

Radwan, Mieczysław

Dalsze próbne wytopy w piecykach dymarskich typu świętokrzyskiego

Kwartalnik Historii Nauki i Techniki 9/3-4, 365-373

1964

Artykuł umieszczony jest w kolekcji cyfrowej Bazhum, gromadzącej zawartość polskich czasopism humanistycznych i społecznych tworzonej przez Muzeum Historii Polski w ramach prac podejmowanych na rzecz zapewnienia otwartego, powszechnego i trwałego dostępu do polskiego dorobku naukowego i kulturalnego.

Artykuł został zdigitalizowany i opracowany do udostępnienia w internecie ze środków specjalnych MNiSW dzięki Wydziałowi Historycznemu Uniwersytetu Warszawskiego.

Tekst jest udostępniony do wykorzystania w ramach dozwolonego użytku.



Mieczysław Radwan

DALSZE PRÓBNE WYTOPY W PIECYKACH DYMARSKICH TYPU ŚWIĘTOKRZYSKIEGO *

Zgodnie z sugestią wypowiedzianą na sesji sprawozdawczej Zespołu Historii Polskiej Techniki Hutniczej i Odlewniczej w styczniu 1963 r.¹, zdecydowano się na przeprowadzenie dalszych próbnych wytopów w Słupi Nowej, tym razem z rudą wysokofosforową². Rudę taką (z powiatu kaliskiego) otrzymano dzięki uprzejmości dyrekcji Kopalni Rudy Darniowej w Grodzisku pod Częstochową. Wytopy odbyły się 26—27 sierpnia 1963 r.

Projekt piecyków opracowany został na podstawie zebranych przez K. Bielenina tzw. cegieł z górnej obudowy pieców, dość dobrze zachowanych zwłaszcza na stanowiskach w Świętokrzyskim Parku Narodowym³. Zbudowano przy tym dwa piece: piec R z nowych cegieł specjalnie na ten cel wykonanych przez Muzeum Archeologiczne w Krakowie oraz piec B — z cegieł starych, pochodzących z próbnych pieców z 1962 r. Różnice w wymiarach cegieł spowodowały pewne różnice w wymiarach pieców (ryc. 1). Główne wymiary ustalono na podstawie wielu pomierzonych kłoców żużla z piecyków świętokrzyskich oraz na podstawie znalezionych cegieł.

Główne wymiary pieców były następujące (w mm):

	Piec B	Piec R
Srednica pieców na poziomie otworów dyszowych d	395	410
Srednica na poziomie gardzieli d_1	275	335

* Por. notatkę o tych wytopach w nrze 1/1964 „Kwartalnika“ (s. 158) oraz omówienie pierwszej serii takich badań w artykule: R. Pleñner i M. Radwan *Polsko-czechosłowackie doświadczenia wytopu żelaza w dymarkach z okresu rzymskiego* w nrze 3/1962 „Kwartalnika“.

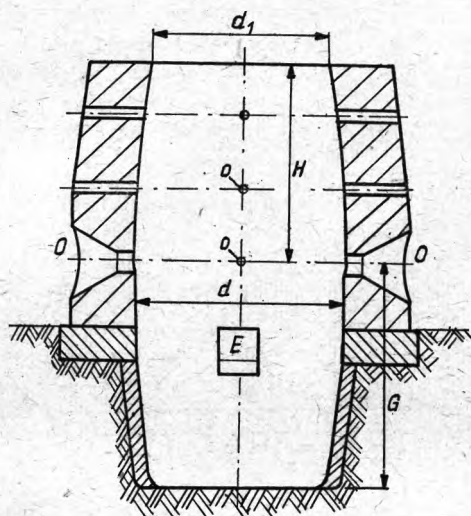
¹ Por. sprawozdanie z konferencji w nrze 3/1963 „Kwartalnika“.

² Osobom współpracującym: inż. J. Zimmemu (protokołowanie doświadczeń), drowi inż. A. Mazurowi (pomiar temperatur i opracowania metaloznawcze), mgr inż. E. Nosek (pomiar gazów i opracowania metalograficzne), drowi inż. S. Knapikowi (regulowanie i pomiary dmuchu), drowi inż. W. Różańskiemu (obserwacje biegu pieców), mgrowi inż. F. Brataszowi i drowi M. Rachtanowi (analizy chemiczne), drowi inż. W. Plichowi i mgrowi inż. T. Stopce (separacja magnetyczna), drowi A. Nyklińskiemu (analiza matematyczna), drowi K. Bieleninowi (budowa pieców i zdjęcia fotograficzne), H. Spelakowi (organizacja w terenie, mielerz i prażak), tą drogą wyrażam podziękowanie.

³ Por.: K. Bielenin, *Starożytne hutnictwo żelaza rejonu Gór Świętokrzyskich*. Maszynopis pracy doktorskiej, 1963.

	Piec B	Piec R
Wysokość od osi otworów dyszowych do gardzieli H	430	400
Głębokość od osi otworów dyszowych do dna G (nie odgrywała ona w badaniach istotnego znaczenia)	290	430
Grubość ścianek górnej obudowy	110	130

Stosowanie przez dawnych hutników otworu dolnego E stwierdzono na podstawie śladów na nierozbitych klocach, niekiedy w postaci tzw. fajek. Poza tym otworem i otworami dyszowymi O przewidziano w trzech poziomach po cztery otwory o — dla pomiarów temperatury i pobierania gazów dla analizy.



Ryc. 1. Piecyki dymarskie typu świętokrzyskiego zbudowane dla próbných wytopów w sierpniu 1963 r.

O — otwory dyszowe; o — otwory pomiarowe; E — otwór dolny pomocniczy; d — średnica na poziomie otworów dmuchowych; d_1 — średnica gardzieli; H — wysokość od osi otworów dyszowych do gardzieli; G — głębokość od osi otworów dyszowych do dna

Сыродутные горны свентокржиского типа построенные для экспериментальных выплавок железа в августе 1963 г.

O — фурменные отверстия; o — отверстия для измерений; E — нижнее вспомогательное отверстие; d — диаметр горна на уровне фурменных отверстий; d_1 — диаметр колошника; H — высота от осей фурменных отверстий до колошника; G — глубина от осей фурменных отверстий до дна

Bloomery kilns of the Santa Cross (Holy Cross) type constructed for experimental smelting in August, 1963

O — tuyere openings; o — measuring opening; E — lower auxiliary opening; d — diameter at the level of tuyere centrelines; d_1 — throat diameter; H — height from tuyere centrelines to throat; G — depth from tuyere centrelines to bottom



Рис. 2. Widok piecyków gotowych do wygrzewania, w głębi dymiący mielerz
(Fot. K. Bielenin)

Общий вид сыродутных горнов в состоянии готовности к выплавке, на заднем
плане — дымящая куча
(Фото К. Беленин)

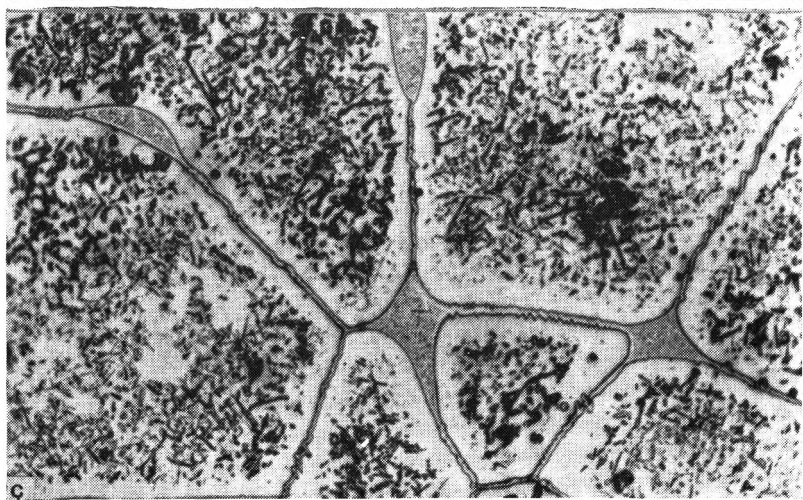
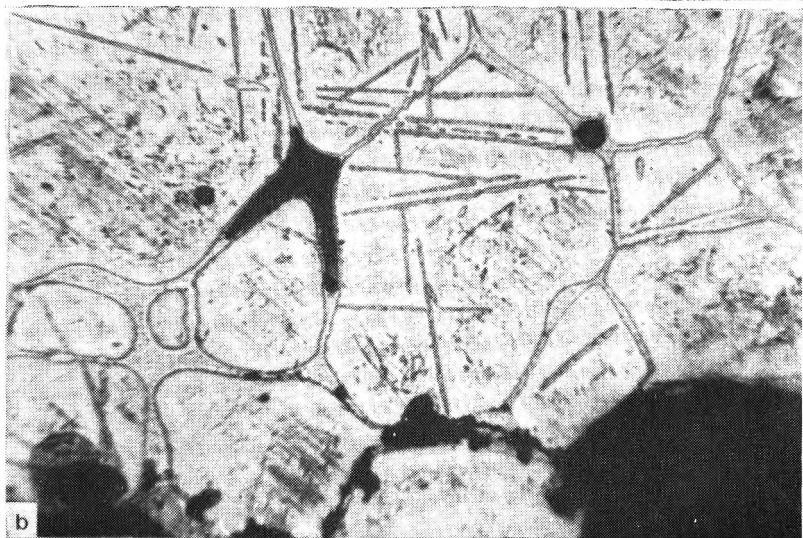
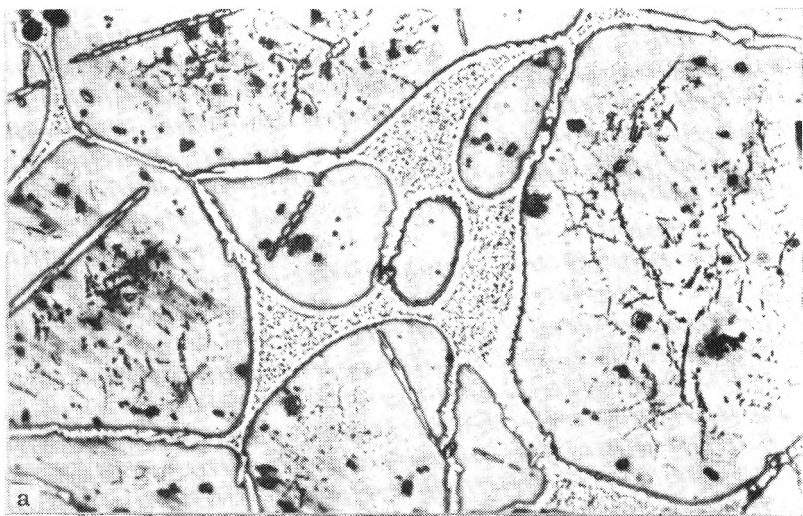
View of kilns ready for heating, a smoking charring heap in the background
(Phot. by K. Bielenin)



Рис. 3. Ogólny widok stanowiska pomiarowego
(Fot. K. Bielenin)

Общий вид измерительного поста
(Фото К. Беленин)

General view of the measuring stand
(Phot. by K. Bielenin)



Zbryloną rudę rozdrobniono ręcznie i przesiano przez sita o oczkach kwadratowych (5 mm), po czym poddano ją normalnemu przeprażeniu na stosie.

Analiza rudy surowej dała wyniki (w %):

Fe _{całk}	Fe ₂ O ₃	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	S _{całk}	MnO	P ₂ O ₅	straty
32,20	44,44	1,44	32,28	5,69	0,56	śląd	0,53	0,95	4,40	10,70

Sprowadzone z lasu szczapy sosnowe poprzecinano do długości ok. 0,5 m i przerabano. Mielerz zbudowano według wzorów starożytnych: na zagłębionym placu ustawiono szczapy pochylone ku środkowi w dwa „piętra“. Stos ten okryto gałązkami jedliny, słomą, chwastami, mchem, a w końcu ziemią, pozostawiając otwór na górze oraz trzy otwory na obwodzie u dołu dla doprowadzania powietrza i sterowania jego dopływem (ryc. 2, w głębi na prawo). Mielerz zapalono przez otwór górny; zwęglanie trwało ok. 30 godzin. Jakość węgla, choć nie zawsze jednako, przeważnie była bardzo dobra.

Wyrzwanie pieców przeprowadzano zrazu przy nie zasłoniętych otworach: dyszowych i dolnym, początkowo tylko drzazgami, potem drwami, wreszcie z domieszką węgla. Po rozżarzeniu się węgla, co nastąpiło po 5 godzinach od chwili rozpalenia, całą pojemność pieców wypełniono węglem drzewnym i przystąpiono do ich tzw. zadekowania przez zamknięcie wszystkich otworów oraz gardzieli. Po 6—7 godzinach tak wygrzane piece były gotowe do zadmuchania.

Ryc. 4. Zdjęcia mikroskopowe (powiększenie 500-krotne) szlifów krupinek metalu z pieca B. Zdjęcia wykonane w Katedrze Metalografii Akademii Górniczo-Hutniczej, opracowanie: A. Mazur i E. Nosek

a — Po granicy ziarn ferrytu wystąpiła eutektyka fosforowa; ziarna ferrytu bez wyraźnych wydzielin. *b* — Przy mniejszej ilości eutektyki fosforowej widoczne są wydzielenia fosforków wtórnych w postaci dużych igieł. *c* — Oprócz eutektyki fosforowej w postaci siatki po granicach ziarn widoczne są drobne wydzielenia fosforków z przesyconego roztworu stałego

Микрофотография шлифов зерен металла из горна В (увеличено в 500 раз). Снимок сделан в кафедре металлографии Краковской Горно-металлургической академии, разработка: А. Мазур и Э. Носек

a — На границах зерен феррита выступила фосфорная эвтектика. Зерна феррита без заметных выделений, *b* — При меньшем количестве фосфорной эвтектики заметны выделения вторичных фосфидов в виде крупных игол, *c* — Кроме фосфорной эвтектики в виде сетки, на границах зерен видны мелкие выделения фосфидов из пресыщенного твердого раствора

Micrographs (500-fold enlargement) of grain sections from kiln R. Photograph made at the Chair of Metallography at the Mining and Metallurgical Academy in Cracow, elaborated by A. Mazur and E. Nosek

a — Past the ferrite grains border phosphoric eutectic mixture appearing. Ferrite grains without distinct secretions. *b* — At lower phosphoric eutectic mixture quantities, secondary phosphoric secretions visible in form of big needles. *c* — Besides phosphoric eutectic mixtures in form of grid, minute phosphoric secretions out of firm supersaturated solution visible

Urządzenie dmuchowe składało się z dwóch wentylatorów napędzanych silniczkami prądu zmiennego i dwóch autotransformatorów o płynnej regulacji napięcia po stronie wtórnej od 0 do 220 V. Ilość dmuchu odczytywano z wykresu wydajności: wynosiła ona 15—30 Nm³/godz. z każdego wentylatora. Ten sposób wtłaczania powietrza do pieców odbiegał oczywiście od prototypu starożytnego, dostarczając dmuch równy, regulowany jedynie szybkością schodzenia nabójów w piecu.

W piecu R dnia 26 VIII o godz. 8.20 doładowano węgiel do poziomu gardzieli i uruchomiono dmuch. O godz. 8.32 zasypano pierwszy nabój rudy w ilości 1 kg. Od tego momentu co kilka minut ładowano nabój składający się z ok. 1 kg rudy oraz ok. 1 kg węgla; średnio ładowano 7,5 kg węgla na godzinę. Do godz. 16.51 załadowano ogółem 67 kg węgla i 75 kg rudy, po czym doładowano 7 kg węgla. O godz. 18.25 wyłączono dmuch, a piec z całą zawartością zadekowano. Rozbiórkę pieca przeprowadzono dnia następnego.

W piecu B dnia 27 VIII po uzupełnieniu węgla do poziomu gardzieli o godz. 8.50 zasypano pierwszy nabój rudy, uruchamiając jednocześnie dmuch. Do godz. 13.30 załadowano 33 kg węgla i 21 kg rudy. Ostatni nabój rudy zasypano już o godz. 10.10, a dmuch zatrzymano o godz. 11.30, a więc przez dwie godziny piec pozostawał na dmuchu naturalnym. Po przestudzeniu pieca wyjęto całą jego zawartość.

Do pomiarów temperatur (ryc. 3) użyto termopary (Pt-PtRh) o średnicy 0,5 mm i długości 1,0 m z potencjometrem. Zastosowano przy tym osłonę z rurki kwarcowej o średnicy 6 mm pokrytej z zewnątrz emulcją SiC. Dla każdego pieca przeprowadzano pomiary w 24 punktach — przez otwory o — na trzech poziomach w czterech punktach przekrojów: przy ścianie, w odległości od ścianki $1/8 d$ i $1/4 d$ oraz na osi pieców.

Na ogół temperatury uzyskiwane w czasie obecnych próbnich wytopów były niższe, niż przy poprzednich wytopach, ale charakter rozrzutu na wszystkich poziomach pomiarowych był podobny. Jak można wnosić z ryc. 5, bieg pieców był tzw. obrzeżny, tj. najwyższe temperatury układały się w pobliżu ścianek, gdzie od czasu do czasu temperatura przekraczała 1400°. Tak wysoka temperatura ma odpowiednik historyczny w śladach tzw. cegieł górnej obudowy: wtedy właśnie tworzyło się szklivo i struktura „spieniona“. Tym razem udało się dobrze poza tym stwierdzić koncentryczny układ temperatur, mniej więcej jednakowej wysokości na obwodzie.

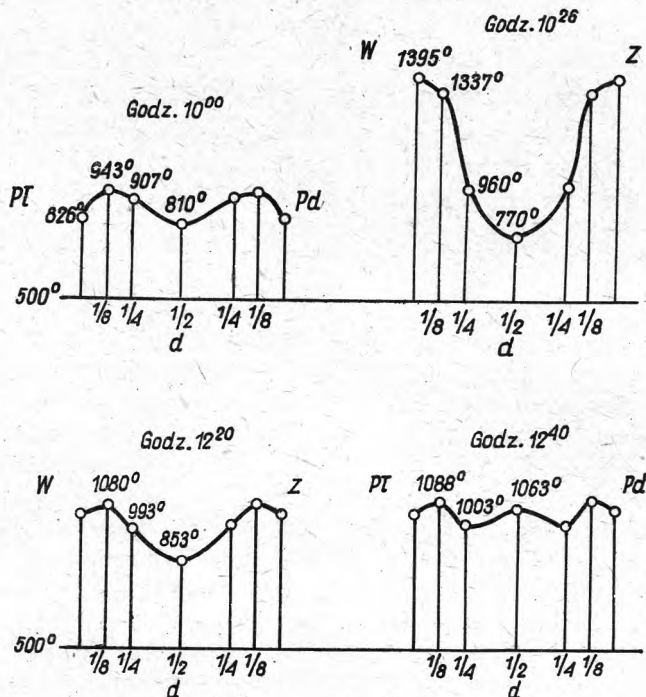
Skład gazów ustalano aparatem Orsata. Zawartość gazu CO na poziomie I (13 cm ponad osiami dysz) utrzymywała się w granicach 24—26%, a w poziomie gardzieli — w granicach 16—18%. Świadczyło to, że w piecach występowała atmosfera redukcyjna.

Całą zawartość pieca R pozostawiono w zbiorach Muzeum Starożytnego Hutnictwa w Słupi Nowej, natomiast zawartość pieca B przeznaczono dla badań laboratoryjnych.

W szczególności wydobyto kilka krupinek metalu dla badań metaloznawczych. We wszystkich krupinkach wystąpiła eutektyka fosforowa (mieszanina fosforków z żelazem) po granicach ziarn (ryc. 4). Mikro-twardość eutektyki fosforowej jest wysoka i ona to powoduje tzw. kruchość na zimno, znaną w dawnej literaturze jako „zimnokruch“.

Pozostałą ilość masy ożużłonej, wyjętej z pieca, poddano skruszeniu i rozdzieleniu magnetycznemu. Ponieważ skład chemiczny rudy z góry

wskazywał, że uzysk żelaza metalicznego będzie niski, rozdzielanie magnetyczne miało dostarczyć materiału, który mógłby naświetlić zjawisko przechodzenia fosforu do żelaza i do żużla. W tym celu całą ilość masy ożulonej poddano zmieleniu do ziarnistości max. 1 mm i pomniejszeniu przez tzw. dwukrotne kwartowanie. Jedną porcję w ilości 5,2 kg poddano



Ryc. 5. Rozkład temperatur dn. 26 VIII 1963 w piecu R na poziomie I, tj. 13 cm ponad osiami otworów dyszowych, w przekrojach wzdłuż osi dysz (W-Z) lub prostopadłych do tych osi (Pt-Pd)

Зоны температур установленные 26 августа 1963 г. в печи R на уровне I, т. е. на высоте 13 см от осей фурменных отверстий, в разрезах по осям фурм (W—Z) или перпендикулярно к ним (Pt—Pd)

Distribution of temperatures in kiln R (on the 26th of August, 1963) at Level I, i.e. 13 cm above tuyere centrelines, in sections along tuyere centrelines (W—Z) or perpendicular to same (Pt—Pd)

znowu podwójnemu kwartowaniu, a otrzymaną frakcję w ilości 1,3 kg zmielono do ziarnistości 0,2 mm i połowę jej przeznaczono na rozdzielanie magnetyczne na mokro. Tę ostatnią porcję rozdzielono na cztery frakcje: 1.1 — bardzo silnie magnetyczną, 1.2 — silnie magnetyczną, 1.3 — słabo magnetyczną, 1.4 — niemagnetyczną. Wyniki analizy chemicznej tych frakcji podane są w tablicy I (w %).

Tablica I

Nr frakcji	Masa frakcji		Fe _{całk}	Fe ₂ O ₃	FeO	Fe _{met}	P ₂ O ₅	P
	w g	w % całej porcji						
1.1	150	25,3	48,80	14,11	39,22	8,44	4,76	2,08
1.2	45	7,6	43,58	11,88	40,37	3,97	5,29	2,31
1.3	48	8,1	36,97	9,16	37,82	1,24	5,93	2,59
1.4	350	59,0	35,65	6,55	39,27	0,62	7,45	3,25
Razem	593	100,0						

Sądząc ze stosunku FeO do Fe₂O₃, można by wnosić, że redukcja zaszła dość daleko, ale nie była zakończona. Uzysk Fe metalicznego z rudy, która zawierała 32,20% Fe przy 32,28% krzemionki, mógł być minimalny. W istocie wyniósł on 7,5% brutto i można by go uznać za dostateczny.

Już wstępna analiza graficzna (ryc. 6) wskazała, że w miarę zmniejszania się zawartości Fe_{met}, we frakcjach od 1.1 do 1.4 zawartość fosforu wzrastała z 2,08 do 3,25%, podobnie jak zawartość krzemionki z 23,2 do powyżej 40%.

Dla ustalenia korelacji między fosforem związanym z Fe i z masą żuźlową przeprowadzono próbę analizy matematycznej. W tym celu masy składników z tablicy I rozdzielono na grupy: Fe_{met}, P oraz masa żuźlowa jako reszta. Na tej podstawie sporządzono bilans fosforu oddzielnie dla każdej frakcji, oznaczając procentową zawartość fosforu w masie metalu przez x , a w masie żuźlowej przez y , procentową zawartość Fe_{met} w danej frakcji przez A , a procentową zawartość fosforu przez P . Bilans fosforu wyrazi się wtedy równaniem:

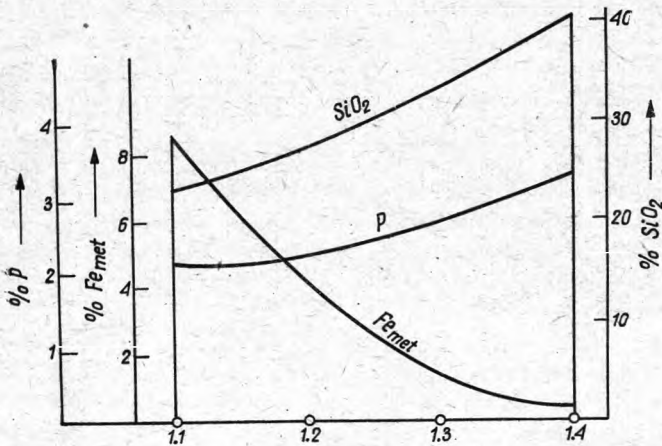
$$Ax + \left(100 - A - \frac{Ax}{100}\right)y = 100P \quad (1)$$

Po ustaleniu na podstawie tablicy I takich równań dla każdej frakcji założono na początek, że współczynniki x i y są jednakowe we wszystkich równaniach. Przyjmując następnie x i y za niewiadome, rozwiązano kolejno parami po dwa równania. Z 6 możliwych kombinacji otrzymano po 6 wartości dla x i y , co oznaczało, że wielkości te w każdej frakcji są różne w zależności od składu chemicznego.

Przy pomocy wykresów stwierdzono zależność współczynników x i y od zawartości Fe_{met} w danej frakcji, przy czym zmienną tę oznaczono przez u . Na tej podstawie udało się przy udziale Katedry Matematyki AGH ułożyć przybliżone równania hiperboli dla obu parametrów:

$$x = \frac{M_1 u}{N_1 u + R_1} \quad y = \frac{M_2 u}{N_2 u + R_2} \quad (2)$$

Pozwoliło to na wyznaczenie korelacji $x : y$, którą przedstawia ryc. 7, pokazując krzywe $x : y$ w funkcji u dla krańcowych przypadków. Wykres ten obrazuje zjawiska, które obserwujemy w rzeczywistości. Obszar za-



Ryc. 6. Wstępna analiza graficzna tablicy I

Предварительный графический анализ таблицы I

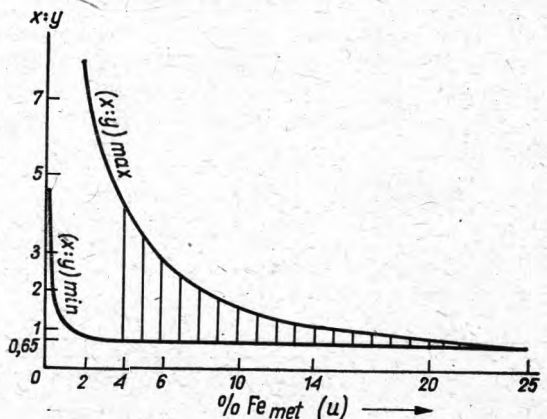
Preliminary graphical analysis of Table I

kreskowany odpowiada starożytnej technice dymarskiej. Rozrzut zależny jest od postaci, w jakiej występują tlenki fosforu w rudzie. Obszar na lewo od zakreskowanego odpowiada rudom biednym z dużą zawar-

Ryc. 7. Przepuszczalny wykres korelacji fosforu w metalu i żużlu

Предполагаемая диаграмма корреляции фосфора в металле и шлаке

Probably Diagramme of Phosphorus Correlation in Metal and Slag



tością SiO_2 i niskim Fe, obszar na prawo — rudom bogatym w Fe i z małą zawartością SiO_2 , przy czym $x : y$ zbliża się wtedy asymptotycznie do wielkości 0,65.

Metoda, którą zastosowaliśmy do interpretacji wyników, została wypracowana w toku badań laboratoryjnych. Obecnie istnieje konieczność powtórzenia doświadczenia z rudą bogatą w Fe i o ograniczonej zawartości krzemionki.

НОВЫЕ ОПЫТЫ ПО ВЫПЛАВКЕ ЖЕЛЕЗА В СЫРОДУТНЫХ ГОРНАХ СВЕНТОКШИСКОГО ТИПА

В 1963 г. была проведена очередная опытная выплавка железа в сыродутных горнах свентокшиского типа¹. Цель этого эксперимента — определение прохождения фосфора в шлак и металл. В качестве исходного сырья была применена руда с более высоким содержанием фосфора, чем при предыдущих опытах, и довольно неблагоприятным соотношением других компонентов: Fe — 32,20% и SiO₂ — 32,28%, P₂O₅ — 4,4%. Выход железа был получен, разумеется, небольшой, но не в этом состояла главная задача опыта.

Экспериментальная выплавка производилась одновременно в двух горнах с искусственным дутьем. Измерения температур показали, что также и в этом случае они не отличались от температур, установленных во время первых выплавов: самая высокая температура обычно выступает на расстоянии 1/8 диаметра от стенок. С помощью анализа газов на уровне 13 см. от осей фурм установлено, что в них содержится 24—36% CO.

Содержание одного из горнов после его разборки и охлаждения было измельчено, усреднено путем квартования и подвергнуто магнитной сепарации. На таблице I приведены результаты сепарации и их химический анализ. Фракция 1.1 — сильно магнитна, 1.2 — магнитна, 1.3 — слабо магнитна и 1.4 — немагнитна.

Для каждой фракции на основании таблицы I был определен баланс фосфора в виде уравнения (1), где x — процентное содержание фосфора в массе металла, y — процентное содержание фосфора в шлаковой массе, A — процентное содержание Fe металлического в данной фракции, P — процентное содержание в ней фосфора. С помощью математического анализа определена зависимость x и y от содержания Fe металлического, после чего вычислено соотношение $x : y$ или т. н. корреляция. Как видно из рис. 7, в тех случаях когда в руде находится большое количество Fe и мало SiO₂, это соотношение асимптотически приближается к величине 0,65. Полученный результат надо еще раз проверить экспериментальным путем, для чего при следующей выплавке будет применена руда с более высоким содержанием Fe и наименьшим содержанием SiO₂.

FURTHER EXPERIMENTAL SMELTING IN SANTA CROSS (HOLY CROSS) TYPE KILNS

The subsequent iron smelting performed in 1963 in bloomery kilns of the Santa Cross (Holy Cross) type was meant for checking the transition of phosphorus into slag and metal². The experiment has been carried out with ore of increased contents of this component than before, at comparatively unfavourable other conditions: Fe — 32.2% and SiO₂ — 32.28%, P₂O₅ — 4.4%. It was clear that the yield would be insignificant, but this was not the main purpose of the experiment.

¹ См.: Р. Плайнер, М. Радван, Польско-чехословацкие опыты по выплавке железа в сыродутных горнах римского периода. „Квартальник истории науки и техники”, № 3/1962.

² See: R. Pleiner, M. Radwan, *Polish-Czechoslovakian Experiments with Iron Smelting in Kilns from the Roman Period*, „Kwartalnik Historii Nauki i Techniki“ (Quarterly Journal of the History of Science and Technology“), No. 3/1962.

The experiment has been effected (in parallel in two kilns) with artificial blast. Measurements of temperatures showed that the latter did not differ from those at previous smelting: the highest ones used to prevail at a distance amounting to one eighth of the diameter away from the walls. The analysis of gases at a level of 13 cm from tuyeres centrelines showed from 24% to 26% CO.

After its having been broken out and cooled down, the whole of the contents of one of the kilns has been ground, averaged by quartering it and subjected to magnetic separation. Results of the separation as well as the chemical analysis are shown in Table I. Fraction No. 1.1 is strongly magnetic, 1.2 magnetic, 1.3 weakly magnetic, and 1.4 non-magnetic.

On the basis of Table I phosphorus balance in the form of an equation (1) has been prepared for each fraction, with determining by x the percentage of phosphorus contents in the metal mass, and by y in the slag mass, while A means the metallic Fe contents in the fraction concerned, P the phosphorus contents in same. Further mathematical analysis made it possible to establish dependence of x and y from the metallic Fe contents. Eventually the $x:y$ or the so-called correlation has been calculated. Fig. 7 shows that with ores richer in Fe and leaner in SiO_2 this ratio asymptotically approaches the 0.65 value. It is advisable to check this result by further experimenting with ores of higher Fe and possibly lowest SiO_2 contents.