CEDRUS
THE JOURNAL OF MCRI

cedrus.akdeniz.edu.tr
Cedrus VI (2018) 713-736
DOI: 10.13113/CEDRUS/201834

KARAKTERİZASYON VE TARİHLENDİRME ÇALIŞMALARININ ARKEOMETRİK YÖNTEMLERLE İNCELENMESİ

ARCHAEOMETRIC METHODS ON CHARACTERIZATION AND DATING STUDIES

İLKER IŞIK*

Öz: Tarihi eserlerin yaş tayini ve karakterize edilme çalışmaları, geçmiş dönemde yaşamış toplumların teknolojik bilgi birikimlerinin aydınlatılmasında son derece önemlidir. Bu bağlamda arkeometrik çalışmaların değeri giderek artmaktadır. Arkeometri, antik eserler ve materyaller için matematiksel ölçüm ve analiz yöntemlerinin uygulanması ve kullanılması olarak tanımlanabilir. Çeşitli arkeometrik teknikler sayesinde elde edilen veriler ışığında arkeolojik bilgiler bilimsel verilerle desteklenerek daha somut ve daha sağlıklı sonuçlar elde edilmektedir. Bu çalışmada; karakterizasyon için kullanılan yöntemler ile (LA-ICP-MS, SEM-EDS, MALDI, XRD, XRF, FT-IR, Raman) tarihlendirmede kullanılan yöntemlerin (ESR, OSL, TL) genel özellikleri ve bu yöntemlerle yapılan arkeometrik çalışmalar anlatılmaktadır. Ayrıca bu çalışmada, arkeolojik kazıda çıkan eserlerin menşei, yapım tekniği, üretim aşamaları ve üretildiği tarih arkeometrik analizler ile aydınlatılarak eserin net bir kimlik kazanması, esere ait kompozisyon, nitelik, mutlak tarih ve benzer eserlerle kronolojik ve teknik özellik bakımından kıyaslama çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Araştırma sonuçlarının arkeolojik çalışmalara ve yorumlamalara arkeometrik yönden katkı sağlayacağı ortaya konmuştur. Ayrıca bu çalışmada arkeometrinin sunduğu multidisipliner bakış açısı sayesinde bir kültür varlığının kuşku bırakmaksızın tanımlanması sağlanarak bilim kavramının kesinlik olgusu vurgulanmaya çalışılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Karakterizasyon • Tarihlendirme • Arkeometri • İleri Analiz

Abstract: The age determination and characterization of historical works is of great importance in illuminating the technological knowledge of the communities that lived in the past. In this context, the value of archaeometric work is increasing. Archaeometry can be defined as the application and use of mathematical measurement and analysis methods of ancient artifacts and materials. Archeological information in the data obtained by various archaeometric techniques is supported by scientific data, resulting in more concrete and healthier results. In this study; general Characterization methods used for Characterization (LA-ICP-MS, SEM-EDS, MALDI, XRD, XRF, FT-IR, Raman) and methods used for dating (ESR, OSL, TL) and archaeometric studies done with these methods are explained. Also in this study, the origins, the construction technique, the stages of production and the history of the artifacts in archeological excavation were illuminated by archaeometric analyses so a clear identity of the artifacts, composition, quality, absolute date and chronological and technical comparison studies were carried out with similar studies. It has been revealed that the results of the research will contribute to archeological studies and interpretation in archaeometric direction. Furthermore, in this study, it was tried to emphasize the certainty of the concept of science by providing the definition of a cultural existence without any doubt thanks to the multidisciplinary point of view presented by archaeometry.

Keywords: Characterization • Dating • Archaeometry • Advanced Analysis

* Dr. Öğr. Üyesi, Selçuk Üniversitesi, Edebiyat Fakültesi, Kültür Varlıklarını Koruma ve Onarım Bölümü, Konya. ilkerarkeo@selcuk.edu.tr

Giriş

Ülkemizin üzerinde bulunduğu coğrafya, binlerce yıl pek çok topluma ve o toplumların kültürel miraslarına ev sahipliği yapmıştır. Bu kültürel miras, içerisinde binlerce yıllık bilgiyi barındıran muhteşem kaynaklardır. Dolayısıyla bu mirasa sahip çıkmak, onu tanımak, korumak ve gelecek nesillere aktarmak hepimizin ortak görevi olmalıdır. Tüm bunları yapabilmek, geçmiş dönemde yaşamış toplumlar hakkında sağlıklı bilgiler edinebilmek için fen bilimlerinin sunduğu analize dayalı araştırmalar ile arkeoloji biliminin sunduğu yorumlamaların kesiştiği 'multidisipliner' çalışmalara başvurulmuştur. Bu çalışmaların neticesinde, bir kültür varlığının tam anlamıyla, kuşku bırakmaksızın tanımlanması daha doğru ve daha kesin olarak yapılabilmektedir.

Toprak altından çıkan bir eserin teşhisini -eserin kesin tarihi, üretim teknolojisi, restorasyon evrimi, sahte olup olmadığının belirlenmesi, çevre etkileri vb.- tam anlamıyla hızlı, doğru ve güvenilir bir şekilde yapabilmek kazı çalışmalarını yürüten bilim insanlarının en çok ilgilendiği konular arasındadır. Bu teşhisi yapabilmenin en temel yolu ise sosyal ve fen bilimlerinin ortak olarak yürüttüğü çalışmalardan yararlanıp iki alanın ortaya koyduğu bilimsel sonuçları tek bir potada eriterek daha güvenilir bilgiler elde etmekten geçmektedir. Örneğin; hangi döneme ait olduğu bilinemeyen ancak stilistik açıdan arkeologların bilgi ve deneyimi ile yorumlanan bir metal eserin gelişmiş yöntemlerle analizi sonucu içeriğinde hangi elementin bulunduğu ve buna göre hangi alaşımdan imal edildiği saptanabilir. Bu bilgi alet yapma teknolojisinin geçmişine vakıf olan arkeologların dönem ve bölge tespitine yardımcı olabilir. Ayrıca uygun koşullarda alınmak kaydıyla tarihlendirme çalışması yapılarak kuşku bırakmayacak şekilde üretildiği evre belirlenebilir. Böylece arkeolojik bilgiler bilimsel verilerle desteklenerek yazılacak bilimsel raporların daha somut sonuçlar ile sağlıklı olabilmesine olanak tanır.

Bu çalışma, yeni bir bakış açısı getirmek amacıyla geleneksel kümülatif tarih bakışına yardımcı olmak için ileri analiz yöntemlerinin esere uygulanmasını ve akabinde eserin elementel ve mineralojik analizlerinin de yapılarak hem niteliğini hem de dönemini saptamak adına birden çok aşamalı çalışma prensibini ortaya koymaktadır.

1- Karakterizasyon Çalışmaları

Taşınabilir ve taşınamaz nitelikteki tarihi eserlerin restorasyon, konservasyon ve karakterize edilme çalışmaları arkeoloji ve sanat tarihinin başat konularından biri olarak görülmektedir. Söz konusu olan çalışma, tarihi eserlerin karakterize edilme çalışmaları olunca çalışmanın pek çok zorluğu karşımıza çıkmaktadır. Bu zoruklardan biri; geçmiş dönemi aydınlatmanın beraberinde getirdiği araştırmanın güvenilirliğinin sorgulanması sorunsalıdır. Bir diğeri ise; eserin tanımlanması, korunması ve incelenmesine yönelik çalışmaların tahribatsız olarak gerçekleştirilmesi zorunluluğudur. Karakterizasyon çalışmalarının asıl amacı da; bu sorunu çözer niteliktedir. Bu noktada ana hedef, geçmiş dönemleri aydınlatmak ve bunu tahribatsız olarak ya da bu durumu en aza indirgeyecek şekilde gerçekleştirmektir. Dolayısıyla eserin durumuna ve alt yapısına göre karakterizasyon teknikleri belirlemek gerekir. Her yöntemin bir diğerine göre üstünlüğü olabildiği gibi noksanlıkları da göz önünde bulundurulmalıdır. Analize dayalı sonuçların ışığında elde edilen somut verilerle de yukarıda bahsedilen çalışmanın güvenilirliği problemi de ortadan kalkmış olur.

Aşağıda dünyada son yıllarda önem kazanmış olan en temel karekterizasyon yöntemleri avantaj ve dezavantajları ile birlikte verilmiş, ayrıca analiz sonuçları arkeolojik verilerle kıyaslanmış ve bilim insanlarının yapmış oldukları çalışmalar da ortaya konarak içerik zenginleştirilmiştir.

1.1. LA-ICP-MS Yöntemi

ICP-MS (İndüktif olarak eşleştirilmiş plazma-Kütle spektrometresi) atomik kütleye dayanan elementel bir analiz tekniğidir. Numunedeki elementler cihazın ICP kısmında iyonlaştırıldıktan sonra MS kısmına gönderilir ve burada *kütle/yük* (m/Z_e) oranlarına göre ayrılıp ölçülerek veriler elde edilir.

ICP-MS tekniği, numunedeki elementlerin elektromanyetik indüksiyonla yüksek sıcaklığa ulaştırılan argon plazması tarafından iyonize edilmesi, bu iyonize elementlerin kütle spektrometresi tarafından ayrıştırılması (m/Z_e) ve bir dedektör tarafından ölçülmesi aşamalarını içerir. ICP-MS ile katı, sıvı örnekler çalışılabilinir. Yöntemin avantajı; numunedeki iz element derişimlerinin (ppb-milyarda bir-derecesindeki derişim) saptanabilmesi, çok sayıda elementin aynı anda belirlenebilmesidir.

İndüktif eşleşmiş plazma (ICP) ilk kez 1960 yılında Reed tarafından geliştirilmiştir[1]. Spektrokimyasal analiz için ise ilk kez Greenfield *et al.* tarafından kullanılmıştır[2]. Lazer Ablasyon-İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi (LA-ICP-MS), birçok element için yüksek duyarlılık, seçicilik, doğruluk ve kesinliğiyle önemli tekniklerden biri olarak 1980'lerin başından beri gelişmektedir. Lazer ablasyon ilk kez 1985 yılında Alan Gray tarafından indüktif eşleşmiş plazma kütle spektrometresi ile kullanılmıştır[3].

LA-ICP-MS arkeolojik ve jeolojik örnekler açısından yaygın olarak kullanılmaktadır[4]. LA-ICP-MS ile analiz edilebilen seramikler[5], obsidiyenler[6], metaller ve cüruflar[7], eski kurşun kozmetik renklendiricileri[8], bronz ya da bakır döküm eşyaları[9] gibi kurşun izotop çalışmaları için, diş minesi[10], cam eserler, jeoloji ve mineraloji[11], çevre ve biyolojik araştırmalar[12], malzeme araştırmaları[13] gibi materyallerin doğru ve kesin olarak belirlenmesi bakımından son derece önemli neticeler vermektedir.

Arkeolojik ve arkeometrik uygulamalarda en önemli ana elementlerden biri olan kurşun (Pb) ile arkeometrinin nüfuz alanında kaynak belirleme ve doğruluğunun tespiti izotop analizi yoluyla başarılı bir şekilde kullanılmaktadır[14]. Örneğin cam eserlerle ilgili Ephesos (Efes) arkeolojik kazılarında bulunan kırık cam parçaları üzerinde uygulanan izotopik analiz yolu ile LA-ICP-MS uygulaması kurşun miktarına bağlı olarak (ki buradaki camlarda Pb oranı çok düşük olmasına rağmen) söz konusu eserlerin orijinlerinin farklılığı ve tarihlendirmelerinin yapılabilmesini sağlamıştır. Yine Pb

---

1 Reed 1961, 821-824.
2 Greenfield *et al.* 1964, 713-720.
3 Gray 1985, 551-556.
4 Rashad *et al.* 2009.
5 Jones 1986; Pollard – Hatcher 1986, 261-287; Neff 2003, 21-35.
6 Bigazzi *et al.* 1986, 353-363; Williams-Thorpe 1995, 217-248; Tykot – Young 1996, 116-130; Tykot 1998, 67-82.
7 Young *et al.* 1997, 379-392; Hall *et al.* 1998, 542-552; Heimann *et al.* 2001, 227-252.
8 Ghazi 1994, 627-636.
9 Angelini *et al.* 1993, 165-174.
10 Budd *et al.* 2000, 687-694; English *et al.* 2001, 11891-11896.
11 Becker – Dietze 2000, 1-35.
12 Simonetti 2005, 677-686; Jeffries *et al.* 1998, 935-940.
13 Ghazi *et al.* 1996, 667-674; Pearce *et al.* 1997, 115-144; Perkins *et al.* 1997, 175-190.
14 Hill *et al.* 2004, 585-605.

miktarına göre Roma gümüş sikkeleri üzerinde LA-MC-ICP-MS uygulandı[15]. Analiz sonucunda bu sikkelerin hammaddesinin Erken Bronz Çağı'ndan beri kullanıldığı ve merkezlerinin Almanya ve Bohemya olduğu tespit edilebilmiştir[16]. Ayrıca Klein ve onun bilim ekibi, Kurşun ile birlikte MÖ 16-MS 37 yılları arasında bakırın (Cu) da mevcut olduğunu keşfettiler[17]. Böylelikle LA-ICP-MS ile birlikte metallerin alaşımlarını ortaya çıkarma imkânı da göz önüne serildi.

Benzer bir çalışma Vlachou-Mogire ve ekibi tarafından yapıldı[18]. Geç Roma Dönemi sikkelerindeki kalay (Sn) - bakır (Cu) - kurşun (Pb) - gümüş (Ag) oranlarının saptaması yapılan bu çalışmada, İmparatorluğun durumuna konuya ekonomik ve sosyolojik boyutu uyarınca bunlara paralel olarak ikinci sınıf alaşımlarla sikke basımı yapıldığı ve LA-ICP-MS cihazıyla kesin verilerle açıklık getirildiği yer almaktadır. Bu çalışmada MS 240–253 yıllarında Antoninler hanedanı dönemine (MS 96 - 192) göre %25 ila %40 oranında azalan gümüş miktarı[19], Valerin ve Galeanus dönmelerinde %12'lere kadar düştüğü anlaşılmıştır[20].

1.2. SEM-EDX Yöntemi

Karakterizasyon uygulamaları kapsamında kullanılan diğer bir cihaz ise SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) cihazıdır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobudur. 1965'de kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir. SEM cihazı ile biyoloji ve arkeoloji araştırmaları için yapılan ilk çalışmayı ise Pilcher gerçekleştirmiştir[21]. SEM-EDX analizi, birleştirilmiş bir enstrümantal analiz yöntemidir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), katı örneklerin karakteristik mikro yapıların incelenmesi ve analizlenmesi için kullanılan, yüksek ayırım gücüne sahip bir cihazdır. SEM'in en önemli özelliği odak derinliğidir. Özellikle morfolojik ayrıntıların görüntülenmesinde bu özellikden yararlanılır. SEM'de numune hazırlamak oldukça kolaydır. Numunelerde aranılan başlıca koşullar vakumda bozulmamaları ve iletken olmalarıdır. Katı haldeki numuneler genellikle vakuma dayanıklıdır. Metaller gibi iletken numuneler doğrudan incelenebilirler. Seramik gibi yalıtkan numuneler ise mikroskoba konulmadan önce iletken bir tabaka ile kaplanır. SEM'e görüntü analog elektrik sinyalleri ile oluşturulduğundan bu sinyallerin ölçümü ve modifikasyonu elektronik devrelerle kolayca yapılır. Dolaysıyla görüntü üzerinden nicel ölçüler yapılabilir ve farklı tetkikler ile elde edilen görüntüler karşılaştırılıp birleştirilebilir. Görüntü sinyallerinin sayısal hale getirilmesi ile de görüntü üzerindeki ölçüm ve analizlerin bilgisayarda yapılması mümkündür[22].

Analizi yapılacak örneğin yüzeyini yüksek enerjili elektron ışınlarıyla şeritler halinde tarayarak görüntüleyen bir elektron mikroskobudur. Elektronlar, örneği oluşturan atomlarla etkileşerek sinyaller oluşturur ve bir görüntünün veya örneğin elemanlarının bileşiminin analizini yaparken, belirli değerdeki sinyalleri de algılayarak görüntüleme yapar[23]. Bu sinyaller, geri saçılmış elektronlar, uyarılan katının yayınladığı ikincil elektronlar, Auger elektronları, X ışınları ve uzun dalga boylu fotonlardır. Bu sinyaller yüzey çalışmalarında kullanılmakla beraber, bunların içinde taramalı elekt-

15 Ponting *et al.* 2003, 591-597.
16 Niederschlag *et al.* 2003, 61-100.
17 Klein *et al.* 2004, 339-356.
18 Vlachou-Mogire *et al.* 2007, 558-568.
19 Cope *et al.* 1997.
20 King – Northover 1993.
21 Pilcher 1968, 87-91.
22 KUDEB 2011.
23 Çelik-Karakaya 2006, 413.

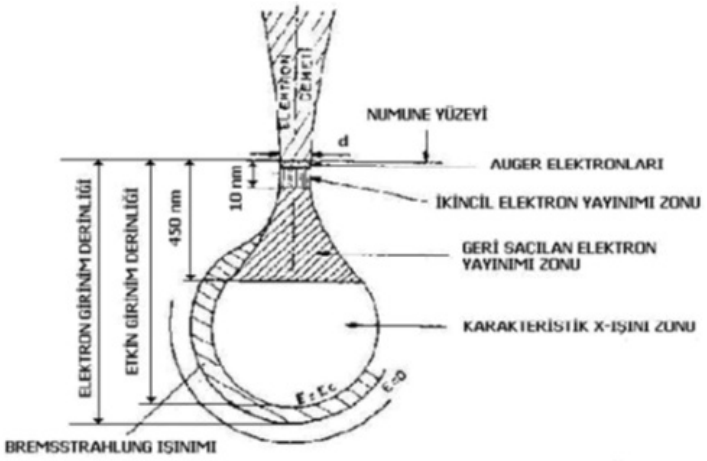


Fig. 1. *Elektron Demetinin Örnek ile Etkileşmesi Sonucu Oluşan Sinyaller ve Bu Sinyallerdenelde Edilen Bilgiler*

ron mikroskobunun temelini oluşturan iki tanesi; geri saçılmış elektronlar ve ikincil elektronlardır.[24] Bahsedilen sinyaller Şekil-1'de şematik olarak gösterilmiştir.

Yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikinci elektronlardır (SE, seconder electrons). Sekonder elektronlar çok kolay absorbe edilirler ve ancak numune yüzeyine çok yakın bölgelerde üretilenler numuneden kaçabilirler. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten gelirler. Dolayısıyla ikincil elektron görüntüsü yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntünün elde edilmesinde kullanılır.

Geri saçılmış elektronlar, örnekten yansıyarak geri saçılan yüksek enerjili elektronlardır. Gelen elektronun yansıyarak geri saçılmış oranı, artan atom numarası ile artış göstermektedir. Geri saçılan elektron demetinin çapı gelen demet çapından çok daha büyüktür. Geri saçılan demet çapı br elektron mikroskobunun ayırma kabiliyetini sınırlamaktadır[25].

Geri saçılmış (BS, back scattered) elektronlar objektif merceğin altında yer alan özel üç adet silikon dedektörde (A,B,C) toplanarak görüntü oluşumunda kullanılır. Böyle bir görüntü geri saçılmış elektron görüntüsü olarak tanımlanır. Geri saçılan elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüsü özellikle çok fazlı sistemlerde atom numarası farkına dayanan kontrast içerir. Geri saçılmış elektron dedektöründe sinyaller toplandığında (A+B) atom numarası kontrastına bağlı olarak görüntüsü elde edilir. Eğer sinyal farkı alınarak (A-B) şeklinde görüntü oluşur. Dahası, üçüncü algılayıcı (C) bir açı altında tutulup sinyaller toplandığında (A+B+C) (SHADOW) gölge görüntüsü elde edilir. Geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlara göre numune yüzeyinin daha derin bölgesinden geçtiği için görüntünün ayırım gücü daha düşük olmaktadır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla X2000 büyütmeye kadar olan incelemelerde kullanılır.

SEM çalışmaları ile minerallerin morfolojisi yanında dokusal ilişkileri ve büyüme özellikleri tanımlanır. SEM'in en önemli özelliği odak derinliğidir. Özellikle morfolojik ayrıntıların görüntülenmesinde bu özelliklerde yararlanılır. SEM'de numune hazırlama oldukça kolaydır. Numunelerde

---

[24] Skoog *et al.* 1998.

[25] Skoog *et al.* 1998.

aranılan başlıca koşullar vakumda bozulmamaları ve iletken olmalarıdır. Katı haldeki numuneler genellikle vakuma dayanıklıdır. Metaller gibi iletken numuneler doğrudan incelenebilirler. Seramik gibi yalıtkan numuneler ise mikroskoba konulmadan önce iletken bir tabaka ile kaplanır. SEM'e görüntü analog elektrik sinyalleri ile oluşturulduğundan bu sinyallerin ölçümü ve modifikasyonu elektronik devrelerle kolayca yapılır. Dolaysıyla görüntü üzerinden nicel ölçüler yapılabilir ve farklı tetkikler ile elde edilen görüntüler karşılaştırılıp birleştirilebilir. Görüntü sinyallerinin sayısal hale getirilmesi ile de görüntü üzerindeki ölçüm ve analizlerin bilgisayarda yapılması mümkündür[26].

Sinyallerle örneğin yüzey topografisi, bileşimi ve elektrik iletkenliği gibi bilgiler sağlanır. Elektron mikroskobu görüntüleri örnek hakkında bir ön bilgi vermediği ve sonuçların bir anlam ifade etmediği durumlarda birleştirilmiş bir analiz tekniğine (EDX) ihtiyaç duyulur. EDS/EDX (Enerji Dağılımı X- Işını Spektroskopisi) bir örneğin bileşenlerinin analizinde ya da kimyasal karakterizasyonunda kullanılan bir analitik tekniktir[27].

Arkeolojik seramik örnekleri ile çalışmalar yapılması ile kullanılan hammadde, pişirme yöntemleri ve yüzey dekorasyon bölgesi hakkında detaylı bilgi edinme imkânı verebilmektedir. MS Tite bu teknikleri kategorize ederek arkeoloji bilimine katkılarını araştırmıştır.[28] Örneğin, Tite ve arkadaşları Hellen kapları ile Roma terra sigillatalarının yüzeyindeki boyalar, astarları ve pişirme sıcaklıklarını içeren bir çalışma gerçekleştirmiş ve arkeolojiye katkı veren mutlak veriler elde etmişlerdir[29].

Bu çalışmalar seramik özelinde araştırmaların artmasına neden olmuş farklı dönemlerden alınan seramik örneklerde karakterizasyon çalışmalarını hızlandırmıştır. Örneğin, Kykladik Tunç Çağı yerleşimlerinden biri olan Thera Adası'ndaki Akrotiri bölgesindeki seramikler üzerinde SEM-EDS çalışmaları yapılmıştır[30]. Pérez-Arantegui ve Castillo İslami Dönem seramikleri çalışmış ve akabinde aynı dönemi kapsayan bir çalışmayı Mason ve arkadaşları sürdürmüştür[31]. Bunun yanı sıra Peru kökenli Precolumbian seramiklerinin siyah yüzeylerine ilişkin bir örnek üzerinde araştırma yapan Shimida ve arkadaşları bu siyah yüzeylere neyin sebep olduğu ve siyah renkli seramiklerin nasıl bir tip olduğu sorusuna çözüm üretebilmek adına Mössbauer spektroskopisi, X-ışını kırınımı, optik ince kesit mikroskopisi ve taramalı elektron mikroskobuyla analizleri gerçekleştirilmiştir[32].

1.3. MALDI Yöntemi

MALDI ilk defa Karas, Bachmann ve Hillenkamp tarafından alanin aminoasidinin moleküler iyonunun oluşumuna triptofan aminoasidinin katkısını göstermek amacı ile 1985 yılında kullanılmıştır[33].

MALDI-MS analizi iki aşamada gerçekleşir. Birinci aşamada örnek matriks adı verilen küçük organik moleküllü bir çözücüde çözülür[34]. Analizi yapılacak örnek matriks içinde çözüldükten sonra elde edilen karışım MALDI-MS örnek plakasına uygulanır ve kurutulur. Kuruma sırasında kristallenme gözlenir. MALDI-MS'de birden çok örnek aynı anda uygulanabilir ve analizleri aynı plaka üzerinden yapılabilir. Bu plakalar paslanmaz çelikten veya altından yapılır.

---

26 Çelik-Karakaya 2006, 413.
27 KUDEB 2011.
28 Tite 1992, 111-131.
29 Tite *et al.* 1982, 117-126.
30 Knappet *et al.* 2011, 219-232.
31 Mason *et al.* 2001, 191-209; Arantegui – Castillo 2000, 119-128.
32 Shimada – Wagner 2001, 25-30; Shimada *et al.* 2003, 125-139.
33 Karas – Bachmann 1985, 57, 2935, 2939.
34 Hoffman – Stroobant 2007.

MALDI-MS analizinin ikinci aşaması vakum altında kütle spektrometresinin içindeki kaynakta gerçekleşir[35]. Plaka üzerinde matriksle karıştırılıp kristallendirilmiş olan karışıma (analit) kısa süreli lazer pulsları uygulanır. Matriks lazerin fazla enerjisini absorblarken analit molekülleri parçalanmadan iyonlaşırlar böylece kütle analizöründen m/z oranlarına göre ayrılıp dedektörde analiz edilebilirler.

MALDI diğer lazer iyonlaştırmalı tekniklerden daha çok kullanılır, çünkü diğer iyonlaştırma tekniklerine göre daha hassastır. MALDI ile 100.000 Da'a kadar kütlede moleküller analiz edilebilir. Sentetik polimerlerin ve biyopolimerlerin analizinde sıklıkla kullanılan etkin bir yöntemdir.

MALDI arkeolojik ve organik materyaller için kullanışlı bir sistem olup bu alanda yapılan uygulamalarıyla da uluslararası birçok çalışmanın da yapıldığı bir rağbete sahiptir. Bu çalışmalardan biri Buckleye ait 2009 yılında hayvan kemikleri üzerinde yapılan çalışmadır[36]. Bruker ultraflex III MALDI TOF/TOF külte spektrometre kullanılmıştır. Numune olarak çok geniş bir yelpazede (32 memeli hayvan) hayvan kemik örnekleri alınmış ve kemikte bulunan kolajenler aracılığıyla analiz edilmiş, daha sonra arkeolojik kalıntılarda bulunan kemik kalıntıları MALDI ile analiz edilmiş ve PLSR (Partial least-squares regression) yöntemi ile (PCA benzeri) karşılaştırılarak hangi arkeolojik numunenin hangi hayvana ait olduğu saptanmaya çalışılmıştır. Çalışmada 32 farklı numunede yapılan incelemeler sonucunda 92 tane ayırt edici peptit biomarker bulunmuştur.

Kemiklerle ilgili bir başka çalışmada kolajenlerden elde edilen peptide mass fingerprints (PMFs) biomarker ile arkeolojik kalıntılar incelenmiştir[37]. Klasik yöntemde morfolojik olarak kemiklerin ayırt edilmesinin yanı sıra kırık ve parçalanmış kemik kalıntılarının analizi sorun arz etmesine karşın MALDI'nin bu alanda kullanılması ile bu bilgilerin elde edilebileceği ortaya konulmuştur. Çalışma ile kolajenlerin ne kadar süre ile bozulmadan korunabileceği de tartışılmıştır.

Kemikler üzerindeki hastalık teşhisi de MALDI ile yapılabilmektedir. MALDI sistemi kullanılarak 2000 yıllık arkeolojik kemik kalıntılarında bulunan kemik kanseri (osteosarcoma) teşhis edilmiştir[38]. Günümüzde kullanılan biomarkerlar ile benzer biomarkerların (annexin A10, BCL-2-benzeri protein, calgizzarin, rho GTPase-activating protein 7, HSP beta-6 protein, transferrin ve vimentin) yapıları gözlenmiştir.

Bir başka çalışmada MALDI sistemi kullanılarak tarihi resimlerde ve boyanmış panellerde (XV. yüzyıl vb.) boya ile beraber kullanılan farklı boya bağlayıcı malzemelerinin (binder) lipit ve protein analizi ile ne türden (yumurta sarısı, beyazı veya karışımı, hayvansal tutkal, kazein, kuruyan yağ) olduğu ortaya konulmuştur[39].

MALDI ile boya pigmentleri de çalışılabilmektedir. Tarihi resimlerde kullanılan boya bağlayıcılarının analizi MALDI-TOF yöntemi ile yapılmış, çalışmada farklı bağlayıcıların (yumurta sarısı, beyazı veya karışımı, hayvansal tutkal vb.) PCA yöntemi ile birbirinden ayırt edilmesi de incelenmiştir. Sonuç olarak XVI. yüzyıldan kalma bir boyamanın incelenmesi yapılmış ve kullanılan boya bağlayıcıları analiz edilmiştir[40].

---

35 Hoffman – Stroobant 2007.

36 Buckley *et al.* 2009, 3843-3854.

37 Buckley – Collins 2011, 1-7.

38 Bona *et al.* 2014.

39 Van der Werf *et al.* 2012, 1-9.

40 Fremout *et al.* 2011, 1631-1640.

1.4. XRD Yöntemi

X- ışınları kırınımı analizi (XRD) ile örnek içeriğindeki minerallerin tanımlanması yapılarak özellikleri belirlenmektedir. Bu analiz yöntemi maddeye herhangi bir tahribatta bulunmadan fiziksel ve kimyasal bileşenleri saptamada kullanılır. XRD ile ışığın geliş ve yansıma açısının, polarizasyonun, enerjinin ya da dalga boyunun bir fonksiyonu olarak numuneye çarparak saçılan X ışınlarının yoğunluğunu belirlenir ve bunun sonucunda molekülün şekli veya geometrisi saptanmaya çalışılır.

Numune hazırlama esnansında, öğütülerek toz haline getirilen (<90 μ) örnekler XRD cihazının örnek odacığına yerleştirildikten sonra CuKα ışını kullanılarak difraktogramlar alınır. Örneklerin mineral tanımlamaları ve bileşenlerinin miktarı XRD analizi ile belirlenerek sonuçları fen bilimleri ışığında yorumlanmaktadır[41]. Akabinde arkeologlar nezdinde de yorumlanarak eserin tarihsel süreci konusunda değerlendirilme yapılmaktadır. XRD analiz yöntemi insan kemikleri[42], parşömen, çömlek[43], duvar resmi[44], pigment ve mühür[45] gibi birçok farklı tarihi eser üzerinde uygulanmaktadır. XRD analizi ile geçmiş dönemlere ait metal eserler üzerinde de çalışmalar yapılmıştır. Rojaz Rodriguez *et al.* tarafından Meksika'da 1730-1734 yılları arasında basılmış ve özel bir koleksiyona ait olan gümüş kaplama paralar üzerinde EDX, XRD ve optik mikroslop yardımıyla elementel analiz gerçekleştirilimiştir. Bu çalışma neticesinde, ağırlıkları ve elementleri belirlenen paraların orijinal olup olmadıkları araştırılımıştır[46].

1.5. XRF Yöntemi

Karakterizasyon çalışmaları kapsamında kullanılan bir diğer yöntem ise XRF (X-Işınları Floresans) Spektrometresi'dir. Kullanışlı ve basit bir sistemi olması sebebiyle eserler üzerinde çokça uygulandığından bu yöntem ile ilgili literatürde bir çok çalışma mevcuttur. Örneğin, İran'ın Kuzeybatı kesiminde yer alan Kul Tepe Bölgesi'nden Alınan Prehistorik Obsidiyen Eserlerinin X-Işını Floresans (XRF) ile kökeni belirlenmiştir[47]. Bu çalışmada, Kul Tepe Bölgesi'ne ait 53 obsidiyen eser X-Işınları Floresans Spektrometresi (XRF) ile incelenerek çıkan sonuçlar ışığında bölgenin ticaretteki gelişmişliği gösterilmiştir. Netice olarak, Kul Tepe Bölgesi'ne ait 53 obsidiyen eser XRF ile incelenmesi ile bu eserlerin sekiz farklı kaynaktan ileri geldiği belirlenmiştir. Bu kaynaklar; Syunik (41 eser), Meydan Dağı (4 eser), Nemrut Dağı (2 eser), Gegham (2 eser), Bazenk (1 eser), Choraphor (1 eser), Gutansar (1 eser) ve belirlenemeyen kaynak (1 eser). Obsidiyenlerin çoğu Syunik kaynağından elde edilmiştir. Syunik kaynağından elde edilen obsidiyen eserler Erken Tunç Çağı ve Kalkolitik döneme ait oldukları tespit edilmiştir. Bu çalışmada obsidiyenlerin kaynakları XRF ile belirlenerek söz konusu dönemde bölgenin önemli bir ticari merkezi haline geldiği aydınlatılmıştır.

XRF ile çömlekler üzerinde de çalışmalar yapılabilmektedir. Örneğin, Hindistan'ın Vellore Dist, Tamil Nadu Bölgesi'ne ait antik çömleklerin ED-XRF Yöntemi ile Elementel Analiz uygulanmıştır[48]. Bu çalışmada Hindistan'ın Vellore Dist, Tamil Nadu Bölgesi'ne ait 14 adet antik çömleğin her birinin elementel analizi ED-XRF ile gerçekleştirilmiştir. Numunelerin aralarındaki elementel

41 Ersen – Güleç 2009, 65-73.
42 Piga *et al.* 2008, 2171-2178.
43 Singh – Sharma 2016, 557-563.
44 Duran *et al.* 2011, 2366-2377.
45 Na *et al.* 2004, 1000-1008,.
46 Rojaz-Rodriguez *et al.* 2004, 537-544.
47 Nadooshan *et al.* 2013, 1956-1965.
48 Naseerutheen *et al.* 2014, 45-51.

kompozisyonlarının benzerliği / farklılığı belirlemek ve aralarında bir korelasyon oluşturmak için iki çoklu değişken istatistiksel küme kullanılmış ve başlıca bileşiklerin analizi (PCA) gerçekleştirilmiştir. Bu teknik sayesinde numunelerde iki farklı kimyasal grubun varlığı tespit edilmiştir. Sonucunda, Hindistan'ın Vellore Dist, Tamil Nadu Bölgesi'ne ait killerin içeriğindeki minör ve iz element kompozisyonları ED-XRF tekniği ile aydınlatılmıştır. Çömlek örneklerindeki benzer element kompozisyonları tüm numuneler göz önüne alındığında önemli ölçüde değişiklik göstermediği tespit edilmiştir. Numunelerdeki benzer veya farklı elementel kompozisyonları ortaya koymak için var olan elementel kompozisyon değerleri çoklu değişken istatistiksel metodolojisinde kullanılmıştır. Sonuç olarak; aynı bölgede var olan bu çömleklerin elementel kompozisyonlarının farklılığı iki ana grupta yer almış ve farklı dönemlerde üretildiği fikrini doğurmuştur.

XRF cihazı farklı tekniklerle combine edilen sistemler ile bütünleşik sonuçlar elde etmemizi sağlamaktadır. Söz gelimi, yaş tayini çalışmalarının doğru tutarlı sonuçlar verebilmesi için XRF ile karakterizasyon çalışması büyük önem taşımaktadır. Suriye'deki, Tell AL-Kasra Bölgesi'ne ait çömleklerin yaş ayini çalışmalarında radyoizotop XRF ve termolüminesans (TL) Uygulaması ile kazıdan elde edilen 39 adet antik çömlek parçası üzerine kimyasal kompozisyona dayalı istatistiksel analiz radyoizotop XRF kullanılarak gerçekleştirilmiştir[49]. XRF ile 17 tane element tespit edilmiştir (K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Br, Rb, Sr, Y, ZrandPb). 39 adet numunenin ve 17 farklı element kompozisyonun varlığında 663 tane data toplanmış ve bu istatistiksel metod analizinde küme ve faktör yaklaşımı ile üç farklı grup belirlenmiş ve örneklerin farklı kaynaklardan geldiği sonucuna varılmıştır. Söz konusu yerleşim yerinde bulunan hamamdan elde edilen seramik parçalarında termolüminesans (TL) kullanılarak tarihlendirme çalışması yapılmıştır. Sonuç olarak; söz konusu tarihi yapının İslami döneme ait olduğu (MS 1200-1300) tespit edilmiştir.

1.6. Raman Spektrometre Yöntemi

Raman spektroskopisi organik ve inorganik maddeler üzerinde kalitatif ve kantitatif analizlerin uygulanabildiği bir sisteme sahiptir. Raman spektroskopisi ile katı, sıvı ve gaz numuneler analiz edilebilir ve bu numuneler düşük frekans, dönme ve titreşim durumlarının tespitinde kullanılır. Nitel analizlerde IR (Infrared/Kızılötesi) ile benzerlik gösterdiğinden sonuçların karşılaştırılması bakımından kolaylık sağlamaktadır. Raman ile ilgili arkeolojik eserlerin karakterize edlimesi ile ilgili literaturde önemli çalışmalar bulunmaktadır. Söz gelimi, Etiyopyadaki Gode Roriso Bölgesi'nde bulunan kayaların üzerindeki boya pigmentlerinin Micro- Raman Spektroskopisi ile tespiti yapılmıştır[50]. Bu çalışmada, Raman Spektroskopisi ile incelenen kayalarda beyaz, siyah ve kırmızı renk pigmentleri karakteristik bantlar vermiştir. Kırmızı renk pigmentlerde hematitin, siyah pigmentlerde amorf karbonun ve beyaz pigmentlerde balmumunun varlığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak, tarih öncesi dönemden kalma kayalardan elde edilen renk pigmentlerinin Raman spektroskopisi ile belirlenmesi ile o dönemde de renklerin kullanıldığını kanıtlamıştır.

Bir diğer çalışma, Raman Spektroskopisi ile çoklu anyon mineral malestig olan $Pb_3Sb^{5+}(SO_4)(AsO_4)(OH)_6$. $3H_2O$ tesbitidir[51]. Çoklu anyon mineral malestig olan $Pb_3Sb^{5+}(SO_4)(AsO_4)(OH)_6$. $3H_2O$ 'ın yapı analizinde Raman Spektroskopisi ve Infrared Spektroskopisi kullanılmıştır. Mineralin vermiş olduğu karakteristik pikler sayesinde yapı aydınlatılmıştır. Sonucunda, mineral yapının

---

49 Abboud *et al.* 2015, 47-51.

50 Gomes *et al.* 2013, 4073-4082.

51 Frost *et al.* 2011, 432-436.

kalitatif analizi yapılmıştır. Elde edilen pik verileriyle literatüre katkı sağlanmıştır.

Raman ve onu destekleyen diğer spektroskopik yöntemlerle arkeolojik eserler üzerinde yapılan çalışmalar mevcuttur. MS III. yüzyıla ait olan Roma Dönemi pencere camlarının Raman ve IR analizleri yapılmış ve pişirme sıcaklıkları, üretim tekniği ve karakterizasyonu belirlenmiştir[52]. Özellikle arkeologların merak ettiği üretim tekniğindeki gelişim hakkında bilgi sunan bu çalışmada iki tür metodun varlığı ve hangisinin daha sonra kullanılmaya başlandığı analizlerle ortaya konulmuştur. Raman spektroskopisi özellikle boya pigmentlerini belirleme çalışmalarında sıkça kullanılmaktadır. Örneğin, Türk çinileri veya yurt dışında özel olarak üretilen seramik eserlerin orijinal renklerini tespit etmede Raman spektrometresi son derece avantajlıdır. Bu sayede, yok olmaya yüz tutmuş kültürel değerler yeniden üretilerek gelecek nesillere ulaşılmasını sağlayabilir. Çin'de yapılan bir analiz çalışmasında Ming Hanedanı dönemine ait nadir bulunan kobalt mavisi porselenlerin renk pigmentleri Raman spektroskopi ile saptanmış ve bunun sonucunda konservasyon uygulamaları gerçekleştirilmişitir[53].

Son yıllarda Raman Spektrometresi arkeometri, kültür varlıklarının analizi ve konservasyon alanında oldukça çok kullanılmaya başlayan bir analiz yöntemi haline gelmiştir. Arkeometride kullanılan organik ve inroganik materyallerin belirlenmesinde kullanılmak üzere, *in situ* halinde (bulunduğu yerde) karakterizasyonu için mobil Raman spektrometreleri geliştirilmiştir. Lauwers ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada[54] Pianazzola kilisesinden S. Cristoforo duvar resminden Raman spektra verileri elde edilerek eserin renk pigment içeriği aydınlatılmıştır. Bu sonuçlar şunlardır: Mavi alanlı bölgede 532 nm de iki spektrum kaydedilmiştir. Spektral verileri kalsitten elde edilmiştir. Kırmızı alanlı bölgede ise 785 nm de spektrum elde edilmiştir. Spektral veriler hematit, kalsit, alçı ve kalsiyum oksalat taşlarından elde edilmiştir (Fig. 2).



Fig. 2. *Pianazzola Kilisesi'ndeki S. Cristoforo Duvar Resminin Mobil Raman Spektrometresi ile Analiz Çalışmaları.*

52 Raffaëlly *et al.* 2008, 780-786.

53 Xiaochenyang *et al.* 2017, 61-67.

54 Lauwers *et al.* 2014, 294-301.

1.7. FT-IR Yöntemi

Temelde kızılötesi ışığın incelenen madde tarafından absorbsiyonuna dayanan IR (Infrafed absorbsiyonu) oldukça basit bir yöntem olup gerek kil mineralojisinde ve gerekse de toprak biliminde yaygın olarak kullanılmaktadır. IR spektrumu kimyasal bileşimi izomorf yer değişimlerine ve kristaliniteye hassastır ve kil mineralinin tanımlanması yanında yüzey özellikleri ve mineralin ortamındaki tepkimeler hakkında da önemli bilgiler verir[55].

FT-IR ile tarihi eserler üzerinde birçok uluslarası çalışma yapılmıştır. Yapılan bir çalışmada[56], kalkerli antik seramiklerin FTIR Spektroskopisi kullanılarak incelenmesi yapılmıştır. Bu çalışmada, Tel-Hadar bölgesinde alınan demir çağına ait kalkerli antik kavanozlar FTIR spektroskopisi yöntemiyle incelenmiştir. Malzeme Si-O bağına ait 700 ºC' de karakteristik pikler vermiştir. Ayrıca CO_3 varlığına ait karakteristik pikler de düşük sıcaklıklarda elde edilmiştir. Nihayetinde, FTIR Spektroskopisi ile elde edilen karakteristik pikler göstermektedir ki; yöntem malzeme için uygun bir yöntemdir. Ayrıca FTIR kullanımının üstünlüğü, yöntemin hem amorf hem de kristal seramik yapılara izin vermesidir. X- ışınları yöntemi sadece kristal seramiklerin incelenmesine olanak sağlar. FTIR sayesinde hem malzemedeki yapı analizi hem de pişirilme sıcaklıkları belirlenmiştir.

Seramik ile igili yapılan bir diğer bilimsel çalışma Ambari, Assam Bölgesi'ne ait arkeolojik çömleklerin termal ve spektroskopik karakterizasyonudur[57]. Bu çalışmada MS VII.-XII. yüzyıla ait Ambari, Assam bölgesindeki çömleklerin spektroskopik analizleri yapılmıştır. Çalışma sonucunda tüm analiz sonuçları değerlendirilerek söz konusu döneme ait malzemenin üretim teknolojileri anlaşılmaya ve bu malzemelerin pişirim sıcaklıkları anlaşılmaya çalışılmıştır. Çalışmada üç ayrı spektroskopik yöntem kullanılmıştır. Fourier Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) sayesinde çömleklerin bünyesindeki kil kompozisyonu ve ateşleme sıcaklığı hakkında bilgi sahibi olunmuş; X-ışını toz difraksiyon (XRD) sayesinde seramiklerin mineralojik karakterizasyonu ve kristalografik fazlarının bileşimleri belirlenmiştir. TG-DSC analitik yöntem sayesinde ise; çömleklerin termal davranışları ve kil minerallerinin karakterizasyonu belirlenmiştir. Sonuç olarak, kullanılan çömleklerin iki farklı kil kaynağından elde edildiği ve bu killlerin ateşleme sıcaklıklarının oksitleyici koşullar altında 650-800 °C arasında değiştiği gözlenmiştir. Daha da önemlisi; inceleme sonucunda seramiklerin pişirilme sıcaklıkları, katkı maddelerinin yanında dönem ve uygarlığa ait yapım teknikleri değerlendirilerek yorumlandırılmıştır. Dönemin çömlek geleneği ve işçiliği aydınlatılmıştır.

FT-IR cihazı sayesinde her türlü organik ve inorganik numuneler analiz edilebilmektedir. Lisa M. Shillito ve ekibinin yaptığı çalışmada[58], Türkiye'de Çatalhöyük'te bulunan Neolitik döneme ait kaprolit numuneler (fosil dışkılar), İngiltere' de Silchester bölgesinde Roma dönemine ait çömlekler ile İspanya'da Gatas bölgesinde Tunç devrine ait çömlekler, İngiltere'de Springhead ve Cambourne bölgesinde Roma dönemine ait çanak çömlek parçalarının üzerinde tanımlanamayan siyah artıkların belirlenmesinde FT-IR kullanılmıştır. Bu çalışmada kaprolit örneklerin ve çanak-çömlek örneklerinin içeriğinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Kaprolit örnekler için daha çok FT-IR analizi tercih edilirken, çanak-çömleklerin içeriğinin analizi için GC-MS daha sağlıklı bir yöntem olmaktadır. Kaprolit örnekler FT-IR de güçlü kalsiyum ve fosfat pikleri vermiştir. FT-IR ile numunenin içeriğindeki organik ve inorganik kalıntılar belirlenebilmektedir. FT-IR'nin avantajları ortaya konuldu-

---

55 Çelik-Karakaya 2006.

56 Shoval 2003, 117-122.

57 Singh – Sharma 2016, 557-563.

58 Shillito *et al.* 2009, 120-125.

ğunda FT-IR, nispeten düşük maliyetli, hızlı numune hazırlama ve analiz süresi kısa bir yöntemdir ve özellikle arkeolojik numunelerin içeriğindeki organik kalıntı tayini için ilgi çekici bir yöntemdir.

2. Tarihlendirme Çalışmaları

2.1. ESR (EPR) Yöntemi

Tarihlendirme amaçlı olarak kullanılan yöntemlerden biri ESR ile yaş tayinidir. ESR; paramanyetik merkezlerin doğrudan tespitinde kullanılan tek ve çok önemli bir tekniktir[59].

Radyasyon dozu, radyasyonla uyarılmış örgü kusurları veya paramanyetik merkezlerin ESR sinyal şiddetinden yaş belirlenebilir. Doğal radyasyonla oluşturulmuş benzer paramanyetik merkezler arkeolojik ve jeolojik materyallerde zaman içinde birikir. Bu materyallerin radyasyon dozimetrisi kronoloji biliminde yaşı belirlemek için kullanılır[60]. ESR yaş tayini ve dozimetri, sinyal şiddetinin nicel ölçümü ile ilgilidir.

Radikalleri belirleyerek ESR ile yaş tayini ilk kez kömür örnekleri için[61] daha sonra yaşlı jeolojik materyaller için[62] denenmiş ancak anlamlı bir yaş elde edilememiştir. ESR yaş tayininin ilk başarılı uygulaması, Japonya Akiyoshi Mağarası'ndaki sarkıt örnekleri için gerçekleştirilmiştir[63]. Bu öncü çalışmanın ardından, bu alandaki çalışmalar hızlı bir gelişme sürecine girmiş, kemiklere[64], kabuklar ve mercanlara[65], planktonik deniz hayvanlarına[66] başarıyla uygulanmıştır. ESR tekniğini kullanarak ilk arkeolojik çalışmalar Mc Morris tarafından yapılmıştır[67]. Arkeolojik diş minesinde yapılan ESR tarihlendirme çalışmaları sayesinde insanın biyolojik ve kültürel gelişimi hakkında bilgiler elde edilmiştir [68].

ESR ile ilgili modern çalışmalar giderek daha da genişlik kazanmakta ve çalışma sahaları artmaktadır. XX. yüzyılda yapılan çalışmalar yeniden gözden geçirilerek XXI. yüzyılın başlarında yeniden şekillendi. Bu kapsamda dünyasal ve gezegensel materyaller için dozimetre ve mikroskobi çalışmaları yapıldı[69].

Arkeolojik seramikleri tarihlemek için rutin olarak kullanılan yöntem önceleri yalnızca Termolüminesans (TL) tarihleme yöntemidir[70]. Fakat Maurer ve arkadaşları seramiklerin ESR ile tarihlenmesinin mümkün olduğunu göstermiştir[71]. Daha sonra Bartoll ve Ikeya'nın çalışmasıyla bu durum kesinlik kazanarak yaklaşık 5.000 yıllık arkeolojik seramiklerde ESR tarihleme yöntemiyle büyük bir başarı sağlanmıştır. Bartoll ve Ikeya arkeolojik seramiklerde doğal radyasyonun oluşturduğu Al ve Ti merkezlerini kullanarak ESR tarihleme çalışması yapmışlar ve elde ettikleri sonuçları TL yönte-

---

59 Weil *et al.* 1994,; Poole 1967; Atherton 1973.

60 Ikeya 1993; Whitehead *et al.* 2002, 366; Grün 2001, 47-62; Ikeya 1985, 73-87.

61 Ubersfeld *et al.* 1954, 614.

62 Zeller *et al.* 1967, 531-540; Mc-Morris 1969, 870-871.

63 Ikeya 1975, 48-50.

64 Ikeya – Miki 1980, 977-979.

65 Ikeya – Ohmura 1983, 34-38.

66 Sato 1982, 518-521.

67 Mc-Morris 1969, 870-871; 1970, 146-148.

68 Grün – Stringer 1991, 153-199; Rhodes – Grün 1991, 14-18; Rink 1997, 975-1025; Jones 1986; Ikeya 1975, 48-50; Wencka *et al.* 2005, 331-337.

69 Ikeya 2004; Seletchi 2007, 393-399; Knauss *et al.* 1997, 477-496.

70 Aitken 1985.

71 Maurer *et al.* 1981, 202.

miyle elde edilen sonuçlarla kıyaslayarak iyi bir uyum tespit etmişlerdir[72]. Seramik SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 içeren ve bazen biraz karbonat içerebilen kilden oluşmuştur[73]. Seramik içerisinden kimyasal yollarla ayırt edilen kuvars içindeki alüminyum hol merkezine $[AlO_4]^o$ bağlı ESR sinyali ESR yaş tayini için çok kullanışlıdır ve birçok ESR grubu tarafından incelenmiştir[74]. Bu paramanyetik Al merkezi bir Si^{4+} iyonu yerine bir Al^{3+} iyonunun iyonize radyasyon etkisiyle komşu oksijenden koparılan bir elektron ile birlikte geçmesi olarak tanımlanır[75].

Söz konusu çalışmaların artmasıyla geniş bir coğrafyada uygulanmaya başlanan ESR çalışmaları pek çok özgün verinin elde edilmesini sağlamıştır. Avrupa'daki bazı Geç Buzul Çağı yerleşimlerinde ele geçen kuvars, tahıl ya da karbonatlar gibi çoğunluğu korunmuş olan maddeler üzerinde ESR ile tetkik yapıldı[76]. Böylece ESR yöntemi sayesinde Avrupa'nın ilk insan yerleşimlerini anlamak için hayati öneme sahip olan Geç Alt Buzul Çağı ya da Erken Orta Buzul Çağı gibi farklı arkeolojik yerleşmelerdeki binlerce yıldan fazla gerçekleşen sonuçlara ulaşılabildi. Ayrıca kronoloji bilimine de önemli bir katkıda bulunuldu[77]. Bunun yanı sıra yine Buzul Çağı'na ait arkeolojik materyaller ve deniz kabukları[78], iskeletler[79] ve Paleolitik Çağ'a ait diş mineleri[80] üzerinde de ESR uygulandı.

ESR'nin birleşik uranyum serileri tarihleme metodu ile yapılan çalışmalarında İsrail'deki 50.000-150.000 yıllık bir zaman aralığındaki yerleşimlerde yaşamış insanların çakmaktaşı kullanımına bağlı olarak yerleşim tabakalarını belirleme kolaylığını sağlamış, aynı zamanda erken modern Homo sapiens ile Neandertal insanının aynı zaman dilimi içinde yaşadığını tespit etmeye olanak tanımıştır[81]. Yine aynı yöntem İsrail'n kuzey sahil ovasındaki Evron Taş Ocağı Alt Paleolitik yerleşiminde memeli canlıların diş örneklerine bakılarak kızılötesi ışıkla uyarılmış çökeltilerin lüminesans tarihlendirmeyle birlikte kullanılan ESR tekniğini sayesinde bölgenin kronolojisinin belirlenmesine neden oldu[82].

2.2. Lüminesans Tarihlendirme Yöntemi

Lüminesans tarihlendirme, 1960'lı yıllarda[83] ve 1970'lerin başında[84] TL tekniği ile antik seramiklerin tarihlendirilmesin için geliştirilmiştir. Daha sonra yapılan uygulamalar çakmak taşı, değerli taşlar ve sanat eseri olan seramikler gibi ısıtılmış arkeolojik materyallerin tarihlendirilmesini içermektedir[85]. TL tekniği ile sedimantlerin depolanma zamanının belirlenmesi ise ilk olarak Wintle ve Huntley tarafından gerçekleştirilmiştir[86]. 1985'lerde sedimantlerin tarihlendirilmesi lüminesans tarihlendir-

---

72 Bartoll – Ikeya 1997, 981-984.
73 Kaczynski – Olszewska 1997, 337-355.
74 Toyoda – Falgueres 2003, 7-10; Toyoda *et al.* 2000, 1357-1362; Bartoll – Ikeya 1997, 981-984.
75 Griffith *et al.* 1955, 81; O'Brien 1955, 404-414.
76 Bahain *et al.* 2007, 175-186.
77 Falgueres *et al.* 2002, 67-76.
78 Molodkov 2001, 1051-1055.
79 O'Connell – Allen 2004, 835-853.
80 Blackwell – Schwarcz 1993a, 243-252; Blackwell *et al.* 1993b, 253-260; Wrin – Rink 2003, 123-133.
81 Mc-Dermott *et al.* 1993, 252-254.
82 Porat – Ronen 2002.
83 Aitken *et al.* 1964, 1032-1033; 1968a, 442-444; 1968b, 281-290.
84 Mejdahl 1979, 61-72.
85 Aitken 1985; Stoneham 1991, 175-192; Roberts *et al.* 1997, 696-699.
86 Wintle – Huntley 1979, 710-712; 1982, 31-53.

me araştırmalarının popüler bir alanı olmaya başlamıştır. Bunun üzerine Huntley ve arkadaşları[87] sedimant tarihlendirmede TL tekniğine alternatif olarak minerallerin ışıkla uyarılabileceğini göstermişler ve OSL uygulamalarını başlatarak OSL'nin TL'ye göre ilave pratik ve metodolojik avantajlarını ortaya koymuşlardır[88].

Tarihlendirme çalışması için uygulanan yöntemlerden biri Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) tarihlendirme tekniğidir. OSL tekniği, ışınlanmış bir yalıtkan veya yarı iletkenden ışığa maruz kalma süresince yayımlanan ışımadır. OSL tekniği, Termolüminesans (TL) ve ESR tekniklerine alternatif olarak kullanılabilir. OSL'nin fiziksel prensipleri TL tekniğine benzemektedir. Ancak aynı safsızlık merkezlerine sahip oldukları açık değildir[89]. OSL sinyali, uyarma ışığının materyale verilmesi boyunca tuzaklanan elektronların tuzaklardan kurtulmasıyla elektron sayısının giderek azalması ve bu azalma sonucu lüminesans şiddetin daha düşük bir seviyeye inmesini ifade eden bir bozunum eğrisi (decay curve) şeklindedir[90].

OSL yönteminde temel ilke, örneğin yayınladığı lüminesans ışık miktarıyla orantılı olan örnekte biriken doğal doz miktarının tespit edilmesidir. Bu tespit için örnek uygun dalga boyundaki ışıkla uyarılarak, örneğin lüminesans ışığı salması sağlanır. Bu ışıklar OSL cihazında sayılır ve lüminesans ışık miktarı tespit edilir. Lüminesans şiddeti, örneğin özelliklerine, soğurulan radyasyon dozuna, sıcaklığa, uyarma ışığının dalga boyuna vb. gibi parametrelere bağlıdır[91].

OSL sinyalleri genellikle fotoiletkenlik olayı olarak anılır. Fotoiletkenlik, bir maddenin morötesi ışınımı, elektromanyetik ışınım ve dalga boyuna göre çeşitli sınıflara ayrılır. Bunlar, en uzun dalga boyundan en kısasına doğru; radyo, mikrodalga, kızılötesi, görünür, morötesi, X-ışını ve gama ışınımlarıdır[92]. OSL tekniğinin arkeolojik ve jeolojik materyaller tarafından absorbe edilen radyasyon dozunun hesaplanmasında kullanılması önem kazanmaktadır. OSL ile çalışılacak malzemeler (doğal kuvars tanecikleri ve/veya feldspatlar) uygun dalga boyu ve yoğunluktaki ışık kaynağı ile ışığa maruz bırakılır[93].

OSL ilk olarak Huntley *et al.*[94] tarafından tortu numunelerinden alınan kuvarsların tarihlendirilmesinde kullanılmıştır. Ardından bu konudaki çalışmalar pek çok araştırmacı tarafından devam ettirilmiştir[95].

OSL'nin keşfi ile kuvars veya feldspattan gelen OSL sinyalleri kullanılarak sedimant tarihlendirmesinin hızlı bir şekilde yapılması optiksel tarihlemeyi geliştirmiştir[96]. Son yıllarda optiksel tarihlendirme hem sedimantlara hem de ısıtılmış kuvarslara başarı ile uygulanmaktadır. İyonize radyasyona maruz kalan kuvars tanecikleri mavi veya yeşil ışığa maruz kaldığı zaman gözlenen optiksel olarak uyarılan ışımanın miktarı, çanak/çömleğin ısıtılması veya sedimantın oluşum zama-

---

87 Huntley *et al.* 1985, 105-107.

88 Vandenberghe 2004.

89 Mc-Keever 2001, 29-54.

90 Yüce 2010: 18; Bøtter-Jensen 2000.

91 Tanır – Bölükdemir 2007, 1723-1726.

92 Doğan 2014, 14.

93 Doğan 2014, 16.

94 Huntley *et al.* 1985, 105-107.

95 Aitken – Smith 1988, 387-393; Smith *et al.* 1990, 19-31; Spooner 1994, 593-600; Duller 1995, 217-226; Tanır *et al.* 2005, 409-416.

96 Doğan 2014, 29.

nından itibaren doğal olarak oluşan radyoaktiviteden üretilen radyasyon dozunu belirlemek için kullanılır. Bu radyasyon dozu bilinen bir laboratuvar dozu sayesinde üretilen OSL sinyali ile doğal OSL sinyalinin kıyaslanması ile hesaplanabilir. Fakat OSL tarihlendirmesinin limiti olan 500.000 yıldan daha yaşlı sedimantlarda OSL sinyali doyuma ulaşacağından bu sedimantlar için OSL tarihlendirilmesi problemlidir[97].

Sürekli Dalga Uyarımı ile OSL (CW-OSL), sabit ışık şiddeti ile uyarılan örneğin uyarım sırasında gözlenen lüminesans yayınımıdır ve birçok OSL uygulamasının ölçümünde kullanılmaktadır. Rutin OSL ölçümlerinde doğrudan kullanılan iki ana CW uyarım metodu vardır: 1) Sadece feldspatlarla kullanılması daha uygun olan kızıl ötesi uyarımlı lüminesans (IRSL). 2) Hem kuvars hem de feldspatlarda işe yarayan görünür ışık uyarımlı lüminesans[98].

OSL'nin kullanılmaya başlamasından sonra özellikle geçtiğimiz son 10 yılda OSL cihaz tasarımı, ölçüm protokolleri ve ölçülebilen mineraller açısından büyük gelişmeler göstermiştir. OSL tarihlendirme TL'ye göre göreceli olarak daha genç bir yöntemdir ve halen gelişme göstermektedir. Neticede genç bir teknik olmasına rağmen arkeoloji ve quaterner jeolojide oldukça fazla uygulama alanına sahiptir ve günümüzde bu alanda rutin bir tarihlendirme tekniği olarak kullanılmaktadır[99].

Sonuç

Tarihi ve kültürel zenginliğe sahip Anadolu coğrafyasında yer alan taşınmaz eserlerin yerinde ve doğru restorasyon teknikleri uygulanarak gelecek nesillere aktarımının yapılması olmazsa olmaz bir zorunluluktur. Bununla birlikte taşınabilir buluntuların da zaman içinde görmüş olduğu tahribatın ortadan kaldırılması ve laboratuvar ortamında koruma ve onarım işlemine tabi tutulması gerekmektedir. Ancak doğru restorasyon ve konservasyon çalışmasının yapılabilmesi için eserin fiziksel ve kimyasal özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak ve buna göre mevcut işlemlerin yapılmasını sağlamak lazımdır.

Eserler yıllar içerisinde oksidasyon ve korozyon gibi nedenlerle tahrip olmakta ve zamanla tahribat boyutunun artması neticesinde kültür varlığı özelliğini kaybetmektedir. Bu nedenle söz konusu çalışmalar yoğunlaştırılmalı ve doğru analiz yöntemleri uygulanmalıdır. İşte bu noktada tarihi eserler üzerinde dünya genelinde yapılan birçok analiz yöntemi olmakla beraber bu çalışmada ele alınan bazı ileri analiz yöntemleri arkeolojik eserlere uygulanarak karakterizasyon ve yaş tayini çalışmaları yapılmıştır.

Karakterizasyon çalışmalarında kullanılan yöntemlerden biri olan LA-ICP-MS ile seramik, obsidiyen, metal, cüruf, cam, gibi birçok arkeolojik buluntunun yapısal içeriği analiz edilebilmiştir. SEM-EDS ile özellikle seramik eserler üzerinde çalışma yapılmış ve mineralojik özellikleri tespit edilerek üretim yerleri konusunda bilgi edinme imkânı sağlanmıştır. Bir diğer yöntem olan MALDI cihazı ile arkeolojik ve organik materyaller için son dere kullanışlı bir sistem olduğu ortaya çıkarılmıştır. Ayrıca kemikler üzerindeki hastalık teşhisi ve boya pigmentlerinin analizleri de MALDI ile yapılabilmektedir. Öte yandan XRD insan kemikleri, parşömen, duvar resmi, çömlek, renk pigmenti ve mühür gibi pek çok farklı eser üzerinde uygulanmaktadır. XRF cihazı ile numunelerin aralarındaki elementel kompozisyonların benzerliği/farklılığı ve aralarında bir bağlantı oluşturmak için analizler yapılarak arkeolojik buluntuların üretim yerleri saptanmaktadır. Raman spektrosko-

97 Doğan 2014, 16.
98 Doğan 2014, 17.
99 Yüce 2010.

pisi organik ve inorganik maddeler üzerinde uygulanarak kalitatif ve kantitatif analizler gerçekleştirilmektedir. Aynı zamanda katı, sıvı ve gaz örnekler üzerinde kullanılabilme özelliğine sahiptir. FT-IR sayesinde ise malzemedeki yapı analizi ve pişirme sıcaklıkları belirlenmiş ve böylece söz konusu döneme ait malzemenin üretim teknolojileri hakkında bilgi sahibi olunabilmektedir. FT-IR'ın avantajı hızlı, güvenilir sonuçlar vermesi ve düşük maliyetli olmasıdır.

Tarihlendirme çalışmalarında ise ESR/EPR cihazı ile özellikle jeolojik materyaller ya da prehistorik döneme ait çok yaşlı arkeolojik buluntular üzerinde doğru ve güvenilir sonuçlar elde etmemizi sağlar. TL yöntemiyle ise zaman sınırlaması olmaksızın çok eski evrelerden yakın tarihlere kadar ait olan buluntular tarihlenebilmektedir. Bu nedenle ESR'ye oranla daha kullanışlı ve daha kapsamlı bir teknik kapasiteye sahiptir. OSL ile tarihlendirme TL kadar eski bir yöntem olmamasına rağmen kullanım alanı bakımından özellikle arkeoloji ve quarterner jeolojide oldukça rağbet gören bir tarihlendirme tekniği olmuştur.

Sonuç olarak; bu çalışma özellikle eserin ortaya çıkarılması sonrasında söz konusu çalışmada bahsedilen ileri analiz yöntemleri ile esere ait yapısal kompozisyon, nitelik ve mutlak tarih böylelikle farklı bir bakış açısı sunarak modern bilimin sağladığı metotlar ile arkeolojinin buluşmasını sağlayan bir değerlendirme getirmeyi amaçlamıştır.

BİBLİYOGRAFYA

Abboud *et al.* 2015 — R. Abboud, H. Issa, Y. D. Abed-Allah – E. H. Bakraji, "Application of radioisotope XRF and thermoluminescence (TL) dating in investigation of pottery from Tell AL-Kasra archaeological site, Syria". *Appl Radiat Isotopes* 105 (2015) 47-51.

Aitken – Smith 1988 — M. J. Aitken – B. W. Smith, "Optical dating: recuperation after heating". *Quat. Sci. Rev.* 7 (1988) 387-393.

Aitken 1985 — M. J. Aitken, *Thermoluminescence Dating*. London 1985.

Aitken *et al.* 1964 — M. J. Aitken, M. S. Tite – J. Reid, "Thermoluminescent Dating of Ancient Ceramics". *Nature* 202 (1964) 1032-1033.

Aitken *et al.* 1968a — M. J. Aitken, M. J. Zimmerman, D. W. – S. J. Fleming, "Thermoluminescent Dating of Ancient Pottery". *Nature* 219 (1968) 442–444.

Aitken *et al.* 1968b — M. J. Aitken, J. C. Aldred – J. A. Thompson, Photon-ratemeter System for Low-level Thermoluminescence Measurements. Washington 1968.

Angelini *et al.* 1993 — E. Angelini, F. Rosalbani, C. Atzeni, P. F. Virdis – P. Bianco, "In Applications of plasmasource mass spectrometry II". *Roy Soc Ch* (1993) 165-174.

Arantegui – Castillo 2000 — J. P. Arantegui – J. R. Castillo, "Characterization of Red Coloured Slips (Almagra) on Islamic Ceramics in Muslim Spain". *Archaeometry* 42 (2000) 119-128.

Atherton 1973 — N. M. Atherton, *Electron Spin Resonance Theory and Applications*. New York 1973.

Bahain *et al.* 2007 — J. J. Bahain, C. Falguères, P. Voinchet, M. Duval, J. M. Dolo, J. Despriée, T. Garcia – H. Tissoux, "Electron Spin Resonance (ESR) dating of some European late Lower Pleistocene sites". *Quaternaire* 18 (2007) 175-186.

Bartoll – Ikeya 1997 — J. Bartoll – M. Ikeya, "ESR dating of pottery: A trial". *Appl Radiat Isotope* 48 (1997) 981-984.

Becker – Dietze 2000 — J. S. Becker – H. J. Dietze, "Inorganic Mass Spectrometric Methods for Trace, Ultratrace, Isotope, and Surface Analysis". *Int. J. Mass Spectrom* 197 (2000) 1-35.

Bigazzi *et al.* 1986 — G. Bigazzi, S. Meloni, M. Oddone – G. Radi, "Provenance Studies of Obsidian Artifacts: Trace Elements Analysis and Data Reduction". *Radioanal Nucl Ch* 98 (1986) 353-363.

Blackwell – Schwarcz 1993a — B. A. Blackwell, H. P. Schwarcz, "ESR isochron dating for teeth: a brief demonstration in solving the external dose calculation problem". *Appl Radiat Isotope* 44 (1993) 243-252.

Blackwell *et al.* 1993b — B. A. Blackwell, H. P. Schwarcz, K. Schick – N. Toth, "ESR dating tooth enamel from the Paleolithic site at Longola at Zambia". *Appl Radiat Isotope* 44 (1993b) 253-260.

Bona *et al.* 2014 — A. Bona, Z. Papai, G. Maasz, G. A. Toth, E. Jambor, J. Schmidt, C. Toth, C. Farkas – L. Mark, "Mass Spectrometric Identification of Ancient Proteins as Potential Molecular Biomarkers for a 2000-year-old Osteogenic Sarcoma". *The Plos One* 9/1 (2014) 345-355.

Bøtter-Jensen 2000 — L. Bøtter-Jensen, "Development of Optically Stimulated Luminescence Techniques Using Natural Minerals and Ceramics, and their Application to Retrospective Dosimetry". *RNL* 45 (2000) 778-785.

Buckley – Collins 2011 — M. Buckley – M. Collins, "Collagen Survival and its us Efor Species Iden-

tification in Holocene Lower Pleistocene Bone Fragments from British Archaeological and Paleontological Sites". *Antiqua* 1/1 (2011) 1-7.

Buckley *et al.* 2009 — M. Buckley, M. Collins, J. Thomas-Oates – J. C. Wilson, "Species Identification by Analysis of Bone Collagen Using Matrix-assisted Laser Desorption/ionization Time-of-flight Mass Spectrometry". *RCM* 23 (2009) 3843-3854.

Budd *et al.* 2000 — P. Budd, J. Montgomery, B. Barreiro – R. G. Thomas, "Differential diagenesis of strontium in archaeological human dental tissues". *Appl Geochem* 15 (2000) 687–694.

Cope *et al.* 1997 — L. H. Cope, C. E. King, J. P. Northover – T. Clay, "Metal Analyses of Roman Coins Minted Under the Empire". *Brit Mus Occas Pap* 120 (1997) 80-96.

Çelik-Karakaya 2006 — M. Çelik Karakaya, *Kil Minerallerinin Özellikleri ve Tanımlanma Yöntemleri*. Ankara 2006.

Doğan 2014 — M. Doğan, *Pulslu Lazer ve Led Uygulamalı Lüminesans Okuma Başlığı Tasarımı ve Tarihlendirme Çalışmalarında Kullanılması*. Yayımlanmamış Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara 2014.

Duller 1995 — G. A. T. Duller, "Luminescence Dating Using Single Aliquots: Methods and Applications". *Radiat Meas* 24 (1995) 217-226.

Duran *et al.* 2011 — A. Duran, J. L. Perez-Rodrigez, M. C. Jimenez de Haro, M. L. Franquelo – M. D. Robador, "Analytical study of Roman and Arabic Wall Paintings in the Patio De Banderas of Reales Alcazares' Palace Using non-destructive XRD/XRF and Complementary Techniques". *Archaeol Sci* 38 (2011) 2366-2377.

English 2001 — N. B. English, J. L. Betancourt, J. S. Dean – J. Quade, "Strontiumisotopesreveal Distant Sources of Architectural Timber in Chaco Canyon. New Mexico". *Proc. Natl. Acad.* 98 (2001) 11891–11896.

Ersen – Güleç 2009 — A. Ersen – A. Güleç, "Basit ve İleri Analiz Yöntemleri ile Tarihi Harçların Analizi Konservasyon Çalışmaları". *Kudeb* 3 (2009) 65-73.

Falgueres *et al.* 2002 — C. Falgueres, P. Voinchet, J. J. Bahain, "ESR dating as a Contributor to the Chronology of the Earliest Humans in Europe". *Adv. ESR Appl.* 18 (2002) 67-76.

Fremout *et al.* 2011 — W. Fremout, S. Kuckova, M. Crhova, J. Sanyova, S. Saverwyns, R. Hynek, M. Kodicek, P. Vandenabeele – L. Moens, "Classification of Protein Binders in Artist's Paints by Matrix-assisted Laser desorption/Ionisation Time-of-flight Mass Spctrometry: an Evaluation of Principal Componenet Analysis (PCA) and Soft Independent Modelling of Class Analogy (SIMCA)". *Rapıd Commun Mass Spectrom* 45 (2011) 1631-1640.

Frost *et al.* 2011 — R. L. Frost, S. J. Palmer, Y. Xi – K. Tan, "Raman Spectroscopy of the Multi-anion Mineral Mallestigite Pb3Sb5+(SO4)(AsO4)(OH)6. 3H2O: A Mineral of Archaelogical Significance". *Spectrochim Acta A Mol Bıomol Spectrosc: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 83 (2011) 432-436.

Ghazi 1994 — A. M. Ghazi, "Lead in Archaelogical Samples: an Isotropic Study by ICP-MS". *Appl. Geochem* 9 (1994) 627-636.

Ghazi *et al.* 1996 — A. M. Ghazi, T. E. McCandless, D. A. Vank – J. Ruiz, "New Quantitative

Approach in Trace Elemental Analysis of Single Fluid Inclusions: Applications of Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (LA-ICP-MS)". *Anal Atom Spectrom* 11 (1996) 667-674.

Gomes *et al.* 2013 — H. Gomes, P. Rosina, P. Holakkaoei, T. Solomon – C. Vaceora, "Identification of Pigments Used in Rock Art Paintings in Gode Roriso-Ethiopia Using Micro-Raman Spectroscopy". *Archaeol Sci* 40 (2013) 073-4082.

Gray 1985 — A. L. Gray, "Solid Sample Introduction by Laser Ablation for Inductively Coupled Plasma Source Mass Spectrometry". *Analyst* 110 (1985) 551-556.

Greenfield *et al.* 1964 — S. Greenfield, L. W. Jones – C. T. Berry, "High Pressure Plasmas as Spectrometric Emission Sources". *Analyst* 89 (1964) 713-720.

Griffith *et al.* 1955 — J. H. E. Griffith, J. Owen – I. M. Ward, "Defects in Crystalline Solids". *Bristol Conference Physical Society* I (1955) 81.

Grün – Stringer 1991 — R. Grün – C. B. Stringer, "ESR Dating and the Evolution of Modern Humans". *Archeometry* 33/2 (1991) 153-199.

Grün 2001 — R. Grün, "Introduction to Archaeological Science". Ed. M. Pollard – D. Brothwell, *Wiley*. London (2001) 47-62.

Hall *et al.* 1998 — M. E. Hall, S. P. Brimmer, F. H. Li – L. Yablonsky, "ICP-MS and ICP-OES Studies of Gold from a Late Sarmatian Burial". *Archaeol Sci* 25 (1998) 545–552.

Heimann *et al.* 2001 — R. B. Heimann, U. Kreher, I. Spazier – G. Wetzel, "Mineralogical and Chemical Investigations of Bloomery Slags from Prehistoric (8th century BC to 4th century AD) Iron Production Sites in Upper and Lower Lusati, Germany". *Archeometry* 42 (2001) 227–252.

Hill *et al.* 2004 — D. V. Hill, R. J. Speakman – M. D. Glascock, "Chemical and Mineralogical Characterization of Sasanian and Early Islamic Glazed Ceramics from the Deh Luran Plain, Southwestern Iran". *Archeometry* 46/4 (2004) 585-605.

Hoffman – Stroobant 2007 — E. Hoffman – V. Stroobant, "Mass Spectrometry Principals and Applications". *Willey* 14 (2007) 33-44.

Huntley *et al.* 1985 — D. J. Huntley, D. I. Godfrey-Smith – M. L. W. Thewalt, "Optical Dating of Sediments". *Nature* 313 (1985) 105–107.

Ikeya – Miki 1980 — M. Ikeya – T. Miki, "Electron Spin Resonance Dating of Animal and Human Bones". *Science* 207 (1980) 977-979.

Ikeya – Ohmura 1983 — M. Ikeya – K. Ohmura, "Comparision of ESR Ages of Corals from Marine Terraces with 14C and 230Th/234U Ages". Earth Planet Sc Lett 65 (1983) 34-38.

Ikeya 1975 — M. Ikeya, "Dating a Stalactite by Electron Paramagnetic Resonance". *Nature* 255 (1975) 48-50.

Ikeya 1985 — M. Ikeya, "Dating Methods of Pleistocene Deposits". Ed. N. W. Rutter, *Geoscience*. Canada (1985) 73-87.

Ikeya 1993 — M. Ikeya, *New Applications of Eelectron Spin Resonance Dating, Dosimetry and Microscopy*. Singapore 1993.

Ikeya 2004 — M. Ikeya, "ESR Dating, Dosimetry and Microscopy for Terrestrial and Planetary Materials". *ROY SOC CH* 11 (2004).

Jeffries *et al.* 1998 — T. E. Jeffries, S. E. Jackson – H. P. Longerich, "Application of a Frequency Quintupled Nd: YAG Source (λ=213 nm) for Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometric Analysis of Minerals". *Anal Atom*

Spectrom 13 (1998) 935-940.

Jones 1986 — R. E. Jones, *Greek and Cypriot Pottery: A Review of Scientific Studies*. Athens 1986.

Kaczynski – Olszewska 1997 — R. Kaczynski – B. G. Olszewska, "Soil Mechanics of the Potentially Expansive Clays in Poland". *APPL CLAY SCI* 11 (1997) 337-355.

Karas – Bachmann 1985 — M. Karas – F. D. Bachmann, "Hillenkamp Influence of the Wavelengthin High Iradiance Ultraviolet Laser Desorption Mass Spectrometry of Organic Molecules". *ANAL CHEM* 57 (1985) 2935-2939.

King – Northover 1993 — C. E. King – J. P. Northover, "Der Münzhort aus dem Gutshof in Neftenbach". Ed. H. von Kaenel, *Zürich Denkmalpflege Archäologische Monographien, vol 16*. Zürich 1993.

Klein *et al.* 2004 — M. Klein, F. Jesse, H. U. Kasper – A. Gölden, "Chemical Characterization of Ancient Pottery from Sudan by x-ray Fluorescence Spectrometry (XRF), Electronmicroprobe (EMP) and Inductivly Coupled Plasma Mass-spectrometry (ICP-MS)". *Archaeometry* 46/3 (2004) 339-356.

Knappet *et al.* 2011 — C. Knappet D. Pirrie, M.R. Power, I. Nikolakopoulou, J. Hilditch – G. K. Rollinson, "Mineralogical Analysis (QEMSCAN): a Pilot Study on LB I Pottery from Akrotiri, Thera". *Archaeol Sci* 38 (2011) 219-232.

Knauss *et al.* 1997 — K. G. Knauss, S. A. Copenhaver, R. L. Braun – A. K. Burnham, "Hydrous Pyrolysis of New Albany and Phosphoria Shales, Production Kinetics of Carboxylic Acids and Light Hydrocarbons and Interactions Between the Inorganic and Organic Chemical Systems". *ORG GEOCHEM* 27 (1997) 477-496.

KUDEB 2011 — KUDEB, *Restorasyon ve Konservasyon Laboratuvarları, İleri Aletli Analiz Laboratuvarı (SEM-EDX Analizi)*. İstanbul 2011.

Lauwers *et al.* 2014 — D. Lauwers, A. G. Hutado, V. Tanevska, L. Moens, D. Bersani – P. Vandenabeele, "Characterisation of a Portable Raman Spectrometer for in situ Analysis of Art Objects". *Spectrohimica Acta A Mol Bıomol Spectrosc* 118 (2014) 294-301.

Mason *et al.* 2001 — R. B. Mason, M. S. Tite, S. Paynter, C. Salter, "Advences in Polychrome Ceramics in the Islamıc World of the 12. Century AD.". *Archaeometry* 43/2 (2001) 191-209.

Maurer *et al.* 1981 — C. Maurer, S. Williams – C. Riley, "ESR Dating of Archeological Ceramics: a Progress Report". *Masca* 1 (1981) 202.

Mc-Dermott *et al.* 1993 — F. Mc-Dermott, R. Grün, C. Stringer – C. Hawkesworth, "Mass-spectrometric U-series Dates for Israeli Neanderthal/early Modern Hominid Sites". *Nature* 363 (1993) 252–254.

Mc-Keever 2001 — S. W. S. Mc-Keever, "Optically Stimulated Luminescence Dosimetry". *Nucl Instrum Meth B* 184 (2001) 29-54.

Mc-Morris 1969 — D. W. Mc-Morris, "Trapped Electron Dating: ESR Studies". *Nature* 222 (1969) 870-871.

Mc-Morris 1970 — D. W. Mc-Morris, "ESR Detection of Fosil Alpha Damage in Quartz". *Nature* 226 (1970) 146-148.

Mejdahl 1979 — V. Mejdahl, "Thermoluminescence Dating: Beta-Dose Attenuation in Quartz Grains". *Archeometry* 21 (1979) 61-72.

Molodkov 2001 — A. Molodkov, "ESR Dating Evidence for Early Man at a Lower Palacave-

site in the Northern Caucasus as derived from Terrestrial Molluscshells". *Quaternary Scı Rev* 20 (2001) 1051-1055.

Na *et al.* 2004 — Q. O. Na, M. Ma, H. Ouyang – Y. J. Li, "Non-destructive and in situ Identification of Rice Paper, Seals and Pigments by FT-IR and XRD Spectroscopy". *Talanta* 64 (2004) 1000-1008.

Nadooshan *et al.* 2013 — F. K. Nadooshan, A. Abedi, M. D. Glascock, N. Eskandari – M. Khazaee, "Provenance of Prehistoric Obsidian Artefacts from Kul Tepe, Northwestern Iran Using X-ray Fluorescence (XRF)". *Archaeol Sci* 40 (2013) 1956-1965.

Naseerutheen *et al.* 2014 — A. Naseerutheen, A. Chandrasekaran, A. Rajalakshmi – R. Ravisankar, "Elemental Analysis of Ancient potteries of Vellore Dist, Tamil Nadu, India by ED-XRF Technique with Statistical Approach Mental Analysis of Ancient Potteries of Vellore Dist, Tamil Nadu, India by ED-XRF Technique with Statistical Approach". *Basic Appl Scı* 3 (2014) 45-51.

Neff 2003 — H. Neff, "Analysis of Mesoamerican Plumbate Pottery Surfaces by Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (LA-ICP-MS)". *Archaeol Sci* 30 (2003) 21-35.

Niederschlag *et al.* 2003 — E. Niederschlag, E. Pernicka, Th. Seifert – M. Bartelheim, "The Determination of Lead Isotope Ratios by Multiple Collector ICP-MS: A Case Study of Early Bronze Age Artefacts and Their Possible Relation with Ore Deposits of the Erzgebirge". *Archaeometry* 45/1 (2003) 61-100.

O'Brien 1955 — M. C. M. O'Brien, "The Structure of the Color Centers in Smoky Quartz". *Proc. Roy. Soc.* 231 (1955) 404-414.

O'Connell – Allen 2004 — J. F. O'Connel – J. Allen, "Dating the Colonization of Sahul (Pleistosen Australia-New Guinea): a Review of Recent Research". *Archaeol Sci* 31 (2004) 835-853.

Pearce 1997 — N. J. G. Pearce, W. T. Perkins – J. A. Westgate, "A compilation of New and Published Major and Trace Element Data for NIST SRM 610 and NIST SRM 612 Glass Reference Materials". *Geostandards Newslett* 21 (1997) 115–144.

Perkins *et al.* 1997 — W. T. Perkins, N. J. G. Pearce – J. A. Westgate, "The Development of Laser Ablation ICP-MS and Calibration Strategies: Examples from the Analysis of Trace Elements in Volcanic Glass Shards and Sulfide Minerals". *Geostandards Newslett* 21 (1997) 175-190.

Piga *et al.* 2008 — G. Piga, A. Malgosa, T. J. U. Thompson – S. Enzo, "A New Calibration of the XRD Technique for the Study of Archaeological Burned Human Remains". *Archaeol Sci* 35 (2008) 2171-2178.

Pilcher 1968 — J. R. Pilcher, "Some Applications of Scanning Electron Microscopy to the Study of Modern and Fossil Polen". *UJA* 3/31 (1968) 87-91.

Pollard – Hatcher 1986 — A. M. Pollard – H. Hatcher, "The Chemical Snalysis of Oriental Ceramic Body Compositions: Part 2-greenwares". *Archaeol Sci* 13 (1986) 261-287.

Ponting *et al.* 2003 — M. Ponting, J. A. Evans – V. Pashley, "Fingerprinting of Roman Mints Using Laser-ablation MC-ICP-MS Lead Isotope Analysis". *Archaeometry* 45 (2003) 591-597.

Poole 1967 — C. P. Poole, *Electron Spin Resonance a Comprehensive Treatise on Experimental Techniques*. New York 1967.

Porat – Ronen 2002 N. Porat – A. Ronen, "Luminescence and ESR Age Determination of the Lower Paleolithic Site Evron Quarry, Israel". *Adv Esr Appl* 18 (2002) 123-130.

Raffaëlly *et al.* 2008 L. Raffaëlly, B. Champagnon, N. Ollier – D. Foy, "IR and Raman Spectroscopies, a Way to Understand How the Roman Window Glasses were Made?". *Non Cryst Solıds* 354 (2008) 780-786.

Rashad *et al.* 2009 A. M. Rashad, W. A. Ghaly, N. F. Zahran – A. I. Helal, "Lead-Lead Method for Age Dating of Granitic Sample by LA-ICP-MS". *Int Mass Spectrom* 286 (2009) 95–97.

Reed 1961 T. B. Reed, "Inductively Coupled Plasma Torch". *Appl Phys* 32 (1961) 821-824.

Rhodes – Grün 1991 E. J. Rhodes, R. Grün, "ESR Behaviour of Magnetic Center at g = 2.0018 in Tooth Enamel". *Ancient Tl* 9/2 (1991) 14-18.

Rink 1997 W. J. Rink, "Electron Spin Resonance (ESR) Dating and ESR Applications in Quaternary Science and Archeometry". *Radiat Meas* 27 (1997) 975-1025.

Roberts *et al.* 1997 R. Roberts, G. Walsh, A. Murray, J. Olley, R. Jones, M. Morwood, C. Tuniz, E. Lawson, M. Macphail, D. Bowdery – I. Naumann, "Luminescence Dating of Rock Art and Past Environments Using Mudwasp Nests in Northern Australia". *Nature* 387 (1997) 696–699.

Rojaz-Rodriguez *et al.* 2004 I. Rojas-Rodriguez, A. Herrera, C. Vázquez-López, R. Apolo, J. González-Hernández, M. A. Hernández-Landaverde, M. E Rodriguez, "On the Authenticity of Eight Reales 1730 Mexican Silver Coins by X-ray Diffraction and by Energy Dispersion Spectroscopy Techniques". *NUCL INSTRUM METH* B (2004) 537-544.

Sato 1982 T. Sato, "ESR Dating of Planktonic Foraminifera". *Nature* 300 (1982) 518-521.

Seletchi 2007 E. D. Seletchi, "Principles and Metdhods of Electron Paramagnetic Resonance Dating and Dosimetry". *The First International Proficiency Testing Conference* (2007) 393-399.

Shillito *et al.* 2009 L. M. Shillito, M. J. Almond, K. Wicks, L-J. R. Marshall – W. Matthews, "The Use of FT-IR as a Screening Technique for Organic Residue Analysis of Archaeological Samples". *Spectrohimica Acta A Mol Biomol Spectrosc* 72 (2009) 120-125.

Shimada – Wagner 2001 I. Shimada, U. Wagner, "Peruvian Black Pottery Production and Metalworking: A Middle Sicán Craft Workshop at Huaca Sialupe". *MRS Bull* 26/1 (2001) 25–30.

Shimada *et al.* 2003 I. Shimada, W. Häusler, M. Jakob, J. Montenegro, J. Riederer – U. Wagner, "Early Pottery Making in Northern Coastal Peru. Part IV: Mössbauer Study of Ceramics from Huaca Sialupe". Ed. U. Wagner, *Mössbauer Spectroscopy in Archaeology, vol. 2*. Kluwer 2003.

Shoval 2003 S. Shoval, "Using FT-IR Spectroscopy for Study of Calcareous Ancient Ceramics". *Opt Mater* 24 (2003) 117-122.

Simonetti 2005 A. Simonetti, L. M. Heaman, R. P. Hartlaub, R. A. Creaser, T. G. MacHattie – C. Bohm, "U-Pb Zircon Dating by Laser Ablation-MC-ICP-MS Using a New Multiple Ion Counting Faraday Collector Array". *Anal At-*

om Spectrom 8 (2005) 677-686.

Singh – Sharma 2016 — P. Singh, S. Sharma, "Thermal and Spectroscopic Characterization of Archeological Pottery from Ambari, Assam". *Archaeol Sci Report Spectrohimica* 5 (2016) 557-563.

Skoog *et al.* 1998 — D. A. Skoog, F. J. Holler – T. A. Nieman, *Principles of Instrumental Analysis*. New York 1998.

Smith *et al.* 1990 — B. W. Smith, E. J. Rhodes, S. Stokes, N. A. Spooner – M. J. Aitken, "Optical Dating of Sediments: Initial Results from Oxford". *Archaeometry* 32 (1990) 19-31.

Spooner 1994 — N. A. Spooner, "On the Optical Dating Signal from Quartz". *Radiat Meas* 23/3 (1994) 593-600.

Stoneham 1991 — D. Stoneham, "Authenticity Testing. In Scientific Dating Methods". Eds. H. Y. Goksu, M. Oberhofer – D. Regulla, *Advenced Scientific Techniques 1*. Boston (1991) 175-192.

Tanır – Bölükdemir 2007 — G. Tanır, M. H. Bölükdemir, "Infrared Stimulated Luminescence-decay Shape from NaCl as a Function of Radiation Soses". *Radiat Meas* 42 (2007) 1723-1726.

Tanır *et al.* 2005 — G. Tanır, E. Şencan, M. H. Bölükdemir, M. B. Türköz – E. Tel, "Application of the Luminescence Single-aliquot Technique for Dose Estimation in the Marmara Sea". *Envıron Radıoactıv* 84/3 (2005) 409-416.

Tite 1992 — M. S. Tite, "The Impact of Electron Microscopy on Ceramic Studies". *PROC BR ACAD* 22 (1992) 111-131.

Tite *et al.* 1982 — M. S. Tite, M. Bimson – I. C. Freestone, "An Examination of the High Gloss Surface Finishes on Greek Attic and Roman Samian Wares". *Archaeometry* 24 (1982) 117-126.

Toyoda – Falgueres 2003 — S. Toyoda – C. Falgueres, "The Method to Represent the ESR Signal Intensity of the Aluminum Hole Center in Quartz for Purpose of Dating". *ADV ESR APPL* 20 (2003) 7-10.

Toyoda *et al.* 2000 — S. Toyoda, P. Voinchet, C. Falgue'res, J. M. Dolo – M. Laurent, "Bleaching of ESR Signals by the Sunlight: a Laboratory Experiment for Establishing the ESR Dating of Sediments". *Appl Radiat Isot* 52 (2000) 1357-1362.

Tykot – Young 1996 — R. H. Tykot – S. M. M. Young, "Archaeological Applications of Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometry. In Archaeological Chemistry: Organic, Inorganic and Biochemical Analysis". *AM CHEM SOC* (1996) 116-130.

Tykot 1998 — R. H. Tykot, "Mediterranean Islands and Multiple Flows: The Sources and Exploitation of Sardinian Obsidian". Ed. M. S. Shackley, *Archaeological Obsidian Studies: Method and Theory*. New York (1998) 67-82.

Ubersfeld *et al.* 1954 — A. Ubersfeld, J. A. Etienne – J. Combrisson, "Paramagnetic Resonance: A New Property of Coal Like Materials". *Nature* (1954) 174, 614.

Van der Werf *et al.* 2012 — I. D. Van der Werf, C. D. Calvano, F. Palmisano – F. Sabbatini, "A Simple Protocol for Matrix Assisted Laser Desorption Ionization-time of Flight-mass Spectrometry (MALDI-TOF-MS) Analysis of Lipids and Proteins in Single Microsamples of Paintings". *Analytica Chima Acta* 718 (2012) 1-9.

Vandenberghe 2004 — D. Vandenberghe, *Investigation of the Optically Stimulated Luminescence*

Dating Method for Application to Young Geological Sediments. Yayımlanmamış Doktora Tezi, Ghent University. Gent 2004.

Vlachou-Mogire *et al.* 2007 — C. Vlachou-Mogire, B. Stern – J. G. Mc-Donnell, "The Application of LA-ICP-MS in the Examination of the Thin Plating Layers Found in Late Roman Coins". *Nucl Instrum Methods* B/265 (2007) 558-568.

Weil *et al.* 1994 — J.A. Weil, J.R. Bolton – J.E. Wertz, *Electron Paramagnetic Resonance Elementary Theory and Practical Applications*. New York 1994.

Wencka *et al.* 2005 — M. Wencka, S.K. Hoffmann – H. Hercman, "EPR Dating of Hydroxyapatite from Fossil Bones. Transient Effects After Gamma and UV Irradiation". *Acta Phys Pol* A/108 (2005) 331-337.

Whitehead *et al.* 2002 — N. Whitehead, M. Hirai, A. Tani, C. Yamanaka – M. Ikeya, "New Prospects on ESR Dosimetry and Dating". *ADV ESR APPL* 18 (2002) 366.

Williams-Thorpe 1995 — O. Williams-Thorpe, "Obsidian in the Mediterranean and the Near East: Aprovenance Success Story". *Archaeometry* 37 (1995) 217-248.

Wintle – Huntley 1979 — A. G. Wintle – D. J. Huntley, "Thermoluminescence Dating of a Deep-sea Sewdiment Core". *Nature* 279 (1979) 710-712.

Wintle – Huntley 1982 — A. G. Wintle, D. J. Huntley, "Thermoluminescence Dating of a Sediments". *Quaternary Sci Rev* 1 (1982) 31-53.

Wrin – Rink 2003 — P. J. Wrin – W. J. Rink "ESR Dating of Tooth Enamel From Aterian Levels at Mugharet el 'Aliya (Tangier, Morocco)". *Archaeol Sci* 30 (2003) 123-133.

Xiaochenyang *et al.* 2017 — J. Xiaochenyang, M. Yanying, C. Yue, L. Yuanqiu, M. Qinglin, Z. Zhaoxia, W. Changsui – Y. Yimin, "Raman Analysis of Cobalt Blue and White Porcelain: A Reassesment". *Spectrochimica Acta A Mol Biomol Spectrosc* 190 (2017) 61-67.

Young *et al.* 1997 — S. M. M. Young, P. Budd, R. Haggerty – A. M. Pollard, "Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometry for the Analysis of Ancient Metals". *Archaeometry* 39 (1997) 379-392.

Yüce 2010 — Ü. R. Yüce, *Diş ve Kemik Örneklerinin Lüminesans Tekniklerde Geriye Dönük (Retrospektif) Dozimetre Olarak Kullanımının Geliştirilmesi*. Yayımlanmamış Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara 2010.

Zeller *et al.* 1967 — E. J. Zeller, P. W. Levy – P. L. Mattern, "Geological dating by ESR". Ed. Anon. *Radioactive Dating and Method of Low Level Counting*. Monaco (1967) 531-540.