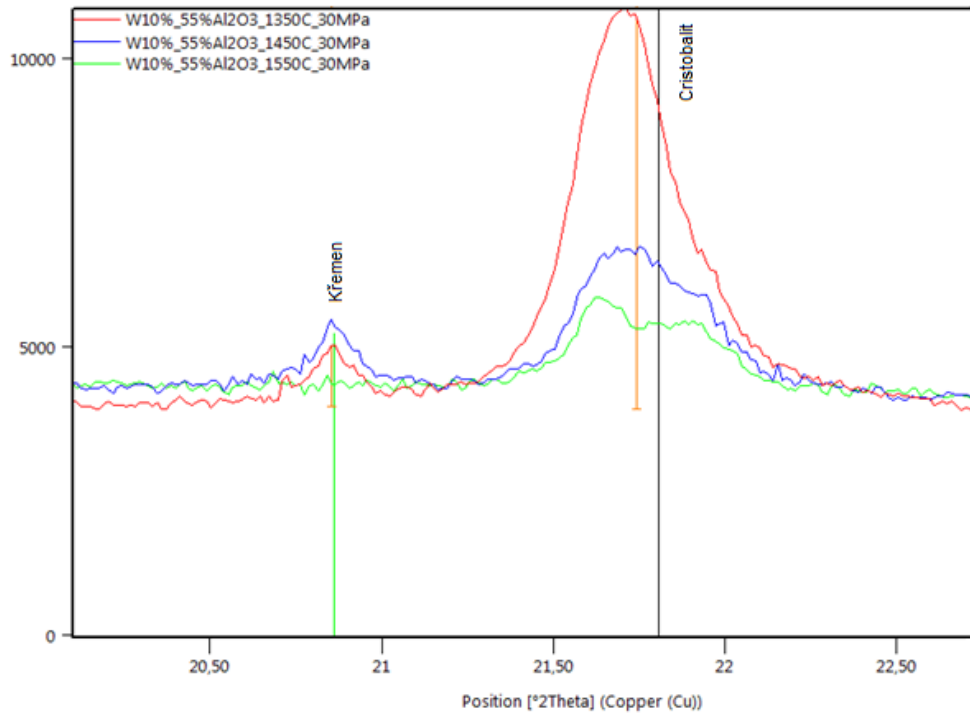


Obr. 74 Vliv obsahu Al_2O_3 na změnu mineralogie (teplota výpalu 1550 °C)

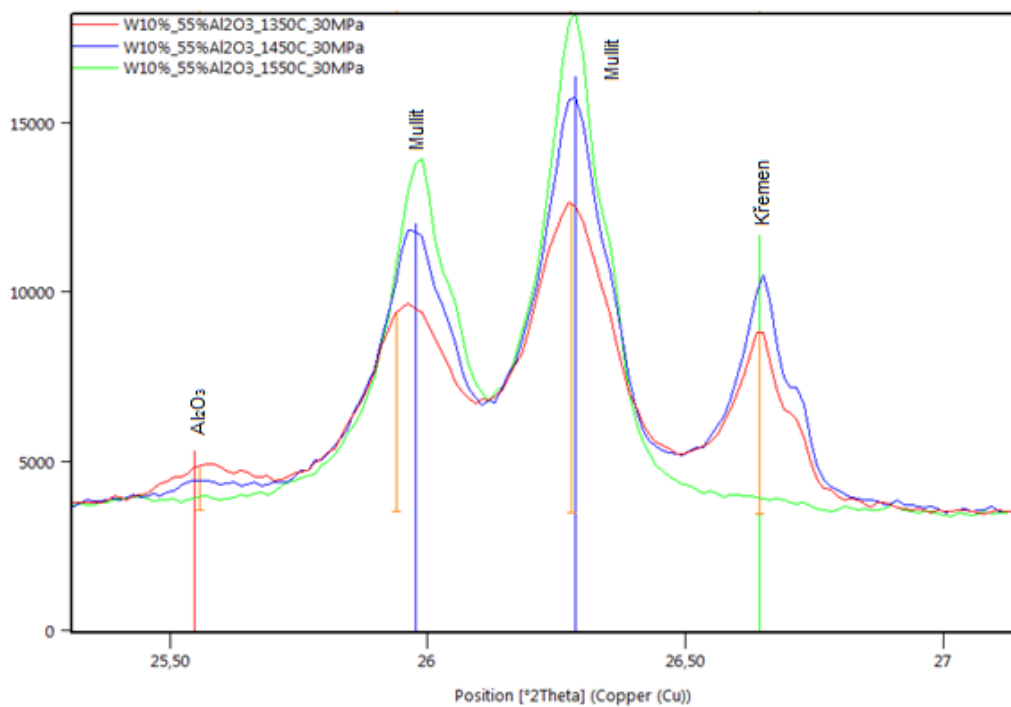
Z difraktogramu na obr. 74 je patrné, že obsahu Al_2O_3 ve směsi nemá při teplotě výpalu 1550°C na mineralogii téměř žádný vliv, i při detailním prozkoumání jsou zde jen nepatrné rozdíly a jednotlivé křivky se vzájemně překrývají.



Obr. 75 Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie



Obr. 76 Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie (detail I.)



Obr. 77 Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie (detail II.)

Vliv teploty výpalu na výslednou mineralogii vzorku je již na první pohled dobře patrný. Při nejnižší vypalovací teplotě 1350 °C vzorek obsahuje kromě mullitu i křemen, cristobalit a Al_2O_3 . Vzorek vypálený na teplotu 1450 °C obsahuje

stejně minerály, avšak píky mullitu jsou zde vyšší a především pík cristobalitu je zde výrazně nižší. Na difraktogramu vzorku, který byl vypálen na teplotu 1550 °C, jsou již patrné pouze píky mullitu a také poměrně malý hlavní pík cristobalitu. Píky křemene ani Al₂O₃ zde již nebyly identifikovány.

Z výsledku jasně vyplývá, že s rostoucí teplotou výpalu se zvyšuje obsah mullitu. Obsah cristobalitu, křemene a Al₂O₃ se snižuje.

Zhodnocení druhé etapy

Z naměřených výsledků vyplývá, že hodnota zdánlivé pórovitosti se s rostoucím obsahem Al₂O₃ zvyšuje. Teplota slinutí se s rostoucím obsahem Al₂O₃ zvyšuje, při 55 % obsahu Al₂O₃ se udává teplota slinutí v rozmezí 1480 °C až 1530 °C, při obsahu 67 % Al₂O₃ se udává teplotní rozmezí 1560 °C až 1600 °C. U vzorků vypálených na teplotu 1350 °C a 1450 °C je dobře patrné jak při vlhkosti lisovací směsi 15 % již lisovací tlak nemá takový vliv na hodnotu zdánlivé pórovitosti jako při nižších vlhkostech. Průměrná velikost póru se s rostoucí teplotou výpalu zvyšuje, avšak měrný objem pórů s rostoucí teplotou klesá. Z výsledků rentgenové difrakční analýzy vyplývá, že velikost lisovacího tlaku ani velikost obsahu Al₂O₃ ve směsi výsledné mineralogické složení nijak výrazně neovlivňuje. Avšak teplota výpalu výsledné mineralogické složení značně ovlivňuje. Vzorky vypálené na teplotu 1350 °C a 1450 °C obsahují mullit, cristobalit a Al₂O₃, které především při teplotě 1350 °C nezreagovalo. Vzorky vypálené na teplotu 1550 °C již obsahují pouze mullit a cristobalit.

4. Závěr

Diplomová práce se zabývá žárovzdornými ostřivy, technologiemi jejich výroby a surovinami, které se při jejich výrobě používají. Důraz je kladen na šamotová a vysocehlinitá žárovzdorná ostřiva a technologické možnosti zpracování jemných podílů jílu, které vznikají při úpravě suroviny před výpalem v šachových pecích.

V teoretické části práce jsou popsány ostřiva patřící do skupiny křemičitých a hlinitokřemičitých materiálů. Dále jsou zde popsány možné způsoby výroby hlinitokřemičitých šamotových ostřiv a suroviny, ze kterých jsou tato ostřiva vyráběna. Další část práce je věnována výrobě šamotových ostřiv ve výrobním závodě Březina, který patří firmě P-D Refractories CZ a.s, především pak technologickému využití jemných odpadních podílů jílu.

Praktická část diplomové práce je rozdělena na dvě etapy, přičemž obě etapy se skládají z popisu přípravy pracovních hmot a zkušebních těles. V první etapě je popsán vliv vlhkosti vstupní suroviny, vliv velikosti lisovacího tlaku a vliv teploty výpalu na výsledné vlastnosti šamotového ostřiva vyrobeného pouze z odpadních jemných podílů jílu FIA. Ve druhé etapě byl nejprve proveden návrh specifického složení vysocehlinitého ostřiva s ohledem na výsledný obsah Al_2O_3 . Na vzorcích bylo posléze provedeno ověření vlivu vlhkosti vstupní suroviny, ověření vlivu velikosti lisovacího tlaku a ověření vlivu teploty výpalu na výsledné vlastnosti ostřiva.

Na základě výsledků diplomové práce je možné konstatovat, že podsítné podíly je vhodné zpracovávat při vlhkosti v rozmezí 8 % – 12 %. Protože směsi o vyšších vlhkostech mohou být již poměrně „lepivé“, což by mohlo způsobovat zalepování a ucpávání výrobního stroje a veškerých dopravních. Optimální hodnota lisovacího tlaku se na základě výsledků pohybuje v rozmezí 20 MPa až 30 MPa, neboť při vyšších lisovacích tlacích se zdánlivá pórovitost a měrný objem pórů snižuje. Výše vypalovací teploty má zásadní vliv na výsledné vlastnosti páleného lupku. Z hlediska třídění dle hodnoty zdánlivé pórovitosti podle ČSN 72 1300 lze při teplotě výpalu 1200 °C vyrobit pouze pálené lupky patřící do nejnižší 5 kategorie, při teplotě výpalu 1350 °C lze vyrobit pálené lupky 4 kategorie a při teplotě výpalu 1450 °C lze vyrobit pálené lupky 3 kategorie.

Ve druhé etapě byla ověřena možnost přípravy šamotu se zvýšeným obsahem Al_2O_3 (50 %) a příprava vysocehlinitého ostřiva z podsítných jíílů FIA. Pro zvýšení obsahu Al_2O_3 byl použit technický oxid hlinitý. S rostoucím přídavkem práškového technického oxidu hlinitého se významně zvyšovala zdánlivá pórovitost. Zpracovatelnost směsi byla ověřena při vlhkostech 5 až 15 %, avšak při vyšších vlhkostech již lisovací tlak nemá takový vliv. Na základě výsledků je patrné, že teplota výpalu 1350 °C je pro výrobu těchto ostřiv zcela nedostatečná. Teplota výpalu 1450 °C se jeví jako minimální, avšak i při této teplotě výpalu byly v mineralogickém složení patrné zbytky Al_2O_3 , které při této teplotě ještě nezreagovaly. Teplota 1550 °C je již zcela dostatečná a podařilo se vyrobit ostřivo, které z mineralogického hlediska obsahuje pouze mullit a malé množství cristobalitu.

Díky tomu že firma P-D Refractories CZ a.s. bude schopná vyrábět dostatečně kvalitní žárovzdorné ostřivo i z doposud haldovaných podsítných jemných jíílů, bude moci omezit proces těžby nové suroviny v ložisku Březinka, čímž dojde k výraznému prodloužení celkové životnosti ložiska. Dále díky možnosti přidávání korekčních surovin bude moci firma vyrábět i nové druhy speciálních ostřiv.

Seznam použité literatury:

- [1.] LACH, Vladimír. *Keramika*. 3. vyd. Brno: VUT, 1992. Učební texty vysokých škol. ISBN 80-214-0332-2.
- [2.] HANYKÝŘ, Vladimír a Jaroslav KUTZENDÖRFER. *Technologie keramiky*. 1. vyd. Hradec Králové: Vega, 2000, 287 s., [10] s. barevných obrazových příloh. ISBN 8090086063
- [3.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a František TOMŠŮ. *Žárovzdorné materiály*. Vyd. 1. Praha: ČSVTS - Silikátová společnost České republiky, 2008, 99 s. ISBN 978-80-02-02076-9
- [4.] HERAINOVÁ, Marcela. *Žárovzdorné materiály*. 2. vyd. Praha: Silikátový svaz, 2007, 34 s., [7] s. barev. obr. příl. ISBN 9788086821450
- [5.] LACH, Vladimír a Marcela DAŇKOVÁ. *Mikrostruktura stavebních látek*. 2. vyd. Brno: VUT, 1991, 178 s. ISBN 80-214-0309-8
- [6.] TOMŠŮ, František a Anton ČERMÁK. *Šamot a dinas: suroviny, výroba, použití*. Bratislava: Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, 1964. Edícia baníckej a hutníckej literatúry
- [7.] SOKOLÁŘ, R., NEVŘIVOVÁ, L., VODOVÁ, L., GRYGAROVÁ, S. *Žárovzdorné jíly v ČR a metodika posuzování jejich vlastností*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2012. ISBN 978-80-7204-817-5
- [8.] KUTZENDÖRFER, J., VÍDEŇSKÁ, M. *Žárovzdorné materiály*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1992. Učební texty vysokých škol
- [9.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav. *Žárovzdorné materiály*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1995. ISBN 80-7080-246-4
- [10.] HANYKÝŘ, Vladimír a Jiří HAVRDA. *Speciální technologie keramiky*. 2. přeprac. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1991. Učební texty vysokých škol
- [11.] Princip briketovacích lisů. AgroBrik [online]. [cit. 2016-06-17]. Dostupné z: <http://www.palivove.brikety.info/>
- [12.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a Zdeněk MÁŠA. *Žárovzdorné tepelně izolační materiály*. 1. vyd. Praha: Informatorium, 1991, 268 s
- [13.] ČSN 72 1565-3 *Zkoušení cihlářských zemin. Stanovení zrnitosti síťovým rozborem. Orientační mineralogicko-petrografický popis zbytku na sítěch*. 1986.

- [14.] SOKOLÁŘ, R. Keramika. Modul BJ01-M01. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2006. 176 s.
- [15.] Surovinové zdroje České republiky: Nerostné suroviny 2015. Praha: Ministerstvo životního prostředí České republiky, 2015. ISBN 978-80-7075-903-5.
- [16.] Laserové skenování. <http://www.geodezieledec.cz/> [online]. [cit. 2016-09-01]. Dostupné z: <http://www.geodezieledec.cz/laserove-skenovani/>
- [17.] PYTLÍK, Petr a Radomír SOKOLÁŘ. Stavební keramika: technologie, vlastnosti a využití. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2002. ISBN 80-7204-234-3.
- [18.] ŠAŠEK, L. BARTUŠKA, M., Laboratorní metody v oboru silikátů. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1981.
- [19.] NEVŘIVOVÁ, L. Lupek z lokality Březinka, tradiční surovina pro výrobu žárovzdorných materiálů. In Sborník Maltoviny. Brno. 2011. p. 57 - 62. ISBN 978-80-214-4372-3.
- [20.] NEVŘIVOVÁ, L.; LANG, K.; KOVÁŘ, P.; TVRDÍK, L. Trendy v těžbě jílovců ložiska Březinka a perspektivy výpalu lupků v šachtových pecích. In Suroviny 2013. Praha, Silikátová společnost. 2013. p. 35 - 42. ISBN 978-80-02-02478-1.
- [21.] NEVŘIVOVÁ, L.; KOVÁŘ, P.; LANG, K.; TVRDÍK, L. Prvotní zkušenosti a perspektivy produkce žárovzdorných ostřiv pomocí briketace. 2015. Praha, Silikátová společnost České republiky. 2015. p. 17 - 21. ISBN 978-80-02-02610-5. 11
- [22.] LANG, Karel. Žárovzdorné materiály. Díl II, Hlinitokřemičité materiály. Praha: ČSVTS - Silikátová společnost České republiky, 2010. ISBN 978-80-02-02244-2.
- [23.] KOMAREK BROCHURES. EURAGGLO [online]. [cit. 2016-10-09]. Dostupné z: <http://www.euragglo.com>
- [24.] KOVÁŘ P., LANG K., STEINER m., Situace a trendy v těžbě jílovců v ložisku Březinka. ISBN 978-80-02-02267-1, Praha 2010
- [25.] KŘEČKOVÁ, M. Kinetika heterogenních procesů v technologii silikátů. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. 108 s. Vedoucí disertační práce prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
- [26.] NAVRÁTIL, L. Důsledky těžby nerostných surovin na vybraných lokalitách Hřebečovského hřbetu. Olomouc: UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI,

- Přírodovědecká fakulta, Katedra geografie, 2013. Bakalářská práce. Vedoucí práce Mgr. Milada Dušková.
- [27.] SCHNEIDER, H. a Sridhar. KOMARNENI. Mullite. Weinheim: Wiley-VCH, c2005. ISBN 35-273-0974-8.
- [28.] Rotary kiln [online]. In: . Wikipedia, The Free Encyclopedia. [cit. 2016-12-04].
Dostupné z:
https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Rotary_kiln&oldid=749332894
- [29.] ČSN EN ISO 12677 Chemický rozbor žárovzdorných výrobků rentgenovou fluorescenční analýzou: Metoda tavené perly. 2011.
- [30.] PHASE DIAGRAM. In: Granta Teaching Resources [online]. [cit. 2017-01-04].
Dostupné z:
<http://teachingresources.grantadesign.com/phasediagrams/Homepage.html>

Seznam obrázků

Obr. 1 Rovnovážný fázový diagram $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ [30.]	13
Obr. 2 Požadavky na žárovzdorné jíly [7.]	20
Obr. 3 Schéma rotační pece [28.]	24
Obr. 4 Šachtová pec [20.]	25
Obr. 5 Schéma šachtové pece [6.]	28
Obr. 6 Pohled na zavážecí otvor pece a odběrový rošt	28
Obr. 7 Zásoby jemného podsítného jílu v lokalitě Březina	30
Obr. 8 3D model zásob jemného podsítného jílu v lokalitě Březina	31
Obr. 9 Vypálené brikety vyrobené na lisu od firmy EURAGGLO [21.]	33
Obr. 10 Briketovací lis	35
Obr. 11 Detail vstupního otvoru	36
Obr. 12 Vývojový diagram první etapy experimentu	38
Obr. 13 Vývojový diagram druhé etapy experimentu	38
Obr. 14 Nízkotlaký a vysokotlaký porozimetr	41
Obr. 15 Detail dilatometru	41
Obr. 16 Křivka zrnitosti	45
Obr. 17 Difraktogram jílu FIA	45
Obr. 18 Diferenčně termická analýza jílu FIA	46
Obr. 19 Kovová forma a porušený vzorek	48
Obr. 20 Odvzdušnění formy	48
Obr. 21 Lisovací forma	49
Obr. 22 Vzorky po vylisování	49
Obr. 23 Superkanthalová pec	50
Obr. 24 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1200 °C)	54
Obr. 25 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1200 °C)	54
Obr. 26 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1350 °C)	55
Obr. 27 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1350 °C)	56
Obr. 28 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi (teplota výpalu 1450 °C)	56
Obr. 29 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku (teplota výpalu 1450 °C)	57
Obr. 30 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu	58
Obr. 31 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu	59

Obr. 32 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1200 °C (w 9,8 %)	61
Obr. 33 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1350 °C (w 8,6 %)	61
Obr. 34 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C	62
Obr. 35 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1200 °C (w 9,8 %)	63
Obr. 36 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1350 °C (w 8,6 %)	63
Obr. 37 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C, (w 9,3 %)	64
Obr. 38 Histogram rozložení pórů ve vzorcích vypálených na 1450 °C (w 14,5 %)	64
Obr. 39 Zdánlivá pórovitost stanovená porozimetricky a pomocí hydrostatického vážení	65
Obr. 40 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie	65
Obr. 41 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (detail)	66
Obr. 42 Vliv teploty výpalu na změnu mineralogie.....	66
Obr. 43 Vliv teploty výpalu na změnu mineralogie (detail).....	67
Obr. 44 Vzorky vypálené na teplotu 1350 °C	69
Obr. 45 Vzorky vypálené na teplotu 1450 °C	70
Obr. 46 Vzorky vypálené na teplotu 1550 °C	70
Obr. 47 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al ₂ O ₃ (výpal 1350 °C)	74
Obr. 48 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al ₂ O ₃ (výpal 1450 °C)	74
Obr. 49 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílném obsahu Al ₂ O ₃ (výpal 1550 °C)	75
Obr. 50 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu	76
Obr. 51 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu	76
Obr. 52 Závislost zdánlivé pórovitosti na lisovacím tlaku při rozdílné teplotě výpalu	77
Obr. 53 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu	78
Obr. 54 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu	79
Obr. 55 Závislost zdánlivé pórovitosti na vlhkosti lisovací směsi při rozdílné teplotě výpalu	79
Obr. 56 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al ₂ O ₃	81
Obr. 57 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al ₂ O ₃	82
Obr. 58 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al ₂ O ₃	82
Obr. 59 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al ₂ O ₃	83
Obr. 60 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al ₂ O ₃	83
Obr. 61 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al ₂ O ₃	84
Obr. 62 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 50 % Al ₂ O ₃	84

Obr. 63 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 55 % Al_2O_3	85
Obr. 64 Distribuce velikosti pórů ve vzorcích s obsahem 62 % Al_2O_3	85
Obr. 65 Histogram rozložení pórů (w= 10 %, teplota výpalu 1350 °C).....	86
Obr. 66 Histogram rozložení pórů (w= 10 %, teplota výpalu 1450 °C).....	86
Obr. 67 Histogram rozložení pórů (w= 10 %, teplota výpalu 1550 °C).....	87
Obr. 68 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C)	88
Obr. 69 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % a 41 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1350 °C) (detail).....	88
Obr. 70 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1450 °C)	89
Obr. 71 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (50 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1550 °C)	89
Obr. 72 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (55 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1550 °C)	90
Obr. 73 Vliv lisovacího tlaku na změnu mineralogie (62 % Al_2O_3 , teplota výpalu 1550 °C)	90
Obr. 74 Vliv obsahu Al_2O_3 na změnu mineralogie (teplota výpalu 1550 °C)	91
Obr. 75 % Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie	91
Obr. 76 Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie (detail I.)	92
Obr. 77 Vliv vypalovací teploty na změnu mineralogie (detail II.)	92

Seznam tabulek

Tab. 1 Charakteristické vlastnosti nerostů sillimanitové skupiny [22.].....	15
Tab. 2 Průměrná cena některých vysocehlinitých ostřiv za rok 2010 [22.].....	16
Tab. 3 Měrný povrch a průměrná velikost krystalů jílových minerálů [14.].....	22
Tab. 4 Chemické složení jílových minerálů [2.]	22
Tab. 5 Třídění a označování pálených žárovzdorných jílových surovin podle znaků jakosti	26
Tab. 6 Třídění a označování pálených žárovzdorných jílových surovin podle lokality a vypalovacího zařízení	26
Tab. 7 Chemické složení odpadních podsítných podílů jílu	29
Tab. 8 Parametry vstupních surovin briket EURAGGLO [21.]	33
Tab. 9 Výsledné vlastnosti briket EURAGGLO po výpalu [21.].....	33
Tab. 10 výsledky poloprovozní zkoušky [21.]	34
Tab. 11 Chemické složení suroviny FIA.....	44
Tab. 12 Granulometrie	44
Tab. 13 Parametry vzorků po výpalu na 1200 °C	51
Tab. 14 Parametry vzorků po výpalu na 1350 °C	52
Tab. 15. Parametry vzorků po výpalu na 1450 °C	53
Tab. 16 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1200 °C ...	60
Tab. 17 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1350 °C ...	60
Tab. 18 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích vypálených na 1450 °C ...	61
Tab. 19 Receptury pro přípravu pracovních hmot	69
Tab. 20 Parametry vzorků vypálených na 1350 °C	71
Tab. 21 Parametry vzorků vypálených na 1450 °C	72
Tab. 22 Parametry vzorků vypálených na 1550 °C	73
Tab. 23 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1350 °C	80
Tab. 24 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1450 °C	81
Tab. 25 Hodnoty stanovené rtuťovou porozimetrií na vzorcích s teplotou výpalu 1550 °C	81