

Sborník ze semináře
ZKOUMÁNÍ VÝROBNÍCH OBJEKTŮ A TECHNOLOGIÍ
ARCHEOLOGICKÝMI METODAMI
12. prosince 1979, Technické muzeum v Brně

Karel S t r á n s k ý , VAAZ Brno

Rozbory kovových předmětů a jejich význam pro
industriální archeologii

Prudký rozvoj vědy, techniky a průmyslové výroby, který charakterizuje naše století, v sobě zahrnuje neméně rychlý vývoj experimentálních a analytických metod. V průmyslu a ve výzkumných ústavech slouží tyto experimentální a analytické metody převážně buď ke kontrole výroby a k zajišťování potřebné jakosti výrobků, anebo k získání informací o vlastnostech materiálů, popř. o jeho chování za různých vnějších podmínek. Výjimku nečiní ani výroba kovových materiálů a odpovídající vědní obor fyzikální metalurgie. Naopak, současná výroba kovových materiálů, zejména ocelí, je neoddělitelně spjata s využitím přesných a rychlých analytických metod a dnešní výzkum kovových materiálů je možný jen na základě využití experimentálních a analytických metod a postupů.

Industriální archeologie, zejména archeologie hutnická, která se rozvíjí v těsném závěsu za vývojem dnešní fyzikální metalurgie, je hraničním oborem, v němž může být většina základních analytických a experimentálních metod z výroby a výzkumu kovů velmi výhodně využita a uplatněna. V tomto příspěvku je podána stručná charakteristika souboru základních analytických metod, jejichž aplikací je možno získat představu o hlavních fyzikálně metalurgických vlastnostech kovových předmětů a zároveň je možno tyto informace využít při pokusech o rekonstrukci způsobu jejich výroby. K hlavním fyzikálně metalurgickým charakteristikám materiálu je možno z hlediska jejich využití v industriální archeo-

logii počítat:

- chemické složení,
- krystalografické (fázové) složení,
- metalografický popis,
- fraktografický popis,
- mechanické vlastnosti (zejména tvrdost).

Ve všech případech je třeba rozlišovat, zda se zjišťovaná charakteristika vztahuje k průměrnému vzorku, pak se hovoří o makroanalýze, anebo k vybrané oblasti vzorku, pak se obvykle hovoří o mikroanalýze. Hranice mezi makro a mikroanalýzou má přitom konvenční povahu, která je v hlavní míře závislá na druhu metody. Analýzy mohou být kvalitativní anebo kvantitativní. Analýza, při níž se vedle kvality odhaduje kvantita, se označuje jako polokvantitativní.

Nezbytným doplňkem přesných měření a analýz je stanovení chyb měření s uvedením počtu měření, popř. počtu analýz. Tyto údaje jsou potřebné k posouzení statistické významnosti rozdílů mezi dvěma, či více analyzovanými předměty. Ve sporných případech jsou nutné kontrolní analýzy několika na sobě nezávislými laboratořemi, anebo různými analytickými metodami.

Téměř každá analytická metoda vyžaduje specifický, více či méně odlišný způsob preparace výchozího kovového vzorku, s nímž je nutno se předem obeznámit a bezpodmínečně jej dodržet, poněvadž ovlivňuje přímo výsledky analýz.

Chemická analýza

K analýzám průměrného vzorku, tj. k analýzám slouží dnes již klasické analytické postupy tzv. mokrou cestou, které jsou v převážné míře stanoveny státními normami ČSN. Tyto analýzy jsou nej přesnější a slouží často, jako analýzy kontrolní. V posledních letech jsou vytlačovány rychlými analýzami polohy a intenzity emisního spektra kovů a jejich systémů. Metoda je zcela zautomatizována a příslušná zařízení se označují jako kvantametry. K mikroanalýzám se využívá nejčastěji elektronových mikrosond, které pracují na základě měření polohy a intenzity rentgenového spektra kovů a jejich systémů. Využití elektronových mikrosond je značně universální, poněvadž přístroje umožňují analýzy bodové, přímkové a plošné a na-

víc sejmутí rentgenového spektra všech prvků periodického systému s výjimkou vodíku, hélia a lithia. Výstupní údaje jsou buď ve hmotnostních (dříve váhových procentech), nebo v parametrech, které jsou jim úměrné. Příklad plošné analýzy mědi na kolmém řezu pláště prehistorického prstenu z jeskyně Býčí skála je na obr. 1 a 2. První snímek znázorňuje obraz absorbovaných elektronů, druhý snímek plošné rozložení mědi. Povrch prstenu je v horní části snímku. Z analýzy plyne, že měď vytváří ve struktuře prstenu síťoví, které je orientováno převážně ve směru kolmém k povrchu (1).

Fázová analýza

K analýzám krystalografické struktury, tj. k určení fázového složení průměrného vzorku se využívá téměř výhradně rentgenového záření. K zařízením, která pracují nejrychleji a s vysokou citlivostí náležejí dnes rentgenové difraktometry. Rentgenové difrakční spektrum sejmутé s příslušného vzorku na tomto rentgenovém difraktometru se vyhodnocuje nejrychleji srovnáním s vhodnými normály a vedle informací o fázovém složení lze získat také údaje o objemových jednotlivých fázích ve vzorku. Jako příklad fázové analýzy se stanovením objemových podílů může sloužit rozbor úlomku železné houby z experimentálních taveb v olomučanské variantě šachtové pece na VAAZ v Brně (2). V okrajových částech železné houby bylo rentgenovým difraktometrem Kristalloflex zjištěno:

wüstit (FeO)	26 obj. %
magnetit (Fe ₃ O ₄)	22 obj. %
železo ()	52 obj. %

V porovnání s granulemi čistého železa uvnitř houby jsou okrajové partie okysličené.

Metalografická analýza

Tato analýza poskytuje informace o tvaru a uspořádání strukturních složek a fází a náleží vedle chemických analýz k metodám, které jsou v archeologii nejčastěji používány. K metalografické mikroanalýze je možno použít světelných mikroskopů, obou hlavních typů elektronových mikroskopů tj. transmisního i rastrovacího, přičemž makroanalýzy struktur nevyžadují buď vůbec žádné, popř.

jen malé několikanásobné zvětšení. Analýzám musí předcházet pečlivá příprava metalografických výbrusů, které se pozorují a snímají světelným mikroskopem buď v nenaleptaném stavu, anebo po naleptání vhodnými činidly. Metalografická analýza kovových vzorků v elektronovém rastrovacím mikroskopu je poměrně rychlá a vzorky je možno pozorovat přímo bez zvláštních úprav. Pro elektronový transmisní mikroskop je nutno až na výjimky snímat z povrchu metalografických vzorků otisky (nejčastěji biocen - uhlíkové, popř. uhlíkové) a teprve tyto analyzovat. Dosáhne se lepšího rozlišení strukturních složek, avšak analýza je pracnější.

Přibližně platí, že světelným mikroskopem se získá užitečné zvětšení do 1500x, s elektronovým rastrovacím mikroskopem lze pracovat v rozsahu užitečného zvětšení od 50x do 20000x a v elektronovém transmisním mikroskopu se používá zvětšení větší než 1500x.

Příklad struktury železného srpu ze zaniklé středověké osady Pfeffenschlag u Slavonic je na obr. 3 a 4 (3). Na obr. 3 je bainitická struktura čepele ze světelného mikroskopu při zvětšení 500x. Obr. 4 je z elektronového transmisního mikroskopu, zobrazuje také bainitickou strukturu, avšak při 10 000 násobném zvětšení. Analýza těchto struktur, které jsou výsledkem složitých postupů tepelného zpracování vyžaduje obvykle jistých praktických zkušeností.

Fraktografická analýza

Analýza lomů náleží k nejstarším a dosud nejběžněji používaným zkušebním metodám. Vzhled lomu v sobě skrývá informace o tom, zda je materiál předmětu tvárný, či křehký, zda obsahuje vnitřní vady, je-li homogenní či heterogenní aj. Nejnověji se používá k fraktografické analýze rastrovacího mikroskopu, který se vyznačuje velkou hloubkou ostrosti. Ta umožňuje pořídit kvalitní snímky i tak členitých povrchů lomů, jako mají kovové materiály. Touto metodou je možno získat snímky povrchu lomů v rozsahu užitečného zvětšení od 50x do 20 000x.

Příklad mikrofraktografických snímků ze dvou různých typů radlic ze zaniklé osady Pfeffenschlag je na obr. 5 a 6. Na obr. 5 prochází lom velmi pevným bainitem kvalitní radlice, na obr. 6 jde o lom probíhající feriticko perlitickou strukturou malé rad-

lice z víceradličního pluhu. Lóm doložený na obr. 5 proběhl štěpením, na obr. 6 proběhl tvárným dutinovým mechanismem.

Mechanické zkoušky

U archeologických nálezů jsou mechanické zkoušky obvykle omezeny na zkoušky tvrdosti, které jsou rychlé, vyžadují poměrně malé vzorky a v případě nutnosti lze tvrdost kovových předmětů měřit přímo v terénu. Aplikovat je možno všechny základní metody, tj. zkoušku tvrdosti podle Vickerse, Brinella i Rockwella. Nejčastěji se však měří tvrdost podle Vickerse a Brinella. Postup a podmínky zkoušek jsou přesně stanoveny státními normami ČSN. Vickersova metoda používá jako vnikacího tělesa diamantového jehlanu, Brinellova metoda kuličky z oceli nebo z tvrdokovu. Orientační povahu má měření tvrdosti tzv. Poldi - kladívkem, kterým je však možno měřit tvrdost kovových předmětů přímo v terénu. Měření Poldi - kladívkem je založeno na porovnání průměrů vtisku kuličky v měřeném předmětu a ve srovnávacím normálu.

Velmi účinnou metodou je měření mikrotvrdosti podle Vickerse. Používá se k tomu speciálních mikrotvrdoměrů, které se nasazují na optický systém světelných mikroskopů a pracuje se zatížením do 100 g. Výsledná mikrotvrdost strukturních složek a fází umožňuje lépe charakterizovat tepelné zpracování železných předmětů. Jako příklad může sloužit měření mikrotvrdosti strukturních složek v různých částech radlic ze zaniklé osady Pfeffenschlag u Slavonic (3).

Mikrotvrdost HM 20						
Oblast radlice	radlice č. 29 596			radlice č. 36 716		
	bainit	perlit	ferit	bainit	perlit	ferit
špička	420	352	-	-	-	139
boční stěna	-	269	-	-	-	153
horní část	-	225	167	-	-	155

Je zřejmé, že radlice č. 29 596 je záměrně tepelně zpracována tak, že její nejvíce namáhaná část má největší tvrdost.

Shrnutí

Cílem příspěvku bylo charakterizovat soubor základních analytických metod, které umožňují získat informace o hlavních fyzikálně metalurgických vlastnostech kovových předmětů z archeologických nálezů. Komplex zmíněných metod je přirozeně možno aplikovat také při analýzách produktů experimentálních hutnických pochodů a výsledky lze použít k rekonstrukci starých a zaniklých výrobních technologií. Smyslem předloženého nástupu analytických metod bylo pouze naznačit specifiku přístupu k analýzám, které jsou ekonomicky velmi nákladné a zároveň náročné z hlediska interpretace výsledků. Zdá se, že nejvhodnější přístup k analýzám kovových předmětů z hlediska jejich využití v industriální archeologii bude v budoucnu založen na vzájemné spolupráci archeologa a fyzikálního metalurga. Samozřejmě i v tomto jsou a budou výjimky (4). Zájemci o literaturu, která se vztahuje k analytickým a interpretačním metodám používaným ve fyzikální metalurgii naleznou bohatý zdroj informací v metalografickém vademecum K. Cíhy (5).

Literatura:

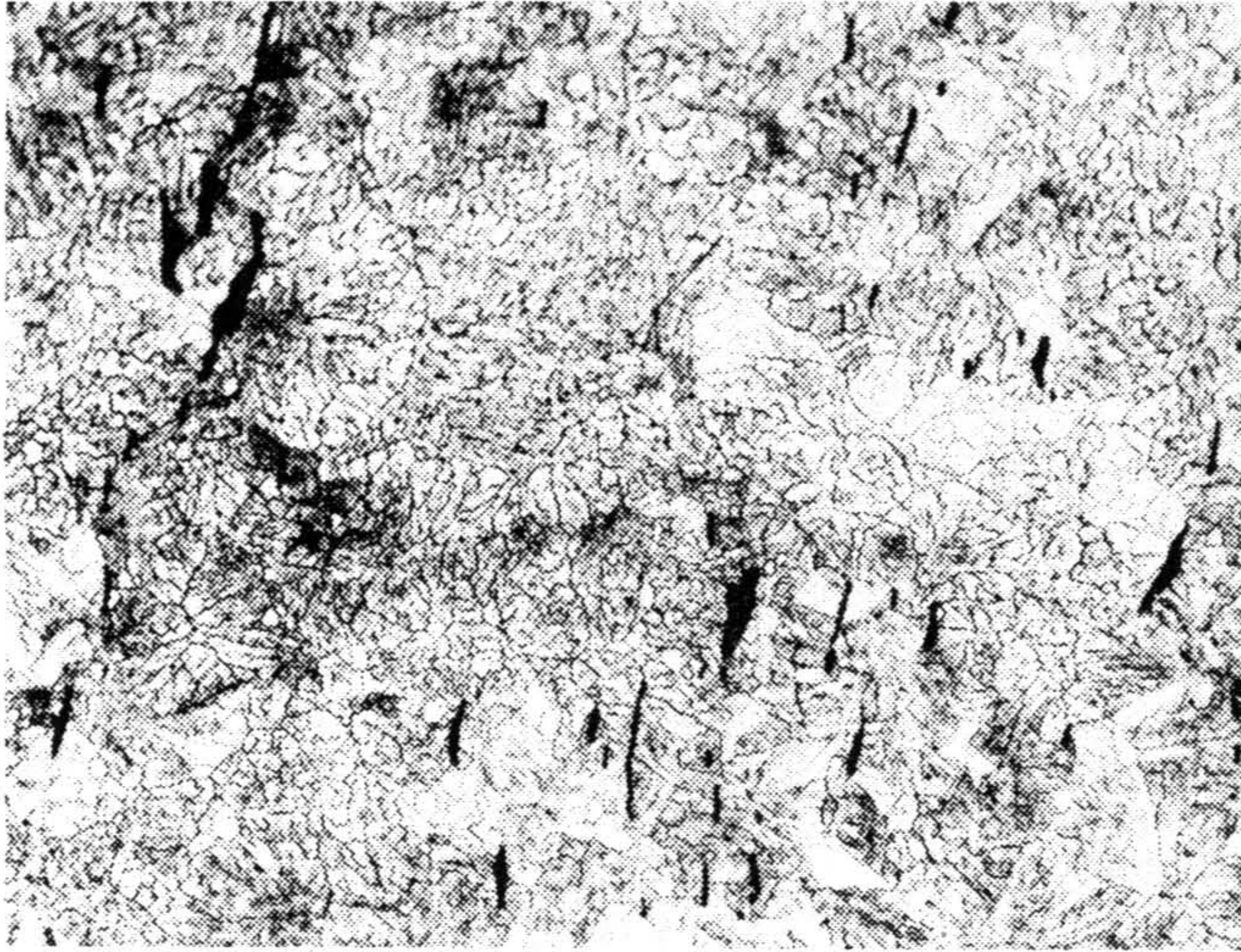
- (1) Stránský, K., Rek, A., Münstnerová, E., Ptáček, L.: Slévárství, 21, 1973, č. 9 s. 360-366
- (2) Cenek, M., Bezděk, L., Stránský, K., Souchopová, V.: Přímá výroba železa z rud na Blanensku. In: Knižnice odborných a vědeckých spisů VUT v Brně, 1973, sv. B-61, s. 79-90
- (3) Stránský, K.: Rozbory železných předmětů. In: Nekuda, V.: Pfaffenschlag, 1975, Brno
- (4) Pleiner, R.: Staré evropské kovářství. NČSAV, 1962, Praha.
- (5) Cíha, K.: Metalografické vademecum. ÚFM - ČSAV Brno, 1978



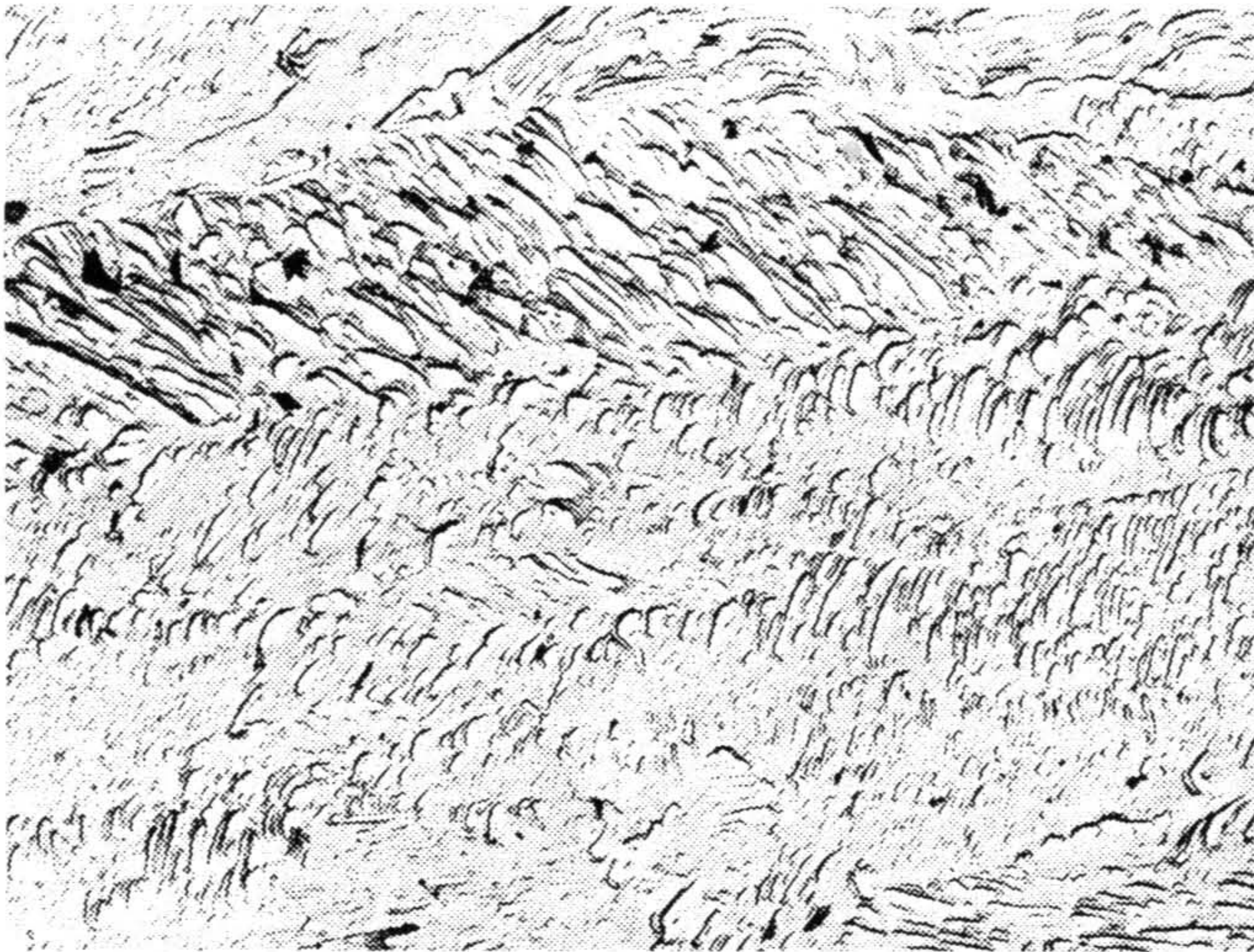
Obr. 1 Obraz absorbovaných elektronů; elektronová
mikrosonda JXA - 3A (650x zvětšeno)



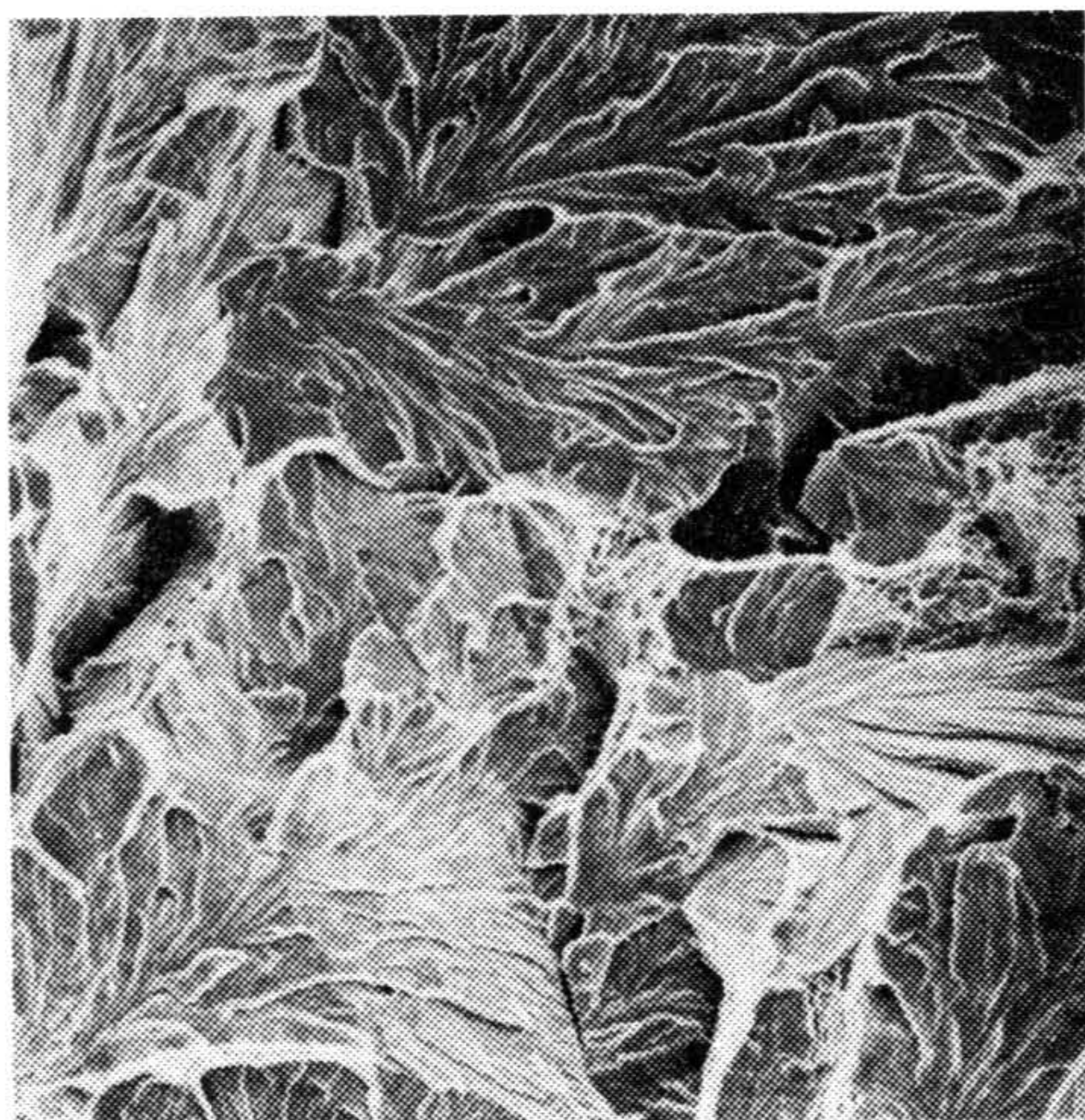
Obr. 2 Plošné rozložení mědi - rtg. záření Cu K₁;
elektronová mikrosonda JXA 3A (650x zvětšeno)



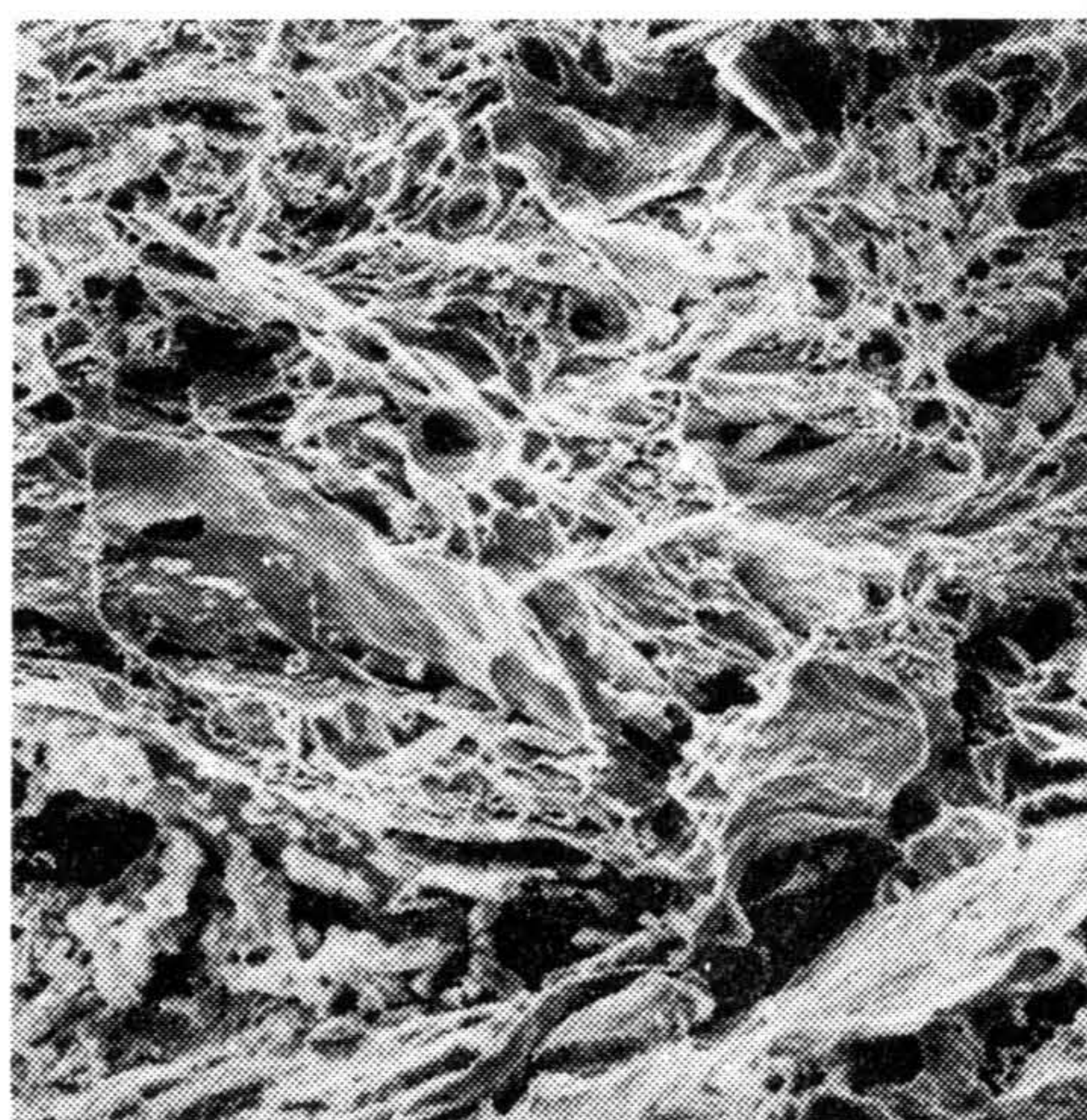
Obr. 3 Bainitická struktura srpu; světelný mikroskop
Zeiss - Neophot II (leptáno nitalem, 500x zvětšeno)



Obr. 4 Bainitická struktura; elektronový mikroskop JEM 200A,
bioden - uhlíková replika stínovaná slitinou zlato -
paladium (10 000x zvětšeno)



Obr. 5 Štěpný lom špičky radlice; rastrovací elektronový mikroskop JSM U3 (300x zvětšeno)



Obr. 6 Tvárný lom špičky radlice; rastrovací elektronový mikroskop JSM - U3 (300x zvětšeno)