

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B0715A270013 – Strojní inženýrství
Studijní specializace: Strojírenské materiály a technologie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Hodnocení mikrostruktury kovových archeologických artefaktů

Autor: DAVID REISCHIG
Vedoucí práce: Doc. Ing. Olga Bláhová, Ph.D.

Akademický rok 2021/2022

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2021/2022

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **David REISCHIG**
Osobní číslo: **S19B0572P**
Studijní program: **B0715A270013 Strojní inženýrství**
Specializace: **Strojírenské materiály a technologie**
Téma práce: **Hodnocení mikrostruktury kovových archeologických artefaktů**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Popis dodaných vzorků a jejich historie
2. Metalografická příprava vzorků
3. Hodnocení mikrostruktury dodaných vzorků pomocí optické mikroskopie
4. Hodnocení prvkového složení dodaných vzorků pomocí SEM a EDX
5. Diskuse výsledků
6. Závěr

Rozsah bakalářské práce: **30-40 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

Hošek, J.: Metalografie ve službách archeologie: stav metalografického výzkumu artefaktů staré kovářské výroby na severu a severovýchodě Čech, Praha: 2003. ISBN 80-86124-40-1.

Ptáček, Luděk: Nauka o materiálu I. /2., opr. a rozš. vyd.. Brno: c2003. ISBN 80-7204-283-1.

Jandoš, F., Gemperle, A., Říman, R.: Využití moderních laboratorních metod v metalografii. Praha: 1985.

Vedoucí bakalářské práce: **Doc. Ing. Olga Bláhová, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: **Mgr. Atilla Vatansever**
Katedra archeologie

Datum zadání bakalářské práce: **15. října 2021**
Termín odevzdání bakalářské práce: **27. května 2022**

L.S.

Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan

Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat všem zúčastněným, kteří pomohli v tvorbě této práce ať již přímo prostřednictvím konzultací k relevantním tématům, tak nepřímou. Zejména děkuji vedoucímu této bakalářské práce doc. Ing. Olze Bláhové Ph.D.

Dále děkuji Mgr. Atille Vatanseverovi za poskytnutou literaturu a konzultace a Ing. Vojtěchu Průchovi Ph.D. za poskytnuté konzultace a pomoc během praktické části. Poděkování si zaslouží doc. RNDr. Josef Kasl, CSc., Ing. Rostislav Medlín, Ph.D., Jitka Horská, Hana Pasiarová a Ing. Luděk Urban.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Reischig	Jméno David	
STUDIJNÍ PROGRAM	B0715A270013 Strojní inženýrství		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Bláhová Ph.D.	Jméno Olga	
PRACOVISŤE	ZČU - FST – KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Hodnocení mikrostruktury kovových archeologických artefaktů		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2022
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	93	TEXTOVÁ ČÁST	53	GRAFICKÁ ČÁST	40
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Teoretická část bakalářské práce obsahuje popis experimentálních metod na téma světelná mikroskopie, elektronová mikroskopie a hodnocení metalografických výbrusů. Cílem této práce je popis struktury jednotlivých hrotů a získání dalších poznatků o zpracování a výrobě oceli ve středověku.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	světelná mikroskopie, elektronová mikroskopie, EDX, metalografie, metalografický výbrus, archeologie, hroty šípů

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Reischig	Name David	
STUDY PROGRAMME	B0715A270013 Mechanical Engineering		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Ing. Bláhová Ph.D.	Name Olga	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Evaluation of microstructure of metal archaeological artifacts.		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2022
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	93	TEXT PART	53	GRAPHICAL PART	40
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	Theoretical part of bachelor's work contains description on the theme of light microscopy, electron microscopy and evaluation of metallographic cuts. The aim of this thesis is to describe structures of individual arrowheads and to gather additional information about steel manufacturing and processing in the Middle Ages.
KEY WORDS	light microscopy, electron microscopy, EDX, metallography, metallographic cut, archeology, arrowheads

Obsah

Zadání BP	2
Poděkování	5
Přehled použitých zkratk a symbolů.....	12
Seznam obrázků	14
Seznam tabulek	19
1 Úvod	20
2 Cíle práce.....	21
3 Typy hrotů.....	22
3.1 Dřevěné hroty	22
3.2 Bronzové hroty	22
3.3 Ocelové hroty	23
3.4 Typy kovových hrotů.....	23
3.4.1 Lovecké hroty.....	23
3.4.2 Bojové hroty	24
3.4.3 Rombické hroty	24
4 Příprava metalografických výbrusů	26
4.1 Odběr vzorku	26
4.2 Zalévání do pryskyřice	26
4.2.1 Zalévání za studena	26
4.2.2 Zalévání za tepla.....	27
4.3 Broušení vzorku.....	27
4.3.1 Ruční broušení.....	27
4.3.2 Strojní broušení	27
4.4 Leštění vzorku	28
4.4.1 Mechanické leštění	28
4.4.2 Elektrolytické leštění.....	28
4.5 Leptání vzorku.....	29
4.5.1 Chemické leptání.....	29
4.5.2 Elektrolytické leptání	29
4.5.3 Tepelné leptání	29
5 Hodnocení metalografického výbrusu	30
5.1 Hodnocení makrostruktury	30
5.2 Hodnocení mikrostruktury.....	30
5.2.1 Hodnocení mikrostruktury v neleptaném stavu	30

5.2.2	Hodnocení mikrostruktury v naleptaném stavu	31
6	Měření velikosti zrna.....	34
6.1	Vyjádření číslem velikosti zrna	34
6.2	Vyjádření průsečkovou metodou.....	34
6.3	Vyjádření planimetrickou metodou	35
7	Světelná mikroskopie	36
7.1	Základní principy mikroskopie.....	36
7.1.1	Odraz světla.....	36
7.1.2	Lom světla	36
7.1.3	Polarizace světla	37
7.2	Osvětlovací soustava	38
7.2.1	Světelný zdroj.....	38
7.2.2	Filtry	38
7.2.3	Iluminátory	38
7.2.4	Polní clona.....	38
7.2.5	Aperturní clona.....	38
7.3	Zobrazovací soustava	38
7.3.1	Čočkový objektiv	38
7.3.2	Zrcadlový reflexní objektiv	39
7.3.3	Okulár.....	39
7.3.4	Světlé pole	39
7.3.5	Tmavé pole	39
7.3.6	Rozlišovací schopnost	39
7.4	Vady čoček	39
7.4.1	Sférická vada	39
7.4.2	Astigmatická vada	40
7.4.3	Zkreslení – distorze	40
7.4.4	Chromatická vada.....	41
8	Elektronová mikroskopie	42
8.1	Čočky elektronového mikroskopu.....	42
8.2	Konstrukce elektronového mikroskopu.....	42
8.3	Řádkovací elektronový mikroskop.....	42
9	Shrnutí teoretických poznatků.....	44
10	Experimentální zařízení.....	45
11	Experimentální vzorky	46

11.1	Hrot č. 4	46
11.1.1	Metalografický výbrus	46
11.1.2	Analýza v neleptaném stavu.....	48
11.1.3	Analýza v leptaném stavu	49
11.1.4	Analýza pomocí ŘEM.....	53
11.1.5	Dodatečné analýzy	58
11.2	Hrot č. 8	61
11.2.1	Metalografický výbrus	61
11.2.2	Analýza v neleptaném stavu.....	61
11.2.3	Analýza v leptaném stavu	62
11.2.4	Analýza pomocí ŘEM.....	63
11.3	Hrot č. 15	66
11.3.1	Metalografický výbrus	66
11.3.2	Analýza v neleptaném stavu.....	67
11.3.3	Analýza v leptaném stavu	68
11.3.4	Analýza pomocí ŘEM.....	70
11.4	Hrot č. 26	71
11.4.1	Metalografický výbrus	71
11.4.2	Analýza v neleptaném stavu.....	72
11.4.3	Analýza v leptaném stavu	73
11.4.4	Analýza pomocí ŘEM.....	75
11.5	Hrot č. 46	75
11.5.1	Metalografický výbrus	75
11.5.2	Analýza v neleptaném stavu.....	76
11.5.3	Analýza v leptaném stavu	77
11.5.4	Analýza pomocí ŘEM.....	80
11.6	Hrot č. 47	82
11.6.1	Metalografický výbrus	82
11.6.2	Analýza v neleptaném stavu.....	83
11.6.3	Analýza v leptaném stavu	84
11.6.4	Analýza pomocí ŘEM.....	87
11.7	Hrot č. 53	90
11.7.1	Metalografický výbrus	90
11.7.2	Analýza v neleptaném stavu.....	91
11.7.3	Analýza v leptaném stavu	92

11.7.4	Analýza pomocí ŘEM.....	94
12	Diskuze výsledků	97
13	Závěr.....	98
	Seznam použitých zdrojů	99

Přehled použitých zkratk a symbolů

Zkratka	Význam	Jednotka
A	Plocha	m ²
A	Tažnost	
Al ₂ O ₃	Oxid hlinitý	
ARA	Anizotermický rozpad austenitu	
B.C.	Before Christ	
C	Uhlík	
CO	Oxid uhelnatý	
Cu ₂ S	Sulfid měďný	
ČSN	Česká technická norma	
Dm	Rozlišovací schopnost mikroskopu	m
EN	Evropská norma	
F	Síla	kg.m/s ² = N
Fe	Železo	
FeO	Oxid železnatý	
Fe ₃ P	Fosfid železa (steadit)	
FeS	Sulfid železa	
Fe-Fe ₃ C	Karbid železa (cementit)	
G	Velikost zrna	
HB	Jednotka tvrdosti dle Brinella	
HV	Jednotka tvrdosti dle Vickerse	
IRA	Izotermický rozpad austenitu	
ISO	International Organization for Standardization	
l	Délka	m
m	Hmotnost	g
m	Počet zrn na čtvereční milimetr povrchu zkušebního tělesa ve zkoumané ploše	
MD	Metallographic disk	
MnO	Oxid manganatý	
MnS	Sulfid manganu	
n	Index lomu prostředí	
Na	Numerická apertura	
p	Tlak	N/m ² = Pa
ŘEM	Řádkovací elektronový mikroskop	

Sn	Cín	
SiC	Karbid křemíku	
SnO	Oxid cínatý	
SnO ₂	Oxid cíničitý (kasiterit)	
T	Teplota	°C
v	Rychlost	m/s
P	Výkon	kg.m ² /s ³ = W
α	Úhel	°
λ	Vlnová délka	m

Seznam obrázků

Obr. 1: Bronzový hrot [8].....	22
Obr. 2: Hrot s křídélky [11].....	24
Obr. 3: Listový hrot [11]	24
Obr. 4: Listový hrot [11]	24
Obr. 5: Univerzální bodkin [12].....	24
Obr. 6: Krátký bodkin [12].....	24
Obr. 7: Dlouhý bodkin [12].....	24
Obr. 8: Rombický hrot [11].....	25
Obr. 9: Schéma mechanismu elektrolytického leštění [16]	29
Obr. 10: Sulfidický typ vměstku [18].....	31
Obr. 11: Hlinitanový typ vměstku [18]	31
Obr. 12: Silikátový typ vměstku [18].....	31
Obr. 13: Globulitický, oxidický typ vměstku [18]	31
Obr. 14: Feritická struktura	33
Obr. 15: Austenitická struktura [20]	33
Obr. 16: Perlitická struktura	33
Obr. 17: Feriticko-perlitická struktura	33
Obr. 18: Litina s lupínkovým grafitem [20].....	33
Obr. 19: Feriticko-bainitická struktura [20]	33
Obr. 20: Martenzitická struktura [20]	33
Obr. 21: Schéma průsečkové metody [21].....	34
Obr. 22: Schéma planimetrické metody [21]	35
Obr. 23: Světelný mikroskop [20].....	36
Obr. 24: Lom světla [20].....	37
Obr. 25: a) Nepolarizované světlo, b) lineárně polarizované světlo, c) kruhově polarizované světlo, d) elipticky polarizované světlo [22]	37
Obr. 26: Polarizace světla dvojlomem [22].....	37
Obr. 27: Polarizace světla absorpcí [20]	37
Obr. 28: Sférická vada spojky [20]	40
Obr. 29: Astigmatická vada čočky [20]	40
Obr. 30: a) Zobrazení mřížky b) zkreslení soudkovité c) zkreslení poduškovité [20].....	40
Obr. 31: Chromatická vada a) spojka b) rozptylka [20].....	41
Obr. 32: Achromát [20].....	41

Obr. 33: Druhy fyzikálních signálů vyvolaných dopadem primárního elektronového svazku [22]	42
Obr. 34: Pila Buehler.....	45
Obr. 35: Zařízení pro zalévání za tepla ProntoPress-20.....	45
Obr. 36: Automatická bruska LaboPol-5	45
Obr. 37: Hrot č. 4	46
Obr. 38: Hrot č. 4 po leštění s DiaDuo-2	47
Obr. 39: Leštící suspenze pro měkké materiály MOL R3 [23]	47
Obr. 40: Leštící suspenze pro měkké materiály Nap R1 [23]	47
Obr. 41: NITAL 3 %	48
Obr. 42: Hrot č. 4 makro (25x, neleptáno).....	49
Obr. 43: Hrot č. 4 dendritický vměstek (200x)	49
Obr. 44: Hrot č. 4 detail dendritického vměstku (1000x)	49
Obr. 45: Hrot č. 4 makro (25x, leptáno).....	50
Obr. 46: Hrot č. 4 oblast A (100x)	51
Obr. 47: Hrot č. 4 oblast B (100x).....	51
Obr. 48: Hrot č. 4 oblast C (100x).....	52
Obr. 49: Hrot č. 4 detail mikrostruktury (1000x).....	52
Obr. 50: Hrot č. 4 dendritický vměstek (2000x)	54
Obr. 51: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu křemíku	54
Obr. 52: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu vápníku.....	54
Obr. 53: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu hliníku	55
Obr. 54: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu fosforu	55
Obr. 55: Hrot č. 4 struska (1000x)	55
Obr. 56: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu kyslíku	56
Obr. 57: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu křemíku.....	56
Obr. 58: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu vápníku	56
Obr. 59: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu fosforu	56
Obr. 60: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu hliníku.....	56
Obr. 61: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu draslíku	56
Obr. 62: Hrot č. 4 topografie matrice (700x)	57
Obr. 63: Hrot č. 4 topografie matrice, oblast výskytu železa.....	57
Obr. 64: Hrot č. 4 topografie matrice, oblast výskytu fosforu	57
Obr. 65: Hrot č. 4 obálky po hranicích zrn (1200x).....	58
Obr. 66: Hrot č. 4 obálky po hranicích zrn, oblast výskytu uhlíku	58

Obr. 67: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (200x, diferenciální interferenční kontrast)	59
Obr. 68: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (1000x, diferenciální interferenční kontrast)	59
Obr. 69: Hrot č. 4 ostrůvky, konfokální mikroskop	60
Obr. 70: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (100x, barevné leptání Klemm)	60
Obr. 71: Hrot č. 8	61
Obr. 72: Hrot č. 8 makro (25x, neleptáno)	62
Obr. 73: Hrot č. 8 vměstek č. 1 (100x).....	62
Obr. 74: Hrot č. 8 vměstek č. 2 (500x, leptáno)	62
Obr. 75: Hrot č. 8 makro (25x, leptáno).....	62
Obr. 76: Hrot č. 8 oblast A (100x)	63
Obr. 77: Hrot č. 8 oblast B (100x).....	63
Obr. 78: Hrot č. 8 oblast C (100x).....	63
Obr. 79: Hrot č. 8 oblast D (100x)	63
Obr. 80: Hrot č. 8 matrice (800x).....	64
Obr. 81: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu železa	64
Obr. 82: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu uhlíku	64
Obr. 83: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu síry	65
Obr. 84: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu fosforu.....	65
Obr. 85: Hrot č. 8 vměstek č. 2 (1200x).....	65
Obr. 86: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu křemíku.....	65
Obr. 87: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu kyslíku	65
Obr. 88: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu hliníku.....	66
Obr. 89: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu draslíku	66
Obr. 90: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu manganu	66
Obr. 91: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu vápníku	66
Obr. 92: Hrot č. 15	67
Obr. 93: Hrot č. 15 makro (25x, neleptáno)	67
Obr. 94: Hrot č. 15 vměstek č.1 (500x).....	68
Obr. 95: Hrot č. 15 vměstek č. 2 (500x).....	68
Obr. 96: Hrot č. 15 oblast A (100x)	68
Obr. 97: Hrot č. 15 oblast B (100x).....	69
Obr. 98: Hrot č. 15 precipitáty (1000x).....	69
Obr. 99: Hrot č. 15 vměstek č. 2 (1000x).....	70
Obr. 100: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu křemíku.....	71

Obr. 101: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu hliníku.....	71
Obr. 102: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu fosforu.....	71
Obr. 103: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu chlóru.....	71
Obr. 104: Hrot č. 26	72
Obr. 105: Hrot č. 26 makro (25x, neleptáno).....	72
Obr. 106: Hrot č. 26 vměstek č. 1 (500x).....	72
Obr. 107: Hrot č. 26 vměstek č. 2 (500x).....	72
Obr. 108: Hrot č. 26 makro (25x, leptáno).....	73
Obr. 109: Hrot č. 26 oblast A (100x)	73
Obr. 110: Hrot č. 26 oblast B (25x).....	74
Obr. 111: Hrot č. 26 detail mikrostruktury (1000x).....	74
Obr. 112: Hrot č. 46	75
Obr. 113: Hrot č. 46 makro (25x, neleptáno).....	76
Obr. 114: Hrot č. 46 vměstek č. 1 (200x).....	76
Obr. 115: Hrot č. 46 vměstek č. 2 (800x).....	77
Obr. 116: Hrot č. 46 makro (25x, leptáno).....	77
Obr. 117: Hrot č. 46 oblast A (100x)	78
Obr. 118: Hrot č. 46 oblast B (100x).....	78
Obr. 119: Hrot č. 46 oblast C (100x).....	79
Obr. 120: Hrot č. 46 detail mikrostruktury (1000x).....	79
Obr. 121: Hrot č. 46 vměstek č. 1 (1000x).....	80
Obr. 122: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku.....	81
Obr. 123: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku.....	81
Obr. 124: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu vápníku	81
Obr. 125: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu manganu	81
Obr. 126: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu uhlíku.....	81
Obr. 127: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu křemíku.....	81
Obr. 128: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu manganu	82
Obr. 129: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu vápníku	82
Obr. 130: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu hliníku.....	82
Obr. 131: Hrot č. 47	83
Obr. 132: Hrot č. 47 makro (25x, neleptáno).....	83
Obr. 133: Hrot č. 47 vměstek č. 1 (200x).....	84
Obr. 134: Hrot č. 47 vměstek č. 2 (200x).....	84
Obr. 135: Hrot č. 47 makro (25x, leptáno).....	85

Obr. 136: Hrot č. 47 oblast A (100x)	85
Obr. 137: Hrot č. 47 oblast B (100x).....	86
Obr. 138: Hrot č. 47 oblast C (100x).....	86
Obr. 139: Hrot č. 47 vměstek č. 1 (1000x).....	87
Obr. 140: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku.....	88
Obr. 141: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku.....	88
Obr. 142: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu vápníku	88
Obr. 143: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu fosforu.....	88
Obr. 144: Hrot č. 47 vměstek č. 2 (1000x).....	89
Obr. 145: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu křemíku.....	89
Obr. 146: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu hliníku.....	89
Obr. 147: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu vápníku	90
Obr. 148: Hrot č. 53	90
Obr. 149: Hrot č. 53 makro (25x, neleptáno).....	91
Obr. 150: Hrot č. 53 vměstek č. 1 (500x).....	91
Obr. 151: Hrot č. 53 vměstek č. 2 (200x).....	92
Obr. 152: Hrot č. 53 makro (25x, leptáno).....	92
Obr. 153: Hrot č. 53 oblast A (100x)	93
Obr. 154: Hrot č. 53 oblast B (100x).....	93
Obr. 155: Hrot č. 53 mikrostruktura (200x)	94
Obr. 156: Hrot č. 53 vměstek č. 1 (800x).....	95
Obr. 157: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku.....	95
Obr. 158: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu kyslíku	95
Obr. 159: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu draslík	96
Obr. 160: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku.....	96
Obr. 161: Hrot č. 53 vměstek č. 2 (300x).....	96

Seznam tabulek

Tab. 1: Mechanické vlastnosti cínového bronzu [3]	22
Tab. 2: Hrot č. 4 základní údaje	46
Tab. 3: Hrot č. 4 měření velikosti zrn	53
Tab. 4: Hrot č. 4 měření tvrdosti	53
Tab. 5: Hrot č. 4 chemické složení dendritického vměstku	55
Tab. 6: Hrot č. 8 základní údaje	61
Tab. 7: Hrot č. 8 měření velikosti zrn	63
Tab. 8: Hrot č. 8 měření tvrdosti	63
Tab. 9: Hrot č. 15 základní údaje	66
Tab. 10: Hrot č. 15 měření velikosti zrn	70
Tab. 11: Hrot č. 15 měření tvrdosti	70
Tab. 12: Hrot č. 26 základní údaje	71
Tab. 13: Hrot č. 26 měření velikosti zrn	74
Tab. 14: Hrot č. 26 měření tvrdosti	74
Tab. 15: Hrot č. 46 základní údaje	75
Tab. 16: Hrot č. 46 měření velikosti zrn	80
Tab. 17: Hrot č. 46 měření tvrdosti	80
Tab. 18: Hrot č. 47 základní údaje	82
Tab. 19: Hrot č. 47 měření velikosti zrn	87
Tab. 20: Hrot č. 47 měření tvrdosti	87
Tab. 21: Hrot č. 53 základní údaje	90
Tab. 22: Hrot č. 53 měření velikosti zrn	94
Tab. 23: Hrot č. 53 měření tvrdosti	94

1 Úvod

Vynález luku se prvně objevuje v historii už před desítkami tisíci let a přinesl velkou revoluci v oblasti lovu a později i boje. Tento vynález umožnil lidem lovit na větší vzdálenosti se zachováním přesnosti, kterou nabízel například dříve využívaný oštěp. Nedílnou součástí luku byl šíp s hrotem.

Dříve byly hroty vyráběny ze dřeva jako součást celého šípu, později s časem a s rozvíjejícími se technologiemi zpracování kovů byl konec šípu osazen hrotem z kovu. První kovové hroty se objevily v době bronzové, která je datována přibližně od roku 3100 B.C. do roku 300 B.C. Následovala doba železná, která začíná přibližně v roce 1200 B.C. a přinesla značný pokrok ve výrobě hrotů. Použití železa sebou přineslo značné výhody v efektivitě nástroje, ale také úskalí z hlediska obtížnějšího zpracování oproti bronzu. Výrazně se zvýšila tvrdost a pevnost hrotu, což zvýšilo efektivnost zejména při použití v boji [1].

V rámci této práce byl zkoumán soubor sedmi hrotů z naleziště Hradec u Němčtic. Hroty byly dodány Katedrou archeologie Západočeské univerzity v Plzni. První hrot pochází z doby pozdního středověku (14. – 15. století) a zbylých šest z konce ranného středověku (10. století).

Práce se zabývá optimalizací přípravy metalografických výbrusů dodaných vzorků, následně jejich mikroskopickým sledováním a popisem jednotlivých struktur.

2 Cíle práce

Cílem práce je popis hrotů z hlediska tvaru a použití.

Dalším dílčím cílem je optimalizace postupu zhotovení metalografických výbrusů dodaných vzorků a vyhodnocení jejich mikrostruktury včetně stanovení zdánlivé velikosti zrna pomocí analýz světelným mikroskopem a řádkovacím elektronovým mikroskopem.

Hlavním cílem bylo zhodnocení dosažených výsledků a porovnání jednotlivých vzorků.

3 Typy hrotů

Hrot šípů slouží ke koncentraci energie letícího šípů do jednoho místa.

3.1 Dřevěné hroty

Zprvu byl hrot součástí celého šípů, kterému se říká dřík. Hrot byl vyráběn ze dřeva do tvaru špičky. Pro zvýšení tvrdosti se hroty opalovaly v ohni.

3.2 Bronzové hroty

Bronz je slitina mědi a dalších prvků s výjimkou zinku. Doba bronzová se dělí na 3 části, a to rannou dobu bronzovou, střední dobu bronzovou a pozdní dobu bronzovou. Nejznámější slitinou bronzu je cínový bronz, kde po mědi je hlavní přísadou cín [2] (Tab. 1).

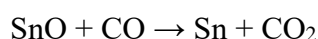
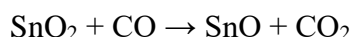
Tab. 1: Mechanické vlastnosti cínového bronzu [3]

	Tvrdość HB10	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Tažnosť [%]
Cínový bronz 12 % Sn	80	150	260	8

Cín se v přírodě vyskytuje ve formě oxidu cíničitého. Výroba čistého cínu je energeticky náročný proces. Oxid se v ideálních podmínkách redukuje pomocí uhlíku za vysokých teplot. Jedná se o 1300–1400°C po dobu 15 hodin [4]. Teploty okolo 1100°C byly zcela jistě dosaženy během tavení, díky přítomnosti sulfidu mědi Cu₂S, který krystalizuje okolo 1100°C [5].

Vysoká teplota se nejspíše nahrazovala prodloužením doby redukce. Bronz se v době bronzové nevyráběl všude. Výroba byla koncentrována do míst, kde bylo velké množství nalezišť rud. Výroba předmětů se prováděla následným přetavováním kovu [6]. Některé rudy vyžadovaly použití tavidla, jednalo se například o oxidy železa, které pomáhaly s vytvářením strusky [7].

Cín se vyráběl z rudy zvané kasiterit redukcí uhlíkem.



Nejčastější výroba bronzu byla pomocí lití do forem. V případě výroby hrotů mohlo docházet k jejich tváření pro dosažení lepších mechanických hodnot na rozdíl od jiných bronzových výrobků, kde nebyla pevnost tak důležitá.

Bronz přinesl zásadní pokrok v účinnosti luků a zcela nahradil dříve používané hroty šípů (Obr. 1).



Obr. 1: Bronzový hrot [8]

3.3 Ocelové hroty

Vývoj ocelových (železných) materiálů byl poslední a nejvýznamnější pokrok v oblasti hrotů šípů. Přestože byla ve středověku výroba oceli a její zpracování na velmi nízké úrovni v porovnání s dnešními technologiemi, tak značně převyšovala dosavadní bronzové slitiny. Železné rudy byl zpočátku velký nedostatek, jelikož lidé železo nezískávali těžbou v jamách a v dolech jako v pozdějších dobách, ale převážně sbíráním meteoritického železa [1].

S příchodem výrobků ze železa se začala výrazně rozvíjet technologie tváření (kování). Výroba oproti odlévaným hrotům z bronzu byla složitější [9].

První hroty vyráběné ze železa byly do šípu vsazeny pomocí trnu, tento způsob uchycení byl vhodný pro lov zvěře a v boji proti protivníkovi s horší ochrannou zbrojí. Při použití vyspělejší zbroje jako například kroužkové, šupinové nebo lamelové, se šípy osazené hroty s trnem při dopadu lámaly [1].

Řešením tohoto problému bylo vynalezení nového způsobu úchyty. Část hrotu se přeplátovala okolo dřívku. Tato část pro uchycení je odborně nazývána tulej.

Po této inovaci byl jediný funkční obranný prostředek proti šípu štít. Další inovací z hlediska obrany byly přepátované kroužkové zbroje, které byly účinné zejména proti hrotům nízké hmotnosti. Při nárazu docházelo k deformaci hrotu.

Vzhledem k vysoké teplotě tavení železa nebylo mnohdy možné dosáhnout likvidu. Teplota se obvykle pohybovala okolo 1200–1300°C. Výtěžnost oceli z rudy nedosahovala vysokých hodnot. Tavením rudy při nízké teplotě nedocházelo k správné redukci a značná část železa zůstávala ve strusce. Předpokládá se, že se do rudy přidával vápenec, který měl za úkol snižovat teplotu tavení strusky a zvyšovat její tekutost. Výsledný výrobek nebylo možné odlévat, protože byl převážně v tuhém stavu. Pomocí tváření se dále upravoval tvar a současně docházelo k odstranění strusky oklepáváním [10].

Na základě těchto poznatků se dá očekávat velké množství vměstků v tehdejších výrobcích ze železa, a to především síry, fosforu, křemičitanů, hlinitanů a dalších sloučenin, které se mohly dostat do výroby.

3.4 Typy kovových hrotů

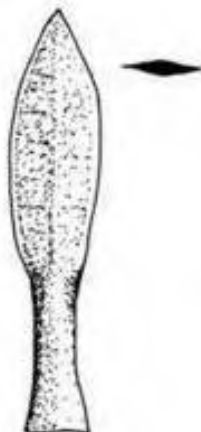
Hroty se vyráběly v několika různých provedeních a tvarech podle použití. Dělí se na hroty pro boj a lov. Další možné dělení je podle tvaru hrotu, nebo podle jednotlivých národů.

3.4.1 Lovecké hroty

Lovecké hroty se vyznačují maximální řeznou plochou, aby způsobily zvířeti co největší řeznou ránu, a tím i velkou ztrátu krve. Tulej hrotu by měla být co možná nejtěhřejší, aby hrot pronikl hluboko do masa a způsobil největší poškození [1]. Příklad takového hrotu je hrot s křídélky, listový hrot a vidlicový hrot. Tyto hroty jsou zobrazeny na Obr. 2, 3 a 4.



Obr. 2: Hrot s křídélky [11]



Obr. 3: Listový hrot [11]



Obr. 4: Listový hrot [11]

3.4.2 Bojové hroty

Většina loveckých hrotů mohla být využita i jako bojové proti nepřátelům bez pevného brnění. Průrazné hroty proti brnění se nazývají bodkiny (Obr. 5, 6 a 7). Cílem těchto hrotů nebylo způsobit velké rány, ale zasáhnout důležité orgány a způsobit zranění, které bude v následku fatální pro bojeschopnost. Tulej hrotu měla větší průřez než samotný hrot, vyráběly se ve třech různých délkových provedeních [1].



Obr. 5: Univerzální bodkin [12]



Obr. 6: Krátký bodkin [12]



Obr. 7: Dlouhý bodkin [12]

3.4.3 Rombické hroty

Rombické hroty, které jsou jedním z předmětů studovaných artefaktů, mají tělo kosočtverečného tvaru a mají tedy všechny strany stejně dlouhé. Zkosení je umístěno přibližně ve středu těla hrotu [13]. Příklad je uveden na Obr. 8.



Obr. 8: Rombický hrot [11]

4 Příprava metalografických výbrusů

Pro provedení podrobné analýzy mikrostruktury je třeba provést metalografický výbrus. Správná příprava metalografického výbrusu se skládá z pěti hlavních částí, které jsou:

- Odběr vzorku
- Zalévání do pryskyřice
- Broušení vzorku
- Leštění vzorku
- Leptání vzorku

Pro správné vyhodnocení metalografického výbrusu, musí být každá z těchto pěti částí provedena bezchybně, aby nedošlo k ovlivnění materiálu, které by mohlo zkreslit výsledky. Při výbrusu z neznámého materiálu je vhodné po každém kroku zkoumat povrch pod mikroskopem, kvůli včasnému odhalení chyb v procesu. Může se jednat například o špatně zvolené parametry broušení nebo typ brusiva [20].

4.1 Odběr vzorku

První etapa nastává u rozhodnutí místa odebrání vzorku. Protože je tato metoda destruktivní, může dojít při špatném rozhodnutí ke zničení klíčové části vzorku a problém v materiálu se nemusí zobrazit. Pro standardní velikosti vzorků se používají kotoučové pily s rozbrušovacími kotouči. Řezání se provádí za účasti chlazení pro minimalizování změn v materiálu v důsledku vneseného tepla a vnesené deformace při řezání. Kotouče se dělí podle typu pojiva a podle typu brusiva. U pojiva platí nepřímá úměrnost. Pro tvrdé materiály je potřeba měkce pojeného kotouče a pro měkké materiály tvrdě pojené kotouče. Brusivo se dělí z hlediska chemického složení a typu řezaného materiálu. Brusiva ze SiC se používají pro neželezné kovy. Nejčastější použití je v případě hliníkových, měděných a titanových slitin. Pro slitiny železa se používají kotouče z Al_2O_3 . Do této skupiny patří běžné ocelové slitiny a litiny. Kotouče z kubického nitridu boru se používají pro velmi tvrdé slitiny železa. Pro použití těchto kotoučů musí být tvrdost materiálu v rozsahu přibližně 500–1400 HV. Poslední skupinou jsou kompozitní a keramické materiály, pro které se využívají diamantová brusiva.

Řez materiálem by měl být rovný a co nejblíže zkoumaného místa. Časté chyby, které se při tomto procesu mohou stát jsou nevhodné rychlosti řezu, špatně zvolený rezný kotouč a nedostatečné chlazení kotouče a materiálu. V důsledku může dojít ke znehodnocení vzorku, vnesení plastické deformace do vzorku, „spálení“ vzorku a k destrukci rezného kotouče. Pro zkoumání vzorků se dělá příčný, nebo podélný řez materiálem. Případně se můžou udělat oba řezy. Dva a případně i více řezů se provádějí například u vyhodnocení mikrostruktury svaru, kde je potřeba vidět strukturu ve svaru v podélném řezu a tepelně ovlivněnou oblast od vneseného tepla, která se vyhodnocuje na příčném řezu [20].

4.2 Zalévání do pryskyřice

Zalévání (pokud je potřeba) probíhá dvěma způsoby, zalitím za studena nebo zalitím za tepla.

4.2.1 Zalévání za studena

Při zalévání za studena se vzorek umístí do formy, která se zaleje pryskyřicí. Tato pryskyřice po určité době ztuhne a vzorek je připravený na další krok. V současné době se vyrábí pryskyřice s dobou tuhnutí od několika minut až po desítky hodin. Nejčastěji se vzorek

nechává tuhnout do druhého dne od zalití. Tyto pryskyřice (termoplasty) jsou většinou měkčí a mají větší smrštitivost, takže mezi vzorkem a hmotou vzniká větší mezera [20].

4.2.2 Zalévání za tepla

Zalévání za tepla probíhá ve speciálních přístrojích. Vzorek se umístí do přístroje pozorovanou plochou dolů a zasype se epoxidovou pryskyřicí. Nejčastější průměry výsledných válců, kde je vzorek zalit jsou 30 mm nebo 50 mm. Za současného působení tepla 100–180°C a tlaku 30–50 kN se epoxidová pryskyřice zcela roztaví a obklopí vzorek. Velkou výhodou je vysoká rychlost zpracování. Váleček je tuhý do deseti minut od spuštění přístroje a je připravený k další manipulaci. Vysoký tlak zajistí vyplnění všech pórů. Nejčastěji používanou pryskyřicí pro zalévání je polyfast. Mezi jeho výhody patří zejména velmi nízká smrštitivost a možnost studia vzorků na rádkovacím elektronovém mikroskopu, protože hmota společně s pryskyřicí obsahuje částice uhlíku a je vodivá. U vzorků, kde by ale hrozilo tepelné ovlivnění, nemůže být tato metoda použita [20].

4.3 Broušení vzorku

Při broušení vzorku dochází k odebrání povrchové vrstvy vzorku. Cílem broušení je dosáhnout rovinného povrchu a odstranění plastické deformace, která se dostala do materiálu při řezání. U broušení platí přímá úměrnost z hlediska tvrdosti materiálu a brusiva. Ideální tvar brusiva je nepravidelný mnohostěn s ostrými hranami. Přítlačná síla je v rozmezí 1–100 N. V praxi se používá okolo 20–50 N. Rychlost otáčení je v rozmezí 50–300 otáček za minutu. V praxi se využívá od 100–250 otáček za minutu. Při každém broušení dochází k mechanickému ovlivnění materiálu tvářením a k tvorbě zpevněné Beilbyho vrstvy. Tvoří se zejména v případě vysokých otáček při broušení, při velké přítlačné síle a při nedostatečném chlazení vzorku. Tenkou tloušťku Beilbyho vrstvy, řádově v desetinách milimetru, lze odstranit chemickým leštěním nebo leptáním. Při vytvoření tlustší vrstvy je nutno vzorek znovu přebrousit, aby nedošlo ke zkreslení výsledků při pozorování vzorku. Broušení se provádí buď ručně nebo strojově [20].

4.3.1 Ruční broušení

Při ručním broušení se využívají SiC kotouče nebo papíry za současného chlazení vodou. Zrnitost papíru začíná na 80 a postupně se přechází až k nejjemnější, která je standartně 1200 až 2500. Jemnější brusný papír by měl být maximálně 3x násobek zrnitosti předešlého papíru. Kdyby se použilo jemnější brusivo nedošlo by k odstranění rýh z předešlého broušení (pouze po velmi dlouhé době broušení). Při každé výměně brusného papíru je potřeba vzorek opláchnout vodou, aby se nekontaminoval jemnější papír hrubšími zrny brusiva a současně se vzorek otočí o 90 stupňů vůči předchozímu broušení [20].

4.3.2 Strojní broušení

Strojní broušení je prováděno na automatické brusce s vodou jako chladícím médiem. Používají se magnetické kotouče, které se přiloží na brusku. Otáčky brusky a přítlak vzorku na kotouč se nastavují ručně. Pro zarovnání vzorku do roviny se používají např. brusné kotouče MD-Primo nebo MD-Piano, v závislosti na tvrdosti materiálu. Jako u ručního broušení je potřeba při výměně kotouče vzorek opláchnout a vyčistit. Pro dosažení jemně vybroušeného povrchu se použijí kotouče MD-Largo nebo MD-Allegro v závislosti na tvrdosti materiálu [20].

4.4 Leštění vzorku

Leštění je proces, při kterém už skoro nedochází k odebírání materiálu vzorku. Dochází k zahlazení mikro škrábanců z broušení pomocí deformace povrchových nerovností. Je doporučeno strávit kratší dobu leštěním než broušením. Při dlouhém leštění může docházet k zaleštění škrábanců ve vzorku, které se pod mikroskopem nemusí zobrazit, ale po naleptání mohou být na povrchu pozorovatelné [20].

4.4.1 Mechanické leštění

Mechanické leštění je nejčastější formou leštění vzorku a je velmi podobné broušení. Vzorek se přitlačuje k leštícímu plátnu, na který je nanesena leštící suspenze. Leštící suspenze obsahuje velmi jemné částice brusiva, které se v suspenzi mohou volně pohybovat. Tento způsob technologie je velmi podobný lapování. Pro běžné materiály se používají diamantové leštící suspenze. Suspenze se vyrábějí standardně podle velikosti brusiva 9, 6, 3 a 1 μm . Oxidační leštění je určeno pro velmi měkké a houževnaté materiály. Používá se oxid křemičitý s velikostí brusiva 0,04 μm .

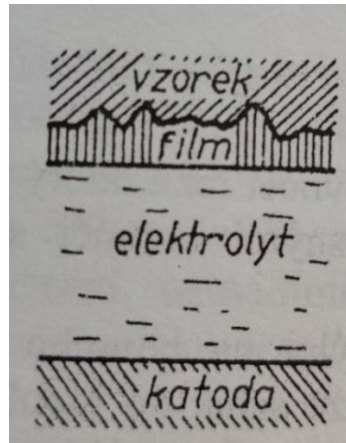
Je zde důležité při přechodu na jemnější suspenzi opláchnout vzorek a nechat ho vyčistit v ultrazvuku. Brusiva se totiž při leštění mohou zarýt do vzorku. Při přechodu na jemnější brusivo se pak může zaleštěné brusivo uvolnit a kontaminovat leštící plátno pro jemnější brusivo. Při leštění se začíná od pláten s malou pružností pro zachování roviny vzorku. Následně se přechází na plátna s větší pružností, které lépe srovnají nerovnosti na vzorku [20].

4.4.2 Elektrolytické leštění

Pro klasické leštění je elektrolytické leštění určeno pro korozivzdorné oceli. Přednostně se z povrchu odebírá nikl a železo a dochází ke koncentraci chromu na povrchu, tudíž ke zlepšení funkce pasivační vrstvy [15].

Elektrolytické leštění se používá nejvíce u měkkých materiálů, kde se při standardním leštění tvoří rýhy od brusiva a austenitických korozivzdorných ocelí. Vyladění procesu je ale časově náročné. Leštění funguje na principu elektrolýzy, kdy je vzorek zapojený jako anoda a ponořen do elektrolytu. Při volbě vhodného elektrolytu je třeba dávat pozor na měnící se vlastnosti s rostoucí teplotou. Před zahájením leštění je vhodné vzorky přebrousit. To zkracuje dobu potřebnou k leštění [16]. Na povrchu vzorku se tvoří anodický film s různou tloušťkou, která se mění v závislosti na drsnosti vzorku. Minimální tloušťky dosahuje na výstupcích. Proud jde cestou nejmenšího odporu, a to jsou právě místa na těchto výstupcích. Dochází k rozpouštění výstupků a povrch vzorku se uhlazuje. Mezi výhody patří, že nedochází k mechanickému namáhání vzorku a nedochází tedy k tvorbě Beilbyho vrstvy.

Nevýhodou ale je, že při leštění může docházet k naleptání sktruktury vzorku, což znepřehlední vyhledání a analýzu vměstků. Další z nevýhod je, že kov se rozpouští více v okolí pórů a nekovových vměstků, čímž se zvětšují jejich rozměry. Schéma mechanismu elektrolytického leštění je uveden na Obr. 9 [20].



Obr. 9: Schéma mechanizmu elektrolytického leštění [16]

4.5 Leptání vzorku

Leptání vzorků se provádí buď chemicky, elektrolyticky nebo tepelně. Naleptáním vzorku zvýrazníme strukturu materiálu a lze poté vyhodnotit jednotlivé fáze.

4.5.1 Chemické leptání

Nejčastějším způsobem naleptání vzorku je chemické leptání. Leptadlo napadá energeticky bohatá místa. To jsou například hranice jednotlivých zrn nebo již dříve zmiňovaná Beilbyho vrstva. Vzorek se ponoří do příslušného leptadla na krátkou dobu. Následně se vzorek průběžně kontroluje pod mikroskopem, aby nedošlo ke „spálení“ a v případě potřeby se proces opakuje. Jednotlivé fáze materiálu jsou jinak odolné vůči leptadlu. Z tohoto důvodu dochází k vytváření rozdílných nerovností v materiálu, které jsou pak při pozorování viditelné. Příkladem je leptání perlitu, kde cementit je proti leptadlu odolnější než ferit. Pro běžné slitiny železa se používá leptadlo NITAL, které se skládá z 3 % kyseliny dusičné a 97 % z ethanolu. Pro austenitické manganové a feritické korozivzdorné oceli se může použít například leptadlo Vilella-Bain skládající se z kyseliny chlorovodíkové, kyseliny pikrové a ethanolu [20].

4.5.2 Elektrolytické leptání

Používá se u kovů a slitin odolných proti běžně používaným leptadlům. Příkladem takové slitiny je korozivzdorná ocel. Princip je stejný, jako v případě elektrolytického broušení, až na změnu intenzity procházejícího proudu.

4.5.3 Tepelné leptání

Tento způsob leptání vytvářením povrchových reliéfů využívá rozdílů ve volné entalpii různých míst na vyleštěném povrchu vzorku. Částice energeticky bohatších míst se za zvýšené teploty vypařují rychleji. Leptání probíhá za minimální teploty 0,5 absolutní teploty tavení [16]. Za zvýšených teplot se na povrchu vzorku vytváří oxidační vrstva. Tloušťka je rozdílná na základě příslušné fáze, která se pod ní nachází. Místa s různou tloušťkou propouštějí různé vlnové délky. Vzorek se tedy jeví v mikroskopu jako zbarvený a podle toho lze rozlišit jednotlivé fáze.

5 Hodnocení metalografického výbrusu

Hodnocení metalografického výbrusu je možno provádět jako hodnocení makrostruktury nebo mikrostruktury. Makrostrukturou se rozumí struktura pozorovatelná pouhým okem nebo při zvětšení do 50x.

5.1 Hodnocení makrostruktury

Hodnocením makrostruktury lze zjistit řadu informací o materiálu. Jedná se například o chemické nestejnorodosti. Při tuhnutí dochází k dendritické segregaci v důsledku jiných rozpustností prvků v pevné a kapalně fázi. Velice známou zkouškou jsou Baumannovy otisky. Princip je založený na reakci sulfidů s bromidem stříbrným a kyselinou sírovou. V místech vyskytujících se sulfidů se zobrazí tmavé stopy na papíru. Studii svarů lze odhalit nespojitosti svarového a základního materiálu a například strusku ve svaru. U kovaných výrobků lze pomocí leptání na makrostrukturu pozorovat jednotlivé směry tváření a heterogenitu ve velikosti zrn. Dále lze určit míru prokalení materiálu a pozorovat další jevy po tepelném a chemicko-tepelném zpracování materiálu [20].

5.2 Hodnocení mikrostruktury

Mikrostruktura se hodnotí ve dvou fázích, a to nejdříve v neleptaném stavu pro zobrazení vměstků, nečistot a jiných vad. V leptaném stavu se hodnotí jednotlivé fáze materiálu.

5.2.1 Hodnocení mikrostruktury v neleptaném stavu

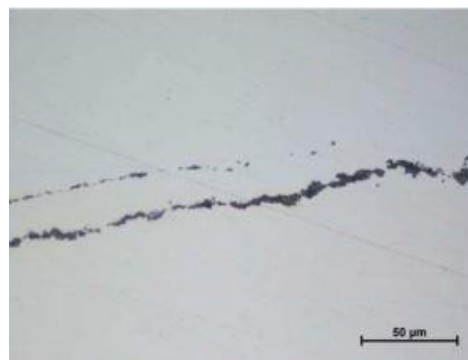
Po leštění lze vzorek pozorovat optickým mikroskopem a začít vyhodnocovat jednotlivé útvary. Na povrchu vzorku lze pozorovat povrchové trhliny, staženiny, plynové bubliny, grafit a jeho tvary v případě pozorování litin a analyzovat jednotlivé vměstky ve vzorku. Vměstky se dělí do čtyř základních skupin a značí se velkými písmeny.

Norma ČSN ISO 4967 [17] rozlišuje vměstky podle těchto kritérií:

- Skupina vměstků A, sulfidický typ: nekovové tvárné vměstky, šedé barvy, typické svým protažením v jednom směru, vyskytují se obvykle se zaoblenými konci, Obr. 10.
- Skupina vměstků B, hlinitanový typ: nedeformovatelné vměstky, černé nebo namodralé barvy, vyskytující se ve shluku nejméně tří částic blízko sebe, seřazené ve směru deformace, obvykle s ostrými konci, Obr. 11.
- Skupina vměstků C, silikátový typ: velmi tvárné vměstky, tmavě šedé nebo černé barvy, protáhlé v jednom směru, obvykle s ostrým zakončením, Obr. 12.
- Skupina vměstků D, globulární typ oxidů-nedeformovatelné, černé nebo namodralé ostrohranné nebo kulaté částice, vyskytují se náhodně v ploše vzorku, s nízkým poměrem protažení, Obr. 13.
- Skupina vměstků DS, typ jednotlivých globulí-černé nebo namodralé kruhové nebo téměř kruhové částice, jejichž velikost je větší než 13 mikrometrů [17]



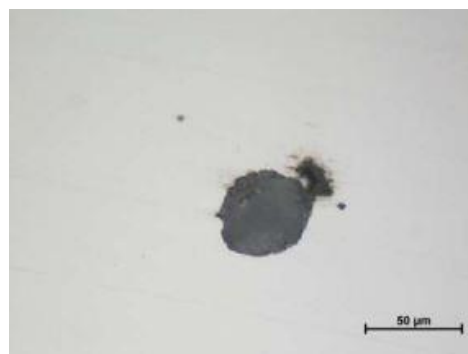
Obr. 10: Sulfidický typ vměstku [18]



Obr. 11: Hlinitanový typ vměstku [18]



Obr. 12: Silikátový typ vměstku [18]



Obr. 13: Globulitický, oxidický typ vměstku [18]

Při výrobě se do oceli dostávají doprovodné prvky. Mezi škodlivé prvky patří například fosfor, síra, kyslík, vodík.

Při větším obsahu fosforu v materiálu se objevuje fosfid Fe_3P . Ten obvykle tvoří binární eutektikum $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{P}$ nebo ternární eutektikum $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{P}-\text{Fe}_3\text{C}$ známé jako steadit. Vlastnost oceli ovlivňuje podle obsahu uhlíku. U ocelí s obsahem uhlíku nad 0,05 % vyvolává křehkost feritu a zvyšuje přechodovou teplotu [19].

Síra se slučuje s železem na sulfid FeS a s manganem na MnS . Sulfid železa je v tuhém stavu v železe nerozpustný a tvoří binární eutektikum $\text{Fe}-\text{FeS}$ s teplotou tání 985°C . Při krystalizaci austenitu krystalizuje eutektikum po hranicích zrn. MnS má teplotu tavení 1620°C a přechází z největší části do strusky. Krystalizuje ve tvaru zrn a jen malá část tvoří se železem eutektikum $\text{Fe}-\text{MnS}$ [19]. Sulfidy obecně zvyšují lámavost materiálu, protože konce vměstku působí jako koncentrátoři napětí.

Kyslík je v tekuté oceli rozpuštěn jako FeO a v konečné fázi výroby by měl být vhodným způsobem dezoxidací odstraněn. Malé množství kyslíku zůstává v oceli a je vázáno na oxidy anebo křemičitany. Jedná se například o FeO , MnO a Al_2O_3 . Kyslík rozpuštěný v železe zvyšuje tvrdost a křehkost. Při tvorbě vměstků je důležité, aby měly vměstky zrnitý tvar a nebyly rozmístěné po hranici zrn. Vysoké množství vměstků vyvolává sklon k vzniku lomů [19].

5.2.2 Hodnocení mikrostruktury v naleptaném stavu

Slitiny železa tvoří širokou řadu struktur. Základní strukturou čistého železa v tuhém stavu je ferit alfa (dále označovaný jen jako ferit). Struktura je zobrazena na Obr. 14. Ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe alfa. Ferit má krychlovou prostorově centrovanou mřížku (Body cubic centered). Uhlík tedy zaujímá místo v mřížce uprostřed. Ferit je měkká a tvárná fáze. Dle diagramu $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{C}$ je stabilní při pokojové teplotě do 0,008 % C a při teplotě

727°C je rozpustný do 0,022 % C. Ferit je feromagnetický a jeho mez pevnosti je cca 260 MPa. Tvrdost feritu se pohybuje okolo 150 HV. Tvrdost a pevnost se ale může měnit v závislosti na velikosti zrn.

Další strukturou slitiny železa a uhlíku je austenit. Struktura je zobrazena na Obr. 15. Austenit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe gama. Nejnižší teplota a koncentrace uhlíku, aby byl austenit stabilní je 727°C a 0,77 % C. V závislosti na teplotě se opět mění maximální rozpustnost uhlíku. Největší rozpustnost je dosažena při 1148°C a to 2,11 % C. Podstata vyšší rozpustnosti oproti feritu je jiné krystalografické uspořádání. Materiály, které krystalizují ve více mřížkách se nazývají polymorfni. Austenit zaujímá krychlovou plošně centrovanou mřížku (Face cubic centered). Pro dosažení stability austenitu za normálních teplot se přidávají austenitizační prvky, které rozšiřují obsah austenitu. Jedná se například o nikl, mangan nebo kobalt. Přihlédnutím k těmto prvkům je zcela jasné, že naše zkoumané struktury nebudou austenitické. Austenit je velmi tvárný, houževnatý a jeho charakteristická vlastnost je, že je paramagnetický.

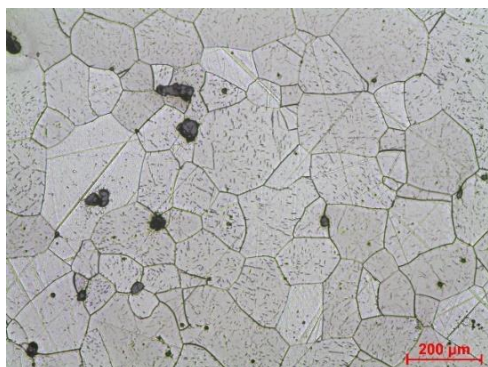
Cementit neboli karbid železa Fe_3C , je třpytivě bílá a velmi tvrdá a křehká chemická sloučenina uhlíku s železem. Krystalizuje v ortorombické mřížce. Intermediální fáze cementitu ve slitinách železa výrazně zvyšuje pevnost a tvrdost. Současně má však vliv na houževnatost, kterou snižuje. Tvrdost cementitu se pohybuje kolem 750 HV. Cementit není stabilní fází a při ohřevu nad 400°C se začne rozpadat na železo a uhlík (grafit) [19].

Perlit je směs feritu a cementitu. Struktura je zobrazena na Obr. 16. Nejčastěji se perlit vyskytuje v lamelární podobě. Jednotlivé struktury lamel feritu a cementitu se po sobě střídají. Výjimečně se může objevovat také ve formě globulí. Podle obsahu uhlíku se perlit dělí na podeutektoidní (Obr. 17), eutektoidní nebo nadeutektoidní. Struktura se pak označuje například jako feriticko-perlitická nebo perliticko-feritická na základě převládající struktury materiálu. Eutektoidní struktura perlitu se v materiálu běžně nevyskytuje, protože je velmi obtížné zajistit přesné množství uhlíku a dalších prvků, které mohou posouvat hranici koncentrace a teploty eutektoidní hranice. Dle diagramu Fe- Fe_3C se perlit začíná prvně tvořit od koncentrace uhlíku 0,022 %. Čistě perlitickou strukturu značí eutektoida při koncentraci 0,77 % C. Dále se perlit může vyskytovat ve slitině až do 4,3 % C. Jeho mez pevnosti je zhruba 700 MPa a tvrdost se pohybuje okolo 250 HV. Tvrdost a pevnost se může opět měnit v závislosti na velikosti zrna.

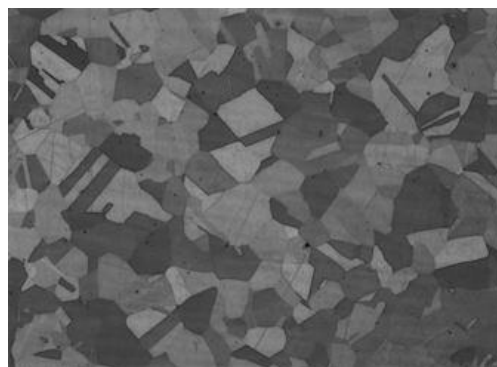
Tvar grafitu má zásadní vliv na mechanické vlastnosti materiálu. Grafit v železe může mít zaujímat několik různých tvarů a na základě toho se pak dále rozdělují litiny. Nejznámější litinou je pravděpodobně litina s lupínkovým grafitem. Struktura je zobrazena na Obr. 18.

Z mnoha historických pramenů je známé, že technologie kalení byla využívána už v půlce doby železné. Dá se tedy předpokládat, že na vzorcích by se mohla nacházet martenzitická, případně bainitická struktura (Obr. 19), která výrazně zvyšuje pevnost a tvrdost oceli. Kalení je tepelné zpracování oceli, při které se materiál ohřívá do oblasti austenitu a následně je nadkritickou rychlostí ochlazován. Přesné křivky ochlazování pro jednotlivé materiály popisují IRA a ARA diagramy. Základní rozdíl mezi IRA a ARA diagramem je z hlediska rozpadu austenitu za konstantní, nebo měnící se teploty materiálu. Nerovnovážný stav oceli, který získáme kalením ovlivňuje mnoho činitelů, jako např. chemické složení oceli, podmínky austenitizace, tvar a velikost zrna, typ kalícího prostředí, intenzita ochlazování kalícího prostředí atd. [19].

Martenzit je přesycený tuhý roztok uhlíku v železe alfa. Struktura je zobrazena na Obr. 20. Krystalografická struktura martenzitu je tetragonální. Pro ochlazení materiálu se v dnešní době používá nejčastěji voda nebo olej. V historii docházelo nejčastěji ke kalení do vody. Cílem kalení je vytvoření velmi tvrdé, pevné a otěruvzdorné vrstvy.



Obr. 14: Feritická struktura



Obr. 15: Austenitická struktura [20]



Obr. 16: Perlitická struktura



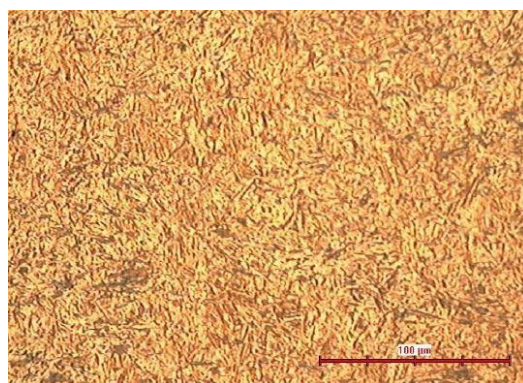
Obr. 17: Feriticko-perlitická struktura



Obr. 18: Litina s lupínkovým grafitem [20]



Obr. 19: Feriticko-bainitická struktura [20]



Obr. 20: Martenzitická struktura [20]

6 Měření velikosti zrna

Stanovení zdánlivé velikosti zrn popisuje norma ČSN EN ISO 643 [21]. Velikost zrna se značí písmenem G a číslem, které může být kladné, nulové i záporné. Je odvozeno ze středního počtu zrn na mm^2 . Jemnozrnná struktura se značí vyšším číslem oproti hrubozrnné. Například velikost zrna G1 má mezní hodnoty počtu zrn na mm^2 od 12 do 24 včetně a velikost zrna G8 má mezní hodnoty počtu zrn na mm^2 od 1536 do 3072 včetně. Velikost zrna se zjišťuje mikroskopickým zkoumáním vyleštěného a naleptaného vzorku. Norma udává možnost zjištění velikosti zrna pomocí porovnání s etalony [21].

6.1 Vyjádření číslem velikosti zrna

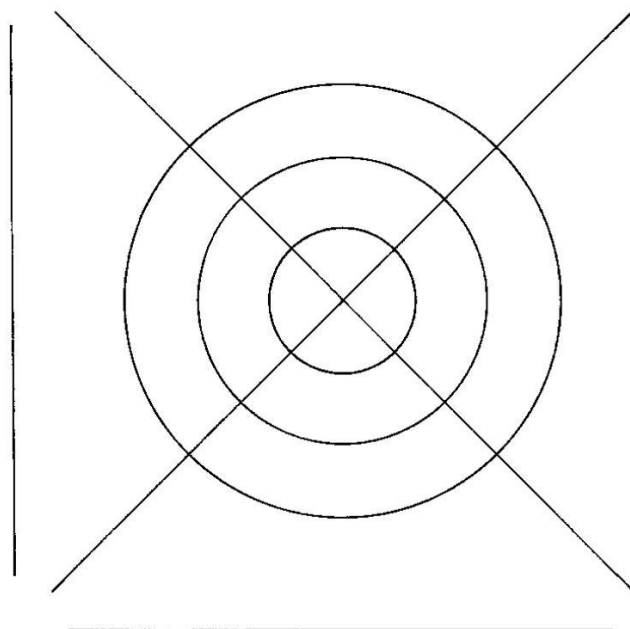
Číslo velikosti zrna je definováno rovnicí (6.1), kde m představuje počet zrn na mm^2 a G číselnou velikost zrna.

$$m = 8 * 2^G \quad (6.1)$$

6.2 Vyjádření průsečíkovou metodou

Zjistí se počet protnutých zrn zkušební čarou o známé délce. Měřicí čára může být přímka nebo kružnice. Používají se tři soustředné kružnice o předepsaných obvodech. Pro použití úseček se využívají čtyři, z nichž dvě jsou orientovány ve směru úhlopříček a dvě jsou na sebe kolmé. Úhlopříčky mají délku 150 mm a svislá a vodorovná úsečka má délku 100 mm. Je třeba zvolit takové zvětšení, aby při každém úseku bylo zachyceno alespoň 50 úseků zrn. Pro vyhodnocení je potřeba udělat alespoň pět náhodných polí, celkem tedy 250 úseků zrn. Schéma je zobrazeno na Obr. 21.

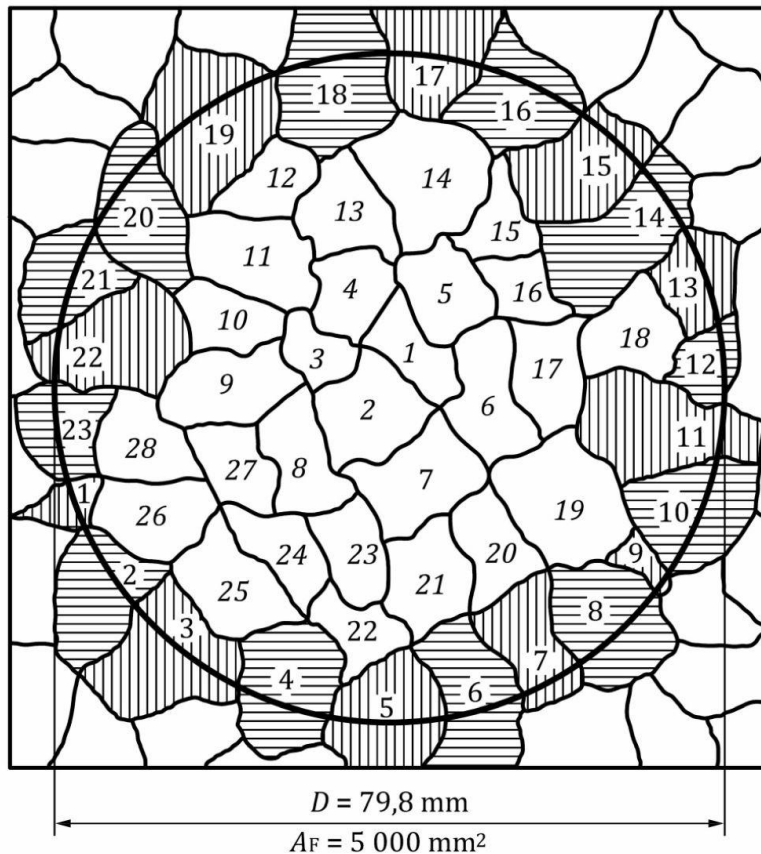
Celková délka kružnic musí být 500 mm. Zvětšení musí být zvoleno tak, aby průměr kružnice zachytil minimálně 40 až 50 úseku zrn [21].



Obr. 21: Schéma průsečíkové metody [21]

6.3 Vyjádření planimetrickou metodou

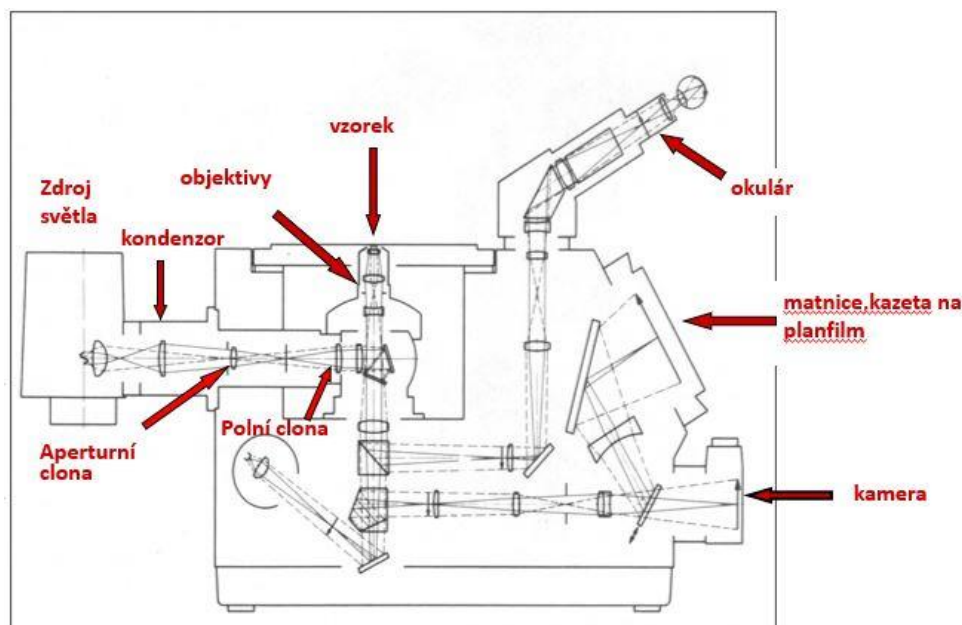
Na obraz se narýsuje kružnice o průměru 79,8 mm, viz Obr. 22. Zvětšení se volí tak, aby plocha kružnice obsahovala alespoň 50 zrn. Stanoví se počet zrn ležících zcela uvnitř a počet zrn protnutých kružnicí. Následně se hodnoty přepočítají na střední hodnotu počtu zrn na mm^2 . Podobným způsobem lze hodnotit počet zrn na vymezené ploše obdélníkem nebo čtvercem [21].



Obr. 22: Schéma planimetrické metody [21]

7 Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie je běžně využívanou metodou pro studium povrchu materiálu a hodnocení jeho struktury. Světelná mikroskopie využívá především zákonů geometrické optiky. Jedná se o zákon o přímočarém šíření světla, o vzájemné nezávislosti paprsků, zákon odrazu a lomu [22]. Hlavní části mikroskopu jsou tvořené osvětlovací a zobrazovací soustavou. Hlavní části mikroskopu jsou zobrazeny na Obr. 23.



Obr. 23: Světelný mikroskop [20]

7.1 Základní principy mikroskopie

Viditelné světlo má vlnovou délku od cca 380 do 740 nm. Světlo lze chápat jako vlnění, kde osciluje elektrické a magnetické pole kolmo na sebe, nebo jako procházející proud fotonů. Pro naše účely budeme uvažovat definici světla jako vlnění [20].

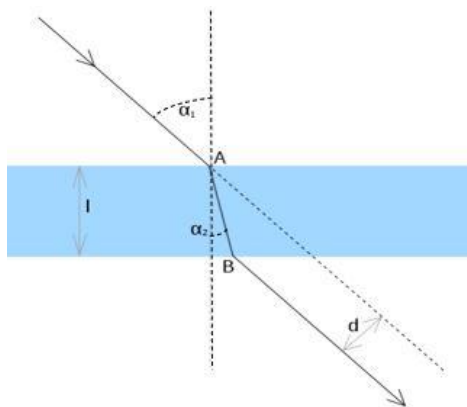
7.1.1 Odraz světla

Platí zákon, že úhel dopadu a úhel odrazu si jsou rovny a paprsek zůstává ve stejné rovině.

7.1.2 Lom světla

V látkách se světlo šíří různými rychlostmi. Tato rychlost je závislá na indexu lomu materiálu. Úhel lomu závisí na úhlu dopadu a vlnové délce světla. Při přechodu do jiného prostředí zůstává stejná frekvence, ale dochází ke změně rychlosti a vlnové délky. Látky se dle indexu lomu dělí na látky s opticky hustším nebo řidším prostředím. Lom světla popisuje Snelliův zákon, viz rovnice (7.1) a Obr. 24.

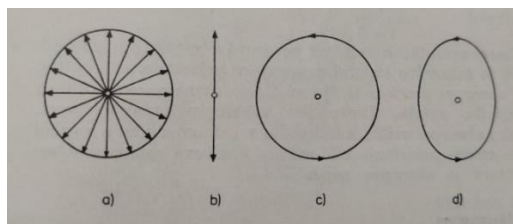
$$\frac{v_1}{v_2} = \frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = \frac{n_2}{n_1} \quad (7.1)$$



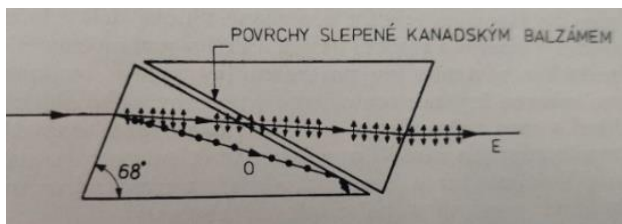
Obr. 24: Lom světla [20]

7.1.3 Polarizace světla

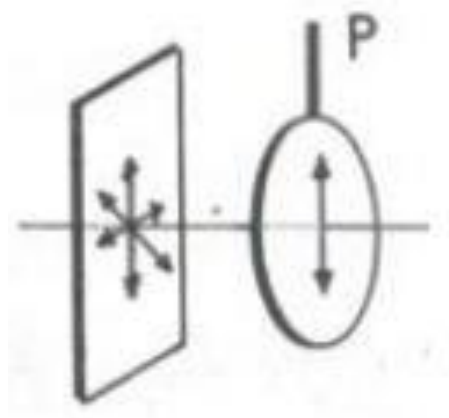
Polarizaci světla ovlivňuje kmitání vektorů elektrické intenzity a magnetického pole. Pro dosažení polarizace je třeba omezit kmity. Nejčastěji dochází k omezení kmitání elektrického pole. Polarizované světlo může být lineárně polarizované, elipticky nebo kruhově (Obr. 25). Polarizace světla se provádí odrazem na vyleštěném povrchu při úhlu dopadu rovnému tzv. Brewsterově úhlu dopadu nebo dvojlomem (Obr. 26), kdy se paprsek dělí na řádně a mimořádně polarizovaný a dochází k odklonu řádně polarizovaného paprsku absorpcí, použitím speciálních polarizačních fólií, viz Obr. 27 [20]. V metalografické praxi se využívá lineárně polarizované světlo [22].



Obr. 25: a) Nepolarizované světlo, b) lineárně polarizované světlo, c) kruhově polarizované světlo, d) elipticky polarizované světlo [22]



Obr. 26: Polarizace světla dvojlomem [22]



Obr. 27: Polarizace světla absorpcí [20]

7.2 Osvětlovací soustava

Osvětlovací soustava se skládá ze zdrojů světla a jeho přenosu od světelného zdroje do okuláru.

7.2.1 Světelný zdroj

Ideální světelný zdroj by měl být bodový, monochromatický a koherentní. Používané zdroje v mikroskopu toto splňují jen částečně. Laser, který je nejvýznamnějším koherentním zdrojem, je zatím používán jen v konfokálním mikroskopu pro skenování povrchu vzorků. Nejčastějším typem zdroje světla jsou wolfram-halogenové žárovky s výkonem do 100 W [16].

7.2.2 Filtry

Filtry zeslabují intenzitu světla, které jimi prochází. Dělí se na filtry neutrální a barevné. Rozdíl mezi nimi je, že filtry barevné upřednostňují prostupnost světla určitých vlnových délek, a to zpravidla podle vlastní barvy filtru. Podle účelu se můžou dále dělit na:

- Kompenzační, které absorbují vlnové délky světla, pro které nejsou mikroskopy korigovány
- Kontrastní, kterými se zvětšuje nebo potlačuje kontrast
- Polarizační, pro polarizaci procházejícího světla
- Tepelné, zachycující dlouhovlnnou oblast světelného spektra [16]

7.2.3 Iluminátory

Iluminátor obrací tok světelného svazku, tak, aby byl zaostřen na povrch vzorku a odražené paprsky směřovaly do okuláru. Dosahuje se toho pomocí planparalelního skla, hranolem s postříbřenou šikmou stěnou, mezikruhovým zrcadlem a parabolickým kondenzorem vně nebo uvnitř objektivu [16].

7.2.4 Polní clona

Zachycuje okrajové paprsky světelného svazku, které by jinak snižovaly kvalitu obrazu, ale nezmenšuje jeho jas a rozlišovací schopnost objektivu [20].

7.2.5 Aperturní clona

Vymezuje úhel kužele vystupujícího z objektivu. Zavíráním aperturní clony, zmenšujeme otvorový úhel objektivu a jeho číselnou aperturu. Tím sice snižujeme rozlišovací schopnost objektivu, ale bráníme přesvětlení obrazu (čímž zvětšujeme jeho kontrast) a zvětšujeme hloubku ostrosti [20].

7.3 Zobrazovací soustava

Hlavní součásti zobrazovací soustavy jsou objektiv a okulár. Podle principu se objektiv dělí na čočkové a zrcadlové.

7.3.1 Čočkový objektiv

Objektiv se posuzuje podle jeho základních vlastností. Jedná se o způsob korekce optických vad, numerické apertury a zvětšení. Korekcí se získává kvalita obrazu, numerická

apertura určuje rozlišovací schopnost mikroskopu a zvětšení objektivu určuje zvětšení pozorovaného vzorku. Největší zvětšení u objektivů pro světelné mikroskopy je typicky 100x [16].

7.3.2 Zrcadlový reflexní objektiv

Od čočkových objektivů se liší především velkou pracovní vzdáleností. S rostoucím zvětšením klesá pozorovací vzdálenost objektivu. Reflexní objektiv se skládá typicky ze dvou zrcadel. U zrcadlových objektivů se nevyskytuje chromatická vada, ale nedosahují numerických apertur čočkových objektivů [16].

7.3.3 Okulár

Jedná se o soustavu čoček, tvořenou dvěma členy, nazývají se kolektiv a oční čočka. Okulár zobrazuje obraz vytvořený objektivem. Okulár může zobrazit pouze to, co objektiv rozlišil. Standardní zvětšení okuláru je 10x, ale může být až 20x. Pro metalografii se používají tři druhy okulárů. Jedná se o Huygensův okulár, kompenzační okulár a fotografický okulár [16].

7.3.4 Světlé pole

Metoda světlého pole je nejčastěji používanou v metalografii. Světelné paprsky dopadají na plochu vzorku kolmo. Nerovnosti povrchu způsobují rozptyl světla a stávají se viditelnými, dosahuje-li jejich velikost alespoň vlnové délky použitého světla. [16]. Zde je i zdůvodnění, proč se končí leštící suspenzí o velikosti brusiva 1 μm .

7.3.5 Tmavé pole

Použitím metody tmavého pole vzniká obraz, jehož kontrast je opačný od světlého pole. Paprsky dopadají šikmo na vzorek. Objekty na výbrusu, které způsobují rozptyl světelného paprsku se jeví světle a jejich okolí zůstává temné. Pozorování v tmavém poli lze použít jen pro malé zvětšení, z důvodu nízké intenzity světla vracejícího se do objektivu [22].

7.3.6 Rozlišovací schopnost

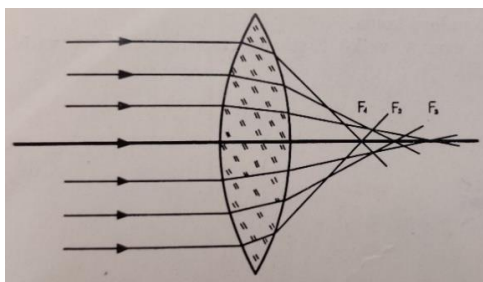
Rozlišovací schopnost mikroskopu je nejmenší vzdálenost dvou bodů, které jsou od sebe rozlišitelné ve zvětšeném obrazu. Na rozlišovací schopnost má vliv vlnová délka světla, numerická apertura a otvorový úhel objektivu 2α [20].

7.4 Vady čoček

Vady čoček vznikají z fyzikálních důvodů a z drobných chyb výroby. Pro správné pozorování je cílem minimalizovat tyto vady a ideálně je zcela odstranit příslušnou korekcí.

7.4.1 Sférická vada

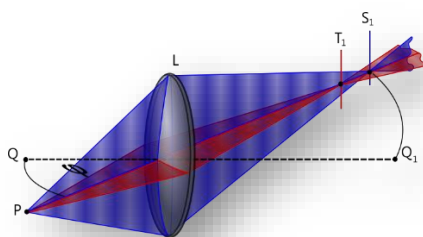
Sférická vada (Obr. 28) vzniká tím, že paprsky rovnoběžné s optickou osou procházející čočkou v různé vzdálenosti od osy se neprotínají v jednom bodě. Zobrazovaný bod se pak nezobrazuje v rovině obrazu bodem, ale dochází k zobrazení kruhové plošky. Tuto vadu lze značně omezit clonou pro zamezení průchodu postranních světelných paprsků. Rozptylky mají vadu opačného smyslu než spojky. Kombinací spojky a rozptylky lze účinek sférické vady snížit. Další význam má volba skla čoček s rozdílnými indexy lomu [22].



Obr. 28: Sférická vada spojky [20]

7.4.2 Astigmatická vada

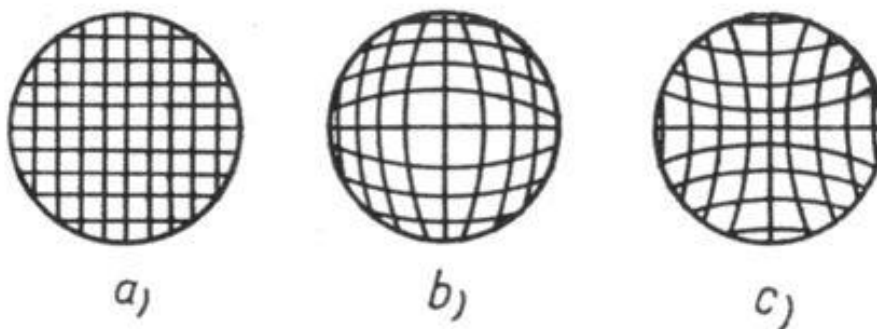
Vada astigmatická (Obr. 29) vzniká při zobrazování bodů ležících mimo optickou osu. Kužel zobrazovacích paprsků protíná osu čočky šikmo. Svazek paprsků po lomu se nesbíhá v jediném bodě, ale tvoří dvě navzájem kolmé úsečky tzv. fokály. Míra astigmatismu je určena jejich vzdáleností. S touto vadou úzce souvisí vada vyklenutím zorného pole. Při zobrazení roviny neleží zobrazený obraz v rovině, ale na vypouklé nebo vyduté ploše [22]. Tyto vady se odstraňují pomocí zvolení vhodné vzdálenosti čoček, správným umístěním clony a kombinací čoček s opačným astigmatismem [20].



Obr. 29: Astigmatická vada čočky [20]

7.4.3 Zkreslení – distorze

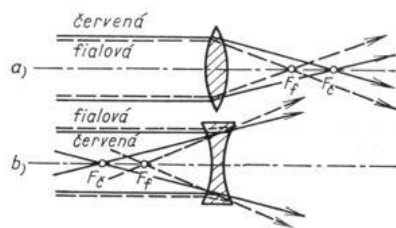
Distorze je deformace obrazu vlivem zvětšení oblasti ležící u optické osy a oblastí od této osy vzdálených. Příkladem pro pochopení je deformace mřížky na Obr. 30 [22]. Odstranění vady se provádí pomocí korekce s opačným zkreslením [20].



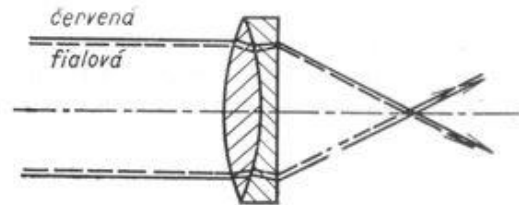
Obr. 30: a) Zobrazení mřížky b) zkreslení soudkovité c) zkreslení poduškovité [20]

7.4.4 Chromatická vada

Bílé světlo se skládá ze všech viditelných složek světla. Tyto složky mají rozdílné vlnové délky a kvůli tomu vzniká chromatická vada (Obr. 31). Ohnisková vzdálenost čočky je funkcí indexu lomu skla a hodnota tohoto indexu se mění s vlnovou délkou. Ohnisková vzdálenost je různá pro jednotlivé vlnové délky. Nejméně se láme světlo červené s vlnovou délkou okolo 650–760 nm a nejvíce fialové světlo s vlnovou délkou okolo 390–430 nm. Spojením spojky ze skla, která málo rozkládá světlo a rozptylky, která je opticky slabší než spojka, je možno provést chromatickou korekci pro dvě barvy spektra. Soustava čoček s korekcí chromatické vady pro dvě barvy se nazývá achromát (Obr. 32), pro tři apochromát. Korekce se nejčastěji provádí pro nejcitlivější barvy pro lidské oko, žlutou a zelenou [22].



Obr. 31: Chromatická vada a) spojka b) rozptylka
[20]



Obr. 32: Achromát [20]

8 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie poskytuje až 80x větší rozlišovací schopnost oproti klasickému světelnému mikroskopu. Užívá se zejména pro charakteristiku lomových ploch a pro zjištění chemického složení vzorků. Funkce je založena na ovlivňování dráhy elektronů pomocí magnetického pole u téhož pole lze fokusovat svazek letících elektronů. Podstatně kratší vlnová délka elektronového záření proti vlnové délce viditelného světla umožňuje dosáhnout podstatně vyšší rozlišovací schopnosti. Vlnová délka je orientačně o 5 řádů menší než u viditelného světla [22].

8.1 Čočky elektronového mikroskopu

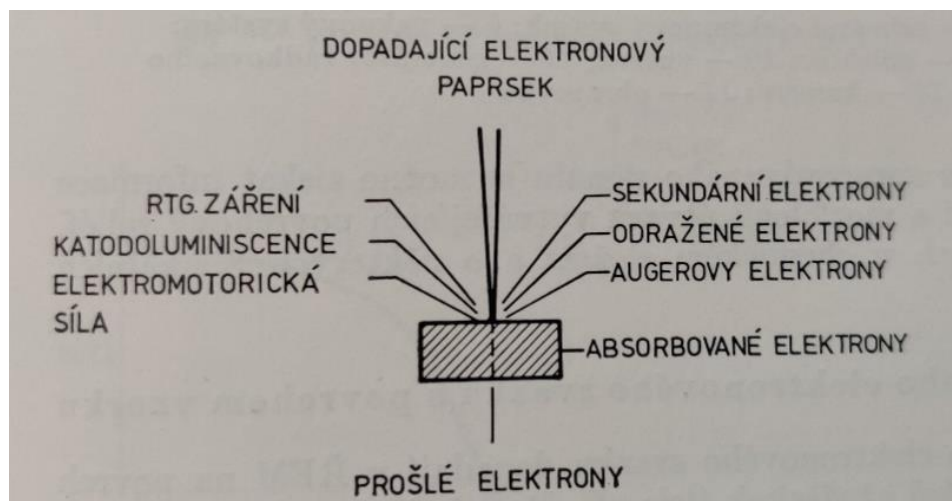
Existují dva typy čoček pro elektronové mikroskopy, elektrostatické a elektromagnetické. Dnes jsou využívány převážně elektromagnetické čočky. Čočku soustřeďující elektronový svazek tvoří cívka, kterou protéká budící proud. Je uzavřena do železného pláště, který je v určité místě středního otvoru čočky přerušena vložkou z nemagnetického materiálu. V tomto místě jsou do středního otvoru vloženy pólové nástavce, přes něž se uzavírá magnetický obvod [22].

8.2 Konstrukce elektronového mikroskopu

Optická soustava mikroskopu se skládá ze dvou částí, a to osvětlovací a zobrazovací soustavy. Osvětlovací soustava se skládá z elektronové trysky a jednoho nebo dvou kondenzorů. Zobrazovací soustavu tvoří objektiv a jeden nebo více projektivů [22].

8.3 Řádkovací elektronový mikroskop

Řádkovací elektronový mikroskop je charakterizovaný postupným vytvářením obrazu. Dosahuje zvětšení elektronickou, nikoliv optickou cestou a s využitím ostře fokusovaného svazku jako pomocného prostředku k vyvolání fyzikálního signálu (Obr. 33), který je zdrojem informací o místě, na které elektronový svazek dopadá. Obraz vzniká na základě rozdílu intenzit zpracovaného signálu porovnáváním s databází známých spekter [22].



Obr. 33: Druhy fyzikálních signálů vyvolaných dopadem primárního elektronového svazku [22]

Vychylovací cívky umožňují, aby tento svazek bod po bodu a řádek po řádku přejížděl celou plošku. V závislosti na druhu zpracovaného signálu je možno získat informace o povrchové topografii, morfologii útvarů a chemického složení [22]. Řádkovacím

elektronovým mikroskopem se obvykle studují vzorky, které nelze prozářit primárním svazkem. Elektrony pronikají pouze do určité hloubky materiálu. Kvalitní zobrazení lze získat pouze v případě elektricky vodivých vzorků [20].

Maximální rozlišovací schopnost je rovna nejmenšímu dosažitelnému průměru stopy fokusovaného svazku. Je důležité zdůraznit, že emitované elektrony ze vzorku nejsou čistě z povrchu. Oblast, ze které se elektrony emitují má přibližně hruškovitý tvar. Čím větší je energie primárních elektronů a menší atomové číslo materiálu, tím hlouběji primární elektrony pronikají a hruškovitý tvar se protahuje. Sekundární a odražené elektrony jsou nejdůležitější pro studium povrchu materiálu a jeho složení. Největší vliv na emisi sekundárních elektronů má vliv tvar studovaného vzorku. Čím větší je úhel dopadu primárních elektronů vůči vzorku, tím větší je emise sekundárních elektronů. Detektor těchto elektronů má kladné napětí, které přitahuje elektrony. Odražené elektrony jsou snímány pomocí polovodičových detektorů [16].

9 Shrnutí teoretických poznatků

V teoretické části byla popsána historie vývoje hrotů šípů. Bylo probráno, jak se hroty dělí z hlediska jejich účelů, tvaru a byl nastíněn postup výroby hrotů v historii.

V další části byl vysvětlen postup přípravy metalografického výbrusu, který se skládá z pěti hlavních částí. Mezi ně patří odebrání vzorku, zalévání vzorku do forem, broušení, leštění a leptání vzorku.

Dále byly popsány základní mikrostruktury oceli a norma zabývající se stanovením nekovových vměstků v oceli ČSN ISO 4967 [17]. Byly vysvětleny metody hodnocení velikosti zrn dle normy ČSN EN ISO 643 [21], které budou sloužit k porovnání mikrostruktury jednotlivých vzorků. Vzorky byly nejdříve pozorovány na světelném mikroskopu, z tohoto důvodu byl vysvětlen princip fungování světelného mikroskopu. Byly vysvětleny fyzikální zákony, na kterých mikroskop funguje – odraz, lom a polarizace světla. Byly popsány jednotlivé části osvětlovací a zobrazovací soustavy a dále byly uvedeny vady čoček a způsoby jejich korekce ve světelném mikroskopu.

V poslední kapitole byly popsány hlavní části a princip řádkovacího elektronového mikroskopu, který sloužil pro ověření jednotlivých struktur z pozorování na světelném mikroskopu a k určení chemického složení vybraných objektů.

10 Experimentální zařízení

K odebrání materiálu se použila pila Buehler s diamantovým kotoučem na pracovišti NTC ZČU (Obr. 34).



Obr. 34: Pila Buehler

Zalítí do hmoty se provedlo pomocí stroje ProntoPress – 20 na pracovišti NTC ZČU (Obr. 35). Broušení a leštění se provedlo na stroji LaboPol-5 na pracovišti NTC ZČU (Obr. 36).



Obr. 35: Zařízení pro zalévání za tepla
ProntoPress-20



Obr. 36: Automatická bruska LaboPol-5

Snímky byly pořízeny pomocí světelného mikroskopu ZEISS Axio Vert.A1 v KMM ZČU a elektronového mikroskopu EOL JSM-7600F na pracovišti NTC ZČU.

11 Experimentální vzorky

Hroty budou popisovány vzhledem k pořadí, které bylo dodáno katedrou archeologie.

11.1 Hrot č. 4

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčtic a odhadovaná doba jeho výroby je mezi 14. a 15. století. Jedná se o hrot určený k boji se špičkou, která měla za úkol prorazit zbroj protivníka. Tyto hroty se obecně nazývají bodkiny. Uchycení k šípku je zde provedeno pomocí tulejky. V Tab. 2 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 2: Hrot č. 4 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka tulejky [mm]
20,4	70	11	11

11.1.1 Metalografický výbrus

Hrot byl mechanicky zbaven povrchových nečistot pomocí ultrazvukové čističky. Z důvodu tenkého těla a neznalosti tloušťky zkorodované vrstvy byl vzorek odebrán pomocí pily s diamantovým kotoučem.

Odebrala se špička hrotu, místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou na Obr. 37.

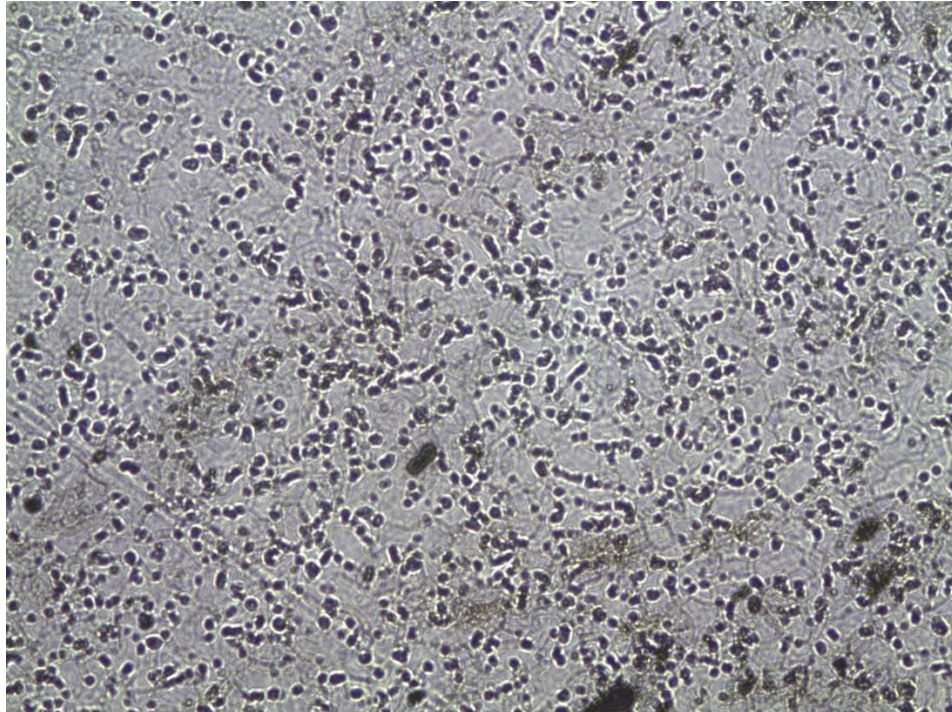


Obr. 37: Hrot č. 4

Protože byl hrot pozorován v řádkovacím elektronovém mikroskopu, byl zalit do Polyfastu, který obsahuje částice uhlíku a činí tento plast elektricky vodivý. Tepelné ovlivnění materiálu při zalévání zde nehrozí. Zalití bylo provedeno na stroji ProntoPress.

Vzhledem k tomu, že bylo řečeno, že šípky jsou vyrobeny z oceli, přistupovalo se k nim z hlediska broušení jako k standartním nízkolegovaným ocelím. První broušení bylo provedeno pomocí metalografického kotouče MD-Primo 220. Následnou inspekci se zjistilo, že kotouč

zanechává ve vzorku příliš hluboké rýhy a brusivo je zjevně moc hrubé. Přešlo se tedy na metalografický kotouč MD-Largo, zde broušení proběhlo správně. Při leštění byly použity celkem 4 suspenze o velikosti brusiva 9, 6, 3 a 1 μm . Všechny suspenze jsou z řady DiaDuo-2. Inspekci na světelném mikroskopu se zjistilo, že vzorek obsahuje značné množství cizích částic (Obr. 38).



Obr. 38: Hrot č. 4 po leštění s DiaDuo-2

Po konzultaci s panem Ing. Vojtěchem Průchou Ph.D. se zjistilo, že tyto částice představují zaryté brusivo z diamantové suspenze. Tyto suspenze jsou určeny pro široké spektrum ocelí, kde jedno z doporučení je tvrdost materiálu od 200 HV. Z tohoto důvodu bylo provedeno měření tvrdosti vzorku, kde se zjistilo, že tvrdost se pohybuje okolo 130 HV_{0,1}. Po další konzultaci se vybraly vhodné lešticí suspenze pro měkké materiály, které jsou určeny pro materiály s tvrdostí do 150 HV (Obr. 39 a 40) [23].



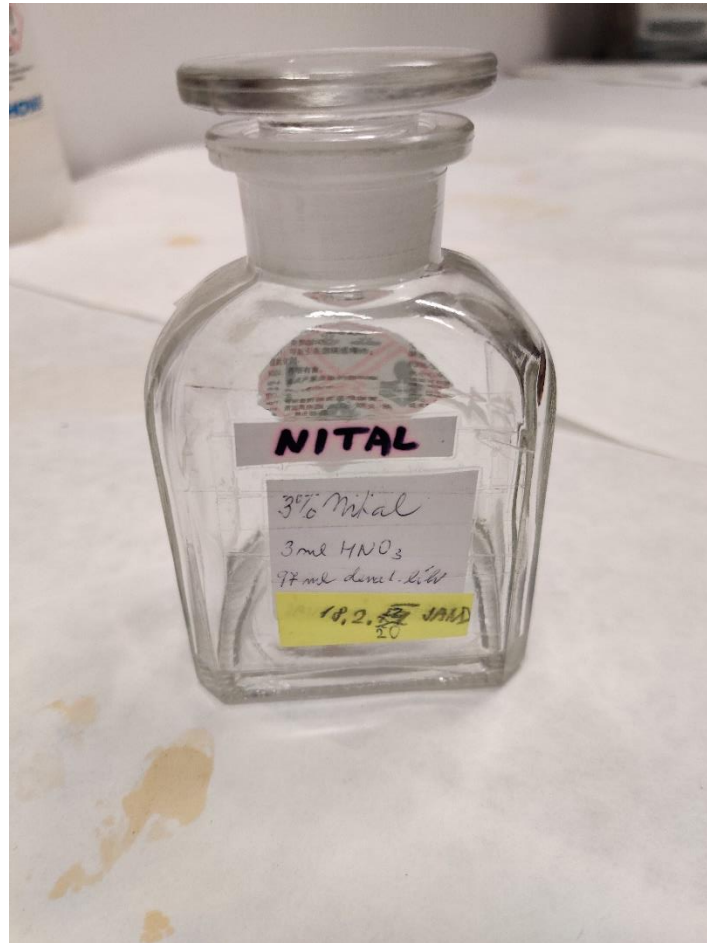
Obr. 39: Lešticí suspenze pro měkké materiály
MOL R3 [23]



Obr. 40: Lešticí suspenze pro měkké materiály
Nap R1 [23]

Broušení a leštění bylo provedeno pomocí automatické brusky LaboPol-5 s brusnou hlavou LaboForce-3.

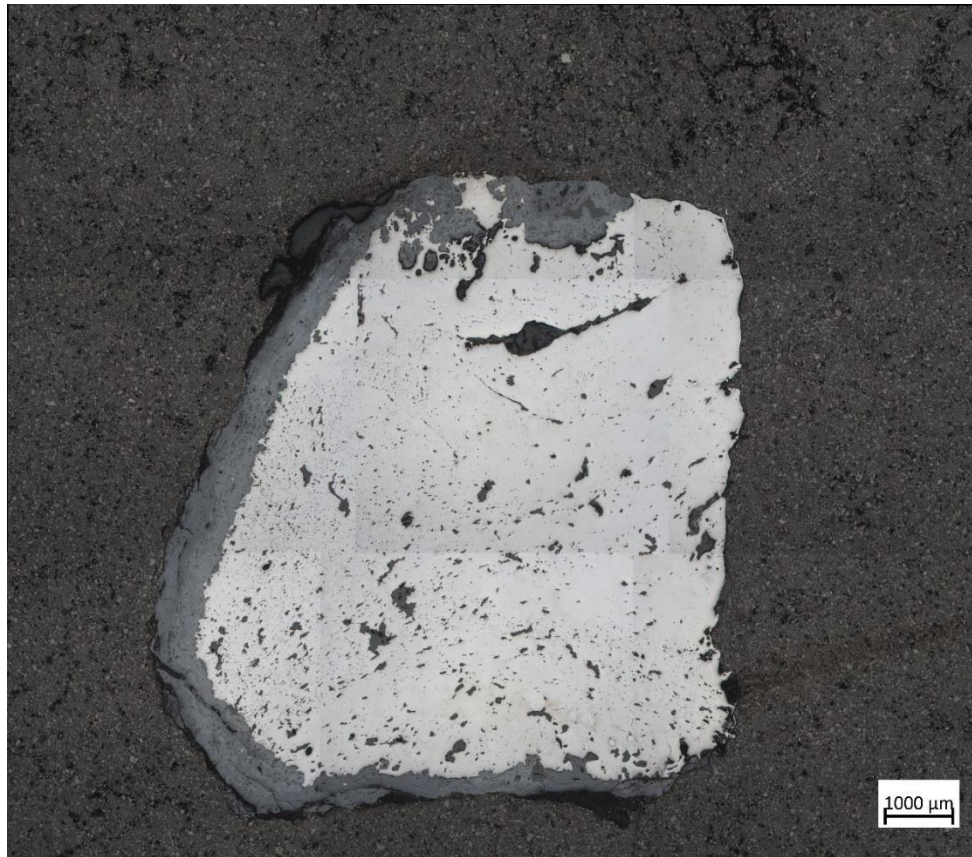
Po leštění proběhlo studium materiálu v neleptaném stavu k analýze vměstků a dalších nečistot. V poslední fázi metalografické přípravy byly vzorky leptány ke zvýraznění struktury použitím 3 % roztoku NITALU (Obr. 41). Následovalo zkoumání mikrostruktury v leptaném stavu.



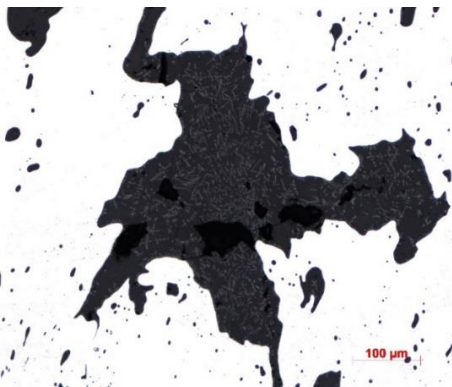
Obr. 41: NITAL 3 %

11.1.2 Analýza v neleptaném stavu

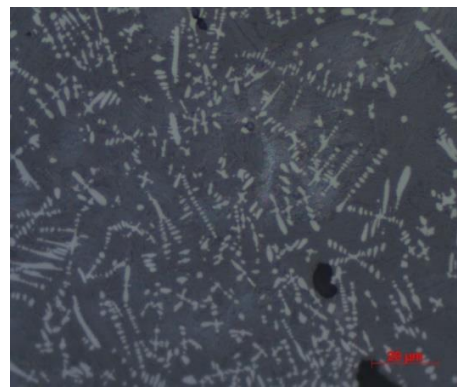
Na vzorku se nachází značné množství nečistot, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 42). Ve vzorku byly nalezeny vměstky, které mají dendritickou strukturu (Obr. 43 a 44). Na těchto vměstcích byla provedena chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Dále byla provedena chemická analýza matrice a strusky ze vzorku.



Obr. 42: Hrot č. 4 makro (25x, neleptáno)



Obr. 43: Hrot č. 4 dendritický vměstek (200x)

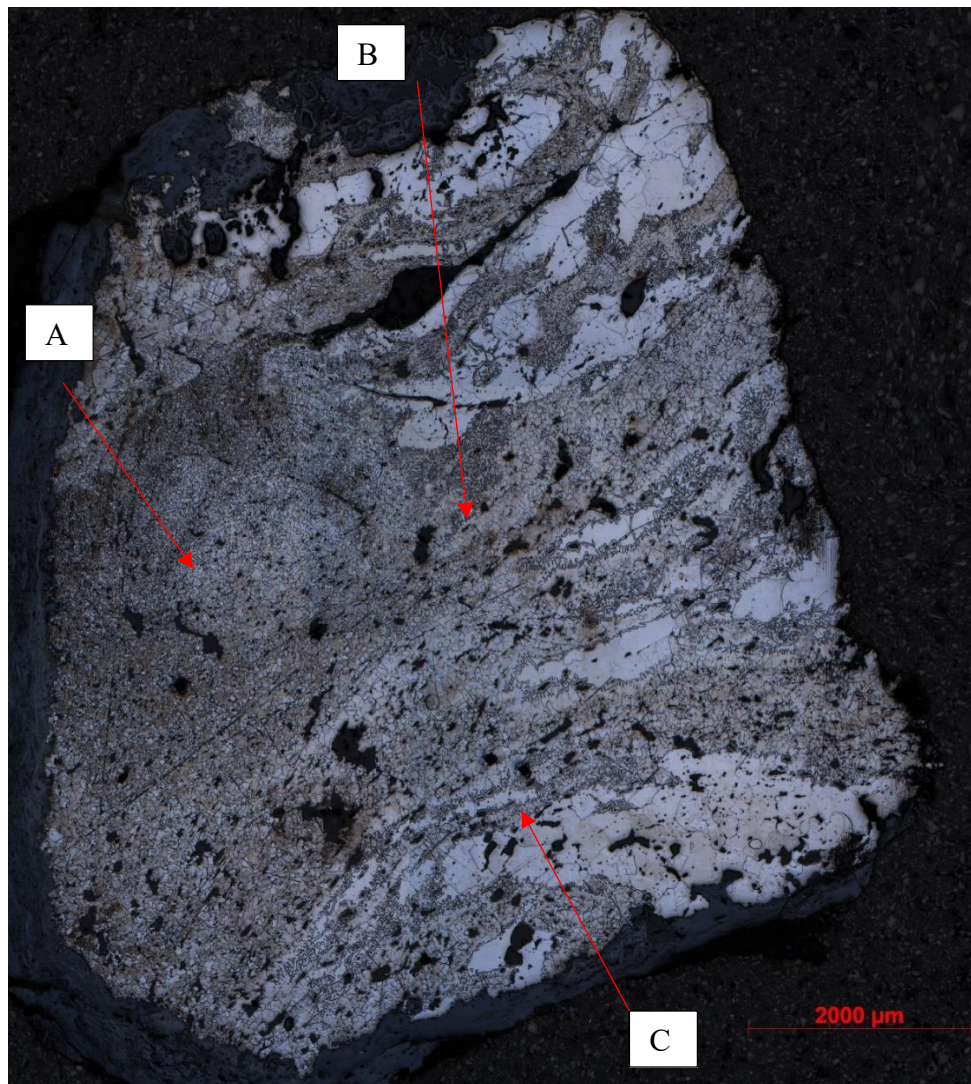


Obr. 44: Hrot č. 4 detail dendritického vměstku (1000x)

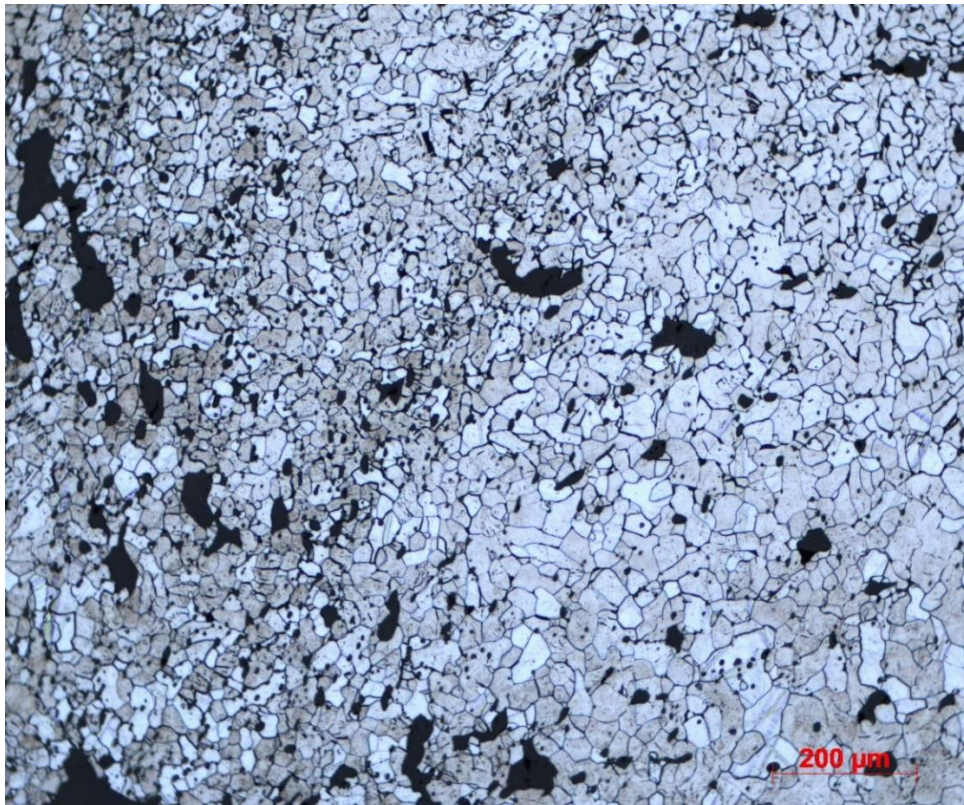
11.1.3 Analýza v leptaném stavu

Z makro snímku na Obr. 45 lze vidět vysoká nehomogenita v rámci celého vzorku. Na levé polovině se vyskytují jemná zrna feritu, zatímco na pravé straně se nachází zcela odlišná struktura, která bude později popsána. V oblasti A (Obr. 46) bylo provedeno měření velikosti zrna použitím planimetrické metody dle normy ČSN EN ISO 643 [21] a tvrdosti. V této oblasti se nachází nejmenší zrna v rámci vzorku. Oblast B (Obr. 47) již zachycuje místo s odlišnou strukturou. Je zde vidět, že tato struktura je tvořena jakýmsi ostrůvky. První domněnka byla, že se jedná o znečištění vzorku, ovšem ani po dlouhodobém čištění v ultrazvukové čističce a přešetření na plátně s lihem tyto ostrůvky nezmizely. Byla provedena chemická analýza

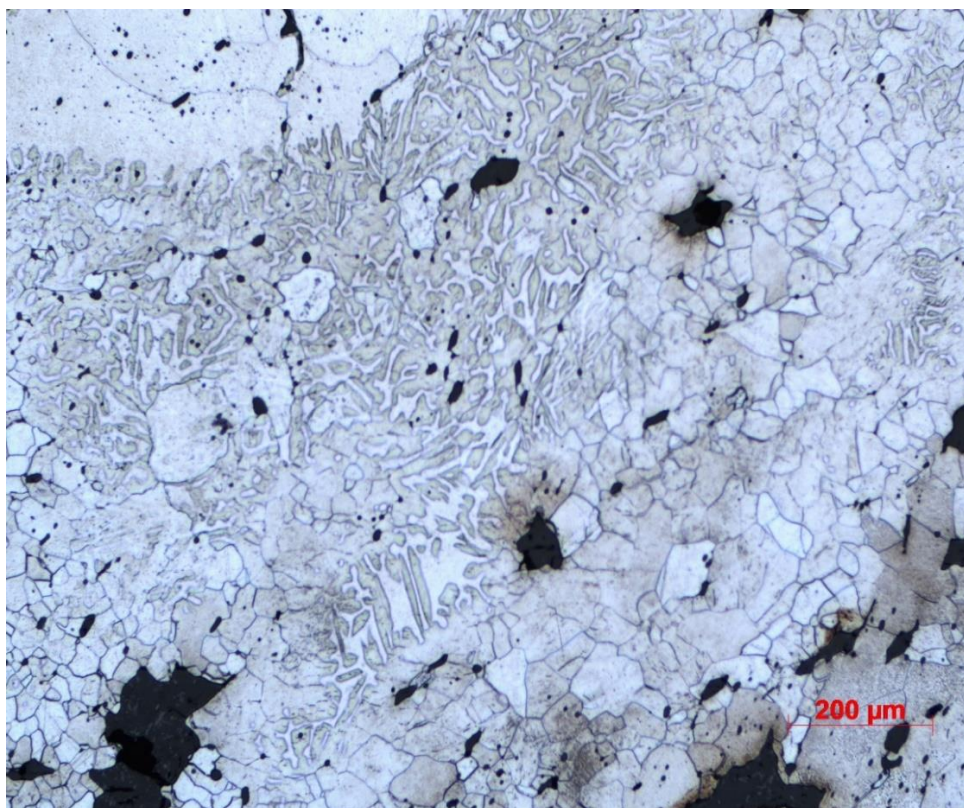
těchto oblastí. Oblast C (Obr. 48) zachycuje místo s hrubými zrní feritu a již zmíněnými ostrůvky, bylo zde provedeno měření tvrdosti, které ukázalo rozdíl okolo 45 HV1 oproti okolnímu feritu. Z hrubozrné struktury bylo provedeno měření velikosti zrna. Na Obr. 49 je detail mikrostruktury, kde si lze povšimnout drobných obálek okolo zrn feritu. Tyto obálky byly také zkoumány pomocí elektronového mikroskopu. Výsledky měření velikosti zrn a tvrdosti jsou uvedeny v Tab. 3 a 4.



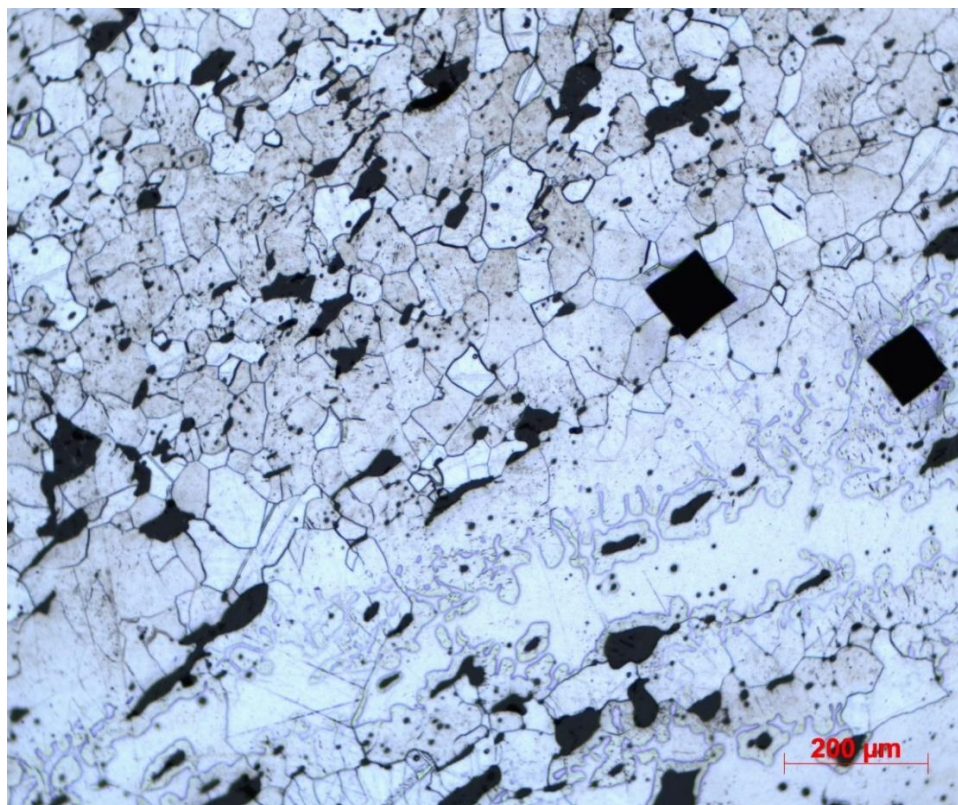
Obr. 45: Hrot č. 4 makro (25x, leptáno)



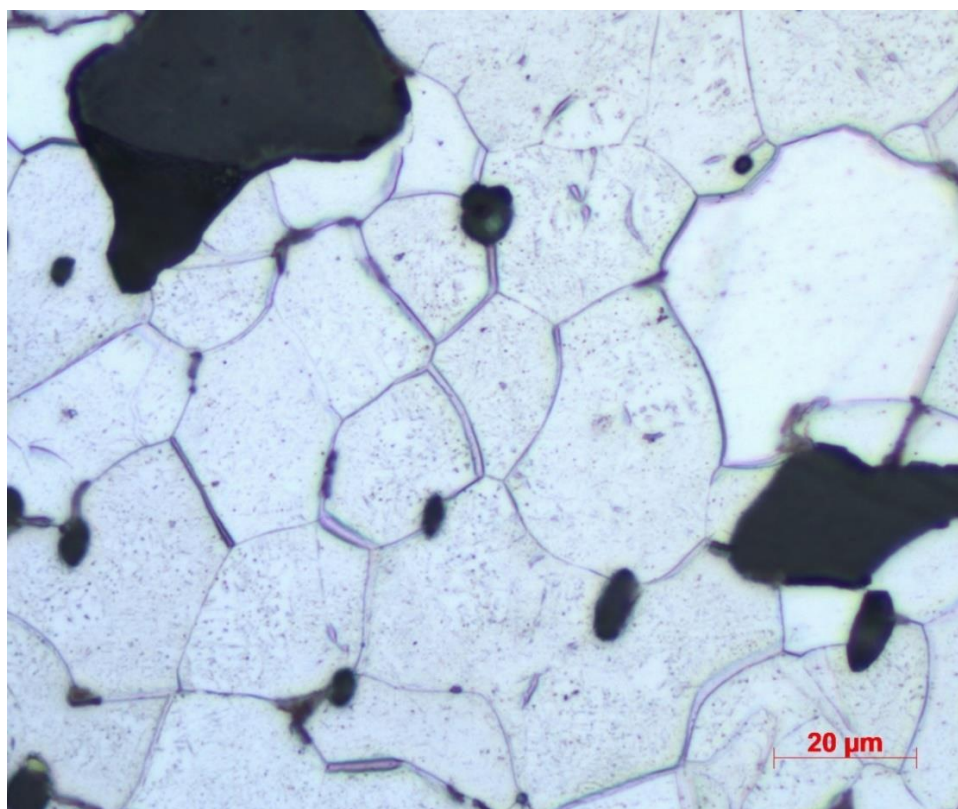
Obr. 46: Hrot č. 4 oblast A (100x)



Obr. 47: Hrot č. 4 oblast B (100x)



Obr. 48: Hrot č. 4 oblast C (100x)



Obr. 49: Hrot č. 4 detail mikrostruktury (1000x)

Tab. 3: Hrot č. 4 měření velikosti zrn

Oblast	A	C
Počet zrn na mm ²	1523	396
Velikost zrna	G7/G8	G5/G6

Tab. 4: Hrot č. 4 měření tvrdosti

Oblast	A	B (hrubá zrna)	C (ostrůvky)
Tvrdost	134 HV1	120 HV1	166 HV1

11.1.4 Analýza pomocí ŘEM

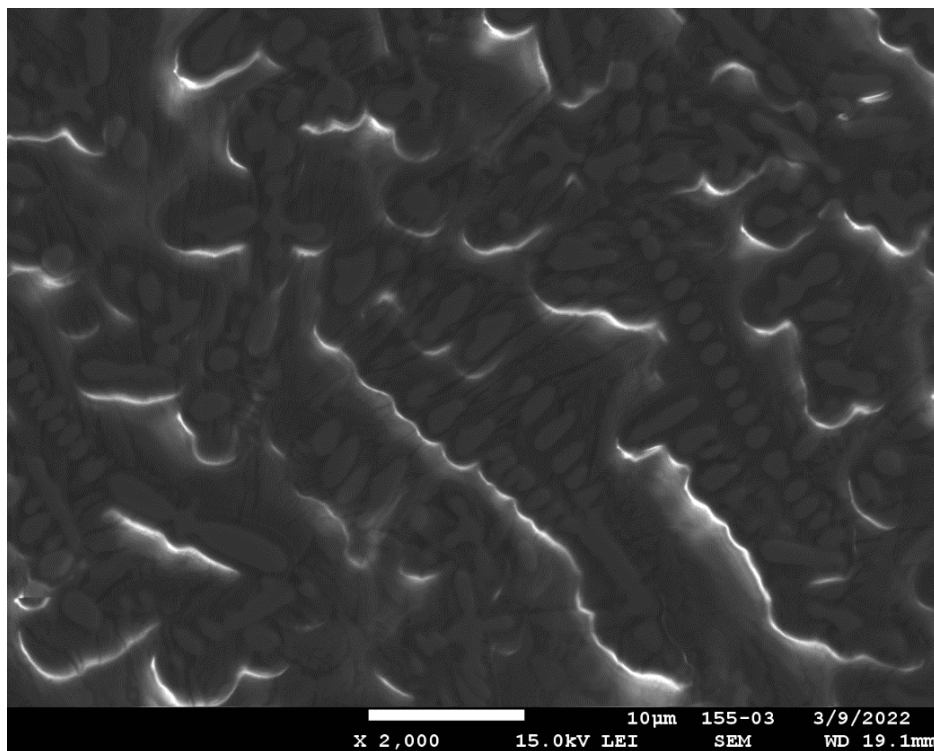
Na Obr. 50 je fotka vměstku z řádkovacího elektronového mikroskopu. Pomocí EDX analýzy bylo zjištěno, že vměstek je tvořen převážně ze železa, křemíku, vápníku, hliníku a fosforu (Obr. 51, 52, 53 a 54). Světlé části vměstku jsou tvořeny převážně železem a vápníkem. U tmavých částic byl nalezen výskyt křemíku, hliníku a draslíku, pravděpodobně se tedy bude jednat o hlinitokřemičitan. V rámci celé studované oblasti je kyslík společně s fosforem rozložen rovnoměrně. Fosfor zde bude představovat nečistotu z rudy a kyslík zde bude ve formě oxidu železa a v rámci již zmíněného hlinitokřemičitanu. Poslední zjištěný prvek v oblasti je hořčík, který se vyskytuje opět v rámci celé plochy. V Tab. 5 je uvedeno přesné chemické složení.

Dále byla provedena chemická analýza celého vměstku, která ukázala podobné hodnoty koncentrací. Matrice vzorku je tvořena z velké části železem. Byla snaha provést chemickou analýzu matrice při menším zvětšení, aby se vyloučily případné nehomogenity, ale toto nebylo možné, protože se nenašlo místo, kde by vzorek neobsahoval nečistoty, z tohoto důvodu bylo celkové složení pokaždé narušeno. Provedl se tedy malý výřez matrice z oblasti okolo studovaného vměstku, který ukázal, že se jedná o skoro čisté železo s drobnými přísadami fosforu v rámci desetin procent.

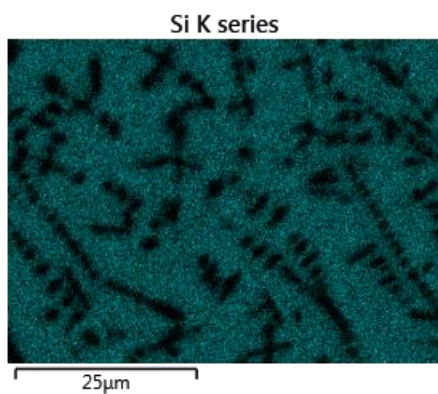
Další chemická analýza byla provedena na části strusky zobrazené na Obr. 55. Struska je tvořená primárně z oxidů křemíku. Další prvky, které struska obsahuje v nižší míře jsou hliník, fosfor, draslík a vápník (Obr. 56, 57, 58, 59, 60 a 61).

Další provedená chemická analýza se zaměřila již zmíněné ostrůvky v matrici. Cílem bylo najít chemickou heterogenitu, která by vysvětlila tyto útvary (Obr. 62). To zde bohužel mikroskop nepotvrdil, v rámci studované oblasti bylo nalezeno pouze železo (99,7 %) a fosfor (0,3 %), který byl rovnoměrně rozložen (Obr. 63 a 64).

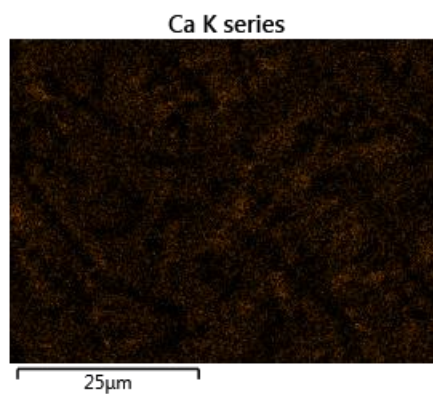
Poslední chemická analýza byla provedena z obálek nalezených na hranicích zrn, která ukázala složení z uhlíku a železa. Bude se jednat o karbid, nejspíše o cementit (Obr. 65 a 66).



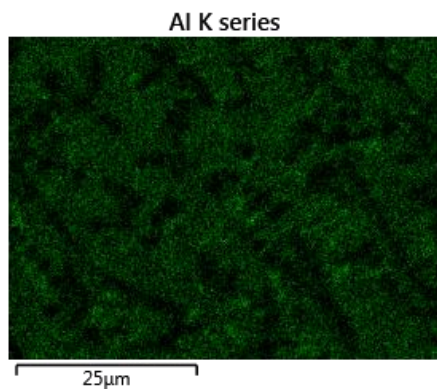
Obr. 50: Hrot č. 4 dendritický vměstek (2000x)



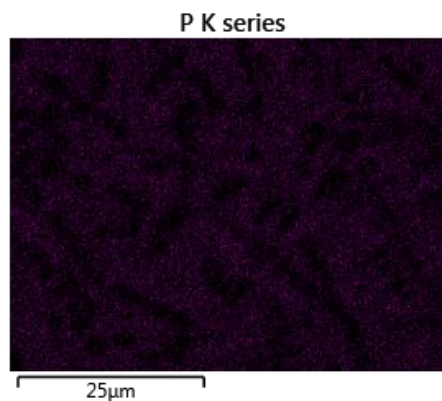
Obr. 51: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu křemíku



Obr. 52: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu vápníku



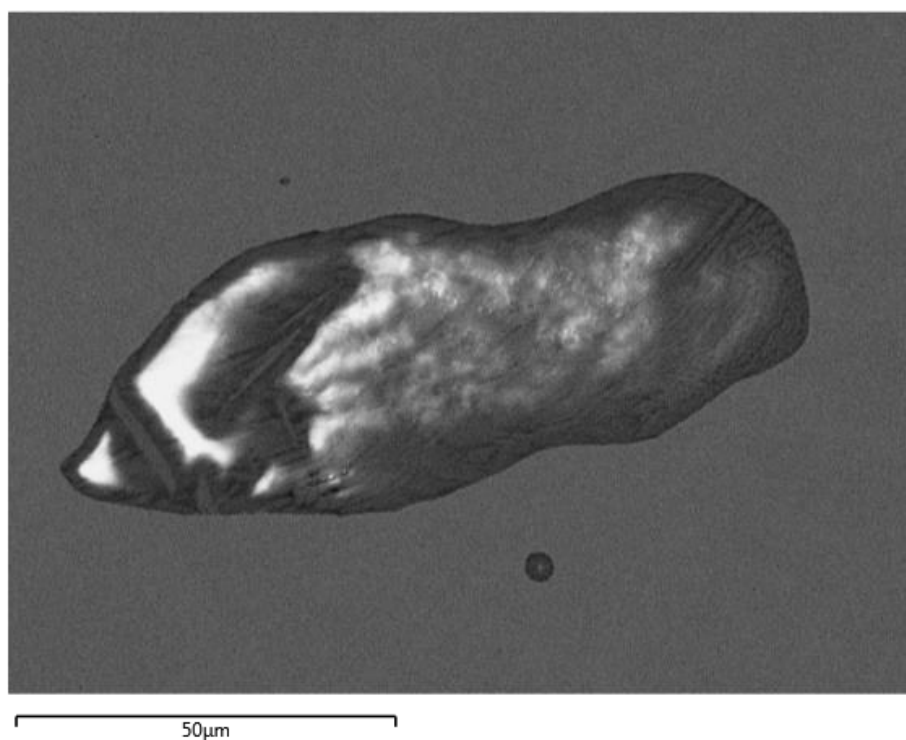
Obr. 53: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu hliníku



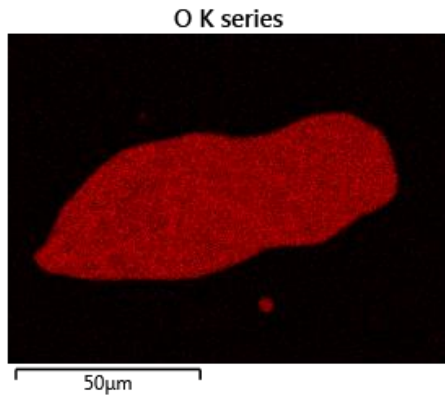
Obr. 54: Hrot č. 4 dendritický vměstek, oblast výskytu fosforu

Tab. 5: Hrot č. 4 chemické složení dendritického vmětku

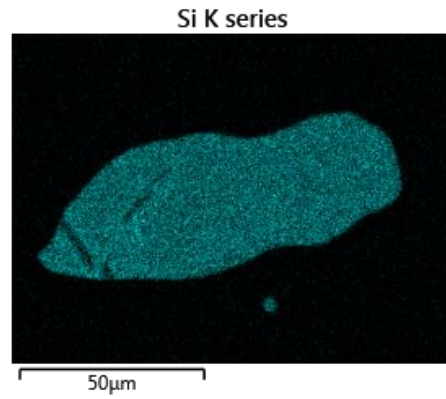
Prvek	O	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Fe
Koncentrace [%]	36,05	0,31	2,37	8,67	2,56	1,97	3,19	42,69



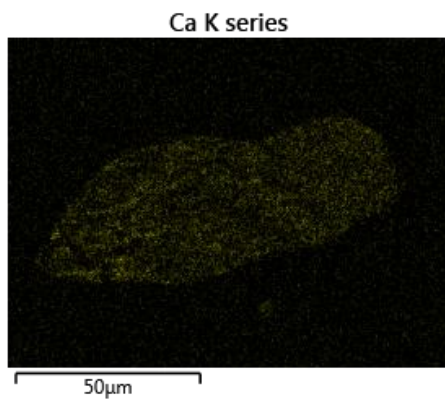
Obr. 55: Hrot č. 4 struska (1000x)



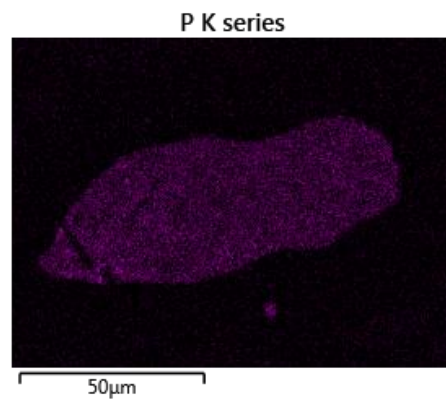
Obr. 56: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu kyslíku



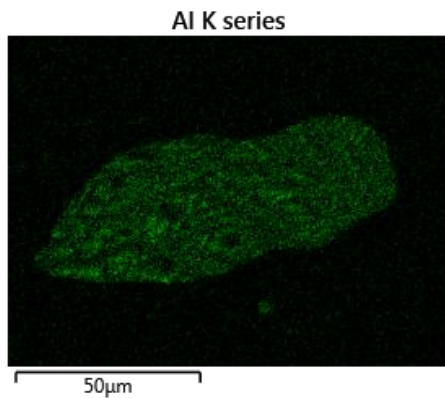
Obr. 57: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu křemíku



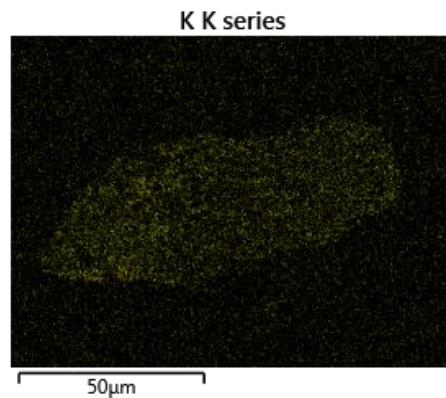
Obr. 58: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu vápníku



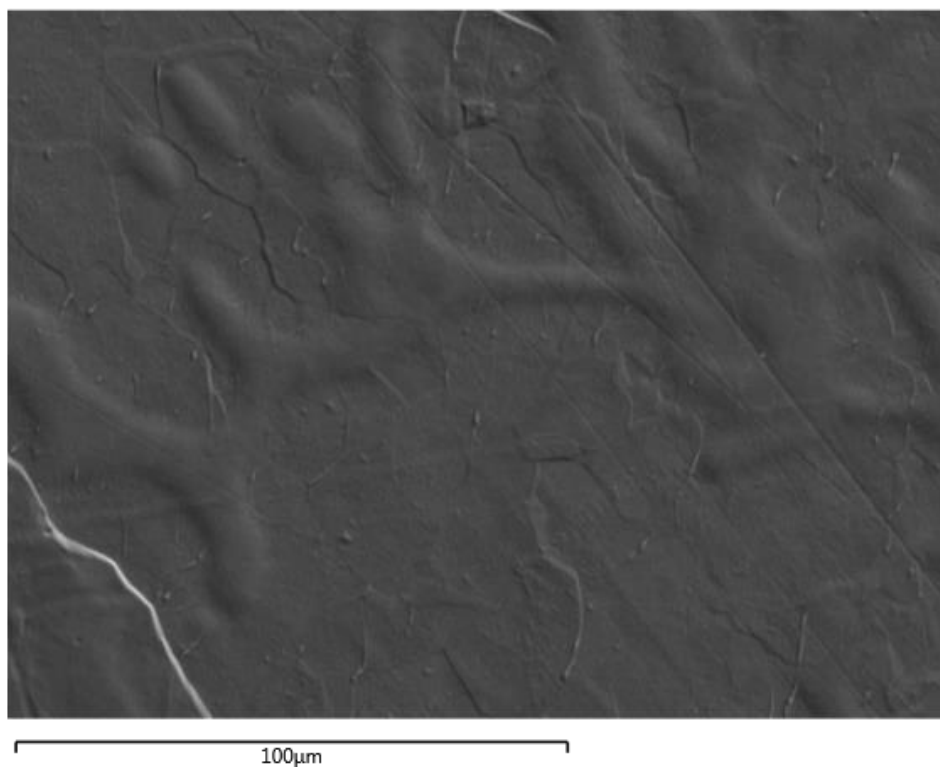
Obr. 59: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu fosforu



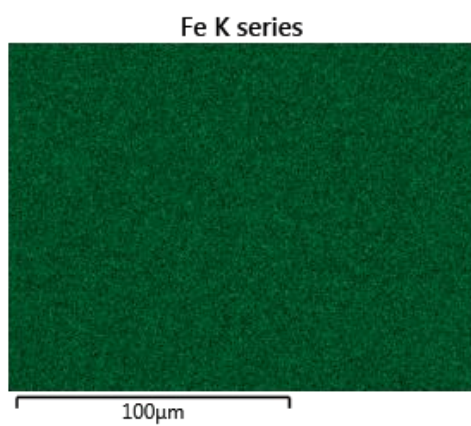
Obr. 60: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu hliníku



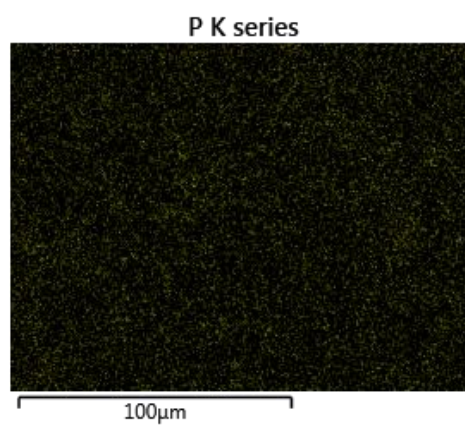
Obr. 61: Hrot č. 4 struska, oblast výskytu draslíku



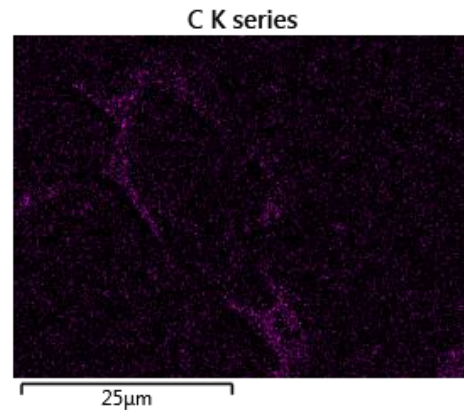
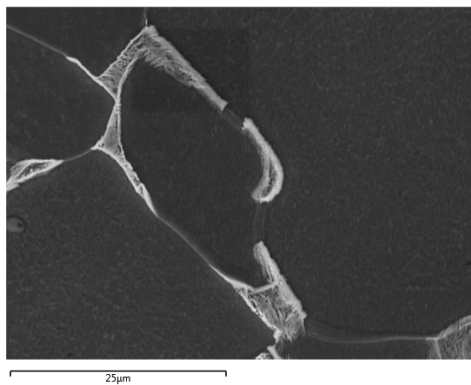
Obr. 62: Hrot č. 4 topografie matrice (700x)



Obr. 63: Hrot č. 4 topografie matrice, oblast výskytu železa



Obr. 64: Hrot č. 4 topografie matrice, oblast výskytu fosforu



Obr. 65: Hrot č. 4 obálky po hranicích zrn (1200x) Obr. 66: Hrot č. 4 obálky po hranicích zrn, oblast výskytu uhlíku

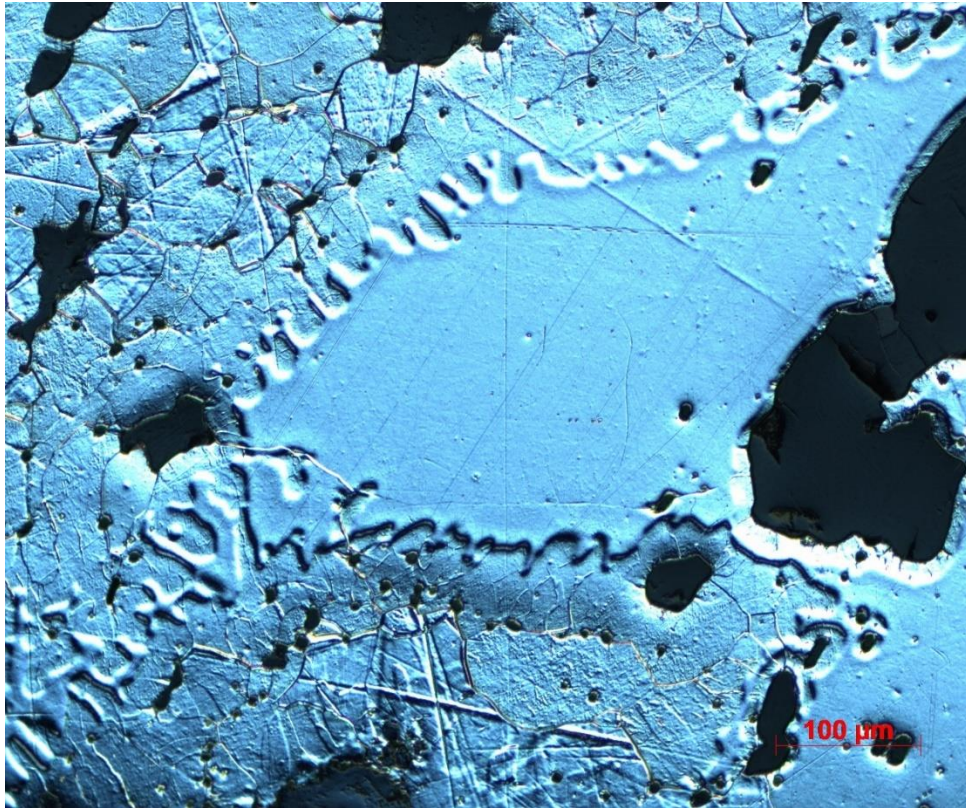
11.1.5 Dodatečné analýzy

V poslední části byly provedeno další pozorování již zmíněných ostrůvků. Obr. 67 a 68 zachycují detail za použití diferenciálního interferenčního kontrastu, který zvýrazní topografii. Z těchto fotek se zdá, že ostrůvky vystupují ven z matrice.

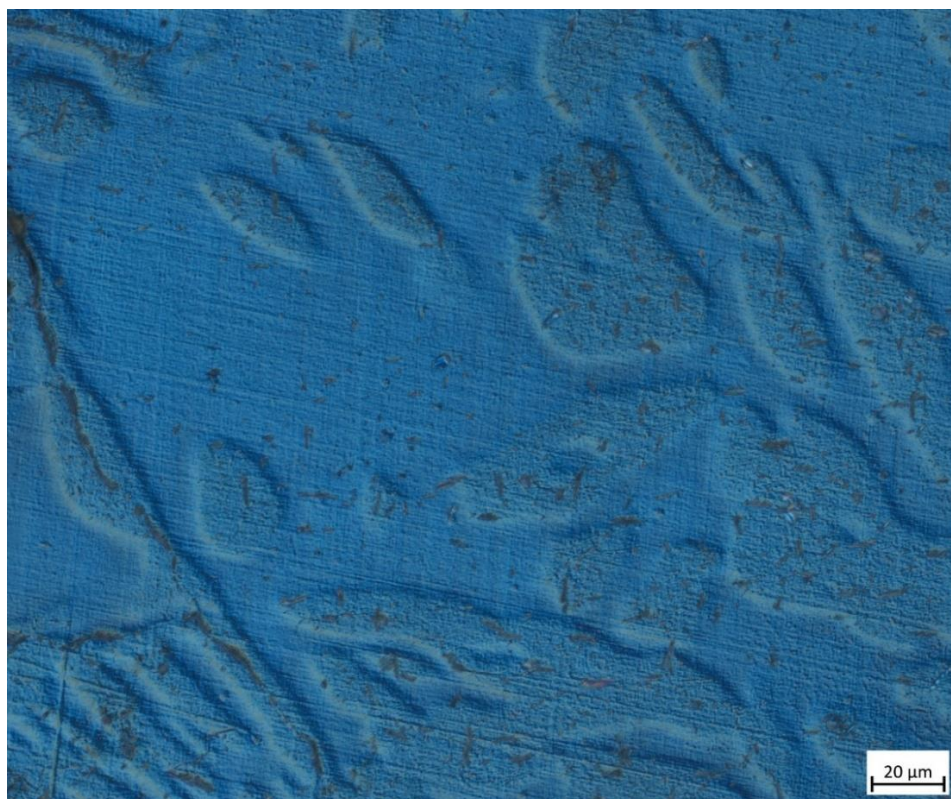
Pro potvrzení byla provedena analýza topografie pomocí konfokálního mikroskopu, který ale ukázal opak. Tyto útvary se nachází lehce níž než zrna feritu (Obr. 69). Z Obr. 67 lze dále potvrdit, že ostrůvky mají vyšší tvrdost, protože je zde v porovnání s feritem méně škrábanců z broušení a leštění.

Stále byla snaha prokázat chemickou heterogenitu, provedlo se tedy barevné leptání, které to zde potvrdilo. Jedná se však o velmi nízké rozdíly, a proto tuto heterogenitu nebyl schopný elektronový mikroskop zobrazit. Leptání bylo provedeno pomocí leptadla Klemm, které zvýraznilo místa, která byla bohatší nebo chudší na fosfor (Obr. 70). S velkou pravděpodobností se zde jedná o pozůstatky dendritů z lící struktury.

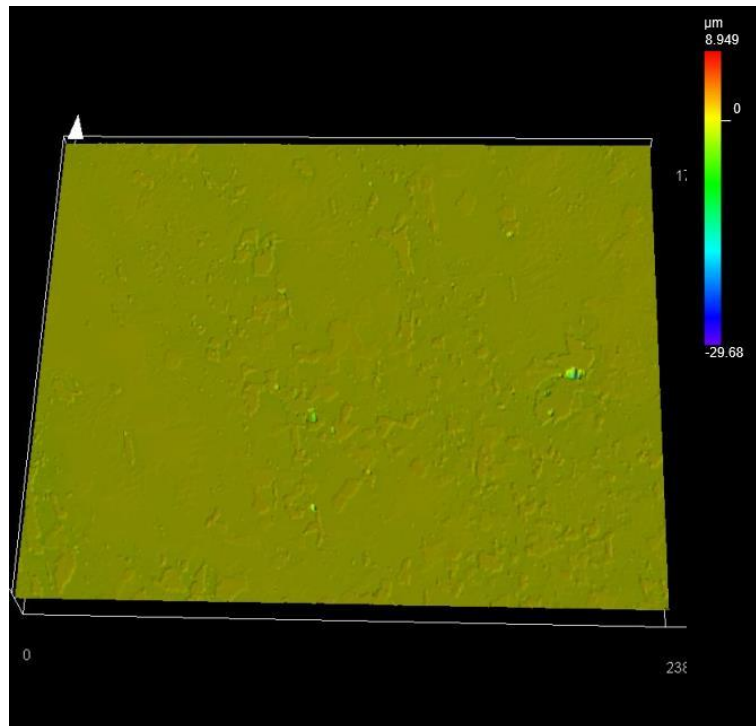
Tyto analýzy byly provedeny ve spolupráci s panem Ing. Vojtěchem Průchou Ph.D.



Obr. 67: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (200x, diferenční interferenční kontrast)



Obr. 68: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (1000x, diferenční interferenční kontrast)



Obr. 69: Hrot č. 4 ostrůvky, konfokální mikroskop



Obr. 70: Hrot č. 4 pozůstatky dendritické struktury (100x, barevné leptání Klemm)

11.2 Hrot č. 8

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčtic a odhadovaná doba jeho výroby je z počátku 10. století. Jedná se o hrot s křídélky určený k lovu zvěře. Uchycení k šípů je zde provedeno pomocí tulejky. V Tab. 6 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 6: Hrot č. 8 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka tulejky [mm]	Délka křídélka [mm]
11	63	18	10	15

11.2.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou na Obr. 71. Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 210 HV0,1. Hrot byl broušen a leštěn pomocí standartních suspenzí, ale stejně jako u hrotu č. 4 se na povrchu objevilo zaryté brusivo. Byl proto zvolen stejný postup jako v předešlém případě.



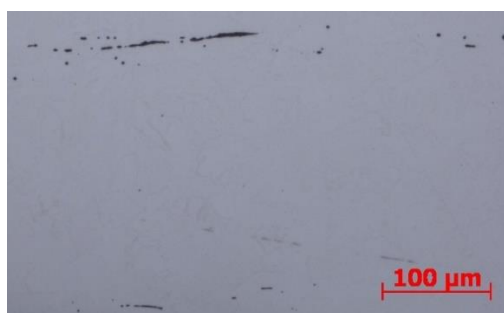
Obr. 71: Hrot č. 8

11.2.2 Analýza v neleptaném stavu

Na vzorku se nachází značné množství nečistot, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 72). Ve vzorku byly vybrány náhodné vměstky, na kterých byla provedena chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. U vměstku č. 1 se dá vzhledem k tvaru očekávat hlinitan, nebo silikát (Obr. 73). Vměstek č. 2 se nejvíce podobá sulfidu (Obr. 74). Dále bude provedena chemická analýza matrice vzorku.



Obr. 72: Hrot č. 8 makro (25x, neleptáno)



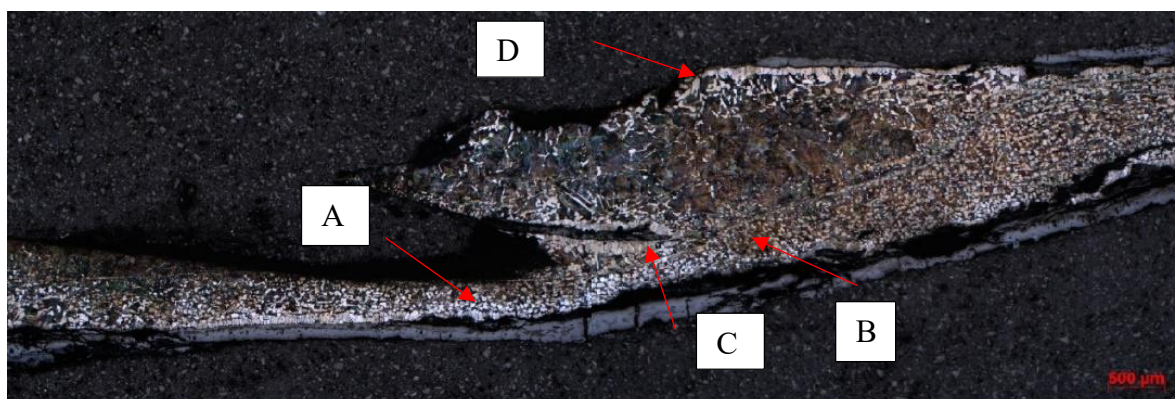
Obr. 73: Hrot č. 8 vměstek č. 1 (100x)



Obr. 74: Hrot č. 8 vměstek č. 2 (500x, leptáno)

11.2.3 Analýza v leptaném stavu

Po okrajích vzorku, lze vidět převážně feritická zrna, která jsou často velmi hrubá. To mohlo být způsobeno pomalým ochlazováním v oxidační atmosféře (Obr. 75). Postupně do středu vzorku se objevuje více perlitu a struktura přechází z feritické do perlitické. Z makrosnímku lze vidět vysoká nehomogenita z hlediska velikosti zrn. V oblastech A, B a C, D bylo provedeno měření velikosti zrna (Obr. 76, 77, 78 a 79). Výsledky jsou uvedeny v Tab. 7. V oblastech A, B, C a D bylo provedeno měření tvrdosti. Výsledky jsou uvedeny v Tab. 8. Výsledky z měření velikosti zrn potvrdily nehomogenitu v rámci vzorku. V oblastech B a C je vidět místo kovářského svaru, které je charakteristické lokálním oduhličením. Tato kovářská přeložka prochází přes celý hrot a vyskytují se zde feritická zrna. Celkově by se struktura dala označit za perliticko-feritickou.



Obr. 75: Hrot č. 8 makro (25x, leptáno)



Obr. 76: Hrot č. 8 oblast A (100x)



Obr. 77: Hrot č. 8 oblast B (100x)



Obr. 78: Hrot č. 8 oblast C (100x)



Obr. 79: Hrot č. 8 oblast D (100x)

Tab. 7: Hrot č. 8 měření velikosti zrn

Oblast	A	B	C	D
Počet zrn na mm ²	1006	855	698	375
Velikost zrna	G7	G7	G6	G5

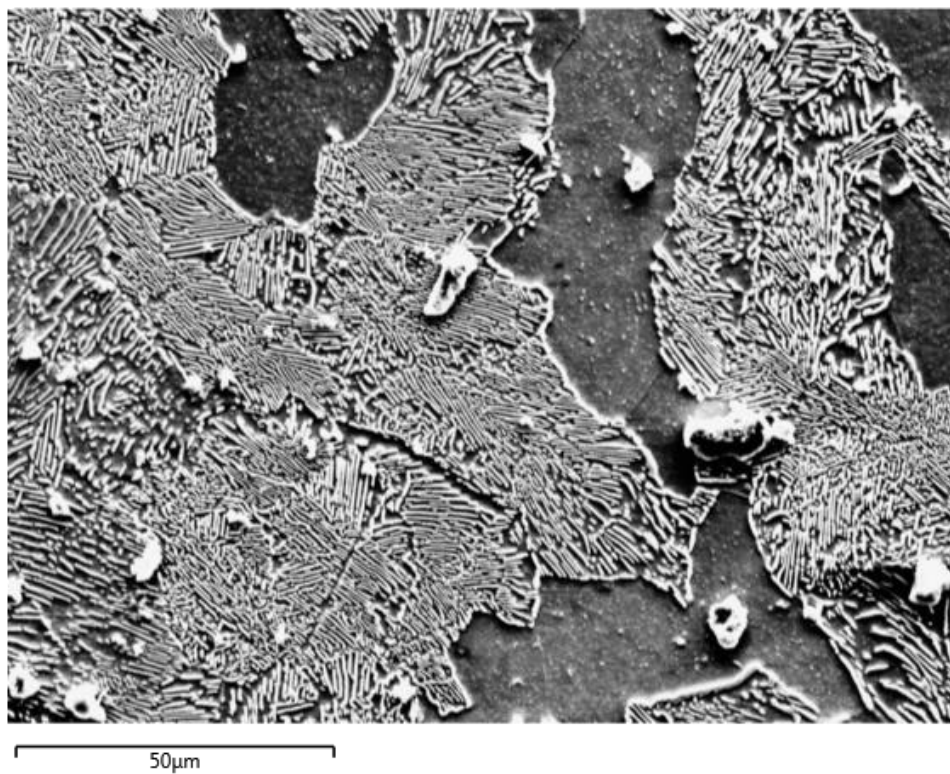
Tab. 8: Hrot č. 8 měření tvrdosti

Oblast	A	B	C	D
Tvrđost	161 HV1	180 HV1	150 HV1	216 HV1

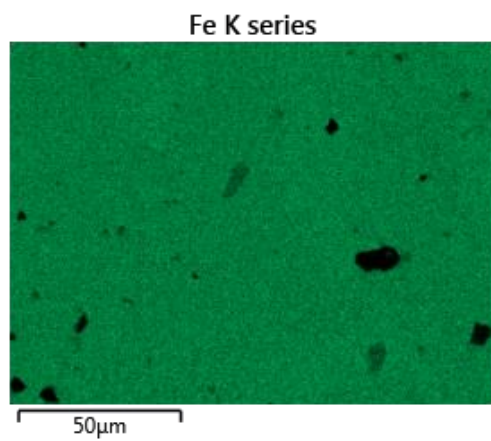
11.2.4 Analýza pomocí ŘEM

Byla provedena chemická analýza matrice (Obr. 80), která jako v předešlém případě potvrdila téměř čisté železo (Obr. 81). Uhlík vyskytující se na snímku pochází patrně ze strusky (Obr. 82). Množství síry a fosforu se vyskytuje v matrici v řádu setin až desetin procent (Obr. 83 a 84). Vměstek č. 1 se skládá z křemíku a kyslíku. Bude se jednat o silikát, typ vměstku C. Drobné černé tečky představují oxidy železa, typ D.

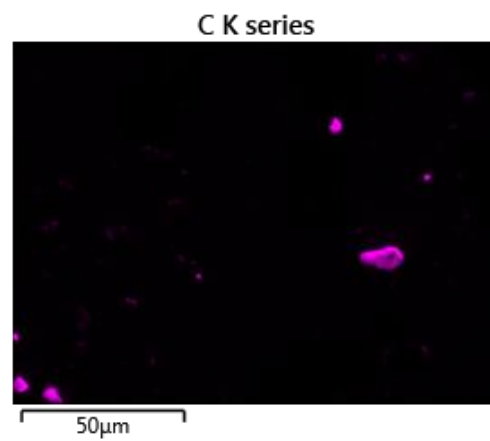
Vměstek č. 2 (Obr. 85) se skládá převážně z křemíku, kyslíku a hliníku. Obsahuje dále drobné příměsi draslíku, manganu a vápníku (Obr. 86, 87, 88, 89, 90 a 91). Jedná se o hlinitokřemičitan.



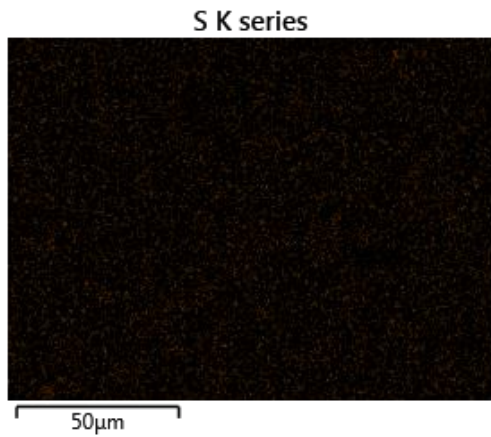
Obr. 80: Hrot č. 8 matrice (800x)



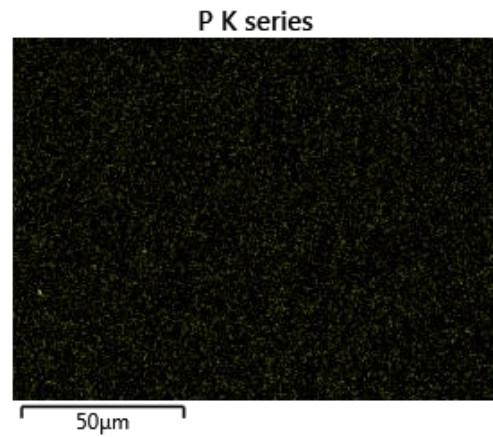
Obr. 81: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu železa



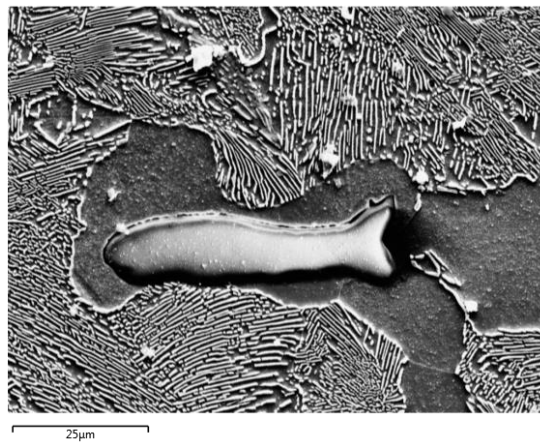
Obr. 82: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu uhlíku



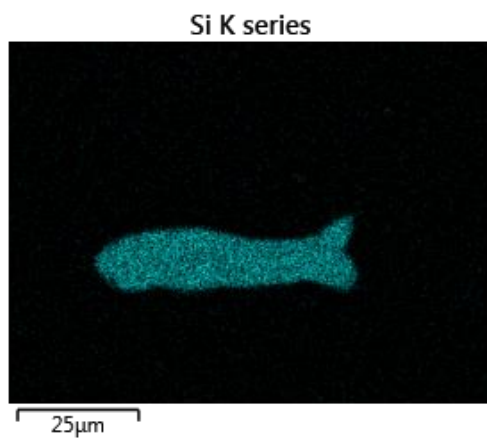
Obr. 83: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu síry



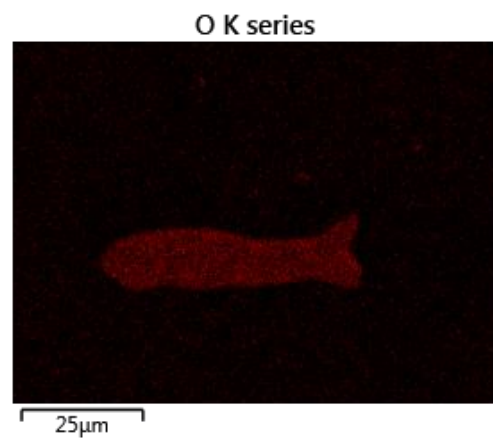
Obr. 84: Hrot č. 8 matrice, oblast výskytu fosforu



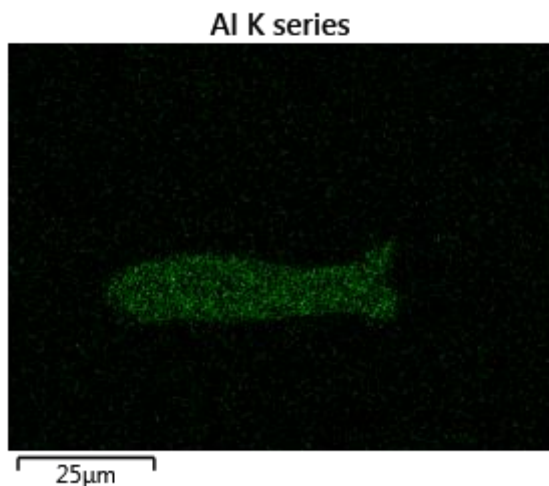
Obr. 85: Hrot č. 8 vměstek č. 2 (1200x)



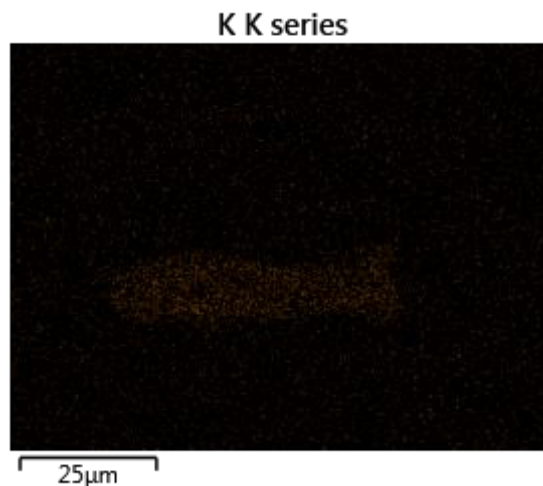
Obr. 86: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu křemíku



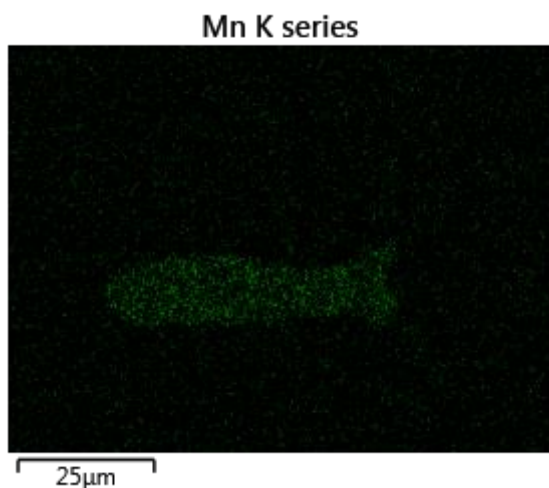
Obr. 87: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu kyslíku



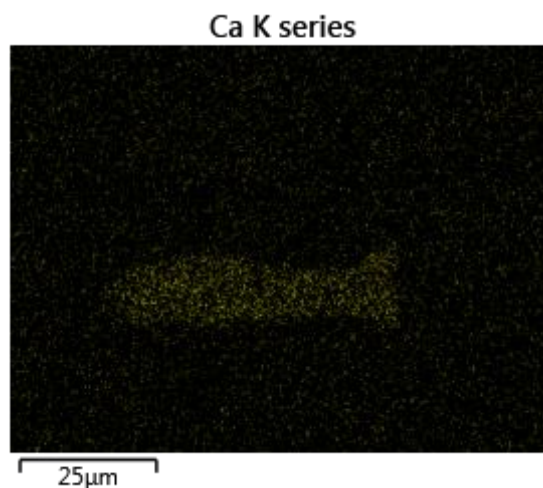
Obr. 88: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu hliníku



Obr. 89: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu draslíku



Obr. 90: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu manganu



Obr. 91: Hrot č. 8 vměstek č. 2, oblast výskytu vápníku

11.3 Hrot č. 15

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčtic a odhadovaná doba jeho výroby je z počátku 10. století. Jedná se o rombický hrot určený primárně pro lov. Uchycení k šípů je zde provedeno pomocí trnu. V Tab. 9 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 9: Hrot č. 15 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka trnu [mm]
6,1	53	20	3

11.3.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou (Obr. 92). Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 167 HV_{0,1}. Hrot byl proto broušen a leštěn stejným postupem, jako v případě hrotu č. 4.



Obr. 92: Hrot č. 15

11.3.2 Analýza v neleptaném stavu

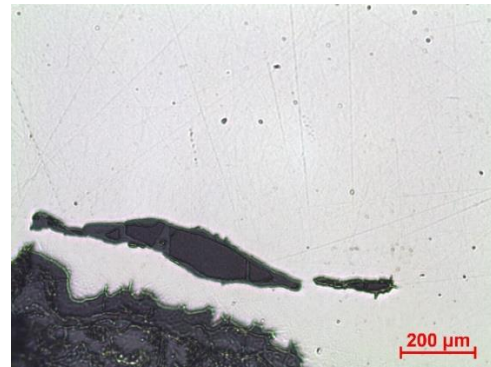
Na vzorku se nachází vysoké množství nečistot, které je tvořeno převážně ze strusky, přes celý vzorek lze vidět pásy strusky zakované do vzorku. Šedá plocha na hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 93). Ve vzorku byly vybrány dva náhodné vměstky, na kterých byla provedena chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Vměstek č. 1 (Obr. 94) je článkovitý, mohlo by se proto jednat o hlinitan, který je křehký a při tváření dochází k jeho rozpadu na jednotlivé články. Vměstek č. 2 (Obr. 95) by mohl být silikát. Dále byla provedena chemická analýza matrice.



Obr. 93: Hrot č. 15 makro (25x, neleptáno)



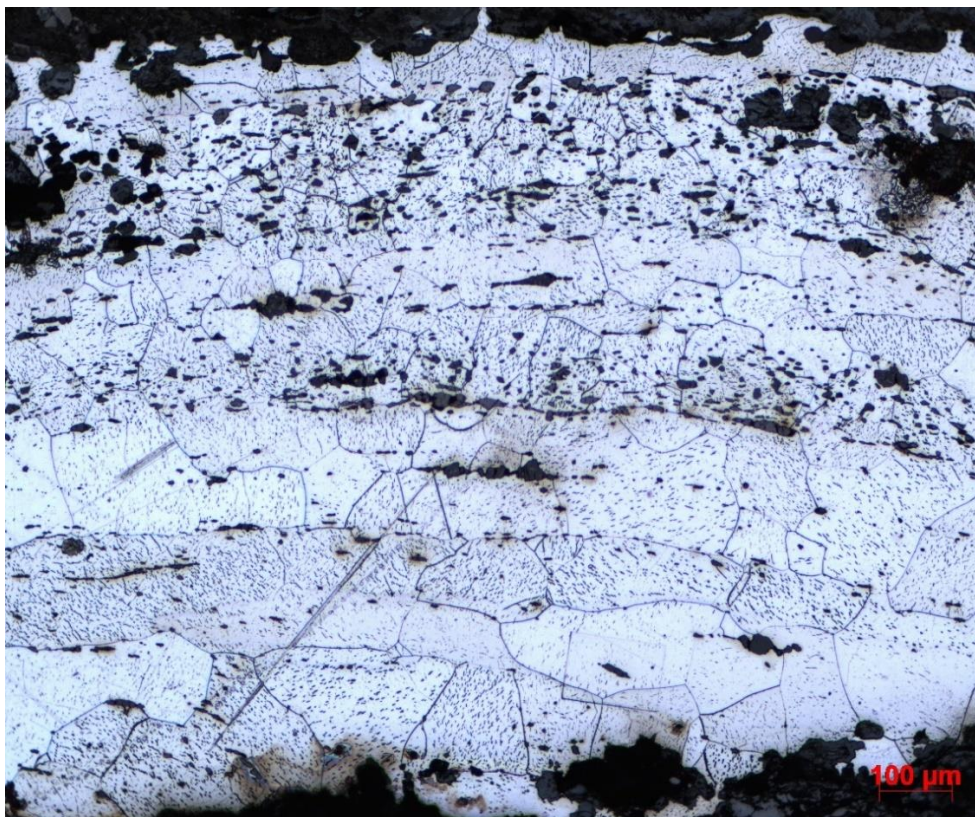
Obr. 94: Hrot č. 15 vměstek č.1 (500x)



Obr. 95: Hrot č. 15 vměstek č. 2 (500x)

11.3.3 Analýza v leptaném stavu

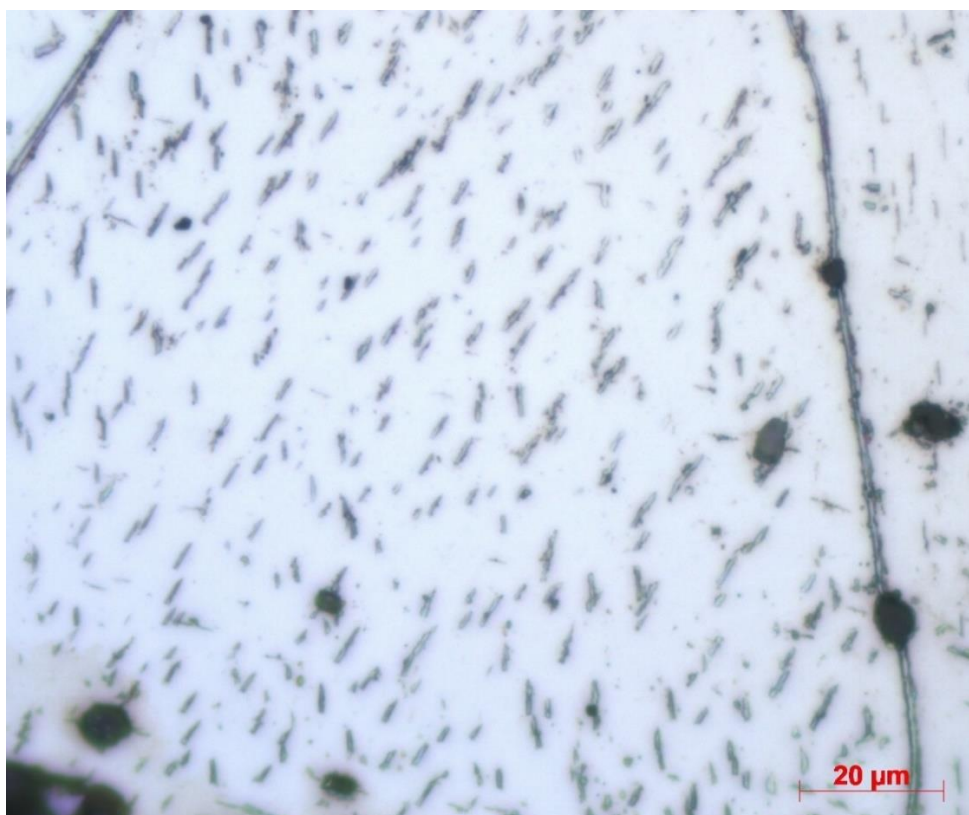
Z Obr. 96 a 97 je vidět již zmíněné znečištění od strusky. Struktura je zde čistě feritická, čemuž odpovídá i naměřená tvrdost před provedením výbrusu. V oblasti A a B bylo provedeno měření velikosti zrna (Obr. 96 a 97). Uvnitř zrn feritu lze při vysokém zvětšení pozorovat drobné precipitáty. Tyto částice byly podrobeny dalšímu studiu pomocí chemické analýzy. Detail těchto precipitátů je zobrazen na Obr. 98. V oblasti B si lze povšimnout vysoké heterogenity z hlediska velikostí zrn. Jemnozrnná oblast dosahuje velikosti zrna G7 a hrubozrnná G5, viz Tab. 10. Dále bylo provedeno měření tvrdosti v jemnozrnné a hrubozrnné oblasti B, viz Tab. 11.



Obr. 96: Hrot č. 15 oblast A (100x)



Obr. 97: Hrot č. 15 oblast B (100x)



Obr. 98: Hrot č. 15 precipitáty (1000x)

Tab. 10: Hrot č. 15 měření velikosti zrn

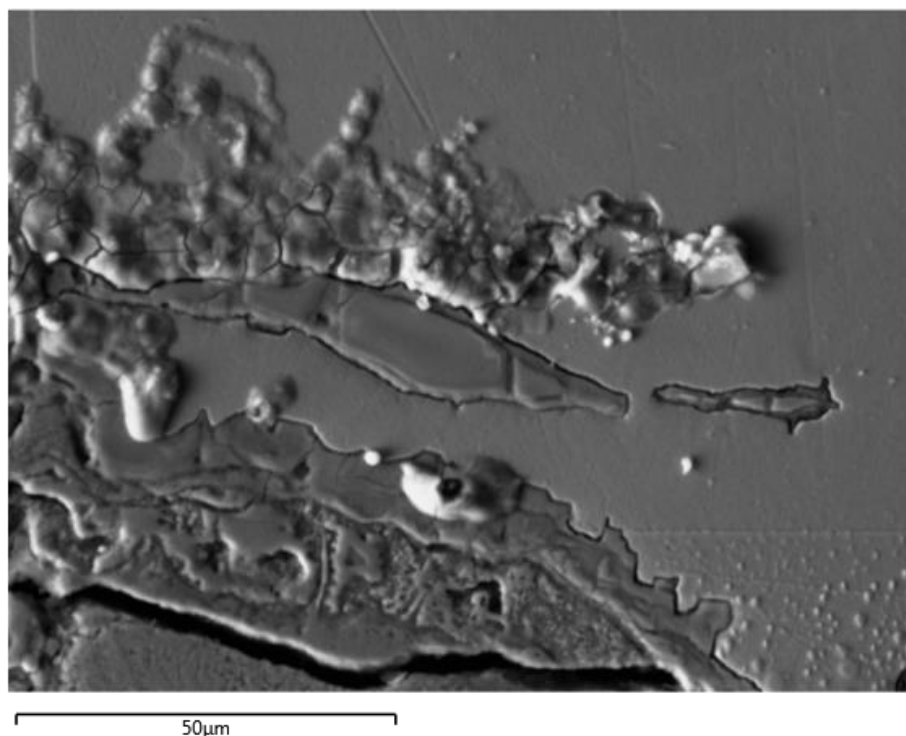
Oblast	A	B (hrubozrnná)	B (jemnozrnná)
Počet zrn na mm ²	144	231	1023
Velikost zrna	G4	G5	G7

Tab. 11: Hrot č. 15 měření tvrdosti

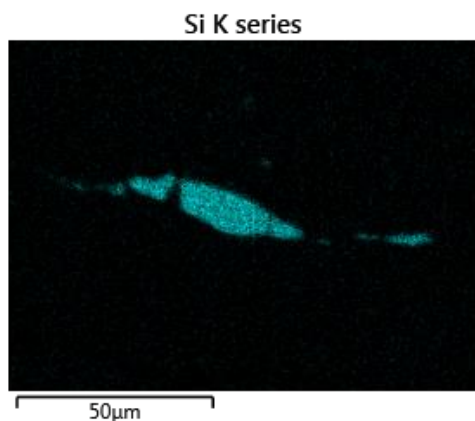
Oblast	B (hrubozrnná)	B (jemnozrnná)
Tvrđost	121,3 HV1	128 HV1

11.3.4 Analýza pomocí ŘEM

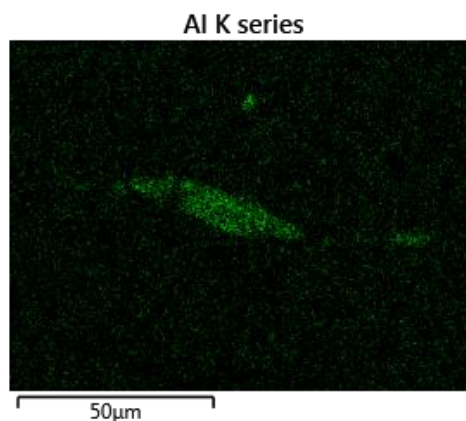
Byly provedeny analýzy chemického složení vměstků č. 1 a č. 2. Pásek na vmětku č. 1 se skládá z křemíku a vápníku, bude se tedy jednat o vměstek ze skupiny C. Vměstek č. 2 (Obr. 99) se skládá z křemíku a hliníku, jedná se o hlinitokřemičitan (Obr. 100 a 101). Vměstek dále obsahuje stopové množství fosforu a chlóru (Obr. 102 a 103). Matrice je tvořena opět téměř čistým železem. Drobné precipitáty v matici se skládají z uhlíku a železa. Zřejmě se zde bude jednat o cementit. Další možná metoda studia těchto precipitátů by byla rentgenová difrakce, nebo zhotovení replik a následné studium pomocí transmisního elektronového mikroskopu.



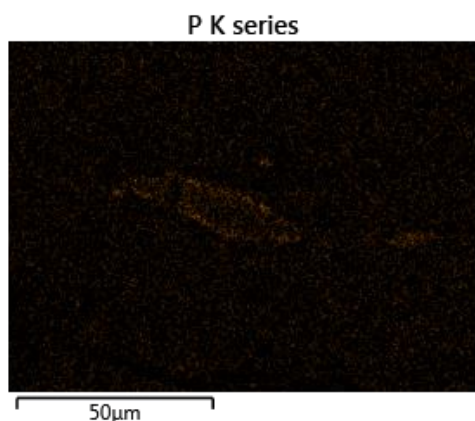
Obr. 99: Hrot č. 15 vměstek č. 2 (1000x)



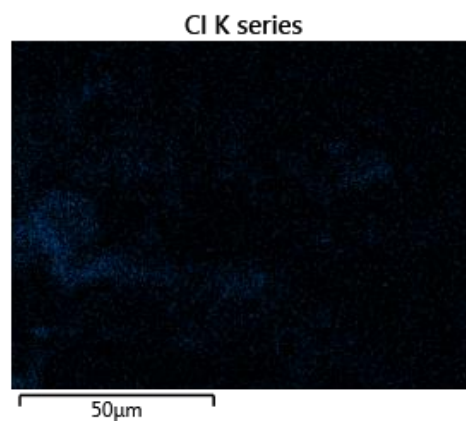
Obr. 100: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu křemíku



Obr. 101: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu hliníku



Obr. 102: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu fosforu



Obr. 103: Hrot č. 15 vměstek č. 2, oblast výskytu chlóru

11.4 Hrot č. 26

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčtic a odhadovaná doba jeho výroby je z počátku 10. století. Jedná se o rombický hrot určený primárně pro lov. Uchycení k šípů je zde provedeno pomocí trnu. Špička hrotu je zdeformována, to mohlo být způsobeno například nárazem do tvrdšího materiálu. Při dopadu došlo pravděpodobně i k vylomení trnu z šípů čemuž naznačuje jeho deformace. V Tab. 12 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 12: Hrot č. 26 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka trnu [mm]
7,9	56	22	2

11.4.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou (Obr. 104). Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 159 HV0,1. Hrot byl proto broušen a leštěn stejným postupem, jako v případě hrotu č. 4.



Obr. 104: Hrot č. 26

11.4.2 Analýza v neleptaném stavu

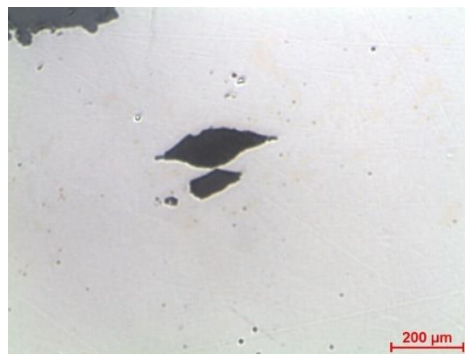
Na vzorku se nachází vysoké množství nečistot, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 105). Ve vzorku byly vybrány dva náhodné vměstky, na kterých byla provedena chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Vměstek č. 1 má zaoblené hrany a tmavě šedou barvu, mohlo by se tedy jednat o sulfid, nebo o silikát (Obr. 106). Vměstek č. 2 je barvou podobný vměstku č. 1, je zde rozdíl v ostrosti hran. Bude se jednat nejspíše o silikát (Obr. 107).



Obr. 105: Hrot č. 26 makro (25x, neleptáno)



Obr. 106: Hrot č. 26 vměstek č. 1 (500x)



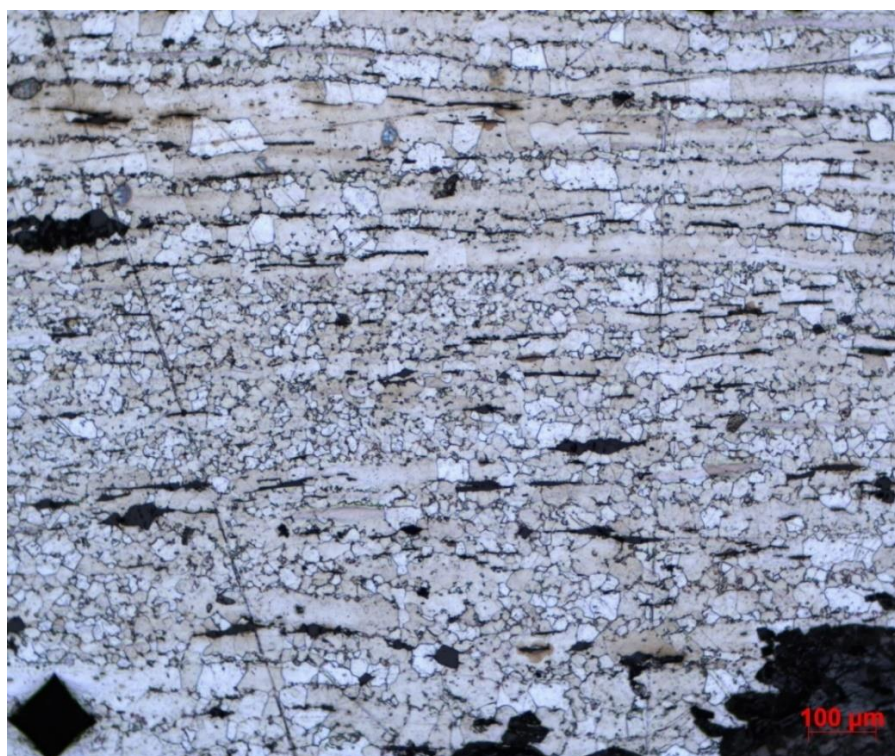
Obr. 107: Hrot č. 26 vměstek č. 2 (500x)

11.4.3 Analýza v leptaném stavu

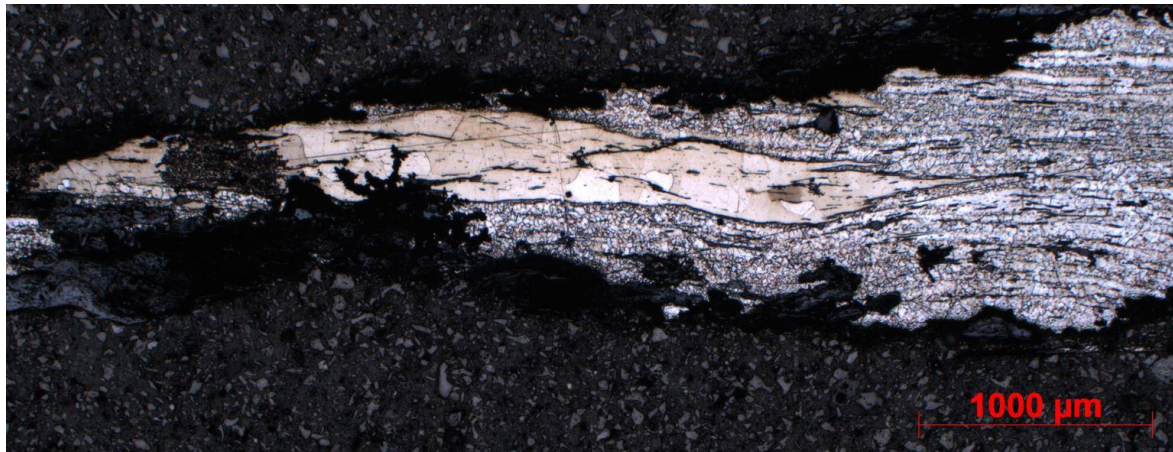
Z Obr. 108 je patrná vysoká nehomogenita z hlediska velikosti zrn. Po celé délce vzorku se objevují jasné bílé pásy s hrubými zrny feritu. Ve vzorku byly nalezeny kovářské svary, příklad tohoto svaru je vidět v detailu v oblasti A (Obr. 109). V levé části vzorku je vidět zcela odlišná struktura oproti zbytku hrotu. Detail je zobrazen na Obr. 110. Vzhledem k tomu, že ocel byla v historii brána jako nedostatkový materiál, vznikla teorie, že se drobné ocelové výrobky přetavovaly a byla jistá snaha o znovu použití materiálu. To zde dokazuje zvýšené množství kovářských svarů a výskyt zcela odlišné struktury v levé části vzorku, kde došlo pouze k natavení hranic zrn a následnému spojení. V mikrostruktuře hrotu byly nalezeny drobné precipitáty po hranicích zrn (Obr. 111). Tyto precipitáty společně s již zmíněnou hrubozrnnou strukturou v levé části hrotu byly dále zkoumány pomocí elektronového mikroskopu. Bylo provedeno měření velikosti zrna v oblasti A a B. Měření v oblasti B nebylo možné provést v souladu s normou ČSN EN ISO 643 [21], protože se zde nenachází potřebné množství zrn, které norma stanovuje. Bylo provedeno měření pomocí průsečkové metody a jedná se zde pouze o přibližnou hodnotu, výsledky jsou uvedeny v Tab. 13 a 14.



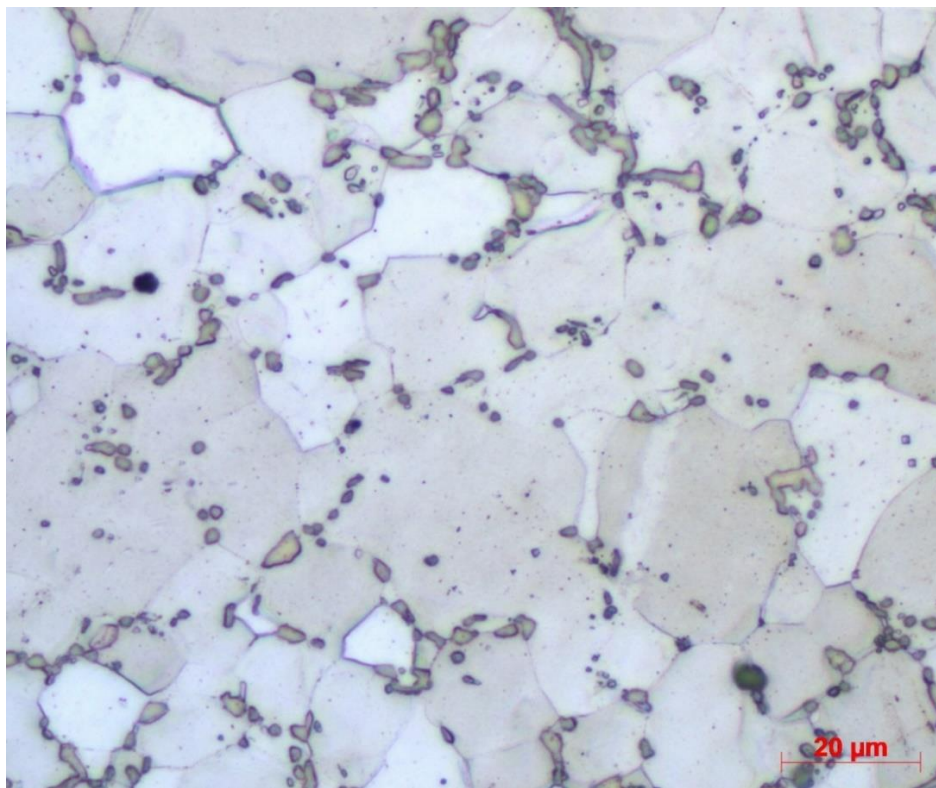
Obr. 108: Hrot č. 26 makro (25x, leptáno)



Obr. 109: Hrot č. 26 oblast A (100x)



Obr. 110: Hrot č. 26 oblast B (25x)



Obr. 111: Hrot č. 26 detail mikrostruktury (1000x)

Tab. 13: Hrot č. 26 měření velikosti zrn

Oblast	A (jemnozrná)	A (hrubozrná)	B
Počet zrn na mm ²	2860	1056	42
Velikost zrna	G8	G7	G2

Tab. 14: Hrot č. 26 měření tvrdosti

Oblast	A (jemnozrná)	B
Tvrđost	147 HV1	164 HV1

11.4.4 Analýza pomocí ŘEM

Vměstek č. 1 i vměstek č. 2 obsahují z velké části křemík a kyslík. V obou případech se tedy jedná o silikátový vměstek, typ C. Precipitáty v matici ukázaly chemické složení z uhlíku a železa. V porovnání s precipitáty z hrotu č. 15 se zde nachází zhruba 2x více uhlíku. Jedná se přibližně o hodnotu 11 %. Je nutno podotknout, že tato hodnota se musí brát s výraznou rezervou, protože elektronový mikroskop nedokáže přesně stanovit množství uhlíku. Dá se ale konstatovat, že zde bude uhlíku více. Na základě těchto poznatků, se dá vytvořit předpoklad, že tyto precipitáty budou zřejmě další karbidy železa. Je zde jistá podobnost, jako v případě obálek u hrotu č. 4. V učebnici ASM Handbook byly nalezeny velmi podobné útvary, jako jsou zde po hranicích zrn. Tyto obálky by měly být tvořeny cementitem, je ale možné, že se bude jednat o jiný karbid železa [24]. V poslední části bylo provedeno porovnání chemického složení matrice a odlišné struktury v levé části, které neukázalo žádné rozdíly. Opět se jednalo o skoro čisté železo s drobnými nečistoty, jako jsou například fosfor.

11.5 Hrot č. 46

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčtic a odhadovaná doba jeho výroby je z počátku 10. století. Jedná se o hrot s křídélky určený k lovu zvěře. Uchycení k šípů je zde provedeno pomocí tulejky. V Tab. 15 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 15: Hrot č. 46 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka tulejky [mm]	Délka křídélka L [mm]	Délka křídélka P [mm]
6,7	46	20	8	4	9

11.5.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou (Obr. 112). Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 114 HV0,1. Hrot byl proto broušen a leštěn stejným postupem, jako v případě hrotu č. 4.



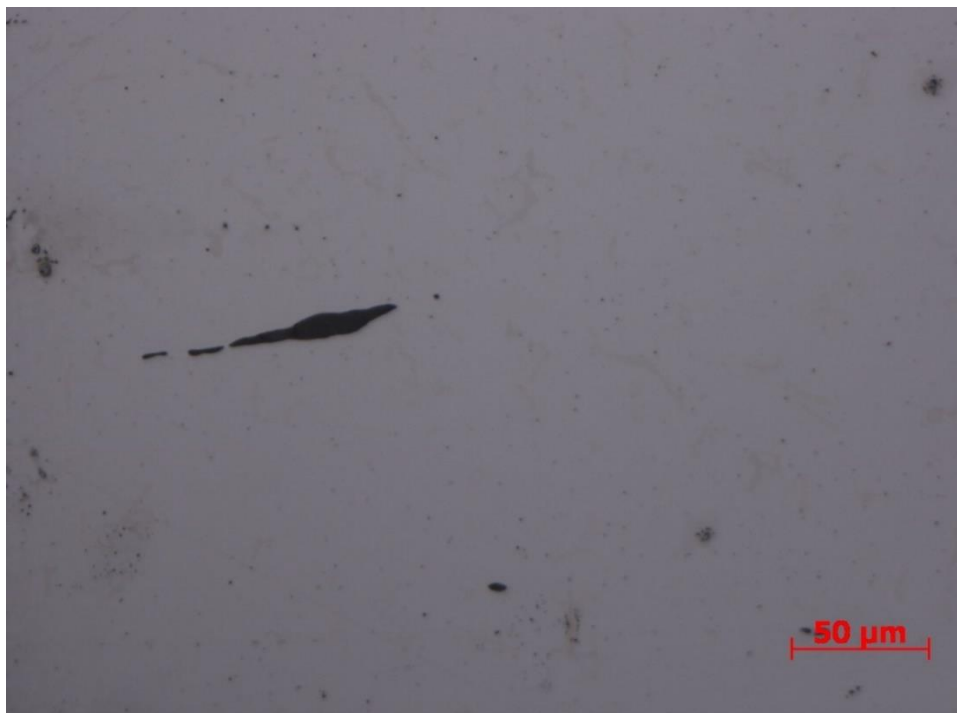
Obr. 112: Hrot č. 46

11.5.2 Analýza v neleptaném stavu

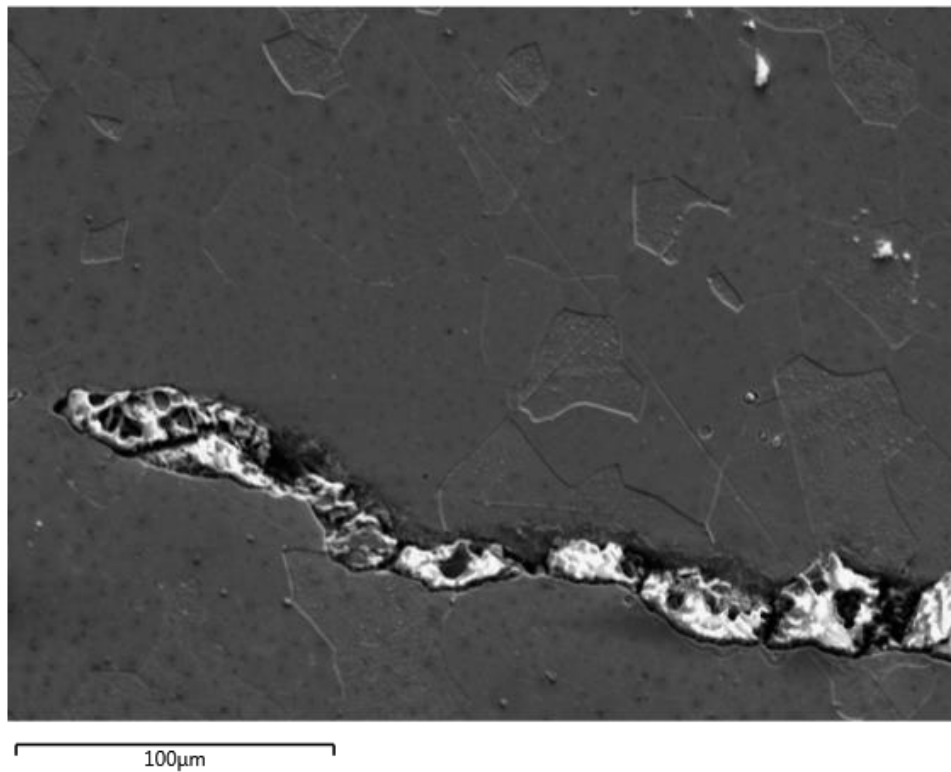
Na vzorku se nachází nečistoty, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 113). Ve vzorku byly vybrány dva náhodné vměstky, na kterých se provede chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Vměstek č. 1 má zaoblené hrany a černou barvu, je zde také výrazné protažení v jednom směru. Mohlo by se tedy jednat o sulfid, nebo o silikát (Obr. 114). Vměstek č. 2 vykazuje značnou pórovitost a svým tvarem se nepochodá žádnému standartnímu typu vměstků (Obr. 115).



Obr. 113: Hrot č. 46 makro (25x, neleptáno)



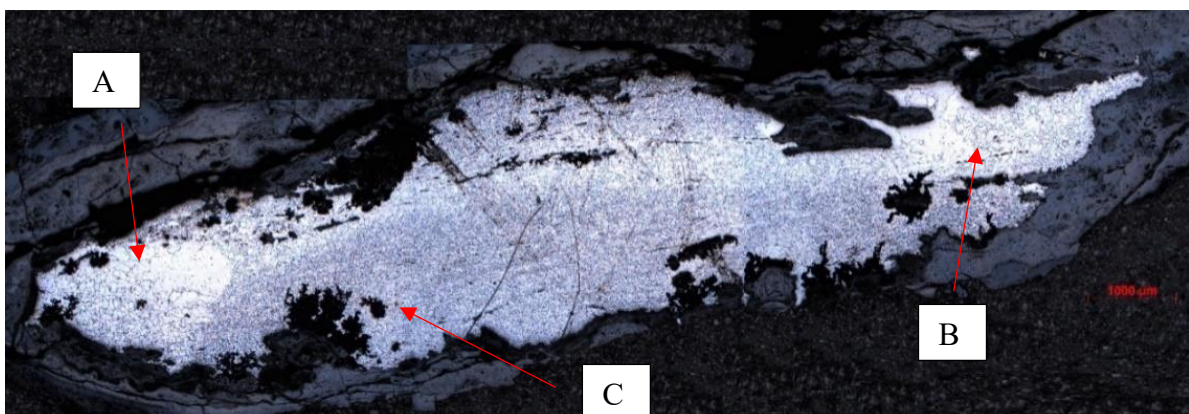
Obr. 114: Hrot č. 46 vměstek č. 1 (200x)



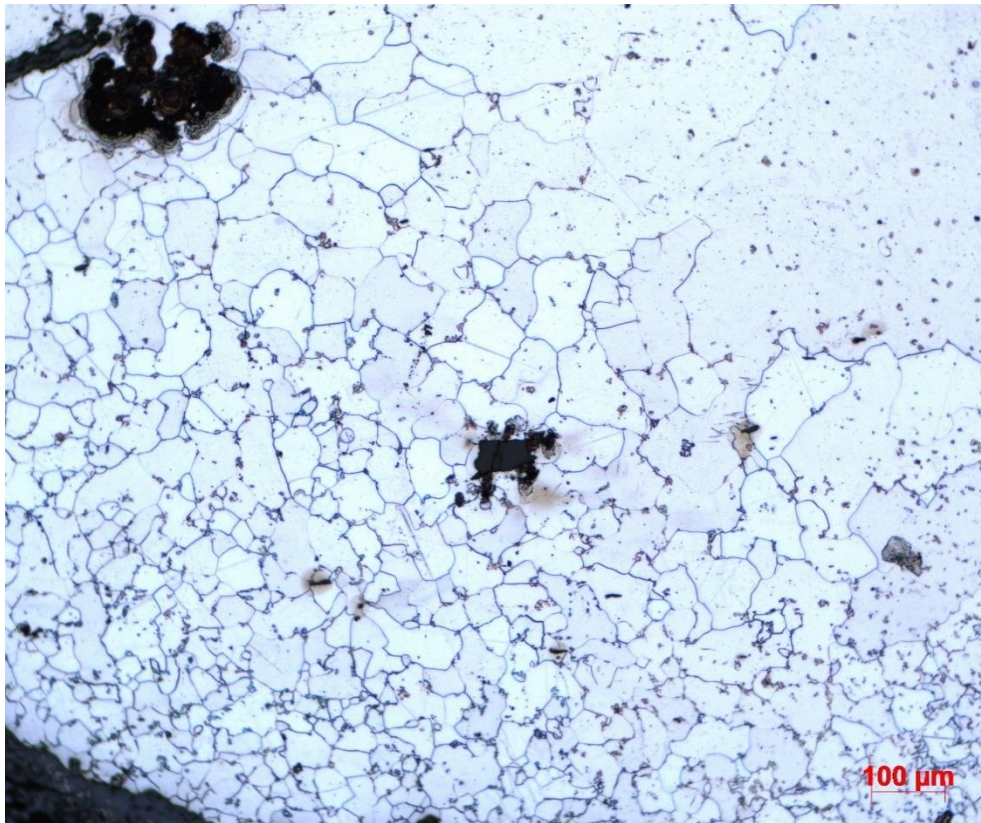
Obr. 115: Hrot č. 46 vměstek č. 2 (800x)

11.5.3 Analýza v leptaném stavu

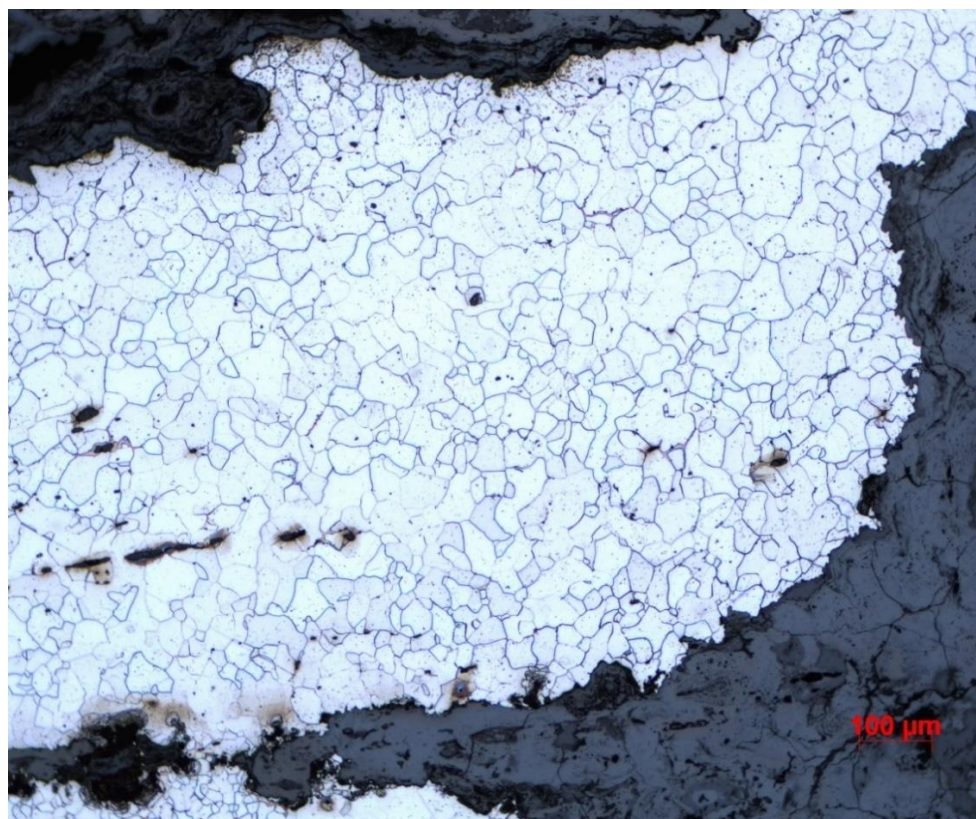
Z makro snímku je opět patrná vysoká nehomogenita z hlediska velikostí zrna (Obr. 116). V levém rohu je oblast, kde se vyskytuje zrna s délkou až 750 μm . Ani po dalším leptáním NITALEM se neobjevila nová zrna. V rámci studia mikrostruktury bylo provedeno měření zrna a tvrdosti z hrubozrnné oblasti A, B a z jemnozrnné oblasti C (Obr. 117, 118 a 119). V mikrostruktuře se opět vyskytuje stejný typ karbidu jako u hrotu č. 26 (Obr. 120). Obecně by se tento vzorek dal označit za nejvíce protvářený hrot z všech dosud studovaných vzorků v této práci. Výsledky z měření jsou uvedeny v Tab. 16 a 17.



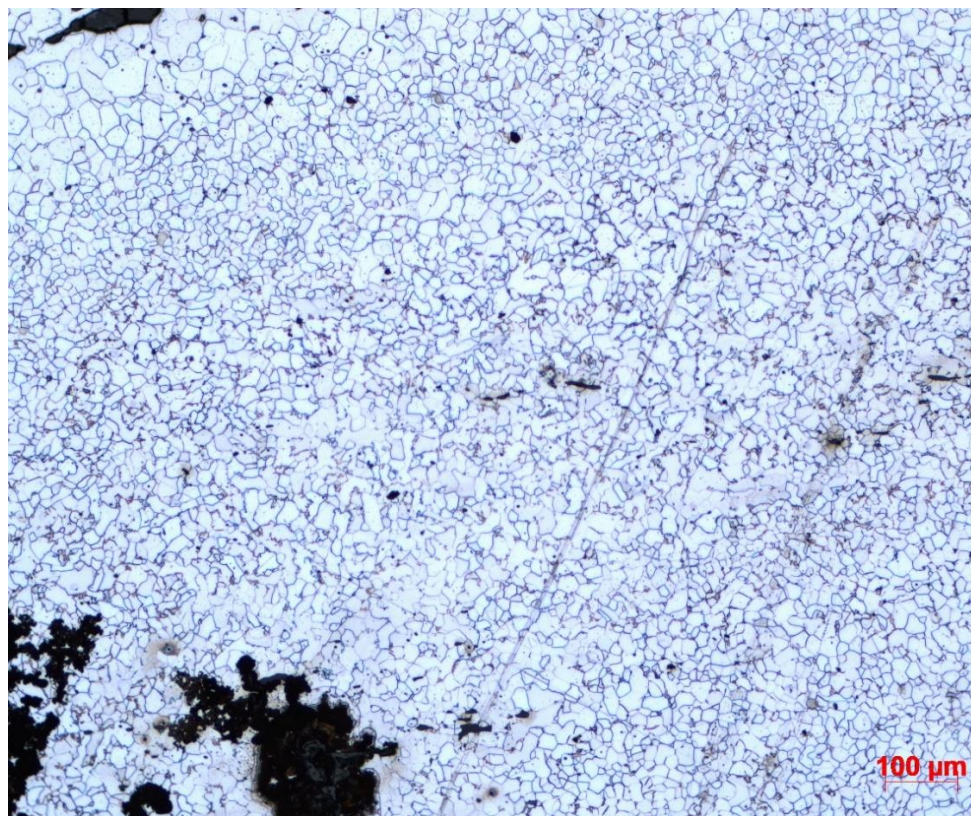
Obr. 116: Hrot č. 46 makro (25x, leptáno)



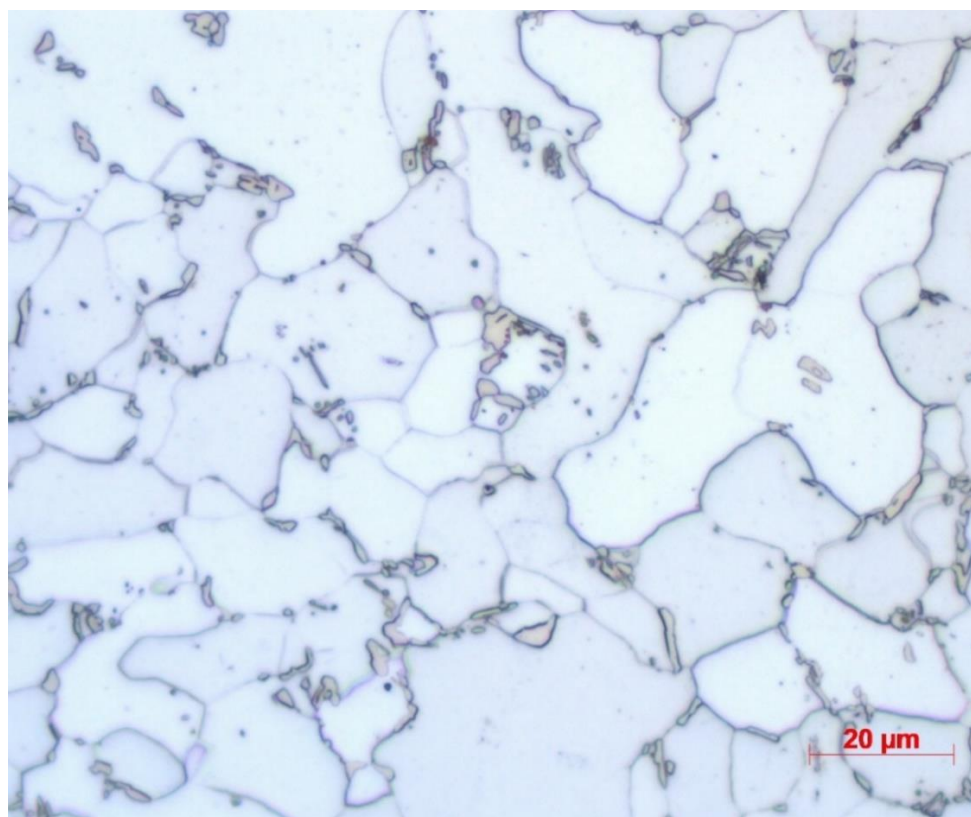
Obr. 117: Hrot č. 46 oblast A (100x)



Obr. 118: Hrot č. 46 oblast B (100x)



Obr. 119: Hrot č. 46 oblast C (100x)



Obr. 120: Hrot č. 46 detail mikrostruktury (1000x)

Tab. 16: Hrot č. 46 měření velikosti zrn

Oblast	A	B	C
Počet zrn na mm ²	427	1101	4005
Velikost zrna	G6	G7	G9

Tab. 17: Hrot č. 46 měření tvrdosti

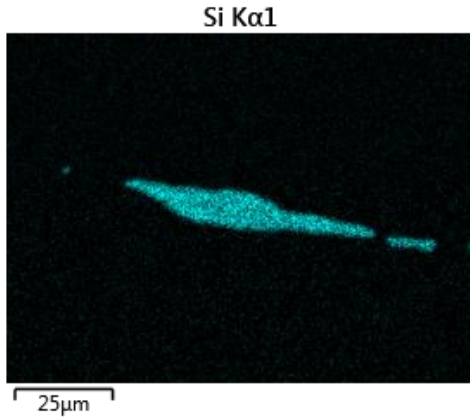
Oblast	A	B	C
Tvrdost	130 HV1	111 HV1	131 HV1

11.5.4 Analýza pomocí ŘEM

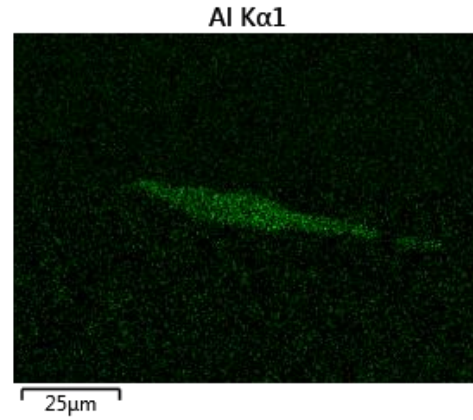
Vměstek č. 1 (Obr. 121) je tvořen primárně z křemíku a hliníku, vyskytuje se v něm dále relativně vysoké množství vápníku a manganu (Obr. 122, 123, 124 a 125). Vměstek č. 2 je tvořen nejspíše struskou, protože se v něm nachází místa s vysokou koncentrací uhlíku (Obr. 126). Dále jsou hlavními prvky s výskytem křemík, mangan, vápník a hliník (Obr. 127, 128, 129 a 130). V poslední řadě byla provedena chemická analýza matrice, která opět ukázala skoro čisté železo 99,6 % s drobným výskytem fosforu 0,4 %.



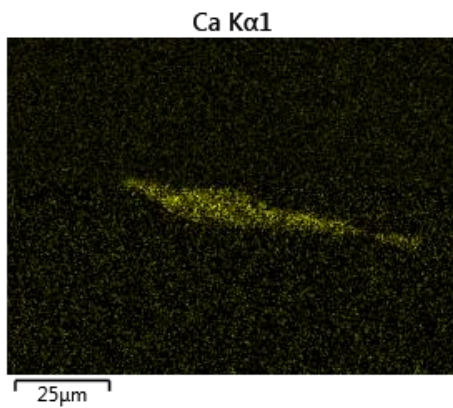
Obr. 121: Hrot č. 46 vměstek č. 1 (1000x)



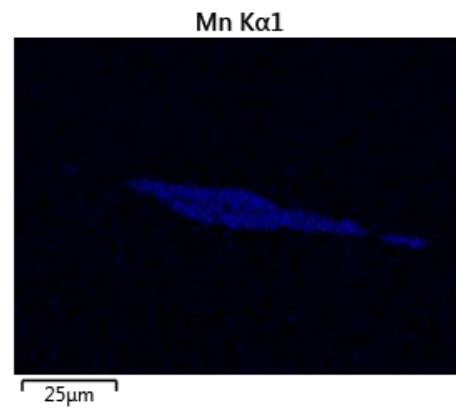
Obr. 122: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku



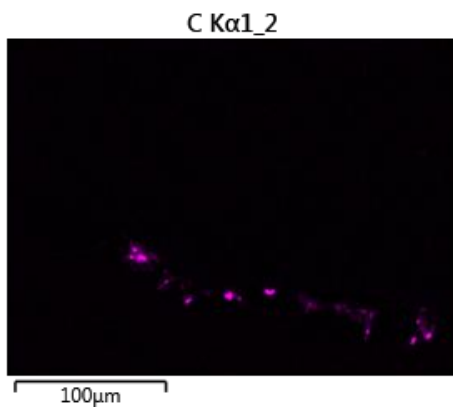
Obr. 123: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku



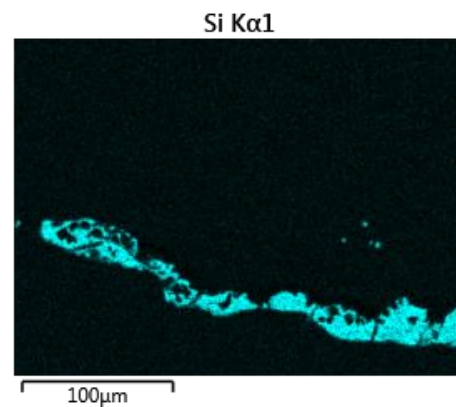
Obr. 124: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu vápníku



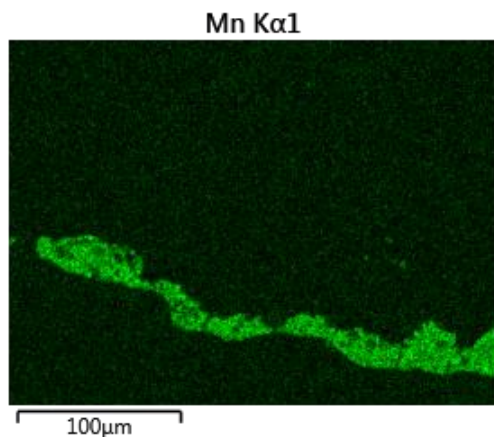
Obr. 125: Hrot č. 46 vměstek č.1, oblast výskytu manganu



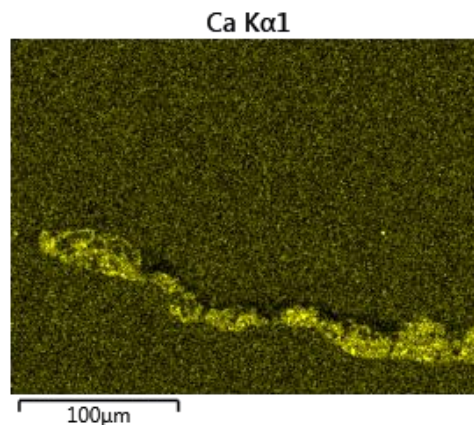
Obr. 126: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu uhlíku



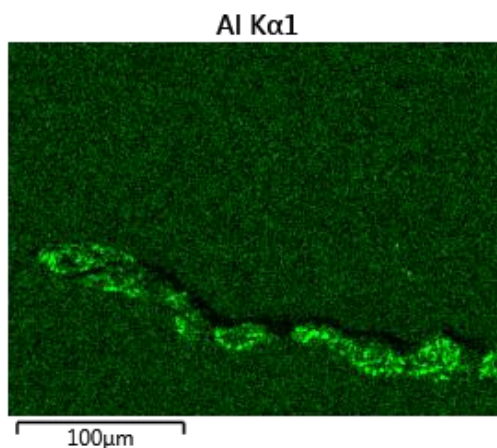
Obr. 127: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu křemíku



Obr. 128: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu manganu



Obr. 129: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu vápníku



Obr. 130: Hrot č. 46 vměstek č.2, oblast výskytu hliníku

11.6 Hrot č. 47

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčic a odhadovaná doba jeho vzniku je z počátku 10. století. Jedná se o rombický hrot určený primárně pro lov. Uchycení k šípu je zde provedeno pomocí trnu. V Tab. 18 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 18: Hrot č. 47 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka tulejky [mm]
7,9	50	20	3

11.6.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou (Obr. 131). Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 127 HV0,1. Hrot byl proto broušen a leštěn stejným postupem, jako v případě hrotu č. 4.



Obr. 131: Hrot č. 47

11.6.2 Analýza v neleptaném stavu

Na vzorku se nachází nečistoty, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 132). Ve vzorku byly vybrány dva náhodné vměstky, na kterých byla provedena chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Vměstek č. 1 má zaoblené hrany a černou barvu, je zde také výrazné protažení v jednom směru (Obr. 133). Mohlo by se tedy jednat o sulfid, nebo o silikát. Vměstek č. 2 je článkovitý, což by mohlo naznačovat hlinitanový vměstek, který se při tváření potrhá na jednotlivé články. Barva je zde tmavě šedá a vměstek má ostré konce (Obr. 134).



Obr. 132: Hrot č. 47 makro (25x, neleptáno)



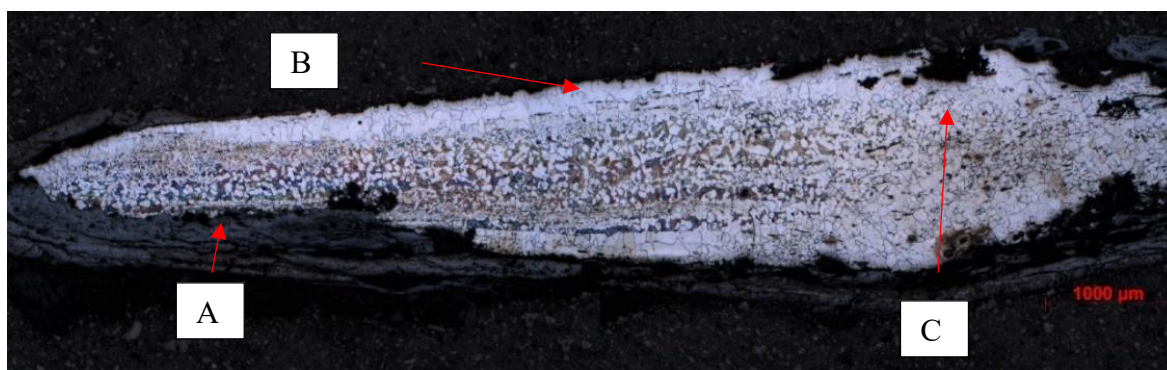
Obr. 133: Hrot č. 47 vměstek č. 1 (200x)



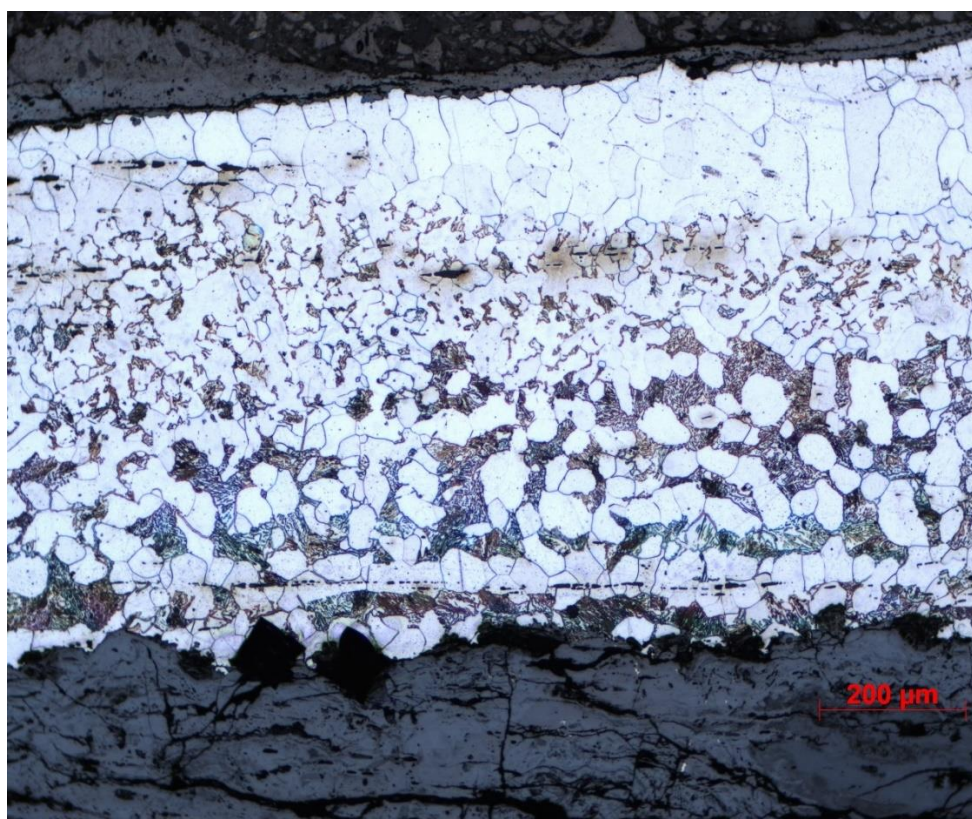
Obr. 134: Hrot č. 47 vměstek č. 2 (200x)

11.6.3 Analýza v leptaném stavu

Z makro snímku lze vidět oblasti s výskytem feritické a feriticko-perlitické struktury (Obr. 135). Feritická zrna se nejčastěji objevují na hranicích vzorku a směrem do jádra hrotu se objevuje feriticko-perlitická struktura. V oblasti A bylo provedeno měření zrna z jemnozrnné feriticko-perlitické oblasti (Obr. 136), v oblasti B bylo provedeno měření z hrubozrnné feriticko-perlitické oblasti (Obr. 137). Z oblasti C bylo provedeno měření velikosti zrn feritu (Obr. 138.). Dále bude provedeno měření tvrdosti z těchto všech oblastí. Výsledky jsou uvedeny v Tab. 19 a 20.



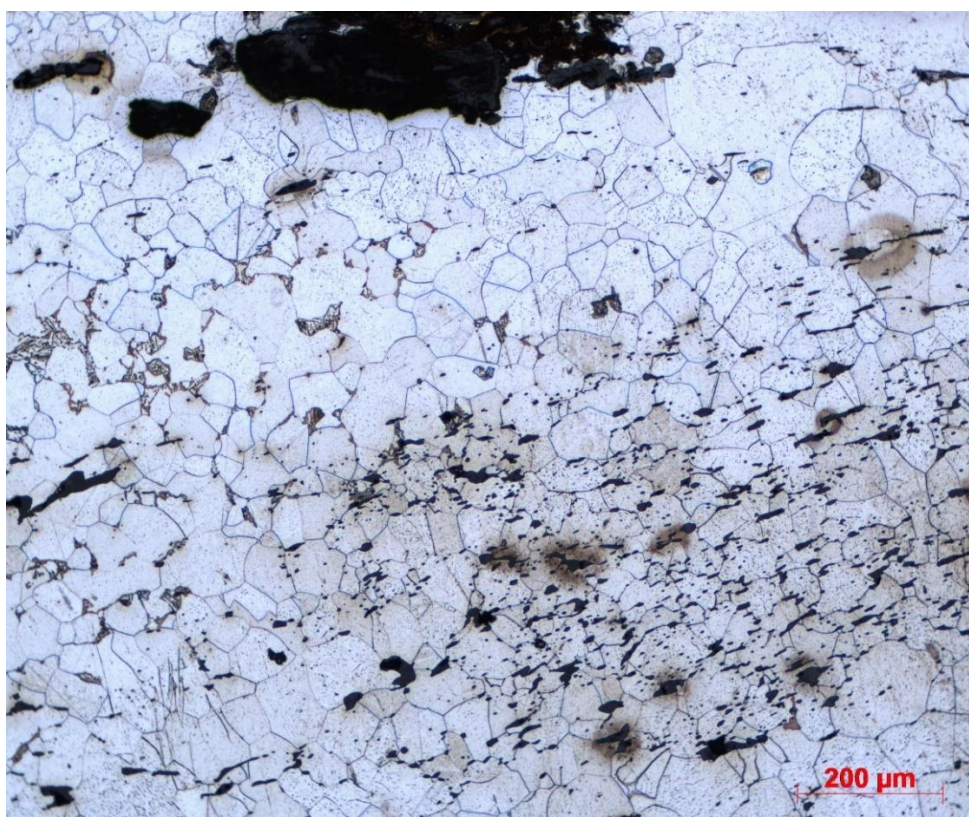
Obr. 135: Hrot č. 47 makro (25x, leptáno)



Obr. 136: Hrot č. 47 oblast A (100x)



Obr. 137: Hrot č. 47 oblast B (100x)



Obr. 138: Hrot č. 47 oblast C (100x)

Tab. 19: Hrot č. 47 měření velikosti zrn

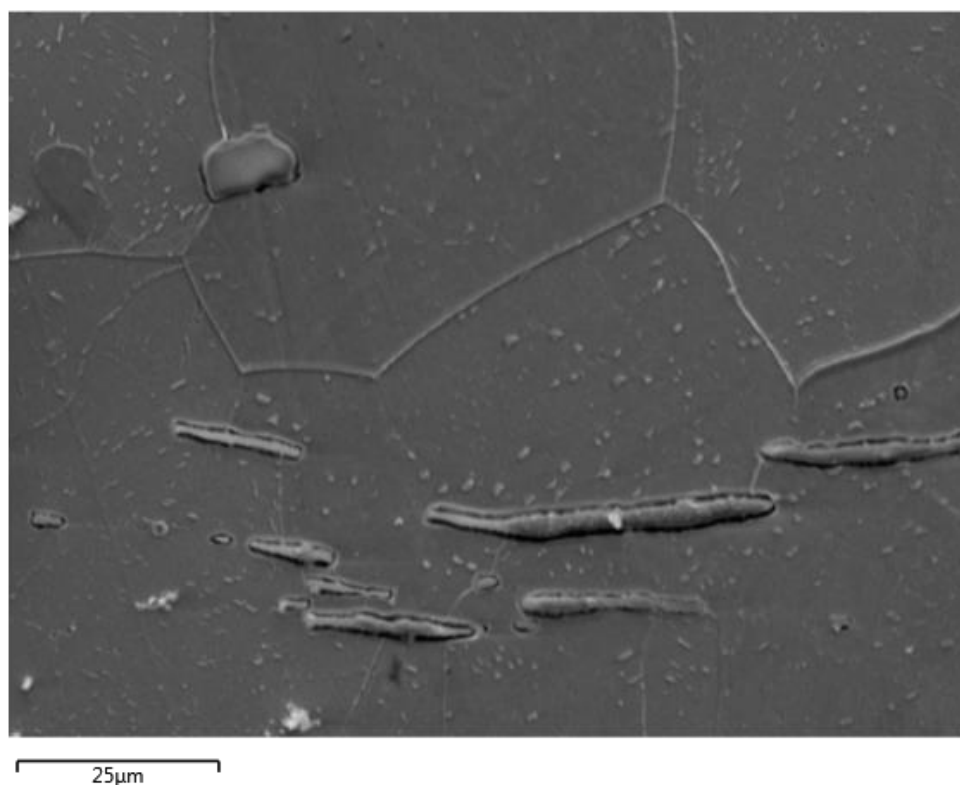
Oblast	A	B	C
Počet zrn na mm ²	1434	566	478
Velikost zrna	G7	G6	G6

Tab. 20: Hrot č. 47 měření tvrdosti

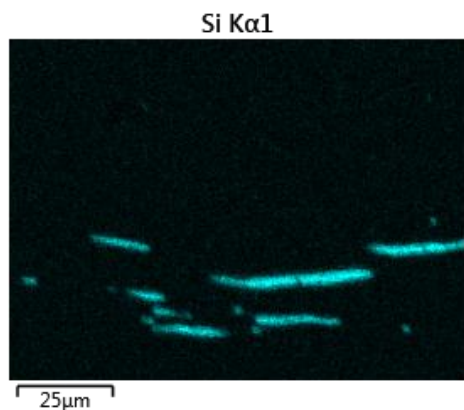
Oblast	A	B	C
Tvrđost	144 HV1	155 HV1	107 HV1

11.6.4 Analýza pomocí ŘEM

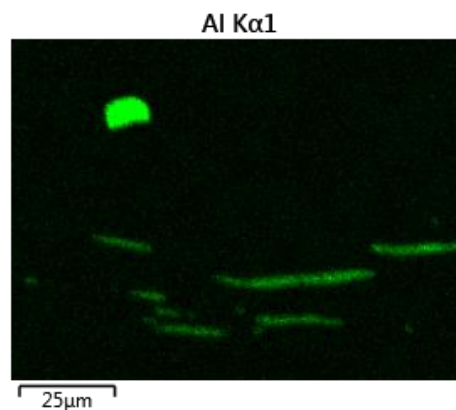
Vměstek č. 1 (Obr. 139) je tvořen primárně z křemíku, hliníku a kyslíku, dále obsahuje vyšší množství vápníku a fosforu (Obr. 140, 141, 142 a 143). Jedná se zde o hlinitokřemičitan. Vměstek v levé horní části obsahuje pouze hliník a kyslík, zde se tedy jedná o hlinitan, typ B. Vměstek č. 2 (Obr. 144) je tvořen z křemíku, hliníku, kyslíku a vápníku (Obr. 145, 146 a 147). Jedná se zde opět o hlinitokřemičitan.



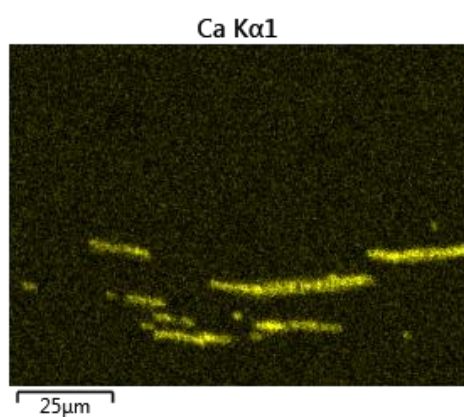
Obr. 139: Hrot č. 47 vměstek č. 1 (1000x)



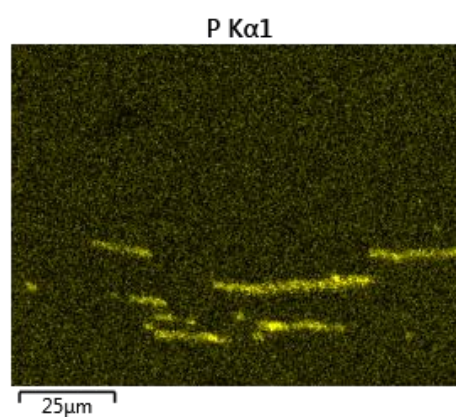
Obr. 140: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku



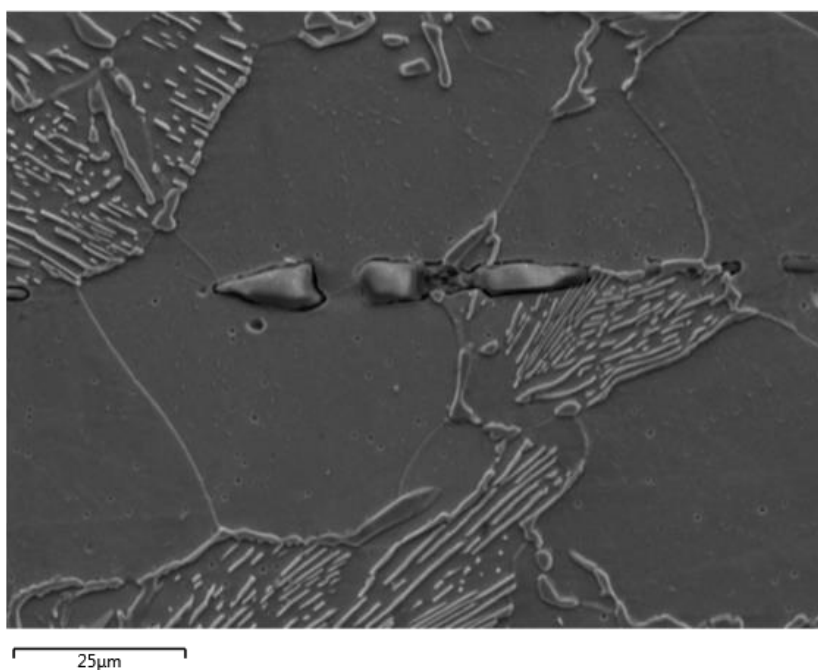
Obr. 141: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku



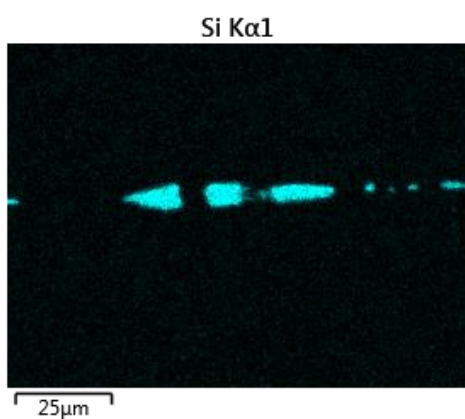
Obr. 142: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu vápníku



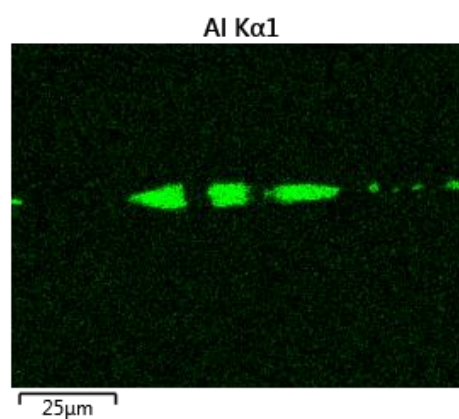
Obr. 143: Hrot č. 47 vměstek č.1, oblast výskytu fosforu



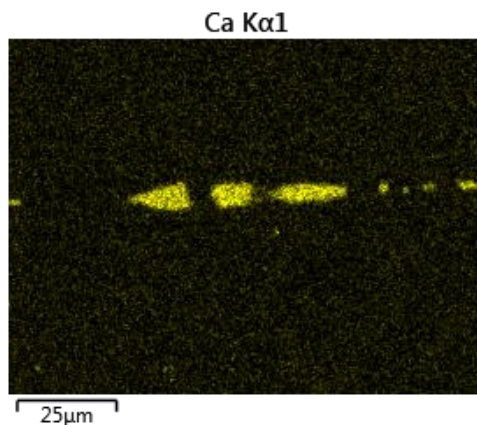
Obr. 144: Hrot č. 47 vměstek č. 2 (1000x)



Obr. 145: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu křemíku



Obr. 146: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu hliníku



Obr. 147: Hrot č. 47 vměstek č.2, oblast výskytu vápníku

11.7 Hrot č. 53

Hrot byl nalezen v oblasti Hradec u Němčic a odhadovaná doba jeho výroby je z počátku 10. století. Jedná se o rombský hrot určený primárně pro lov. Uchycení k šípu je zde provedeno pomocí tulejky. V Tab. 21 jsou uvedeny základní údaje hrotu.

Tab. 21: Hrot č. 53 základní údaje

Hmotnost [g]	Délka [mm]	Šířka ve středu [mm]	Šířka tulejky [mm]
10,7	62	20	10

11.7.1 Metalografický výbrus

Před zpracováním byl hrot očištěn pomocí ultrazvukové čističky, která odstranila část korozních produktů na povrchu. Místo odebrání vzorku je zobrazeno tučnou čarou (Obr. 150). Před broušením bylo provedeno měření tvrdosti, které vyšlo jako průměr tří hodnot 131 HV0,1. Hrot byl proto broušen a leštěn stejným postupem, jako v případě hrotu č. 4.



Obr. 148: Hrot č. 53

11.7.2 Analýza v neleptaném stavu

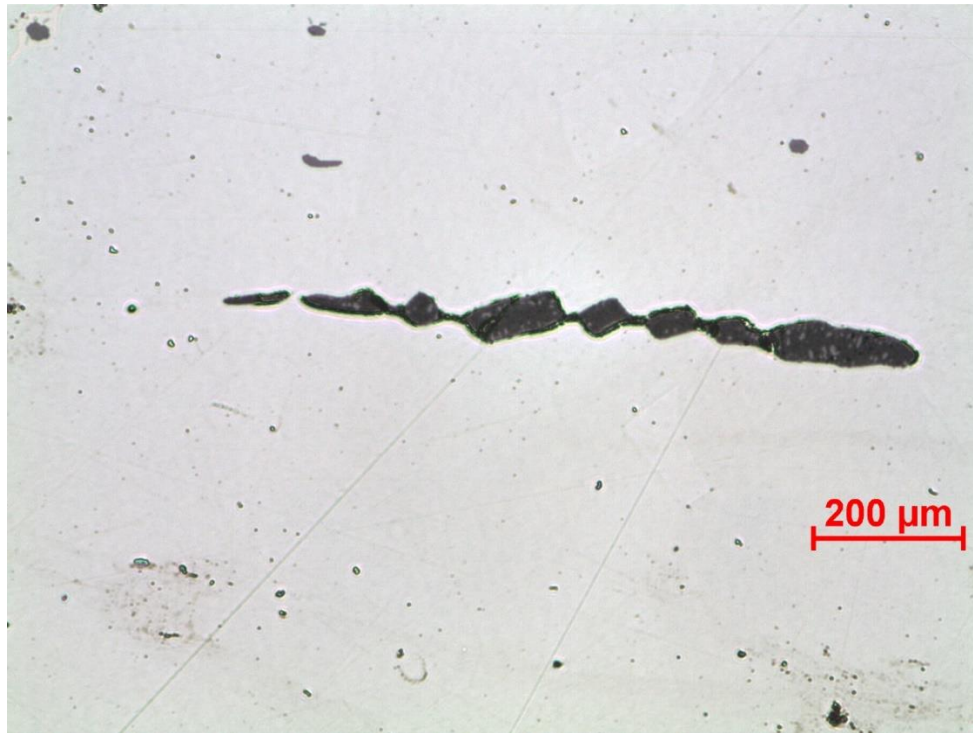
Na vzorku se nachází nečistoty, které jsou tvořeny převážně ze strusky. Šedá plocha po hranicích vzorku představuje tloušťku korozní vrstvy (Obr. 149). Ve vzorku byly vybrány dva náhodné vměstky, na kterých se provede chemická analýza pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Vměstek č. 1 (Obr. 150) má zaoblené hrany a šedou barvu. Vzhledem k protažení by se zde mělo jednat o silikátový vměstek. Vměstek č. 2 (Obr. 151) je článkovitý, což by mohlo naznačovat hlinitanový vměstek. Barva je zde tmavě šedá a vměstek má ostré hrany.



Obr. 149: Hrot č. 53 makro (25x, neleptáno)



Obr. 150: Hrot č. 53 vměstek č. 1 (500x)



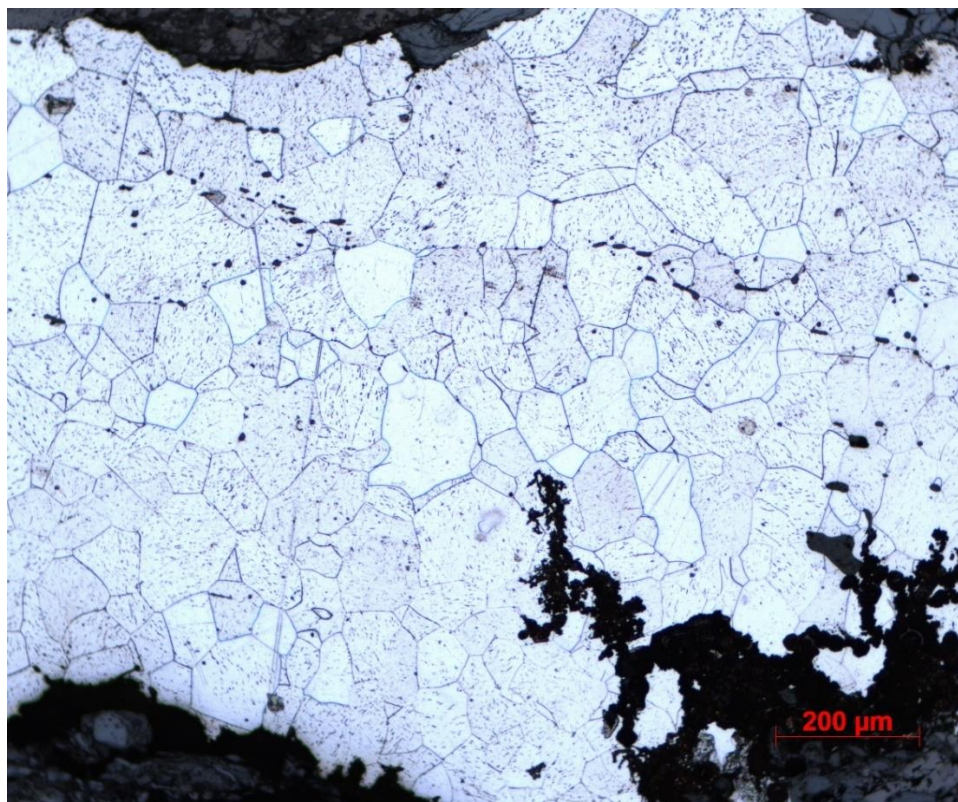
Obr. 151: Hrot č. 53 vměstek č. 2 (200x)

11.7.3 Analýza v leptaném stavu

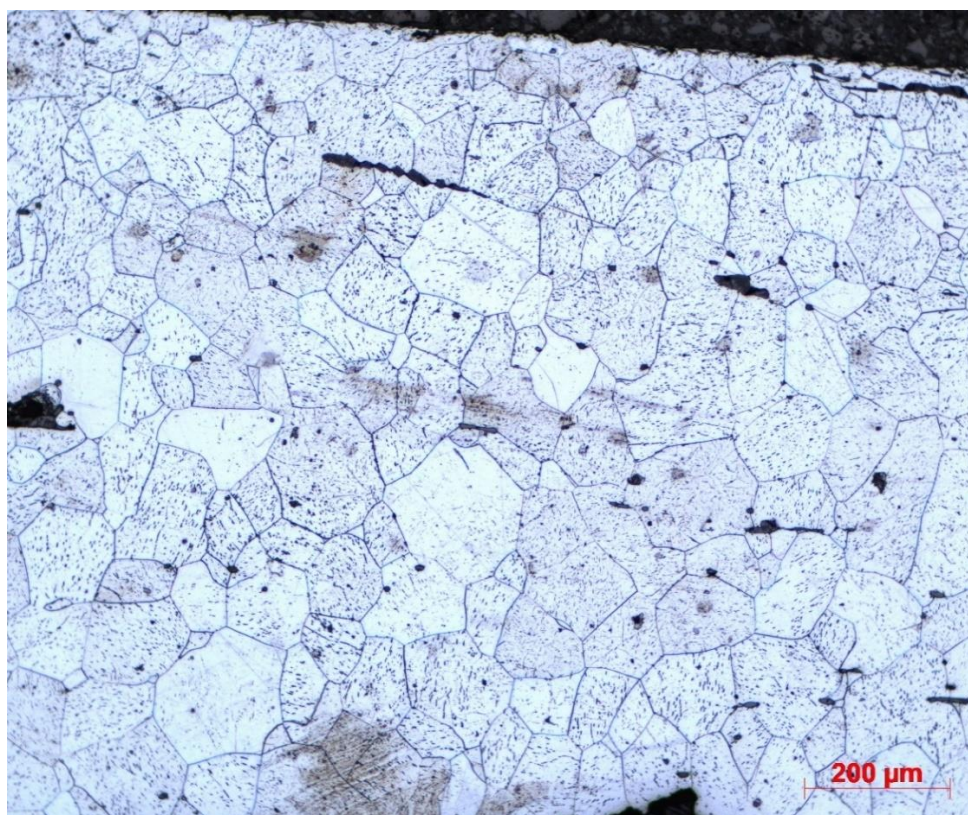
Mikrostruktura hrotu je tvořena pouze feritickými zrny (Obr. 152). Struktura by se z velikosti zrn dala označit za homogenní. Nejsou zde žádné vysoce jemnozrné oblasti ani hrubozrné. Z oblasti A a B bylo provedeno měření velikosti zrna a měření tvrdosti (Obr. 153 a 154). Oblast B je současně i místo, kde byl nalezen vměstek č. 2. Stejně jako v případě hrotu č. 15 se zde vyskytují drobné karbidové precipitáty uvnitř zrn (Obr. 155). Výsledky z měření jsou uvedeny v Tab. 22 a 23.



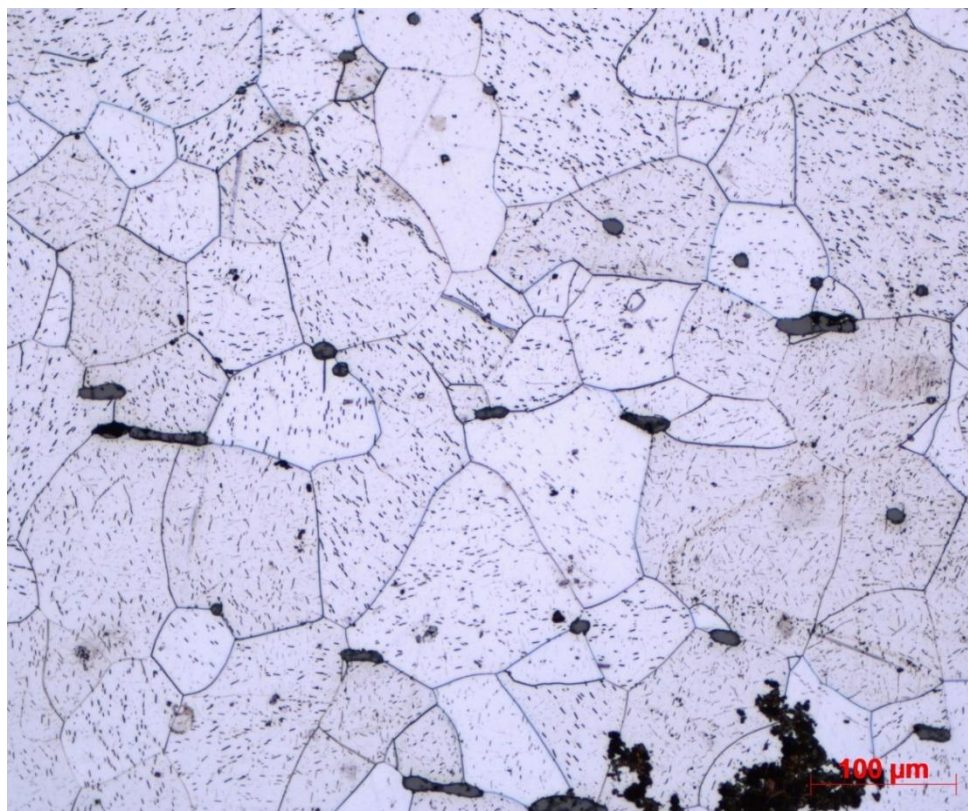
Obr. 152: Hrot č. 53 makro (25x, leptáno)



Obr. 153: Hrot č. 53 oblast A (100x)



Obr. 154: Hrot č. 53 oblast B (100x)



Obr. 155: Hrot č. 53 mikrostruktura (200x)

Tab. 22: Hrot č. 53 měření velikosti zrn

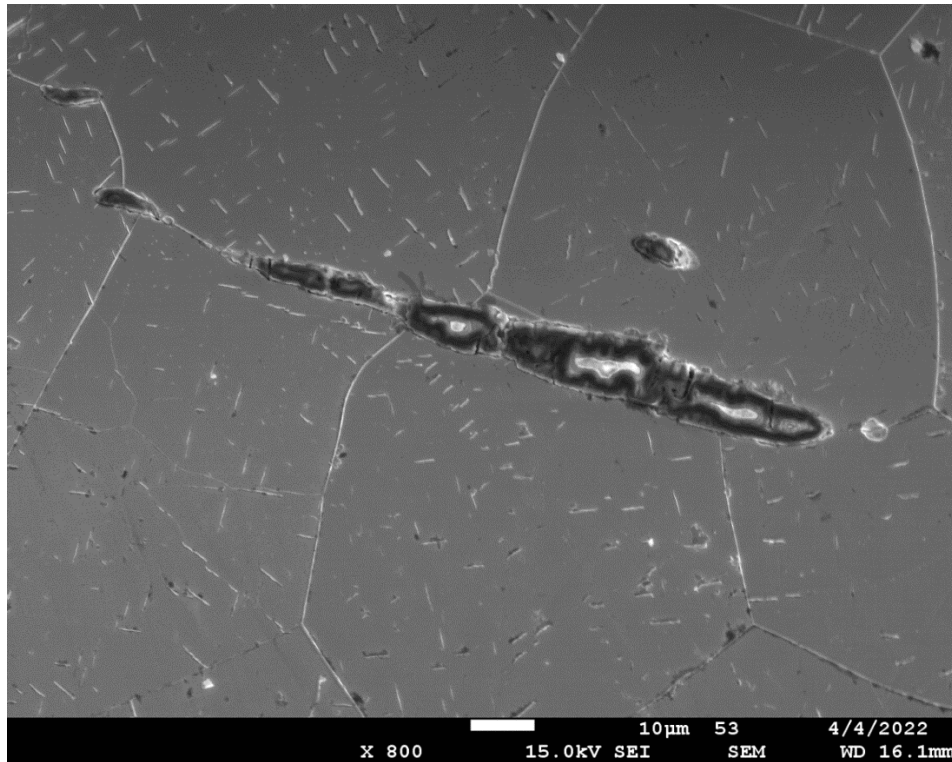
Oblast	A	B
Počet zrn na mm ²	263	200
Velikost zrna	G5	G4/G5

Tab. 23: Hrot č. 53 měření tvrdosti

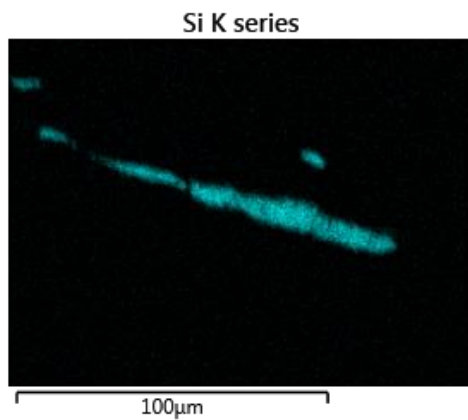
Oblast	A	B
Tvrđost	103 HV1	97 HV1

11.7.4 Analýza pomocí ŘEM

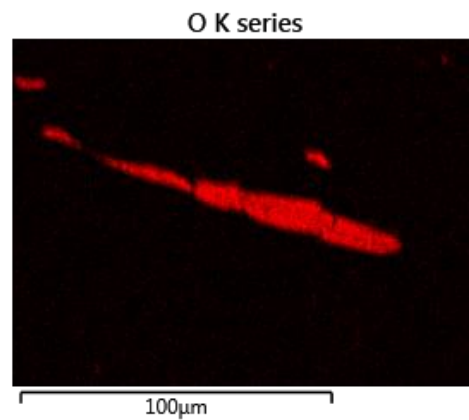
Vměstek č. 1 (Obr. 156) je tvořen primárně z křemíku, kyslíku, hliníku a draslíku (Obr. 157, 158, 159 a 160). Jedná se zde o hlinitokřemičitan. Vměstek č. 2 (Obr. 161) je tvořen z křemíku, hliníku a kyslíku. Dále obsahuje relativně vysoké množství dalších prvků, jako jsou draslík (2,1 %), vápník (1,1 %), mangan (0,7 %) a fosfor (0,4 %).



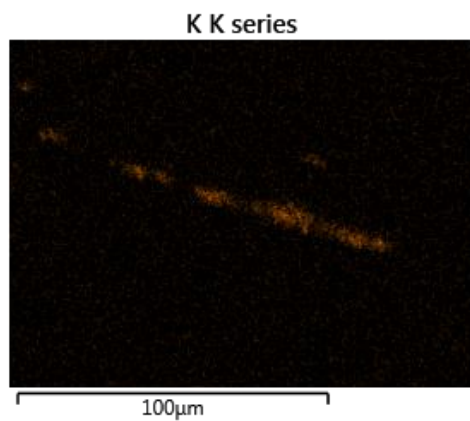
Obr. 156: Hrot č. 53 vměstek č. 1 (800x)



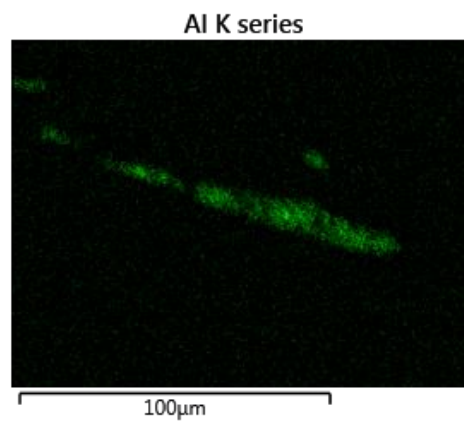
Obr. 157: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu křemíku



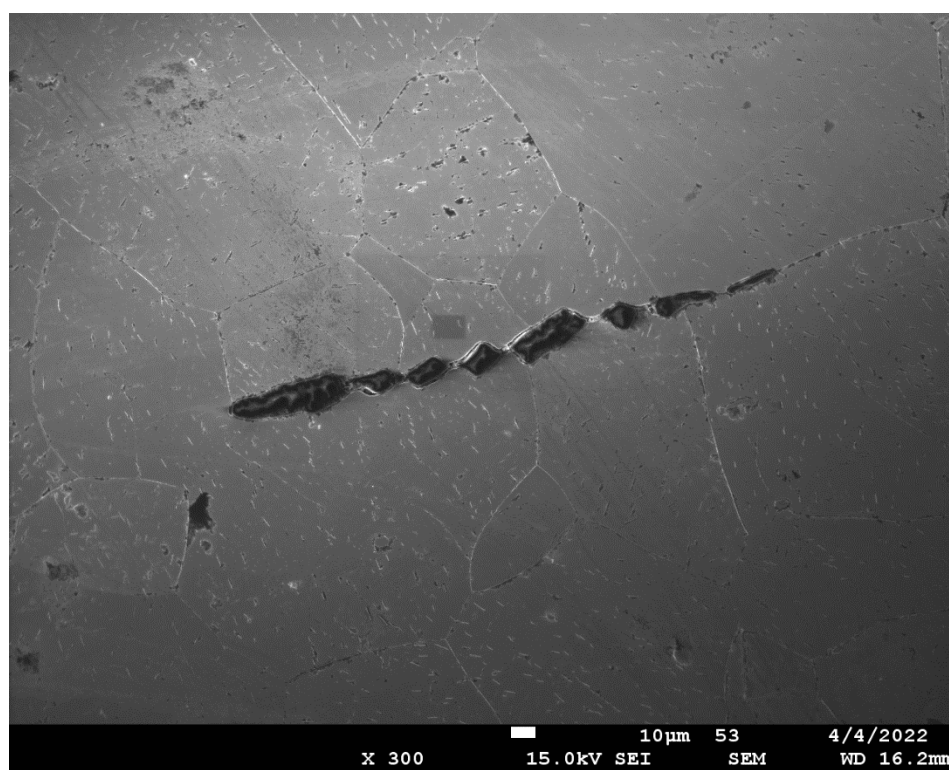
Obr. 158: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu kyslíku



Obr. 159: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu draslík



Obr. 160: Hrot č. 53 vměstek č.1, oblast výskytu hliníku



Obr. 161: Hrot č. 53 vměstek č. 2 (300x)

12 Diskuze výsledků

Hrot č. 4 má tvar univerzálního bodkinu s uchycením pomocí tulejky. Obsahoval feritickou strukturu, která byla převážně jemnozrná s velikostí zrna okolo G7 a tvrdostí okolo 134 HV1. Dále hrot obsahoval pozůstatky dendritické struktury s tvrdostí okolo 166 HV1 a vměstky, které vykazovaly dendritickou strukturu. Matrice hrotu byla tvořena čistým feritem.

Hrot č. 8 má tvar hrotu s křídélky s uchycením pomocí tulejky. Obsahoval převážně perlitickou strukturu s velikostí zrna okolo G7. V rámci souboru všech hrotů zde byla naměřena nejvyšší tvrdost 216 HV1. V hrotu byly nalezeny kovářské svary a matrice byla tvořena téměř čistým perlitem a feritem.

Hrot č. 15 má tvar rombického hrotu s uchycením pomocí trnu. Obsahoval feritickou strukturu a velikost zrn zde byla heterogenní s průměrnou velikostí zrna okolo G6. Tvrdost feritu se pohybovala okolo 125 HV1. Dále byly uvnitř zrn ferity nalezeny drobné precipitáty, které se skládají z uhlíku a železa. Matrice hrotu byla tvořena téměř čistým feritem.

Hrot č. 26 má tvar rombického hrotu s uchycením pomocí trnu. Obsahoval feritickou strukturu a v rámci místa výbrusu byla nalezena vysoce hrubá struktura s tvrdostí okolo 164 HV1, která byla zakována do zbytku materiálu při výrobě, dále hrot obsahoval vysoké množství kovářských svarů. Struktura feritu byla převážně jemnozrná s velikostí zrna okolo G8 a s tvrdostí okolo 147 HV1. Po hranicích zrn feritu byly nalezeny drobné precipitáty skládající se z uhlíku a železa. Matrice hrotu byla tvořena téměř čistým feritem.

Hrot č. 46 má tvar hrotu s křídélky s uchycením pomocí tulejky. Struktura hrotu byla feritická a v rámci souboru hrotů má tento hrot nejjemnější zrna s velikostí okolo G9. Jemnost zrn neměla značný vliv na tvrdost, která se pohybovala okolo 130 HV1. Dále byly po hranicích zrn nalezeny drobné precipitáty, které se skládají z uhlíku a železa. Matrice hrotu byla tvořena téměř čistým feritem.

Hrot č. 47 má tvar rombického hrotu s uchycením pomocí trnu, obsahoval feriticko-perlitickou strukturu. Je zde patrné vyřádkování perlitu. Tvrdost se pohybovala okolo 150 HV1 s velikostí zrn okolo G6. Matrice hrotu byla tvořena téměř čistým perlitem a feritem.

Hrot č. 53 má tvar rombického hrotu s uchycením pomocí tulejky, obsahoval feritickou strukturu. Z hlediska velikostí zrn byl tento hrot nejvíce homogenní s velikostí zrna okolo G4 a tvrdostí okolo 100 HV1. Uvnitř zrn feritu byly nalezeny drobné precipitáty, které mají stejný charakter jako v případě hrotu č. 15. Matrice hrotu byla tvořena téměř čistým feritem.

V rámci všech hrotů byly zkoumány i vměstky, které byly hodnoceny z hlediska tvaru a z hlediska chemického složení. Nejčastějším typem vměstku byl typ C – silikát a hlinitokřemičitan.

13 Závěr

V této práci bylo celkem popsáno 7 hrotů, které pochází z nálezové oblasti Hradec u Němčic. Výroba hrotu č. 4 je odhadována na 14. – 15. století a výroba hrotů č. 8, 15, 26, 46, 47 a 53 je odhadována na 10. století.

V rámci studia hrotů byly použity analýzy pomocí světelného mikroskopu a řádkovacího elektronového mikroskopu ke studiu mikrostruktury, stanovení zdánlivé velikosti zrna a určení chemického složení vybraných útvarů.

Prvním úkolem bylo provést rozdělení hrotů z hlediska jejich tvaru a použití. Ve čtyřech případech se jednalo o rombické hroty. Uchycení pomocí tulejky bylo pouze u hrotu č. 53, ostatní hroty měly uchycení pomocí trnu (hrot ř. 15, 26 a 46)

Hlavním úkolem této bakalářské práce bylo popsat mikrostrukturu jednotlivých hrotů. Nejčastější struktura hrotů byla feritická, a to v 5 případech (hrot č. 4, 15, 26, 46 a 53). Feriticko-perlitická struktura se vyskytovala u hrotu č. 47 a převážně perlitická struktura u hrotu č. 8.

V rámci hodnocení hrotu č. 26 byla potvrzena teorie o recyklaci oceli v době středověku vzhledem k nalezení velmi hrubé struktury, která byla zakována do zbytku materiálu hrotu a vzhledem k přítomnosti kovářských svarů.

Cíle této práce byly splněny a výsledky budou sloužit jako zdroj informací dalších v etapách výzkumu hrotů z nálezové oblasti Hradec u Němčic.

Seznam použitých zdrojů

- [1] KAŠPAR, J. Technologie výroby a zpracování středověkých hrotů střel. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010.
- [2] LUMEN LEARNING. The Bronze Age Boundless Art History. [online]. [Citace: 2021-09-05.] dostupné z <https://courses.lumenlearning.com/boundless-arthistory/chapter/the-bronze-age/>.
- [3] MIDOL S.R.O.. Bronz. www.kluznaloziska.cz [online]. Brno [cit. 2021-09-05.] dostupné z <https://tempwebmiumusersrecovery.blob.core.windows.net/users/113792/assets/39de440e983b25cf0e962c87b87901db/masivnibronz.pdf>.
- [4] BARRY, B.T.K. Britannica. [Online] Encyclopedia Britannica. [Citace: 2021-09-09.] dostupné z <https://www.britannica.com/technology/tin-processing/Pewter>.
- [5] KIENLIN, T. rühes Metall im nordalpinen Raum. Eine Untersuchung zu technologischen und kognitiven Aspekten früher Metallurgie anhand der Gefüge frühbronzezeitlicher Beile. Bonn: Universitätsforschungen zur prähistorischen Archäologie, 2008. ISBN 978-3-7749-3410-8.
- [6] KULPERS, M. Bronze Age metalworking in the Netherlands (C. 2000 - 800BC). Leiden: Leiden University, 2008. ISBN 978-90-8890-015-0.
- [7] OTTAWAY, B.S. a ROBERTS, B. The Emergence of Metalworking. www.academia.edu [online] [cit: 2021-09-09.] dostupné z https://www.academia.edu/419267/The_Emergence_of_Metallurgy
- [8] COINTART.NET. Ancient weapons, [Online] 2007. [Citace: 2021-09-09.] dostupné z http://www.coinart.net/Bronze_points3.htm.
- [9] SOUKUPOVÁ, V. a STRÁNSKÝ, K. Tajemství dávného železa Archeometalurgie objektivem mikroskopu. Brno: Technické muzeum v Brně: 2008. ISBN 978-80-86413-54-9.
- [10] CHARVÁT, P. Zpracování železa v písemných pramenech českého středověku do počátku 14. století.: Archeologické rozhledy, 1985. stránky 181-185.
- [11] SOAR, H.D.H. Secrets of the english war bow. Pennsylvania: Westholme Publishing, 2006. str. 246.
- [12] COLE, H. [Online] 2010. [Citace:-2010-05-27.] dostupné z <http://www.evado.co.uk/Hector%20Cole/Arrowheads/album/index.html>.
- [13] MACHOLDOVÁ, R. Územní rozšíření šipek s trnem. Brno: Filozofická fakulta Masarykovy univerzity Ústav archeologie a muzeologie, 2010.
- [14] SEBESTYÉN, K. A sagittis Hunfororum: Dolgozatok, 1932. stránky 167-226.
- [15] KOSMAČ, A. worldstainless.org. [Online] 2009. [Citace: 2021-09-09.] dostupné z https://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/Euro_Inox/Electropolishing_CZ.pdf. ISBN 978-2-87997-319-7.
- [16] MACEK, K., STARÝ, V. a HNILICA, F. Experimentální metody v materiálovém inženýrství. Praha: České vysoké učení technické v Praze, Nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 978-80-01-03934-2.
- [17] ČSN ISO 4967. Ocel – Stanovení obsahu nekovových vměstků – Mikrografická metoda využívající normovaná zobrazení. Praha: Český normalizační institut, 2021.

- [18] BERGMANOVÁ, P. Hodnocení kritické velikosti vměstků ve vysokopevných ocelí z hlediska iniciace únavových trhlin. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, 2018.
- [19] PLUHAŘ, J. a kol., Nauka o materiálech. Praha: SNTL – nakladatelství technické literatury Alfa, 1989. ISBN 04-205-89
- [20] VOJTĚCH, P. Přednášky z předmětu ZME. [Online] Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, 2020. [Citace: 2021-09-09.] dostupné z <https://portal.zcu.cz/portal/studium/courseware/kmm/zme>.
- [21] ČSN EN ISO 643. Ocel – Mikrografické stanovení zdánlivé velikosti zrn. Praha: Český normalizační institut, 2021.
- [22] JANDOŠ, F., ŘÍMAN, R. a GEMPERLE, A. Využití moderních laboratorních metod v metalografii. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1985.
- [23] STRUERS INC. Spotřební materiál. Struers.com [Online] [Citace: 2022-03-30.] dostupné z https://e-shop.struers.com/CZ/CS/products/Polishing/Diamond_Suspensions.
- [24] VANDER, G. F., ed. ASM handbook. Volume 9, Metallography and microstructures. Materials Park: ASM International, 2004. ISBN 0-87170-706-3.