

Metalurgický rozbor nože ze svářkového železa (Experimentální tavba Josefov 2002)

Jiří Hošek, Jiří Merta, Karel Malý

Polovina želené houby byla kovářsky zpracována profesionálním nožířem z Banské Bystrice kovářským mistrem Ladislavem Šántou – Laským v kovárně v Těšanech, a to v rámci praktické části Odborného semináře k výrobě damascenské oceli, který uspořádalo Technické muzeum v Brně ve dnech 20. až 21. října 2002, viz. *obr. 2*.

Mistr Laský nejdříve navařil pomocí elektrické svářečky polovinu houby na manipulační tyč a vytvaroval ji v tyčovitý polotovár. Ten pak v polovině délky nasekl, přehnul a přehnuté části svařil a opět překoval v tyčovitý tvar, viz *obr. 3*. Tento postup opakoval celkem osmkrát, teoreticky tedy získal paket s 256 vrstvami. Mistr nepoužil žádného prostředku k očišťování svarových ploch od okují, které na výkovku vznikají během ohřevu ve výhni. Z dokončeného paketu za tepla odsekl malý kousek pro potřeby analýz a odhodil jej do vědra s vodou, ze zbytku později vykoval nůž. Čepel nože částečně přebrousil na dobovém brusném kotouči, který je součástí expozice muzea, zčásti se využilo moderní elektrické brusky. Dohládka zbroušenou čepel pak vystavil asi na půl hodiny působení kyselé směsi připravené dle vlastního receptu. Výsledkem je nůž s reliéfní kresbou po stranách čepele, která do jisté míry připomíná techniku svářkového damaskování, *obr. 1*.

Materiálové rozbor

Příprava metalografických výbrusů byla vedena dle standardních postupů, hodnocení vměstkovitosti a struktury bylo provedeno v neleptaném stavu a poté po naleptání nitalem a Oberhofferovým roztokem. K metalografickému hodnocení bylo použito mikroskopů Olympus BX 60 a Neophot 32, k měření tvrdosti přístroje Micromet 2101 WIRTZ Buehler. Energiově disperzní chemická mikroanalýza byla provedena na elektronovém mikroskopu PHILIPS XL 30 vybaveným analyzátozem EDAX (systém korekcí ZAF). Obsah uhlíku a síry byl stanoven na přístroji LECO CS244.

Polotovár nože:

Poskytnutý vzorek byl zbroušen a vyleštěn ve třech rovinách, ve snaze ověřit míru homogennosti materiálu v prostorovém uspořádání.

Metalografický popis: Vzorek je ve všech sledovaných rovinách hojně prostoupen struskovými vměstky, dle normy Jernkontoret stupně 4 až 5. Struktura je převážně martenzitická – tvrdost 508 ± 43 HV 0,5 – avšak často se vyskytuje i směs martenzitu a přechodového perlitu, v některých místech i feritu – tvrdost 284 ± 50 HV 0,5, *obr. 4*. Struktura je nápadně prostoupena světlými liniemi ležícími ve svarových švech. Linie nemají ostré hranice, jsou tedy dobře pozorovatelné spíše při menších zvětšeních, a to jak po naleptání nitalem tak i Oberhofferovým činidlem, *obr. 5*. Ty výraznější mohou dosahovat šířky řádově od 10 do 40 μm a v boční straně metalografického vzorku paketu jich lze napočítat 18. To odpovídá 16 dobře odlišitelným vrstvám různících se svou tloušťkou. Řada dalších linií je výrazná méně a ve struktuře takřka zaniká.

Složení dvou linií bylo ověřeno chemickou mikroanalýzou. V jednom případě bylo naměřeno 2,0 % Ni a 1,4 % Co, v druhém pak 1,7 % Ni a 1,3 % Co. V okolní martenzitické matici bylo detekováno kolem 1,2 % Co, množství niklu bylo pod hranici měřitelnosti danou metodou.

Vzorek houby:

K analýzám jsme použili jeden z laloků okrajové části houby, viz *obr. 6*, první jeho třetinu pro metalografii, zbytek pro chemické rozbor (spalovací metoda, klasická chemická analýza).

Metalografický rozbor: vzorek je prostoupen velkým množstvím dutin či hrubších částic strusky, vzácně se objevuje i kov vysoké čistoty. V rovině výbrusu převládá jemný perlit tvrdosti 243 ± 21 HV 2 (oblast I), *obr. 7a*. V oblasti II jsou perlitická zrna prořátá látkami sekundárního cementitu, viz *obr. 7b*. Tato Widmannstättenova struktura má tvrdost 214 ± 24 HV 2. V oblasti III se společně s perlitem a sek. cementitem objevuje také ledeburit, viz *obr. 7c*. Na některých místech povrchu v oblastech IV jsou vyloučena zrna feritu, někdy nabývající tvar jehlic protínajících perlitická zrna viz *obr. 7f*. V oblasti V jsou ve strusce roztroušené ostrůvky feritu, *obr. 7d*.

Spalovací metodou byl stanoven obsah uhlíku cca 0,7 % a síry cca 0,014 %.

Chemické analýzy (sledován obsah Ni) vzorků rudy, houby a paketu:

- v rudě byl obsah Ni pod mezí detekce,
- ve vzorku houby byl obsah Ni 37 ppm (průměr ze 2 stanovení),
- v paketu obsah Ni dosáhl 208 ppm (průměr ze 3 stanovení).

Zhodnocení

Zpracování vytavené železné houby ani vykování nože nebylo přísně vzato vědeckým experimentem a ani je tak nelze v tomto směru hodnotit. Lze však vypovědět o dosaženém a zajímavém výsledku.

Prozkoumaný paket byl tvořen ocelí, která místy dosahovala dobré tvrdosti. Jak ale vyplývá z jejího průběhu i z charakteru struktury, jde o materiál nehomogenní. Zajímavá je vrstevnatost paketu. Táhlý se jím úzké linie s určitým obohacením niklem a kobaltem. Nejde o hodnoty nikterak vysoké, a to 1,7 a 2,0 % Ni a 1,3 a 1,4 % Co při šířce linií 10 až 40 μm . Osmero opakované překování paketu, viz *obr. 3*, odpovídá teoretickému počtu 256 vrstev. Ve skutečnosti jich je vždy méně, neboť stále tenčí a tenčí vrstvy začnou postupně v žáru výhně odhořívat. Ztráty vrstev propalem přitom mohou být podle okolností i dosti velké. My máme výrazných niklem a kobaltem obohacených hranic těchto vrstev pomálu, ne více než 20 (skutečný počet kolísá místo od místa podle toho jak linie nabírají nebo ztrácejí na své výraznosti). Některé svarové švy identifikovatelné dobře podle linií vměstků jsou bez známek jakéhokoli obohacení, v jiných lze najít jen nejasné stopy. Dostatečně výrazné linie paketu tak mohou být pozůstatkem pouze posledních čtyř anebo pěti kovacích cyklů.

Zbroušení a naleptání čepele nože odkrylo půvabnou kresbu vrstevnicového typu. Již od pohledu tak můžeme nůž přiřadit do skupiny velmi známých až slavných výkovků, které nám často po mnoha staletích vyjevily na vyleštěném a leptaném povrchu svou někdejší krásu. Na mysl máme právě předměty vykované v dávných dobách z paketů s vrstvami niklem a často i kobaltem bohatými. Snad nejznámější ze všech je sekyrka z Kjule, vyrobená někdy mezi 1. až 4. stol. (*Tholander – Blomgren 1980*). Je otázkou, jak přesně se podobné předměty zhotovovaly. Spolehlivého výsledku lze dosáhnout kombinací dvou různých materiálů, z nichž jeden niklem bohatý je a druhý není. To konečně bylo ověřeno i experimentálně, např. již před více než dvaceti lety ve Švédsku (*Tholander – Blomgren 1980*). Jinou možností bylo užití jednoho kovu, který je, byť třeba jen nepatrně, niklem obohacen a při výrobě paketu spoléhat na oxidaci povrchu, při níž se nikl i kobalt, ale i další prvky ušlechtilější nežli železo, rozpouštějí v podpovrchových vrstvách postupně ve stále vyšší a vyšší koncentraci. To je i náš případ. Snad mohl být tento způsob běžnější, neboť jeho jednoduchost zvyšovala možnost praktického využití. Jistě šlo vyrábět obdobné předměty i na našem území. Nůž samotný nám je však důkazem toliko po stránce techniky provedení, neboť ruda použitá k tavbě místního původu není. Ale i u nás některé rudy vhodné jsou, např. na Českomoravské vrchovině. Důkazy v podobě archeologických nálezů máme do jisté míry rovněž. Vrstevnatost stejného anebo podobného typu byla prokázána u keltského dláta ze Starého Hradiska (*Ustohal, Jan & Ptáček 2001*) nebo třeba u fragmentu udidla z pražského Alšova Nábřeží, nálezu ze samého závěru středověku či z novověku – nevíme přesně (*Bouzková – Vojtěch – Starec 2001*). Také u dalších archeologických výkovků byl nikl v některé oblasti struktury detekován, nejde již ale o materiály s niklem přerostlým přímo do vrstev (i když jde zpravidla o linie). Jiných důkazů prozatím není.

Zajímavý výsledek poskytly i analýzy vzorku železné houby, přesněji lalokovitého výčnělku z jejího povrchu. V části vzaté pro chemickou analýzu (spalovací metoda) bylo kolem 0,7 % C, tj. mírně podeutektoidní obsah. V rovině metalografického výbrusu převažovala struktura perlitická, tj. eutektoidní, avšak jsou zde i malé nadeutektoidní oblasti se sekundárním cementitem a dokonce i ledeburitem. Oblastí s feritem bylo zanedbatelně málo. Znamená to, že během tavení houby, alespoň tedy na jejím povrchu, vzniknout uhlíkem značně bohatá místa, tj. v peci bylo dosaženo dobrých redukčních podmínek. To není až tak překvapující, neboť v železných houbách jsou oblasti nadeutektoidní oceli a někdy i litiny pozorovány velmi často (*Pleiner 2000*). Objevovaly se celkem pravidelně i v našich experimentálně vytavených hubách (*Pleiner 1969, Souchopová – Stránský 1983, Stránský – Souchopová – Merta 1995*) a občas i v metalograficky zkoumaném archeologickém materiálu (např. *Stránský – Vrba 1985, Stránský – Stránská 1988, apod.*). Zdá se dokonce, že k silnému, byť jen lokálnímu, nasycení železa uhlíkem v procesu přímé výroby mohlo docházet relativně snadno. Vždyť jen u pokusných taveb provedených na našem území, nedošlo k utváření oceli o nadeutektoidní koncentraci uhlíku (ke kterému však dochází jen v poměrně dosti malých objemech kovu) jen u méně úspěšných taveb, kdy výtěžek byl pod úrovní zhruba desíti

procent. Za jinak stejných podmínek tavby by nauhličení železa příznivě ovlivnilo prodloužené období dohořívání a chladnutí pece před vlastním vyjmutím houby z nístěje. Je rovněž známo, že většího nauhličení se dosáhne při obohacení vsázky manganoželeznatými rudami. O možnosti i relativní snadnosti alespoň lokálního silného nasycení železa uhlíkem v procesu tavby, a to i bez ohledu na typ pece, nelze pochybovat. Nicméně nerovnoměrnost chemického složení bývala v houbách vysoká, a tak otázkou stále zůstává do jaké míry a hlavně jak spolehlivě mohou povrchové partie, či obecně jen lokálně sledovaná místa, vypovědět o celkové kvalitě vyredukovaného kovu. Pokud byla houba dále zpracována jako celek, mohlo dojít k výrazné homogenizaci struktury výsledného polotovaru. Byla-li houba separována na jednotlivé části a teprve ty dále zpracovávány, pak i výsledné polotovary mohly být svým chemickým složením různé. Týká se to především obsahů uhlíku a fosforu, ale rovněž niklu a kobaltu, případně Cu a As. I z tohoto důvodu může být zavádějící sledovat korelaci chemického složení mezi vzorky výchozí houby a z ní připravenými polotovary. Pokud jde o nikl, pak i v našem případě nelze opomenout nastíněnou problematičnost celé věci. Víme jen, že vyšší obsahy niklu jsou zpravidla doprovázeny strukturami s vyššími obsahy uhlíku. Nelze tedy přinejmenším vyloučit, že i v případě našeho analyzovaného fragmentu může jít o hodnoty blízké maximálnímu obsahu Ni v celé houbě. Přesto je nutné zjištěný obsah (0,0037 % Ni) považovat pouze za orientační.

Závěr

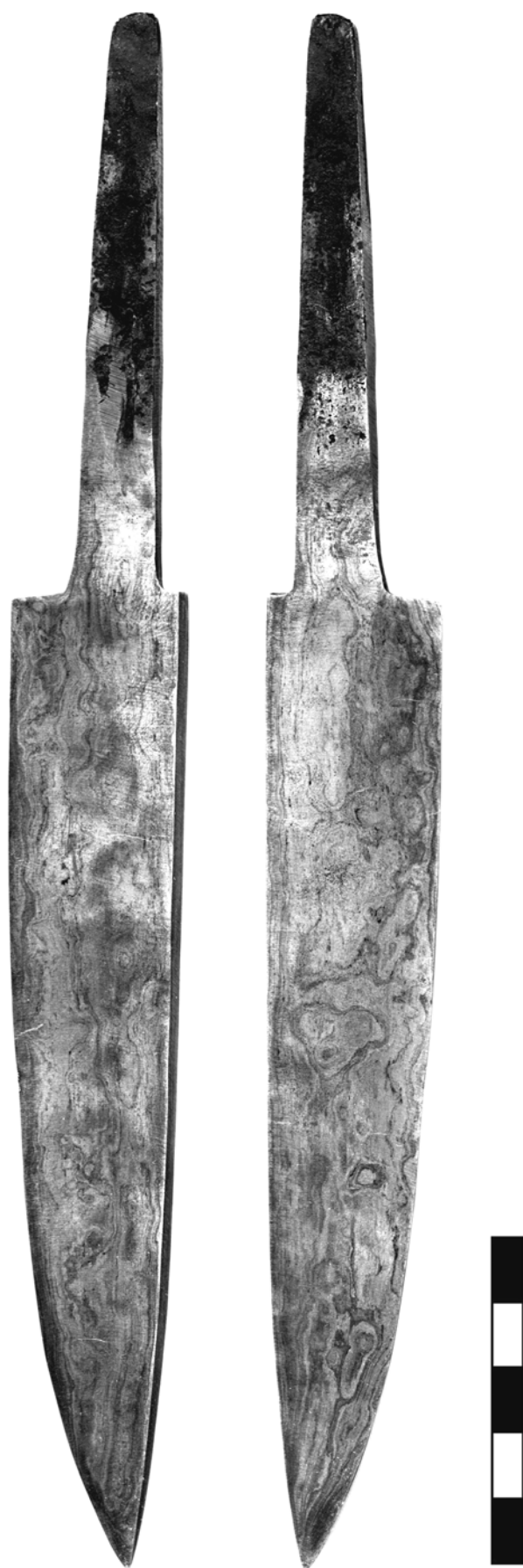
Nůž vykováný z experimentálně vytavené železné houby má na vybroušených a leptaných stranách čepele vrstevnicovou kresbu, která se může objevit, byť dosti vzácně, i u některých archeologických výkovek. Jde o předměty s výraznými niklem a kobaltem obohacenými vrstvami. V našem případě bylo vytvoření vrstev s cca 2 % Ni a 1,4 % Co jevem doprovázejícím oxidaci železa v žáru výhně při výrobě jednoduchého paketu.

Vzorek houby, z níž byl nůž vykován má vysokouhlíkovou, místy nadeutektoidní strukturu, což vypovídá o dobrých redukčních podmínkách v daném místě pece. Ohodnotit houbu jako celek však na základě jednoho fragmentu spolehlivě nelze. I přesto můžeme dokumentovat nárůst obsahu Ni s postupujícím zpracováním produktu. Bohužel, i když v závěrečné fázi zpracování se vliv niklu projevuje natolik zřetelně, že je možné metalograficky podchytit změny vzhledu struktury a spolehlivě jej detekovat analyticky, nemusí nic vypovídat o zjiitelném obsahu Ni v rudě, tj. nelze ho jako spolehlivý indikační prvek k určování provenience rudy použít.

Literatura

- THOLANDER, E. – BLOMGREN, S. 1980: Reconstruction of techniques used to produce prehistoric nickel rich iron artifacts, In: Historical Metallurgy, vol. 14, No. 2, s. 94–102.
- USTOHAL, V. – JAN, V. – PTÁČKOVÁ, M. 2001: Řádkovitost struktury nálezových železných předmětů, In: Archeologia technica 12, TM v Brně, s. 50–53.
- BOUZKOVÁ, D. – VOJTĚCH, D. – STAREC, P. 2001: Metallographic analysis of findings from medieval scrap-heap on Alešovo Nábřeží, Prague, In: Acta Metallurgica Slovaca 7/1, s. 340–342.
- SOUCHOPOVÁ, V. – STRÁNSKÝ, K. 1983: Poznatky z experimentálních taveb železa v rekonstrukcích nadzemních šachtových pecí z Blanenska, In: Památky archeologické LXXIV, Praha, s. 527–544.
- STRÁNSKÝ, K. – VRBA, I. 1985: Rozbory železných předmětů a strusek ze zaniklé středověké osady, In: Nekuda, V.: Mstěnice, Hrádek – tvrz – dvůr – předsunutá opevnění, Muzejní a vlastivědná společnost v Brně, s. 193–222.
- STRÁNSKÝ, K. – STRÁNSKÁ, R. 1988: Hamry v Nesměřském údolí, In: Zkoumání výrobních objektů a technologií archeologickými metodami, TM v Brně, s. 79–88.
- STRÁNSKÝ, K. – SOUCHOPOVÁ, V. – MERTA, J. 1995: Experimentální tavby železa v Blanensku v rekonstrukcích železářských pecí z 9. století n.l., in: Študijné zvesti archeologického ústavu SAV, 31, s. 207–215.
- PLEINER, R. 1969: Experimental smelting of steel in early medieval bloomeries, In: Památky archeologické LX, Praha, s. 459–487.
- PLEINER, R. 2000: Iron In Archaeology – The European Bloomery Smelters, ArÚ AV ČR, Praha

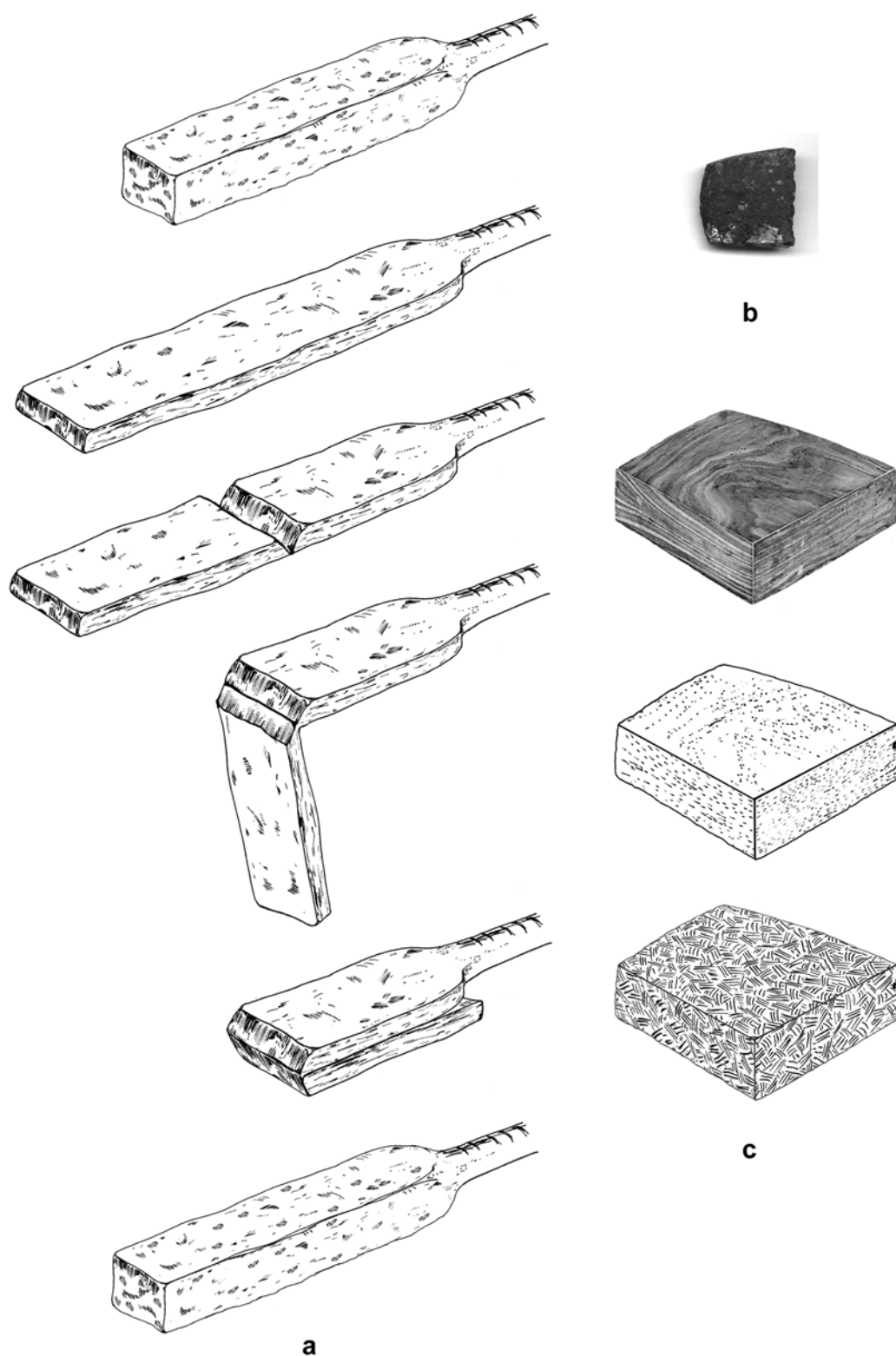
Článek vznikl v rámci projektu K 800 21 99.



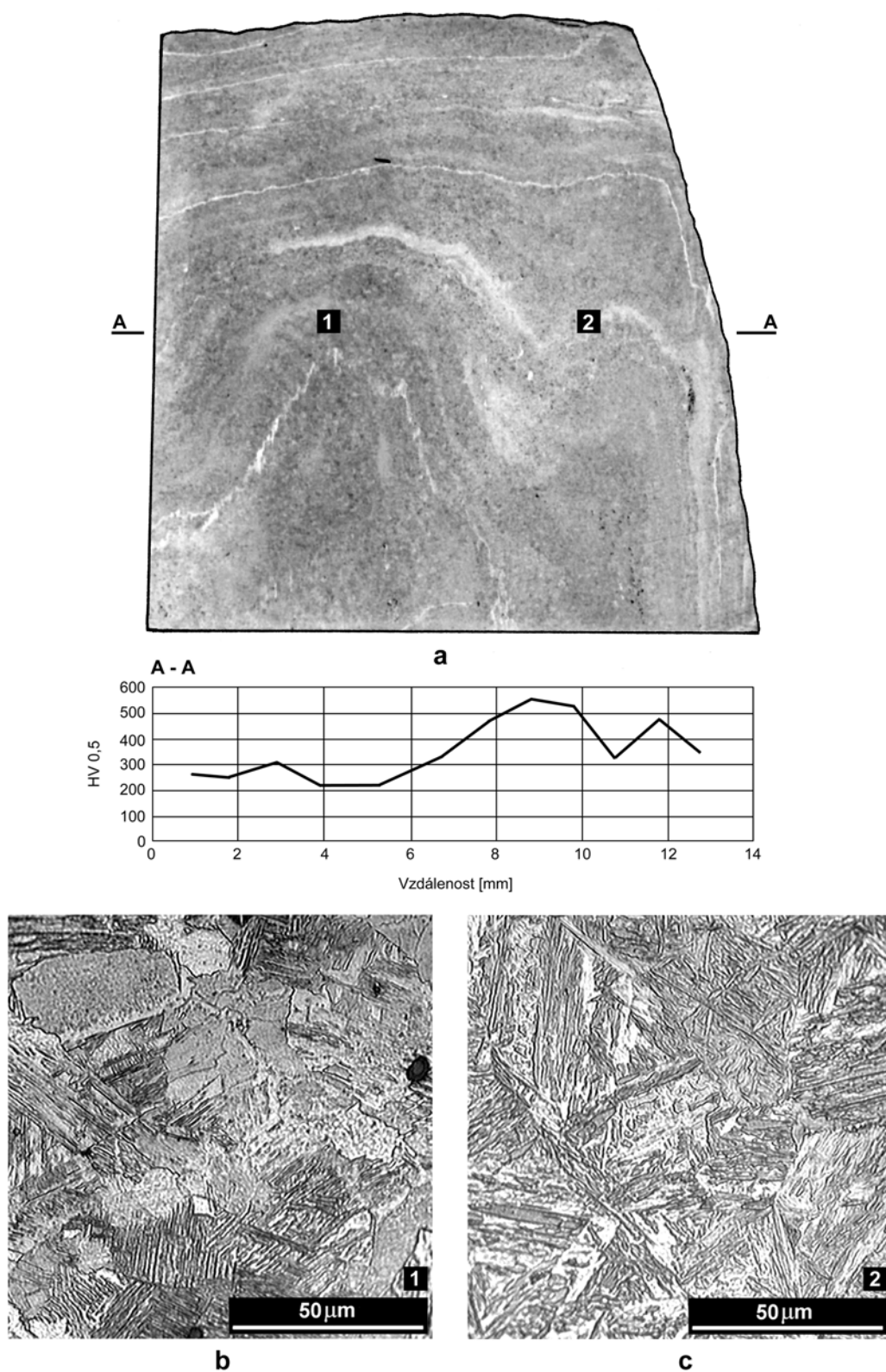
Obr. 1 Nůž vykovaný mistrem Laskym z experimentálně vytavené železné houby



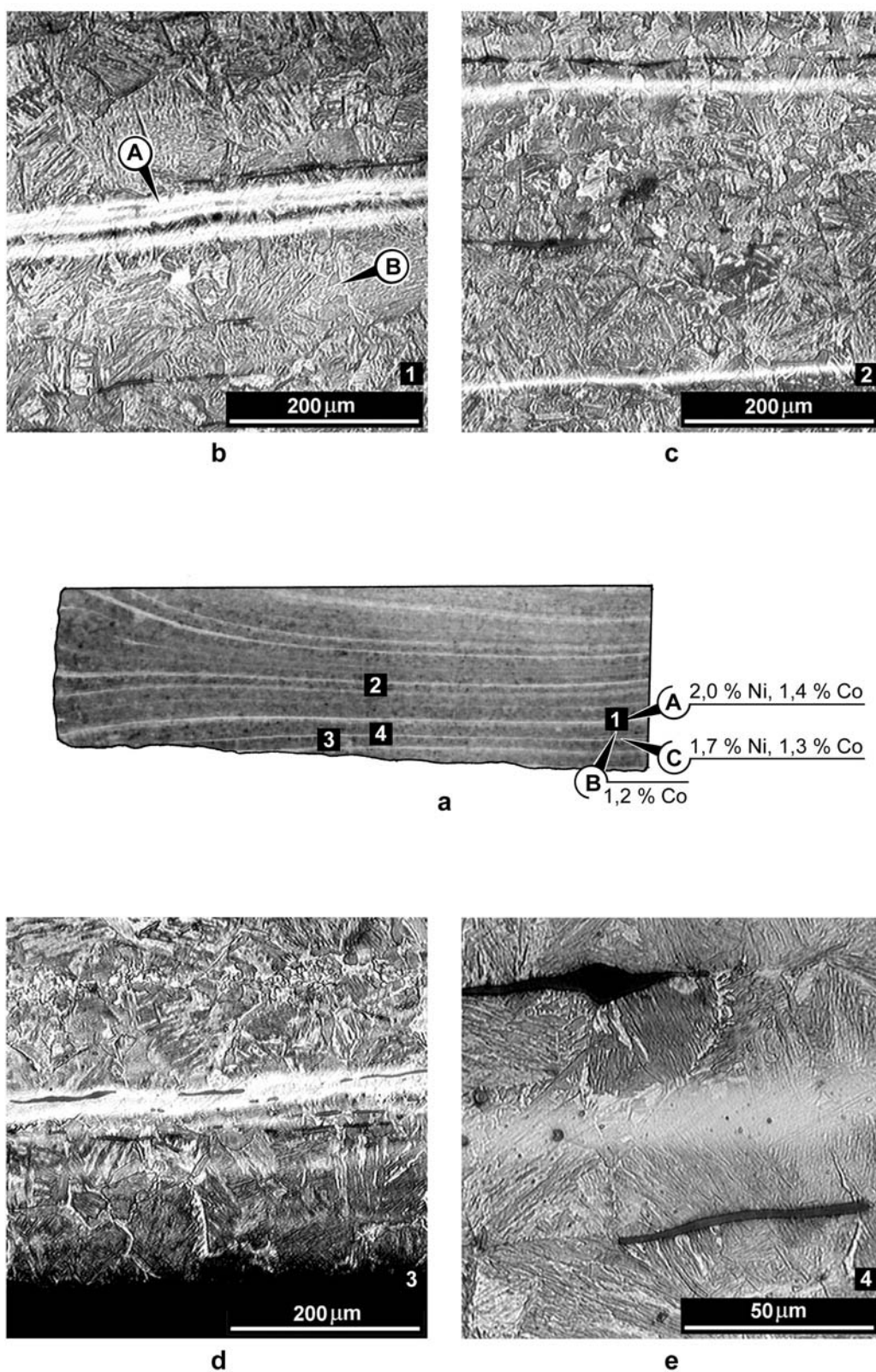
Obr. 2 Kovářská práce mistra Laskyho v Těšanech; a, b – prokovávání polotovaru; c – broušení čepele nože na ručním brusku



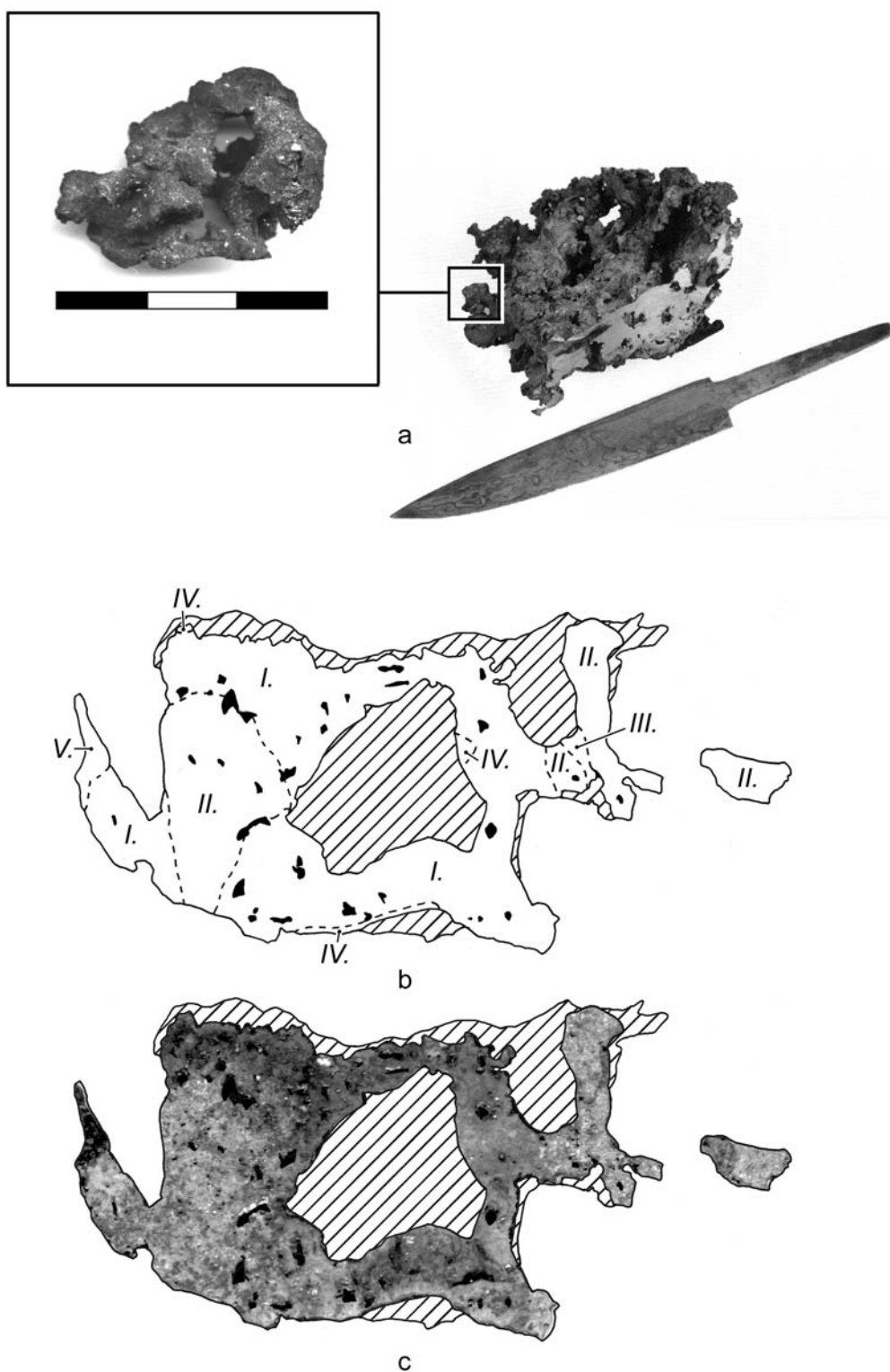
Obr. 3 a – postup kování polotovaru; b – kousek odseknutý pro analýzy (skutečná velikost); c – vzorek sledovaný ve třech rovinách, nejprve po naleptání Oberhofferovým činidlem, pak rozložení vměstků (neleptaný stav), poté schematický nákras struktury (leptáno nítalem)



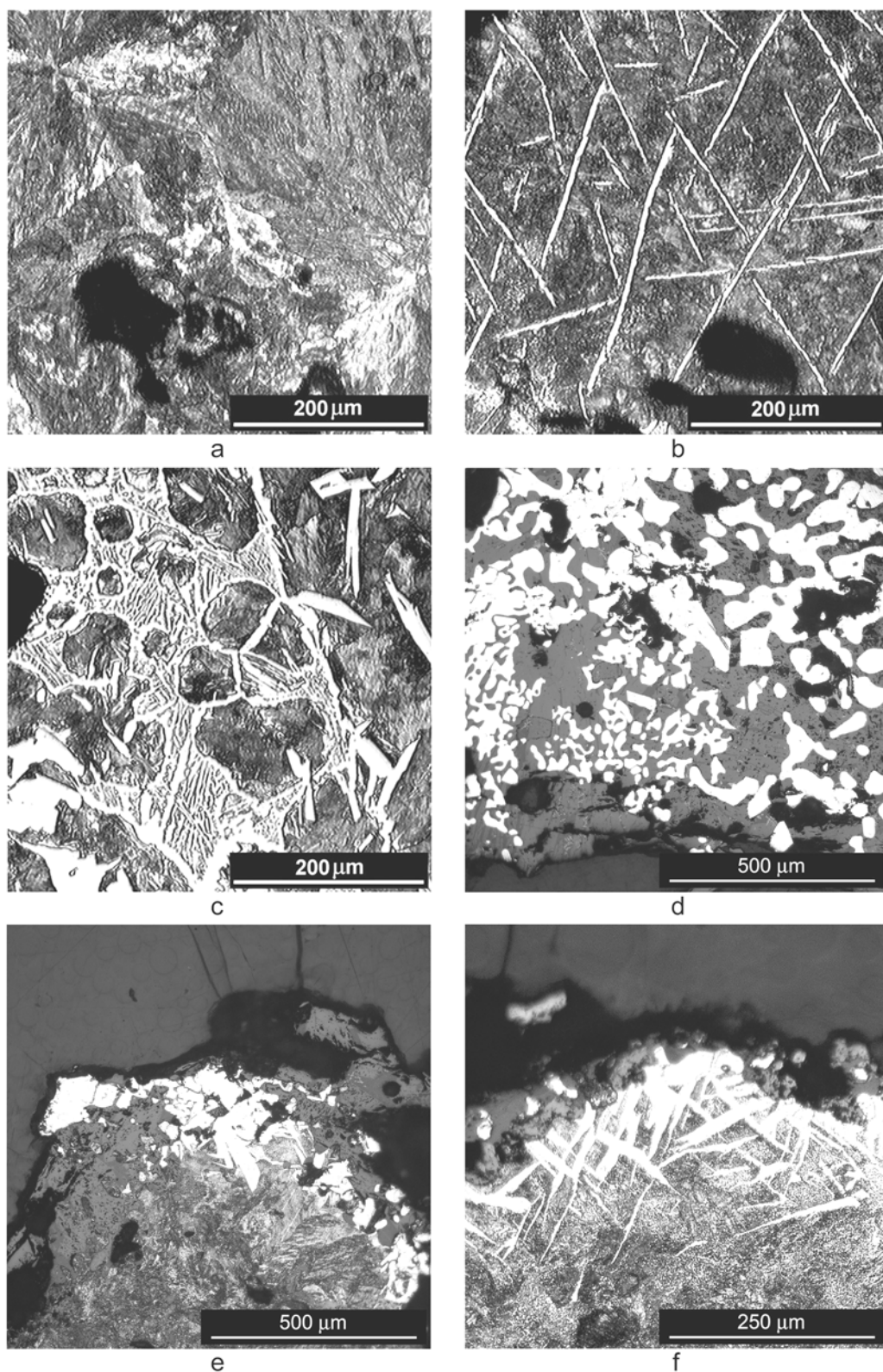
Obr. 4 a – horní rovina vzorku po naleptání nitalem s průběhem tvrdosti; b – směs feritu, přechodového perlitu i martenzitu (nital); c – struktura martenzitu (nital)



Obr. 5 a – boční strana vzorku po naleptání nítalem a výsledky chemické mikroanalýzy (EDX) – A, C ... světlé linie, B ... základní materiál; b až e – detaily vrstvení



Obr. 6 a – vzorek vytavené železné houby použitý pro analýzy; b – výbrus vzorku s vyznačením rozložení jednotlivých strukturálních oblastí; c – výbrus po naleptání Oberhofferovým roztokem



Obr. 7 *a* – perlitická struktura oblasti I; *b* – perlitická struktura s cementitickými v oblasti II; *c* – ledeburit a zrna perlitu s deskami cementitu oblasti III; *d* – roztroušená zrna feritu ve strusce, oblast V; *e, f* – ferit v některých povrchových vrstvách houby, oblasti IV; vše leptáno nital