



Detection of the Material and Processing Technology of the Discovered Bowl in Chalade'em Shal Cemetery of Khalkhal-Ardabil, NW Iran

Ahad Samadi ^{*1}, Farzad Habibi Azarivash ¹, Somayeh Nouri ², Neshat Mottaghi ³, Fardin Eyni ⁴

¹. Associate Professor, Department of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, IRAN

². Ph.D. Candidate in Materials Engineering, Department of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, IRAN

³. Ph.D. Candidate in Archaeology, Department of Archaeology, Faculty of Humanities, Tarbiat Modares University, Tehran, IRAN

³. M.A in Archaeometry, Faculty of Cultural Materials Conservation, Tabriz Islamic Art University, Tabriz, IRAN

⁴. M.A in Archaeology, Department of Archaeology, University of Mohaghegh Ardabili, Ardabil, IRAN

Received: 30/05/2021

Accepted: 22/10/2021

Abstract

During an archeological excavation project from two discovered cemeteries in Shal village-Khalkhal of Ardabil province in Iran in March 2019 many metallic objects such as warfare were found. Owing to the similarities between these discovered and the Mannaeans' objects, it seems that they could be suggested for this period. One of these discovered objects is a unique narrow-waist bowl whose material and processing technique detection is important for archeologists to understand the native knowledge, technology, art and culture of that region in ancient times. Regarding this, the microstructure and chemical composition of this object was evaluated using optical as well as scanning electron microscopes (SEM) equipped with an X-ray energy dispersion spectrometer (EDS). The results show that the mentioned bowl is a silver-base alloy containing about 2.5 weight percent copper with a double phase microstructure including silver matrix grains and dispersed fine copper particles. The metallographic cross-section of this bowl also shows two distinguishable microstructures of ambient temperature graving induced sever flow/plastic deformation in surfaces and low energy incomplete recrystallized matrix grains and twining lines in central regions which have been dynamically formed during production of the bowl via warm hammering. Also some evidence of galvanic sulfide/sulfate localized corrosion is observed in the under layer of the surfaces just at the interface of the low energetic central region and high energetic surface layer. In addition, observation of the silver chloride and silver sulfide or sulfate/oxide compounds respectively in central regions and surfaces of the metallographic section indicate internal chlorine corrosion and sulfide/sulfate corrosion/oxidation in surface layers of the beaker. However, affirming about the commencing of the studied beaker needs further precise techniques for quantitative chemical analysis which are postponed for future investigations.

Keywords: Silver Bowl, Chalade'em Shal Khalkhal Cemetery, Warm Hammering, Recrystallization, Twining, Galvanic Corrosion

*Corresponding Author: samadi@sut.ac.ir

Introduction

The bowl was discovered from the *Chalade'em Shal Khalkhal Cemetery*, and is currently in view at *Sheikh Safi Al-Din Ardabili's Archaeological Museum*. The site was first excavated in winter of 2019 by treasure hunters then it was excavated by *Cultural Heritage, Tourism and Handicrafts Organization of Ardabil Province*, in the form of an emergency rescue excavation. During this project, two graves were excavated, and most of the findings were metal objects including weapons, jewelries, etc. [9]. According to the evidence and physical similarities of the objects obtained from the context, the bowl presumably is attributed to the *Mannaeans'* historical period. The bowl is in the form of a cylinder with less than 0.5 mm thickness in its all area and weight 97.3 grams. It has a height, wide opening diameter and floor diameter of 13.5 cm, 8 to 9 cm and of 6.5 cm, respectively, with waist narrower than the bottom and the upper rim. There are also engraving motifs on its outer surface and under the bottom. In order to complete the findings about the technical knowledge, culture and traditions of the indigenous people of the region, it was necessary to recognize the material and manufacturing techniques of this beaker. So this paper is an attempt to answer some questions about the manufacturing techniques of the mentioned beaker via experimental studying its chemical composition, microstructural observations and microstructural phase characterizations.

Materials and Methods

In order to estimate the manufacturing method of the Shal bowl, a small sample was cut from the waist region of this beaker and all preparation stages of a metallographic sample (including: grinding, polishing and chemical etching) were applied over it. The microstructure and chemical composition of this object was evaluated using optical model Olympia microscope, as well as scanning electron microscope (SEM) model Cam Scan MV230 equipped with an X-ray energy dispersion spectrometer (EDS) model Inca Oxford. Two different types solutions including: (50 ml FeCl₃+50 ml HCl+100 ml distilled water), and (2 grams potassium dichromate + 18 ml H₂SO₄ (98%)) were respectively used for etching then observation of the microstructural particles and the matrix grain boundaries. Also an as-polished sample was used to evaluate the chemical composition of the sample via a wide area EDS analysis in the microstructure.

Results

The EDS results of the as polished sample at different points of the bowl show that the studied *Shal* bowl is a silver-base alloy containing about 2.5 weight percent copper (line 1 in Table 1) with a double phase microstructure including of a silver matrix grains and dispersed fine copper particles (Fig. 9). The micrographs in (Figs. 9-11) and EDS results in Table 1 show some oxide, chloride (under surface area) and sulfide (in surface area) compounds. Also in these figures, two distinguishable microstructures are observed including sever flow/plastic deformation in surfaces, and low energy incomplete recrystallized matrix grains and twining lines in central regions.

Discussion

Regarding Ag-Cu phase diagram in Fig. 8 and the chemical composition of *Ag-2.5 wt.%Cu* for beaker alloy, the observation of a double phase microstructure (including Ag solid solution \square matrix phase and dispersed fine copper particles on it) in accordance with Fig. 9 (b, c) is reasonable for the beaker alloy.

The above mentioned two distinguishable microstructures in metallographic cross-section of this beaker (Fig. 7(b) and Figs. (9, 10)) indicate an ambient temperature graving induced sever flow/plastic deformation in surfaces, and low energy partially recrystallized matrix grains and twining lines in central regions which have been dynamically formed during production of the bowl. These microstructural features indicate that the *Shal* bowl has been fabricated via warm hammering (not via hot forging) at not too high temperature which in only partial recrystallization/twinning may have occurred [31]. The localized sever plastic deformation in surface areas of the sample is attributed to the aggregation of dislocations [34] near the surface of the sample which has been locally formed during its ambient temperature graving (Figs. 4 and 5) in final stages of the beaker fabrication. In addition, some evidence of galvanic sulfide/sulfate localized corrosion is observed in the under layer of the surfaces just on the interface of low energy central region and high energy surface layers (Fig

9 (a) and Fig. 10). However, affirming about the commencing of the studied bowl needs further precise techniques for quantitative chemical analysis which are postponed for future investigations.

Conclusion

1. The studied *Shal* bowl is a silver-base alloy containing about 2.5 weight percent copper with a double phase microstructure including silver matrix grains and dispersed fine copper particles.
2. The metallographic cross-section of the beaker also shows two distinguishable microstructures of ambient temperature graving induced sever flow/plastic deformation in surfaces and low energy partially recrystallized matrix grains/twinning lines in central regions which imply that the beaker has been fabricated through warm hammering then local surface graving at ambient temperature.
3. Some evidence of galvanic sulfide/sulfate localized corrosion is observed in the under layer of the surfaces just at the interface of the low energetic central region and high energetic surface layer.

Acknowledgments

The authors are thankful for all collaborations of the *Cultural Heritage, Tourism and Handicrafts Organization of Ardabil Province-Iran* in the form of a research-studies plan, and Mr. *Mohammad Reza Shayeghi* (Director of Shal cemetery excavation project) to provide the necessary information about the Shal cemetery and Mr. *Mojtaba Javan Ajdadi* (expert responsible of Ardabil province museums) for helpful supports in this research.



شناسایی جنس و فن فراوری جام مکشوفه در گورستان چالادئم شال خلخال-اردبیل

احد صمدی^{۱*}، فرزاد حبیبی آذریوش^۲، سمیه نوری^۳، نشاط متقی^۴، فردین عینی^۵

۱. دانشیار مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۲. دانشجوی دکتری مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۳. دانشجوی دکتری باستان‌شناسی، گروه باستان‌شناسی، دانشکده علوم انسانی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

۴. کارشناسی ارشد باستان‌شناسی، دانشکده حفاظت آثار فرهنگی، دانشگاه هنر اسلامی تبریز، تبریز، ایران

۵. کارشناسی ارشد باستان‌شناسی، گروه باستان‌شناسی، دانشگاه محقق اردبیلی، اردبیل، ایران

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۷/۳۰

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۰۳/۰۹

چکیده

اسفند ماه ۱۳۹۷ در گورستان چالادئم روستای شال خلخال اردبیل طی یک کاوش باستان‌شناسی تعداد زیادی لوازم و ابزارهای فلزی نظیر ابزارآلات جنگی از دو گور مکشوفه آن منطقه به‌دست آمد که با توجه به تشابهات ظاهری آن‌ها با آثار دوره مانایی، به نظر می‌رسد که این آثار مربوط به این دوره هستند. یکی از لوازم کشف شده از این گورستان یک جام فلزی کمر باریک منحصر به فردی است که شناسایی جنس و روش فراوری آن به منظور درک سطح دانش، فن، هنر و فرهنگ بومیان آن منطقه برای باستان‌شناسان حائز اهمیت است. بر این اساس، در این مقاله ضمن ارزیابی اولیه ترکیب شیمیایی جام مورد نظر با روش طیف‌سنجی توزیع انرژی اشعه X ریز ساختار آن نیز با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی (SEM) مورد مطالعه و ارزیابی قرار گرفت. نتایج بررسی‌ها نشان می‌دهند که جام مورد مطالعه از جنس آلیاژ پایه نقره حاوی حدود ۲/۵ درصد وزنی مس است و شامل یک ریزساختار دوفازی با فاز زمینه نقره‌ای و ذرات ریز و پراکنده مسی مرزخانه‌ای است و دو قسمت متمایز از نظر ریزساختاری در سطوح جام و نواحی مرکزی در مقطع متالوگرافی آن قابل تشخیص است. ریزساختار سطوح جام به‌واسطه قلم زنی نقش و نگار آن در دمای محیط دارای علایم سیلان و تغییر شکل پلاستیک شدید و پر انرژی است و نواحی مرکزی آن که در اثر عملیات آهنگری گرم شکل گرفته، ریزساختاری کم انرژی با دانه‌های نقره تبلور مجدد یافته ناقص دارای خطوط دوقلویی ناشی از تابکاری دینامیکی، را نشان می‌دهد. همچنین در لایه زیرین سطوح داخلی و خارجی جام، درست در فصل مشترک دو لایه پراثری و کم انرژی، علایمی از خوردگی گالوانیک گوگردی/سولفاتی به صورت موضعی مشاهده می‌شود. مشاهده ترکیبات کلریدی نقره در نواحی مرکزی مقطع متالوگرافی جام مورد مطالعه و ترکیبات سولفیدی/سولفاتی و اکسیدی نقره در سطوح آن به ترتیب بیانگر خوردگی داخلی آن با کلر، و خوردگی و اکسیداسیون سطحی آن با گوگرد/سولفات و اکسیژن است. با وجود این، اظهار نظر در خصوص منشأیابی سنگ معدن اولیه جام شال مورد نظر نیاز به بررسی‌های بیشتر و دقیق‌تری دارد که می‌تواند موضوع پژوهش آتی در مورد این اثر باشد.

واژگان کلیدی: جام نقره‌ای، گورستان چالادئم شال خلخال، آهنگری گرم، تبلور مجدد، دوقلویی، خوردگی گالوانیک.

* نویسنده مسئول مکاتبات: تبریز، شهر جدید سهند، دانشگاه صنعتی سهند، دانشکده مهندسی مواد

پست الکترونیکی: samadi@sut.ac.ir

۱. مقدمه

یکی از مهم‌ترین ادوار صنعت فلزکاری باستانی ایران مربوط به هزاره اول و دوم قبل از میلاد است. آثار متعدد فلزی به‌دست آمده از محوطه‌های استقرار و گورستان‌های مختلف ایران، پیشینه هنر فلزکاری این دوره را به‌خوبی نشان می‌دهند. به‌عنوان مثال، مفرغ-های لرستان بهترین آیینۀ تمام نمای مهارت ساکنان غرب ایران در هزاره اول قبل از میلاد است که نه تنها در ایران، بلکه در دنیا زینت‌بخش ویتترین‌های پرآوازه-ترین موزه‌ها است. آثار فلزی به‌دست آمده از کلاردشت مازندران، جام‌های زرین و سیمین مارلیک، گنجینه زیویه، جام‌های منطقه حسنلو در شمال غرب ایران همگی نمونه‌هایی هستند که نشانگر آشنایی مردم این هزاره با صنعت فلزکاری است [1-3]. اگرچه از این نکته نیز نباید غافل بود که در بعضی موارد دلایل و مدارک باستان‌شناسی کافی و قانع‌کننده‌ای برای اثبات بومی-بودن و ردّ نظریۀ وارداتی‌بودن این اشیاء ارائه نشده است. اکثر یافته‌های فلزی محوطه‌ها و گورستان‌های متعدد ایران از دو جنس مفرغ و آهن و بیشتر با کاربری جنگ افزاری، ابزارآلات شکار، زیورآلات و نهایتاً اشیاء الحاقی و جدا شده از یک شیء نامعلوم هستند. درست است که از لحاظ مطالعاتی هر یک از این اشیاء باستانی جایگاه ویژه و قابل‌تأملی دارند اما در یک کاوش علمی یا اتفاقی، کشف یک اثر با جنس و تزئینات ویژه، مانند یک جام زرین یا سیمین، همواره چه برای هیئت کاوش و چه برای عامۀ مردم، بسیار هیجان‌انگیز و جالب توجه بوده و است. مصداق بارز آن جام زرین حسنلو است که در سال ۱۹۵۸ میلادی در میان آوارهای ساختمان سوخته تپه مرکزی حسنلو کشف شد [4]، که جزئیات بیشتری از محتوای کشف این جام در مقاله [1] ارائه شده است. گزارش دو جام طلایی و نقره‌ای حسنلو، اولین بار در مجله لایف منتشر [3] و بعد از آن به همراه سایر اشیاء باستانی در نمایشگاه هفت هزار سال هنر ایران در اروپا و ایالت متحده به نمایش گذاشته شد [5]. محوطه حسنلو در دره سلدوز یکی از بزرگترین محوطه‌های عصر آهن شمال غرب ایران محسوب

می‌شود که فناوری فلزکاری آن با توجه به حجم بالای داده‌های فلزی، بیشتر از سایر محوطه‌های همجوار مورد مطالعه و ارزیابی قرار گرفته است. کشف تعداد زیادی ابزارآلات فلزگری از جمله قالب‌های سنگی، بقایای بوت‌های فلزگری، قالب‌های ریخته‌گری، کشف سرگز سنگی از جنس هماتیت، وجود دو قطعه سنگ آهن در پی بنا و سنگ فرش و استفاده از سنگ آهن به عنوان مصالح ساختمانی در دوره عصر آهن III (حسنلو IV)، از دیگر مستندات موجود در دفاع از این ادعا است که مردم منطقه شمال غرب ایران با فلزات و معادن، آشنایی کامل داشتند [6].

به نظر می‌رسد که یک بازبینی در پیشینه فلزگری هزاره اول و دوم ق.م مربوط به شمال ایران لازم است. هرچند نباید فراموش کرد که در مطالعات باستان-شناسی فلزگری کهن منطقه شمال ایران، یک مشکل اساسی وجود دارد و آن این است که تسلسل و توالی مستند روشنی از فرهنگ‌های پیش از تاریخ در این منطقه از ایران وجود ندارد. در این بازه زمانی جوامع متعددی بدون هیچ‌گونه پیشینه فرهنگی در این منطقه ظاهر شده‌اند. قبرستان‌های وسیع تالش، مارلیک، دیلمان، کلورز و جمشیدآباد نمونه بارزی از آن هستند. بنابراین اشیاء فلزی پیدا شده از این گورستان‌ها، تنها دورنمایی از وضعیت فلزگری منطقه را نشان می‌دهند [7] که متأسفانه به ندرت مورد مطالعات دقیق آزمایشگاهی قرار گرفته‌اند. در کاوش‌های اخیر که در گورستان‌های مریان و تندوین منطقه تالش استان گیلان به عمل آمده است تعداد ۱۴۲ قطعه شیء فلزی از داخل ۳۰ قبر به‌دست آمده است که مربوط به اوایل هزاره اول ق.م (عصر آهن II) است و در میان آن‌ها، انواع خنجر و شمشیرهای آهنی و مفرغی نیز دیده می-شود [8].

با مرور اجمالی مطالب بالا تا حدودی می‌توان تصویری هر چند مبهم از فنون فلزکاری مردمان اواخر هزاره دوم و اوایل هزاره اول قبل از میلاد در حوزه دریاچه ارومیه تا غرب و جنوب غرب دریای خزر (منطقه شمال غرب ایران کنونی) در ذهن خود ترسیم کرد. تعداد

اندک گزارش‌های کاوش شده و مطالعات باستان-شناسی نشر یافته در خصوص این منطقه از کشور به هیچ وجه نتوانسته حداقل اطلاعات باستان‌شناسی لازم مورد نیاز علاقه‌مندان و محققان را فراهم و آن‌ها را اقناع کند و همچنان سؤالات بسیاری در خصوص فنون، فرهنگ و هنر فلز کاری عصر باستان این منطقه از کشور به قوت خود باقی است. بین داده‌های باستان-شناسی محوطه‌های شرق حوزه دریاچه ارومیه و جنوب و جنوب غرب دریای خزر، همواره مشابهت‌های فرهنگی زیادی دیده می‌شود که نشانگر ارتباطات مردمان این مناطق با یکدیگر در عصر باستان بوده است. اما اثبات این امر همچنان نیازمند مطالعات و پژوهش‌های بیشتر و علمی‌تری است. در این راستا در اسفند سال ۱۳۹۷، در گورستان چالادئم روستای شال خلخال استان اردبیل کاوشی انجام شد که باوجود حجم پایین کاوش (که فقط شامل کاوش دو گور بود) تعداد زیادی ابزارهای فلزی، به‌خصوص ابزارآلات جنگی به-دست آمد و کاوشگر آن، صرفاً با مقایسه و بر اساس مشابهت‌های موجود این آثار با آثار باقیمانده از دوره مانایی، عصر این گورستان را به دوره مانایی نسبت داده است [9]. در این کاوش‌ها جامی به‌دست آمده است که منحصر به فرد بودن آن سبب شد تا مطالعات بیشتری روی آن متمرکز شود. شاید از لحاظ شکل ظاهری این جام بتوان، آن را با یکی از جام‌های مکشوفه از منطقه حسنلو مقایسه کرد (رجوع شود به شکل ۷ منبع [10]) گرچه که جام‌های مشابهی هم در نمونه مکشوفه کلورز و املش گیلان نیز دیده شده است [11]. اما این جام از لحاظ نقش و نگار، شباهت و قرابت بیشتری با جام‌های مارلیک دارد. بنابراین با توجه به نزدیکی بیشتر گورستان چالادئم به شمال کشور و احتمال ارتباطات قومی و فرهنگی بیشتر ساکنان این منطقه با ساکنان آن منطقه، به نظر می‌رسد که ابتدا باید به دنبال این تأثیرپذیری‌ها یا اثرگذاری‌ها در شمال کشور و سپس در غرب و شمال غرب ایران گشت.

تاکنون تمرکز اصلی مطالعات متالورژی آثار باستانی فلزی ایران به چند محوطه تاریخی واقع در فلات

مرکزی، جنوب و غرب ایران محدود شده است [12-14]. به طور قطع، وجود منابع و آثار فلزی فراوان در این نواحی، در این امر بی‌تأثیر نبوده است. علاوه بر آن، حجم بیشتر کاوش‌های انجام شده در این مناطق و کشف اشیاء فلزی و آثار فلزگری به همراه سرباره‌ها و کوره‌های ذوب فلزات از دلایل دیگر تمرکز مقالات منتشر شده به این مناطق جغرافیایی ایران بوده است. البته مطالعات آزمایشگاهی و علمی انجام شده روی این آثار باستانی نیز اندک است و در اکثر مقالات منتشر شده بیشتر به معرفی، توصیف و تحلیل داده‌های فلزی پرداخته شده که البته در جهت شناخت و شناسایی فلزکاری ایران بسیار اثر گذار و قابل تأمل هستند. در این راستا، بحرالعلوم و همکارانش سه نمونه از اشیاء فلزی به‌دست آمده از کاوش تپه زاغه قزوین را مورد بررسی متالوگرافی قرار داده‌اند [15]. مرتضوی و همکارانش نیز در سال ۲۰۱۱ میلادی روی آثار فلزی با ترکیبات پایه مس دشت قزوین کار کردند که نتایج آن حاکی از وجود کارگاه‌های فلزکاری در آن دوره در دشت قزوین است [16]. در مقاله دیگری که در سال ۱۳۹۶ هجری خورشیدی منتشر شد قدوسیان و همکارانش تعداد ۲۱ قطعه شیء فلزی پایه مسی اغلب در اشکال میخ، سوزن و سرپیکان مکشوفه از تپه گورستان سگزآباد قزوین را مورد مطالعه میکروسکوپی (EDX, SEM) قرار دادند [17]. مطالعه اشیاء مسی تپه حصار دامغان (Schmith, 1937) به نقل از طلایی، (۱۳۸۷)، جیرفت [13]، اریسمان [14]، محوطه بازگیر گرگان [18] نمونه‌های دیگری از مطالعات آزمایشگاهی، متالوگرافی و فلزشناسی / فن‌شناسی ساخت انجام یافته روی آثار فلزی مکشوفه از این مناطق هستند. در غرب ایران نیز مطالعات چندی در این زمینه‌ها صورت گرفته است. به عنوان مثال می-توان به مطالعات متالوگرافی و آنالیز عنصری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به طیف سنج توزیع انرژی پرتو ایکس (SEM-EDS) بر روی آثار برنزی محوطه عصر آهن باباجیلان لرستان اشاره کرد [19]. در محوطه سنگ تراشان خرم‌آباد نیز تعداد ۹ فقره

چندانی صورت نگرفته است و این در حالی است که در حوزه شمال و شمال غرب ایران اشیاء و جام‌های متعددی از جنس نقره و یا طلا به دست آمده‌اند که لازم است ضمن شناسایی و مشخصه‌یابی این آثار، روش ساخت و فراوری آن‌ها نیز به روش‌های علمی و فنی مورد مطالعه و بررسی قرار گیرد. ضمن اینکه این کمبود یا فقدان اطلاعات، محققان و علاقه‌مندان به مطالعه باستان‌شناسی بومی این مناطق را جهت ارزیابی، مقایسه و تحلیل داده‌های تازه استخراج شده خود، دچار مشکل و چالش اساسی می‌کند. مطالعه تجربی و آزمایشگاهی جام شال مورد بحث می‌تواند نقطه عطفی بر اهمیت شناسایی این قبیل اشیاء باستانی مکشوفه در شمال غرب و شمال ایران از نظر جنس، منشأ و روش فراوری و ساخت اثر محسوب شود و به این طریق به آشنایی بیشتر با فرهنگ و تمدن و سطح فناوری فلزکاری بومی منطقه مورد نظر در عصر باستان بیانجامد و به تعدادی از سئوالات مطرح شده در این زمینه پاسخ داد شود. بر این اساس، نویسندگان مقاله حاضر با بررسی ریزساختار و ترکیب شیمیایی آلیاژ جام مورد مطالعه و شناسایی و مشخصه‌یابی فازهای مختلف ریزساختاری و خوردگی آن و سپس تحلیل داده‌های به دست آمده در صد پاسخگویی به تعدادی از این سئوالات هستند، به امید اینکه نتایج آن راهگشای سایر محققان برای بررسی‌های بیشتر این اثر و سایر آثار به دست آمده از این حوزه باستانی-جغرافیایی کشور در آینده باشد.

۲. معرفی گورستان چالادئم

شهرستان خلخال به مساحت ۲۶۸۸ کیلومتر مربع جزو ۱۰ شهرستان استان اردبیل است و در جنوب استان واقع شده و جمعیتی حدود ۹۲۰۰۰ نفر را در خود جای داده است [28]. این شهرستان از جنوب، با استان زنجان و از شرق با استان گیلان مرز مشترک دارد. روستای شال در بخش شاهرود و مرکز دهستان شال قرار گرفته و دارای چشم‌انداز میان‌کوهی است. گورستان چالادئم، در روستای شال قرار دارد که

شیء مطالعاتی از جنس آلیاژ پایه مس و قلع با روش پلاسمای جفت شده القایی طیف‌سنجی نشر نوری (OES-ICP) مورد آنالیز دقیق عنصری قرار گرفتند [20]. با وجود این، در خصوص اشیاء و داده‌های نقره‌ای مربوط به دوران باستان ایران مطالعات بسیار محدودی صورت گرفته چراکه تاکنون اشیایی از جنس نقره و مربوط به محوطه‌هایی با قدمت پیش از تاریخ معرفی و گزارش نشده است و مطالعات محدود صورت گرفته روی آثار نقره‌ای، اغلب بر روی سکه‌های نقره‌ای دوره‌های مختلف تاریخی متمرکز بوده و هدف اصلی آن‌ها هم شناسایی منابع فلزی استحصال نقره برای ضرب سکه‌های دوره‌های اشکانی و ساسانی بوده است که منجر به معرفی چند معدن باستانی شده است [21-26]. در منابع تاریخی نیز از معادن نقره متعددی مثل معدن زرافشان (پنجپیر) در شمال خراسان، شیز، مازندران و دماوند، شهر ری، جیرفت و سیستان بسیار سخن گفته شده و از آن‌ها به عنوان معادن نقره داخلی ایران یاد شده است و برخی مورخان نیز از احتمال انتقال سنگ-های نقره‌دار کوه‌های توروس و آسیای صغیر نیز به ایران در گذشته‌های دور صحبت کرده‌اند [27] اما متأسفانه اطلاع چندانی از مکان دقیق این معادن در دسترس نیست تا در تحلیل و مقایسه نتایج آزمایشگاهی بتوان از آن‌ها بهره جست. از این رو، با توجه به در دسترس نبودن نقشه جامع معادن نقره حوزه مورد مطالعه، قضاوت در مورد اینکه آیا نقره اولیه از جایی دیگر منتقل شده یا توسط فلزکاران بومی فراوری شده مشکل است و این که آیا این اثر با اسکلت‌های انسانی که در محل گور اکتشافی آن کشف و استخراج شده دارای تاریخ یکسانی هستند و یا به عنوان میراثی قدیمی‌تر از آن‌ها به یادگار مانده و بعد از سال‌ها و یا حتی قرن‌ها در این گورها به عنوان اشیاء ارزشمند عصر خود همراه صاحبانشان در خاک تدفین شده‌اند؟ مرور اجمالی پیشینه مطالعات آزمایشگاهی آثار فلزی محوطه‌های باستانی مورد اشاره در بالا به خوبی بیانگر آن است که در خصوص اشیاء نقره‌ای و یا آلیاژهای نقره، کار پژوهشی، علمی و آزمایشگاهی

در این میان، چند اثر بسیار شاخص به دست آمده‌اند که از سایر آثار مکشوفه متمایز هستند، از آن جمله می‌توان به یک کلاه‌خود مفرغی به همراه کمر بند مفرغی و یک جام اشاره کرد که در نوع خود کم نظیر محسوب می‌شوند. مفرغی بودن جنس کلاه‌خود و کمر بند محرز به نظر می‌رسد اما رسوبات و خوردگی سطحی جام مانع شناسایی اولیه و راحت آن می‌شد و ضرورت می‌نمود که برای تشخیص جنس و روش ساخت جام مورد نظر، ترکیب شیمیایی و ریزساختار آن با روش‌های آزمایشگاهی مورد مطالعه و بررسی قرار گیرد. از آن جا که این گورستان در محدوده روستای شال واقع است این اثر نیز به نام «جام شال» ثبت و معرفی شده است و در حال حاضر با شماره ۵۸۰۰ در موزه باستان‌شناسی مجموعه جهانی شیخ صفی‌الدین اردبیل ثبت و نگهداری می‌شود.



شکل ۲: نمای کلی از گورستان چالادئم شال خلخال [29]
Fig. 2: Overview of Chalade'em Shal Khalkhal cemetery [29]



شکل ۳: موقعیت قرارگیری جام در گور شماره ۱
Fig. 3: The location of the Beaker in grave No. 1

موقعیت آن در منطقه، با علامت ستاره قرمز در شکل ۱ مشخص شده است.



شکل ۱: موقعیت جغرافیایی گورستان چالادئم شال خلخال- اردبیل

Fig.1: Geographical location of Chalade'em Shal Khalkhal Cemetery-Ardabil

در شکل ۲ نمایی کلی از گورستان چالادئم شال خلخال نشان داده شده است. این محوطه در ابتدا طی یک کاوش غیر مجاز مورد کند و کاو قرار گرفته و متأسفانه در این حین، تعدادی از آثار توسط قاچاقچیان به یغما رفته است. سپس در قالب یک طرح اضطراری از سوی معاونت میراث فرهنگی استان اردبیل مورد کاوش قرار گرفته است. از این گورستان دو قبر مورد کاوش قرار گرفته که بیشترین اشیاء کشف شده در آن‌ها، اشیاء فلزی اعم از جنگ افزار، زیورآلات و ... است.

در شکل ۳ تصویر یکی از گورهای کاوش شده در این منطقه نشان داده شده است که جام شال مورد بحث نیز از آن به دست آمده است و در آن علاوه بر این جام، هفت اسکلت انسانی نیز وجود داشته [9] و از مجموع آن‌ها اشیاء فلزی قابل توجهی شامل: سر نیزه، سر پیکان، مهره‌های تزئینی، دکمه و... به دست آمده است.

۳. روش پژوهش

تصویر جام شال مورد مطالعه و محل نمونه‌برداری از آن را جهت انجام مطالعات آزمایشگاهی در شکل ۴ نشان داده شده است. در نگاه اول احتمال نقره‌ای بودن جنس اثر مطرح شد اما با توجه به این که جام‌های به دست آمده از شمال غرب کشور محدود و

همیشه بحث برانگیز بوده‌اند، برای بررسی و قطعیت بخشیدن به جنس اثر از طریق انجام مطالعات آزمایشگاهی و علمی، از محلی که روی شکل نشان داده شده است نمونه‌برداری شد. محل نمونه‌برداری قسمتی در نظر گرفته شد که به دلیل فشارهای وارده در زیر خاک در حال جدا شدن از بدنه اصلی جام بود.

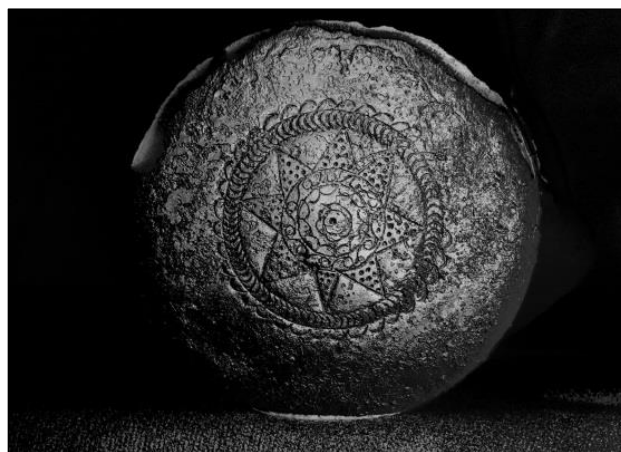


شکل ۴: تصویر جام مکشوفه از محوطه چالادئم شال خلخال و محل نمونه برداری از آن

Fig. 4: The picture of the beaker discovered from the Chalade'em area of Khalkhal Shal and sampling location

این جام ارتفاعی حدود ۱۳/۵ سانتی متر دارد و بیشترین قطر آن در قسمت دهانه حدود ۸ تا ۹ سانتیمتر است. بیشترین قطر قسمت پایه آن نیز حدود ۶/۵ سانتیمتر اندازه گیری شد و قسمت وسط (کمر) جام از قطر کمتری برخوردار است. دهانه آن به دلیل فشار وارد شده در زیر خاک مچاله شده و تغییر شکل داده است. ضخامت جداره جام در تمامی قسمت‌های آن کمتر از نیم میلی متر و وزن آن حدود ۹۷/۳ گرم اندازه‌گیری

شد. سرتاسر سطوح بیرونی جام قلمزنی شده و نقوش آن بیشتر روایتگر نبرد میان دو انسان خدای‌گونه به همراه موجودات افسانه‌ای است. کف پایه آن هم با نقش خورشید هشت پر تزیین شده است (شکل ۵). لازم به توضیح است که در مورد توصیف و تحلیل نقوش آن در مقاله‌ای دیگر به تفصیل سخن گفته شده که در دست چاپ است.

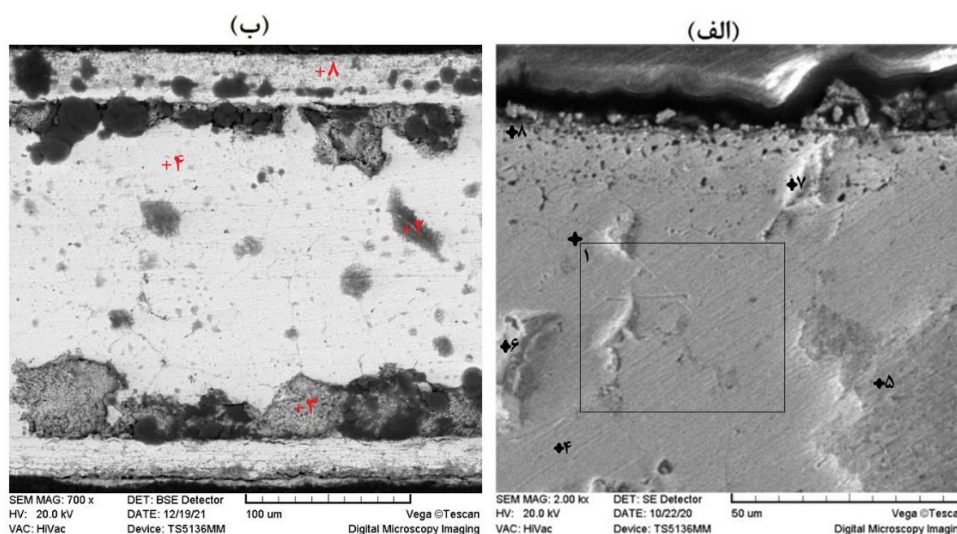


شکل ۵: نقش زیر کف جام شال

Fig. 5: Patterns of the Shal beaker bottom

الکترونی روبشی (SEM) مدل Cam Scan MV230 مجهز به طیف‌سنج توزیع انرژی اشعه X (EDS) مدل Inca Oxford استفاده شد. برای شناسایی ترکیب شیمیایی آلیاژ مورد استفاده در ساخت جام و نیز فازهای مشاهده شده در ریزساختار SEM نمونه، به ترتیب از شیوه میکرو آنالیز EDS پنجره و نقطه‌ای استفاده شد و همچنین از لایه سطحی به سمت مرکز مقطع متالوگرافی نمونه مورد بررسی اسکن خطی انجام گرفت تا تغییرات غلظت عناصر آلیاژی و ناخالصی‌های احتمالی از سطح به سمت مرکز نمونه متالوگرافی مورد بررسی و ارزیابی قرار گیرد. میکرو آنالیز EDS پنجره مطابق شکل ۶ (الف) روی یک ناحیه نسبتاً بزرگی از تصویر مشاهده شده ریزساختار نمونه در حالت پولیش شده (قبل از حک کاری) و در چند نقطه مختلف از نمونه انجام گرفت و سعی شد که پنجره مورد آنالیز روی تصویر به گونه‌ای انتخاب شود که در آن هیچ لایه تیره رنگ خوردگی/اکسیدی قرار نگیرد تا ترکیب شیمیایی آلیاژ بدون اثرگذاری عوامل آلوده بیرونی با کمترین خطا تعیین شود.

برای شناسایی روش ساخت و فراوری جام شال مورد مطالعه، لازم بود که ریزساختار آن مورد بررسی قرار گیرد. به این منظور نمونه کوچکی از جام مورد نظر، مطابق شکل ۴، از قسمت کمر جام جدا شد و پس از ماندن سرد در رزین اپوکسی، مقطع آن متالوگرافی شد. مقطع نمونه مورد بررسی توسط کاغذ سنباده SiC به ترتیب با شماره‌های ۱۰۰، ۴۰۰، ۸۰۰، ۱۲۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ سنباده زنی شد و در نهایت، برای از بین بردن خش‌های مرحله آخر سنباده زنی، پولیش-کاری با استفاده از جلاسنج فلزی و نمد انجام گرفت. برای مشاهده رسوبات احتمالی در ریزساختار نمونه مورد بررسی، از محلول حک کاری حاوی ۵ گرم کلرید آهن (FeCl₃)، ۵۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک (HCl) و ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر استفاده شد. همچنین برای مشاهده دانه‌بندی ریزساختار نمونه از محلول حک کاری حاوی ۲ گرم دی کرومات پتاسیم به همراه ۱۸ میلی‌لیتر اسید سولفوریک ۹۸٪ بهره گرفته شد. برای مشاهده ریزساختار و تعیین ترکیب شیمیایی فازهای ریزساختاری مختلف موجود در آن، به ترتیب از میکروسکوپ نوری Olympia و میکروسکوپ



شکل ۶: تصاویر ریزساختار SEM مربوط به نمونه جام شال در حالت پولیش کاری شده (الف) و حک کاری شده در محلول حاوی دی کرومات پتاسیم (ب) به همراه ناحیه و نقاط مورد آنالیز EDS.

Fig. 6: SEM micrographs of the Shal beaker sample in as polished (a) and etched in potassium dichromate solution (b) representing the EDS analyzed region/points.

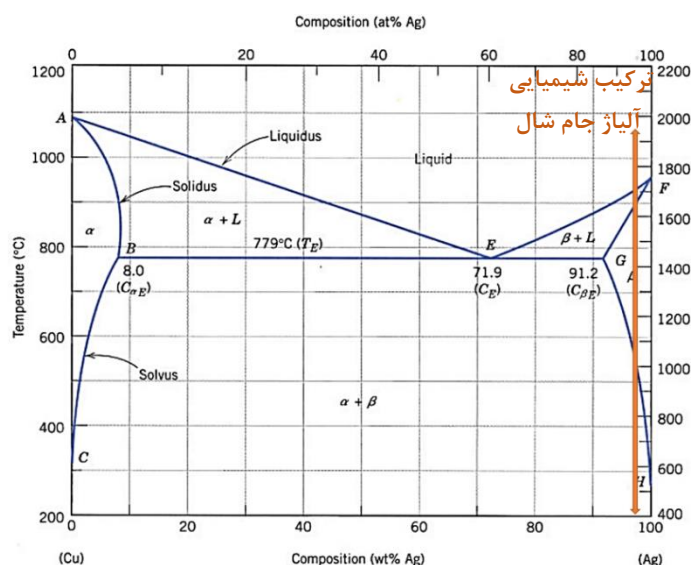
۴. نتایج و بحث

در شکل‌های ۶، ۸ و ۹ تصاویر ریزساختاری مشاهده شده در حالت پولیش‌کاری شده، به ترتیب با میکروسکوپ‌های SEM و نوری نشان داده شده‌اند. نتایج میکرو آنالیز EDS نقاط و نواحی مختلف نشان داده شده در ریزساختارهای شکل ۷ نیز جهت مقایسه و بحث به تفکیک نقاط و نواحی مختلف ریزساختار در جدول ۱ ارائه شده‌اند. بر اساس داده‌های ردیف اول جدول ۱، برای نمونه پولیش شده (قبل از حک‌کاری) مشاهده می‌شود که جام مورد مطالعه از آلیاژ پایه نقره است و حدود ۲/۵ درصد وزنی مس دارد. اظهار نظر دقیق و جامع در خصوص حضور احتمالی عناصر دیگر در ترکیب شیمیایی جام شال مورد مطالعه، نیازمند استفاده از روش‌های آنالیز شیمیایی کمی دقیق‌تری مثل جذب اتمی و پلاسمای جفت شده القایی (ICP) بود و برای تهیه نمونه‌های مربوط به این آزمایش‌ها لازم به نظر می‌رسید تا مقدار بیشتری از جام شال مورد تخریب قرار گیرد که متأسفانه مجوز لازم برای این کار از سوی سازمان متولی این کار داده نشد.

در شکل ۷ نمودار فازی تعادلی Ag-Cu نشان داده شده است. در این نمودار موقعیت ترکیب شیمیایی آلیاژ جام شال مورد بررسی (بر اساس داده‌های آنالیز EDS درج شده در ردیف اول جدول ۱) با خط نارنجی رنگ مشخص شده است. بر اساس این نمودار به نظر می‌رسد که ریزساختار آلیاژ جام شال در دمای محیط باید متشکل از نقره تقریباً خالص (به صورت فاز β) به

عنوان فاز زمینه به همراه مقادیر ناچیزی از ذرات رسوبی مس پراکنده (به صورت فاز α) باشد. با توجه به اینکه محلول کلرید آهن مورد استفاده در حک‌کاری نمونه مورد بررسی منجر به انحلال مس می‌شود، بنابراین، ذرات مشاهده شده در شکل‌های ۸ (ب) و (پ) به احتمال زیاد می‌توانند مربوط به همان رسوبات مرزدانه‌ای مس باشند که در اثر خورده شدن مس در محلول حکاکی در ریزساختار ظاهر شده‌اند [30] و حال آنکه همین ذرات در تصاویر ریزساختاری شکل ۸ (ت) و (ث) که نمونه مربوط به آن‌ها در محلول حاوی دی کرومات پتاسیم حک‌کاری شده‌اند، مشاهده نمی‌شود. زیرا همانگونه که قبلاً نیز ذکر شد محلول دی کرومات پتاسیم تأثیری بر رسوبات مس ندارد و فقط سبب ظاهر شدن مرزدانه‌ها می‌شود. تحقیقات قبلی انجام شده بر روی جام‌های نقره‌ای مصری و رومی نیز حاکی از رسوب‌گذاری فاز محلول جامد فوق اشباع غنی از نقره حاوی مس است که به صورت رسوبات ترد در ریزساختار ظاهر شده‌اند [31, 32].

با توجه به اینکه نقره و مس از نظر اکسیداسیون عناصر فعالی محسوب نمی‌شوند و تمایل چندانی به اکسیداسیون در حالت جامد از خود نشان نمی‌دهند، با مشاهده آخال‌های اکسیدی متخلخل با اندازه حدود ۷۰ میکرومتر در ریزساختار نمونه (ناحیه ۳ در شکل ۶ (ب) و ردیف ۳ جدول ۱) به نظر می‌رسد که در فراوری آلیاژ جام شال از ذوب تصفیه شده و تمیز استفاده نشده و خالص‌سازی و فراوری جام شال با چکش‌کاری گرم سنگ معدن آن در حالت خمیری انجام گرفته است.



شکل ۷: نمودار فازی Ag-Cu [30].

Fig. 7: Silver-Copper phase diagram [30]

جدول ۱: نتایج حاصل از میکرو آنالیز عنصری EDS مربوط به نواحی و نقاط مختلف مشاهده شده در ریزساختار جام شال در شکل ۷.
Table 1: The results of EDS microanalysis related to different regions/points in the microstructure of the Shal beaker in Figure 7.

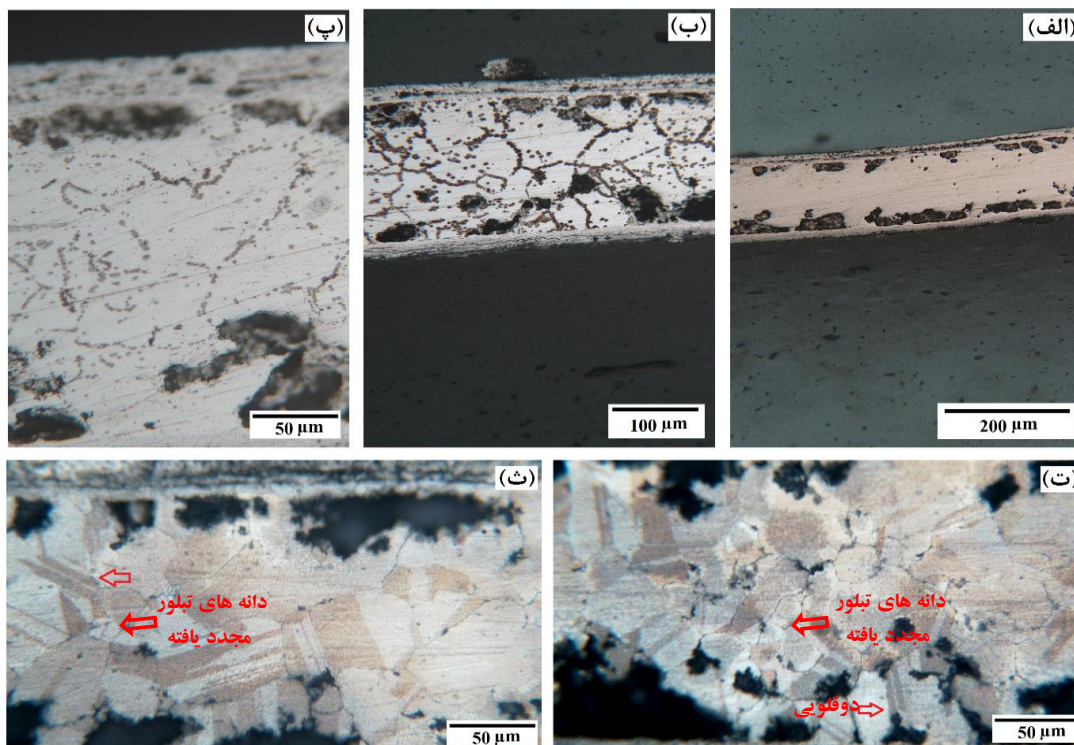
S	N	Cl	O	Cu	Ag	محل میکرو آنالیز Location of micro analysis	نقاط آنالیز شده در تصویر ریزساختاری شکل ۷ The points analyzed in the micrographs of Figure 7
-	-	-	-	2.5	پایه	ترکیب کلی نمونه (wt.%) Overall composition	1
-	-	-	-	3.2	96.8	ناحیه تیره (wt.%) Dark sediments	2
-	46.7	-	20.2	1	30.7	آخال متخلخل (at.%) Porous inclusion	3
-	-	-	-	3.85	پایه	زمینه روشن (wt.%) Bright matrix	4
-	-	35.1	-	-	61.6	لکه خوردگی (at.%) Corrosion area	5
-	-	24.6	34	0.5	37.3	ناحیه خوردگی (at.%) Corrosion area	6
-	-	31.1	23.4	-	39.8	آثار خوردگی نزدیک سطح (at.%) Corrosion area in near surface	7
23	-	-	35	-	42	لایه اکسیدی/خوردگی سطح (at.%) Surface oxide layer	8

نقاط در عین حالی که درصد بالایی از نقره و کبر را دارند ولی فاقد مس هستند که خود بیانگر وجود ترکیبات کلریدی نقره نظیر (AgCl) در این نقاط است. علاوه بر آن، آنالیز شیمیایی نقطه ۸ در شکل ۷ (ب) هم که درصد بالایی از نقره و گوگرد را در جدول ۱

ترکیب شیمیایی EDS نقطه‌ای مربوط به نقاط ۵ و ۶ و ۷ در جدول ۱، که در ریزساختار نمونه پولیش شده بدون حک‌کاری شیمیایی شکل ۷ (الف) مشخص شده‌اند (و تأثیر محلول حک‌کاری روی ترکیب شیمیایی این نقاط منتفی است)؛ نشان می‌دهند که این

مشاهده شده در ریزساختار نواحی مرکزی مقطع مورد بررسی جام اندک است و چندان زیاد نیست به نظر می‌رسد که دمای عملیات آهنگری جام خیلی بالا نبوده و حین عملیات، کاهش پیوسته دما رخ داده است. به عبارت دیگر، جام شال مورد مطالعه با عملیات آهنگری گرم فراوری شده است (نه عملیات آهنگری داغ که بالای دمای تبلور مجدد انجام می‌شود). از سوی دیگر، مطابق شکل ۹ (الف) و به خصوص شکل ۹ (ب) یک ناحیه تغییر شکل پلاستیک و سیلان یافته قابل ملاحظه‌ای در نواحی سطحی جام شال نیز مشاهده می‌شود که می‌تواند ناشی از انباشتگی موضعی نابجایی‌ها در نواحی سطحی آن باشد [34] و این تغییرات ریزساختار سطح نسبت به ریزساختار نواحی مرکزی مقطع نمونه جام مورد مطالعه به خاطر تغییر شکل موضعی شدید سطحی است که پس از تولید جام شال و به واسطه قلم زنی نقش و نگار روی آن (شکل ۴) در دمای محیط رخ داده است. از آنجایی که ایجاد نقش و نگار سطحی با قلم زنی در دمای محیط انجام گرفته است بنابراین، ریزساختار پرنابجایی و پرنرژی، خود را بدون نشان دادن علایم تبلور مجدد یا بدون بروز دوقلویی‌های تابکاری در نواحی قلم زنی شده سطح جام حفظ کرده است. لکه‌های پراکنده تیره رنگ مشاهده شده بر روی نواحی سطحی در ریزساختار حالت پولیش شده جام مطابق شکل ۹ (ب) نیز در واقع آثار خوردگی حفره‌ای ریزی هستند که با مرور زمان روی نابجایی‌های انباشته و پرنرژی نواحی قلم زنی شده سطحی شکل گرفته‌اند. وجود لایه سطحی عمدتاً اکسیدی در اثر چکش‌کاری محکم و صاف‌سازی^۱ در جام‌های پایه نقره حاوی مس در مطالعات قبلی نیز شناسایی و گزارش شده‌اند. حتی پدیده مغزه‌بندی^۲ (به صورت جدایش نوارهای مسی) نیز در اثر سیکل‌های متوالی کار سرد و آنیل در ریز ساختار جام‌های نقره‌ای دارای مس کم نیز مشاهده شده است [32].

نشان می‌دهد بیانگر وجود ترکیبات سولفاتی یا سولفیدی نقره نظیر (Ag_2S) در سطح نمونه مورد بررسی است. وجود هر دوی این ترکیبات (ترکیبات کلریدی و سولفیدی/سولفاتی) در ریزساختار نمونه مورد بررسی حکایت از آن دارد که خاک محل دفن جام شال مورد مطالعه ترکیبات گوگردی و کلریدی داشته‌است که با مرور زمان سبب خوردگی سطحی جام شال با گوگرد یا سولفات و خوردگی عمقی آن با کلر شده است. در شکل ۸ (ت) و (ث) ریزساختار نمونه حاصل از حک-کاری شیمیایی با محلول حاوی دی کرومات پتاسیم نشان داده شده است. در این تصاویر، در نواحی مرکزی مقطع متالوگرافی جام شال تعدادی دوقلویی‌های آنیل (تابکاری) مشاهده می‌شوند (فلش‌های قرمز رنگ). این نوع از دوقلویی‌ها برای مواد با شبکه بلوری FCC و با انرژی نقص چیدمان (SFE) کم حین عملیات تغییر شکل گرم یا تابکاری ایجاد می‌شوند. لازم به توضیح است که انرژی نقص چیدمان (SFE) ذاتی برای نقره و مس به ترتیب حدود ۳۳ و 70 mJ/m^2 گزارش شده-اند [33] که با توجه به کم بودن SFE برای نقره و آلیاژهای آن، نابجایی‌ها با تجزیه شدن به نابجایی‌های جزئی در حین تغییر شکل گرم یا عملیات تابکاری بعدی باعث بروز دوقلویی در داخل دانه‌ها می‌شوند و از این طریق انرژی داخلی ریزساختار را کاهش می‌دهند [34-36]. بر این اساس، مشاهده آثار تبلور مجدد ناقص و اندک (و نه گسترده) و خطوط دوقلویی داخل دانه-های زمینه نقره در شکل‌های ۸ (ت) و (ث) همانگونه که قبلاً نیز توسط دیگران گزارش شده است [31] بیانگر آن است که جام شال مورد نظر با روش آهنگری گرم فراوری شده و انجام تابکاری دینامیکی حین آهنگری گرم سبب تشکیل خطوط دوقلویی در ریزساختار آن شده است. اما با توجه به اینکه خطوط دوقلویی و دانه‌های تبلور مجدد ریز و هم محور

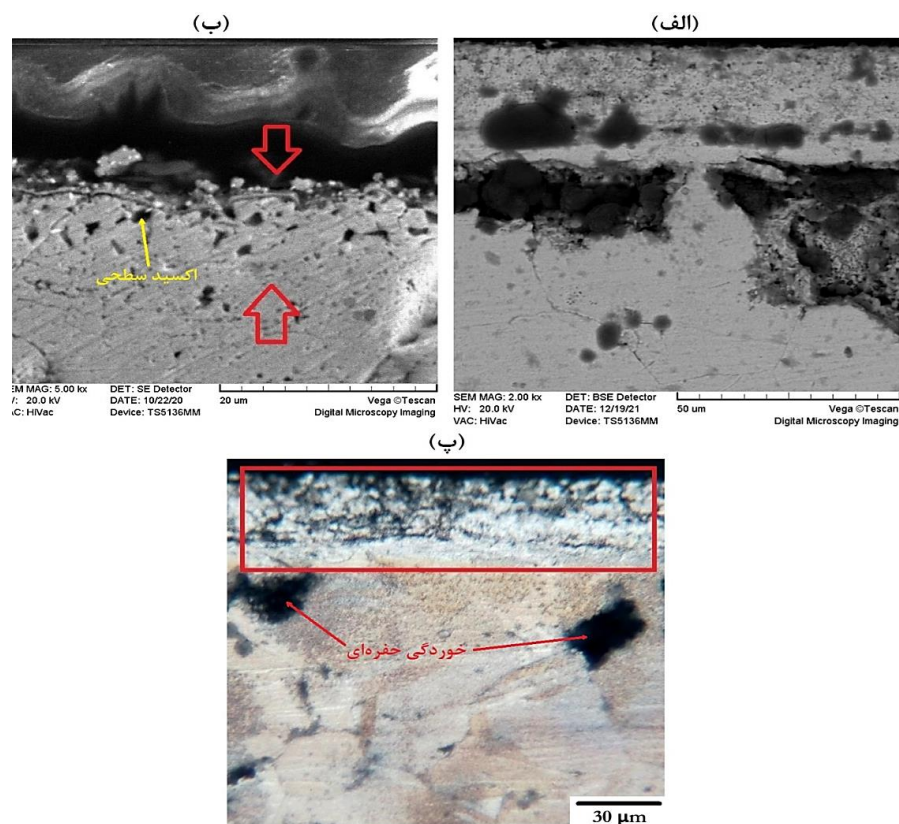


شکل ۸: تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه جام شال در حالت پولیش کاری شده (الف)، حک کاری شده در محلول حاوی کلرید آهن (ب، پ)؛ و حک کاری شده در محلول حاوی دی کرومات پتاسیم (ت، ث).

Fig. 8: Optical microscopy micrographs of the Shal beaker specimen in: as polished condition (a), after etching at iron chloride solution (b,c) and after etching at potassium dichromate solution (d,e).

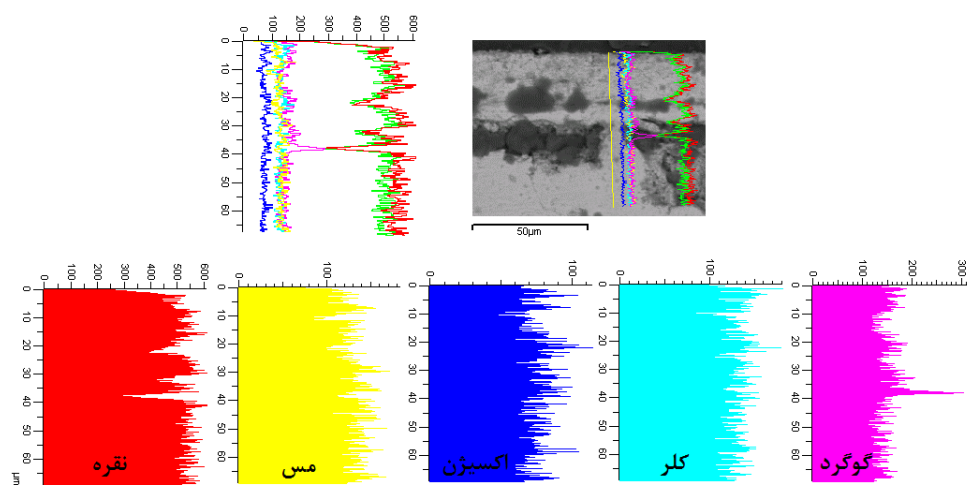
پرانرژی قلم زنی شده با نواحی مرکزی کم انرژی تبلور مجدد یافته مقطع متالوگرافی جام در حضور محیط گوگردی/سولفاتی خاک محل دفن جام (گورستان چالادئم خلخال) باشد که در آن، نواحی پر انرژی سطحی به عنوان آند و نواحی تابکاری شده مرکزی به عنوان کاتد و محیط گوگردی/سولفاتی مرطوب محل دفن جام به عنوان الکترولیت پیل گالوانیک مورد اشاره ایفای نقش کرده و با مرور زمان باعث خوردگی ترجیحی و موضعی زیرسطحی در فصل مشترک لایه-های سطحی و نواحی مرکزی جام شده‌اند. نشان داده شده است که تردی ریزساختاری و اشاعه ترک ناشی از خوردگی تنشی^۴ در اینگونه آثار می‌تواند حتی منجر به تسریع تخریب آن‌ها با گذشت زمان بشود [38, 39].

در تصاویر ریزساختاری ارائه شده در شکل ۸ (الف) و شکل ۹ که به ترتیب مربوط به نمونه پولیش کاری شده و حک کاری شده هستند، تا عمق مشخصی از سطح نمونه، آثار قابل ملاحظه‌ای از لکه‌های تیره رنگ خوردگی مشاهده نمی‌شود اما در عمق حدود ۲۰-۱۵ میکرومتری سطح، لکه‌های پیوسته و یا ناپیوسته تیره رنگ خوردگی مشاهده می‌شوند که آنالیز EDS خطی از سطح به سمت مرکز نمونه مطابق شکل ۱۰ نشان می‌دهد که در محل این لکه‌ها درصد گوگرد به صورت موضعی به شدت افزایش یافته و درصد نقره کاهش یافته است. به نظر می‌رسد که این نوع خوردگی‌های زیر لایه‌های سطحی به واسطه ایجاد میکرو پیل‌های گالوانیک^۳ موضعی در فصل مشترک نواحی سطحی



شکل ۹: تصاویر SEM (الف و ب) و میکروسکوپ نوری (پ) از ریزساختار نمونه جام شال در حالت حکاکی شده از لبه (سطح) جام شال که کشیدگی دانه‌ها و نا مشخص بودن مرز دانه‌ها خود بیانگر آثار کار سختی باقیمانده در سطح جام است.

Fig. 9: SEM (a, b) and optical microscopy micrographs of Shal beaker sample after etching of beaker surface representing the remained hard working evidences at beaker surface.



شکل ۱۰: آنالیز خطی EDS از سطح به سمت مرکز مقطع جام شال برای ارزیابی نحوه توزیع عناصر مختلف.

Fig. 10. EDS line scan from the surface towards the center of the cross-section of Shal beaker to evaluate the distribution of various elements.

۳. به واسطه ایجاد یک پیل گالوانیک موضعی در فصل مشترک نواحی سطحی پرانرژی قلم زنی شده با نواحی مرکزی کم انرژی تبلور مجدد یافته مقطع متالوگرافی جام در حضور محیط گوگردار خاک محل دفن جام (گورستان چالادئم خلخال)، خوردگی سولفیدی/سولفاتی موضعی به مرور زمان در نواحی زیر سطح و در مرز بین نواحی پر انرژی سطحی و کم انرژی مرکزی مقطع جام رخ داده و باعث ظهور آثار خوردگی و اکسیداسیون موضعی شدید زیر لایه‌های سطحی شده است.

سپاسگزاری

نویسندگان مقاله مراتب تشکر و قدردانی خود را از اداره کل میراث فرهنگی، گردشگری و صنایع دستی استان اردبیل به خاطر همکاری لازم در قالب انجام طرح پژوهشی - مطالعاتی آثار مکشوفه از کاوش‌های باستان‌شناسی اخیر و اجازه نمونه‌برداری از آن‌ها را جهت انجام مطالعه حاضر اظهار می‌کنند. همچنین از آقای محمدرضا شایقی سرپرست هیئت کاوش گورستان شال جهت در اختیار قرار دادن اطلاعات لازم و آقای مجتبی جوان اجدادی (امین اموال وقت موزه - های استان اردبیل) بابت همکاری‌های لازم قدردانی می‌شود.

پی نوشت ها

1. Planishing
2. Coring
3. Galvanic cell
4. Stress-Corrosion cracking

References

- [1] Danti MD. The Hasanlu (Iran) Gold Bowl in context: all that glitters Antiquity 2014; 88: 791-804.
- [2] Vahdati AA. Another look at the role of the golden cup of the legend of life in

۵. نتیجه‌گیری

با متالوگرافی جام چالادئم شال خلخال و مشاهده ریزساختار و انجام میکرو آنالیز EDS از فازها و قسمت‌های مختلف ریزساختار آن و تحلیل آن‌ها، نتایج زیر به دست آمدند.

۱. بر اساس نتایج میکرو آنالیز EDS از ریزساختار جام مورد نظر، ترکیب شیمیایی جام شال، آلیاژ پایه نقره حاوی ۲/۵ درصد وزنی مس شناسایی شد.

۲. جام شال مورد بررسی یک ریزساختار دوفازی شامل فاز زمینه نقره‌ای و ذرات ریز و پراکنده مسی مرزداره ای را نشان می‌دهد و دو قسمت متمایز از نظر ریزساختاری در آن قابل تشخیص است. ریزساختار نواحی مرکزی مقطع جام که حین فراوری جام شال با عملیات آهنگری گرم ایجاد شده و منجر به تبلور مجدد دینامیکی ناقص و اندک همراه با شکل‌گیری دانه‌بندی نسبتاً درشت زمینه نقره‌ای و دوقلوبی‌های تابکاری دینامیکی در ریزساختار شده است و سطوح بیرونی یا داخلی جام که به صورت موضعی با انجام قلم زنی بعدی در دمای محیط شکل گرفته و شامل یک ریزساختار پر انرژی و سیلان یافته شدید همراه با دانه‌بندی ریز و تراکم بالایی از نابجایی‌ها و بدون خطوط دوقلوبی است.

۲. مشاهده ترکیبات کلریدی نقره در ریزساختار نواحی مرکزی مقطع متالوگرافی جام شال مورد مطالعه و ترکیبات گوگردی و اکسیدی نقره در سطوح آن بیانگر خوردگی داخلی آن با کلر و خوردگی/ اکسیداسیون سطحی آن با ترکیبات گوگردی/ اکسیژن است و هر دوی این عوامل خورنده با مرور زمان از محیط دفن جام (گورستان چالادئم خلخال) جذب آن شده‌اند.

Marlik. J Archeol.

[وحدتی، علی اکبر. نگاهی دیگر به نقش مایه‌های جام زرین افسانه زندگی در مارلیک». مجله باستان -

شناسی ۱۳۸۴، ۱(۱):]

- [3] Porada E. Notes on the Gold Bowl and

- Silver Beaker from Hasanlu" in A survey of Persian Art from Prehistoric Times to the present. Arthur Upham Pope.
- [4] Dyson RH. Iranian Art before the History of Hassanlou Golden Cup Collection of Hassanlou Golden Cup Articles. Art Treasure Publishing, 2008. [دایسون، رابرت هنری. هنر ایران در پیش از تاریخ جام زرین حسنلو. مجموعه مقالات جام زرین حسنلو. انتشارات گنجینه هنر.]
- [5] Sadraie A, Ali'oun S. Proceedings of Golden bowl of Hasanlu. Tehran: Ganjine Honar Publication, 2013. [صدرایی، علی و صمد علیون. مجموعه مقالات جام زرین حسنلو. جلد اول. انتشارات گنجینه هنر. ۱۳۸۷]
- [6] Pigott VC. The emergence of iron use at Hasanlu. Expedition 1989; 31: 67.
- [7] Talai H. Iran Iron Age. Fourth. Tehran: SAMT, 2013. [طلایی، حسن. عصر آهن ایران. تهران. انتشارات سمت ۱۳۸۷]
- [8] Khalatbari MR. Archaeological excavations in the ancient sites of Talesh (Marian and Tandvin). 2004. [خلعتبری، محمدرضا. کاوش‌های باستان‌شناسی در محوطه‌های باستانی تالش (مریان و تندوین). انتشارات سازمان میراث فرهنگی کشور ۱۳۸۳.]
- [9] [Shayeghi MR. Preliminary report on the excavation of Chaladim Shal Khalkhal Cemetery (Unpublished). 2019. [شایقی، محمدرضا. گزارش مقدماتی کاوش گورستان چالادیم شال خلخال. منتشر نشده. میراث فرهنگی، گردشگری و صنایع دستی اردبیل ۱۳۹۸]
- [10] Winter IJ. The "Hasanlu Gold Bowl": thirty years later. Expedition 1989; 31: 87.
- [11] Ghiasabadi R. Encyclopedia of Iranian Photography Volume 9, Iranian Journalists. [غیاث‌آبادی، رضا. دایره‌المعارف عکس ایران جلد نهم، جام‌های نگارین ایران. چاپخانه علمی فرهنگی تهران. ۱۳۷۶]
- [12] Talaei H. Metallography Technology in Sagzabad Tepe, Qazvin plain. Fac Lit Humanit; 164. [طلایی، حسن. تکنولوژی فلزگری کهن در تپه سگزآباد دشت قزوین. مجله دانشکده ادبیات و علوم- انسانی دانشگاه تهران ۱۳۸۱: ۵۴۷-۵۶۴.]
- [13] Yavari F, Abbaszadeh Sarasti R, Mortazavi M, et al. A Metallographic, ICP- OES and SEM- EDS Examination on Three Bronze Age Alloys from Southern Part of Halil-Rud Region, Jiroft, Iran. pazhoheshha-ye Bastan shenasi Iran 2016; 6: 67-82. [یاوری، فاطمه. رحمت عباس نژاد سرستی. محمد مرتضوی. نادر علیدادی سلیمانی. بررسی متالوگرافی، ICP-OES و SEM-EDS سه شیء آلیاژی عصر مفرغ مکشوف از بخش جنوبی حوضه هلیل رود، جیرفت. مجله پژوهش‌های باستان‌شناسی ایران ۱۳۹۵، شماره ۱۰.]
- [14] Helwing B. Early mining and metallurgy on the western Iranian plateau: First results of the Iranian-German archaeological research at Arismān, 2000-2004. Archäologische Mitteilungen aus Iran und Turan 2005; 37: 425-434.
- [15] Bahr al-Ulumi, Frank, Mahmoud Ghasemi, Babak Rafiei, Mohammad Lamei Rashti, Farah Shokouhi DAAG. Archaeological study of metal objects in Slum Hill. J Archaeol Res Interdiscip Stud 2007; 42-31. [بحرالعلوم، فرانک، محمود قاسمی، بابک رفیعی، محمد لامعی رشتی، فرح شکوهی، داود آقاعلی گل. بررسی باستان‌سجی اشیاء فلزی تپه زاغه. مجله پژوهش‌های باستان‌شناسی و مطالعات میان‌رشته‌ای ۱۳۸۶: ۳۱-۴۲.]
- [16] Mortazavi M, Salehi Kakhki A, Golozar MA, et al. Preliminary metallurgical investigation of copper-based artifacts at Tepe Sagzabad in Qazvin plain, Iran (1500-800 BC). Iran J Archaeol Stud 2011; 1: 49-59.
- [17] Ghodousiyan T, Samadi A, Talai H. Studying the Ancient Metallurgy of Qazvin Plain Based on the Metal Samples Discovered from The Iron Age II Graves of Sagzabad Cemetery. J Archaeol Stud 2017; 9: 167-187.

- [17] قدوسی‌ان، طلحه. احد صمدی و حسن طلایی. واکاوی جنبه‌هایی از متالورژی باستانی دشت قزوین بر مبنای داده‌های فلزی مکشوفه از قبور عصر آهن II قبرستان سگزآباد. مجله مطالعات باستان‌شناسی ۱۳۹۶، ۹ (۱): ۱۶۷-۱۸۷
- [18] Moslehi M, Abdollah-Khan Gorji M, Nezafati N, et al. Archaeometric and Restoration Studies on a Selection of Copper-Base Artifacts from a Late Bronze Age Site of Bazgir, Gorgan Plain, Northern Iran. J Archaeol Stud 2014; 6: 111-128.
- [19] Oudbashi O, Hasanpour A. Experimental Studies on Alloy Composition and Microstructure of some Bronze Objects from Iron Age Site of Baba Jilan, Luristan. J Archaeol Stud 2016; 8: 133-149.
- [20] Oudbashi O, Seyed ME, Parviz D. Archaeometallurgy in Luristan Region: Investigation on Chemical and Structural Aspects of Bronze Artifacts from Sangtarashan Archaeological Site of Khorramabad (First Millennium B.C.). In: *The fourth joint conference of the Association of Metallurgical Engineers and the Iranian Casting Scientific Society*. 2010.
- [21] Sodaei B, Hajivaliei M, Khademi Nadooshan F. Possible sources for extraction of silver by comparison of Parthian and Sasanian coins in Mede Satraps. Mediterr Archaeol Archaeom 2013; 13: 161-170.
- [22] Meyers P. Production of silver in antiquity: ore types identified based upon elemental compositions of ancient silver artifacts. In: *Patterns and process: A festschrift in honor of Dr. Edward V. Sayre*. 2003, 271-288.
- [23] Hajivaliei M, Sodaei B. Application of WDXRF Spectrometry to Study the Sassanian Silver Coins. pazhoheshha-ye Bastan shenasi Iran 2016; 5: 163-174.
- [24] Gordus AA. Quantitative Non-Destructive Neutron Activation Analysis of Silver in Coins. Archaeometry 1967; 10: 78-86.
- [25] Hajivaliei M, Mohammadifar Y, Ghiyasi K, et al. Application of PIXE to study ancient Iranian silver coins. Nucl Instruments Methods Phys Res Sect B Beam Interact with Mater Atoms 2008; 266: 1578-1582.
- [26] Khademi Nadooshan F, Nāyebpur M, Sodaei B. Recognition of Metal Sources Used for Extracting Silver for Minting Parthian Coins in the Medes Province using the PIXE Method. J Archaeol Stud 2011; 3: 79-88.
- [27] Tohidi F. Basics of metalworking, painting, pottery, textiles, architecture and calligraphy. Tehran: Samira Publications.
- [28] Moghaddamnia HA et al. Ardabil Provincial is a tenth grade textbook, second year of high school. Tehran: Iran Textbook Publishing Company, 2019.
- [29] حاجی ولیئی، مهدی و بیتا سودایی. به کارگیری روش طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس (WDXRF) در مطالعه سکه‌های نقره‌ای ساسانیان ۱۳۹۴، ۵ (۹): ۷۸-۹۸
- [30] عودباشی، امید، عطا حسن‌پور. مطالعات آزمایشگاهی بر روی آلیاژ و ریز ساختار اشیاء برنزی محوطه عصر آهن باباجیلان لرستان. مجله مطالعات باستان‌شناسی ۱۳۹۵، ۸ (۱): ۱۳۳-۱۴۹
- [31] عودباشی، امید. سید محمد امین امامی، پرویز دوامی. فلزگری کهن (آرکئومتالورژی) در ناحیه لرستان: بررسی ساختاری و شیمیایی آثار برنزی محوطه باستانی سنگ تراشان خرم‌آباد متعلق به هزاره اول ق.م. چهارمین همایش مشترک انجمن مهندسين متالورژی و جامعه علمی ریخته‌گری ایران ۱۳۸۹: ۱۲۰۸-۱۲۱۸
- [32] Sodaei B, Hajivaliei M, Khademi Nadooshan F. Possible sources for extraction of silver by comparison of

- [مقدم نیا، حیدرعلی و همکاران. استان شناسی اردبیل. کتاب درسی پایه دهم، دوره دوم متوسطه. تهران. شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران ۱۳۹۹.]
- [29] ArdabilCHTO. کشف گورهای دسته جمعی. مربوط به دوره آهن در منطقه شال خلخال. ۲۰۱۹. <http://ardabilchto.ir/0/FA/SNews/C/1719/aparat> (accessed 27 August 2021).
- [30] Chang YA, Goldberg D, Neumann JP. Phase diagrams and thermodynamic properties of ternary copper-silver systems. J Phys Chem Ref Data 1977; 6: 621–674.
- [31] Northover SM, Northover JP. Microstructures of ancient and modern cast silver-copper alloys. Materials Characterization. 2014 Apr 1; 90:173-84.
- [32] Oudbashi O, Wanhill R. Long-term embrittlement of ancient copper and silver alloys. Heritage. 2021 Sep;4(3):2287-319.
- [33] Rosengaard NM, Skriver HL. Calculated stacking-fault energies of elemental metals. Phys Rev B 1993; 47: 12865.
- [34] Kumar M, Schwartz AJ, King WE. Microstructural evolution during grain boundary engineering of low to medium stacking fault energy fcc materials. Acta Mater 2002; 50: 2599–2612.
- [35] G.E. Dieter, Mechanical metallurgy, Mc Graw Hill series in Materials Science and Engineering, 1986.
- [36] Rath, B. B., M. A. Imam, and C. S. Pande. Nucleation and growth of twin interfaces in fcc metals and alloys. Mater. Phys. Mech 1.20 (2000): 0.