

# RÓMAI KORI EZÜSTTÁRGYAK ELŐÁLLÍTÁSÁNAK REKONSTRUÁLÁSA RONCSOLÁSMENTES RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLATTAL

## RECONSTRUCTION OF PRODUCTION METHODS OF SILVER ARTEFACTS FROM THE ROMAN AGE USING A NON-DESTRUCTIVE X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE

MERTINGER VALÉRIA<sup>1</sup>, BENKE MÁRTON<sup>2</sup>, VÍZER ZSUZSANNA<sup>3</sup>, SEPSI MÁTÉ<sup>3</sup>,  
KÁRPÁTI VIKTOR<sup>3</sup>

<sup>1-3</sup>Miskolci Egyetem, Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, Archaeometallurgical Research  
Group of University of Miskolc, H3515 Miskolc-Egyetemváros

E-mail: [femvali@uni-miskolc.hu](mailto:femvali@uni-miskolc.hu), [fembenke@uni-miskolc.hu](mailto:fembenke@uni-miskolc.hu)

### Abstract

*A non-destructive X-ray diffraction method for archaeological finds was developed using our experience of decades in the field of practical modern age metal technologies. Cold formed and annealed model samples were prepared. Residual stress, full width at half maximum (FWHM), Bragg-angle and texture were determined on the model samples. The correlation between the determined parameters and the underlying physical metallurgical processes was established based on the performed examinations. Applying these fundamental correlations, the production technology of one of the silver platters of the so called Sabač finds and the wash basin of the Seuso treasure is interpreted based on results of the performed examinations. The indirect aim of the examinations is the interpretation of our results, obtained during the large scale examination series performed on seven silver vessels of the Seuso treasure in the framework of collaboration with the Institute for Geological and Geochemical Research, Research Centre for Astronomy and Earth Sciences, Hungarian Academy of Sciences, based on validated results.*

### Kivonat

*Az újkori fémtechnológia gyakorlatban szerzett több évtizedes tapasztalatainkat felhasználva dolgoztunk ki egy roncsolásmentes röntgendiffrakciós vizsgálati módszert régészeti tárgyak vizsgálatára. Hidegen alakított és különböző mértékig lágyított ezüst lemez modellanyagot készítettünk. A modellanyagon roncsolásmentes módon meghatároztuk a maradó feszültséget, a félérték-szélességet, a Bragg-szög értékét, a textúra mérőszámot. A modellanyagon elvégzett vizsgálatokkal a meghatározott paraméterek változása és a fémteni folyamatok között korrelációt állapítottunk meg. Ezen összefüggéseket felhasználva jelen kéziratunkban a Magyar Nemzeti Múzeumban őrzött, az úgy nevezett szabácsi lelet egyik ezüst táján és a Seuso-kincs mosdótáján történt mérési eredményeinket a tárgyak előállítása során alkalmazott technológiákat megvilágítva interpretáltuk. A vizsgálatok közvetett célja az MTA Csillagászati és Földtudományi Kutatóközpont, Földtani és Geokémiai Intézetével történő együttműködés keretén belül történt, a 2014-ben Magyarországra került Seuso-kincs ezüsttárgyain végzett nagyszámú mérési eredményeinknek, validált méréseken alapuló interpretálása.*

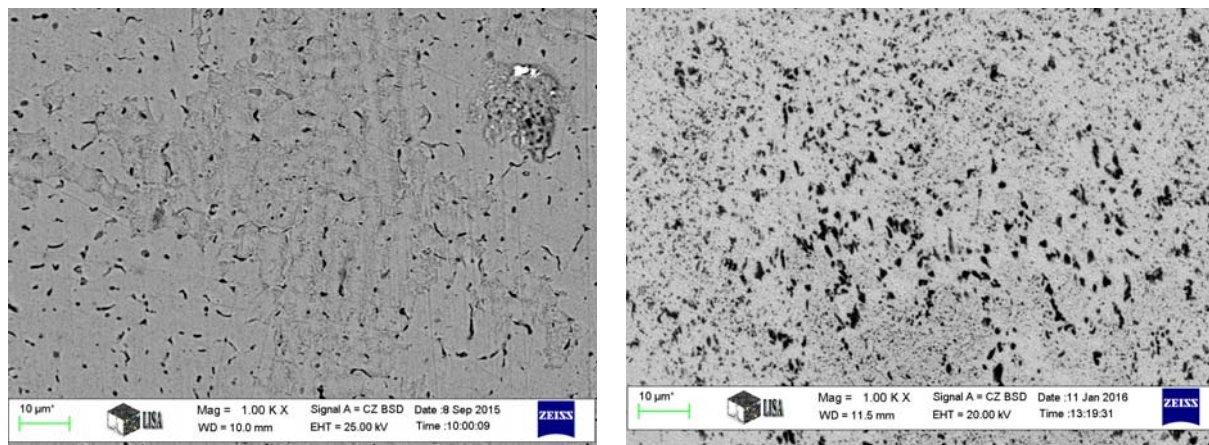
KEYWORDS: RESIDUAL STRESS, TEXTURE, X-RAY DIFFRACTION, SILVER FORMING, NONDESTRUCTIVE TEST METHOD

KULCSSZAVAK: MARADÓ FESZÜLTÉG, TEXTÚRA, RÖNTGENDIFFRAKCIÓ, EZÜST MEGMUNKÁLÁS, RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLAT

### Bevezetés

Régészeti leletek, különösen a nagy értékű tárgyak esetében a vizsgálati módok közül csak a roncsolásmentes vizsgálati módok alkalmazása megengedett. Ez így van annak ellenére, hogy a roncsolásos vizsgálati módszerek számos olyan kérdésre adnak választ, amit roncsolásmentes eszközökkel nem lehet elérni. Például fémleletek vizsgálata esetén, metszeti mintán egy egyszerű fény, vagy elektronmikroszkópos vizsgálat, a mikroszerkezeti, szöveti jellemzők meghatározása alapján, az előállítási, gyártási technológiára adhat

egyértelmű bizonyítékokat. Ezek az információk egyértelműen megadhatják például az alakadás módját (öntés vagy alakítás), a képlékenyalakítás jellegét és mértékét, a hőkezelés alkalmazását vagy az ötvözöttségi állapotot. Ezt a gyakorlatot nap mint nap alkalmazzuk mi is, akik alapvetően fémötvözetek kezelésével, előállításával és kérészeivel foglalkozunk, kutatásaink és ipar számára végzett k+f tevékenységeink során is. Egy 5 % rezet tartalmazó ezüst ötvözet öntött állapotú dendrites mikroszerkezetére, és egy melegen alakított szerkezetére mutat példát az **1. ábra** (Vizer 2015).



**1. ábra:** Öntött (a), melegen alakított (b) állapotú ezüst-réz ötvözet szövetszerkezetei

**Fig. 1. :** Microstructure feature of a casted (a) and hot rolled (b) silver-copper alloy

Külön irányzatot jelentenek azok a kormeghatározási módszerek, amelyek olyan mikroszerkezeti jellemzőkre alapulnak, melyek kialakulása hosszú időhöz köthető, ilyen például a rendezett rácsú szilárdoldat kialakulása az Au-Ag rendszerben, illetve a nem folyamatos kiválás az Ag-Cu rendszerben (Dye 1998).

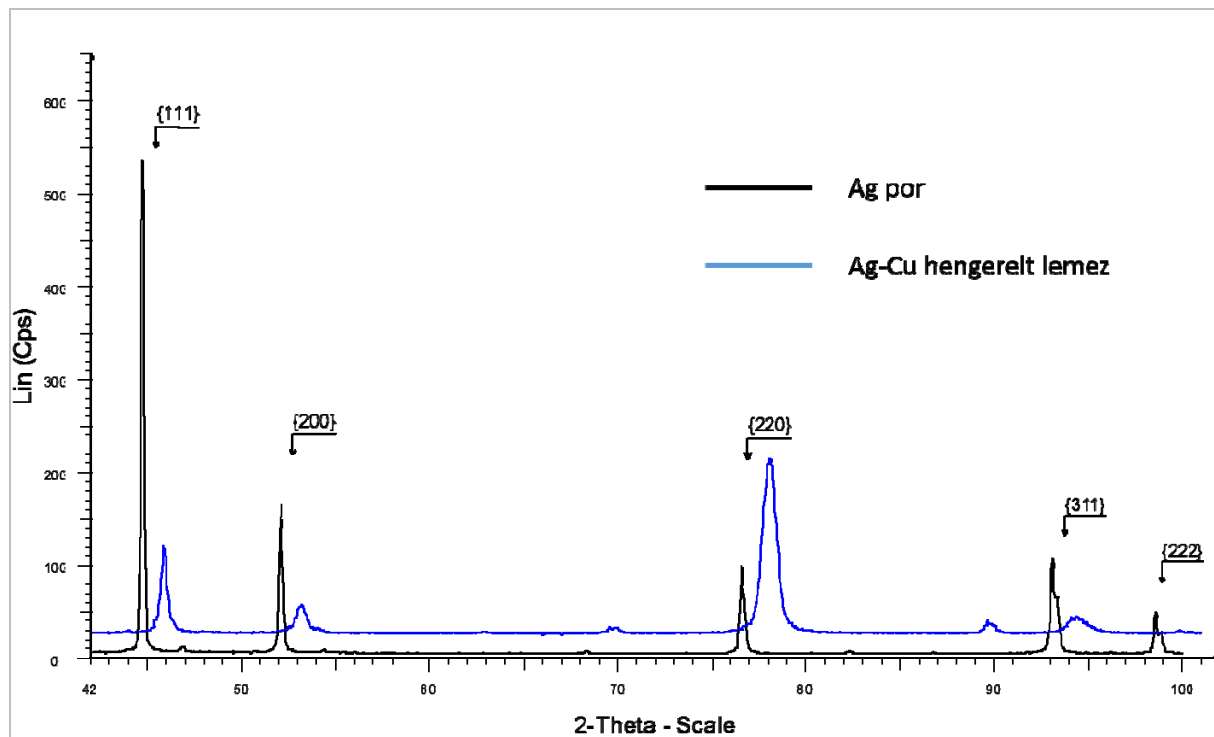
A röntgendiffrakciós technika egyike a legkedveltebb finomszerkezet vizsgálati módszereknek. Legjellemzőbben a tárgyat alkotó fázisok (azonos fizikai, kémiai tulajdonságú részek) azonosítására, és mennyiségi arányuk meghatározására szokás alkalmazni. Ez a módszer fémek és kerámia leletek, valamint ásványi anyagok vizsgálatára is kiválóan alkalmazható. A klasszikus pordiffraktométerek Bragg-Brentano elrendezésben limitált mintaméretet és a fókuszálási feltételeket kielégítő, fémek esetében síkcsiszolati mintát igényelnek. Némi szabadsági fokot ad, ha a diffraktométer Göbel-tükörrel felszerelt és párhuzamos nyaláb üzemben is képes működni (Szakmány et al. 2013). Ekkor görbült felületek is vizsgálhatók, a mintasíkhöz kell centrálni, mely kellően gondos és időigényes mérési beállítást igényel. A mintaméret itt is limitált, viszont a teljes diffrakciós szögtartományról kapunk információt.

Intézetünk országosan egyedülálló módon rendelkezik olyan Stresstech gyártmányú diffraktométerrel (Xstress3000 G3R), mely nem igényel mintakivágást, és gyakorlatilag nincs mintaméret korlát sem. A diffraktométer, gépalkatrészek roncsolásmentes maradó feszültségének meghatározására lett kifejlesztve, akár terepi körülmények között is, és megfelel az idevonatkozó európai szabványoknak. A berendezés egyetlen korlátja, hogy egy adott beállítás esetén szűkebb diffrakciós szögtartomány térképezhető fel, mint a szokásos pordiffraktométerek esetén. Az elmúlt időszakban olyan vizsgálati, kiértékelési módszerek kialakításán dolgozunk, melyek segítségével a

berendezés adottságait kihasználva és a korlátait figyelembe véve a maradó feszültségen túlmutató információ is kinyerhető legyen az adott régészeti fém tárgyról. Vizsgálataink aktualitását az adja, hogy az MTA Csillagászati és Földtudományi Kutatóközpont, Földtani és Geokémiai Intézetével történő együttműködés keretén belül a Seuso-kincs 2014-ben Magyarországra került darabjainak mindegyikén, és egyéb római kori ezüst edényeken számos maradó feszültség mérést végeztünk. Célunk az így, roncsolás nélkül nyert nagy mennyiségű diffrakciós adathalmazból a tárgyak anyagával, előállításával, utóéletével kapcsolatos minél több információ kinyerése. Azért, hogy a régészeti tárgyakon kapott mérési eredményeink értékelését kellő módon alátámaszthassuk, ezüst ötvözetten végzett rekonstrukciós kísérleteket és vizsgálatokat is végeztünk.

### ***Ezüst fémleletek röntgendiffrakciós vizsgálatával nyerhető információk***

Ezüst porról készült röntgendiffrakciós spektrumot mutat a **2. ábra** (Bruker D8 Advance, Co sugárzás). A megfelelő Bragg-pozícióban ( $2\theta$ ) lévő interferencia függvények a tiszta ezüst egy-egy síksorozatához tartoznak ( $\{311\}$  és  $\{222\}$ ), ezáltal egyértelműen igazolják a fázist. Amennyiben heterogén ezüst ötvözetet vizsgálunk, például Ag-Cu rendszert, akkor mindkét fázis (ezüstben gazdag és a rézben gazdag szilárdoldatok) reflexiói is megjelennek. A tiszta ezüst és az ezüst szilárdoldat ugyanazon Miller indexű síksorozatáról érkező reflexiók a Bragg-szög értékben eltérnek. Erre szintén a **2. ábra** mutat példát, ahol a por mellett egy homogén Ag-Cu szilárdoldatot tartalmazó hidegen hengerelt lemez spektruma is látható. A lemez összetétele Ag: 96,25 mol/mol%, Cu: 3,63 mol/mol% Fe: 0,12 mol/mol%. A spektrumon jól látszik, hogy az oldott réz hatására az ezüst rácsparamétere kisebb lesz, a rácscsúcsok távolságok rövidülnek, így a reflexiók a nagyobb  $2\theta$  szögek irányába tolódnak el.



**2. ábra:** Ezüst por és ezüst-réz ötvözetű hidegen hengerelt lemez röntgendiffrakciós spektruma (Co gerjesztés, Bruker D8 Advance)

**Fig. 2. :** X ray diffractogram of the silver powder and cold rolled silver-copper sheet (Co radiation, Bruker D8 Advance)

Ez a változás az oldott ötvözötől függően lehet ellenkező előjelű is. Ezzel a módszerrel az oldatban lévő ötvöző tartalom kiszámítható (Chan & Haasen 1983, Lubarda 2003), vagy kísérleti úton meghatározható. Az oldatban lévő ötvöző tartalom változhat egy technológiai hőkezelés hatására, amikor is második fázisok jelennek meg és csökkentik le az oldott ötvöző tartalmat. Erre látunk példát az **1. ábra** két szövetképén is, a melegen alakított darabban jóval több második fázist találunk, mint az öntött állapotában. Az egyensúlytól nagyobb oldott ötvöző tartalom is kialakulhat, ami viszont arra utal, hogy homogén állapotból (pl. meleg alakítás hőmérséklete) túl gyorsan hűtötték le az ötvözetet (például vízben). Az ilyen jellegű hűtésnek két oka lehet a néhány százalék rézet tartalmazó ezüst ötvözetben. Mivel láttuk, hogy az ezüstnek a réz oldhatósága szobahőmérsékleten minimális, ezért, ha a néhány százalék rézet tartalmazó ötvözet lassan hűl, akkor belőle réz szilárdoldat válik ki, ami az így létrejött szövet keménységét növeli (Wanhill 2012). A gyors hűtésnek ilyenkor a kiválások létrejöttének elkerülése a célja, ekkor a szövet lágyabb és jobban alakítható. Ha az a cél, hogy a felhasználás szempontjából nagyobb keménységű, szilárdságú legyen a tárgy, akkor a gyors hűtést egy alacsony (kb. 250-300°C) hőmérsékletű újrahevítés is követheti, ekkor kisméretű, egyenletes eloszlású réz

szilárdoldat kiválások jelennek meg, ami az ötvözet keménységét hatásosabban növeli, mint a lassan hűlt minta esetében. Az alacsony hőmérsékletű hőkezelés során természetesen az ezüst réz tartalma a kiválások mennyiségével arányosan csökken. Ezüst érme leletek és főleg tálak vizsgálatából egyértelműen elfogadott az a tény, hogy az ezüstöt a római korban is tudatosan ötvözték rézzel, annak kopásállóbbá tétele érdekében, viszont az alkalmazott hőkezelési technológiáról kevés ismeretünk van.

Az ezüst por és a hengerelt lemez interferencia függvényei még egyéb eltéréseket is mutatnak. Az egyik egyértelmű különbség a függvények alakjában van. Az intenzitás maximum felénél meghatározott profil szélesség értéke (félérték-szélesség-FWHM) az alakított lemez esetében feltűnően nagyobb. A profil alakjának szélesedését leginkább a szemcseméret csökkenése és egyéb rács hibák, mint például képlékeny hidegalakítás hatására felszaporodó diszlokációk okozzák. Ha a hidegen alakított fém felhevítik, akkor a rács hibák száma az anyagban csökken, ezáltal a félérték-szélesség is csökken.

A másik egyértelmű különbség a por és a hengerelt lemez interferencia függvényei között az intenzitás arányok megváltozása. A por esetében, amellyel feltételezzük, hogy véletlenül elhelyezkedő

szemcsékből áll, vagyis kristálytanilag izotróp, a legnagyobb intenzitású az  $\{111\}$  síksorozat annak mintegy 30%-a a  $\{200\}$  majd azt követi olyan 28%-kal a  $\{220\}$  és a  $\{311\}$ . Leggyengébb a  $\{222\}$ . Alakított lemez esetében ezek az arányok borulnak, legerősebb a  $\{220\}$  és annak kb. 50%-a csak a következő  $\{111\}$ . Ez azt jelenti, hogy a lemezben a szemcsék elhelyezkedése nem véletlenszerű, hanem anizotróp. Jelen esetünkben ez a hidegalakítás egyértelmű következménye, ezt alakítási textúrának hívjuk. Ha a lemezt kellő ideig és kellően magas hőmérsékleten hevítjük, akkor a szerkezet újraépítkezik és egy másikfajta anizotrópia jelleget vesz fel, ezt újrakristályosodási textúrának hívjuk. A textúra mértéke és jellege egyértelműen utal az öt létrehozó technológiai folyamatra. A textúra jellemzése már a konvencionális diffraktométerrel nem lehetséges, mivel annak számszerűsítésére a mintát megadott mértékben és módon mozgatni kell a vizsgálat alatt.

Láttuk, hogy az összetétel változása miatt a rácscik távolságokban bekövetkező változás a csúcokat eltolja a  $2\theta$  skálán. Az összetétel okozta eltolódás ugyanakkora a tér különböző irányából vizsgálva. Azonban, ha az eltolódás mértéke függ a vizsgálat irányától, akkor a rács torzult, vagyis mechanikai feszültséggel terhelt. Ilyenkor azt mondjuk, hogy maradó feszültség van az anyagban. Az elnevezés arra utal, hogy a rácsorzulás akkor is fenn áll, amikor az azt létrehozó külső hatás már megszűnik. Maradó feszültséget okoz a képlékeny hidegalakítás, és a hőhatással járó összes folyamat. Mivel a hidegalakítás, mint láttuk, a félérték-szélességet is nagymértékben megnöveli, ezért, ha például maradó feszültség jelenléte kis profilszélesedéssel jár, akkor sokkal inkább valószínű, hogy hőhatás, és nem mechanikai igénybevétel okozta a feszültség kialakulását (Totten et al. 2002).

A létrejött feszültség nagysága, előjele, iránya és eloszlása szintén az öt létrehozó hatás, tipikusan a technológiai folyamat részleteire utal. A maradó feszültség vizsgálata szintén nem lehetséges konvencionális diffraktométerrel, mert a mintát ebben az esetben is dönteni kell vizsgálat közben.

### ***A leletek röntgendiffrakciós vizsgálata***

Jelenlegi vizsgálatainkhoz egy Stresstech Xstress 3000 G3R röntgen diffraktométert használtunk. A berendezést kifejezetten maradó feszültség mérésre fejlesztették, a minta mozgatása helyett a nyugalomban lévő minta felett dönti a röntgensövet és a detektor rendszert. A maradó feszültség vizsgálatokat Cr sugárforrással végeztük. A feszültségmérés során a **2. ábra** szerinti diffraktogrammból az ezüst  $\{311\}$  és  $\{222\}$  reflexióját detektáltuk. Ezt a szögterület minden mérési pont esetén 5-9 döntési pozícióban is felvettük, ami biztosítja számunkra, hogy a

maradó feszültséget és a textúra jellemzőket is meg tudtuk határozni. Minden egyes mérési pontban a következő adatokat mértük meg: normálfeszültség és annak szórása, csúszató feszültség és annak szórása, a Bragg-szög, a félérték-szélesség és textúra mérőszám. A textúra jellemzésére kidolgoztunk egy saját módszert, amellyel a rendelkezésre álló intenzitásadatok alapján mennyiségi jellemzést is tudunk végezni. A leletek mérését követően kidolgoztuk azt a vizsgálati eljárást is ezzel a berendezéssel, amivel a teljes pólusára kimérhető.

A mérést 1-3 mm sugárfolt átmérővel végeztük. A feszültség számításához a következő anyagi konstansokat használtuk: rugalmassági modulus,  $E$ : 83 000 MPa; Poisson tényező,  $\nu$ : 0,37. A mérési eredmények értékelésénél mindig szem előtt kell tartani azt a tényt, hogy a mért érték a besugárzott térfogatra vonatkozik, és a vizsgálat során alkalmazott döntési irányban lép fel. Ezért, ha eloszlást akarunk meghatározni, akkor több pontban is mérünk kell.

A feszültség és a textúra vizsgálat részleteit egy korábbi kéziratunkban közöltük (Mertinger & Benke 2015). A Seuso és a szabácsi kincsleletekhez tartozó ezüstedények vizsgálatát a Nemzeti Múzeumban, az ezüst lemez vizsgálatát pedig a Miskolci Egyetem, Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben végeztük el.

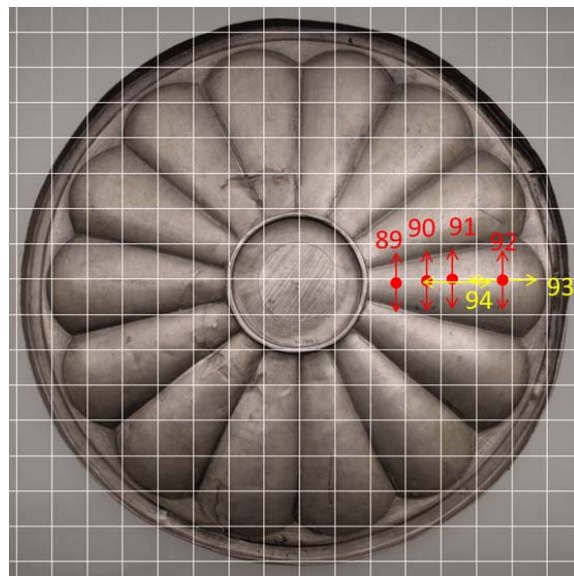
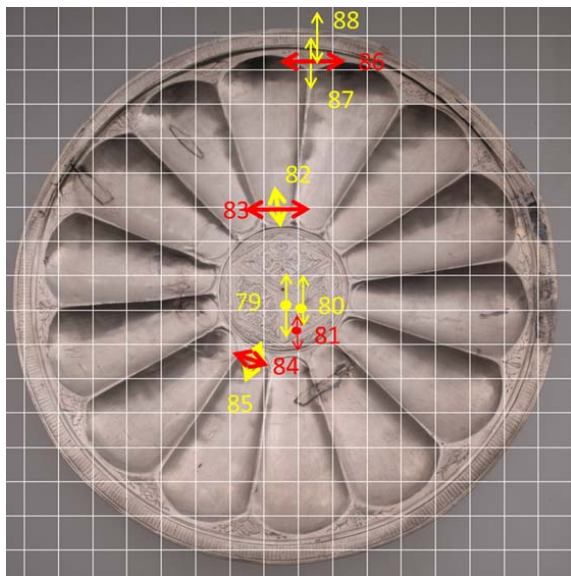
### ***A vizsgálati eredmények***

Jelen kéziratunkban modellanyagként használt ezüst lemez vizsgálatának, a Seuso-kincs mosdótáljának és a szabácsi kincslelet egyik ezüst táljának vizsgálati eredményeit mutatjuk be. A számszerű eredményeket a **1. táblázat** tartalmazza. A normálfeszültség ( $\sigma$ ) abszolút értéke minél nagyobb, annál erőteljesebb mechanikai vagy termikus hatás érte a darabot. A referenciának használt por mintán mért 30 MPa feszültségmentes állapotnak felel meg. Előjele szintén fontos, negatív előjel esetén az adott irányban nyomó, ellenkező esetben húzó feszültségről beszélünk. A feszültség nagy szórás értéke tipikus öntött szerkezeteknél, illetve ha nagyon heterogén az anyag. A por 8 MPa szórása természetesen kicsi értéknek számít. Ha a félérték-szélesség (FWHM) nő, akkor nő a hidegalakítás mértéke, vagy csökken a szemcseméret, valamint tárolt rugalmas feszültségre utal. A por minta  $2\theta=1,75^\circ$  értéke kicsi érték, melynek oka a műszerre jellemző alap kiszélesedés. A Bragg-szög a tiszta ezüst porra ( $136,64^\circ$ ) egy jó kiindulási alap. Ha változik az érték, akkor az eltolódás iránya és nagysága oldott ötvöző tartalomra utal. Egyértelmű, hogy az oldott réz növeli a Bragg-szöveget, az oldott aranyra ellentmondásos adatok vannak az irodalomban. Az oldott ötvöző tartalom változása eltérő alapanyagra, hőkezelési állapotra utal.



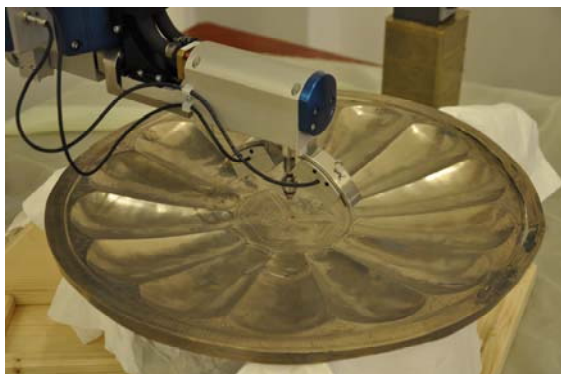
**1. táblázat:** A vizsgálati eredmények összefoglalása**Table 1.:** Summary of the measured data

S.Sz.	Megj.	$\sigma$ [Mpa]	szórás $\pm$	FWHM [°]	2 $\theta$ [°]	T
ezüst por	referencia	29,6	8,4	1,75	136,64	1
<b>Ezüst lemez</b>						
Hengerelt	hengerlési irány	71,1	35,2	3,20	137,16	4,47
400°C 1h		-88,8	17,3	2,02	136,87	1,91
400°C 3h		-65,1	12,0	1,87	136,58	2,00
400°C 5h		-66,6	9,0	1,93	136,68	1,97
400°C 7h		-54,5	6,2	1,86	136,67	2,1
Hengerelt	kereszt irány	-53,9	48,3	3,13	136,91	2,94
400°C 1h		-56,7	12,8	2,01	136,88	1,41
400°C 3h		-26,2	5,3	1,80	136,67	1,33
400°C 5h		-66,6	3,8	1,90	136,63	1,55
400°C 7h		-37,7	10,5	1,85	136,65	1,41
<b>szabási ezüst tál LTSZ.:MNM RR 71/1908.3</b>						
79	központi mintázat	-93,7	19,8	2,81	137,19	1,29
80		-116,8	15,6	2,97	137,40	1,47
81		-54,8	15,0	3,06	137,47	1,38
82	kanellúra, radiális	-46,1	14,4	2,90	137,40	1,26
83	kanellúra, tangenciális	-132,5	16,3	2,91	137,42	1,33
84	kanellúra, közbenső	10,9	14,6	2,97	137,51	1,59
85		44,5	8,5	2,96	137,53	1,38
86	perem	-48,9	14,1	2,93	137,56	1,28
87		-93,5	28,8	2,94	137,58	1,3
88		-19,5	11,4	2,94	137,71	1,64
89	háttoldal kanellúra, tangenciális	45,6	18,8	2,91	137,81	1,51
90		44,7	18,6	2,86	137,76	1,32
91		84,2	8,2	3,09	137,66	1,38
92		86,8	17,6	2,73	137,89	1,32
93	háttoldal, kanellúra, radiális	75,0	36,8	2,75	137,81	1,34
94		74,3	22,4	2,93	137,79	1,28
<b>Seusomosdótál</b>						
34	bordamellett	-3,6	22,6	2,87	137,75	1,37
35	belsőoldal, borda	17,5	10,1	2,42	137,92	1,4
36	gyöngy	-6,1	14,1	2,81	137,71	1,38
38	bordamellett	39,7	11,1	2,72	137,72	1,53
39		-19,6	5,3	2,78	137,82	1,41
40	belsőoldal, borda	12,6	8,6	2,77	137,82	1,65
41	külsőoldal, minta	37,0	13,3	1,93	136,68	1,46
42		-2,8	12,1	1,96	136,56	1,22
43		45,4	7,7	1,99	136,65	1,34
44		65,1	15,8	1,84	136,74	1,22
45		külsőoldal, borda	66,1	14,0	3,17	137,80



**3. ábra:** Az ún. szabácsi kincslelet cikkelyes táljának (Ltsz.: MNM RR 71/1908.3) hálózott fotója a mérési helyek sorszámaival és a mérési irányokkal, elülső és hátsó oldal

**Fig. 3. :** Bowl from the Sabać finds (Inv.nr.: HNM RR 71/1908.3.) - photo with grid, measured points and directions, front back sides



**4. ábra:** A cikkelyes ezüst tálon történt 79. számú mérési pont felvétele (Ltsz.: MNM RR 71/1908.3)

**Fig. 4. :** The measured point No 79 on the silver bowl (Inv.nr.: HNM RR 71/1908.3)

A textúra mérőszám (T) a porra 1, hisz teljesen izotróp a minta, ha ettől nag yobb, akkor nagyobb alakítottságra vagy ellenkező esetben hőkezeltégi állapotra utal.

A hidegen hengerelt ezüst lemezt 400°C-on 1, 3, 5, 7 óráig villamos fűtésű, normál légtérű kemencében hőkezeltük, majd levegőn lehűtöttük. Az egyes hőkezeltési lépcsők között méréseket végeztünk, mind hengerlési, mind keresztirányban. A kétféle irányban a feszültség és textúra mérőszámok esetén van jelentősége, a többi paraméter a kétféle irányban azonos kell, hogy legyen. Jól látható, hogy a hengerelt lemez feszültségének előjele a kétféle irányban eltérő, hengerlési irányban húzó, kereszt irányban nyomó feszültség van. Ez jól tükrözi a

fémnek az alakítás közbeni viselkedését, meggyőző a feszültség előjel és az alakítási jelleg korrelációja. A hőkezelések hatására viszont mindkét irányban nyomó feszültség lesz, elég nagy értékekkel (60-80 MPa). Ez egyértelműen a lemez hűlése során alakul ki, a fémek jelentős hődilatációs effektusa miatt. A hőkezelés hatására jelentősen lecsökkent a feszültség szórásának értéke is. A félérték-szélesség adatok is nagyon informatívak. Látható, hogy az alakított lemez esetében 3° fölötti értékeket mértünk, ami közel 2°-ra csökkent az első, majd 2° alá a további lágyítások után. Az alakított-hőkezelt jellegre a félérték-szélesség az egyik legjobb indikátor. Az, hogy a Bragg-szögben is jelentős változás van, konkrétan a hőkezelés hatására történt, arra utal, hogy a hőkezelés során rézben dús kiválások jöttek létre. Ezek megjelenése főleg az első hevítés során jelentős, a későbbiekben számuk már nagyon nem változik. A textúra értékek változása is nagyon informatív. A hidegen alakított lemez kiugróan magas értékeket mutat, ami lecsökken mindjárt az első hevítés alatt és utána már jellemzően nem változik. A lágyított lemez textúra értéke a két irányban továbbra is eltérő (2 körüli hengerlési és 1,4 körüli keresztirányban). Ez a fémek újrakristályosodásának irányított jellege miatt van, vagyis az így kialakult szerkezet sem lesz izotróp, de az anizotrópia jellege eltérhet az alakítotttól (Kocks et al. 1998).

A következő eredményeket a szabácsi kincslelet egyik ezüsttálján, az ún. cikkelyes tálon (Ltsz.: MNM RR 71/1908.3) történt mérések során kaptuk.

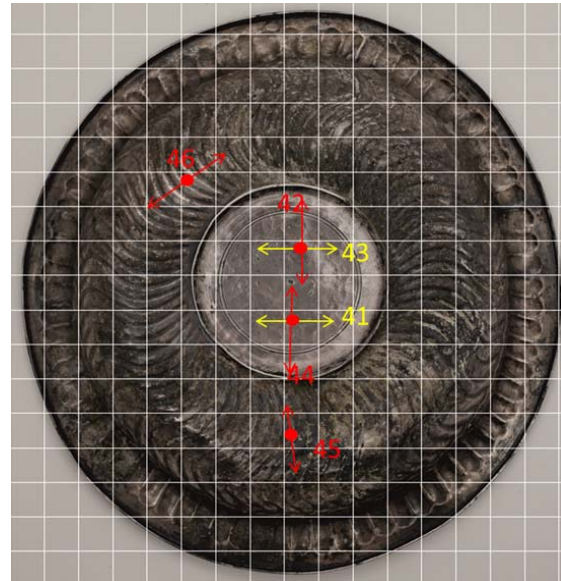
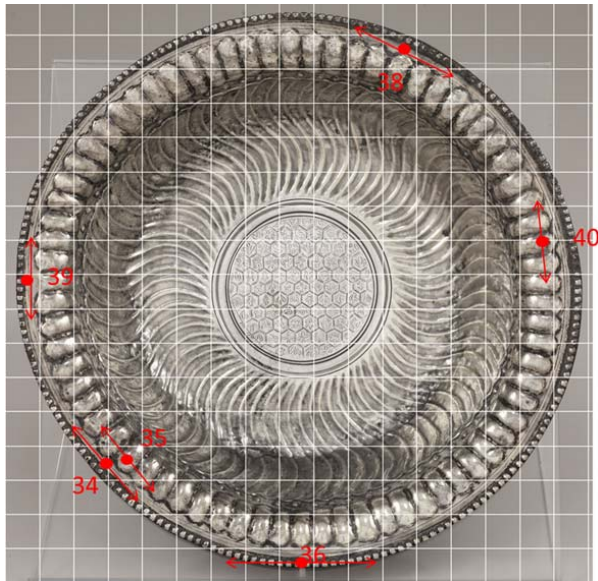
A mérési helyeket és mérési irányokat a tál hálózott fotóján a **3. ábra**, a 79. számú pont mérési adatait pedig a **4. ábra** mutatja. A tál a középső mintázatra, a kannelúrákra és a külső perem részekre osztható. Mind a hát, mind a belső oldalon történtek vizsgálatok. Belül a központi mintázaton, egy-két kannelúra tövénél és a peremen, a hátsó oldalon egy kannelúra hossz tengelye mentén végeztünk méréseket. Az egyik kannelúra tövénél a felület erősen deformált (84, 85 pontok). A mérési pontokon majd minden esetben radiális és tangenciális irányú vizsgálat is történt. A feszültség eredmények nagyon látványosan mutatják a kannelúrák kialakításával kapcsolatos effektusokat. A tál közepén (79, 80 pontok) nagy nyomófeszültségek voltak mérhetőek (117 MPa). Az ép kannelúra belsejében (82, 83 pontok) szintén jelentős a nyomófeszültség (max. 133 MPa). A sérült kannelúra belsejében (84, 85 pontok) pedig kicsi húzófeszültség (max. 44 MPa). A húzófeszültség valószínűleg a sérülés eredménye. A peremen a kannelúrák közt jelentős (86-87 pontok) nyomófeszültség (94 MPa), a peremen (88) már kisebb érték (20 MPa) volt mérhető. A hátoldal teljesen eltérő jelleget mutat. Egy kannelúra felületén, radiális irányú tengelye mentén több mérést végeztünk. Minden mérési pontban tangenciális (89-92) és radiális irányban (93-94) is húzófeszültségeket mértünk. A kannelúra szélességével (belülről kifelé haladva) nő a húzófeszültség értéke. A maximális húzófeszültség értéke 87 MPa.

A félérték-szélesség értékek szinte mindenhol  $2,9^\circ$  közelében vannak, amik magasak, és erősen alakított jellegre utalnak. A Bragg-szög értékek szintén közel azonosak a tál minden pontján, és a tiszta por adataihoz képest magasak, ez erősebben ötvözött összetételre utal. A textúra mérőszám viszont nem túl erős, ami többszöri alakítás-hevítés, alakítás-hevítés műveletsorra utal. Ezek alapján az ún. szabácsi tál esetében a mérési eredmények egyértelműen utalnak az előállítás módjára. Első lépésben sík lemez készült, ezt követhette közbenső lágyítás, valószínűleg többször is, de biztosan nem az volt a befejező művelet, hanem a tál kapott még egy jelentős alakítást is, ami a kannelúrák mélyítését és a perem kialakítását jelenthette. A kannelúrákat mélyítéssel, belülről kalapálgatva alakították ki. Ekkor jött létre a húzott és nyomott feszültség állapotú oldal.

A következő eredmények a Seuso-kincs mosdótáljáról (Ltsz.: MNM RR 2014.1.5) származnak. A tál erősen tagolt, sok és különböző irányú alakítással lett kimunkálva. Az elkészítés után is sok behatás érte sok helyen sérülésnek látszó nyomok és deformációk láthatók. A mintázata szerint belül közepén vésett, majd belülről kifelé domborított sugárirányú, ívelt bordázattal, a peremen

kívülről befelé domborított és a peremletörésnél hajlított bordákkal ellátott. Az egyenes perem legszélén gyöngydiszítés látható. Mérések történtek a belső oldalon axiális irányban a peremen lévő bordákon (35, 40), ezek környezetében (34, 39, 38) és a gyöngyön (36). A külső oldalon axiális és radiális irányban, közepén a vésett minta külső oldalán (41, 42, 43, 44), illetve az belső ívelt bordák domborított felületén (45, 46). A mérési helyeket és mérési irányokat a tál hálózott fotóján az **5. ábra**, a 46. számú mérési pont mérését pedig a **6. ábra** mutatja. A tál tagoltságának ellenére a vizsgált pontokon általában feszültségmentes, vagy húzó feszültségállapot volt mérhető. A peremen lévő sík részeken és a gyöngyön (34, 39, 36) nulla közeli nyomófeszültségek, a benyomódott bordázaton (40) nulla közeli húzófeszültségeket mértünk. Egyedül egy erősen deformált perem menti szakaszon (38) volt mérhető jelentősebb húzófeszültség (39 MPa). A hátsó oldali eredmények egyértelműsítik, hogy a tálon nem az előállítási feszültségeket látjuk (40-60 MPa). A tál közepén, ahol a felület sík, legfeljebb nyújtott felület van (44) gyakorlatilag azokat az eredményeket (kb. 65 MPa) mérjük, mint a középső rész erősen alakított (nyújtott, hajlított, domborított) bordázatának (45, 46) felületén. Nincs különbség a bordázat értékében axiális, és tangenciális irányban sem. A félérték-szélesség eredmények karizmatikusabbak. Az erősebb alakítási jellegre a hátsó oldali bordázaton mért félérték-szélesség értékek utalnak ( $2,99^\circ$ ;  $3,17^\circ$ ). Viszont jóval kisebbek az értékek a központi részen ( $1,84^\circ$ - $1,99^\circ$ ). A tárgy többi belső oldali részén köztes értékeket,  $2,42^\circ$ - $2,87^\circ$  mértünk. A tál teljes részén enye textúra jelleg van nagy szórással, az értékek  $1,22$ - $1,65$ -ig változnak. Összességében annak ellenére, hogy a tálat nagyon erős és inhomogén hatások érthették, mind kialakítás mind használat során, egyenletes, jellemzően kis-közepes húzó feszültségállapotot mutat. Viszont a félérték-szélesség értékek nagyok. Az értékek változása sugárirányban növekvő tendenciát mutat. Ezek a paraméterek őrzik a kialakítás hatását, míg a ma mérhető feszültségállapotot a használat közbeni feszültségállapot is befolyásolta. Hőkezelési effektus a tál teljes egészén nem látható, mert az egyértelműen lecsökkentette volna a félérték-szélesség és textúra mérőszámokat. A köztes hőkezelés ezzel persze nem zárható ki, de biztosan követte alakítás. Ez alól a tál központi része kivétel, itt erőteljes hő effektus hatása látszik. Ez kétféle módon magyarázható. A központi rész az aranyozás, vagy a használata közben egy szelektív melegítés kapott (ez a kevésbé valószínű), vagy az oldalfalak kialakítása előtti lágyítás nyoma a középső részen megmaradt, mert az oldalfalak, bordázat kialakítása során ezt a térfogatrészt jelentős hatás már nem érte.





**5. ábra:** A Seuso-kincs mosdótáljának hálózott fotója a mérési helyek sorszámaival és a mérési irányokkal, elülső és hátsó oldal

**Fig. 5. :** The wash basin of the Seuso treasure, photo with grid, measured points and directions, front, back sides



**6. ábra:** A Seuso-kincs mosdótáljának fotója (Ltsz.: MNM RR 2014.1.5)

**Fig. 6. :** Photo of wash basin of the Seuso treasure stock No.: MNM RR 2014.1.5

### Összefoglalás

Vizsgálataink során a roncsolásmentes, maradó feszültség mérésére kifejlesztett röntgendiffrakciós mérési technikával kapott eredményeinket továbbértékeltek, így a roncsolásos technikával meghatározható adatokat kaptunk. Ezek az adatok a maradó feszültségen túl a félérték-szélesség, a Bragg-szög eltolódás és textúra mérőszámok. Vizsgálatokat végeztünk hidegen hengerelt, majd különböző mértékig lágyított ezüst lemez modell anyagon. A fenti paramétereket (maradó feszültség, félérték-szélesség, Bragg-szög eltolódás, textúra mérőszám) a különböző állapotú lemezen meghatároztuk, és a paraméterekben bekövetkező változásokat fémtani folyamatokkal korreláltattunk. Az így kapott összefüggéseket felhasználva a szabácsi kincslelet egyik ezüst tálján és a Seuso-

kincs mosdótálján végzett méréseinket interpretáltuk, a tárgyak előállításával kapcsolatos technológiára megállapításokat tettünk.

### Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutató munka a TÁMOP-4. 2. 1. B-10/2/KONV-2010-0001 projekt részeként az ARGUM műhely keretein belül valósult meg. A szerzők köszönetet mondanak a Magyar Nemzeti Múzeumnak és Mráv Zsoltnak a vizsgált ezüst edények rendelkezésre bocsátásáért és a róluk készült fotók felhasználásának engedélyezéséért, továbbá Mozgai Viktóriának, hogy a fotókat négyzethálójával ellátta. A régészeti leletek vizsgálata az MTA Csillagászati és Földtudományi Kutatóközpont, Földtani és Geokémiai Intézetével történt szerződéses együttműködés kereteiben belül, a Seuso Kutatási Projekt részeként történt.

### Irodalom

CHAN, R.W. & HAASEN, P. (1983): *Physical Metallurgy II*. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, 1957 pp.

DYE, A. (1998): Precipitation phenomena in silver-copper alloys *MChemThesis*, Oxford University.

KOCKS, U.F., TOMÉ, C.N. & WENK, H.-R. (1998): *Texture and anisotropy*. Cambridge University Press, 676 pp.

LUBARDA, V.A. (2003): On the effective lattice parameter of binary alloys, *Mechanics of Materials* **35** 53–68.

MERTINGER V. & BENKE M. (2015): Fémleletek röntgendiffrakciós vizsgálatainak



speciális lehetőségei, *Archeometriai Műhely* **12/1**, 15–23.

SZAKMÁNY Gy., T BIRÓ K., KRISTÁLY F., BENDŐ Zs., KASZTOVSZKY Zs., ZAJZON N. (2013): Távolsági import csiszolt kőeszközök nagynyomású metamorfitekkel Magyarországon. *Archeometriai Műhely* **10/1** 83–92.

TOTTEN, G., HOWES, M., INOUE T. (2002): *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel*, ASM, International, Ohio, 99–117.

VÍZER Zs. M. (2015): Régészeti ezüstitártyák megmunkálása és kristálytani jellemzői közötti kapcsolat jellemzése laboratóriumi rekonstrukcióval. *TDK dolgozat*, Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Kar 1–24.

WANHILL, R.J.H. (2012): Significance of Discontinuous Precipitation of Copper in Ancient Silver, *Metallography, Microstructure, and Analysis* **1** 261–268.

