

Analýza železného předmětu z lokality Melice – předhradí

Drahomíra Janová, Jiří Merta, Karel Stránský

Úvod

Materiálovému rozboru byl podroben železný předmět pocházející z archeologického výzkumu z lokality hradu Melice. Předmět měl podobu mělké otevřené nádoby – trojnožky a pravděpodobně původně sloužil kultovním účelům. Z železného předmětu, pokrytého silnou vrstvou koroze byly mechanicky pilkou na železo odebrány dva vzorky – řezy k metalografické a chemické analýze. Z horní části stojiny (nožky) o délce cca 70 mm (u spodní, masivnější část stojiny došlo při manipulaci k jejímu rozlomení ulomení) byl odříznut vzorek o přibližných rozměrech 7 × 8 × 13 mm, z výduti o přibližných rozměrech 55 × 50 × 8 mm byl vyříznut další vzorek o přibližných rozměrech 8 × 8 × 9 mm. Oba vzorky byly zality do elektricky vodivé hmoty a běžným způsobem, broušením na metalografických brusných papírech s doleštěním na diamantových pastách o zrnitosti do 1 μm, byly na nich připraveny metalografické výbrusy. Vzorek ze stojiny (označený A) sloužil k chemické mikroanalýze a k analýze metalografické, vzorek z výduti (označený B) sloužil pouze k analýze metalografické.

K chemické analýze byl aplikován mikroanalytický komplex PHILIPS–EDAX pracující v módu energiově disperzní RTG. spektrální mikroanalýzy, umožňující pozorování struktur v zobrazení sekundárních elektronů (SE) a zpětně rozptýlených – odražených elektronů (BSE). K metalografické analýze byl využit světelný metalografický mikroskop OLYMPUS–GX71 s možností digitálního záznamu vyšetřovaných mikrostruktur.

Výsledky analýz

Chemické složení – vzorek A. Průměrné chemické složení bylo stanoveno analýzou vyleštěného a nenaleptaného povrchu ve třech různých místech, vždy z plochy cca 1 × 1 mm². Výsledky jsou uvedeny v *tabulce 1* spolu s podmínkami měření. Chemické složení vzorku odpovídá železu se zvýšeným obsahem fosforu, s nízkým obsahem síry a též s velmi nízkým obsahem křemíku. Železo má velmi nízký obsah uhlíku.

Kromě průměrného složení vzorku bylo také stanoveno složení vměstků ve struktuře. Analýzované vměstky byly po měření doloženy snímky v zobrazení odražených elektronů (BSE). Výsledky mikroanalýz vměstků jsou uspořádány v *tabulce 2*.

Vzorek obsahuje četné, ve směru tváření kováním protažené vměstky které jsou až makroskopických rozměrů (*obr. 1*), z nichž jeden rozměrný vměstek byl podroben detailní analýze. Tento vměstek je při větším zvětšení znázorněn na snímku 30592 (*obr. 2*) a stanovení jeho průměrného složení je uvedeno v prvním sloupci *tabulky 2*. Složení tohoto vmětku se velmi blíží ke složení fayalitu, které je dáno stechiometrickým vzorcem Fe₂SiO₄. V daném případě však obsahuje fayalit ještě příměsi – Mg, Al, P, K, Ca a Ti, které jsou ve fayalitu vyloučeny na způsob minoritních fází, zobrazených v detailu na snímku 30594 (*obr. 3*). Fázi analyzovanou v místě 1 tvoří téměř čistý fayalit, složení fáze s vysokým obsahem hliníku analyzované v místě 2 se blíží ke složení hercynitu FeAl₂O₄, a ve zbývajících bodově analyzovaných místech 3 a 4 je soustředěn fosfor, vápník a draslík. Kromě rozměrných vměstků jsou ve struktuře analyzovaného železa rozloženy též vměstky mikroskopických rozměrů, znázorněné na snímku 30595 (oblast 2), jejichž analýza je v posledním sloupci *tabulky 2*. V tomto případě běží o oxidy na bázi železa a fosforu s nevelkou příměsí síry o přibližném stechiometrickém složení Fe_{2,63}P_{1,60}S_{0,04}O_{5,74}.

Metalografický rozbor. Struktura obou vzorků A i B je tvořena čistým feritem s úplnou absencí perlitu. Feritické zrno je nerovnoměrné velikosti, lze nalézt velmi hrubá feritická zrna o velikosti stupně 0 (podle stupnice ČSN i ASTM), ale též shluky velmi jemných feritických zrn stupně 3–4 až 5 i jemnější. Typickou mikrostrukturu vzorku A po naleptání *nitalem* zobrazují první tři snímky (*obr. 5 až 7*), rozložení vměstků ve struktuře nenaleptaného vzorku B zobrazují zbylé tři snímky (*obr. 8 až 10*), ze souboru šesti metalografických snímků. Mezi oběma vzorky A a B nebyly velké rozdíly v povaze vyloučených vměstků a též ne v povaze základní co do velikosti nerovnoměrné feritické struktury matrice.

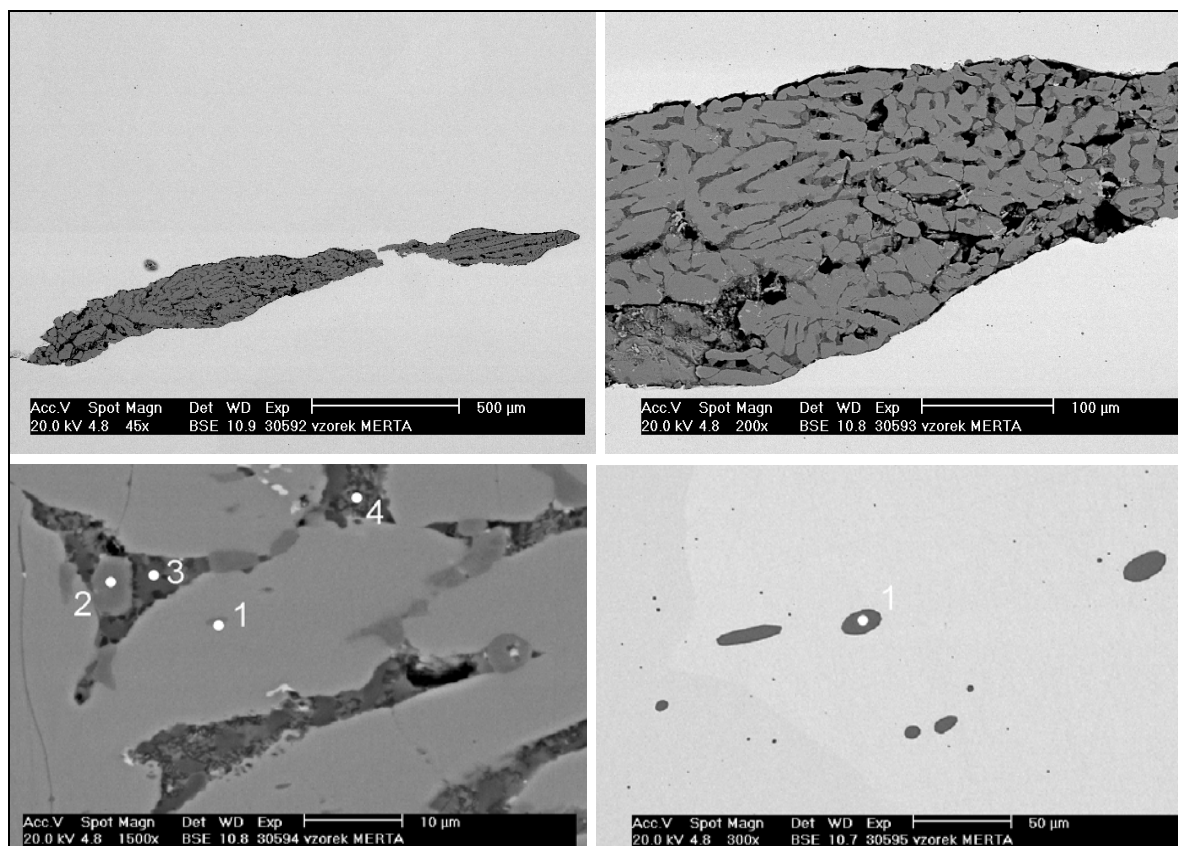
Závěr

Předmět, z něhož pocházejí oba analyzované vzorky, byl vykován z velmi měkkého železa, téměř prostého uhlíku. Na základě chemického složení kovové matrice a nekovových vměstků lze soudit, že původní železný polotovár byl vyroben z železné houby jako hutnický produkt přímé výroby železa z železných rud obsahujících jako příměs také fosfor (šlo tedy o fosforaté rudy), a to v peci vytápěné dřevěným uhlím. Se zřetelem k tomu, že výchozí železný polotovár prakticky neobsahoval žádný uhlík, lze soudit, že mohlo jít o výrobu železné houby ve výhni, neboť v nich se získával výrobek neobsahující téměř žádný uhlík [1] (s. 269). Jestliže šlo v daném případě o předmět, který představoval vykováný tyglík (trojnožku), pak muselo jít o velmi zručného kováře, neboť odlití tyglíku je řemeslně snazší, než vykování jeho složitě tvaru.

Literatura:

[1] QUADRAT, O.: Základy metalurgie železa. Státní technické nakladatelství technické literatury. Praha 1953, 336 s

[2] PLAČEK, M.: Ilustrovaná encyklopedie moravských hradů, hrádků a tvrzí. Druhé vydání. Praha 2007, s. 377–379

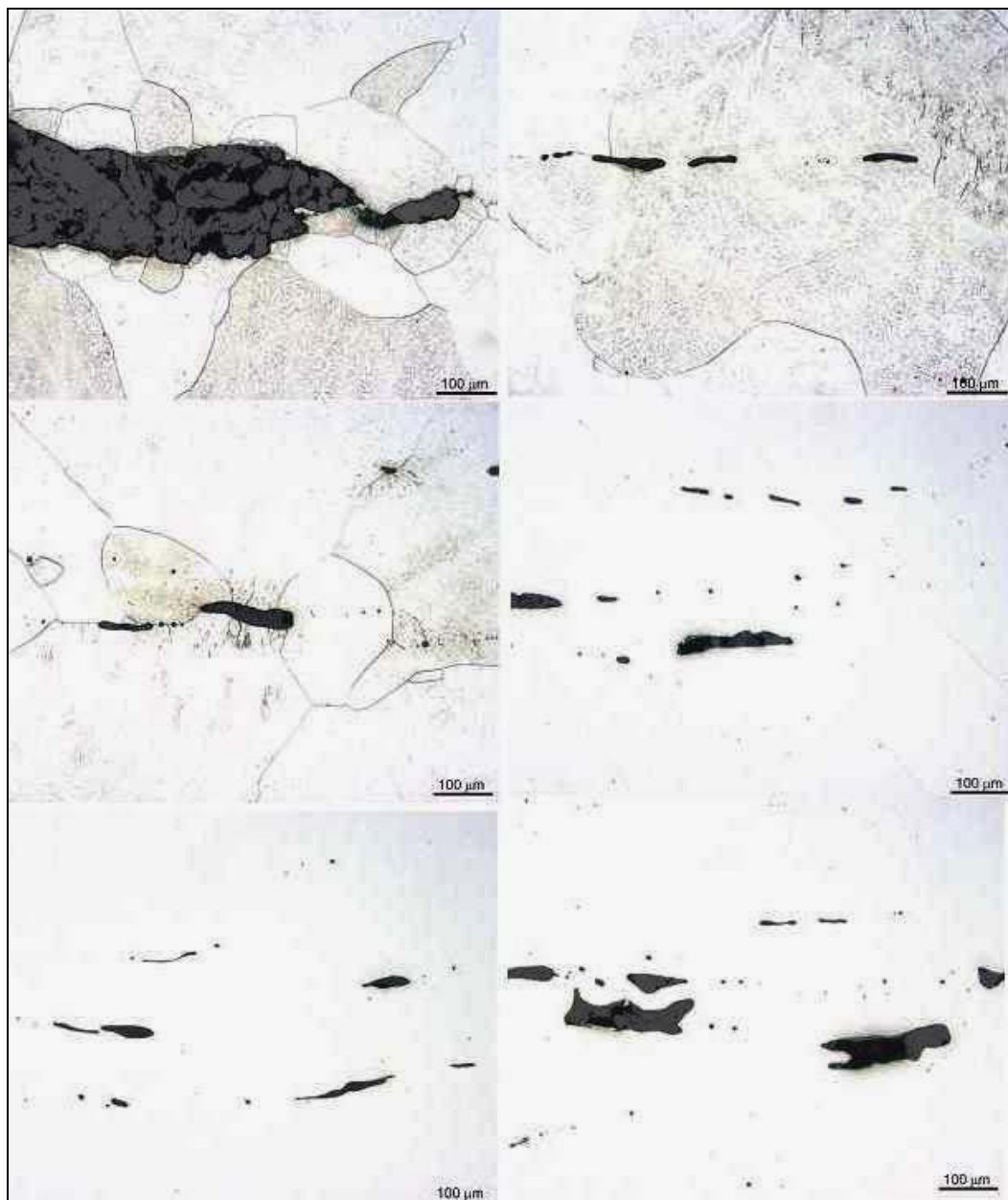


Obr. 1 Vzorek A. Převážně fayalitický vměstek makroskopické velikosti o délce téměř 2 mm

Obr. 2 Vzorek A. Oblast převážně fayalitického vměstku z předchozího snímku. V zobrazené části vměstku proběhly plošné i bodové mikroanalýzy podle *tabulky 2*

Obr. 3 Vzorek A. Detail téhož převážně fayalitického vměstku. V bodech 1 až 4 proběhly analýzy jejichž výsledky jsou v *tabulce 2*

Obr. 4 Vzorek A. Oblast s výskytem oxidických vměstků na bázi železa a fosforu. Analýza v bodě 1 je v *tabulce 2*



Obr. 5 Vzorek A. Feritická struktura v okolí makroskopického vměstku. Leptáno *nitale*m

Obr. 6 Vzorek A. Hrubozrná feritická struktura v okolí oxidických vměstků menších rozměrů. V pravém okraji snímku jsou jehlicovité precipitáty nitridu železa (*nital*)

Obr. 7 Vzorek A. Jemnější feritická zrna se nacházejí v okolí rozměrnějších vměstků (*nital*)

Obr. 8 Vzorek B. Vměstky protažené do řádků se vyskytují také ve vzorku odebraném z výdutí

Obr. 9 Vzorek B. Uspořádání oxidických vměstků v řádcích je charakteristické pro celou plochu vzorku

Obr. 10 Vzorek B. Ve struktuře se střídají jemnější i hrubší oxidické vměstky o délce kolem 230 µm a tloušťce cca 55 µm

Tabulka 1 Průměrné složení vzorku ze stojiny (vzorek A) [hm. %]

Prvek	Si	P	S	Fe	celkem
měření 1	0,00	0,37	0,15	99,47	100,00
měření 2	0,15	0,57	0,08	99,21	100,00
měření 3	0,16	0,47	0,08	99,30	100,00
aritmetický průměr	0,10	0,47	0,10	99,33	100,00
směrodatná odchylka	0,09	0,10	0,04	0,13	0,19

Poznámky: – urychlovací napětí el. paprsku 20 kV, doba načítání RTG. spektra 100 s, aplikován korekční systém ZAF.

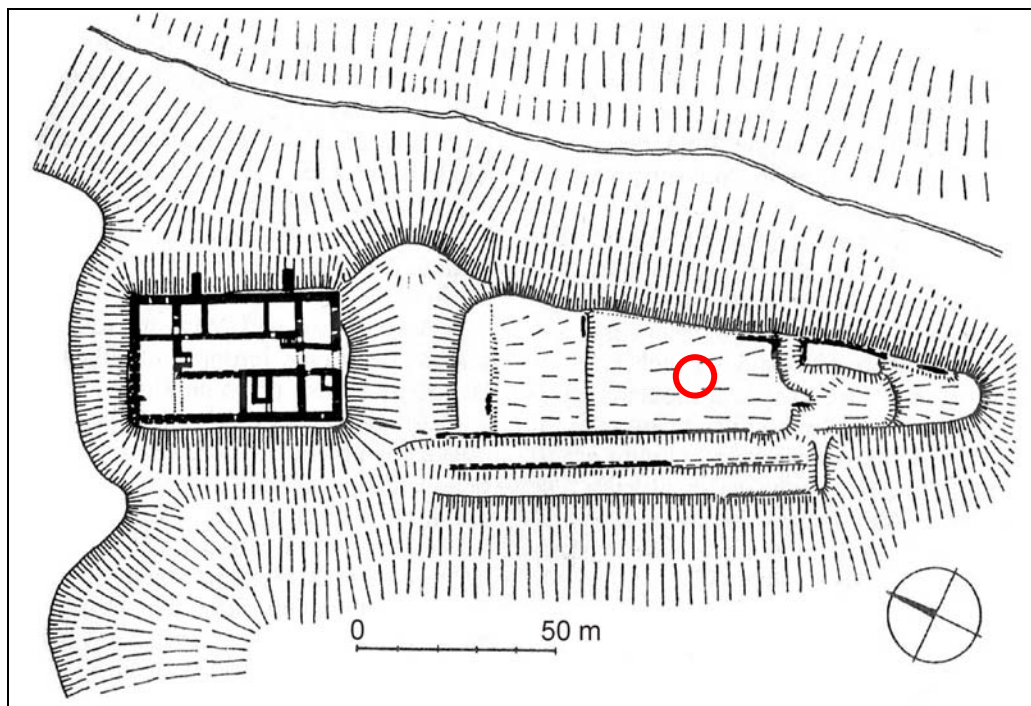
Tabulka 2 Chemické složení nekovových vměstků ve struktuře vzorku A [hm. %]

Prvek	Oblast 1 plošná 400×	Místo 1 bodová	Místo 2 bodová	Místo 3 bodová	Místo 4 bodová	Oblast 2 bodová
O	28,18	28,25	30,64	35,01	35,45	31,74
Na	0	0	0	1,92	1,97	0
Mg	0,46	1,01	0	0	0	0
Al	3,21	0,78	25,80	2,58	6,01	0
Si	10,66	13,68	0,55	3,60	7,52	0
P	2,64	1,16	0,28	16,98	12,11	17,13
S	0	0	0	0	0	0,42
K	1,47	0	0,23	3,45	8,61	0
Ca	1,98	0,38	0,31	23,51	9,10	0
Ti	0,39	0	2,08	0,19	0,20	0
Mn	0	0,33	0	0	0	0
Fe	51,02	54,41	40,11	12,76	21,93	50,70
celkem	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
snímek	30593	30594	30594	30594	30594	30595
obrázek	2	3	3	3	3	4

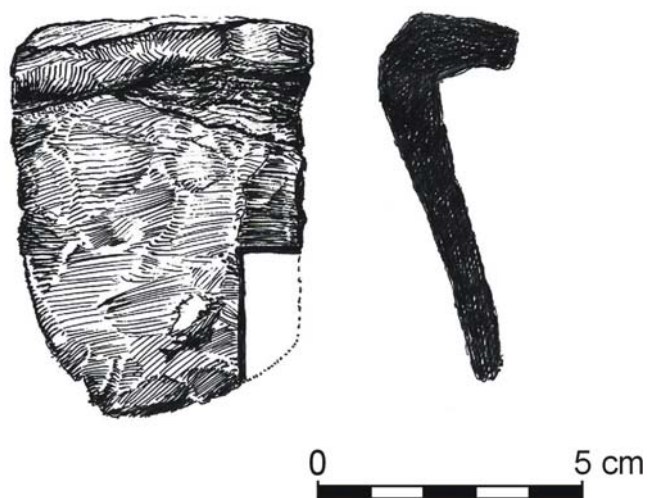
Poznámky: – urychlovací napětí el. paprsku 20 kV, doba načítání RTG. spektra 100 s, aplikován korekční systém ZAF; – analyzovaná oblast 1 je znázorněna na snímku 30593, analyzované vměstky – místo 1 až 4, jsou znázorněny na snímku 30594 a celou analyzovanou podoblast dokládá snímek 30593.

Hrad Melice (okr. Vyškov)

Archeologicky prozkoumané pozůstatky hradu nacházejícího se 1,5 km od Drysic. Hradní novostavba biskupa Jana Volka, nemanželského syna krále Václava II., nahradila ve funkci centra biskupských statků na Vyškovsku záměrně opuštěný rozlehlý hrad na Zelené hoře. Melický hrad se připomíná roku 1339 již jako hotový, roku 1423 byl dobyt husitským vojskem a k roku 1439 je uváděn jako pustý a rozbořený.



Obr. 11 Půdorys melického hradu [2], kroužkem označeno místo nálezů železného fragmentu povrchovým sběrem při průzkumu lokality Ing. Pavlem Šimečkem



Obr. 12 Nalezený zlomek železného předmětu připomínající svým profilem litou nádobu. Tato teorie vedla k provedení výše uvedených analýz, které původní názor nepotvrdily. Nejedná se tedy o ojedinělý doklad užití slévárenské technologie ve střední Evropě, ale o běžný výkovek