



■ Obr. 1 První pec



■ Obr. 2 Druhá pec

Experimentální tavba v železářské peci se zahloubenou nístějí

Během posledních 40 let se mnoho polských výzkumných center věnovalo studiu nejstarších pozůstatků zpracování kovů. Pro období Římské říše byla nalezena dvě velká centra: Masovské centrum a centrum ve Svatokřížských horách.

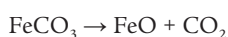
■ Miroslaw KARBOWNICZEK
Ireneusz SULIGA
Władysław WEKER
(Polsko)

1. Úvod

Kromě nich existovalo mnoho menších kovozpracujících míst ve Slezsku, v oblasti Opole, Brzegu a Wolówa. První studie strusky ze Svatokřížských hor byly iniciovány profesorem M. Radwanem a systematický archeologický výzkum zde začal v roce 1955 (Bielenin 1974). Studium získaného materiálu (kusy strusky, části stěn pecí), ocel vyrobená v daném období, množství expe-

rimentů a současné znalosti metalurgie umožnily rekonstrukci pecí i samotného metalurgického procesu (Bielenin 1974, Pleiner R. 2000).

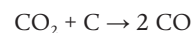
Pro oblast Svatokřížských hor jsou typické pece se zahloubenou nístějí. Mají 1,2 až 1,5 m vysokou válcovitou šachtu a ve spodní části vnitřní průměr asi 0,5 m. Šachta byla postavena nad jámou v zemi a byla používána pro střídavou vsádku železné rudy a dřevěného uhlí. Jak dřevěné uhlí odhořívало, jednotlivé vrstvy se posunovaly dolů do oblasti s vyšší teplotou. Výsledkem byl rozpad minerálů a sloučenin železa obsažených v rudě.



Potom oxid železitý prodělá postupnou redukci na čisté železo.



Uhlík a oxid uhelnatý, které vznikly při hoření dřevěného uhlí, slouží jako redukční činidla. Následující reakce se odehrávají současně:



(tzv. Boudouardova reakce)

Molekuly zredukovaného železa se shlukují a vytvářejí nejprve malé kulovité útvary a později houbovitou hroudu železa (houbovitě železo).

Nízké teploty v peci (přibližně 1100–1300 °C) nevedou k roztavení kovu. Při těchto teplotách může být roztavena struska, která steče do zahloubené části pece. Houbovitě železo zůstane v nadzemní části. Po odbourání horní části pece je houbovitě železo odstraněno a dále zpracováno. Nečistoty mohou být odstraněny obrácením kusů strusky a kováním. Konečným výrobkem je kompaktní kus železa, které může být použito pro výrobu dalších produktů. Tento model je obecně přijatý a používá se dodnes (Pleiner R. 2000).

Na základě tohoto modelu bylo provedeno mnoho experimentů, přesto se dosud nepodařilo získat strusku



■ Obr. 3 Získaná struska



■ Obr. 4 Klenba spojující jámu a šachtu

a houbovitě železo v kvalitě nacházené na archeologických nalezištích. Během experimentů, při kterých byly použity různé druhy rudy, experimentátoři získali kusy kovu různé velikosti. Po vyndání z pece se ale ukázalo, že mají tak vysoký obsah uhlíku, že je nebylo možné kovat, protože měly charakter litiny. Ani jednou se výzkumníkům nepodařilo získat blok strusky s hladkým povrchem, který mohl být oddělen od houbovitěho železa. Postřehy ze série experimentů a jejich výsledky nás vedou k tvrzení, že přes úsilí mnoha výzkumníků a znalosti moderní metalurgie výše uvedený model nefunguje. Během experimentů se zrodila řada otázek, na které ještě nebyly nalezeny odpovědi. Výsledky experimentů jsou do značné míry náhodné.

Během symposia Ancient Metallurgical Experiments v Eindhoven výzkumníci provedli dvě tavby. Pece byly rekonstruovány podle nálezů ze Svatokřížských hor (šachtová pec s jámou). Sledován byl tah, množství použité rudy a dřevěného uhlí a čas.

Výsledky chemické reakce, struska a kov, které byly získány během experimentu, byly analyzovány v la-

boratořích AGH University vědy a technologie v Krakově (Polsko).

2. Proces tavby

2.1 Konstrukce

Dvě železářské pece byly postaveny podle rekonstrukce M. Radwanského a K. Bielenina (1974). Pece se lišily se výškou a konstrukcí jámy (obr. 1 a 2).

Níže byla 30 cm hluboká a její průměr byl v obou případech 35 cm. Povrch byl uhlazen pomocí jílu rozmíchaného ve vodě. Šachtová část umístěná nad jámou byla vyrobena z předem připravených usušených cihel, zformovaných ze směsi jílu a slámy. Cihly měly tvar kvádrů o rozměrech 15 × 11 × 8 cm. Během stavby byl tvar cihel přizpůsobován tvaru pece ořezáváním hran.

Ve vodě rozmíchaný jíl posloužil jako pojivo. Výška šachet byla 100 cm a 110 cm. Vnitřní průměr na úrovni jámy byl 35 cm a v horní části 20 cm u první a 18 cm u druhé pece. Ve výšce 12 cm nad zemí byly protilehle ve stěnách pece vytvořeny dva otvory, které sloužily k získání přirozeného tahu. Po vysušení pece a před zahájením tavby tavba byly díry přikryty. Do jednoho z otvorů byla umístěna výfučná, ocelová trubka o průměru 5 cm. Tah byl regulován pomocí kovářských měchů připevněných k výfučně. Jáma byla těsně vyplněna vertikálně naskládanými kusy bukového dřeva.

2.2 Průběh experimentální tavby

První pec byla vysušena za použití dřevěného uhlí a přirozeného tahu. Jak dřevěné uhlí dohořovalo, byla přidána nová dávky. Vysoušení trvalo 20 hodin. Potom začalo závěrečné zahřívání pece. Za tím účelem byla celá šachta naplněna dřevěným uhlím a kovářské měchy byly použity k zesílení tahu. Použití měchů bylo regulováno podle rychlosti pohybu dřevěného uhlí v šachtě a vnější teploty (barvy) stěn pece. Teplota potřebná k redukci železné rudy byla dosažena během asi 6 hodin. Od tohoto okamžiku byla přidávána železná ruda. Jednalo se o organizátory symposia přípravný hnědel.

Ruda musela být před přidáním do pece speciálně připravena: byla pražena na kovovém plátu nad ohněm a po hodině roztlučena na kusy o velikosti vlašského ořechu.

Střídavě byly naloženy dávky rudy a dřevěného uhlí. Vzájemný hmotnostní poměr železné rudy a dřevěného uhlí byl 1:1, jednotlivé dávky byly asi 0,5 kg. Přidání nové dávky záviselo na rychlosti procesu v peci a na rychlosti se kterou se materiály sesedávaly (tj. na jejich výšce). Experimentátoři se snažili udržet rovnoměrnou úroveň vsádky, tak aby nebyla níž než 15 až 20 cm od horního okraje šachty. Celkem bylo použito 38 kg železné rudy a 40 kg



■ Obr. 5 Struska vzniklá při testu II

dřevěného uhlí. Po odstavení měchů byl otevřen protilehlý otvor. Od tohoto okamžiku do vyhoření pec využívala přirozený tah.

Po desetihodinovém ochlazení pece začalo rozebírání. Po odstranění horní a střední části šachty byl odkryt blok strusky vážící přibližně 12 kg (**obr. 3**) a kusy železa o celkové váze 4 kg.

Druhá tavba proběhla v peci s odlišnou konstrukcí. Šachta s jámou byly spojeny překlenutím z proutěné armatury a jílu. Ve střední části byla udělána díra o průměru 15 cm (**obr. 4**).

Sušení a zahřívání druhé pece proběhlo podobně jako u první pece a trvalo přibližně 36 hodin. Tentokrát byly použity větší dávky rudy (přibližně 7,5 kg). Ruda byla přidávána průměrně každých 50-60 minut v okamžiku, kdy předchozí dávka dosáhla oblasti nejvyššího žáru. Celkově bylo použito 38 kg rudy a dvakrát tolik dřevěného uhlí, redukující proces trval 5 hodin. V okamžiku, kdy ukončilo přidávání rudy, bylo ukončeno dmýchání a proces pokračoval s přirozeným tahem až do celkového vyhoření. Nakonec byla pec přikryta na 30 minut kovovou deskou. Po pětihodinové přestávce byla pec rozebrána. Pouze malé množství strusky bylo v jámě a otvor v překlenutém prostoru byl struskou uzavřen. Zbytek strusky se nacházel v dolní části šachty. Jasně oddělené redukované železo nebylo nalezeno, místo se ve strusce nalézaly malé kulovité útvary železa.

2.3 Výsledky

Experimentální tavba byla provedena za účelem porovnání částečně se lišících pecí a různých metod nakládání pece. V obou případech byla použita stejná ruda a dřevěné uhlí a atmosférické podmínky byly stejné. Nebyla prováděna detailní měření teploty, složení plynů a tahu.

Jednotlivé parametry byly kontrolovány pozorováním externích znaků: barvy a druhu plamene, změn povrchu pece a rychlosti sesedávání vsádky.

Podle pozorování teplota v obou pecích v oblasti výfučny přesáhla 1100 °C. Modré plameny šlehající ze šachty

nasvědčují tomu, že v šachtě byl přebytek oxidu uhelnatého (CO). Tyto podmínky umožnily redukcí oxidů železa na čistý kov. Rychlost sesedání nakládky zpomalila jen na úplný závěr, což naznačuje, že proces by mohl být prodloužen.

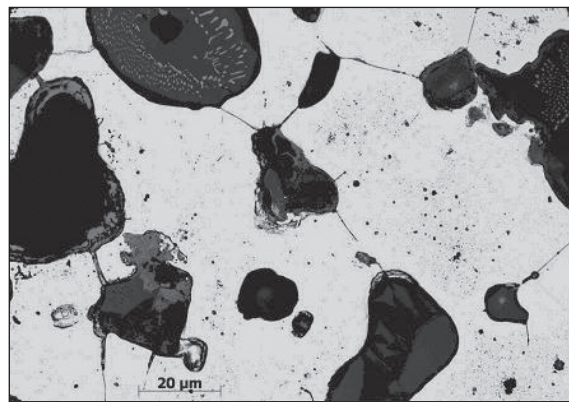
Po rozebrání první pece se ukázalo, že horní část bloku strusky obsahovala množství železa, které nemělo charakteristické znaky houbovitého železa (**obr. 5**). Malé kusy železa byly velmi křehké a všechny pokusy opracovat je kovářím za studena selhaly. Proces nesplnil očekávání experimentátorů, nicméně větší kus železa byl vybrán k pozdějšímu zpracování. Byl kován na předehřáté kovové kováčtině. Kování bylo provedeno pomalu. Po několika opakovaném cyklu zahřívání a kování byla získána kostka se všemi charakteristickými znaky čistého kovu (**obr. 6**). Vykovaná kostka byla metalograficky analyzována. Získaný blok strusky a houbovité železo potvrzují, že nejvyšší teplota a nejlepší podmínky pro redukcí jsou v oblasti výfučny.

Během tavby v druhé peci byly získány pouze malé kulovité kusy železa, které nebylo možné zpracovat kovářím. Struska zaplnila dolní část šachty a kdyby tavba probíhala déle, oblast hoření by se pravděpodobně posunula vzhůru. Takové podmínky by pro kompletní redukcí nebyly příznivé.

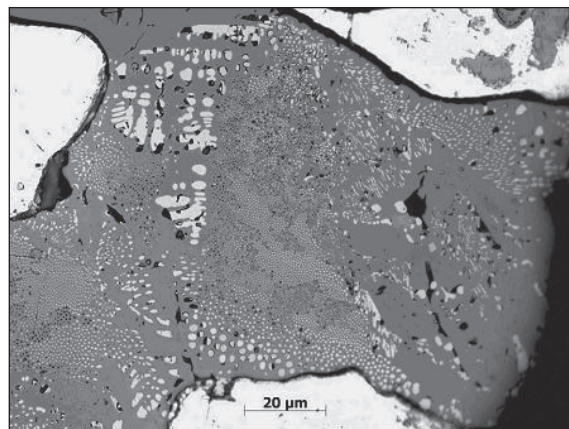
V obou případech bylo získané množství produktů (strusky a železa) menší než množství vložené rudy. Detailnější studie použitých materiálů nebyla provedena, to by vyžadovalo speciální přípravu. Obecná analýza naznačuje, že ke ztrátě železa došlo v horní části šachty díky oxidaci.

Po odstranění strusky a rozebrání šachty byla prozkoumána jáma. V obou případech bylo v jámě pouze dřevěné uhlí. Během procesu nedošlo ke zkapalnění strusky. V obou případech byla opticky měřená teplota v oblasti výfučny podobná. To znamená, že způsob, jakým je vsádka přidávána (malé nebo velké dávky) nemá velký vliv.

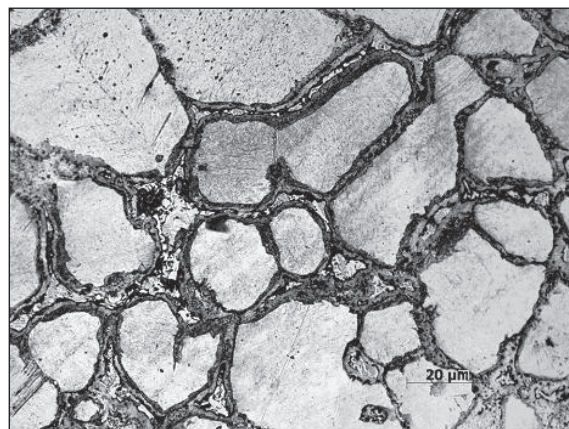
Stupeň nadrcení pražené rudy na kusy o velikosti 2-3 cm se osvědčil. Malé kusy zpomalují a velké



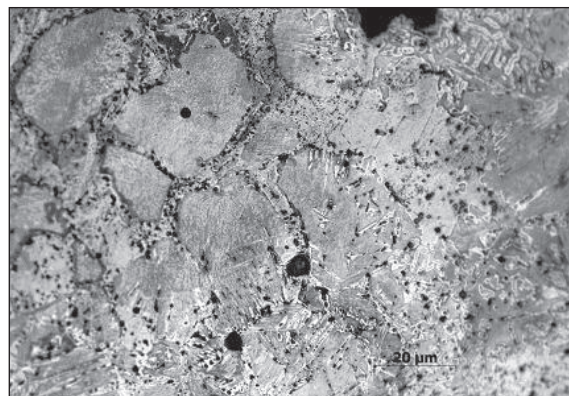
■ Obr. 7 Mikrostruktura směsi železa a strusky



■ Obr. 8 Mikrostruktura frakce strusky



■ Obr. 9 Mikrostruktura kovaného železa



■ Obr. 10 Mikrostruktura kovaného železa

urychlují proudění plynů, což obojí omezuje redukci železné rudy.

Přítomnost zredukovaných molekul železa (i v malém množství) znamená, že výsledný metalurgický proces byl podobný tomu, který probíhal v protohistorických pecích, ale rekonstrukce celého procesu vyžaduje další výzkum.

3. Výsledky metalografické analýzy

3.1 Předmět a rozsah výzkumu

Byly zkoumány vzorky obsahující železo i strusku získané během tavby v první peci. První vzorek pocházel ze surové strusky, druhý ze strusky zpracované kovářským vysokým teplot. Výbrusy vzorků byly podrobeny standardním metalografickým analýzám za využití optického a elektronového mikroskopu. Struska byla podrobená rentgenové difrakční analýze za použití difraktometru HZG4.

3.2 Výsledky

Obrázek 7 ukazuje mikrostrukturu vzorku obsahujícího železo a strusku naleptaného pomocí Nitalu. Železitá struktura je patrná. Je hrubě zrnitá a obsahuje hnízda strusky. Železo je silně kontaminováno nekovovými prvky. Struska (**obr. 8**) nebyla z hlediska struktury homogenní. Na šedém pozadí si je možné všimnout rozptýlených jasných den-

dritů s rovnoměrnými osami a prachových zrn s eutektickou morfologií. Výše zmíněné prvky se nalézají ve velkých shlucích.

Šedá frakce představuje Fe-Si-O a jasné dendrity a zrna jsou frakce Fe-O. Výše zmíněné frakce byly identifikovány pomocí rentgenové difrakční analýzy jako matrice fazalitu Fe_2SiO_4 a jasné dendrity a zrna wustitu FeO. Také byla zaznamenána přítomnost Fe_3O_4 . Přítomen nebyl oxid křemičitý SiO_2 ani mulit $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$, nalézáné v originální strusce.

Kování bloku obsahujícího kov a strusku vedlo k výrazným morfologickým změnám obou frakcí. Na okrajích železných zrn bylo možné pozorovat síť železných shluků. Mikrostruktura kovaného, leptaného železa je ukázána na **obrázcích 9 a 10**. Na výbrusu vzorku je možné pozorovat různorodost struktury. Je možné vidět železitou, železito-perlitickou, perlitickou a martenzitickou strukturu. Na okrajích zrn je viditelná struktura připomínající eutektický trojitý fosfid $\alpha\text{-Fe-Fe}_3\text{P-Fe}_3\text{C}$.

3.3 Závěry na základě metalografie

Během experimentální tavby byl získán slepenec. Mezi vzorky obsahujícími železo a strusku a vzorky získanými kovářským nahříváním byly pozorovány velké rozdíly v mikrostruktuře železa, což znamená, že výrobky získané chemickou reakcí během tavby nebyly homogenní. Železo ve vzorku, který nebyl kován, obsahovalo železitou strukturu s prvky frakce strusky. Struska měla frakční kompozici a strukturu typickou pro fazalitovou strusku.

Opakované kování vzorku za vysoké teploty společně se žhavením ve výhni částečně odstranilo frakci strusky. Zbytky bylo možné nalézt mezi zrny železa. Kovaný vzorek se liší přítomností fosforu, který odděluje frakce strusky, a je na okrajích zrn frakce železa. Mikrostruktura této poslední fáze ukazuje přítomnost železa obohaceného uhlíkem (eutektická směs). Martenzitická struktura pravděpodobně vznikla během rychlého ochlazení vzorku po ukončení kování.

Mikrostruktura získaného železa v kovaném vzorku je analogická

mikrostruktuře archeologických nálezů, jejich detailní popis byl publikován v pracích Z. Kędzierského a J. Stępińskiego (2006).

4. Závěr

Byly provedeny dvě experimentální tavby v experimentálních dýmařských pecích známých ze Svatokřížských hor. Experimentátoři se pokusili rekonstruovat technologický proces tavby železa používaný v době římské. Díky tomu, že se tyto dvě tavby částečně lišily, bylo možné porovnat vliv strukturálních prvků pece a metody nakládání na průběh tavby a její výsledek. V obou případech byla získána struska a malé množství kovu. Jak struska, tak kov se lišil od nálezů získaných během vykopávek. Ani v jednom případě se nepodařilo získat jámu vyplněnou struskou.

Metalografická analýza ukázala, že produkty získané během tavby mají chemickou a morfologickou strukturu podobnou protohistorickým produktům. Je možné odvodit, že z hlediska metalurgického procesu byla experimentální tavba podobná tavbě protohistorické, ale celková rekonstrukce vyžaduje další výzkum.

Literatura

Bielenin K.: Starożytnie górnictwo i hutnictwo zelaza w Gorach Swietokrzyskich, 1974, Warszawa-Krakow, in polish
Pleiner R.: Iron in archaeology, the european bloomery smelters, 2000, Praha
Kędzierski Z., Stępiński J.: Metallographic analysis of iron from the Roman period fund in Poland, 50 years of research on ancient metallurgy of the Swietokrzyskie Mountain Region, 2006, Kielce, Poland, in polish

Summary

Experimental metallurgical process in a slag pit bloomery furnace

Experimental smelting processes were carried out to enable a comparison of slightly different construction of furnaces and different methods of placing the charge, in an attempt to reconstruct the technological process of iron smelting from the Roman Empire Period. The controlled process parameters included air draught, weighed amounts of ore and charcoal and time. The slag and metal obtained were then analysed in the laboratory. In both furnaces the amount of products obtained was very low, the attempt to obtain a pit tightly filled with slag failed. On the other hand the metallographic analysis shows that the slag and metal obtained had a chemical and morphological composition similar to the ancient products.



■ Obr. 6 Kování kousků železa