T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SOSYAL BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
ARKEOLOJİ ANABİLİM DALI

KUMYER VE PENDİK HÖYÜK SERAMİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU VE TARİHLENDİRİLMESİ

İlker IŞIK

DOKTORA TEZİ

Danışman
Prof. Dr. Asuman BALDIRAN
Prof. Dr. Ahmet Adil TIRPAN

Bu çalışma **BAP** tarafından 12103014 numaralı Doktora tez projesi olarak desteklenmiştir.

Konya–2015

ÖNSÖZ

Akademik çalışma hayatında araştırmacılar, bilimsel bir çalışmaya başlarken özgün ve farklı bir çalışma olması ideali ile yola çıkar ve bulundukları alanda farklı bir pencere açmayı hedef edinirler. Bilhassa bu bakış açısını genişletmek adına başka disiplinlerden de yararlanmak çalışmanın niteliğini ve özgünlüğünü daha da arttıran unsurlar olabilir. Söz konusu olan tez çalışmamız da işte tam bu noktada bunu gerçekleştirmek adına başlatılmış zorlu bir sürecin ürünü olmuştur.

Salt arkeolojik bir araştırma prensibinden ziyade fen bilimlerinin teknik ve yorum algısının bulunduğu çalışmamız tekil bir cümle kurmaya imkân vermeden biz kavramına haiz bir kimlik altında ilerletilmiş ve sonlandırılmıştır. Arkeolojik malzemenin toplanıp tasniflenmesi, değerlendirilmesi, analizi ve yorumlanması aşamalarında her daim bir profesyonelin bilgi ve deneyimi bana şahsım adına bir tez tamamlamaktan daha öte bir kazanım sağladı. Bu sebeple tezimin aşamalarından söz etmek yerine bu kısımda uzunca bir teşekkür bölümü ayırmayı yeğledim.

Tez başlangıcından itibaren bilgi ve deneyimleri ile bana yardımcı olan ve her konuda desteklerini esirgemeyen danışman hocalarım Prof. Dr. Asuman BALDIRAN ve Prof. Dr. Ahmet A. TIRPAN hocalarıma şükranlarımı sunarım. Bu çalışmaya beraber başladığımız ve bir "ekip" olarak yürüttüğümüz değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Hamdi Şükür Kılıç, Prof. Dr. Ayhan ÖZMEN, Doç. Dr. Ülkü SAYIN ve fizik bölümü doktora öğrencisi Gamze BAKKAL'A sonsuz teşekkür borçluyum.

Tez çalışmalarımı destekleyen ve yönlendiren kıymetli hocalarım Sayın Prof. Dr. Özdemir KOÇAK, Prof. Dr. Bilal SÖĞÜT, Doç. Dr. Ertekin DOKSANALTI Yrd. Doç. Dr. Mustafa YILMAZ, Yrd. Doç. Dr. Faris DEMİR ve Dr. Zafer KORKMAZ'A minnettarım.

Deney safhalarında yardımlarını gördüğüm İ.Ü. öğretim üyesi, Sayın Doç. Dr. Ozan ÜNSALAN ve Yrd. Doç. Dr. Namık AYSAL'A, Ege Üni. Öğretim üyesi Prof. Dr. Birol ENGİN'E, Doç. Dr. Ahmet GÜLEÇ'E, Restoratör Özlem TOPRAK CİHAN'A, S.Ü. T.A.E.K. çalışanı uzman Ülkü Rabia YÜCE'YE ve uzman Fatih'

ÖZCAN'A ve çalışmamın birçok safhasında benden yardımlarını esirgemeyen Sayın Arş Gör. Tülay UĞUR'A, çok teşekkür ederim.

Seramik örneklerin alımı konusunda bana gerekli kolaylığı gösteren ve yardımda bulunan İstanbul Arkeoloji Müzeleri müdürü Sayın Zeynep KIZILTAN, Öğr. Gör Alper GÖLBAŞ ve Arkeolog; Arzu TOKSOY GÖLBAŞ ile Pendik Höyük kazılarından sorumlu Arkeologlar; Sinan YİĞİT, Çisem ÇAĞLAYAN OTEZYA ve Evren YILDIZ'A ne kadar teşekkür etsem azdır. Ayrıca Mardin Arkeoloji Müzesi müdürü Sayın Nihat ERDOĞAN ve Uzman Seylan MUNGAN'A teşekkürlerimi sunarım.

KONYA 2015 **İlker IŞIK**

ÖZET

Bu çalışma Muğla İli, Yatağan İlçesi Türkiye Kömür İşletmeleri dekupaj sahası içerisinde kalan Kumyer Mevkii nekropol alanında yapılan kurtarma kazısı esnasında çıkarılan toprak ve seramik örnekleri ile T.C. Ulaştırma, Şehircilik ve Haberleşme Bakanlığı tarafından yürütülen Yüksek Hızlı Tren (YHT) projesi üzerinde bulunan Pendik Höyük kurtarma kazısından elde edilen seramiklerin karakterizasyonu ve tarihleme çalışmalarını içermektedir.

Söz Konusu kazı alanlarından temin edilen amorf seramik örnekleri, fotoğraflama ve belgeleme işlemlerinin ardından laboratuar ortamında fiziksel ve kimyasal testlere tabi tutulmuştur. Sonrasında ileri analiz teknikleri ile seramik eserlerin mineralojik, elementsel ve tarihsel dokümantasyonları çıkarılarak kil yapısı, menşei ve dönemi belirlenmeye çalışılmıştır.

Elde edilen sonuçlar iki aşama halinde; hem arkeolojik hem de spektroskopik açıdan değerlendirilerek seramiğin niceliksel ve niteliksel özellikleri hakkında mutlak bilgilere ulaşılmaya çalışılmıştır.

ABSTRACT

This study includes that characterization of ceramics obtained from recovery excavations and dating studies. Soil and ceramic pieces which were removed during the recovery excavations in Kumyer Location necropol field, where remaining within the province of Muğla, Yatağan district, the Turkish Coal Enterprises decoupage field, and also ceramics which were obtained from High Speed Train (YHT) project ,which is conducted by Republic of Turkey Ministry of Transport, Urbansation and Communications, on Pendik Höyük recovery excavation.

Amorphous ceramic samples were obtained from the excavation fields at issue, after the photographing and documenting process, in the laboratory those samples had been subjected to physical and chemical tests. After that, mineralogical, elemental and historical documentations of ceramic artifacts were removed by advanced analysis techniques so studied to determine that clay structure, the origin and period.

The results obtained in two stages; tried to reach absolute information about the qualitative and quantitative properties of ceramics evaluated in terms of both archaeological and spectroscopic.

İÇİNDEKİLER

Bilimsel Etik Sayfası i
Doktora Tezi Kabul Formu ii
ÖNSÖZ iii
ÖZET v
ABSTRACT vi
İÇİNDEKİLER vii
ŞEKİL LİSTESİ x
TABLO LİSTESİ xxii
RESİM LİSTESİ xxiii
HARİTA LİSTESİ xxiv
KISALTMALAR xxv

1. GİRİŞ 1
1.1. Konu 1
1.2. Amaç 2
1.3. Kapsam ve Yöntem 3
1.4. Tarihlendirme ve Karakterizasyon Konusunda Yapılmış Olan Çalışmalar 3

2. SERAMİK MALZEMENİN TARİHSEL GELİŞİMİ ve YAPISI 10
2.2. Seramik Üretimi ve Gelişim Evreleri 10
2.2. Killi Toprak 12

3. ARKEOLOJİK ÇALIŞMALAR 15
3.1. Karia Bölgesi Tarihçesi ve Batı Anadolu Tunç Çağı Yerleşimleri ve Kronolojisi 15
3.1.1. Tunç Çağı ve Tanımı 18
3.1.2. Kumyer Mevkii 19
3.2. Fikirtepe Kültürü Tarihçesi ve Batı Anadolu Neolitik Çağ Yerleşimleri ve

Kronolojisi 21
3.2.1. Fikirtepe Kültürü 21
3.2.2. Fikirtepe Yerleşimi 22
3.2.3. Pendik Höyük 24

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 26
4.1. Yapılmış olan Analizlerin Tanımlanması 27
4.1.1 Görsel Analiz ve Örneklerin Tanımlanması 27
4.1.2. Görsel Tanımlamalar ve Örnek Kataloğu 28
4.2. Basit Spot Testler 42
4.2.1. Klorür Analizi (Cl^-) 42
4.2.2. Nitrat Analizi (NO_3^-) 42
4.2.3. Sülfat ($SO_4^=$ ve Karbonat ($CO_2^=$)Analizi 42
4.2.4. İletkenlik Ölçümü 43
4.2.5. Protein Analizleri 43
4.2.6. Yağ Analizleri 44
4.3. Petrografik Analizler 45
4.4. SEM-EDS/EDX Analizi 47
4.5. XRD Analizi 53
4.6. ICP-MS Analizi 53
4.7. IR Analizi 60
4.8. Elektron Spin Rezonans (ESR) Analizi 60
4.8.1. ESR Spektrometresi 61
4.8.2. ESR Yaş Tayini Prensibi 62
4.8.3. Doz Ekleme Yöntemi 63
4.8.4. Yıllık Dozun Tespiti 64
4.9. OSL (Optiksel Uyarılma ile Lüminesans) Analizi 65

5. ANALİZ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ 67
5. 1. Karakterizasyon Çalışmalarında Yapılan Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi 67
5.2. Tarihlendirme Çalışmalarında Yapılan Analiz Sonuçlarının

Değerlendirilmesi 82
5.2.1. Bazı Örneklerin ESR Tekniği ile İncelenmesi 82
5.2.2. Bazı örneklerde Oda Sıcaklığında Paramanyetik Merkezlerin Belirlenmesi 82
5.2.3. K–1 Örneğinin 81 K Sıcaklığında ESR Analizi, ESR ve OSL Teknikleriyle Tarihlendirilmesi 87

SONUÇ 91

KAYNAKÇA 109

EKLER 130
EK 1: SEM EDS ANALİZİ DEĞERLENDİRME SONUÇLARI..... 131
EK 2: XRD ANALİZİ DEĞERLENDİRME SONUÇLARI..... 168
EK 3: IR ANALİZİ DEĞERLENDİRME 176
TABLOLAR 179
RESİMLER..... 181
HARİTALAR..... 185

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. ESR spektrometresinin blok diyagramı 62

Şekil 2. Doz ekleme yöntemi ile elde edilen lineer ve üstel bağımlı büyüme eğrileri 64

Şekil 3. 1 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop genel görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 68

Şekil 4. 2 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 69

Şekil 5. 3 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 70

Şekil 6. 4 numaralı örneğe ait; a) stereo mikroskop görüntüsü, b) stereo mikroskop görüntüsü, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol) 71

Şekil 7. 5 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift ikol) 72

Şekil 8. 6 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 73

Şekil 9. 7 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 74

Şekil 10. 8 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 75

Şekil 11. 9 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 76

Şekil 12. 10 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 77

Şekil 13. 11 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 78

Şekil 14. 12 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 79

Şekil 15. 13 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol) 80

Şekil 16. K-1 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol) 81

Şekil 17. Işınlanmamış-doğal Kumyer1 örneğinin 123K sıcaklığında ESR Spektrumları 83

Şekil 18. Işınlanmamış Kumyer2 doğal örneğinin 123K ve 300K de ESR spektrumları 84

Şekil 19. K-2 örneği Mn^{2+} pikleri 85

Şekil 20. K-3 örneği 123K ve 300K sıcaklığında ESR spektrumları..... 85

Şekil 21. K-4 örneği 123K ve 300K sıcaklığı ESR spektrumu 86

Şekil 22. K-1 arkeolojik seramik örneğindeki $[AlO_4]^o$ merkezinin ESR parametreleri 87

Şekil 23. K-1 örneğinde Ti-Li ve Ti-H merkezlerinin ESR parametreleri..... 88

Şekil 24. $[AlO_4]^o$ paramanyetik merkezinin sıcaklığa bağlılığı..... 89

Şekil 25. $GeO_4/Li+]^o$ merkezinin oda sıcaklığında ESR spektrumu ve ESR parametreleri 90

Şekil 26. Kumyer1 örneğinde Al merkezi için kullanılan ESR pik şiddeti..... 100

Şekil 27. Al merkezi için doz-cevap eğrisi..... 100

Şekil 28. Lüminesans işlemlerinde enerji diyagramı 103

Şekil 29. Kuvars mineralinde E' merkezinin oluşum mekanizması 104

Şekil 30. ESR tekniği kullanılarak pişirilme sıcaklığı tayini deneyine ait spektrumlar 106

Şekil 31. Örnek K-1 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 131

Şekil 32. Örnek K- 1 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ile germanyum yanında daha az miktarda alüminyum ve bu elementten de daha az miktarda sırasıyla uranyum, demir, kalsiyum, titanyum, potasyum ve eser miktarda klor bulunduğu tespit edilmiştir 131

Şekil 33. Örnek K-1 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 132

Şekil 34. Örnek K-1 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ile alüminyum yanında daha az miktarda demir ve bu elementten de daha az miktarda

sırasıyla azalan miktarlarda titanyum, kalsiyum, uranyum, potasyum, ve magnezyum tespit edilmiştir..... 132

Şekil 35. Örnek 1- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 133

Şekil 36. Örnek1- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda çinko, nitrojen ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda potasyum, uranyum ve demir bulunduğu tespit edilmiştir 133

Şekil 37. Örnek1- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda çinko, nitrojen ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda potasyum, uranyum ve demir bulunduğu tespit edilmiştir. 134

Şekil 38. Örnek 1- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda demir, telluryum, uranyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir. 134

Şekil 39. Örnek 2- 1. bölge SEM görüntüsü..... 135

Şekil 40. Örnek 2- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 135

Şekil 41. Örnek 2- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 136

Şekil 42. Örnek 2- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ile bu elementten de daha az miktarda demir, kalsiyum, magnezyum, sodyum, baryum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir 136

Şekil 43. Örnek 3- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 137

Şekil 44. Örnek 3- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 137

Şekil 45. Örnek 3- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 138

Şekil 46. Örnek 3- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla kalsiyum, demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda magnezyum, baryum, uranyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir. 138

Şekil 47. Örnek 4- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 139

Şekil 48. Örnek 4- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum, demir, uranyum, kalsiyum, manganez, baryum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 139

Şekil 49. Örnek 4- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 140

Şekil 50. Örnek 4- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve çinko yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum, demir uranyum, kalsiyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir . 140

Şekil 51. Örnek 5- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 141

Şekil 52. Örnek 5- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum yanında bu elementten daha az miktarda çinko ve bu elementten de daha az miktarda alüminyum, uranyum, demir ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir. 141

Şekil 53. Örnek 5- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 142

Şekil 54. Örnek 5- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 142

Şekil 55. Örnek 5- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 143

Şekil 56. Örnek 5- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum, uranyum, kalsiyum, manganez, sodyum, magnezyum ile bunlardan çok daha az miktarda klor ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 143

Şekil 57. Örnek 8- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 144

Şekil 58. Örnek 8- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve germanyum elementleri yanında bunlardan daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda kalsiyum, uranyum, manganez, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 144

Şekil 59. Örnek 8- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 145

Şekil 60. Örnek 8- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda demir, yanında bu elementten çok daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda silisyum, uranyum, alüminyum, kalsiyum, telluryum, manganez ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 145

Şekil 61. Örnek 9- 1 bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 146

Şekil 62. Örnek 9- 1.bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda toryum ve silisyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda uranyum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 146

Şekil 63. Örnek 9- 2.bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 147

Şekil 64. Örnek 9- 2.bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum, yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir. 147

Şekil 65. Örnek 9- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 148

Şekil 66. Örnek 9- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve toryum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve germanyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, uranyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir. 148

Şekil 67. Örnek 9- 4 bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 149

Şekil 68. Örnek 9 - 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve toryum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve germanyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, telluryum ve uranyum bulunduğu tespit edilmiştir. 149

Şekil 69. Örnek 10 - 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 150

Şekil 70. 10- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda silisyum, demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda uranyum, nikel ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir. 150

Şekil 71. Örnek 11 - 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu. 151

Şekil 72. Örnek 11- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, manganez, demir, alüminyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, magnezyum, potasyum, sodyum, titanyum ve baryum bulunduğu tespit edilmiştir 151

Şekil 73. Örnek 11- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 152

Şekil 74. Örnek 11- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten çok daha az miktarda çinko ve alüminyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, magnezyum, potasyum, kalsiyum ve eser miktarda sodyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 152

Şekil 75. Örnek 12- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu. 153

Şekil 76. Örnek 12- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda çinko, demir ve silisyum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda manganez, potasyum, titanyum ve telluryum bulunduğu tespit edilmiştir. 153

Şekil 77. Örnek 12- 2. bölge EDS tablosu..... 154

Şekil 78. Örnek 12- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum ve bu elementten çok daha az miktarda silisyum, sodyum, uranyum, alüminyum, magnezyum ve demir bulunduğu tespit edilmiştir. 154

Şekil 79. Örnek 12- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu. 155

Şekil 80. Örnek 12- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum bu elementten daha az miktarda germanyum ve alüminyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, baryum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir..... 155

Şekil 81. Örnek 12- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 156

Şekil 82. Örnek 12- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ile bu elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, sodyum, magnezyum, titanyum ve klor bulunduğu tespit edilmiştir 156

Şekil 83. Örnek 13-1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 157

Şekil 84. Örnek 13- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 157

Şekil 85. Örnek 13- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum yanında bu elementten daha az miktarda silisyum, uranyum, alüminyum, demir ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 158

Şekil 86. Örnek 13- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum yanında bu elementten daha az miktarda silisyum, uranyum, alüminyum, demir ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 158

Şekil 87. Örnek 13- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 159

Şekil 88. Örnek 13- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, yanında bu elementten daha az miktarda çinko, alüminyum uranyum, kalsiyum ve

demir elementleri ile bunlardan daha az miktarda olmak üzere magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir 159

Şekil 89. Örnek 13- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 160

Şekil 90. Örnek 13- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, ve alüminyum elementleri ile bu iki elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, sodyum, uranyum, kalsiyum magnezyum, baryum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir 160

Şekil 91. Örnek 14- 1. bölge SEM görüntüsü..... 161

Şekil 92. Örnek 14- 1. bölge EDS tablosu; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve demir elementi ile daha az miktarda alüminyum elementi yanında bunlardan daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, titanyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 161

Şekil 93. Örnek 14- 1. bölge EDS tablosu; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve demir elementi ile daha az miktarda alüminyum elementi yanında bunlardan daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, titanyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 162

Şekil 94. Örnek 14- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ve demir ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda uranyum, kalsiyum, sodyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir 162

Şekil 95. Örnek 14- 3. bölge EDS tablosu..... 163

Şekil 96. Örnek 14- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, sodyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 163

Şekil 97. Örnek 14- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 164

Şekil 98. Örnek 14- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, demir ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda kalsiyum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 164

Şekil 99. Örnek 14- 5. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 165

Şekil 100. Örnek 14- 5. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda germanyum ve demir ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir. 165

Şekil 101. Örnek 14- 6. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu..... 166

Şekil 102. Örnek 14- 6. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda demir ve germanyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, magnezyum potasyum, ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir 166

Şekil 103. Örnek 14- 7. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.....167

Şekil 104. Örnek 14- 7. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, alüminyum ve demir elementleri ile bunlardan da daha az miktarda yine sırasıyla azalan oranlarda potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.....167

Şekil 105. 1 nolu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars, sanidin ve potasyum, kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 168

Şekil 106. 2 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, böhmit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 168

Şekil 107. 3 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde albit, sanidin, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir..... 169

Şekil 108. 4 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde protoenstatit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir..... 169

Şekil 109. 5 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, magnezyum, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 170

Şekil 110. 6 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde ortoklaz, albit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 170

Şekil 111. 7 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 171

Şekil 112. 8 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde böhmit, muskovit ve kuvars bulunduğu tespit edilmiştir 171

Şekil 113. 9 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, muskovit, kuvars, kristobalit ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 172

Şekil 114. 10 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, muskovit, kuvars, kristobalit ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir 172

Şekil 115. 11 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde kuvars, muskovit ve sanidin bulunduğu tespit edilmiştir 173

Şekil 116. 12 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars, sanidin ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir. 173

Şekil 117. 12 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars, sanidin ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir. 174

Şekil 118. 14 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde kuvars, kalsit, muskovit ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir 174

Şekil 119. K-1 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde flogobit, ferroan, albit, kalsit, kuvars ve ortoklaz bulunduğu tespit edilmiştir..... 175

Şekil 120. 14 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit, silikat, karbonat, montmorillonit bulunduğu tespit edilmiştir.....176

Şekil 121. 16 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde silikat ve karbonat bulunduğu tespit edilmiştir.....176

Şekil 122. 18 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit, montmorillonit, florisil, silikat ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.....177

Şekil 123. 21 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit ve montmorillonit bulunduğu tespit edilmiştir.....177

Şekil 124. K-3 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, krom sülfat ve illit bulunduğu tespit edilmiştir. 178

Şekil 125. K-4 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit ve illit bulunduğu tespit edilmiştir. 178

TABLO LİSTESİ

Tablo 1. Karia Bölgesi Yerleşim Yerinin Karşılaştırmalı Kronolojisi 179

Tablo 2. Kumyer Envanterlik Eser Listesi 180

Tablo 3. Suda Çözünebilir Tuzlar ile Protein ve Yağ Analizleri 44

Tablo 4. SEM-EDS/ EDX Analizi 47

Tablo 5. Genel Değerlendirme Tablosu 51

Tablo 6. ICP-MS Analizi 53

Tablo 7. Seramik ve toprak için radyoaktif çekirdek konsantrasyonları ve doz hız verileri 99

Tablo 8. K–1 seramiği için tarihlendirme sonuçları 101

RESİM LİSTESİ

Resim 1. Kumyer Nekropolü Genel Görünüm..... 175

Resim 2. Kumyer Pitos Mezardan Bir Örnek: 09 KYM 09 No'lu Pithos Mezarın Genel Fotoğrafı ve Çizimi 175

Resim 3. Doğu- Batı Doğrultulu, hem iç hem dışa hediyelerin bırakıldığı 09 KYM 14 No'lu Pithos Mezarın Çizimi 176

Resim 4. Kumyer Nekropol Alanından Çıkarılan Pithos Tipleri 176

Resim 5. Kumyer Nekropolünden Çıkarılan Bazı Mezar Hediyeleri..... 177

Resim 6. Kumyer Nekropolündeki Seramik Fırınları..... 177

Resim 7. Arkaik Fikirtepe çanak-çömleği..... 178

Resim 8. Klasik Fikirtepe çanak-çömleği 178

HARİTA LİSTESİ

Harita 1. Karia Bölgesi ve Antikçağ Yerleşimleri 185

Harita 2. Batı Anadolu İTÇ 1A Kültür Bölgeleri 185

Harita 3. Batı Anadolu İTÇ 1B Kültür Bölgeleri.....186

Harita 4. Kumyer Mevkii Genel Görünüm 186

Harita 5. Marmara ve Ege Neolitik Yerleşimleri- Fikirtepe..... 187

KISALTMALAR

CW-OSL: Continuous Wave- Optically Stimulated Luminescence/ Sürekli Dalga Uyarımı - Optiksel Uyarılma ile Lüminesans

ESR: Electron Spin Resonance / Elektron Spin Rezonans

ICP- MS: Inductiveli Coupled Plasma - Mass Spectroscopy Analysis / İndiktüvlü Eşleşmiş Plazma - Kütle Spektroskopisi

IR**:** Infrared Spectrometry / Kızılötesi Spektrometresi

IRSL: Infrared Stimulated Luminescence/ Kızılötesi Uyarımlı Lüminesans

LA-ICP-MS: Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry/ Lazer Aşındırmalı İndiktüvlü Eşleşmiş Plazma - Kütle Spektroskopisi

OSL: Optically Stimulated Luminescence / Optiksel Uyarılma ile Lüminesans

SAR: Single Aliquot Regeneration / Tek Tablet Yineleme

SEM-EDS/EDX: Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy/ Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı- X Işını Spektroskopisi.

TL: Thermoluminescence/ Termolüminesans

XRD: X-Ray Diffraction / X-Ray Difraksiyonu

1. GİRİŞ

1.1. Konu

Farklı disiplinlerin bir arada çalışma prensibine dayanarak hazırlanan bu çalışma, Arkeoloji biliminin salt bakış açısından sıyrılarak fen bilimlerinin mutlak doğrularını da kapsama niteliğini taşımaktadır. Bu doğrultuda ele aldığımız konu arkeometrik bir çalışma prensibinin yanında arkeolojik eseri korumaya dayalı bir takım uygulamaların da yapıldığı çok yönlü bir araştırma özelliği taşımaktadır. Konuyu oluşturan Kumyer ve Pendik Höyük'teki prehistorik döneme ait seramik parçaları arkeolojinin öngördüğü şekilde, stil ve kullanım amacını belirleme gereksiniminin yanında fen bilimlerinin öngörebildiği kil yatağı, mineraloji ve yaş tayini gibi önemli veriler hakkında da bize ışık tutmaktadır.

İnsanı temel alan ve onun elinden çıkan her türlü objeyi tarihsel bir bulgu olarak değerlendiren arkeolojinin, insanoğluna sağladığı zamana yolculuk sayesinde kadim toplulukların yaşayış, inanç ve kültürleri ile ilgili sağlıklı bilgiler edinebilmekteyiz. İşte bu noktada multidisipliner olarak yapılan bu çalışmada elde edilen bulgular ile tarihi nesneleri bir nevi dillendirerek onu imal eden sanatkâr ve yaşadığı çevre konusunda bilgi edinip eseri bir bakıma konuşturmuş olmaktayız.

Tezin ortaya çıkarılma aşamasında yaşanan birçok olumsuz deneyim neticesinde -çalışma prensibi korunmasına rağmen- konu başlığı defalarca değiştirilmiş ve sonunda bu başlık altında özgün ve bu alanda hiç yapılmamış bir araştırma ortaya çıkarılmak istenmiştir.

Bu doğrultuda, tezin kesin sonuçlara varıp varmadığını anlamak için temin edilen seramik parçaları tek bir yerden değil, farklı coğrafi özelliklere sahip bölgelerden alınarak her durum ve her koşulda aynı katiyete ulaşıp ulaşmadığı saptanmaya çalışılmıştır. Bu nedenle Antik Çağ'da Karia Bölgesi olarak geçen ve bugünkü Ege Bölgesi sınırları içerisinde bulunan Muğla İli, Yatağan ilçesindeki Türkiye Kömür İşletmeleri (T.K.İ.) dekupaj sahası içerisindeki Kumyer Mevkii ile Yüksek Hızlı Tren çalışmaları (Y.H.T.) amacıyla kurtarma kazısı başlatılan ve Neolitik Çağ'da Fikirtepe kültürünün bir parçası olan, bugünkü İstanbul sınırları içerisindeki Pendik Höyük'ten elde edilen toprak ve seramik örnekler incelemeye tabi tutulmuşlardır. Her iki kazı

alanı da bir kurtarma kazısı olmakla beraber bu iki mevki ile ilgili bir daha çalışma yapılamayacak olması dolayısıyla haklarında tarihsel bilgi temin etmek bir bakıma günümüz arkeolojisine de katkıda bulunabilecektir.

1.2.Amaç

Çalışmanın öncelikli amacı arkeoloji ile fen bilimlerini bir konu etrafına buluşturarak çok yönlü bir biçimde araştırma gerçekleştirmekti. Böylece yalnızca arkeolojik göstergelerle sonuç elde etmek yerine çok çeşitli veriler elde ederek daha sağlıklı çıkarımlar sağlamak amaçlandı. Söz gelimi, arkeolojinin öngördüğü relativ (göreceli) tarihlendirme yönteminin verdiği bilgileri doğrulayacak veya eksikliğini ortaya koyacak bilgileri temin etmek için tarihlendirme çalışmaları yapıldı. Tarihlendirme çalışmaları daha önce ülkemizde denenmemiş yöntemlerle gerçekleştirildi. Daha önce C 14 metoduyla yapılan çalışmalardan farklı olarak Elektron Spin Rezonans (ESR) cihazı ile yaş tayini yapılarak arkeolojik açıdan belirlenen tarihlerle karşılaştırma yapıldı. Aslında mesleki kıstaslarla bildiğimiz tarihi periyotlar bilinse de geçiş dönmeleri arasındaki belirsizlikleri tespit etmede mutlak tarihlendirme yöntemleri daha kesin bir cevap vermektedir.

Arkeologlar için açık hava laboratuarı diyebileceğimiz kazı alanları cevapsız bırakılan sorulara çözüm üretemeyebilir. Bu nedenle interdisipliner çalışmaların yararı ile farklı laboratuar koşullarında eserler tetkik edildiğinde süreç içindeki yaşanan bilimsel karmaşalar sonuca kavuşabilir. Örneğin, arkeolojik malzemenin menşei ve kullanım amacı hakkında yapılan fiziksel ve kimyasal çalışmalar arkeologların sorularına açıklık kazandırma imkânı verebilmektedir. Bu bakımdan ele aldığımız seramik eserlerin kil yatağı ve üretim yerini, hangi vasıfla kullanıldığını tespit etmek için karakterizasyon çalışması yapılmıştır. İleri analiz yöntemleri kullanılarak ortaya konulan sonuçlar sayesinde detaylı bilgiler temin etme şansı elde edilmiştir.

Tezin orijinal niteliğini artırabilmek açısından bölge farklılığının yanı sıra dönem farklılığı da gözetilerek çalışmanın vereceği sonuçların değişkenliklerini ve benzerliklerini belirleme hedefi de bizim için önemli bir kıstası oluşturmuştur.

Tüm bunların neticesinde, yaş tayini, karakterizasyon ve deneysel sonuçlarla kesin bulgulara ulaşma tezin asıl hedefidir.

1.3. Kapsam ve Yöntem

Konu ve izlenecek yolun kararlaştırılmasının akabinde çalışma yöntemi peşi sıra takip eden iki koldan ilerledi. Birinci olarak, hâlihazırda devam etmekte olan kazılardan çıkarılan seramik ve toprak numuneler güneş görmemiş serin ve loş ortamın bulunduğu bir mekândan alınarak kapalı ve korunaklı kapların içerisine konulup laboratuarlara götürüldü. Bu seramiklerin bulunduğu kazı sahalarından elde edilen arkeolojik bulgulara dayanılarak dönemsel özelliklerini çıkarmak adına üretim teknikleri ve relativ tarih saptamaları yapıldı. Genel nitelikleri belirlendikten sonra seramik eserlerle benzer özellikte olabilecek başka örneklerini bulabilmek amacıyla literatür çalışması gerçekleştirildi. Arkeolojik açıdan yorumlanan bu kısım ile Kumyer Mevkii'ne ait Erken Tunç Çağı seramikleri ile Pendik Höyük'te bulunan Neolitik Çağ seramikleri diye tanımlayabileceğimiz örnekler kesin sonuçlara varılmak üzere çalışmanın diğer ayağının oluşturan analiz araştırmalarına sevk edildi.

Analiz bölümünde ilk olarak, getirilen örnekler karakterizasyon çalışmaları adı altında elementsel ve mineralojik özellikleri saptanarak içeriği hakkında araştırma yapıldı. Bununla birlikte ince kesit çalışmaları da uygulanarak streo ve polarizan mikroskop ile seramik yapısı konusunda araştırma yapıldı. Böylelikle katkı maddeleri ve kimyasal yapıları itibariyle bulunduğu yerde üretilip üretilmediği belirlenmeye çalışıldı. Ayrıca bünyesinde bulunan mineralojik ayrıntılara göre pişirme dereceleri ve bunun sonucunda seramiğin üretim teknolojisi konusunda saptama yapılmaya çalışıldı. Bir diğer safhada ise tarihlendirme çalışmaları için örnekler öğütülüp belli tanecik boylarına göre ayrıldı. Bu gruplamanın ardında tarihlendirme için gereken miktarda olan seramik örneklerin kuvars ayıklama işlemleri gerçekleştirildi. Son olarak ESR ve OSL cihazları ile dönem konusunda mutlak veriler bulunmaya çalışıldı.

1.4.Karakterizasyon ve Tarihlendirme Konusunda Yapılmış Çalışmalar

Konservasyon ve arkeometri çalışmalarında kullanılan analizler ile elde edilen sonuçların tarihsel niteliğe sahip materyalleri tanımlama ve tasnifleme adına önemli bir katkısı bulunmaktadır. İnterdisipliner olarak sürdürülen araştırmalar

birden çok perspektif sağlamakta ve bu çalışmalar kendi alanlarında araştırma yapan bilim insanlarına zengin bir veri sunmaktadır. Gerek maddenin içeriği, gerekse yaşını tayin etmede elde edilen neticeler ile sosyal ve fen bilimleri alanlarındaki araştırmalar için ışık tutacak yeni bilgiler sağlanmaktadır.

Çalışmamızın özünü teşkil eden karakterizasyon ve yaş tayini analizleri birden çok teknikle denenmiş, böylelikle elde edilen sonuçların genel geçerliliğinin daha sağlıklı olması başat alınmıştır. Tezin ilk ayağını oluşturan karakterizasyon çalışmaları elementsel ve mineralojik boyutta olmak üzere iki farklı boyutta incelenmiş ve seramik buluntunun bünyesinde yer alan tüm özellikler detaylı olarak ele alınmıştır. Tez çalışmamızda ICP-MS tekniği sayesinde örneklerin yapısındaki elementlerin analizi ile kil yapısının ortaya çıkarılması, örneklerin yapısında ve bölgedeki toprakta bulunan radyoaktif elementlerin tespiti amaçlanmıştır. Bu kapsamda çalışmada kullanılan cihazlardan biri ICP-MS (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry) dir.

İndüktif eşleşmiş plazma (ICP) ilk kez 1960 yılında Reed tarafından geliştirilmiştir (Reed, 1961). Spektrokimyasal analiz için ise ilk kez Greenfield ve ark. tarafından kullanılmıştır (Greenfield ve ark., 1964). Lazer Ablasyon-İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometrisi (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 (Gray, 1985).

LA-ICP-MS arkeolojik ve jeolojik örnekler açısından yaygın olarak kullanılmaktadır (Rashad ve ark., 2009). LA-ICP-MS ile analiz edilebilen seramik (Jones,1986; Pollard ve Hothcher,1986,Neff, 2001), obsidiyen (Bigazzi ve Ark. 1986; Williams-Thorpe, 1995; Tykot ve Young,1996; Tykot; 1998),metaller ve cüruflar (Young ve Ark. 1997; Hall ve Ark. 1998; Heimann ve Ark. 2001), eski kurşun kozmetik renklendiricileri (Ghazi, 1994), bronz ya da bakır döküm eşyaları (Angelini ve ark., 1993) gibi kurşun izotop çalışmaları için ,diş minesi (Budd ve Ark. 2000, English ve Ark. 2001), cam eserler, jeoloji ve mineraloji (Becker ve ark., 2000), çevre ve biyolojik araştırma (Simonetti ve ark., 2005; Jefffries ve ark., 1998), malzeme araştırmaları (Ghazi ve ark., 1996) (Pearce ve Ark. 1996; Perkins *ve*

Ark.1997) gibi materyallerin doğru ve kesin olarak sonuçlandırılması 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 (Hill ve ark., 2004). 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 sağladı.Yine Pb miktarına göre Roma gümüş sikkeleri üzerinde LA-MC-ICP-MS uygulandı (Ponting ve Ark.,2003). Analiz sonucunda bu sikkelerin hammaddesinin Erken Bronz Çağı'ndan beri kullanılan Merkez Almanya ve Bohemya olduğu tespit edilebildi (Niederschlag,2003).Ayrıca (Klein ve ark.,2004), Kurşun ile birlikte M.Ö. 16-M.S.37 yılları arasında bakırın (Cu) da mevcut olduğunu keşfettiler. Böylelikle LA-ICP-MS ile birlikte metallerin alaşımlarını ortaya çıkarma imkânı da göz önüne serildi.

Benzer bir çalışma Vlachou-Mogire ve Ark. tarafından yapıldı (Vlachou-Mogire ve Ark. 2007).Geç Roma Dönemi sikkelerindeki kalay (Sn)-bakır (Cu)-kurşun (Pb) -gümüş (Ag) oranlarının saptamasını yapan bu çalışmada İmparatorluğun 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 M.S. 240–253 yıllarında Antoninler hanedanı dönemine göre %25 ila %40 oranında azalan gümüş miktarı (Cope ve Ark. 1997),Valerin ve Galeanus dönmelerinde %12'lere kadar düşmüştür (King ve Ark.1993).

Karakterizasyon uygulamaları kapsamında kullanılan diğer bir cihaz ise SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) olmuştur. 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 (Pilcher,1968).

Arkeolojik seramik örnekleri ile çalışmalar yapılması ile kullanılan hammadde, pişirme yöntemleri ve yüzey dekorasyon bölgesi hakkında detaylı bilgi

edinme imkânı olmuştur. M.S. Tite bu teknikleri kategorize ederek arkeoloji bilimine katkılarını araştırmıştır (Tite, 1992; 11–131).Örneğin, Tite ve arkadaşları Antik Grek kapları ile Roma terra sigillatalarının yüzeyindeki boyalar, astarları ve pişirme sıcaklıklarını içeren bir çalışma gerçekleştirmiş ve arkeolojiye katkı veren mutlak veriler elde etmişlerdir (Tite, 1982; 117–126).

Bu çalışmalar seramik özelinde araştırmaların artmasına neden olmuş farklı dönemlerden alınan seramik örneklerde karakterizasyon çalışmalarını hızlandırmıştır. Örneğin, Kykladik Tunç Çağı yerleşimlerinden biri olan Thera adasındaki Akrotiri bölgesindeki seramikler üzerinde SEM-EDS çalışmaları yapılmıştır (Knappet ve Ark., 2011). Pérez-Arantegui ve Castillo İslami Dönem seramikleri çalışmış ve akabinde aynı dönemi kapsayan bir çalışmayı Mason ve arkadaşları sürdürmüştür (Mason ve ark., 2001; 191-209; Pérez-Arantegui ve Castillo, 2000; 119–128).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 (Shimada, 2001, 25–30; Shimada, 2003; 125-139).

Tarihlendirme amaçlı olarak bu araştırmada kullanılan yöntemlerden biri ESR ile yaş tayini çalışmaları olmuştur. Bu çalışmada, Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK) de bulunan JEOL JESFa–300 X-band ESR spektrometresi ve Japonya Okayama Üniversitesinde bulunan JEOL JESPx–2300 X-band ESR spektrometresi kullanılmıştır.

ESR; paramanyetik merkezlerin doğrudan tespitinde kullanılan tek ve çok önemli bir tekniktir (Weil ve ark. 1994; Poole 1967; Atherton 1973).

Radyasyon dozu, radyasyonla uyarılmış örgü kusurları veya paramanyetik merkezlerin ESR sinyal şiddetinden belirlenebilir. Doğal radyasyonla oluşturulmuş benzer paramanyetik merkezler arkeolojik ve jeolojik materyallerde zaman içinde birikir. Bu materyallerin radyasyon dozimetrisi kronoloji biliminde yaşı belirlemek için kullanılır (Ikeya 1993; Whitehead ve ark. 2002; Grün 2001; Ikeya 1985). ESR yaş tayini ve dozimetri, sinyal şiddetinin nicel ölçümü ile ilgilidir.

Radikalleri belirleyerek ESR ile yaş tayini ilk kez kömür örnekleri için (Ubersfeld ve ark. 1954) daha sonra yaşlı jeolojik materyaller için (Zeller ve ark. 1967; McMorris 1969) denenmiş ancak anlamlı bir yaş elde edilememiştir. ESR yaş tayininin ilk başarılı uygulaması, Japonya Akiyoshi Mağarasından sarkıt örnekler için gerçekleştirilmiştir (Ikeya 1975). Bu öncü çalışmanın ardından, bu alandaki çalışmalar hızlı bir gelişme sürecine girmiş kemiklere (Ikeya ve Miki 1980), kabuklar ve mercanlara (Ikeya ve Ohmura 1983), planktonik deniz hayvanlarına (Sato 1982) başarıyla uygulanmıştır. ESR tekniğini kullanarak ilk arkeolojik çalışmalar Mc Morris tarafından yapılmıştır (Mc Morris 1969, 1970). Arkeolojik diş minesinde yapılan ESR tarihlendirme çalışmaları sayesinde insanın biyolojik ve kültürel gelişimi hakkında bilgiler elde edilmiştir (Grün ve Stringer 1991; Rhodes ve Grün 1991; Rink 1997; Jonas 1997; Ikeya 1975, Wencka ve ark. 2005).

ESR ile ilgili modern çalışmalar giderek daha da genişlik kazanmakta ve çalışma sahaları artmaktadır. 20. yy.da yapılan çalışmalar yeniden gözden geçirilerek 21. yy.ın başlarında yeniden şekillendi. Bu kapsamda dünyasal ve gezegensel materyaller için dozimetre ve mikroskobi çalışmaları yapıldı (Ikeya, 2004;Seletchi,2007 . Knauss et al., 1997).

Arkeolojik seramikleri tarihlemek için rutin olarak kullanılan yöntem önceleri yalnızca Termoluminesans (TL) tarihleme yöntemidir (Aitken 1985). Fakat Maurer ve arkadaşları seramiklerin ESR ile tarihlenmesinin mümkün olduğunu göstermiştir (Maurer ve ark. 1981). 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 yöntemiyle elde edilen sonuçlarla kıyaslayarak iyi bir uyum tespit etmişlerdir (Bartoll ve Ikeya 1997). Seramik SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 içeren ve bazen biraz karbonat içerebilen kilden oluşmuştur (Kaczynski ve Grabowska-Olszewska 1997). Seramik içerisinden kimyasal yollarla ayırt edilen kuvars içindeki aliminyum hol merkezine $[AlO_4]^o$ bağlı ESR sinyali ESR yaş tayini için çok kullanışlıdır ve birçok ESR grubu tarafından incelenmiştir (Toyoda ve Falgueres 2003; Toyoda ve ark. 2000; Bartoll ve Ikeya 1997). 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 (Griffith ve ark. 1955; O'Brien 1955).

Söz konusu çalışmaların artmasıyla geniş bir coğrafyada uygulanmaya başlanan ESR çalışmaları pek çok özgün verinin elde edilmesini sağladı. Avrupa'daki bazı Geç Buzul Çağı yerleşimlerinde ele geçen kuvars, tahıl ya da karbonatlar gibi çoğunluğu korunmuş olan maddeler üzerinde ESR ile tetkik yapıldı (Bahain ve Ark.2007). 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 (Falgueres ve Ark. 2002). Bunun yanı sıra yine Buzul Çağı'na ait arkeolojik materyaller ve deniz kabukları (Molodkov,2001), iskeletler (O' Connell, Allen,2003) ve Paleolitik Dönem'e ait diş mineleri (Blackwell ve Schwarcz, 1993a, Blackwell ve ark., 1993b, Wrinn ve Rink, 2003;) 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 (Mc Dermott ve Ark. 1993).Yine aynı yöntem İsrail'n kuzey sahil ovasındaki Evron Taş Ocağı Alt Paleolitik yerleşiminde memeli canlıların diş örneklerine bakılarak kızılötesi ışıkla uyarılmış çökeltilerin luminesans tarihlendirmeyle birlikte kullanılan ESR tekniğini sayesinde bölgenin kronolojisinin belirlenmesine neden oldu (N. Porato ve A. Ronen, 2002).

Tarihlendirme çalışması için uygulanan diğer bir yöntem Optik Uyarmalı Luminesans (OSL) tarihlendirme tekniğidir. OSL tekniği, Termoluminesans (TL) ve ESR tekniklerine alternatif olarak kullanılabilir. OSL' nin fiziksel prensipleri TL tekniğine benzemektedir. Ancak aynı safsızlık merkezlerine sahip oldukları açık değildir (McKeever, 2001).

OSL ilk olarak Huntley ve ark. (1985) tarafından tortu numunelerinden alınan kuvarsların tarihlendirilmesinde kullanılmıştır. Ardından bu konudaki çalışmalar pek

çok araştırmacı tarafından devam etmiştir (Aitken ve Smith, 1988; Aitken, 1990; Spooner, 1994; Duller ve Botter-Jensen, 1996; Tanır ve ark. 2005).

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 v.s. gibi parametrelere bağlıdır (Tanır ve Bölükdemir 2007).

Lüminesans tarihlendirme, Aitken ve ark.,, (1964, 1968a,1968b); Mejdahl, (1979) tarafından 1960'lı yıllarda ve 1970'lerin başında TL tekniği ile antik seramiklerin tarihlendirilmesin için geliştirilmiştir. Aitken (1985), Stoneham (1991) ile Roberts ve ark. (1997) tarafından yapılan daha sonraki uygulamalar çakmak taşı, değerli taşlar ve sanat eseri olan seramikler gibi ısıtılmış arkeolojik materyallerin tarihlendirilmesini içermektedir. TL tekniği ile sedimentlerin depolanma zamanının belirlenmesi ise ilk olarak Wintle ve Huntley (1979, 1982) tarafından gerçekleştirilmiştir. 1985'lerde sedimentlerin tarihlendirilmesi lüminesans tarihlendirme araştırmalarının popüler bir alanı olmaya başlamıştır. Bunun üzerine Huntley ve arkadaşları (1985) sediment 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 (Vandenberghe, 2004).

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. Sonuç olarak genç bir teknik olmasına rağmen arkeoloji ve quaterner jeolojide oldukça fazla uygulama alanına sahiptir ve günümüzde bu alanda rutin bir tarihlendirme tekniği olarak kullanılmaktadır (Yüce, 2010).

2. SERAMİK MALZEMENİN YAPISI ve TARİHSEL GELİŞİMİ

2.1. Seramik Üretimi ve Gelişim Evreleri

Seramiğin hammaddesi olan "kil" paleolitik çağlardan itibaren mimari unsurlar üzerinde kullanılmasına rağmen çanak-çömlek yapımı ilk kez Neolitik Dönem'de görülmeye başlanmıştır. Esasında avcılık ve toplayıcılıkla uğraşan toplumların yerleşik düzene sahip olmaması nedeniyle geciken üreticilik olgusu köylerin kurulmasıyla beraber seramiğin de bir kullanım aracı olarak ortaya çıkmasına imkân tanımaktaydı. İklim koşulları sebebiyle buzul çağının bitişinden sonra ekolojik ortamın günümüz şartlarına yaklaşmasıyla birlikte yerleşim alanları daha uygun duruma gelmeye başladı.

Arkeologların kazı çalışmalarında seramik buluntuları elde etmesi ise çanak-çömleksiz neolitik evrenin bitmesi ile gerçekleşti. Anadolu'da yaklaşık olarak M.Ö. 11 binden sonra izleri görülmeye başlayan Neolitik Dönem ilk etapta taş aletlerin kullanıldığı çanak-çömleksiz evrenin son bulmasının ardından Yakındoğu'da M.Ö. 8 binlerde başlamaktadır. Nevali Çori, Göbeklitepe, Çayönü ve Hallan Çemi'de gördüğümüz neolitik yerleşim üslubu çanak-çömleğin ortaya çıkma ihtiyacının tarımsal faaliyetler nedeniyle olduğuna işaret etmektedir.

Dönemin ilk evresinde taş malzemenin oyulmasıyla elde edilen kaplar kilin kap yapımında kullanılmasıyla beraber bir üretim aşamasına evrilmiş ve form açısından daha fonksiyonel kapların yapılmasına yol amıştır. Böylelikle çanak-çömlek eserler pişirme tekniği, kap biçimi ve süslemesi ile standart bir düzen kazanmaya başlamıştır. Bu sistem sonucunda üretilen kapların özgünlüğü sayesinde otonom kültürlerin gelişim ve yayılım süreçleri hakkında geçmişten günümüze aktarılan "ipuçları" ile kadim toplulukların tanımlaması konusunda somut veriler sağlamaktayız. Bu noktada hangi topluluğun nerede ve kiminle ilişki içerisinde bulunduğu konusunda da yorum gücü kazanmaktayız.

Çanak-çömleğin hammaddesi olan kilin kullanılması neticesinde sulak alanlara yakın yerlere yerleşim kuran neolitik dönem insanı, doğru kil yatağını zaman içinde tespit etmeyi tecrübe eder hale geldi. Pişirme sırasında çabuk yanmayan ve katkı maddeleri kullanarak kabı sağlamlaştırma deneyiminin ardından,

ilerleyen dönemlerde kapta biçimsel farklılıklar oluşturarak karakteristik bir üretim modeli uygulandı. Geniş ağızlı çanaklar, maşrapalar, testiler ve mangalların yapılmasıyla tek düze üretim tarzı yerine çok amaçlı yeni bir anlayış meydana geldi.

İlk zamanlarda kaplar hamur açma şeklinde kili iyice yoğurup el yordamıyla sert bir zemin üzerinde yayarak ve taşla dövülerek şekillendirilmekteydi. Akabinde kabın dayanıklılığını arttırmak ve pişirme sırasında büzülmeyi (rötrey) önlemek için taşçık ve saman gibi katkı maddeleri eklenerek deri, kemik veya taş ile yüzeyi açkılanmaktaydı. Şekil verilen kaplar oyulmuş olan toprağın üzerine kuru dal ve yapraklarla örtüldükten sonra açıkta pişirme yöntemiyle düşük sıcaklıkta üretilmekteydi. Pişirme işleminden sonra tekrar sert bir cisim ile kabın yüzeyi kil ile sıvanıp astarlanmakta ve bazı kaplar üzerine kazıma, çizi bezeme veya aşı boyası ile süslemeler yapılmaktaydı.

Tezin konusunu içeren Fikirtepe yerleşiminde monokrom (tek renkli), bazıları açkılı ve astarlı olan kaba mal gruplarına rastlamaktayız. Bölgenin genel çanak-çömlek profilini ortaya koyan bu eserler Çatalhöyük'te ele geçen krem renkli, açkılı, boya bezekli kap tiplerinden farklılık göstermekte ve daha geç bir evrenin temsilcisi olarak karşımıza çıkmaktadır.

Kalkolitik Dönem'e gelindiğinde pişirme ve süsleme tekniği gelişerek daha yüksek ısıda, daha biçimli ve süslü çanak çömlekler imal edilmekteydi. Neolitik Dönem'e göre daha açık renkli, ısı derecesi daha yüksek pişirilen, kap yüzeyinde belli başlı süsleme alanlarının rezerv edildiği ve bezemelerin adlandırılabileceği bir anlayış oturmaya başlamıştır. Buna yol açan temel etken çömleğin ticari bir unsur olmasıdır. Mühürün ilk kullanılmaya başladığı devir olan Kalkolitik Dönem'de artık üretilen tüm eşyalar bir kültürün markası durumuna geldi. Bunu takiben kalkolitik kaplar farklılıklarına göre kültür gruplarını saptamak adına da önemli bir sembole dönüştü. Bunu desteklemek adına Halaf ve Obeyd kültürlerinden çıkma mal grupları ile bölgesel tanımlama ve ayrımlama olanakları, söz konusu kalkolitik kültür gruplamaları bakımından önemli örneklerdendir.

Kalkolitik Dönem'in geç evresinde özellikle Kumyer Mevkii'nin bulunduğu havzada Tunç Çağı'na kadar uzanan kesintisiz bir seramik yapım tekniği göze çarpmaktadır. Buna yol açan başlıca unsur ise artık kültür gruplarının ve onların yerleşim alanlarının kalıcılığı ve keskinliğinin oturmuş olmasıdır. Bu nedenle

dönemler ilerledikçe gözlemlenebilen sosyokültürel gelişimin takibatı daha net anlaşılabilmiştir. Bu zaman diliminde görülen seramikler genellikle koyu renk astarlı ve perdahlı iken ilerleyen evrelerde rengi değişerek kızıl kahveye döner. Ağız kenarları düz ve içten kalınlaştırılmış kâseler bölgede geniş yayılım alanı içerisinde görülebilmektedir (Şahoğlu, 2011:136).

Tunç Çağı'na gelindiğinde ise çömlekçi çarkının icadı sayesinde kaliteli ve nitelikli kaplar arkeologların eline geçmiştir. Gaga ağızlı testiler, maşrapalar ve fincanlar belli bir moda oluşturularak metal kaplara öykünme gibi değişik teknikler altında yapılmaktaydı.

2.2. Killi Toprak

Kil, belirli bir kristal yapısı bulunan, kimyasal bileşimi sulu alüminyum ve/veya magnezyum silikat olan 2 μm den küçük boyutlu parçacıklardan oluşan plastik özelliklere sahip doğal bir malzemedir (Karakaya, 2006). Killer doğal alüminyum silikatların ve özellikle feldspatların atmosferik ve hidrotermal etkilerle ayrışmasında meydana gelmektedir (Artel, 1969: 139–140). Ayrışma sonucu oluşan bu maddelerin doğadaki sular tarafından sürüklenerek ve parçalanarak bir yere yığılması sonucunda kil yatakları oluşur. Sürüklenme esnasında kil içerisine birçok yabancı madde girer. (Artel, 1969: 139–140). Doğada hiçbir zaman saf halde bulunmayan kilin içerisindeki alüminyum silikatlar yanında demir oksitler, feldspat, magnezyum, potasyum, kalsit, kuvars, zeolit, jipsit gibi mineraller safsızlıkları oluşturmaktadır. Birçok kil materyali organik bileşenler suda çözünebilir tuzları da içerebilmektedir. Kil oluşumunda, ana kayaç kadar taşıma, yıkama ve kimyasal reaksiyonlar da etkili olmaktadır (Malayoğlu ve Akar, 1995).

Kil mineralleri sulu alüminyum ve/veya magnezyum silikatlar, fillosilikatlar veya tabaka/levha silikatlar olarak sınıflandırılır. Kil minerallerinin özellikleri onların yapılarıyla özellikle doğrudan veya dolaylı olarak bağlantılıdır (Karakaya: 2006).

Killeri oluşturan minerallerden bir kısmı miktar ve yapıları dolayısıyla önemli olup plastiklik, adsorbsiyon özelliği, sıcaklık etkisiyle büzülme ve sağlamlaşma gibi killik özelliklerini sağlarlar. Killeri oluşturan mineralleri (m Al_2O_3. n SiO_2. p H_2O)v

genel formülü içerisinde toplamak ve bu minerallerden killik özelliği olanları polimerleşmiş hidrat halinde alüminyum silikat olarak tanımlamak yeterlidir. Bu mineraller bol su ile ıslandıklarında iyonlaşarak çift katlı tabakalar oluştururlar. H_2O moleküllerini çekme özelliğine sahip olan tabakaların araları su ile dolar ve bu minerallerden bir veya birkaçını farklı oranlarda içerisine alan killer, çeşitlerine göre, karakteristik özellikleri olan şişme, kayganlık ve plastiklik hallerini elde ederler (Artel, 1969: 140).

Killerin $Al_2O_3.SiO_2$ sistemi içerisine yabancı maddelerde girebilir. Killerin saflık oranına paralel olarak ateşe ve kimyasal etkilere karşı dayanıklılıkları artar. $Al_2O_3.SiO_2$ sistemi içerisinde yer almayan serbest SiO_2 yabancı madde olarak değerlendirilmektedir. Serbest silisyumun oksitin hacim değişiklikleri zararlı etkilere yol açabilir. Örneğin düşük derecede pişmiş tuğlalarda kuvars, yüksek derecelerde pişmiş olanlarda ise kristobalit dayanıklılığın azalmasına yol açmaktadır. (Artel, 1969: 140–141).

Demir kil içerisinde sülfür (pirit), karbonat ve ya oksit halinde bulunur. Karbonat ve sülfür halindeki demir arıtmayla kil içerisinden uzaklaştırılabilirken oksit halindeki demirin çok ince taneler halinde olasından dolayı uzaklaştırılması güçtür. Pişme sırasında oksidasyona uğrayan demir sıcaklığın yüksek olması durumunda silikat haline geçip camsı faza geçer ve eğer demir oranı yüksekse direncin azalmasına yol açar. TiO_2 halinde bulunan titanyum demir oksitin rengini koyulaştırmaktadır. Titanyumun oranı %2'yi aşmadığı sürece başka önemli bir etkiye yol açmamaktadır. Kalsiyum, magnezyum ve alkali metal oksitler yüksek sıcaklıklarda silikat faza geçebildiklerinden dolayı dayanımın azalmasına neden olurlar (Artel, 1969: 141).

100–250 ^oC arasında ısıtılan killerdeki suyun uzaklaşması sonucunda kil tabakaları birbirine yaklaşır ve hacim yaklaşık olarak uzaklaşan suyun hacmi kadar küçülür. Bunun sonucunda hamurda gözenekli bir yapı oluşur ve kısmen sertleşerek sağlamlaşır. Fakat bu durum geri dönüşümlü olup hamur tekrar içerisine su alarak şişebilir.

250–550 ^oC arasında ısıtılan kil hidratlaşma suyunu kaybetmeye başlar. 450 ^oC civarında kilin yapısında şöyle bir ayrışma meydana gelir;

$Al_2O_3.\ 2SiO_2\ 2H_2O \longrightarrow Al_2O_3 + 2SiO_2 + 2H_2O$

Bu ayrışma sonucu ortaya çıkan Al_2O_3 ve SiO_2 birleşerek 550–900 ^oC arasında, metakaolin olarak adlandırılan silikattı oluştururlar ve bu madde düşük sıcaklıkta alkali metal oksitlerlerle birleşerek CaO. $Al_2O_3\ 2SiO_2$ tipinde bileşikler oluşturur. Pişerek sertleşmiş olan bu kil tekrar bünyesine su alma özelliğini kaybetmiştir.

Kilin 900 ^oC'den daha yüksek sıcaklıklarda pişirilmesi durumunda mullit oluşur;

$3\ (Al_2O_3.\ 2SiO_2) \longrightarrow 3\ Al_2O3\ 2SiO_2 + 4SiO_2$

Serbest kalan SiO_2 kristobalit halinde olur ve bu maddenin yardımı ile camsı faz oluşur. Bu sıcaklıklarda kilden yapılmış olan malzemenin gözenekleri küçülür, dokusu sıkılaşır ve sertleşir. Camlaşma fazında gözenekler kaybolur ve greleşme meydana gelir.

Seramik üretmek amacıyla kullanılan kil, Neojen (1.8- 25 milyon yıl), Eosen (40-45 milyon yıl) ve Karbonifer (290-350 milyon yıl) içeren killerdir (Kapur ve ark., 1985).

Killerin karakteristik veya önemli bir özelliği olan plastiklik, teknikte bazı zorluklara yol açmaktadır. Plastiklik özelliği yüksek olan killerin dokusun sıkı veya gözeneksiz olması kurutma ve pişirmeyi güçleştirmektedir. Bununla birlikte saf kil hamurları kuruyup pişirildikten sonra çok büzülür. Bu durumu engellemek içine kilin içerisine antiplastik adı verilen katkı (saman, kömür tozu vb) maddeleri ilave edilir. Bu katkı maddeleri yüksek sıcaklıklarda yanar ve malzeme hafif ve gözenekli bir yapı kazanmış olur. Aynı amaçla kil hamurlarına şamot parçacıkları ve tozu ilave edilmektedir. Katkı ve dolgu/agrega maddeleri (kum, taş kırığı, vb) olarak kile eklenen maddeler antiplastik etki yapmakta olup aynı zamanda özellikle kum ergimeyi güçleştirmektedir (Artel, 1969: 143).

3. ARKEOLOJİK ÇALIŞMALAR

3.1. Karia Bölgesi Tarihçesi ve Batı Anadolu Tunç Çağı Yerleşimleri ve Kronolojisi

Kumyer Mevkii'nin yer aldığı Anadolu'nun batı kesiminde bulunan Karia Bölgesi, tarihi dönemler boyunca sınırları değişkenlik gösterse de kaba hatlarıyla bugünkü Muğla ili ve çevresini kapsayan alanda yer almaktadır (Harita 1).

Bölge birçok araştırmacının tanımlamaları uyarınca genel hatlarıyla; kuzeyde Maiandros (Menderes) Nehri ve Messogis (Aydın Dağları), güneyde İndos (Dalaman) Çayı, doğuda Kızılhisar-Acıpayam Ovası, kuzeydoğuda Salbakos (Babadağ), Honoz dağı ve Bozdağ (Tmolos), batıda ise Ege Denizi ile sınırlandırılmaktadır (Tırpan,1997: 76; Küçükeren, 2005: 15; Umar,1999: 1; Kızıl 2002: 3).

Karia Bölgesi ile ilgili bulgular Epipaleolitik Dönem'e kadar gitmektedir. Berlin Alman Arkeoloji Enstitüsü adına çalışma yapan Dr. Anneliese Peschlow Aydın ve Muğla sınırları arasındaki Beşparmak (Latmos) dağlarında M.Ö. 6. binyılına ait kaya resimlerini keşfederek bölgenin tarihinin günümüzden 8 bin yıl öncesine kadar geriye gittiğini tespit etmiştir (Peschlow,1998: 467) (Res.6). 2001 yılında Prof. Dr. Sevinç Günel başkanlığında başlatılan Çine-Tepecik kazılarında ise Geç Neolitik Çağ'dan itibaren başlayan, Tunç Çağı ile M.Ö. 2. ve 1. binyıla ait dönemlerinin de saptandığı buluntular ele geçirilmiştir (Günel, 2008: 137). Bölgede birçok alanda Tunç Çağı'na ait yerleşim yerleri ve nekropoller arkeologlar nezdinde yürütülen yüzey araştırmaları ve kazılar sonucunda tespit edilmiş ve elde edilen buluntular Karia'nın prehistorik dönemi hakkında ışık tutmuştur.

Madene göre dönemlerin adlandırılmalarının ardından bu dönemlerde yaşamış toplulukların kültür gruplarını belirlemek için seramik eserler başat alınmıştır. 1940'lı yıllarda çanak çömleğe göre kültürel sınıflandırma yapan ilk araştırmacı K. Bittel'dir.1960'lı yıllara gelindiğinde ise J. Mellaart ve D. French söz konusu kültür gruplarının sınırlarını çizerek kültür bölgelerini birbirinden ayırır (Lloyd-Mellaart,1962:138). Siyasi ve ekonomik gelişim neticesinde kültür gruplarının belirginleşmesi sayesinde araştırmacıların ortaya koyduğu sınırların keskinleşmesine neden olmuştur. Turan Efe tarafından çanak çömleğin kullanım ve

form açısından sürerliliği İlk Tunç Çağı'nın başlangıcından ortalarına kadar olduğu şeklindedir. K.Bittel, Batı Anadolu'yu üç bölgeye ayırmıştır: Troas, Yortan ve İzmir (Bittel, 1942: 60 vd.). T. Efe'nin belirlediği kültür grupları içerisinde ise; Troia-Yortan, Frigya-Bitinya, B.Menders-Yukarı Porsuk, Frigya ile Likya- Pisidya kültür bölgeleri tanımlanmıştır (Efe 2003: 99). Buna rağmen Kumyer Mevkii'nin bulunduğu bölge için araştırmacılar tarafından herhangi bir tanımlama olmamıştır. Bu sebeple tarafımızdan yapılan bu çalışma arkeoloji biliminin zamansal ve kültürel bakımdan açıklık getiremediği bu bölge hakkında yeni bir bakış kazandırabilir.

Kronolojik olarak, farklı görüşler ortaya konulsa da genel olarak Batı Anadolu'da Tunç Çağı'nın kabaca 3000'lerde başladığı ifade edilebilir (Mellink, 1969: 290; Kouka, 213: 570). Arkeoloji biliminin öngördüğü kronoloji saptamasında buluntuların tasnifine göre stil kritiği olarak adlandırılan ve buluntuların analojik olarak kıyaslanmasına göre yapılan bir tarihlendirme sistemi uygulanmaktadır. Bu bağlamda Batı Anadolu kronolojisini belirleme çalışması birçok araştırmacının stil kritiği yöntemini kullanarak bir zaman dizinsel sistem kurma çabasıyla süregelmektedir.

Halen oturmuş bir kronolojik sistem olmamakla beraber arkeometrik çalışmalar neticesinde bu sorun bir nebze çözüme kavuşabilir. Bununla ilgili 1970 yılında Suess'in sunduğu C_{14} verileri tekrar gözden geçirilip arkeologlara kolaylık sağlamışsa da yoğun eleştiri almaktan kurtulamamıştır (Yakar,1976: 52). Renfrew ve Clark'ın çalışmaları ise eski çalışmaları tekrar düzenleme şeklinde olmuştur (Renfrew-Clark,1974; Clark,1975: 251). Akabinde D. Easton tarafından Troia'nın kültür tabakalarının C_{14} tarihlemesi temel alınarak Troia I tabakasının M.Ö. 3600 yıllarına denk gelmesi Batı'da İlk Tunç Çağı'nın en erken bu zamanda başladığı çıkarımına salık verir. Easton, Troia ile ilgili bulduğu bu tarihlere dayanarak sonuçları diğer prehistorik yerleşim merkezleriyle karşılaştırıp tarihlendirmeye çalışmıştır. Bu girişimin sağlıksız olduğunu ve doğru tarihlere ulaşılamayacağını savunan French Troia'nın bu bölgeler için bir merkez olamayacağını ve her bölgenin kendine özgü değerlendirilmesi gerektiğini öne sürmüştür (French,1977). Buna karşılık Mellaart kap tipleri ile radyokarbon sonuçlarını kıyaslayıp bu merhalede bir mantık yürüterek bölgeler arası bir korelasyon kurulabileceğine inanmaktadır (Mellaart,1977). Örneğin, Troia I ile İlk Tunç Çağı'nı aynı zaman diliminde sayarak

M.Ö. 3500'lerde başladığını ve bunun Uruk IV tabakasıyla çağdaş olduğunu iddia eder (Yakar,1976: 53). Ancak, O. Kouka kronoloji problemi ile ilgili açmazların elde edilen bu sonuçlara göre değerlendirilemeyeceğini ve hem arkeometrik hem de stratigrafik çalışmaların sorunu çözmekte yetersiz olduğunu söylemektedir.

Yakın zamanda yapılan araştırmalar ise yerleşim katmanlarına ve seramiğin niteliğinin yanında siyasi ve kültürel duruma göre değerlendirmeye tabi tutulmuştur. Bu kriterlere göre T. Efe ve M. Türkteki Geç Kalkolitiğin sonları ile İlk Tunç Çağı arasında 200 yıllık bir geçiş evresinin olduğunu, bu süre zarfında iki dönem arasında farklılaşmanın olgunlaştığını ifade eder; ve İlk Tunç Çağı'nı M.Ö. 3000/2900'lerde başlatır (Efe-Türkteki,2011:214). Deniz Sarı da T. Efe ve M. Türkteki'yi destekleyerek İTÇ evresini a ve b olarak ayırarak şöyle bir kronoloji vermektedir:

1) İTÇ IA-İlk Tunç Çağı'na Geçiş Evresi-Gelişkin köyler (M.Ö. 3200–3000/2900)

2) İTÇ IB-Geç İlk Tunç Çağı I-Tahkimli yerleşmeler (M.Ö. 3000/2900–2700)

3) İTÇ II-İlk şehircilik (M.Ö. 2700–2400)

4)) İTÇ IIIA-Yerel Krallıklar Dönemi (M.Ö. 2400–2200)

5)) İTÇ IIIB-OTÇ' ye Geçiş Dönemi-İç Anadolu'da Kültürel/Siyasal Bütünleşme (M.Ö. 2200–1900/1800) (Sarı,2011: 114) (Harita 2–3)

Kumyer'in bulunduğu havzada İTÇ I buluntusu veren bazı önemli merkezler yer almaktadır (Tablo 1). Bunların en önemlilerinden biri Aphrodisias antik kenti sınırları içerisinde bulunan "Pekmez Höyük"tür. Ayrıca burada Kuşkalesi ve Akropolis adıyla bilinen iki prehistorik yerleşim yeri daha bulunmaktadır (Joukowsky 1986: 19; 482–483). Aphrodisias, Aydın iline bağlı, Karacasu ilçesindeki Geyre köyü yakınında yer almaktadır. Burada Geç Neolitik'ten itibaren izlenmeye başlanan tabakalaşma, sırasıyla Geç Kalkolitik, ITÇ I ve II olarak devam etmektedir (Joukowsky, 1986:185). Höyüğü parçalayan Geyre (Dandalas) Çayı'nın Geç Neolitik tabakasına zarar vermesi nedeniyle bu tabaka hakkında net tanımlamalar yapılamamaktadır. Bunun yanında Erken ve Orta Kalkolitik Çağ ile ilgili buluntu olmaması yaklaşık 1000 yıllık bir boşluk doğurmakta ve kronolojik açıdan bütüncül bir çalışmayı engellemektedir (Thompson, 2007: 87). Thompson,

İTÇ'yi M.Ö. 3000–2800 arasına tarihler ve Pekmez Höyük'ün İTÇ I evresini Beycesultan XVI-XIII, Miletos II ve Ege Havzasındaki Erken Kykladik I tabakasıyla çağdaş kabul ederek 2800–2600 arası bir zaman aralığına verir (Thompson, 2007: 89).

Kumyer Mevkii'ne yakın mesafedeki Lagina Kutsal Alanı'nın doğusunda yer alan ve Yarbaşı Mevkii nekropol sahası Prof. Dr. Yusuf Boysal tarafından kazılmış ve bilim dünyasına tanıtılmıştır (Boysal,1970: 63;1979: 389–390).Burada pithos mezarın içinde ve çevresinde İTÇ I niteliği taşıyan gaga ağızlı testiler, maşrapalar ve fincanlar ortaya çıkarılmıştır. Ele geçen seramikler, üzerlerinde kabaralar bulunan, devetüyü hamurlu, boyasız ve kaba malzemedendir (Tırpan,1997: 79).

3.1.1. Tunç Çağı ve Tanımı

Anadolu coğrafyasında yaklaşık M.Ö. 3000 yıllarında başlatılan Tunç Çağı, sosyal, ekonomik, kültürel ve siyasal anlamda yeni anlayışların ortaya çıktığı bir devri ifade etmektedir. Neolitik Çağ ile başlayan yerleşik hayatın ardından maden kullanımının gelişmesi ve Kalkolitik Çağ'da belirgin kültür merkezlerin vuku bulması ile Anadolu'da toplumlar arası etkileşim artmıştır. Tunç Çağı ile beraber ticaret faktörünün söz konusu ilişki düzeyini daha da yükseltmesi madenin insanının sosyal yaşamına ne denli büyük katkı yaptığını da gözler önüne sermektedir. Eski çağ insanı bakır ve kalayı karıştırıp daha dayanıklı eşyalar yaparak alet teknolojisini geliştirmiştir. Bu noktada araştırmacılar nazarında tarihsel evreler de maden kullanımına göre bölümlenmiş ve buna göre bir adlandırmayı tercih etmişlerdir. Ne var ki, kültürel gelişim, seramik üretimi ve teknolojisine göre yapılmıştır. İlk Tunç Çağı kavramını ilk kez kullanan C. Blegen'dir (Blegen vd.,1951: 124). Goldman ise Tarsus'taki Gözlükule kazısında ortaya çıkan gaga ağızlı testilerin form açısından yenilik taşıdığını düşünerek bu testilerin bulunduğu tabakayı İlk Tunç Çağı olarak isimlendirir (Goldman,1956). Batı Anadolu'nun özellikle kıyı kesimlerinde Geç Kalkolitik Çağdan itibaren kesintisiz bir seramik üretim geleneği vardır. Bu zaman diliminde görülen seramikler genellikle koyu renk astarlı ve perdahlı iken ilerleyen evrelerde rengi değişerek kızıl kahveye döner. Ağız kenarları düz ve içten kalınlaştırılmış kâseler bölgede geniş yayılım alanı içerisinde görülebilmektedir (Şahoğlu, 2011:136).

3.1.2. Kumyer Mevkii

Kumyer Mevkii, Muğla İli, Yatağan İlçesi, Yeşilbağcılar Beldesi yakınlarındaki Türkiye Kömür İşletmeleri (T.K.İ) dekupaj sahası içerisinde yer alan Tunç Çağı'na (M.Ö. 3000 – 1200) ait bir Nekropol (Mezarlık) alanıdır (Tırpan vd., 2010: 385) (Res. 1, Harita IV).

2009 yılı içerisinde bu dekupaj alnında bir mezar kapağının ortaya çıkması sonucunda T.C. Kültür Bakanlığı Kazılar Daire Başkanlığı'nın izni doğrultusunda burası sit alanı olarak tescil edilip Prof. Dr. Ahmet Tırpan tarafından kurtarma kazılarının başlatılması akabinde aynı yıl içerisinde 99 adet mezar ile buradaki seramiklerin üretiminin yapıldığı 7 adet seramik fırını ortaya çıkarılmıştır (Tırpan vd., 2010: 385).

Ele geçirilen mezarların çoğu pithos adını verdiğimiz büyük ölçekli küp içerisine gömü şeklinde olmakla beraber az miktarda çömlek mezar da çalışmalar esnasında açığa çıkarılmıştır (Tırpan vd., 2010: 385) (Res. 2). Pithoslar geniş ağızlı, geniş karınlı, yer yer sivri dipli, dikey ve yatay aplike edilmiş bir forma sahiplerdir. Ele geçen pithos mezarlar çoğunlukla doğu-batı istikametinde konumlanmaktadır (Res. 3). Yatay ya da dikey olarak yerleştirilen pithoslar, genel itibariyle geniş ağızlı, geniş karınlı ve sivri dipli bir forma sahip olmakla birlikte tipolojik açıdan farklılıklar da gösterirler (Res. 4). Mezar içerisinde bulunan yatış pozisyonu tespit edilebilen iskeletler yatay yatış şeklinde veya hocker pozisyonunda durmaktadır. Açılan mezarlar içerisinde yetişkin ve çocukların aynı yerde gömüldükleri ve defin şeklinin tek veya çoklu gömü şeklinde olduğu görülmektedir (Tırpan vd., 2010: 386). Ayrıca bazı pithosların yan yana konumlandırılmış olması bir aile mezarlığı olduğu şeklinde yorumlanabilir. Bu da Kumyer'de yaşayan insanların akrabalık yapısına göre defin gerçekleştirdiğini ve o dönem içerisindeki sosyolojik durumunu göstermektedir.

Mezar hediyeleri pithos gömünün içinde yer alacağı gibi mezarın kapak kısmının sağ ve sol yanına da bırakılmaktaydı. Bazı pithos mezarların boyutu ve içerisine bırakılan mezar hediyesinin sayısı bakımından Kumyer'deki insanlar arasındaki sosyoekonomik dengelerin farklı olduğu öne sürülebilir. Mezarlardan çıkan seramik eserler açısından; tankart, gaga ağızlı testi, maşrapa, üçayaklı çömlek

ile çeşitli form farklılığına sahip kaplar görülmekteydi Ayrıca altın, gümüş ve bronz olmak üzere farklı materyallerden yapılmış buluntular ile ağırşaklar, ok uçları, saç spiralleri, topuz başı, pişmiş topraktan yapılmış mühür ve bir adet Kykladik mermer idol de buluntular arasındadır (Tablo 2, Res. 5). Bu çeşitlik Kumyer halkının ileri bir kültür dokusu oluşturduğu anlamını da beraberinde getirmektedir.

Bununla birlikte mezar alanının kuzeydoğu kısmında 7 adet seramik fırını tespit edilerek bunlardan üçünün kazısı yapılmıştır. Çapı 3.25 x 2.70 ölçülerinde ve muhtemelen kubbe biçimli üst yapısıyla Batı Anadolu'nun bilinen en büyük seramik fırınlarından olan Kumyer seramik fırınları tabanı sıvanarak ısıyı izole edecek şekilde yüksek ısıda pişen seramiklerin üretilmesine olanak vermekteydi (Res. 6).

Bölge etrafında kömür çıkarma çalışmaları nedeniyle yerleşim yerinin saptanması mümkün olamamıştır. Söz konusu yerleşim bulunamadığı için stratigrafi ve kronolojik bir çalışma tam anlamıyla yapılamamış ve nekropoldeki buluntulara bakılarak tek yönlü bir tarihlendirme gerçekleştirilebilmiştir. Bilhassa seramik eserlerin analojik olarak Karia bölgesi ve çevresinde bulunan İlk Tunç Çağı buluntusu veren yerleşim yerlerine bakılarak dönem saptaması yapılmaya çalışılmıştır.

Esasında Kalkolitik Çağ'dan beri Batı Anadolu kıyı ve iç kesiminde aralıksız bir seramik üretiminden bahsetmek mümkündür. O takdirde kültür bölgeleri oluştururken M.Ö. 6. bin'den bu yana kültürel devamlılığı olan ve adını 2. bin'de yaşayan Kar kavminden alan Karia Bölgesi'ne göre değerlendirme yapmak daha makuldür. Zira Karia gibi antik çağ adlandırmaları ile tanımlamak hem kültürel hem de bulgusal olarak arkeolojik malzemelerin sürekliliğinin var olduğu gerçeğini inkâr etmez.

Kumyer Mevkii'nde bulunan mezarların sadece arkeoloji ve arkeometri özelinde değil, aynı zamanda sosyolojik ve ekonomik olarak ele alınması da bölgenin kavranabilmesi için önemli bir unsurdur. Söz gelimi, ölü gömme geleneğinin ekstramural (yerleşim dışına gömme) şeklinde olması insanların yaşam alanlarının sosyal hayat kavramı doğrultusunda sınırlarının çizildiğine, bir yerleşim ve dizayn olgusunun belirginleştiğine işaret eder. Mezar hediyeleri, adedi ve niteliği de dini ve ekonomik durum konusunda bize ışık tutmaktadır. Mezara hediye bırakmak ve ölüye sunmak dinsel bir ritüeli ifade edebileceği gibi iskeletlerin genellikle hocker

pozisyonunda yatırılışı ölüm sonrası inanca yorumlanmaktadır. Mezarların ağırlıklı olarak doğu-batı yönlü olması da yeniden doğuş ve dirilişin bir algılaması olmalıdır. Yine hediyelerin değerli madenden yapılmış olması ve sayı bakımından çokluğu da bireyler arası ekonomik yapının farklılığından kaynaklanmaktadır.

Tüm bunların sonucunda, Kumyer Mevkii'nin tam olarak arkeolojik kıstaslar uyarınca irdelenememesinin belli başlı sebepleri vardır: Birincisi, bu güne kadar kültür gruplarının belirlendiği havzaların sınırlarında Kumyer Mevkii'nin de dâhil olduğu bölge arkeologlar tarafından herhangi bir kültür grubuna ilave edilememiştir. İkinci olarak, kronoloji sorununu giderebilmek için "geniş çaplı" bir arkeometrik araştırma yapılmamıştır. Son olarak ise Kumyer'in yerleşim yerinin tespit edilememiş olmasından kaynaklanan bir stratigrafi çalışmasının yapılamaması Kumyer Mevkii'nin gerçek anlamda başka bir İTÇ yerleşimiyle çok yönlü şekilde kıyaslanmasına olanak vermemektedir.

3.2.Fikirtepe Kültürü Tarihçesi ve Batı Anadolu Neolitik Çağ Yerleşimleri ve Kronolojisi

3.2.1. Fikirtepe Kültürü

Fikirtepe, İstanbul'un Anadolu yakasındaki Kadıköy İlçesi sınırları içerisinde, Kalamış koyuna dökülen Kurbağalıdere'nin yakınlarında bulunan bir semttir. Deniz seviyesinden yaklaşık 26 m. yükseklikte yer alan yerleşim yayvan bir tepe üzerinde konumlanmaktadır (Harita 5).

Marmara Bölgesi ve Doğu Avrupa Neolitik Çağ yerleşim kültürü hakkında önemli bilgiler sunan Fikirtepe hakkında ilk keşif 1908 yılındaki demir yolu çalışmaları esnasında bulunan Miliopulos isimli bir işçi tarafından yapılmıştır (Miliopulos, 1916: 427). Ele geçen buluntular A. David Mordtman ve Theodor Wiegand tarafından konu edilmiş (Mordtman-Wiegand, 1907:11,29 vd.),ardından yüzeyden alınan bazı eserler Ture J. Arne tarafından satın alınarak (Arne, 1922: 122–128) Stocholm Milli Müzesi'ne bağışlanmıştır. Buradaki eserler ise M. Olov Janse tarafından yayınlanarak (Janse, 1925: 166–171) bilim dünyasına sunulmuştur.

Yüzeyden alınan buluntular uyarınca Fikirtepe'nin konumuyla alakalı ilk saptamayı Arne yapmıştır (Arne, 1922: 114). Buluntular hakkında önce Prezeworsky

(Prezeworsky, 1936: 78) akabinde Kurt Bittel değerlendirmelerde bulunmuş (Bittel, 1941: 277) ve 1942 yılında A.Müfit Mansel ve Halet Çambel ile birlikte bölge çevresinde araştırma yaparak Fikirtepe'nin yerinin tam olarak tespiti yapılmıştır (Bittel, 1942: 164–165). 1952–1954 yılları arasında Türk Tarih Kurumu adına A.Müfit Mansel'in başkanlığında Kurt Bittel ve Halet Çambel tarafından kazılar başlatılarak elde edilen sonuçları Bittel rapor halinde bilim dünyasına aktarmıştır (Bittel,1960: 1969–1970;1–19). Buradan ele geçen hayvan kemiklerini ise Manfred Röhrs ve Wolf. Herre çalışmıştır (Röhrs-Herre: 1961). Bittel Fikirtepe'yi yerleşim türü bakımından ele alıp dönem saptamasını yapmakta tereddüt etmiş ve Troia I evresinden daha eski olabileceği görüşünü dile getirmiştir (Bittel, 1960: 34–36).

Bu çalışmalarda Fikirtepe buluntularının hangi döneme ait olduğu anlaşılamamakla birlikte, Ş.Aziz Kansu bütünüyle bulguların tanımlamalarını yapmak adına 1962 senesinde burada bir sondaj açarak çıkan eserleri rapor olarak yayınlamıştır (Kansu, 1963: 657–705; 1964: 205–214).

Fikirtepe'nin ilk kez bir Neolitik Dönem yerleşimi olduğunu ve bu ölçüde yayılım alanlarını belirlemeye çalışan J.Mellart ve D.French olmuştur. Mellart, Bittel'in kriter aldığı Troia I yerleşiminden daha gerilere gidebileceğini ortaya koymakla beraber söz konusu kültürün Hacılar IX-VI. evreleriyle çağdaş olabileceğini belirtmiştir. French ise daha temkinli yaklaşarak genel bir kıyaslama yapmaktan kaçınmış ve mevcut verilerin bu konuda yeterli olmadığını öne sürmüştür. Ş.Aziz Kansu bu çalışmaların genel bir derlemesinde bulunup analoji bakımından Fikirtepe eserlerini tanımlamaya çalışmıştır (Kansu, 1970: 111–118). Fikirtepe yerleşimi, yayılımı ve buluntuları hakkında bütüncül bir incelemeyi ise M. Özdoğan yapmıştır (Özdoğan, 1979).

3.2.2. Fikirtepe Yerleşimi

20.yy.ın başlarında Fikirtepe yerleşimi hakkında ilk bulgular bazı araştırmacılar nezdinde söz edilmiş olsa da 1952–54 yılları arasındaki kazılardan itibaren yerleşimin konumu ve yapı malzemesi konusunda daha net veriler gün ışığına çıkarılmıştır. Fikirtepe'yi bir kazı evresi ile birlikte irdelerken salt bir yerleşim birimi olmaktan öte, bölgedeki prehistorik dönemi anlamak için bir "kültür oluşumu" şeklinde ele almak gerektiği anlaşılmaktadır.

Çalışmalar esnasında çıkan taşınabilir ve taşınamaz nitelikteki her bir buluntu neolitik evreyi içeren diğer bölgelerle karşılaştırılarak Fikirtepe'nin özgün yanları belirlenmeye çalışılmıştır. İşte bu noktada kültür kavramına haiz olabilecek yeni bir model olarak Fikirtepe kültürü gerçekleştirilen yeni kazılar için analojide bulunma ve tanımlama imkânı sunmuştur.

Marmara ve çevresindeki diğer arkeolojik yerleşim birimlerinde Fikirtepe Kültürü hakkında önemli bilgiler sunan yerleşim birimleri bulunmaktadır. Pendik, Menteşe, Ilıpınar, Yenişehir, Küllüoba, Demircihöyük, Aktopraklık, Yarımburgaz ile Bandırma'daki Yılanlık Mevkii (Özdoğan, 1991), Gelibolu yarımadasındaki Kaynarca (Özdoğan, 1986), Kırklareli'ndeki Bulgar Kaynağı Mevkii ile Kuzey Ege'deki Agios Petros Adası'ndaki buluntular (Evstratiou, 1985: 250-255) olmak üzere Fikirtepe yerleşiminin tabakalanmalarını gözlemlemek ve bu kültürü bir bütün halinde irdelemek adına önemli bilgiler vermiştir.

Fikirtepe'nin stratigrafisini tanımlamak adına en iyi bilgiyi Ilıpınar kazısı sağlamaktadır. Birbiri üstüne kurulan yerleşim birimleri tıpkı Fikirtepe'deki gibi (Özdoğan, 1979: 30–31, 208) düzen gözetmeksizin rastgele konumlanmıştır. Mimari bakımdan beşik çatılı, duvarları çit örgü şeklinde dallardan yapılıp üzeri çamur ile sıvalıdır. İç mekân tek odalı olup ocak, fırın ve depo yerleri olarak bölümlenmiştir (Efe, 2007: 12). . Alet tekniği açısından Fikirtepe'deki yontma taş buluntuları özellikle Ilıpınar ile benzerlik arz etmektedir (Gatsov, 2003: 156).

M. Özdoğan Fikirtepe'yi beş yüz yıllık bir zaman dilimine ayırmış ve bu ayrımı Arkaik, Klasik ve Gelişkin Fikirtepe kültürü olarak tanımlamıştır (Özdoğan, 2007: 411). Kazıda bulunan on üç adet yapı kalıntısı Arkaik ve Klasik Fikirtepe hakkında bilgi verirken, tahribat sonucu tanımlanamayan son evreyi anlamak için Yarımburgaz IV,Ilıpınar III ve Demircihöyük kazlarından çıkan buluntular ışığında bilgi sahibi olabilmekteyiz.

Arkaik Fikirtepe kapları genellikle bezemenin az görüldüğü, açkılı, kızıl kahve ile siyah arası değişen renklerdedir. Form açısından dar ağızlı kaplarla birlikte, geniş tutamaklı veya dörtgen biçimli köşeli kaplar da görülmektedir (Res. 7). Çizgi bezeme standartlaşarak köşeli kaplara sıkça uygulanmıştır. Klasik Fikirtepe evresinde ise kaplar koyu renkli ve açkılı olmaya devam etmiş, kırmızı ve koyu siyah açkılı imalat dikkat çekmektedir. Dar ağızlı ve uzun gövdeli kapların yerini Ilıpınar

orta tabakada da gördüğümüz "S" kıvrımlı açık kaplar alır (Roodenberg 1987: 68). Libasyon kapları ile yatay tutamaklı kaplar farklı çeşitlerde üretilmeye başlanmış ve az sayıda dikey kulplu kaplar ile oval gövdeli olanlar görülmeye başlanmıştır. Gelişkin evrede gelindiğinde bezeme türleri artar. Açkı rengi matlaşmış ve kahverengi tonlarındadır. Yalnızca küresel gövdeli değil, boyun kısmı iç bükey kıvrımlı olan kaplar da mevcuttur (Res. 8). Gelişkin evrede gördüğümüz yatay ve dikey kulplu kaplar bu zaman diliminde popülerliğini yitirmiştir (Özdoğan, 2007: 412–413).

3.2.3.Pendik Höyük

Literatürde genellikle Pendik ya da Temenye olarak adlandırılan yerleşim, İstanbul İli sınırlarındaki Pendik İlçe merkezinin 1,5 km. doğusundaki Temenye Mevkii yakınlarındadır. 4.7 hektar büyüklüğünde olan höyük alanı denize 50 m. uzaklıkta düz bir alan üzerine kuruludur. Deniz seviyesinden yaklaşık 1,5 m. yükseklikte bulunan Pendik Höyük, Neolitik Dönem'de balıkçı bir toplumun yaşadığı bir köy niteliğindeydi.

Fikirtepe kültürünün izlerini barındıran Pendik Höyük, Tuzla ve Göztepe'deki yerleşimlerin tahrip olması neticesinde İstanbul'daki Neolitik Dönem kıyı kültürü araştırmaları bakımından büyük bir önem arz etmektedir (Harmankaya, 1983: 25). 1907 yılında Bağdat tren yolu ile ikiye bölünen alan daha sonraki yıllarda yoğun tahribata uğramış ve çalışma sahası gitgide daraltılmıştır.

1908 yılında tren yolu çalışmaları esnasında ortaya çıkan buluntuları Miliopulos söz etmiş ve Arne 1922 yılında eserler konusunda çalışma yapmıştır (Miliopulos, 1916: Arne, 1922). 1961 yılında Ş. Aziz Kansu burada dört küçük sondaj açmış ve çanak çömlek parçaları ile bir mezar yapısı hakkında bulgular elde etmiştir (Kansu,1963: 657–705). 1981 yılında ise Eski Eserler Genel Müdürlüğü adına İstanbul Arkeoloji Müzeleri burada kurtarma kazısı yapılmıştır (Özdoğan, 1983; 401–411). Akabinde İstanbul Arkeoloji Müzeleri tarafından 1992 yılında yerleşim içerisinde tekrar bir kurtarma kazısı yapılarak tabakalaşma ve mimari hakkında veriler elde edilmeye çalışılmıştır. (Pasinli ve diğ.,1994: 149-150). Son yıllarda Yüksek Hızlı Tren projesi kapsamında kurtarma kazısı başlatılan Pendik

Höyük içerisinde önemli bulgulara erişilmiş ve kıyı kültürleri bakımından pek çok veri elde edilmiştir.

Bu kazılar esnasında M.Ö. 6. bin yıla ait bir kültür evresini gördüğümüz Pendik Höyük'te, tıpkı Fikirtepe'de ki gibi ev planlarıyla karşılaşmaktayız. Toprağa gömülü taş bir zemin üzerine oturtulmuş oval biçimli evlerin üzerleri olasılıkla çatıyı güçlendirmek için ahşap kazıkla desteklenmiş, deniz kabukluları gibi organik maddelerle dolgu yapılmış çamur sıvalı, dal örgü duvarlar inşa edilmişti.

1981 ve 2013 yılı kazılarında ele geçen çanak çömlek buluntular genel itibariyle, pişirme ve muhafaza amaçlı kullanılan kaplar ile Fikirtepe repertuarında da görülen çizi bezekli, kutu biçimli kap türleridir. Elde üretilen ve olasılıkla açıkta pişirme yöntemiyle düşük sıcaklıkta üretilen kaplar taşçık ve bitki katkılı imal edilmekteydi. Hamur renkleri ağırlıklı olarak siyah, koyu kahverengi ve kırmızının çeşitli tonlarında, astarlamanın çoğunlukla belirgin olmadığı, yüzeyi açkılı parlak görünümlü özelliğe sahiptirler (Özbaşaran, 1989: 14–15). Pendik çanak çömleği Fikirtepe'de ele geçen kaplar ile benzerlik göstermektedir. Süsleme açısından nokta bezekli ve sıra baskılı kaplar ile geometrik motifli olarak adlandırabileceğimiz içi çizi bezeli kare ve üçgen süslemelere rastlamaktayız.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalar Muğla ili, Yatağan ilçesi TKİ dekupaj sahası içerisinde bulunan Kumyer Mevkii'nden getirilen Tunç Çağı seramikleri ile İstanbul'daki Temenye Mevkii yakınlarındaki Pendik Höyük'ten alınan Neolitik Çağ dönemi seramik örnekleri üzerinde yürütülmüştür. Söz konusu arkeolojik eserlerin kimyasal ve fiziksel özelliklerini belirlemek, bozulmalarını ve bu bozulmalara yol açan etkenleri ile dönemini tespit etmek amacıyla çeşitli deneysel çalışmalar yapılmaktadır. Arkeolojik kriterler uyarınca değerlendirilen buluntular laboratuar koşullarında değerlendirildiğinde farklı sonuçlar verebilmektedir. Seramik malzeme üzerinde yürütülmüş olan laboratuar destekli niteliksel ve kronolojik dokümantasyon çalışmaları bu kapsamda yapılacak olan araştırmalar için gerekli kaynak ihtiyacına katkı sağlayabilecektir.

Dünya genelinde bugüne dek pek çok bilim insanı tarafından arkeolojik ve jeolojik örnekler üzerinde yaş tayini, karakterizasyon ve konservasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu kısımda söz konusu materyallerde ESR, OSL, LA-ICP-MS, SEM, XRD, IR gibi cihazlarla yapılan analizlerden bahsederek çalışmamızın prensipleriyle paralel olarak yapılan analizler ile bu alandaki araştırmaların yöntemleri, örnek çeşitleri ve sonuçları ile ilgili genel bir bilgi verme amacı güdülmüştür.

Bu çalışma kapsamında ilk olarak alınmış olan örneklerin fotoğrafla belgelemesi ve görsel analiz ile tanımlamaları yapıldıktan sonra deneysel çalışmalara geçilmiştir. Seramik örneklerde, kalitatif ve yarı kantitatif olarak suda çözünebilir tuzların nitelikleri (klor (Cl^-), sülfat ($SO_4^{=}$), nitrat (NO_3^-), karbonat ($CO_3^{=}$)), miktarları ile yağ ve protein varlığı basit spot testlerle araştırılmıştır. Örneklerin dokusunu ve minerallerini belirlemek amacıyla hazırlanan parlak (kalın) kesitleri stereo mikroskopla, ince kesitleri polarizan mikroskopla incelenip petrografik değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu analizlerin değerlendirilmesi sonucunda örneklerin hamur, dolgu/katkı (agrega/taşçık, seramik kırığı vb.), maddelerinin nitelikleri ve yaklaşık oranları ile agregaların boyutları belirlenmiştir.

Örneklerin kimyasal, mineralojik ve yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yukarıda belirtilmiş deneylere ek olarak enstrümantal analiz teknikleri kullanılmıştır. Örneklerin kil niteliklerinin, bölgesel ve noktasal olarak kimyasal bileşim oranları SEM-EDS analizi ile; mineralojik içeriği XRD analizi ile; genel kimyasal içeriği ise ICP- MS analizi ile belirlenmiştir. Yaş tayini çalışmaları için örnekler üzerinde OSL ve ESR analiz teknikleri yürütülmüştür.

Elde edilen analiz sonuçları değerlendirilmiş ve seramik örnekleri kil niteliği, oranı, agrega tipi, boyutları ve dönemine göre sınıflandırılmıştır. Alınmış olan öreklerin profil vermemesi nedeniyle seramik kapların formu hakkında bir görüş bildirilememiştir.

4.1. Görsel Analiz ve Örneklerin Tanımlanması

4.1.1. Görsel Tanımlamalar ve Örnek Katalogu

Analiz çalışmalarının öncesinde ilk olarak örneklerin görsel incelemeleri yapılmıştır. Seramik örneklerinin dokusu, rengi, dayanıklılığı (sağlamlığı), kalınlığı, gözenekliliği, katkı/agregalarının tipi, rengi, boyutu ve yaklaşık miktarları görsel olarak değerlendirilerek tanımlanmıştır. Örneklerin renk tanımlamaları Munsell kataloğuna göre yapılmıştır. Tanımları yapılan örnekler fotoğrafları çekilerek belgelenmiştir.

4.1.2. Görsel Tanımlamalar ve Örnek Katalogu

<table>
<tr><td colspan="2">Örnek 1</td></tr>
<tr><td>Alındığı Yer: Pendik Höyük</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Cinsi: Pişmiş Toprak (PT)</td></tr>
<tr><td>Dönemi: Neolitik Dönem</td></tr>
<tr><td>Üretim Tekniği: Elde Üretim</td></tr>
<tr><td>Form: Amorf</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Hamur Rengi: Siyah Renkli (7.5 YR 2,5/1)</td></tr>
<tr><td>Astar: Açık kahve renkli (7.5 YR 6/3)</td></tr>
<tr><td>Açkı: -</td></tr>
<tr><td>Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Durum: Sağlam</td></tr>
<tr><td>Cidar Kalınlığı: 5 mm</td></tr>
<tr><td>Bezeme: -</td></tr>
<tr><td colspan="2">Tanım
Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük’ten alınmış olan, siyah (Munsell kataloğu:7.5 YR 2,5/1) renkli, astarlı, içeriğinde tek tük 2 mm boyuta kadar olmak üzere 2 mm elek altı, çeşitli renkte, az köşeli agregaları ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, dış yüzeyi açık kahve (7.5 YR 6/3) renkli, 5 mm cidar kalınlığında sağlam seramik örneğidir.</td></tr>
</table>

Örnek 2

Alındığı Yer: Pendik Höyük



Cinsi: Pişmiş Toprak

Dönemi: Neolitik Dönem

Üretim Tekniği: Elde Üretim

Form: Amorf

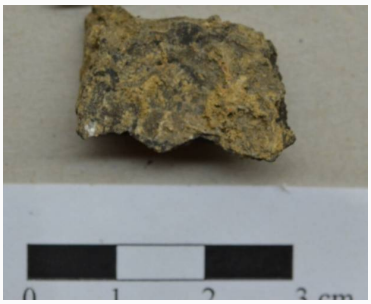


Hamur Rengi: Siyah (Munsell Kataloğu: 7.5 YR 2,5/1) ve koyu kırmızımsı gri (5YR 4/2) renkli

Astar: Açık kahve renkli (7.5 YR 6/3)

Açkı: -

Doku - Gözenek: Homojen- 500µ boyuta kadar



Durum: Sağlam

Cidar Kalınlığı: 7 mm

Bezeme: -

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan içeriğinde 2 mm boyuta kadar agregaları, 500µ boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 7 mm kalınlığında sağlam seramik örneğidir. Örneğin rengi pişirmeden kaynaklı değişkenlik göstermektedir. Örneğin iç kısımdan yarısına kadar olan kısmı siyah (Munsell kataloğu: 7.5 YR 2,5/1) renkli olup diğer kısmı koyu kırmızımsı gri (5YR 4/2) renklidir.

<table>
<tr><td colspan="2">Örnek 3</td></tr>
<tr><td>Alındığı Yer: Pendik Höyük</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Cinsi: Pişmiş Toprak</td></tr>
<tr><td>Dönemi: Bizans Dönemi</td></tr>
<tr><td>Üretim Tekniği: Çarkta Üretim</td></tr>
<tr><td>Form: Amorf</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Hamur Rengi: Sarımsı kırmızı renkli (5 YR 5/6)</td></tr>
<tr><td>Astar: İç kısmı astarlı</td></tr>
<tr><td>Açkı: -</td></tr>
<tr><td>Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Durum: Oldukça sağlam</td></tr>
<tr><td>Cidar Kalınlığı: 10 mm</td></tr>
<tr><td>Bezeme:</td></tr>
<tr><td colspan="2">Tanım
Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük’ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, dış yüzeyinde çark izleri görülen, tek tük 1 mm olmak üzere 500 mikrona kadar gözenekleri bulunan 10 mm cidar kalınlığında, Bizans dönemine ait oldukça sağlam seramik örneğidir.</td></tr>
</table>

Örnek 4	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönemi	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Koyu Kırmızı Kahve (2,5 YR 2,5/4)	
Astar: Kendinden Astarlı	
Açkı: -	
Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar	
Durum: Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 10 mm	
Bezeme:-	
Tanım Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük, Bizans dönemine ait mimari yapı içerisinden alınmış olan koyu kırmızı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 2,5/4) renkli, açkılı ve astarlı, içeriğinde 2 mm boyuta kadar agregaları ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 10 mm kalınlığında sağlam seramik örneğidir. Örneğin iç kısmında çatlaklar ve pişmeden kaynaklı olduğu düşünülen kararmalar bulunmaktadır.	

<table>
<tr><td colspan="2">Örnek 5</td></tr>
<tr><td>Alındığı Yer: Pendik Höyük</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Cinsi: Pişmiş Toprak</td></tr>
<tr><td>Dönemi: Neolitik Dönem</td></tr>
<tr><td>Üretim Tekniği: Elde Üretim</td></tr>
<tr><td>Form: Amorf</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Hamur Rengi: Kırmızı Renkli (2,5 YR 4/6)</td></tr>
<tr><td>Astar: Dış Yüzeyde Var</td></tr>
<tr><td>Açkı: -</td></tr>
<tr><td>Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar</td><td rowspan="4">
</td></tr>
<tr><td>Durum: Sağlam</td></tr>
<tr><td>Cidar Kalınlığı: 6 mm</td></tr>
<tr><td>Bezeme:-</td></tr>
<tr><td colspan="2">Tanım
Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük’ten alınmış olan kırmızı (Munsell kataloğu: 2,5 YR 4/6) renkli, açkılı ve astarlı, içeriğinde 2 mm boyuta kadar agregaları, çok az miktarda 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 6 mm kalınlığında sağlam seramik örneğidir.</td></tr>
</table>

Örnek 6	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Kırmızımsı Kahve (2,5 YR 5/4)	
Astar: Kendinden Astarlı	
Açkı: -	
Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar	
Durum: Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 8 mm	
Bezeme:-	

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan kırmızımsı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4) renkli, içeriğinde 1 mm boyuta kadar agregaları ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 8 mm kalınlığında sağlam seramik örneğidir. Örneğin iç ve dış yüzeyinde yaklaşık 1 mm.ye kadar değişen kalınlıkta kalker tabakası mevcuttur.

Örnek 7

Alındığı Yer: Pendik Höyük

Cinsi: Pişmiş Toprak

Dönemi: Neolitik Dönem

Üretim Tekniği: Elde Üretim



Form: Amorf

Hamur Rengi: Sarımsı Kırmızı (5 YR 5/6)

Astar: -

Açkı: Var



Doku - Gözenek: Homojen- 500 µ boyuta kadar

Durum: Zayıf

Cidar Kalınlığı: 7 mm

Bezeme:-



Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, açkılı ve astarlı, içeriğinde çok azı 3 mm olmak üzere 2 mm boyuta kadar agregaları ve 500 µ boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 7 mm kalınlığında, zayıf seramik örneğidir. İç ve dış yüzeyinde kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli açkı bulunmaktadır.

Örnek 8	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Siyah Renkli (7,5 YR 2,5/1)	
Astar: Kendinden Astarlı	
Açkı: -	
Doku - Gözenek: Homojen- 500 µ boyuta kadar	
Durum: Nispeten Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 6 mm	
Bezeme:-	

Tanım:

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan siyah (Munsell kataloğu: 7,5 YR 2.5/1) renkli, açkılı ve astarlı, içeriğinde çeşitli renkte 2 mm boyuta kadar agregaları ve 500µ boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 6 mm kalınlığında, nispeten sağlam seramik örneğidir. Örneğin iç kısmında kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli astar tabakası mevcuttur.

Örnek 9	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Kırmızısı Kahve (2,5 YR 5/4)	
Astar: -	
Açkı: Var	
Doku - Gözenek: Homojen- 500 µ boyuta kadar	
Durum: Zayıf	
Cidar Kalınlığı: 4 mm	
Bezeme:-	

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan iç yüzeyi ve hamur kısmı kırmızısı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4), dış yüzeyi kahve (7,5 YR 4/3) renkli, açkılı, içeriğinde 1 mm boyuta kadar agregaları ve 500 µ boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 4 mm cidar kalınlığında, zayıf seramik örneğidir.

Örnek 10	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Kırmızı Renkli (2,5 YR 4/6)	
Astar: İç Yüzeyde Kendinden Astarlı	
Açkı: Var	
Doku - Gözenek: Homojen- 2 mm boyuta kadar	
Durum: Nispeten Zayıf	
Cidar Kalınlığı: 6 mm	
Bezeme:-	

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan iç yüzeyi ve hamur kısmı kırmızı (Munsell kataloğu: 2,5 YR 4/6), dış yüzeyi kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli, açkılı ve astarlı, içeriğinde çok azı 2 mm ,diğerleri 1 mm elek altı olan köşeli agregaları ve tek tük 2 mm olmak üzere 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 6 mm kalınlığında, nispeten zayıf seramik örneğidir.

Örnek 11	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Bizans Dönemi	
Üretim Tekniği: Çarkta Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi Sarımsı Kırmızı Renkli (5 YR 5/6)	
Astar: Var	
Açkı: -	
Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar	
Durum: Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 10 mm	
Bezeme:-	

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, içeriğinde azı 1 mm olmak üzere 500 µ boyuta kadar agregaları görülebilen, astarlı, 10 mm cidar kalınlığında, Bizans dönemine ait sağlam seramik örneğidir.

Örnek 12	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Kahve Renkli (7,5 YR 4/3)	
Astar: -	
Açkı: -	
Doku - Gözenek: Homojen- 1 mm boyuta kadar	
Durum: Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 6 mm	
Bezeme:-	

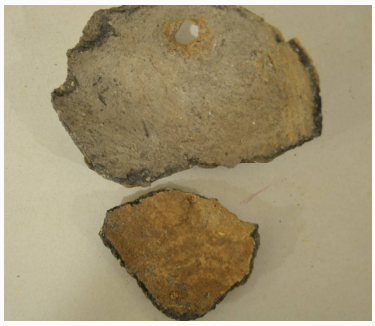
Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli, koyu kahverengi özlü olup iç ve dış yüzeyi açkılı ve astarlı, içeriğinde 1 mm boyuta kadar agregaları ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 6 mm cidar kalınlığında, sağlam seramik örneğidir. Örnek kesitinin orta kısmı pişmeden dolayı daha koyu renklidir.

Örnek 13	
Alındığı Yer: Pendik Höyük	
Cinsi: Pişmiş Toprak	
Dönemi: Neolitik Dönem	
Üretim Tekniği: Elde Üretim	
Form: Amorf	
Hamur Rengi: Kırmızısı Kahve (2,5 YR 5/4)	
Astar: -	
Açkı: Var	
Doku - Gözenek: Homojen- 500 µ boyuta kadar	
Durum: Sağlam	
Cidar Kalınlığı: 5 mm	
Bezeme:	

Tanım

Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan, hamur kısmı kırmızısı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4) renkli, açkılı (iç ve dış yüzeyi siyah renkli) içeriğinde çok azı 2 mm elek altı olmak üzere 500 µ boyuta kadar agregaları ve 500 µ boyuta kadar gözenekleri görülebilen, 5 mm cidar kalınlığında, sağlam seramik örneğidir.

<table>
<tr><td colspan="2">Örnek K-1</td></tr>
<tr><td>Alındığı Yer: Kumyer Mevkii</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>Cinsi: Pişmiş Toprak</td></tr>
<tr><td>Dönemi: İlk Tunç Çağı</td></tr>
<tr><td>Üretim Tekniği: Çarkta Üretim</td></tr>
<tr><td>Form: Gövde Profili</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>Hamur Rengi: Siyah Renkli (7,5 YR 2.5.1)</td></tr>
<tr><td>Astar: Var</td></tr>
<tr><td>Açkı: Var</td></tr>
<tr><td>Doku - Gözenek: Homojen- 500 µ boyuta kadar</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>Durum: Nispeten sağlam</td></tr>
<tr><td>Cidar Kalınlığı: 6 mm</td></tr>
<tr><td>Bezeme:-</td></tr>
<tr><td colspan="2">Tanım
Kumyer Mevkii’nden alınmış olan üst yüzeyi kırmızı kahve (Munsell kataloğu:7,5 YR 6/4), iç kısmı siyah (Munsell kataloğu: 7,5 YR 2,5/1) renkli, astarlı ve açkılı, içeriğinde 2 mm boyuta kadar agregaları görülebilen, 6 mm cidar kalınlığında, nispeten sağlam seramik örneğidir.</td></tr>
</table>

4.2. Basit Spot Testler

Görsel tanımlamaların ardından basit spot testlerle örneklerin içeriğindeki suda çözünebilir tuzların nitelikleri (klorür (Cl^-), sülfat ($SO_4^{=}$), nitrat (NO_3^-), karbonat ($CO_3^{=}$)), miktarları ile yağ ve protein varlığı kalitatif ve yarı kantitatif olarak araştırılmıştır.

Öğütülerek toz haline getirilmiş 1 g seramik örneği 100 ml de-iyonize su içerisinde 24 saat bekletilerek testlerde kullanılacak stok çözelti hazırlanmıştır. Deneylerde kullanılan malzemeler saf su ile yıkanmıştır (Güleç, 1992). Analizler hazırlanan çözeltinin berrak kısmı kullanılarak yapılmış test sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

4.2.1. Klorür (Cl^-) Analizi

Deney tüpü içerisine 2 ml stok çözelti konulup üzerine 1-2 damla nitrik asit (HNO_3- 0,1 M) ve 1-2 damla gümüş nitrat ($AgNO_3$) damlatılır. Malzeme içerisinde klorür olup olmadığı tüp içerisinde oluşan beyaz renkli çökelme sonucuna göre belirlenmektedir (Güleç, 1992; Borelli, 1999).

$$Cl^- + Ag^+ \xrightarrow{HNO_3} AgCl\downarrow$$

4.2.2. Nitrat (NO^-_3) Analizi

Çok az miktarda (1-2 kristal) di fenilamin kristali saat camı üzerine konularak üzerine hazırlanmış olan stok çözeltiden 1-2 damla damlatılır ve kuruması beklenir. Kuruyan çözeltinin üzerine konsantre sülfürik asit (H_2SO_4) damlatılmasıyla oluşan mavi- mor renk nitrat varlığını gösterir (Güleç, 1992; Borelli, 1999).

4.2.3. Sülfat ($SO^{=}_4$) ve Karbonat ($CO^{=}_3$) Analizi

1-2 damla %10'luk baryum klorür çözeltisi ($BaCl_2$) deney tüpü içerisine konulan 2 ml stok çözelti üzerine damlatılır. Çözeltide beyaz çökelme oluşmaması

malzemenin sülfat ve karbonat tuzu içermediğini gösterir. Çözeltide beyaz çökelme oluşması sülfat ve/veya karbonat tuzlarının varlığını gösterir.

Çözeltide beyaz çökelmenin meydana geldiği örnekler santrifüje konulur ve üzerindeki berrak çözelti kısmı atılır. Kalan kısmın üzerine 1-2 damla HCl asit damlatılarak gaz çıkışı ve beyaz çökelek oluşup oluşmadığı izlenir. Sadece beyaz çökelek olması halinde sülfat tuzunun, çökeleğin tamamen kaybolması durumunda ise sadece karbonat tuzunun bulunduğu anlaşılır. Çökelme ile birlikte gaz çıkışının olması ise malzemede sülfat yanında karbonat tuzunun bulunduğunu gösterir (Güleç, 1992; Borelli, 1999).

$$SO^{=}_4 + BaCl_2 \longrightarrow BaSO_4 + 2Cl^-$$

$$CO^{=}_3 + BaCl_2 \longrightarrow BaCO_3 + 2Cl^-$$

$$CaCO_3 + 2HCl \longrightarrow CaCl_2 + H_2O\uparrow + CO_2\uparrow$$

4.2.4. İletkenlik Ölçümü

Daha önce suda çözünebilir tuzların testi için hazırlanmış olan stok çözeltinin (iletkenlik değeri 10 µS'i geçmeyecek de- iyonize su ile) iletkenlik değeri kondüktometre kullanılarak ölçülmüştür. Örneklerin iletkenlikleri "ORION MODEL 105" cihazı kullanılarak yapılmış ve sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

4.2.5. Protein Analizleri

Seramiklerin içeriğindeki protein varlığını tespit etmek için toz haline getirilmiş az miktardaki örnek, bir ucu ısıtılarak kapatılmış olan kapiler cam tüp içerisine 3-5 mm yüksekliğe kadar doldurulur.

HCl asit içinde %5 oranında hazırlanmış paradimetilaminobenzaldehit çözeltisi içerisine İnce şekilde kesilen filtre kağıdının ucu batırılarak kapiler tüp içine yerleştirilir ve tüp alt kısmından ısıtılır. Filtre kağıdında meydana gelen pembeleşme malzeme içerisindeki proteinin varlığını gösterir (Güleç ve Ersen, 1998). Test sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

4.2.6. Yağ analizleri

Seramiklerin içeriğindeki yağ varlığını tespit etmek için çok az miktarda (1 kristal yeterlidir) $CuSO_4$ kristali ve çok az miktarda toz örnek saat camı üzerine konulup üzerine 1-2 damla hidrojen peroksit (H_2O_2) ve amonyak damlatılarak kısa bir süre beklenir. Bekleme sonucunda kalıcı sabun kabarcıklarının oluşumu örnek içerisindeki yağ varlığını gösterir (Güleç ve Ersen, 1998). Test sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Suda Çözünebilir Tuzlar ile Protein ve Yağ Analizleri

Örnek No	$C\ell^-$	$SO_4^=$	$CO_3^=$	NO_3^-	İletkenlik (µs)	Tuz (%)	Protein	Yağ
1	-	-	-	-	60	0,35	-	-
2	-	-	-	-	77	0,45	-	-
3	-	-	-	-	63	0,36	-	-
4	-	-	-	-	37	0,21	-	-
5	-	-	-	-	60	0,35	-	-
6	-	-	-	-	80	0,46	-	-
7	-	-	-	-	84	0,49	-	-
8	-	-	-	-	58	0,34	-	-
9	±	±	-	-	79	0,46	-	-
10	-	-	-	-	84	0,49	-	-
11	-	-	-	-	54	0,31	-	-
12	±	-	-	-	68	0,39	-	-
13	-	±	-	-	70	0,41	-	-
K-1	-	-	-	-	80	0,46	-	-

-: Yok; **±:** Var-Yok; **+:** Az var; **++:** Var; **+++:** Fazla var; **++++:** Çok Fazla var.

4.3. Petrografik Analiz

Bu analiz, seramik örneklerinin dokusunu, minerallerini ve oranlarını belirlemek amacıyla yapılmaktadır. İncelenecek olan seramik örneğinin petrografik özelliklerini temsil edecek miktardaki örnek, kesit hazırlama cihazında ince dilimler halinde kesilir ve Kanada balzamı ya da epoksi polimer ile lamlara yapıştırılarak donması beklenir. Ardından kesit hazırlama cihazında 1-2 mm kalınlığa kadar inceltilen örneğe parlatma işlemi yapılır. Hazırlanan parlak (kalın) kesitte stereo mikroskop ile örneğin dokusu, hamur/katkı-agrega oranları, agrega türleri, şekilleri, boyutları belirlenir. Ardından bu kesitler 30 μ kalınlığa kadar inceltilerek parlatılır. Polarizan mikroskop kullanılarak hazırlanan kesitte, minerallerin kesin olarak tanımlanması, ayrışmaları, yeni oluşan mineralleri ve oluşturdukları dokusal özellikleri incelenir (Ersen ve Güleç, 2009; Middendorf ve diğ, 2005; Güleç, 1992).

Örneğin dokusal ve agrega özellikleri stereo mikroskopla (tek nikol) parlak (kalın) kesitten, mineral içerikleri ve kabaca oranları polarizan mikroskopla (tek ve çift nikol) ince kesitten değerlendirilerek sonuçları (Şekil 3-16) ve Tablo 5'te verilmiştir.

Örnek 1. Örneğin hamur (kil) matriksi içeriğindeki agregalarının miktarı %55 civarındadır. Agregaların çoğu kuvars olup çok azı karbonatlı parçacıklar ve opak minerallerdir. Epidot içermeyen ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örnekte çatlak bulunmamaktadır.

Örnek 2. %45 civarında olan örneğin agregalarının çoğu kalsit parçacıkları olup diğerleri kuvars, karbonatlı parçacıklar ve şamot parçacıklarıdır. 500μ boyuta kadar gözenekleri bulunan örnekte geniş çatlaklar ve pişmeden kaynaklı olduğu düşünülen hematit oluşumları mevcuttur.

Örnek 3. %20 civarında olan örneğin agregaları çok ince taneli kuvarslardan oluşmaktadır. Tek tük 1 mm olmak üzere 500μ boyuta kadar gözenekleri olan örnekte ve çatlak bulunmamaktadır.

Örnek 4. Örneğin %30-35 oranında olan agregalarının çoğu kuvarslı parçacıklar olup kalanı feldspat, epidot, granitik ve metamorfik kayaç parçacıklarıdır. Karbonatlı

parçacık içermeyen ve çatlakları bulunan örnekte 1 mm boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 5. Örneğin %25 civarında olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı karbonatlı ve metamorfik kayaç parçacıklarıdır. İnce çatlaklar bulunan örnekte çok az miktarda 1 mm boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 6. Örneğin %50-55 oranında olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı biyotit, epidotlu taneler ve karbonatlı parçacıklardır. İnce çatlakları olan ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin iç ve dış yüzeyinde yaklaşık 1 mm.ye kadar değişen kalınlıklarda kalker tabakası mevcuttur.

Örnek 7. Örneğin hamur matriksi içeriğindeki % 40 civarında olan agregalar bol kuvars ve karbonatlı parçacıklardır. Orta derecede pişmiş olan örnekte 500 µ boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 8. Örneğin % 45 civarındaki agregalarının çoğu kuvars parçacıkları olup kalanı feldspat, karbonatlı parçacıklar ve epidotlu tanelerdir. Matriks kısmı tamamen okside olmuş olan örnekte feldspatlı taneler ile epidotlu taneler bir arada bulunmaktadır. Örnekte 500µ boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 9. Örneğin hamur matriksi içeriğindeki % 45 civarında olan örneğin agregalarının çoğu kuvars olup kalanı ve karbonatlı parçacıklar ile tek tük şamot parçacıklardır.

Örnek 10. Örneğin %50 civarında olan agregalarının çoğu kuvarslı parçacıklar olup kalanı karbonatlı parçacıklar, feldspat ve plajioklastır. Pişme derecesi düşük olan ve ince çatlakları bulunan örnekte tek tük 2 mm olmak üzere 1 mm boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 11. Örneğin %20 civarında olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı karbonatlı parçacıklar ve feldspatlardır. İnce çatlakları bulunan örnekte tek tük 1mm olmak üzere az miktarda 250µ boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 12. Örneğin % 35 civarında olan agregalarının çoğu karbonatlı parçacıklar ve kuvars olup kalanı feldspat ve hematit parçacıklarıdır. Örnekte 1 mm boyuta kadar gözenekler mevcuttur.

Örnek 13. Örneğin % 55-60 oranında olan agregalarının çoğu karbonatlı parçacıklar olup kalanı kuvarstır. Örnekte çok az miktarda 500µ'dan küçük boyutlu gözenekler mevcuttur.

Örnek K-1. Örneğin hamur matriksi içeriğindeki % 35- 40 oranındaki agregalarının çoğu kuvars ve azı karbonatlı parçacıklardır. Örneğin 500µ'dan küçük boyutlu gözenekleri mevcuttur.

4.4.SEM-EDS/EDX ANALİZİ

SEM-EDX analizi, birleştirilmiş bir enstrümantal analiz yöntemidir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), 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 (KUDEB, 2011).

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 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 (Çelik Karakaya, 2006:413)

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 (EDS) ihtiyaç duyulur. EDS/EDX (Enerji Dağılımı X- Işını Spektroskopisi) bir örneğin bileşenlerinin analizinde ya da kimyasal karakterizasyonunda kullanılan bir analitik tekniktir (KUDEB, 2011).

Örneklerin içeriğindeki minerallerin biçimi, boyutları, yerleşim düzeni ve kristal yapısı görsel olarak, yüksek büyütmeli SEM (ZEIZZ, EVO/LS10 Taramalı Elektron Mikroskobu) görüntüleriyle, malzemelerin kimyasal içerikleri ise EDS (Brucker Enerji dağılımlı X- Işını Spektroskopisi) ile belirlenmiş ve elde edilen veriler Tablo 4 ve Tablo 5 ile Ekler kısmında (EK 1- Şekil 31- 104) verilmiştir. Örneklerin belirlenmiş olan alanlarından SEM görüntüleri ile bu görüntüler üzerinde işaretlenen alan ve noktalarda EDS analizi spektrumları alınmıştır. Örneklerin içeriğindeki element ve element oksitlerinin miktarları yüzde olarak değerlendirilmiş ve sonuçları değerlendirilmiştir.

Tablo 4. SEM-EDS/ EDX Analizi

Örnek No	$Aℓ_2O_3$ (%)	FeO (%)	SiO_2 (%)	MgO (%)	CaO (%)	MnO (%)	TiO_2 (%)	GeO_2 (%)	Na_2O (%)	K_2O (%)	ZnO (%)	Cℓ (%)	BaO (%)	NiO (%)
1--1	17,77	1,93	49,21	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	8,07	16,01	0,00	0,00	0,00
1--2	22,81	6,27	46,17	3,01	15,11	0,00	0,00	0,00	0,00	1,36	0,00	0,00	0,00	0,00
2--1	14,67	4,44	41,33	1,43	1,95	0,00	0,00	31,31	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00	0,00
2--2	22,30	7,32	55,74	2,61	7,58	0,00	0,00	0,00	1,66	1,41	0,00	0,00	1,38	0,00
3--1	14,50	7,37	40,61	0,00	11,55	0,00	0,00	21,48	0,86	0,92	0,00	0,00	1,02	0,85
3--2	12,73	12,10	55,12	4,06	13,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,18	0,00	0,00	1,63	0,00
4--1	21,62	14,59	49,52	0,35	3,80	1,62	0,00	0,00	0,00	1,22	0,00	0,00	1,40	0,00
4--2	17,85	8,85	41,28	1,14	2,28	0,00	1,03	0,00	0,00	0,15	24,72	0,00	0,00	0,00
5--1	5,74	1,15	0,00	0,56	60,95	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	29,33	0,00	0,00	0,00
5--2	20,00	6,03	52,49	1,74	5,43	0,85	0,00	0,00	1,47	2,64	0,00	0,00	0,00	0,00
5--3	19,87	0,00	55,16	3,01	6,02	4,03	0,00	0,00	4,14	0,38	0,00	0,11	0,00	0,00
7--1	0,24	1,75	3,14	0,08	59,03	0,00	0,00	33,62	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7--2	18,56	6,92	49,55	0,94	20,41	0,00	0,00	0,00	0,00	3,63	0,00	0,00	0,00	0,00

7--3	21,07	9,31	57,77	1,11	8,38	0,00	0,00	0,00	0,00	2,36	0,00	0,00	0,00	0,00
8--1	17,78	13,68	40,49	1,20	4,54	1,14	0,00	18,57	0,00	0,83	0,00	0,00	0,00	0,00
8--2	3,32	77,65	12,01	0,23	2,17	0,94	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
9--1	17,20	13,30	37,26	0,57	4,70	0,00	0,00	0,00	0,00	1,07	0,00	0,00	0,00	0,00
9--2	30,14	9,14	49,57	2,59	4,57	0,00	0,70	0,00	0,00	3,29	0,00	0,00	0,00	0,00
9--3	20,88	6,18	38,22	0,00	3,53	0,00	0,00	13,50	0,00	0,92	0,00	0,00	0,00	0,00
9--4	21,13	6,16	39,00	0,00	2,62	0,00	0,00	13,74	0,00	1,32	0,00	0,00	0,00	0,00
10--1	8,14	5,72	19,96	0,00	39,08	0,00	0,00	24,01	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,77
11--1	16,65	16,47	30,95	2,03	1,96	17,69	0,81	10,96	0,83	1,28	0,00	0,00	0,37	0,00
11--2	9,44	2,85	76,21	1,71	0,63	0,00	0,00	0,00	0,03	0,96	8,16	0,00	0,00	0,00
12--1	13,13	19,74	32,29	0,00	5,88	3,19	1,00	0,00	0,00	1,60	22,41	0,00	0,00	0,00
12--2	3,38	1,85	6,60	2,54	80,39	0,00	0,00	0,00	3,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12--3	18,69	5,14	51,11	0,00	4,43	0,00	0,39	17,66	0,00	2,05	0,00	0,00	0,53	0,00
12--4	21,08	6,12	63,01	2,43	2,30	0,00	0,91	0,00	2,09	1,93	0,00	0,14	0,00	0,00
13--1	3,67	0,00	9,44	1,69	53,30	1,21	0,00	28,44	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,00
13--2	4,21	2,68	13,95	1,03	73,24	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13--3	15,78	5,86	47,19	2,00	7,19	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	14,54	0,00	0,00	0,00

13--4	24,41	7,19	55,44	1,92	2,38	0,00	0,00	0,00	4,81	0,54	0,00	0,00	1,35	0,00
14- --1	19,26	22,04	47,94	0,91	5,69	0,00	1,87	0,00	0,00	2,29	0,00	0,00	0,00	0,00
14 - -2	20,90	13,99	49,16	2,39	4,67	0,00	0,00	0,00	2,55	0,80	0,00	0,00	0,00	0,00
14 --3	21,14	16,75	48,93	2,11	5,98	0,00	0,00	0,00	2,48	2,61	0,00	0,00	0,00	0,00
14 --4	17,91	23,94	46,75	0,97	7,00	0,00	0,00	0,00	0,00	3,44	0,00	0,00	0,00	0,00
14--5	23,32	6,58	52,74	1,24	3,22	0,00	1,13	9,59	0,00	2,17	0,00	0,00	0,00	0,00
14--6	24,25	9,07	47,86	2,79	4,35	0,00	0,78	8,93	0,00	1,97	0,00	0,00	0,00	0,00
14 -- 7	9,04	4,27	75,98	0,89	8,10	0,00	0,68	0,00	0,00	1,03	0,00	0,00	0,00	0,00
K-1 --1	16,57	2,24	49,92	0,00	1,10	0,00	0,70	25,80	0,00	0,39	0,00	0,01	0,00	0,00
K-1 --2	32,86	7,47	47,46	0,86	5,59	0,00	3,25	0,00	0,00	1,08	0,00	0,00	0,00	0,00

Tablo 4. devamı

Örnek No	CrO (%)	TeO_3 (%)	UO_2 (%)	Th (%)	Örnek No	CrO (%)	TeO_3 (%)	UO_2 (%)	Th (%)
1 --1	0,00	0,00	7,00	0,00	11--1	0,00	0,00	0,00	0,00
1 --2	0,00	2,76	2,38	0,00	11--2	0,00	0,00	0,00	0,00
2 --1	0,00	0,00	4,85	0,00	12 --2	0,00	0,00	2,18	0,00
2 --2	0,00	0,00	0,00	0,00	12 --3	0,00	0,00	0,00	0,00
3 --1	0,00	0,00	0,82	0,00	12 --4	0,00	0,00	0,00	0,00
3 --2	0,00	0,00	0,77	0,00	13 --1	0,00	0,00	2,21	0,00
4 --1	0,00	0,00	5,90	0,00	13 --2	0,00	0,00	4,89	0,00
4 --2	0,00	0,00	2,70	0,00	13 --3	0,00	0,00	7,39	0,00
5 --1	0,00	0,00	2,25	0,00	13 --4	0,00	0,00	1,96	0,00
5 --2	0,00	0,00	9,36	0,00	14 --1	0,00	0,00	0,00	0,00
5 --3	0,00	0,00	7,30	0,00	14 --2	0,00	0,00	5,54	0,00
7 --1	0,60	0,00	1,55	0,00	14 --3	0,00	0,00	0,00	0,00
7 --2	0,00	0,00	0,00	0,00	14 --4	0,00	0,00	0,00	0,00
7 --3	0,00	0,00	0,00	0,00	14 --5	0,00	0,00	0,00	0,00
8 --1	0,00	0,00	1,78	0,00	14 --6	0,00	0,00	0,00	0,00
8 --2	0,00	1,27	2,41	0,00	14 -7	0,00	0,00	0,00	0,00
9 --1	0,00	0,00	1,17	24,72	K-1 --1	0,00	0,00	3,26	0,00
9 --2	0,00	0,00	0,00	0,00	K-1 --2	0,00	0,00	1,43	0,00
9 --3	0,00	0,00	2,00	14,78					
9 --4	0,00	1,19	0,94	13,91					
10---1	0,00	0,00	2,31	0,00					

4.5. XRD Analizi

X- ışınları difraksiyonu analizi ile örnek içeriğindeki minerallerin tanımlanması yapılarak özellikleri belirlenmektedir. 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 Tablo 5 ve XRD grafikleri Ek 2'de Şekil 105-119 verilmiştir (Ersen ve Güleç, 2009:65-73).

4.6. ICP-MS Analizi

ICP-MS, atomik kütleye dayanan elementel bir analiz tekniğidir. Analitik bir cihaz olarak ICP-MS iki üniteden oluşmakta olup bunlar İndüktif olarak eşleştirilmiş plazma (ICP) ve Kütle spektrometresi (MS) dir. Numunedeki elementler ICP'de iyonlaştırıldıktan sonra MS' e gönderilir ve burada *kütle/yük* (m/Z_e) oranlarına göre ayrılıp ölçülür.

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. Sıvı örnekler; "Çözelti ICP-MS" ile katı örnekler ise; çözeltiye alınarak "Çözelti ICP-MS" ya da doğrudan "Lazer Aşındırma ICP-MS" teknikleri ile ölçülebilirler.

ICP-MS analizi bu çalışmada yaş tayini çalışmaları için, özellikle numuneler üzerindeki radyoaktiviteyi belirlemek için uygulanmıştır. Bu doğrultuda Kumyer örnekleri ile Pendik Höyük'ten alınan seramik eserler üzerinde ICP-MS analizi yapılmıştır. Ancak örnek miktarlarının yetersizliği nedeniyle ICP-MS analizi Pendik Höyük seramiklerinin tümüne uygulanamamıştır. Buna rağmen bu analiz yardımı ile Pendik Höyük'ün toprak ve seramik karakterizasyonu hakkında genel bir bilgi sunma imkanı sağlamaktadır.

Pendik Höyük'ten alınan seramik örnek miktarı yetersizliği nedeniyle ICP-MS analizi tüm örnekler üzerinde uygulanamamıştır. Ancak Bu analiz yöntemi sayesinde Pendik Höyük'e ait toprak ve seramik örnekleri hakkında genel bir yorum yapma imkanı elde edilmiştir. Kanada ACME Laboratories" de ICP-MS analizi ile

örneklerin genel kimyasal içerikleri metal oksit (%) olarak, içeriklerinde bulunan diğer eser miktardaki maddeler de element (ppm) olarak tespit edilmiş ve sonuçları Tablo 6'da verilmiştir.

Tablo 6. ICP-MS Analizi

ELEMENT→ ÖRNEKLER↓	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	Mg O %	Ca O %	Na_2O m%	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %	MnO %	Cr_2O_3 %
K-1	54,90	22,18	3,72	0,93	2,08	0,63	2,58	1,04	0,28	0,02	0,013
K-1 (toprak)	46,71	13,16	4,43	1,21	13,24	0,80	2,04	0,56	0,56	0,12	0,014
K-2	57,42	21,53	3,63	0,90	2,22	0,90	2,98	0,81	0,29	0,02	0,012
K-3	53,74	27,31	4,43	0,98	1,27	0,81	3,07	0,71	0,14	0,02	0,007
K-4	53,06	26,54	4,30	0,86	1,55	0,83	2,96	0,70	0,16	0,02	0,008
14	60,42	17,43	7,12	0,84	1,81	1,43	2,12	0,84	0,20	0,04	0,013
14 (toprak)	47,95	9,82	4,46	0,72	16,10	0,28	1,53	0,59	0,74	0,10	0,012
15	38,94	12,61	5,31	1,02	17,99	0,13	1,19	0,41	0,26	0,14	0,013
16	58,03	12,02	3,82	0,57	8,47	0,85	2,75	0,79	0,28	0,09	0,010
17	42,51	12,78	6,18	0,93	15,45	0,60	1,21	0,89	0,23	0,10	0,017
18	51,75	13,77	14,81	1,32	8,80	0,34	1,37	0,61	0,18	0,25	0,013
19	57,80	10,88	4,33	0,60	10,11	0,34	1,40	0,80	0,25	0,05	0,012
20	59,89	16,54	7,57	1,39	1,70	1,54	2,06	1,00	0,19	0,18	0,016
20 (toprak)	39,14	9,55	4,48	0,81	20,19	0,22	1,29	0,59	0,92	0,38	0,012
21	51,15	15,30	11,17	0,86	7,03	0,45	1,76	0,75	0,23	0,24	0,014

Tablo 6. Devamı

ELEMENT→ ÖRNEKLER↓	Ni ppm	Sc ppm	LOI %	Sum %	Ba ppm	Be ppm	Co ppm	Cs ppm	Ga ppm	Hf ppm	Nb ppm	Rb ppm	Sn ppm	Sr ppm	Ta ppm
K-1	53	16	11,4	99,80	913	<1	7,9	7,9	29,0	3,6	19,7	145,0	7	88,7	1,3
K-1 (toprak)	50	10	17,0	99,85	416	3	13,1	5,9	18,2	4,2	13,5	104,1	3	137,1	0,9
K-2	36	15	9,1	99,80	943	3	8,8	7,8	25,9	5,3	15,9	139,5	6	107,4	1,2
K-3	34	11	7,3	99,82	759	5	10,0	9,4	34,2	2,7	17,4	173,3	6	85,9	1,4
K-4	45	10	8,8	99,82	789	6	9,8	8,4	30,6	2,2	16,8	181,8	5	83,5	1,2
14	38	14	7,6	99,84	581	5	12,4	4,0	22,5	5,5	15,1	84,9	2	159,0	1,0
14 (toprak)	46	9	17,6	99,87	362	4	13,8	4,1	13,4	4,3	13,4	69,9	2	206,7	0,9
15	74	11	21,7	99,73	962	<1	10,2	3,5	15,7	2,8	7,8	108,0	2	597,0	0,6
16	35	10	12,0	99,73	1242	2	11,8	3,1	14,9	9,4	22,6	117,4	2	268,6	1,7
17	61	14	18,8	99,74	1222	3	18,5	3,0	14,4	4,0	13,2	59,7	1	423,7	0,9
18	64	12	6,5	99,71	1048	3	76,6	3,1	19,0	4,2	13,0	62,8	6	200,5	0,8
19	P10b	38	10	13,2	99,80	914	<1	13,7	4,8	13,6	5,7	17,2	74,6	2	217,4
20	66	16	7,7	99,79	862	<1	23,2	4,0	18,0	6,5	12,6	89,0	2	186,9	1,0
20 (toprak)	44	9	22,2	99,84	464	<1	13,8	4,8	13,2	3,8	13,1	65,4	2	250,0	0,8
21	67	12	10,8	99,78	602	2	44,3	4,5	19,6	5,6	33,3	82,8	4	182,9	1,2

Tablo 6. Devamı

ELEMENT→ ÖRNEKLER↓	Th ppm	U ppm	V ppm	W ppm	Zr ppm	Y ppm	La ppm	Ce ppm	Pr ppm	Nd ppm	Sm ppm	Eu ppm	Gd ppm	Tb ppm	Dy ppm
K-1	22,7	4,9	93	3,5	132,8	40,1	51,9	97,8	12,59	46,3	9,22	1,64	8,38	1,36	7,48
K-1 (toprak)	13,3	2,0	84	2,3	159,1	32,4	37,3	75,1	8,47	32,5	6,04	1,19	5,82	0,90	5,73
K-2	21,5	4,8	96	2,8	174,0	41,1	50,1	99,7	11,91	45,7	9,01	1,55	8,06	1,27	7,91
K-3	30,2	5,1	65	2,9	100,2	72,7	67,0	153,9	15,90	59,8	12,17	2,34	12,12	2,01	12,40
K-4	28,2	4,4	63	2,6	90,6	69,8	63,5	146,1	15,07	58,8	11,87	2,32	11,22	1,83	11,51
14	9,4	2,2	110	2,1	201,5	24,7	29,3	69,0	7,71	29,5	5,93	1,24	4,89	0,74	4,41
14 (toprak)	8,8	1,6	90	1,0	161,7	24,1	31,6	69,7	7,62	28,7	5,37	1,15	4,76	0,69	3,97
15	7,8	2,0	88	1,0	89,2	42,4	41,9	58,7	10,38	42,0	9,17	2,57	8,98	1,34	7,62
16	18,5	4,0	83	2,1	365,1	36,1	46,8	88,7	10,25	37,7	6,72	1,30	6,24	0,97	6,02
17	7,4	2,0	119	1,2	158,7	24,8	27,4	56,2	6,59	25,8	5,03	1,24	4,84	0,72	4,24
18	9,6	2,5	180	4,7	148,6	31,2	40,1	75,5	8,93	33,7	6,56	2,34	6,10	0,91	5,35
19	9,2	1,8	88	1,6	234,3	25,8	37,0	82,5	8,85	32,7	6,25	1,30	5,58	0,83	4,99
20	9,2	2,1	121	1,7	235,8	25,8	27,8	70,0	6,83	26,3	5,55	1,26	5,00	0,80	4,81
20 (toprak)	8,0	1,7	73	1,4	144,5	21,9	28,6	63,0	6,85	23,8	4,93	1,12	4,60	0,67	4,01
21	11,3	2,6	132	4,3	202,6	25,5	40,4	87,7	8,89	33,2	6,17	1,99	5,46	0,82	5,10

Tablo 6. Devamı

ELEMENT→ ÖRNEKLER↓	Ho ppm	Er ppm	Tm ppm	Yb ppm	Lu ppm	TOT/C %	TOT/S %	Mo ppm	Cu ppm	Pb ppm	Zn ppm	Ni ppm	As ppm	Cd ppm	Sb ppm
K-1	1,38	3,82	0,59	3,49	0,49	0,59	<0.02	0,5	30,4	19,3	59	42,6	8,3	<0.1	0,1
K-1 (toprak)	1,06	3,06	0,45	2,91	0,41	3,17	<0.02	0,6	40,6	16,5	87	42,8	12,9	0,6	0,2
K-2	1,45	3,93	0,58	3,63	0,49	0,49	<0.02	0,3	22,7	15,7	59	25,6	6,3	<0.1	<0.1
K-3	2,44	6,90	1,02	5,83	0,81	0,13	<0.02	<0.1	11,2	14,1	27	21,2	2,3	<0.1	0,1
K-4	2,34	6,32	0,94	5,74	0,73	0,09	<0.02	0,3	13,5	20,2	42	29,9	2,6	<0.1	0,2
14	0,93	2,60	0,40	2,60	0,43	0,13	<0.02	0,3	12,3	7,4	45	31,0	20,8	<0.1	0,1
14 (toprak)	0,84	2,24	0,34	2,15	0,32	3,47	0,04	0,3	19,7	22,2	80	32,7	24,0	0,2	0,3
15	1,39	3,85	0,55	3,35	0,48	3,86	<0.02	0,4	131,4	19,6	112	66,0	19,6	0,2	<0.1
16	1,13	3,66	0,59	4,15	0,65	2,53	0,03	0,8	21,7	19,6	64	30,4	28,7	0,2	<0.1
17	0,87	2,44	0,35	2,24	0,35	3,44	<0.02	0,5	16,1	17,0	67	51,7	18,1	0,2	0,1
18	1,05	2,80	0,41	2,57	0,41	0,34	<0.02	1,7	209,6	31,6	186	47,2	128,8	0,9	1,0
19	0,93	2,60	0,40	2,46	0,38	1,90	<0.02	0,4	12,4	34,8	73	30,5	25,0	0,2	0,2
20	0,88	2,76	0,42	3,02	0,47	0,14	<0.02	0,5	14,0	12,3	77	50,1	9,5	<0.1	0,1
20 (toprak)	0,81	2,27	0,31	1,92	0,33	4,92	0,02	0,8	37,2	28,5	117	36,1	15,2	0,4	0,2
21	0,95	2,86	0,42	2,64	0,39	1,19	<0.02	1,1	62,6	55,2	187	50,6	51,4	0,3	0,4

Tablo 6. Devamı

ELEMENT→ ÖRNEKLER↓	Bi ppm	Ag ppm	Au ppm	Hg ppm	Tl ppm	Se ppm
K-1	0,4	<0.1	81,3	0,02	0,4	<0.5
K-1 (toprak)	0,3	<0.1	10,9	0,03	0,4	<0.5
K-2	0,4	<0.1	3,9	0,02	0,4	<0.5
K-3	0,3	<0.1	2,6	0,01	0,3	<0.5
K-4	0,4	<0.1	3,3	<0.01	0,4	1,0
14	0,1	<0.1	2,4	0,01	0,1	<0.5
14 (toprak)	0,2	0,1	2,0	<0.01	0,2	<0.5
15	0,4	0,2	1,6	<0.01	0,1	<0.5
16	0,2	<0.1	<0.5	<0.01	<0.1	0,7
17	0,2	0,2	<0.5	<0.01	<0.1	0,8
18	0,8	<0.1	7,7	<0.01	0,3	0,7
19	0,2	0,1	2,1	<0.01	0,1	<0.5
20	0,2	0,1	<0.5	<0.01	<0.1	<0.5
20 (toprak)	0,2	0,1	4,1	0,01	0,2	<0.5
21	0,7	0,3	1,2	0,01	<0.1	<0.5

4.7. IR Analizi (Infrared Spektrometresi)

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 (Çelik Karakaya, 2006:542).

IR analizi bu çalışmada karakterizasyon çalışmaları için örneklerin içeriğindeki mineralleri tespit etmek amacıyla yapılmıştır. Ancak örnek miktarlarının yetersizliği nedeniyle bu analiz Kumyer ve Pendik Höyük seramiklerinin tümüne uygulanamamıştır. Buna rağmen IR analizi yardımı ile Kumyer ve Pendik Höyük'ün seramik karakterizasyonu hakkında genel bir bilgi sunma imkanı sağlamaktadır.

IR analizi ile Kumyer örneklerinde genel olarak montmorillonit ve illit ile bir örnekte krom sülfat; Pendik Höyük örneklerinde ise illit, montmorillonit, silikat, karbonat, magnezyum ve florisil tespit edilmiştir.

IR analizi yapılmış olan örneklerin sonuçları ve spektrumları Ek 3'te (Şekil 120- 125) gösterilmiştir.

4.8. Elektron Spin Rezonans (ESR) Analizi

Maddenin manyetik özellikleri, maddeyi oluşturan atomik parçacıkların manyetizmasına ve bu atomik parçacıkların kendi aralarındaki etkileşmesine bağlıdır. Manyetik rezonans spektroskopisi; manyetik alan içerisine konmuş, manyetik özelliğe sahip bir atom ya da molekül sisteminin, uygun şartlarda elektromanyetik dalgadan enerji soğurmasından yararlanarak maddenin özelliklerini inceleyen bir araştırma dalıdır. Açısal momentuma ve manyetik momente sahip olan sistemlerde manyetik rezonans gözlenir. Bir manyetik sistemin doğal frekansı ile dış bir etkenin titreşim frekansının uyum içinde olmasına rezonans adı verilmektedir (Kent,2003: 3). Açısal momentumu sıfırdan farklı olan her sistemin bir manyetik momenti vardır. Bu sistemlerin sıfırdan farklı olan manyetik momentleri dışarıdan uygulanan sabit bir $\mathbf{H_o}$ manyetik alanın etkisiyle bu alanın etrafında $\mathbf{w_o}$ açısal hızı ile Larmor presesyon hareketi yapmaya zorlanır. Bu $\mathbf{w_o}$ açısal frekansı ile presesyon hareketi yapan

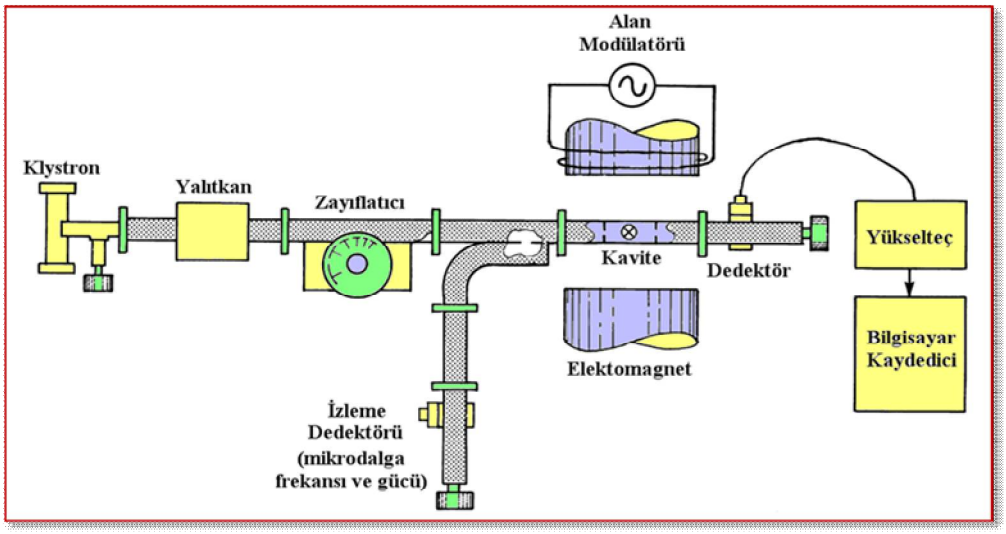
sisteme $\mathbf{H_o}$ manyetik alanına dik olan ve w açısal frekanslı başka bir manyetik alan (mikro dalga alanı) uygulandığında $\mathbf{w = w_o}$ olduğu zaman etkileşme maksimum olur. Bu olaya Elektron Spin Rezonans (ESR), $\mathbf{\hbar w = \hbar w_o}$ eşitliğinde de rezonans şartı adı verilir (Alger, 1968; Bagguley, 1992; Low, 1960).

D′ESR paramanyetik maddelerin manyetik momentinin durgun manyetik alan içerisinde yönlenip $E = -\vec{\mu} . \vec{H}$ enerjisini kazanması olayıdır (Atherton, 1993). Burada sözü edilen manyetik moment, elektronun manyetik momenti olduğundan; ESR çiftlenmemiş elektronu bulunan manyetik sistemleri inceler. Paramanyetik maddelerdeki atom, iyon ya da molekülün son yörüngesindeki elektronlar çiftlenmemiştir ve elektronun spininden dolayı dış manyetik alandan etkilenir.

4.8.1. ESR Spektrometresi

Bu çalışmada, Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK) de bulunan JEOL JESFa-300 X-band ESR spektrometresi ve Japonya Okayama Üniversitesinde bulunan JEOL JESPx-2300 X-band ESR spektrometresi kullanılmıştır.

Spektrometre sistemini oluşturan ana unsurlardan ilki mikrodalga kaynağıdır. Sabit frekansta ve değişen manyetik alan prensibine göre çalışan X-band spektroskopisinde çalışma frekansı (9–10 GHz) bölgesindedir. Bu ise doğal olarak zaten elektromanyetik spektrumda mikrodalga (MD) bölgesine düşer. Sistemi oluşturan ikinci ana unsur ise; MD gücündeki değişimleri ölçebilen "kristal dedektör" ve bu dedektörün çıkış sinyalini kaydeden bir kaydediciyi içeren "spektrometre", yine ana unsurlardan bir diğeri de; her bir değişimi lineer olarak 0.35 T değişebilen, homojen bir manyetik alan sağlayabilme kapasitesine sahip "manyetik kanallar" dır. Bunların yanı sıra sistemde düşük ve yüksek sıcaklık ölçümleri için bir "sıcaklık kontrol ünitesi", spektrumların kaydedilmesi için "bilgisayar", değişen çalışma şartlarına göre de "ganyometre" ve değişik şekillerde "kaviteler" de kullanılabilir. Şekil 1'de bu temel bileşenler gösterilmektedir.



Şekil 1. ESR spektrometresinin blok diyagramı

4.8.2. ESR Yaş Tayini Prensibi

İyonize radyasyon materyal içinde radikal ve kusurlar bırakan elektron ve holler (elektron boşluğu) üretir. Tuzaklanmış elektron ve hol merkezleri çoğu zaman paramanyetiktir ve ESR sinyali verirler. Radyasyonla indüklenmiş bu merkezlerin sinyal şiddeti spin yoğunluğu ile dolayısıyla radyasyon dozu ile orantılıdır ve çoğunlukla başlangıç aşamasında lineerdir.

Çevredeki veya madde içindeki radyoaktif elementlerden (^{238}U, ^{232}Th, ^{40}K) veya onların ürün çekirdeklerinden kaynaklanan doğal radyasyon (α, β ve γ- ışınları) maddeyi iyonlaştırarak paramanyetik merkezler oluşturur. Bu merkezler genellikle zamanla birikir ve çok kararlıdır. ESR sinyal şiddeti doğal radyasyonun toplam dozu ile orantılıdır. Maddenin soğurduğu toplam doz **(TD)**; yıllık radyasyon doz oranı **(YD);** ve maddenin oluşumundan veya spin yoğunluğunu sıfırlayan herhangi bir olaydan (sıfırlayıcı olay) bu yana geçen zamanla **(T)** çarpımıdır yani toplam doz; $TD[Gy] = YD[Gy]xT\left[\frac{mGy}{yıl}\right]$ olarak yazılabilir (Grün 1989; Ikeya 1993; Rink 1997).

Sıfırlayıcı olaylar; fiziksel ve jeokimyasal etkilerle yeniden kristalleşme, ısınma, optik ağarma, mekanik ağarma ya da tavlama, asit ya da asidik su ile yıkama olarak sıralanabilir.

Isınma; Kuvars, feldspat gibi minerallerdeki dolu tuzaklar ısıl tavlama işlemiyle boşalabilirler. O halde, ısıl tavlama bu örnekler için sıfırlayıcı bir olaydır. Arkeolojik örneğin lüminesans saati, eserin üretim aşamasındaki fırınlama esnasındaki ısı ile sıfırlanır. Tespit edilen "yaş" örneğin son ışık gördüğü andan bugüne kadar geçmiş olan zamandır. Birkaç saat günışığına maruz kalmış ya da en az 3000 ^{o}C sıcaklık görmüş örneklerin lüminesansı sıfırlanır (Aitken, 1998).

Jeolojik ve arkeolojik örneklerin ESR spektroskopisi yardımıyla tarihlendirilmesi için bugüne dek çok sayıda yöntem geliştirilmiştir (Aitken, 1990). Bu yöntemler; Doz ekleme yöntemi, Bekle ve Gör yöntemi, Kimyasal tepkimelerle yaşlandırma yöntemi, ESR dendrokronoloji, Plato yöntemi, Teorik büyüme eğrisinden direk yaş tayini şeklinde sıralanır. Özellikle arkeolojik ve jeolojik örnekler için en uygun olan yöntem "Doz Ekleme Yöntemi" olarak bilinir (Ikeya, 1993).

4.8.3. Doz Ekleme Yöntemi

Nicel ESR analizinde spinlerin sayısı standart örneğin sinyal şiddetiyle kıyaslanarak ya bağıl ya da mutlak olarak ölçülür. Eklemeli doz metodunda sinyal şiddetini kalibre etmek için yapay ışınlama kullanılır. Bu işlem, ESR yaş tayininde spin konsantrasyonundan gelecek duruma götüren bir zaman makinesi gibi çalışır.

Eklenmiş doz olarak bilinen **Q(Gy);** ^{60}Co ve ^{137}Cs kaynağından **D′(kGy/saat)** doz hızı ile t′(saat) zamanında ışınlamayı ifade eder. ESR sinyal şiddeti **I**; Denklem 1 de verildiği gibi **Q(Q=D′t′)** (soğurulmuş yapay ışınlama dozunun fonksiyonu olarak lineer bir şekilde artar.

$$I(Q) = I_0\left(1 + {}^{Q}/_{D_E}\right) \qquad (1)$$

Burada $\mathbf{I_o}$ **ve I(Q)** sırasıyla ışınlamadan önce ve sonra ölçülen ESR sinyal şiddetidir. Eşdeğer doz, $\mathbf{D_E}$, en küçük kare fit yöntemini kullanarak data noktalarının sıfır ordinata lineer ekstrapolasyonu ile belirlenir.

Bazı hallerde büyüme eğrisi basit bir doyum eğrisine fit edilir (Grün ve MacDonald 1989). Genellikle yaşlı örneklerde karşımıza çıkan bu durumu ifade eden eşitlik Denklem 2' de verilmiştir.

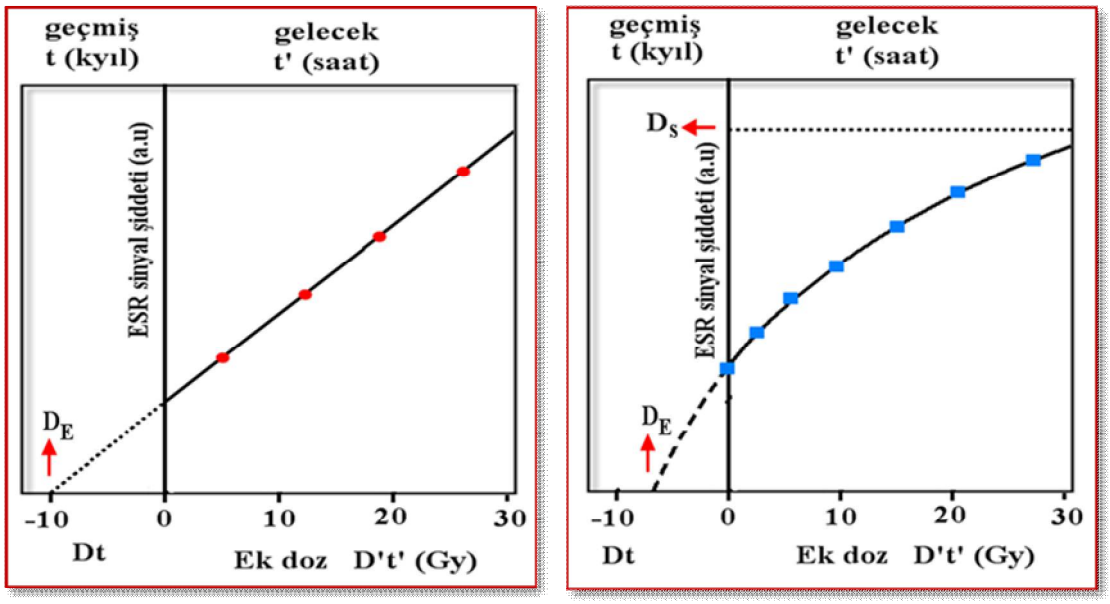
$$I(Q) = I_s\left(1 - \exp\left[{}^{-(Q + D_E)}\!/_{D_S}\right]\right) \quad (2)$$

Burada $\mathbf{I_s}$ satürasyon (doyum) durumunda ESR sinyal şiddeti ve $\mathbf{D_s}$ yapay ışınlamanın satürasyon dozudur. Şekil 2' de lineer ve üstel bağımlı durumlar için büyüme eğrileri verilmiştir.

Ölçülen **Q** radyasyon enerjisi; **T**(yıl) yaşı ile doğal radyasyon doz hızı **D(mGy/yıl)** değerlerinin çarpımı olan paleo-doz ile kıyaslanabilir olmalıdır. Eğer doğal radyasyon doz hızı **D** belirlenirse, ESR yaşı ($k_{yıl}$) biriminde;

$$T_{ESR}[kyıl] = {}^{D_E[Gy]}\!/_{D\left[\frac{mGy}{yıl}\right]} \quad (3)$$

olarak tanımlanır (Ikeya 1993).



Şekil 2. Doz ekleme yöntemi ile elde edilen lineer ve üstel bağımlı büyüme eğrileri

4.8.4. Yıllık Dozun Tespiti

Örneklerin tarihlendirilmesi yani toplam doz büyüklüğüne kaç yılda ulaşıldığını bulmak için örneğin bir yılda soğurduğu doz **(D)** hesaplanır. Yıllık doz

(D); iç doz **($D_{iç}$),** dış doz **($D_{dış}$)** ve kozmik doz **(D_{kozmik})** toplamından oluşur. $D_{iç}$ örnek içindeki, $D_{dış}$ örneğin çevresindeki toprakta bulunan ^{238}U, ^{232}Th ve ^{40}K elementlerinden kaynaklanırken, D_{kozmik} kozmik ışınlar nedeniyle oluşur (Grün, 1989).

Seramikten ayıklanan kuvars örneklerinin tane boyu düzeltmesi (125-250 μm) (Mejdahl, 1979), nem düzeltmesi, örneğin alındığı enlem-boylam, denizden yüksekliği ve 1 ppm ^{238}U, ^{232}Th ve ^{40}K radyoaktif elementleri için α , β ve γ ışınları doz hızlarına ait nükleer veri tablosu (Guerin ve ark., 2011) göz önüne alınarak ve ICP-MS tekniği ile seramik içindeki ve etrafından alınan topraktaki U, Th, K miktarları ve doz hızı denklemleri (Aitken, 1985) kullanılarak yıllık doz değeri hesaplanır.

Örneğin gömülü kaldığı yerde bir yıl içinde aldığı doz da "yıllık doz" olarak tanımlanır. Eşdeğer doz ve yıllık doz kullanılarak **(*yaş = eşdeğer doz/yıllık doz*)** örneğin yaşı hesaplanır.

4.9. OSL (Optiksel Uyarılma ile Lüminesans) Analizi

OSL tekniği, ışınlanmış bir yalıtkan veya yarı iletkenden ışığa maruz kalma süresince yayımlanan ışımadır. OSL sinyalleri genellikle fotoiletkenlik olayı olarak anılır. Fotoiletkenlik, bir maddenin morötesi ışığı, 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 (Doğan ,2006:14).

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 (Doğan,2006:16).

OSL'nin keşfi ile (Huntley ve ark. 1985), kuvars veya feldspattan gelen OSL sinyalleri kullanılarak sediment tarihlendirmesinin hızlı bir şekilde yapılması optiksel tarihlemeyi geliştirmiştir (Doğan,2006:29). 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 (Yüce 2010: 18; Bøtter-Jensen 2000).

Son yıllarda optiksel tarihlendirme hem sedimentlere 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 sedimentin oluşum zamanından 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 sedimentlerde OSL sinyali doyuma ulaşacağından bu sedimentler için OSL tarihlendirilmesi problemlidir (Doğan, 2006: 16).

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 (Doğan, 2006: 17).

ESR analizi yapılmış olan örneklerin sonuçları ve spektrumları 5. bölümde verilmiştir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Yapılan analiz sonuçları, karakterizasyon çalışmalarında analiz sonuçlarının değerlendirilmesi ve tarihlendirme çalışmalarında analiz sonuçlarının değerlendirilmesi olmak üzere iki ana başlık altında değerlendirilmiştir

5. 1. Karakterizasyon Çalışmalarında Yapılan Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Yürütülmüş olan deneysel çalışmalar sonucunda, Muğla ili, Yatağan ilçesindeki TKİ dekupaj sahası içerisinde bulunan Kumyer Mevkii'nden getirilen Tunç Çağı seramikleri ile İstanbul'daki Temenye Mevkii yakınlarındaki Pendik Höyük'ten alınan Neolitik Çağ dönemi seramik örnekleri üzerinde yapılmıştır.

Örnekler üzerinde yapılmış olan genel analiz değerlendirilerek seramik yapımında kullanılmış olan kil hamuru (matriks/bağlayıcı), katkı maddeleri ve dolgu olarak kullanılmış olan agregaların niteliği, oranı ve kökenleri tespit edilmiştir.

Petrografik değerlendirmede, kalın kesitte stereo mikroskop altında yapılmış olan görsel analizle örneğin genel dokusu (çatlaklar, gözenek miktarı ve boyutları vb) incelenmiş, bağlayıcı-agrega oranı, agrega boyutları, nitelikleri, dağılımları saptanmıştır. Polarizan mikroskopla örnek içeriğindeki minerallerin tanımlamaları, ayrışmaları, yeni oluşan mineraller ve oluşturdukları dokusal özellikler belirlenmiştir.

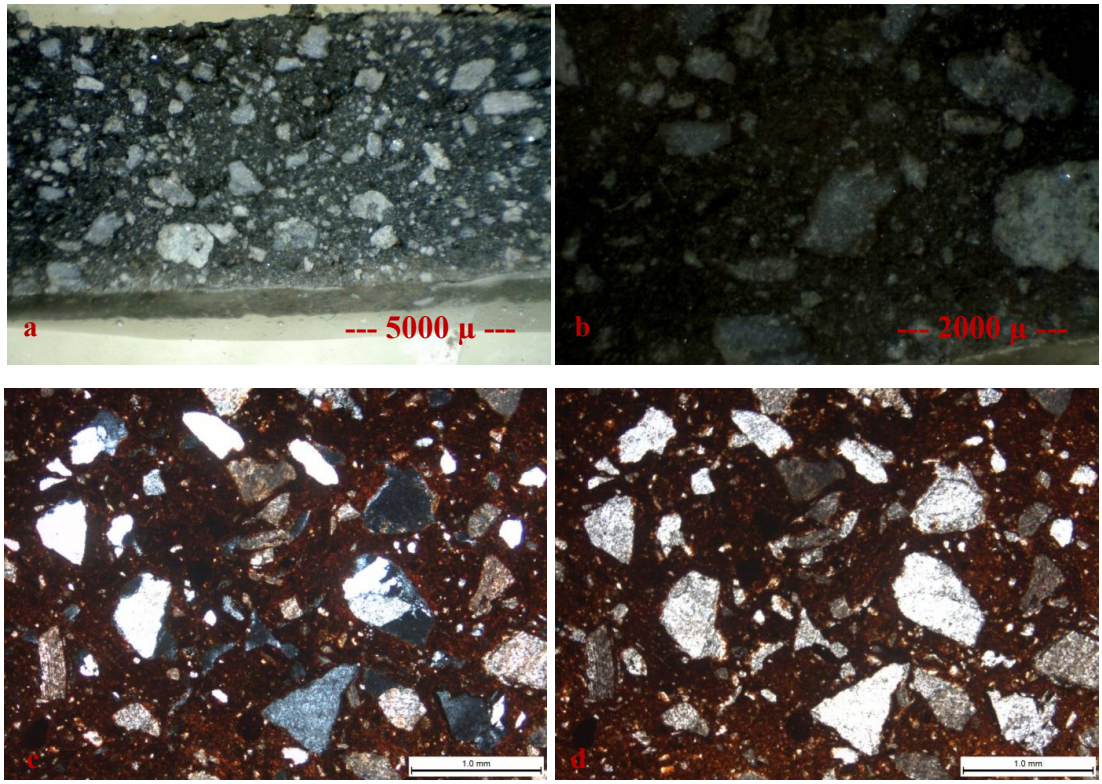
Yapılan basit spot testlerle örneklerin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein varlığı görülmemiştir.

XRD analizi ile örneklerin içeriğindeki temel mineralleri ile aksesuar mineralleri tespit edilmiştir. Yapılmış olan bu analiz, petrografik değerlendirmeleri desteklemiş ve de petrografide tespit edilmiş olan minerallerin varlığını kesinleştirmiştir. Ayrıca bu analiz sonuçlarında tuz minerallerinin bulunmaması yapılmış olan basit spot testleri desteklemiştir.

SEM-EDS analiz ile örneklerin içeriğindeki minerallerin biçimi, boyutları, yerleşim düzeni ve kristal yapısı görsel olarak, yüksek büyütmeli SEM görüntüleriyle, malzemelerin içerikleri ise EDS ile belirlenmiştir. Bu analizle örneklerin hem hamur kısmından hem de belirlenen agregalarının içerikleri tespit

edilmiştir. Örneklerin kil hamuru (bağlayıcı), katkı ve dolgu malzemelerinin nitelikleri hakkında detaylı bilgi sağlanmıştır. Buna göre, SEM- EDS analiz sonuçları petrografik değerlendirmeler ile XRD analiz sonuçlarını desteklemiştir.

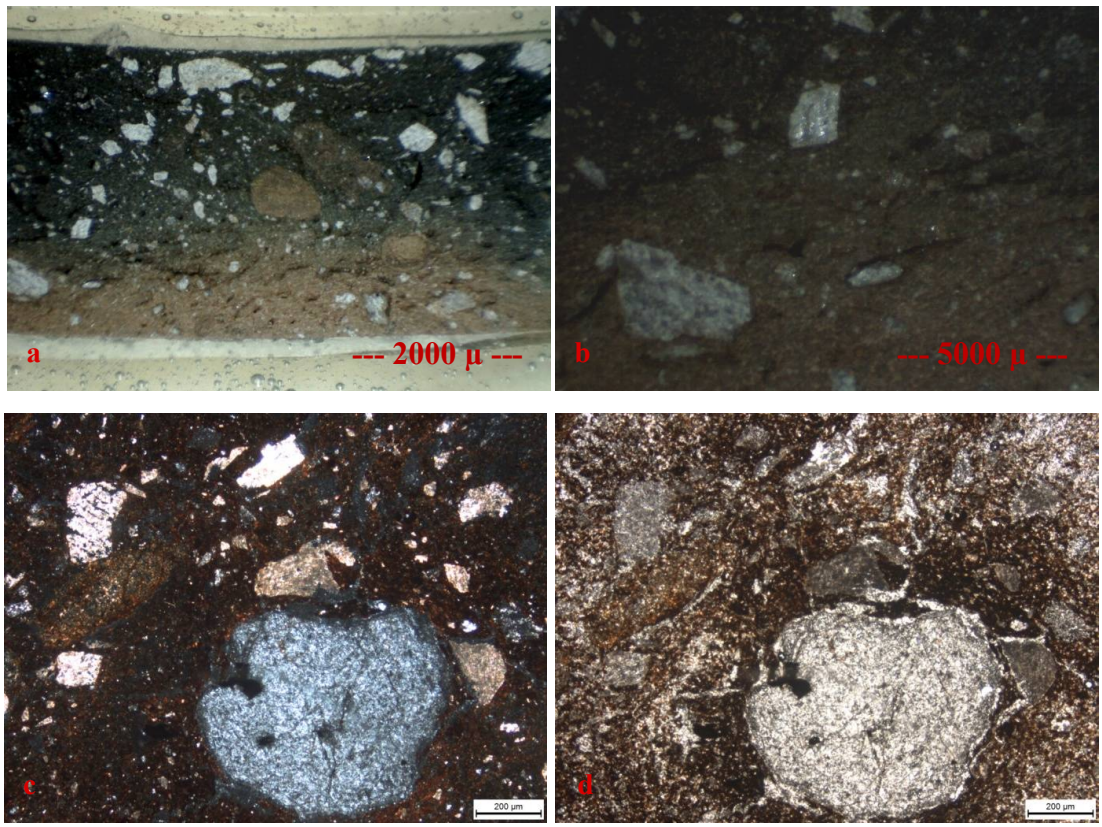
Örnek 1- Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan, siyah (Munsell kataloğu:2,5/1) renkli, açkılı ve astarlı olan 5 mm cidar kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %40–45 oranındadır. Örneğin dış yüzeyi açık kahve (7.5 YR 6/3) renklidir. %55 civarındaki örneğin agregaları, tek tük 2 mm boyuta kadar olmak üzere 2 mm elek altı, çeşitli renkte ve az köşeli parçacıklardır. Agregaların çoğu kuvars olmak üzere çok az miktarda karbonatlı parçacıklar ve opak minerallerdir. 1 mm boyuta kadar gözenekleri olan ve çatlak bulunmayan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar (klor ($C\ell^-$), sülfat ($SO_4^{=}$), karbonat ($CO_3^{=}$) ve nitrat (NO_3^-) tuzları) ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 3. 1 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop genel görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)											
SiO_2	**$A\ell_2O_3$**	**FeO**	**CaO**	**MgO**	**K_2O**	**GeO_2**	**TiO_2**	**MnO**	**ZnO**	**TeO_3**	**U**
25,92	25,92	2,82	0,00	0,00	11,77	0,00	0,00	0,00	23,36	0,00	10,21
30,08	30,08	8,27	19,92	3,97	1,80	0,00	0,00	0,00	0,00	2,76	3,13
XRD											
Muskovit, kuvars, sanidin, potasyum, kalsit											

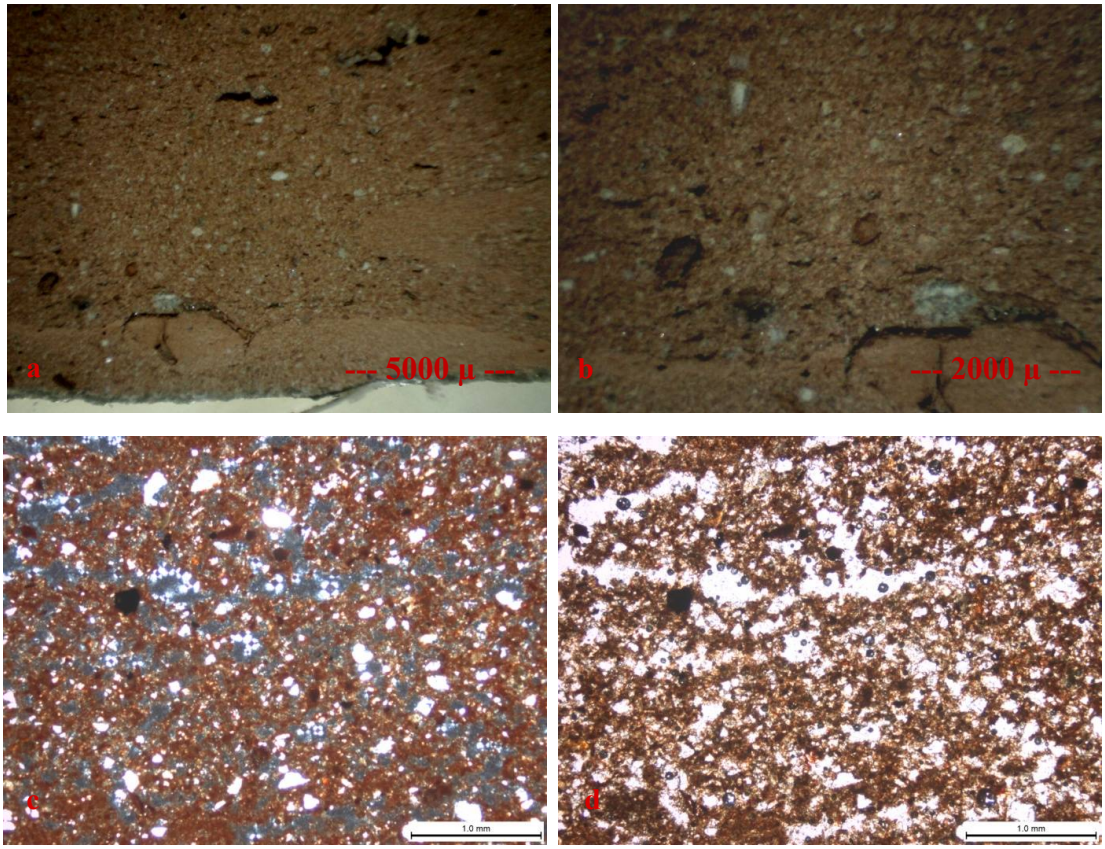
Örnek 2. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan 7 mm kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %60 civarındadır. Örneğin rengi pişirmeden kaynaklı değişkenlik göstermekte olup iç kısımdan yarısına kadar olan kısmı siyah (Munsell kataloğu:7.5 YR 2,5/1) renkli, diğer kısmı koyu kırmızımsı gri (5YR 4/2) renklidir. Örneğin %45 civarındaki 2 mm boyuta kadar, çoğu köşeli olan agregalarının çoğu kalsit olup diğerleri kuvars, karbonatlı parçacıklar ve şamot parçacıklarıdır. Örnekte Pişmeden kaynaklı olduğu düşünülen hematit oluşumları mevcuttur. 500µ boyuta kadar gözenekleri ve geniş çatlakları olan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 4. 2 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	$Aℓ_2O_3$	FeO	CaO	MgO	K_2O	GeO_2	Cl	Na_2O	BaO	U
41,33	14,67	4,44	1,95	1,43	0,01	31,31	0,02	0,00	0,00	4,85
55,74	22,30	7,32	7,58	2,61	1,41	0,00	0,00	1,66	1,38	0,00
XRD										
Muskovit, böhmit kuvars, kalsit										

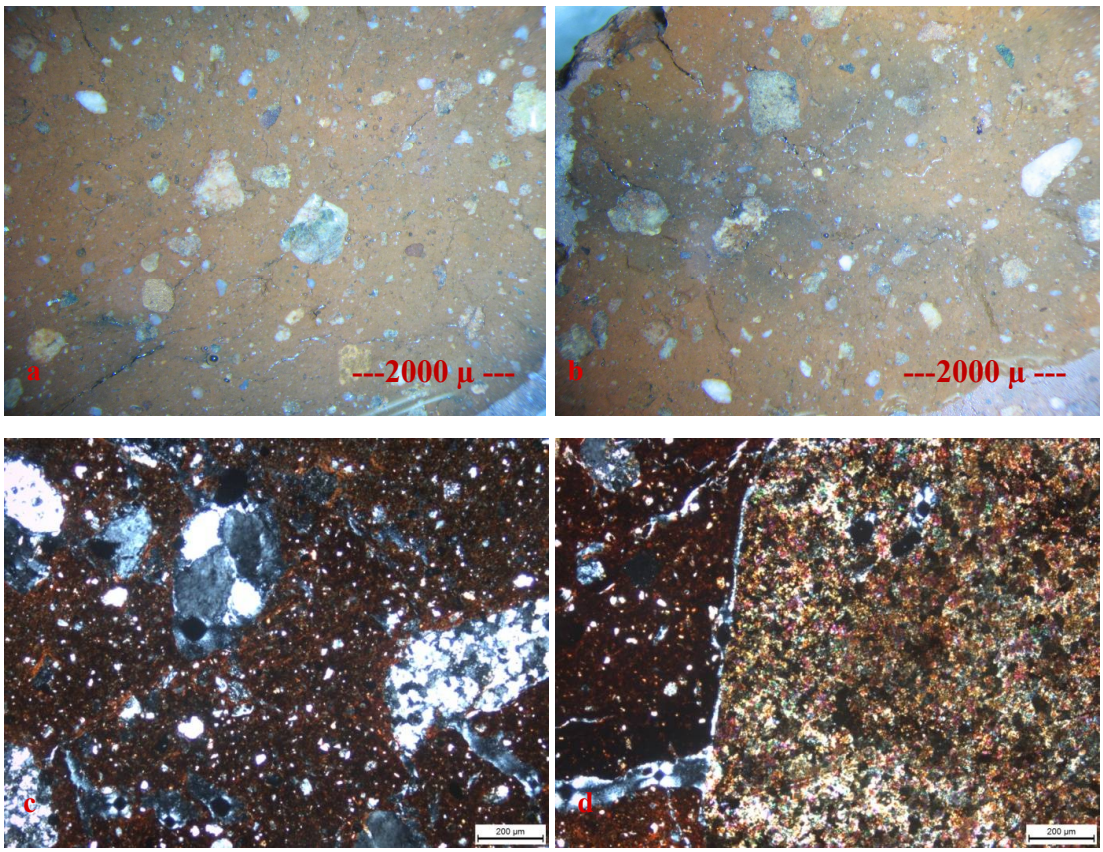
Örnek 3- Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, 10 mm cidar kalınlığındaki oldukça sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %80 civarındadır. Bizans dönemine ait örneğin dış yüzeyinde çark izleri mevcuttur. %20 civarında olan örneğin agregaları çok ince taneli kuvarslardan oluşmaktadır. Tek tük 1 mm olmak üzere 500µ boyuta kadar gözenekleri olan ve çatlak bulunmayan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 5. 3 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	**$Aℓ_2O_3$**	**FeO**	**CaO**	**MgO**	**K_2O**	**GeO_2**	**Ni**	**BaO**	**Na_2O**	**U**
40,61	14,50	7,37	11,55	0,00	0,92	21,48	0,85	1,02	0,86	0,82
55,12	12,73	12,10	13,41	4,06	0,18	0,00	0,00	1,63	0,00	0,77
XRD										
Albit, sanidin, kuvars, kalsit										

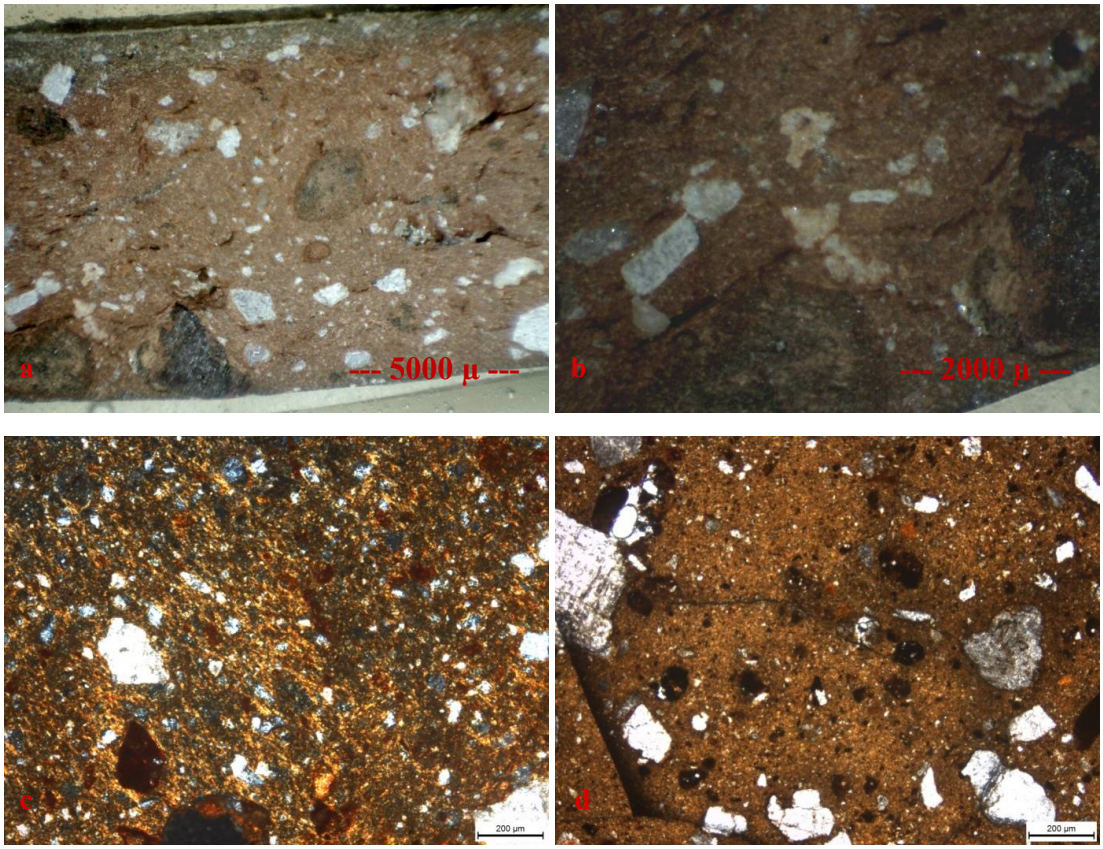
Örnek 4. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük, Bizans dönemine ait mimari yapı içerisinden alınmış olan koyu kırmızı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 2,5/4) renkli, açkılı ve astarlı, 10 mm kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %65-70 oranındadır. Seramiğin iç kısmında çatlaklar ve pişmeden kaynaklı olduğu düşünülen kararmalar mevcuttur. Örneğin %30-35 oranında 2 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı feldspat, epidot, granitik ve metamorfik kayaç parçacıklarıdır.1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 6. 4 numaralı örneğe ait; a) stereo mikroskop görüntüsü , b) stereo mikroskop görüntüsü, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	Al_2O_3	FeO	CaO	MgO	K_2O	TiO_2	MnO	ZnO	BaO	U
49,52	21,62	14,59	3,80	0,35	1,22	0,00	1,62	0,00	1,40	5,90
41,28	17,85	8,85	2,28	1,14	0,15	1,03	0,00	24,72	0,00	2,70
XRD										
Kuvars, kalsit, protoenstatit										

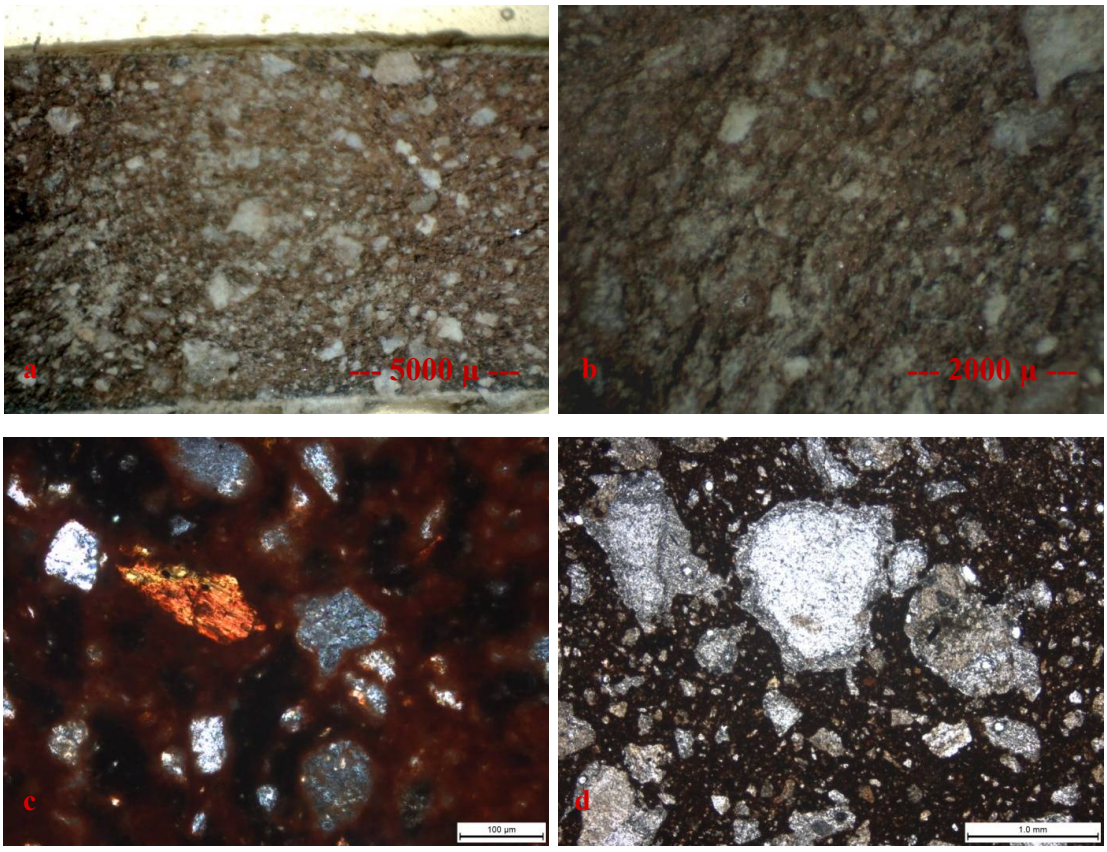
Örnek 5. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan kırmızı (Munsell kataloğu: 2,5 YR 4/6) renkli, açkılı ve astarlı, 6 mm kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %75 civarındadır. Örneğin %25 civarında 2 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup diğerleri karbonatlı ve metamorfik kayaç parçacıklarıdır. İnce çatlakları ve çok az miktarda 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 7. 5 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	**$Aℓ_2O_3$**	**FeO**	**CaO**	**MgO**	**K_2O**	**Na_2O**	**MnO**	**ZnO**	**Cl**	**U**
0,00	5,74	1,15	60,95	0,56	0,00	0,00	0,00	29,33	0,00	2,25
52,49	20,00	6,03	5,43	1,74	2,64	1,47	0,85	0,00	0,00	9,36
55,16	19,87	0,00	6,02	3,01	0,38	4,14	4,03	0,00	0,11	7,30
XRD										
Kuvars, kalsit, muskovit, magnezyum										

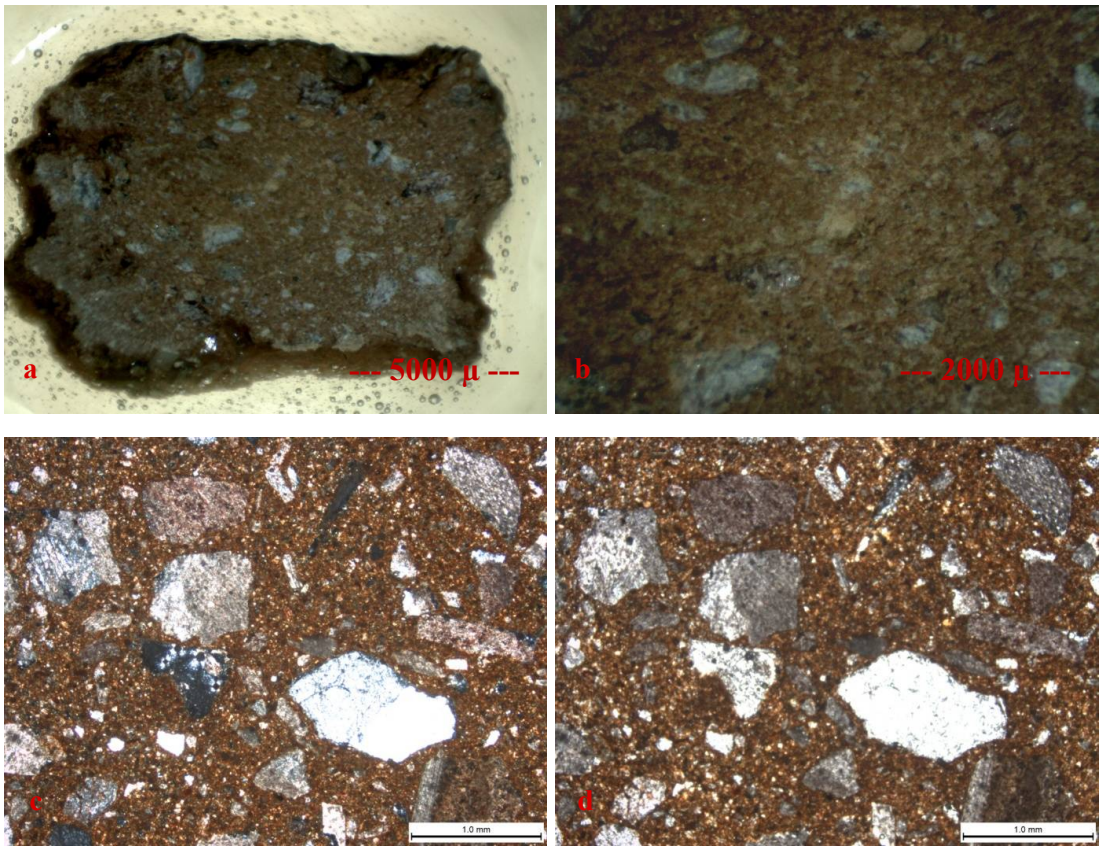
Örnek 6. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan kırmızımsı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4) renkli, 8 mm kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %45-50 oranındadır. Örneğin %50-55 oranında 1 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı biyotit, epidotlu taneler ve karbonatlı parçacıklardır. İnce çatlakları ve 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir. Örneğin iç ve dış yüzeyinde yaklaşık 1 mm.ye kadar değişen kalınlıklarda kalker tabakası mevcuttur.



Şekil 8. 6 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	Al_2O_3	FeO	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	MnO	ZnO	Cl	U
XRD										
Kuvars, kalsit, ortoklaz, albit										

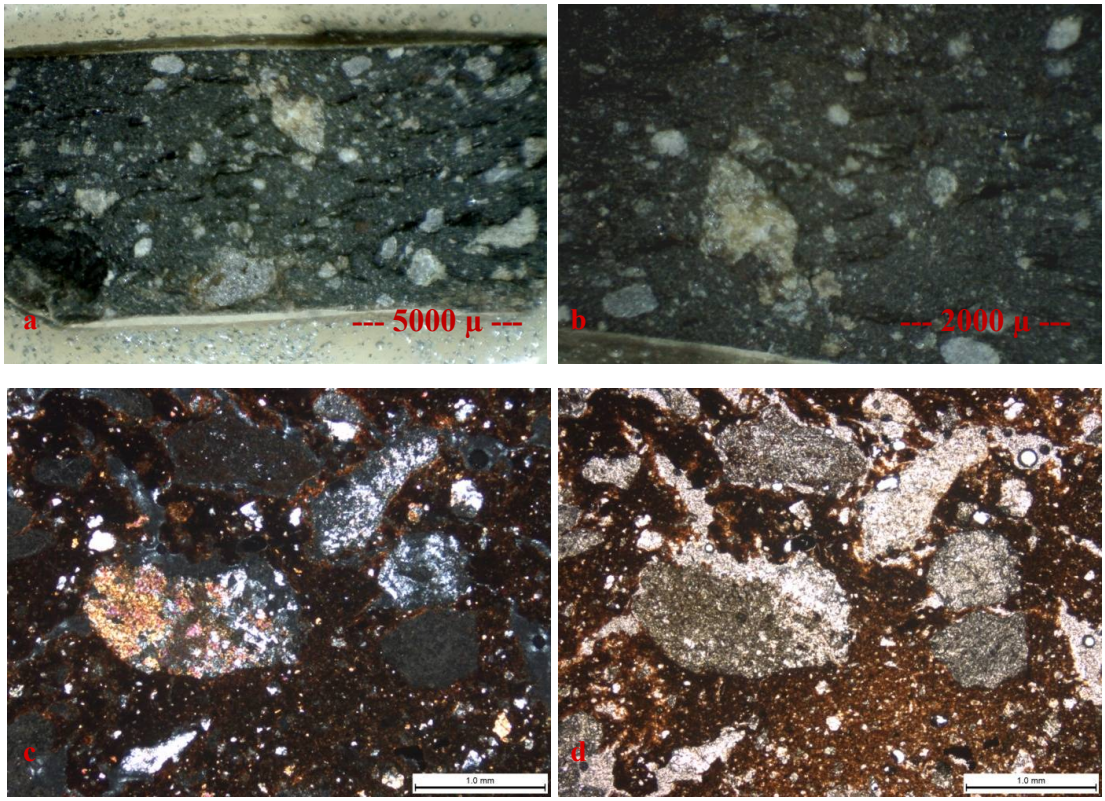
Örnek 7- Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, açkılı ve astarlı, 7 mm cidar kalınlığındaki zayıf seramik örneğinin hamur (kil) kısmı % 60 civarındadır. Seramik örneğin iç ve dış yüzeyinde kahve (7,5 YR 4/3) renkli astar tabakası bulunmaktadır. Örneğin orta derecede pişmiş hamur matriksi içeriğindeki agregaları % 40 civarındadır. Köşeli ve çok azı 3 mm olmak üzere2 mm boyuta kadar olan örneğin agregaları, bol kuvars ve karbonatlı parçacıklardan oluşmaktadır. 500 µ boyuta kadar gözenekleri olan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 9. 7 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)								
SiO_2	$Aℓ_2O_3$	FeO	CaO	MgO	K_2O	GeO_2	CrO	U
3,14	0,24	1,75	59,03	0,08	0,00	33,62	0,60	1,55
49,55	18,25	6,92	20,41	0,94	3,63	0,00	0,00	0,00
57,77	21,07	9,31	8,38	1,11	2,36	0,00	0,00	0,00
XRD								
Kuvars, kalsit, muskovit								

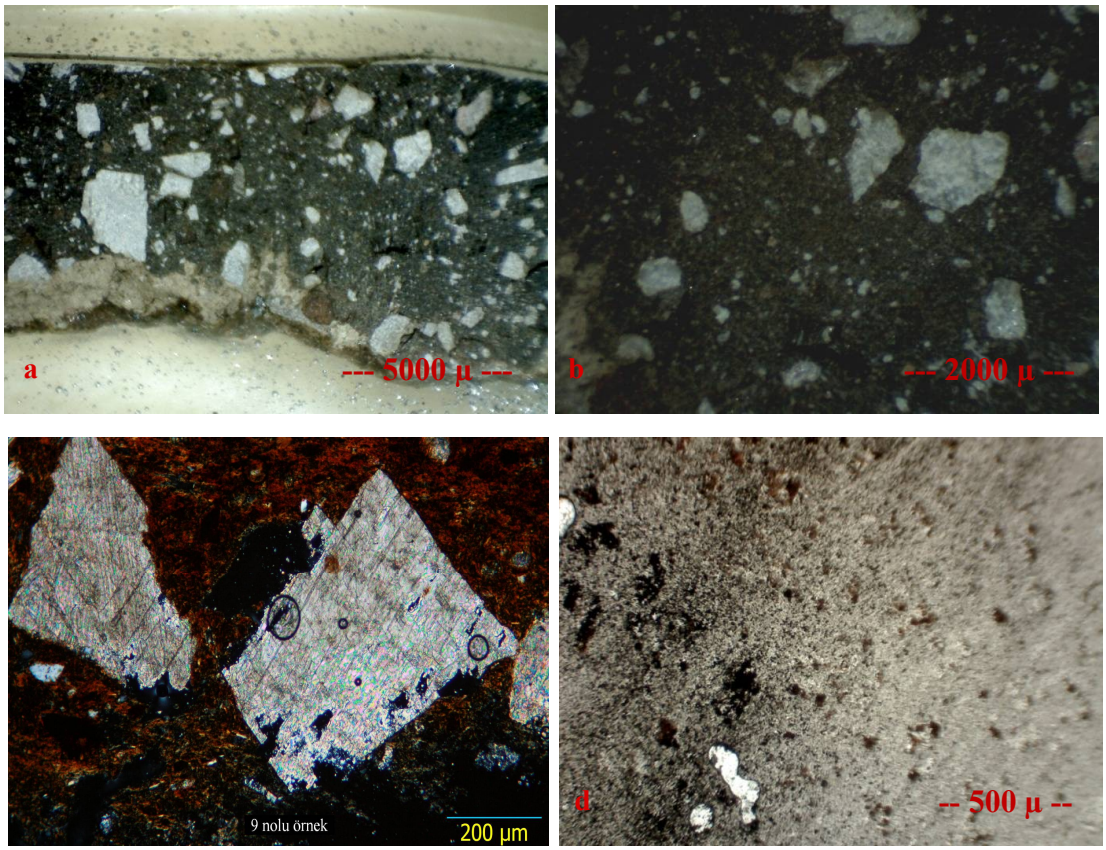
Örnek 8. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan dış yüzeyi ve kesiti siyah (Mansel kataloğu: 7,5 YR 2,5/1), iç yüzeyi kahve (7,5 YR 4/3) renkli, açkılı ve astarlı, 6 mm kalınlığındaki nispeten sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %55–60 oranındadır. Örneğin iç kısmında kahve (7,5 YR 4/3) renkli astar tabakası bulunmaktadır. Örneğin %45 civarında, çeşitli renkte, 2 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı feldspat, karbonatlı parçacıklar ve epidotlu tanelerdir. Matriks kısmı tamamen okside olmuş olan örnekte feldspatlı taneler ile epidotlu taneler bir arada bulunmaktadır. 500µ boyuta kadar gözenekleri olan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 10. 8 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)									
SiO_2	$Aℓ_2O_3$	FeO	CaO	MgO	K_2O	TeO_3	MnO	GeO_2	U
40,49	17,78	13,68	4,54	1,20	0,83	0,00	1,14	18,57	1,78
12,01	3,32	77,75	2,17	0,23	0,00	1,27	0,94	0,00	2,41
XRD									
Kuvars, muskovit, böhmit									

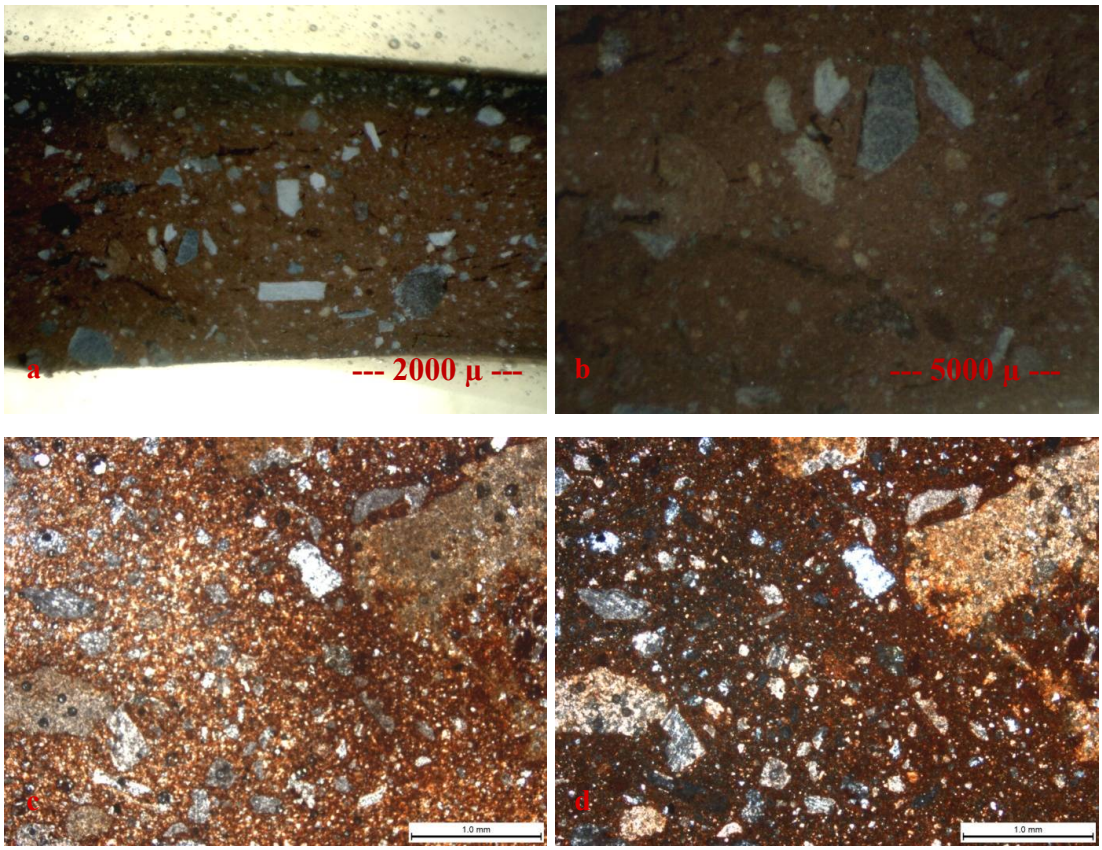
Örnek 9. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan, iç yüzeyi ve hamur kısmı kırmızısı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4), dış yüzeyi kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli, açkılı ve astarlı olan 4 mm cidar kalınlığındaki zayıf seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %55 civarındadır. Örneğin % 45 civarında, olan agregaları köşeli ve 1 mm boyuta kadardır. Tek tük şamot parçacıklar içeren örneğin agregalarının çoğu kuvars olup kalanı karbonatlı parçacıklardır. İnce çatlakları ve 500 µ boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 11. 9 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	Al_2O_3	FeO	CaO	MgO	GeO_2	K_2O	TiO_2	TeO_3	Th	U
37,26	17,20	13,30	4,70	0,57	0,00	1,07	0,00	0,00	24,72	1,17
49,57	30,14	9,14	4,57	2,59	0,00	3,29	0,70	0,00	0,00	0,00
38,22	20,88	6,18	3,53	0,00	13,50	0,92	0,00	0,00	14,78	2,00
39,00	21,13	6,16	2,62	0,00	13,74	1,32	0,00	1,19	13,91	0,94
XRD										
Kuvars, kalsit, muskovit, montmorillonit, kristobalit										

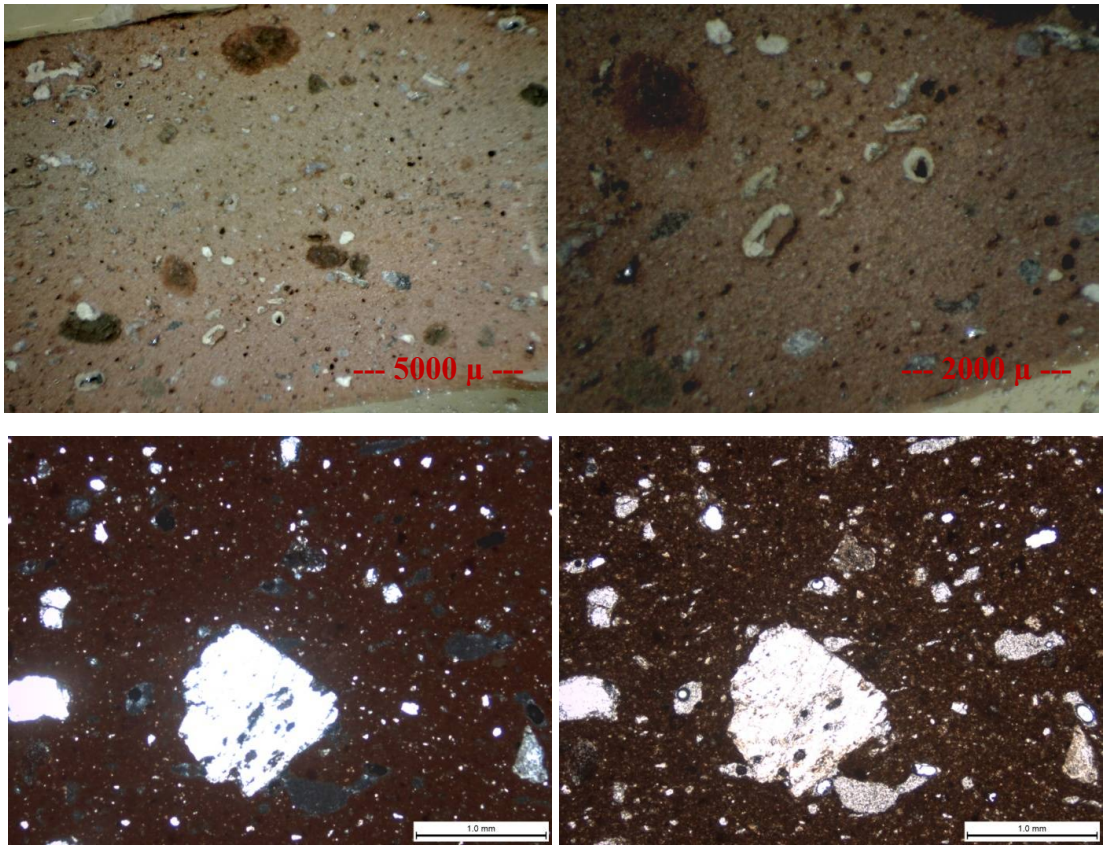
Örnek 10. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan iç yüzeyi ve hamur kısmı kırmızı (Munsell kataloğu: 2,5 YR 4/6), dış yüzeyi kahve (7,5 YR 4/3) renkli, açkılı, 6 mm cidar kalınlığındaki nispeten zayıf seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %50 civarındadır. Örneğin %50 civarında, köşeli ve 2 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvarslı parçacıklar olup kalanı karbonatlı parçacıklar, feldspat ve plajioklastır. Pişme derecesi düşük olan örnekte ince çatlaklar mevcuttur. Tek tük 2 mm olmak üzere 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 12. 10 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)										
SiO_2	$Aℓ_2O_3$	FeO	CaO	MgO	K_2O	GeO_2	MnO	Ni	Cl	U
19,96	8,14	5,72	39,08		0,01	24,01		0,77		2,31
XRD										
Kuvars, muskovit, kalsit, montmorillonit, kristobalit										

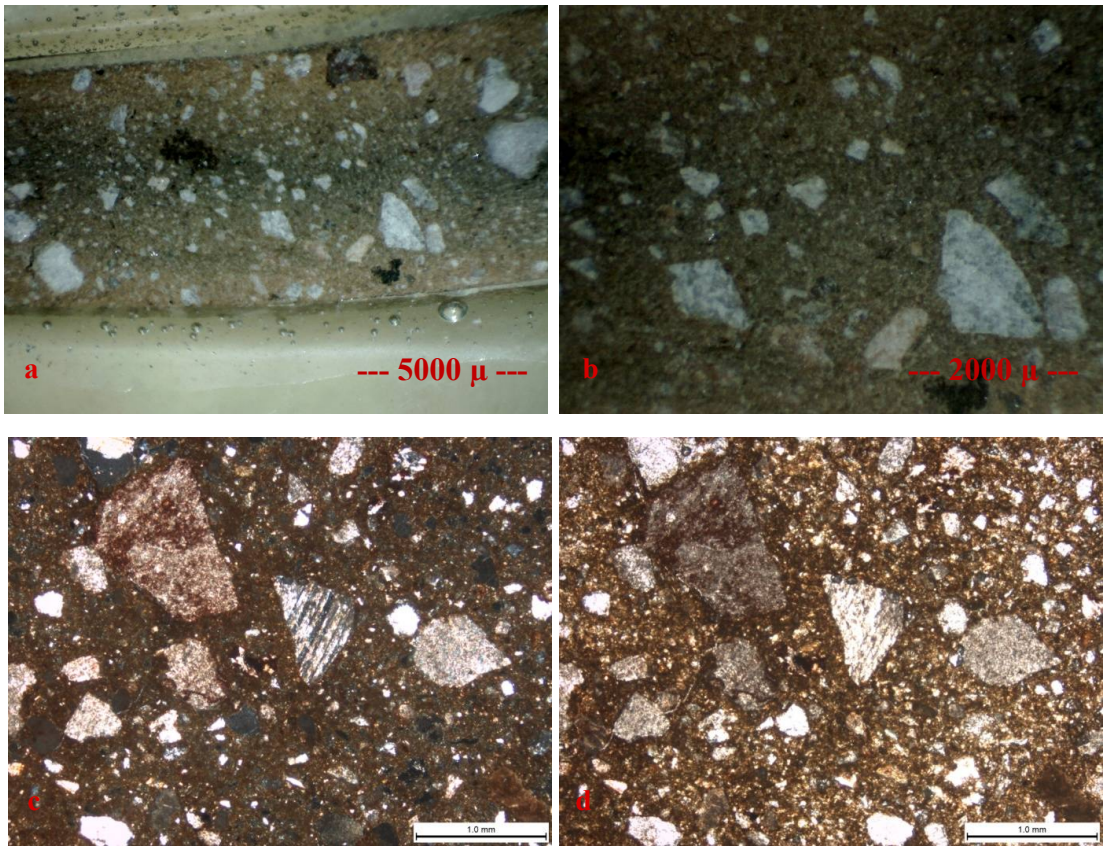
Örnek 11. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan sarımsı kırmızı (Munsell kataloğu: 5 YR 5/6) renkli, 10 mm cidar kalınlığındaki Bizans dönemine ait sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %80 civarındadır. Örneğin %20 civarında, azı 1 mm olmak üzere 500 µ boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı karbonatlı ve feldspatlı parçacıklardır. İnce çatlakları ve tek tük 1 mm olmak üzere az miktarda 250µ boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 13. 11 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)											
SiO_2	$Aℓ_2O_3$	FeO	CaO	MgO	GeO_2	K_2O	MnO	BaO	Na_2O	ZnO	TiO_2
30,95	16,65	16,47	1,96	2,03	10,96	1,28	17,69	0,37	0,83	0,00	0,81
76,21	9,44	2,85	0,63	1,71	0,00	0,96	0,00	0,00	0,03	8,16	0,00
XRD											
Kuvars, muskovit, sanidin											

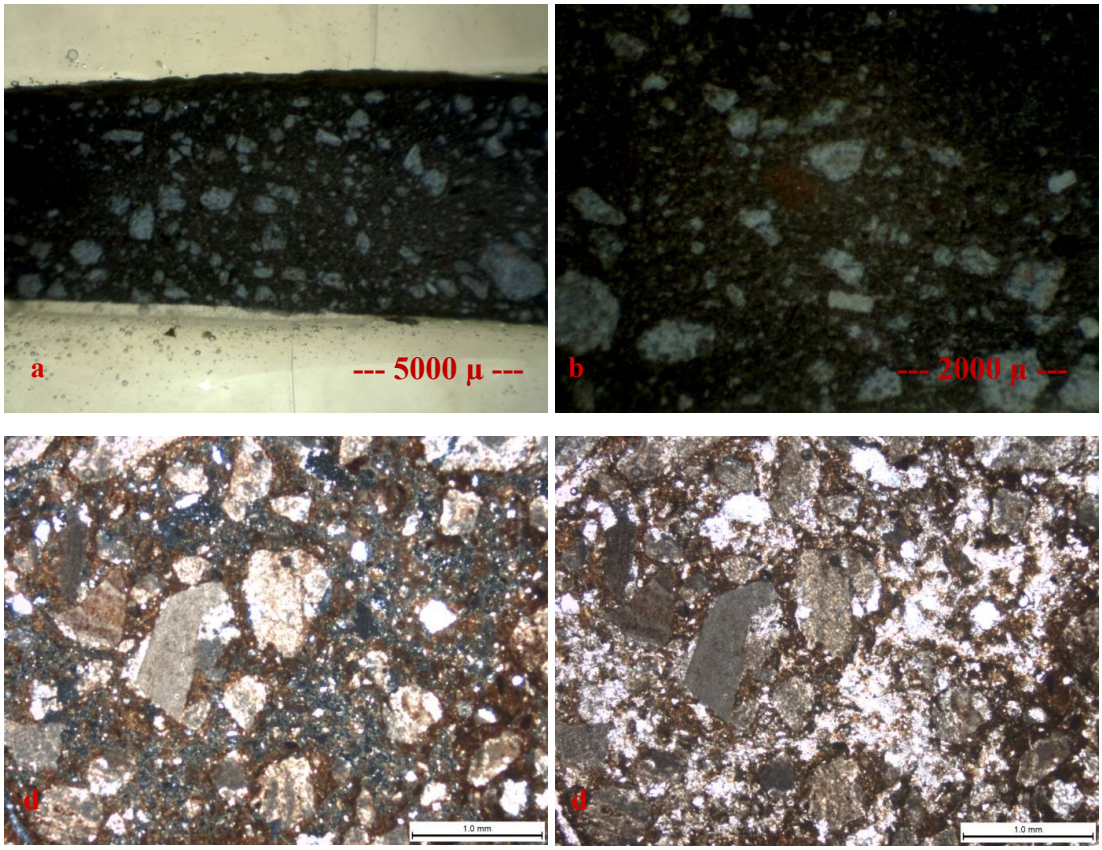
Örnek 12. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan kahve (Munsell kataloğu: 7,5 YR 4/3) renkli, iç ve dış yüzeyi açkılı, astarlı olan, 6 mm kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %65 civarındadır. Örnek kesitinin orta kısmı pişmeden dolayı daha koyu renklidir. Örneğin % 35 civarında olan agregaları köşeli ve 1 mm boyuta kadardır. Agregaların çoğu karbonatlı parçacıklar ve kuvars olup kalanı feldspat ve hematit parçacıklarıdır. 1 mm boyuta kadar gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 14. 12 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)														
SiO_2	Al_2O_3	FeO	CaO	MgO	GeO_2	K_2O	TeO_3	MnO	BaO	Na_2O	ZnO	TiO_2	Cl	UO_2
32,29	13,13	19,74	5,88	0,00	0,00	1,60	0,75	3,19	0,00	0,00	22,41	1,00	0,00	0,00
6,60	3,38	1,85	80,39	2,54	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	3,07	0,00	0,00	0,00	2,18
51,11	18,69	5,14	4,43	0,00	17,66	2,05	0,00	0,00	0,53	0,00	0,00	0,39	0,00	0,00
63,01	21,08	6,12	2,30	2,43	0,00	1,93	0,00	0,00	0,00	2,09	0,00	0,91	0,14	0,00
XRD														
Kuvars, kalsit, muskovit, sanidin														

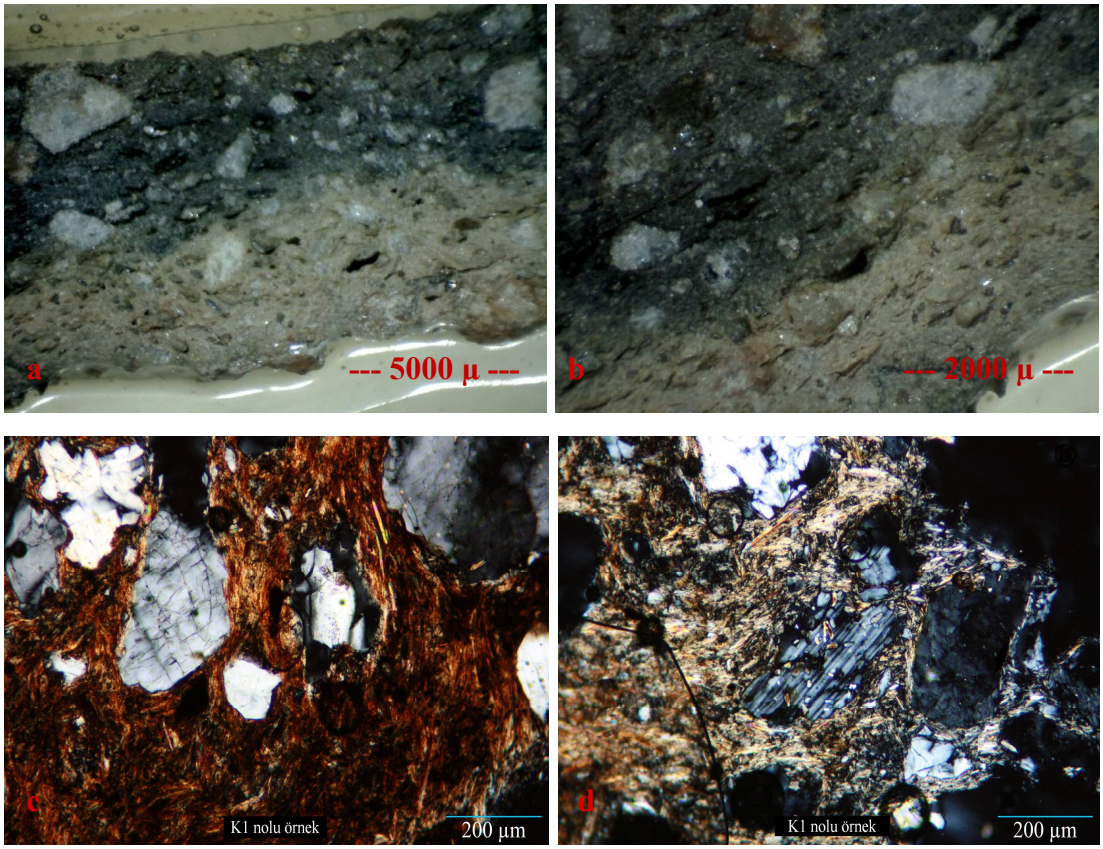
Örnek 13. Nisan 2013 tarihinde Pendik Höyük'ten alınmış olan, hamur kısmı kırmızısı kahve (Munsell kataloğu: 2,5 YR 5/4) renkli, açkılı ve astarlı (iç ve dış yüzeyi siyah renkli), 5 mm cidar kalınlığındaki sağlam seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %40- 45 oranındadır. Örneğin %55- 60 oranında, çok azı 2 mm olmak üzere 1 mm elek altı olan agregalarının çoğu karbonatlı parçacıklar olup kalanı kuvarstır. Çok az miktarda 500µ'dan küçük boyutlu gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir.



Şekil 15. 13 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (tek nikol).

SEM-EDS (%)													
SiO_2	Al_2O_3	FeO	CaO	MgO	GeO_2	K_2O	MnO	BaO	Na_2O	ZnO	TiO_2	Cl	UO_2
9,44	3,67	0,00	53,30	1,69	8,44	0,00	1,21	0,00	0,00	0,00	0,00	0.03	2,21
13,95	4,21	2,68	74,24	1,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	4,89
47,19	15,78	5,86	7,19	2,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00	14,54	0,00	0,00	7,39
47,24	26,39	16,39	2,34	3,16	0,00	2,08	0,00	0,00	0,00	0,00	2,40	0,00	0,00
55,44	24,41	7,19	2,38	1,92	0,00	0,54	0,00	1,35	4,81	0,00	0,00	0,00	1,96
XRD													
Kuvars, kalsit, magnetit, klinoenstatit													

K-1. Kumyer Mevkii'nden alınmış olan, üst yüzeyi kırmızı kahve (Munsell kataloğu:7,5 YR 6/4), iç kısmı siyah (Munsell kataloğu: 7,5 YR 2,5/1) renkli, 6 mm cidar kalınlığındaki zayıf seramik örneğinin hamur (kil) kısmı %60- 65 oranındadır. Örneğin %35-40 oranında, 2 mm boyuta kadar olan agregalarının çoğu kuvars olup kalanı karbonatlı parçacıklardır.500µ'dan küçük boyutlu gözenekleri bulunan örneğin içeriğinde suda çözünebilir tuzlar ile yağ ve protein tespit edilmemiştir. Örnek üzerinde pişirmeden kaynaklı renk farklılığı gözlemlenmektedir.



Şekil 16. K-1 numaralı örneğe ait; a) Stereo mikroskop genel doku, b) Stereo mikroskop detayı, c) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol), d) polarizan mikroskop görüntüsü (çift nikol).

SEM-EDS (%)									
SiO_2	**$Aℓ_2O_3$**	**FeO**	**CaO**	**MgO**	**GeO_2**	**K_2O**	**TiO_2**	**Cl**	**U**
49,92	16,57	2,24	1,10	0,00	25,80	0,39	0,70	0,01	3,26
47,46	32,86	7,47	5,59	0,86	0,00	1,08	3,25	0,00	1,43
XRD									
Kuvars, kalsit, albit, ortoklaz, flogobit, ferroan									

5.2. Tarihlendirme Çalışmalarında Yapılan Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

5.2.1. Bazı Örneklerin ESR Tekniği ile İncelenmesi

Tez çalışmasının ESR analizi kısmında 123 K ve 300K sıcaklıklarında alınan spektrumlar için Selçuk Üniversitesi İLTEK ESR laboratuarında bulunan JEOL JESFA-300 X-band CW-ESR spektrometresi kullanılmıştır. Bu spektrometre kalite çarpanı (Q) 18.000 olan silindirik TE_{011} kavitesine sahiptir. Manyetik alan tarama aralığı 0-1.4T arasındadır. 123-300K arasındaki düşük sıcaklık ölçümleri JEOL ES-DVT4 sıvı azot sıcaklık kontrol ünitesiyle yapılmıştır. Kuvars minerallerinde 123K sıcaklığından daha düşük sıcaklık gerektiren tarihlendirme çalışmaları kısmında ise 81K sıcaklığında JEOL CT-470 sıvı helyum sıcaklık kontrol ünitesi yardımıyla ölçüm yapabilen Japonya Okayama Üniversitesindeki JEOL JES-PX-2300 X-band CW-ESR spektrometresi kullanılmıştır.

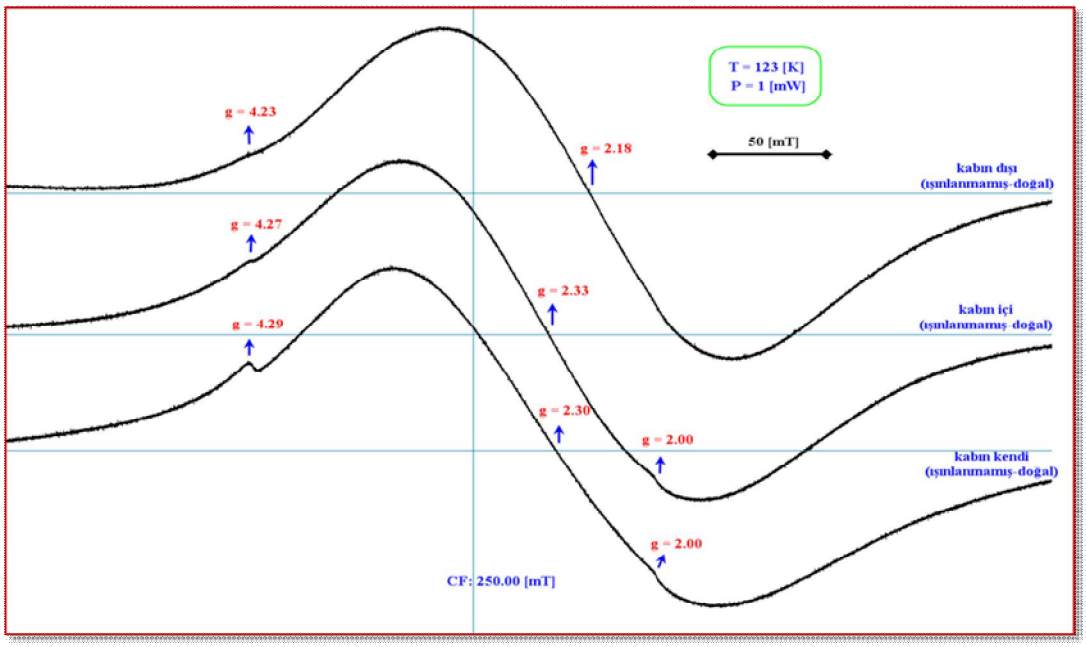
Çalışmada Kumyer Mevkii (K-1, K-2, K-3, K-4) arkeolojik seramiklerinin ESR analizleri yapılmış ve örneklerin manyetik özellikleri belirlenmiştir. Bunun yanı sıra K-1 seramik örneği hem ESR hem de OSL teknikleriyle tarihlendirilmiştir. Arkeolojik seramik örneğinin ESR tekniği kullanılarak tarihlendirilmesi ülkemizde ilk dünyada ise ikinci çalışma özelliği taşımaktadır. Çalışmanın bu kısmı **212T216 kodlu Tübitak projesi** tarafından desteklenmiştir. Ayrıca ülkemizde ve dünyada ilk kez arkeolojik seramik örneklerinden ayıklanan kuvars minerallerindeki E' merkezi (oksijen boşluğunda elektron tuzaklanması) kullanılarak ESR tekniği yardımıyla seramiğin pişirilme sıcaklığı tayin edilmiştir.

5.2.2. Bazı örneklerde Oda Sıcaklığında Paramanyetik Merkezlerin Belirlenmesi

Öncelikle, örnekler ESR tekniği için en uygun olan $125-250\mu m$ tane boyutuna getirilerek ışınlanmadan ve kimyasal işlemden geçirilmeden önce ESR spektrumları alınmış ve yapılarındaki paramanyetik merkezler tespit edilmiştir. Daha sonra kimyasal ve fiziksel işlem yoluyla örneklerden ayıklanan kuvars örneklerinin ESR analizi yapılmıştır.

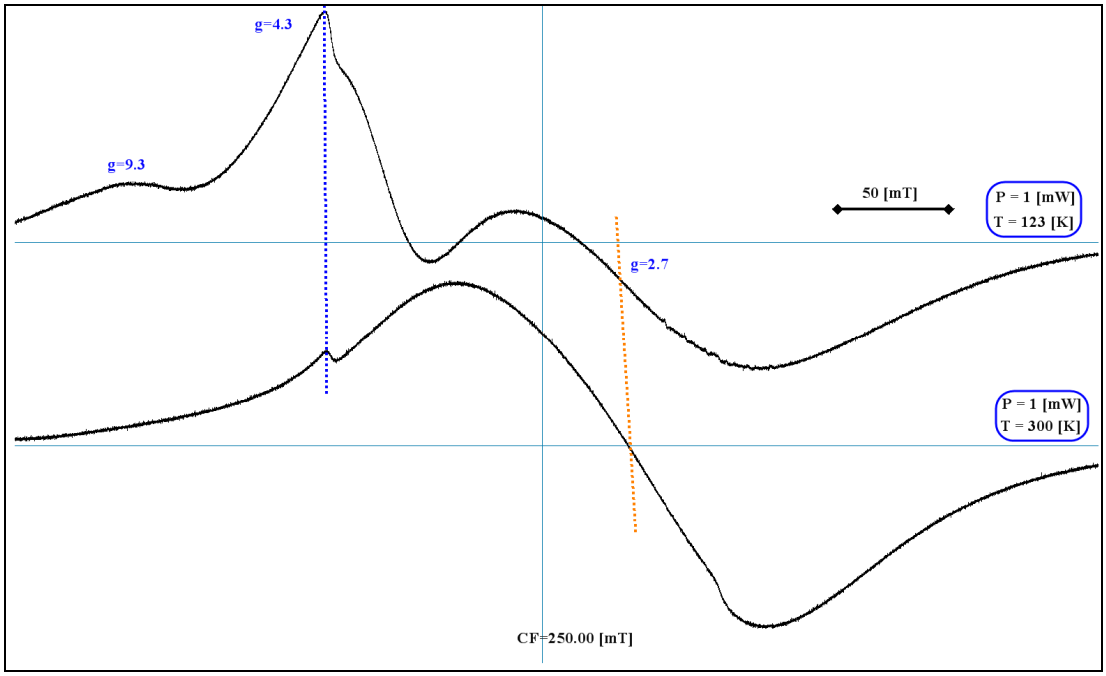
Kumyer K-1, K-2, K-3, K-4 arkeolojik seramik örnekleri önce saf suyla yıkanarak 50°C etüvde kurutulmuştur, sonra agat havanda yavaş vurma adımlarıyla öğütülmüş ve farklı tane boyutlu eleklerden geçirilerek 125- 250 µm tane boylu örnekler elde edilmiştir. Toz halindeki ışınlanmamış ve herhangi bir kimyasal veya fiziksel işlemden geçirilmemiş doğal örneklerin ESR spektrumları oda sıcaklığında ve 123K sıcaklığında kaydedilmiştir.

K-1 seramik örneğinin uygun tane boyuna getirildikten sonra kimyasal ve fiziksel işlem öncesi oda sıcaklığında ve 123K sıcaklığında kaydedilen ESR spektrumlarında (Şekil 17) $g = 2$ değerinde zayıf bir pik ve yaklaşık $g = 4.3$, $g = 2.3$ değerlerinde hematite ait pikler tespit edilmiştir. Ayrıca örneğin kazınan dış ve iç yüzeyinin spektrumları alınmış ve dış yüzeyinin 123K sıcaklığında ve 1mW mikrodalga gücünde kaydedilen ESR spektrumunda $g = 2.3$ değerindeki hematit pikinin daha şiddetli olduğu gözlenmiştir. Bu durum kabın dış yüzeyinin arkeolojik zaman içinde herhangi bir etkiyle oksidasyona uğradığını işaret etmektedir. K-1 seramik örneğinde $g = 6$ bölgesindeki hematit piki ve $g = 9$ bölgesindeki manyetit piki gözlenmemiştir.



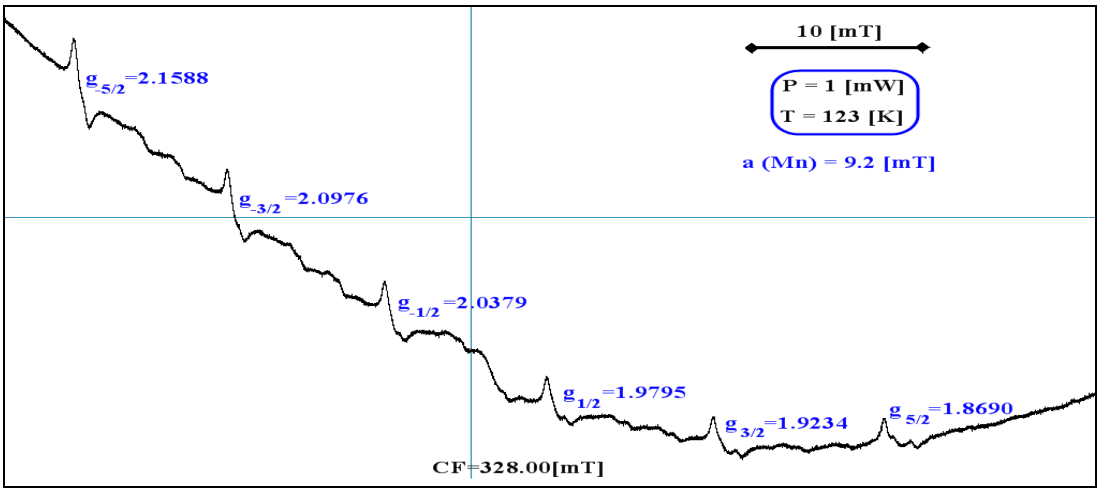
Şekil 17. Işınlanmamış-doğal K-1 örneğinin 123K sıcaklığında ESR spektrumları

K-2 için 1mW mikrodalga gücünde oda sıcaklığında ve 123K sıcaklığında kaydedilen spektrumlar Şekil 18'de verilmiştir. 300K sıcaklığında alınan spektrumda spektroskopik yarılma çarpanı $g = 4.3$ ve $g = 2.7$ olan hematit pikleri gözlenmektedir. Aynı pikler 123K sıcaklığında da vardır ancak bu sıcaklıkta $g = 4.3$ pikinin sinyal şiddeti artarken $g = 2.7$ pikinin sinyal şiddeti azalmıştır. Bu piklere ek olarak $g = 9.3$ değerinde manyetit piki gözlenmiştir.



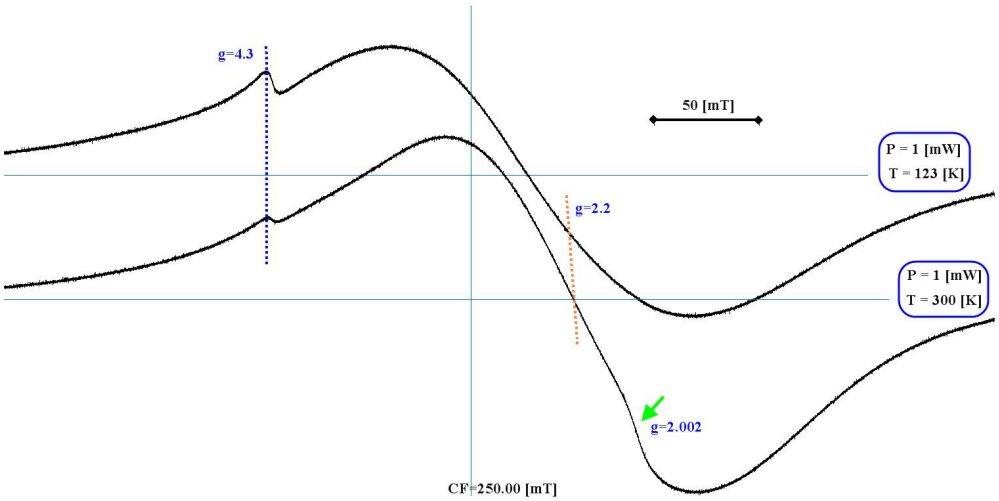
Şekil 18. Işınlanmamış K-2 doğal örneğinin 123K ve 300K de ESR spektrumları

K-1 örneğinden farklı olarak K-2 seramik örneğinde $g = 2.7$ hematit pikinin şiddetli alan tarafında Mn^{2+} pikleri tespit edilmiştir. Bu pikleri daha net görebilmek için tarama alanı daraltılarak 123K sıcaklığında yeniden ESR spektrumu alınmış ve Şekil 19'da gösterildiği gibi piklere ait ESR parametreleri hesaplanmıştır. K-2 örneğinin bu farklı paramanyetik özelliği örneğin yapıldığı kilin K-1 seramiğinin kilinden farklı olabileceğini göstermektedir.



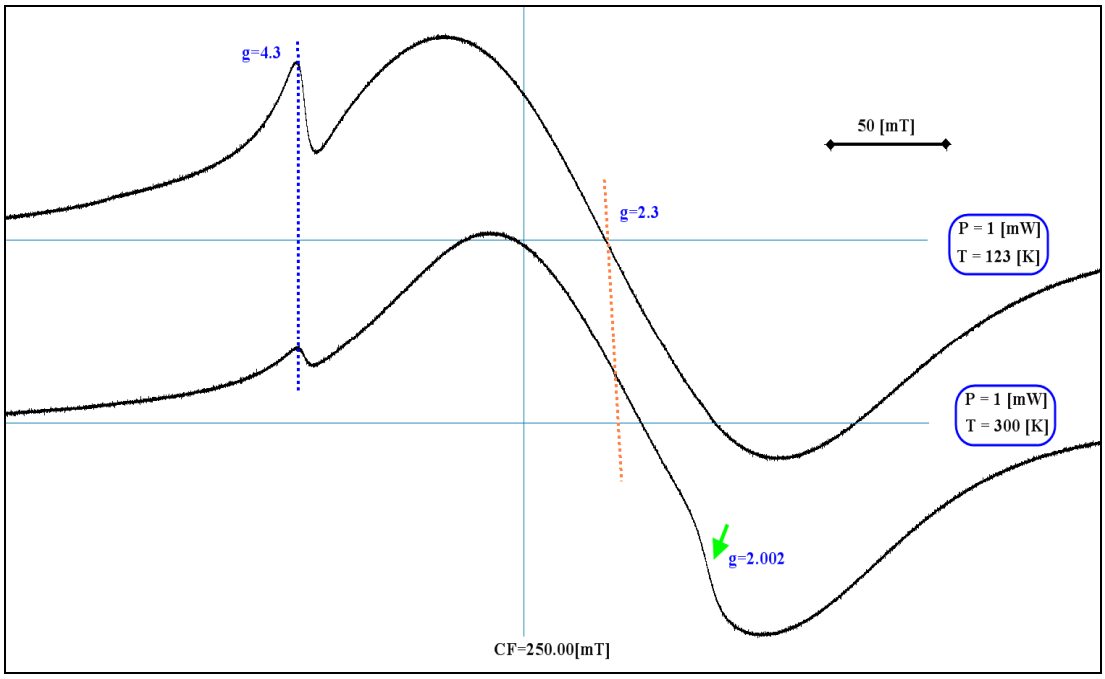
Şekil 19. K-2 örneği Mn^{2+} pikleri

K-3 seramik örneğinin 123K ve 300K sıcaklıklarında kaydedilen ESR spektrumları Şekil 20 de gösterilmiştir. Bu örnekte manyetite ait ESR sinyaline rastlanmamıştır. Hematitin ortorombik kristal alanına karşılık gelen $g = 4.3$ piki ve kübik kristal alanına karşılık gelen $g = 2.2$ piki tespit edilmiştir. Ayrıca oda sıcaklığında alınan spektrumda muhtemelen radyasyon nedeniyle oluştuğunu düşündüğümüz hematitin $g = 2.2$ pikinin altında zarflanmış ve $g = 2.002$ spektroskopik yarılma çarpanı değerine sahip bir pik görülmüştür.



Şekil 20. K-3 örneği 123K ve 300K sıcaklığında ESR spektrumları

K-4 örneğinin Şekil 21'de verilen 123K ve 300K sıcaklığında kaydedilen spektrumlarında ise K-3 de olduğu gibi hematit pikleri ve doğal radyasyon nedeniyle oluştuğu düşünülen $g = 2.002$ piki bulunmaktadır. K-3 örneğinden farklı olarak bu örnekte ortorombik kristal alana karşılık gelen $g = 4.3$ piki daha belirgindir.



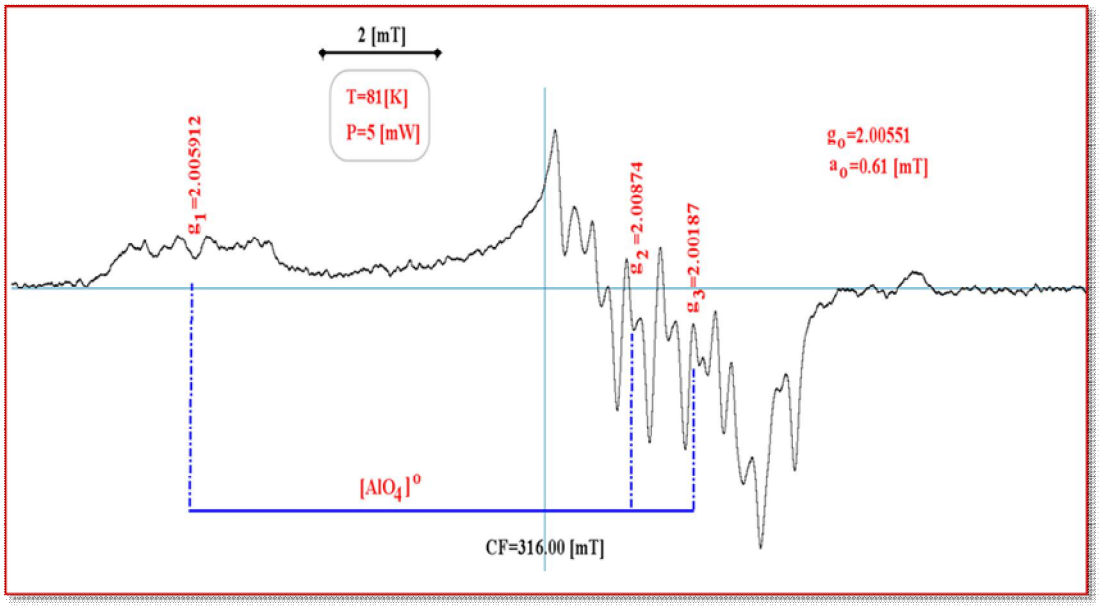
Şekil 21. K- 4 örneği 123K ve 300K sıcaklığı ESR spektrumu

K-1, K-2, K-3, K-4 örneklerinin ESR spektrumları incelendiğinde paramanyetik özellikleri açısından K-1, K-3 ve K-4'ün birbirine benzediği ancak K-2 örneğinin farklı olduğu anlaşılmıştır. K-2 örneğindeki magnetit piki nedeniyle K-2 örneğine göre K-1, K-3 ve K-4'ün daha fazla oksidize olduğu düşünülmektedir. Ayrıca K-2 örneğinde radyasyon nedeniyle oluştuğunu düşündüğümüz $g = 2.002$ piki manganın üçüncü ve dördüncü pikleri arasında belirlenemeyecek kadar zayıf şiddette gözükmektedir. Hâlbuki bu pik K-1, K-3 ve K-4 örneklerinde oldukça belirgindir. Belirlenen bu farklılıklar K-2 örneğinin K-1, K-3 ve K-4 den farklı bir arkeolojik döneme ait olabileceğini ve/veya farklı bir kil yapısına sahip olabileceğini işaret etmektedir.

5.2.3. K-1 Örneğinin 81K Sıcaklığında ESR Analizi, ESR ve OSL Teknikleriyle Tarihlendirilmesi

- **81K Sıcaklığında ESR Analizi Sonuçları**

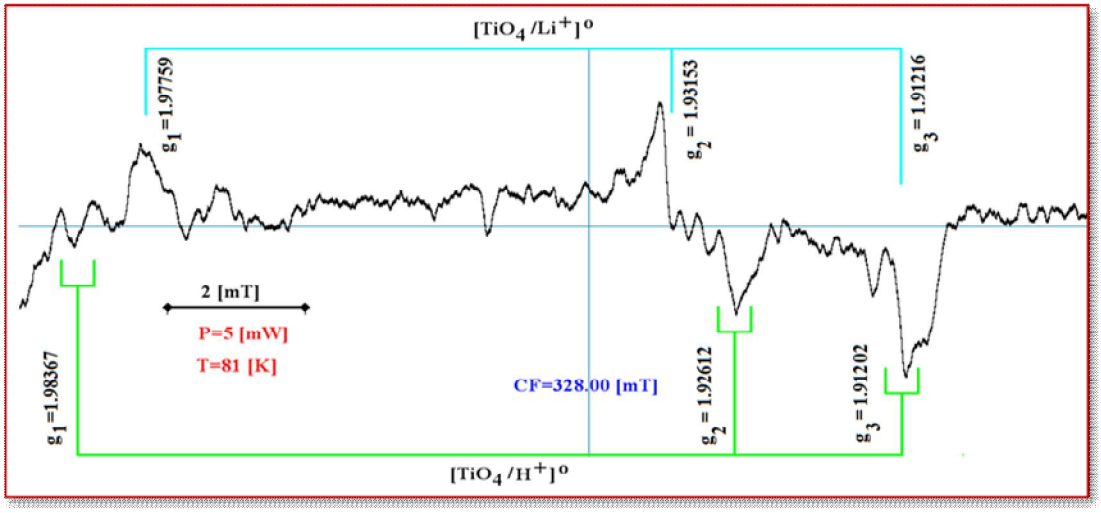
Seramik örneklerinin ESR tekniği ile tarihlendirilmesi için örnekten ayıklanan kuvars mineralleri kullanılır. Kuvars minerallerinde ESR yaş tayininde kullanılan paramanyetik merkezler $g = 2$ bölgesindedir (Rink 1997; Grün 1989; Ikeya 1993). K-1 seramik örneğinin kimyasal ve fiziksel işlemlerinin her bir adımında ESR spektrumları kaydedilmiş ve analizi yapılarak örnekten ayıklanan kuvars tanelerinin yapısında tarihlendirme çalışmaları için kullanılabilecek kararlı paramanyetik $[AlO_4]^o$, Al merkezi, bulunduğu tespit edilmiştir (Bakkal, 2014). Şekil 22'de hesaplanan ESR parametreleri ile ESR spektrumu gösterilen Al merkezinin gözlenmesi ve bu merkeze ait ESR pik şiddetinin ölçülebilir nitelikte olması bu örneklerin ESR tekniği kullanılarak tarihlendirilebileceğinin önemli bir göstergesidir (Toyoda ve Falgueres 2003; Toyoda ve ark. 2000; Bartoll ve Ikeya 1997; Ulusoy 1995). Ayrıca 81K sıcaklığında doğal K-1 örneği için alınan ESR spektrumunda $[TiO_4/Li^+]^o$, Ti-Li, ve $[TiO_4/H^+]^o$, Ti-H, merkezlerine ait pikler tespit edilmiştir.



Şekil 22. Kumyer1 arkeolojik seramik örneğindeki $[AlO_4]^o$ merkezinin ESR parametreleri

K-1 örneğine ait kuvarsta bulunan Al merkezinin ESR parametrelerinin hesabında 280Gy ışınlanmış örneğin ESR spektrumu kullanılmıştır. Al merkezinin izotropik spektroskopik yarılma çarpanı değeri $g_0 = 2.00551$ ve çekirdek spini $\frac{5}{2}$ olan Al atomu nedeniyle gözlenen aşırı ince yapı yarılmalarının izotropik değeri $a_0 = 0.61mT$ olarak hesaplanmıştır. Bulunan değerler literatürle uyum içindedir (Bartoll ve Ikeya 1997; Imai ve Shimokowa 1988; Toyoda ve Falgueres 2003; Toyoda ve ark. 2000; Dobosz ve Krzyminiewski 2007; Toyoda ve Ikeya 1991; Asagoe ve ark. 2011; Shimada 2008; Schnadt ve Rauber 1971).

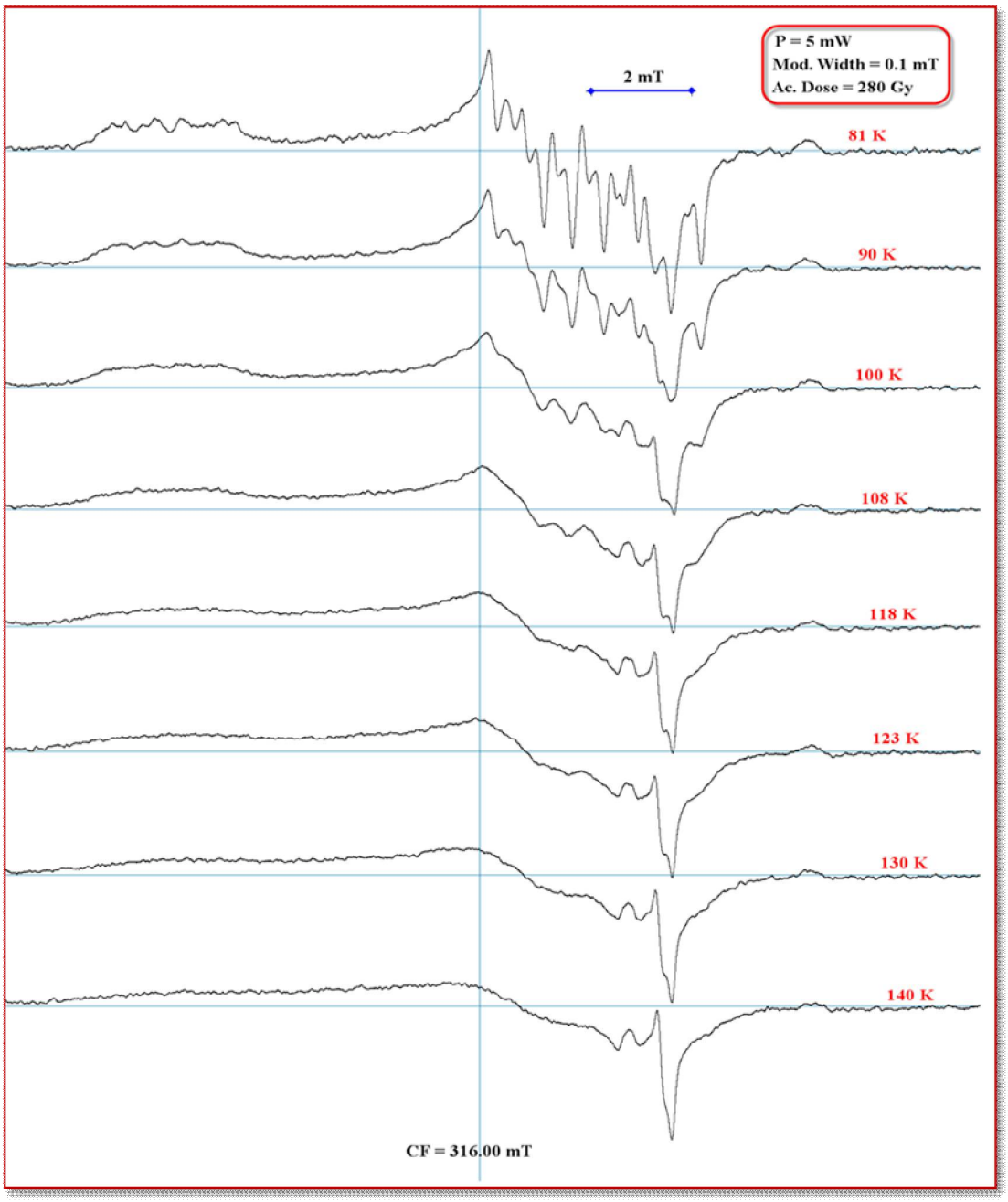
Bu örnekteki Ti-Li ve Ti-H merkezlerinin ESR parametreleri ise 200Gy ışınlanmış örneğe ait Şekil 23'de verilen spektrum kullanılarak hesaplanmış ve literatürdeki değerleriyle uyumlu bulunmuştur (Rinneberg ve Weil 1972; Okada ve ark. 1971, Isoya ve Weil 1979; Yokoyama ve ark. 2004; Toyoda ve ark. 2009; Asagoe ve ark. 2011; Tissoux ve ark. 2008; Shimada 2008; Okada ve ark. 1971)



Şekil 23. K-1 örneğinde Ti-Li ve Ti-H merkezlerinin ESR parametreleri

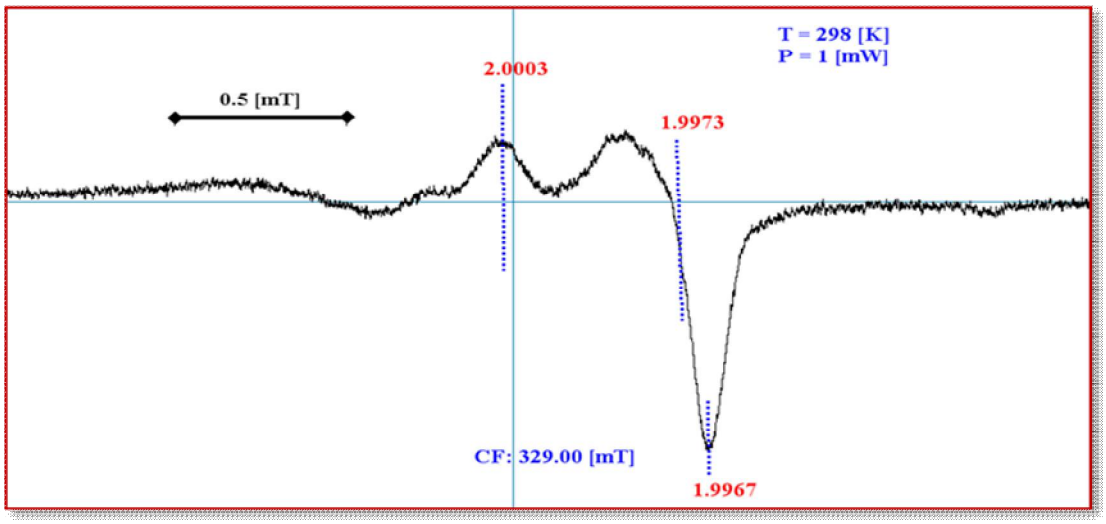
K-1 örneğindeki Al merkezi için en uygun spektrometre sıcaklığını belirleyebilmek için farklı sıcaklıklarda ESR spektrumları kaydedilmiştir. Şekil 24'te verilen spektrumlar incelendiğinde ESR tarihlendirme çalışmalarında Al merkezinin

kullanılabilmesi için 90K sıcaklığından daha düşük sıcaklıkların şart olduğu anlaşılmıştır. Aksi takdirde elde edilen yaşlar hatalı olacaktır, çünkü 90K değerinden sonra Al merkezinin sinyal şiddeti oldukça azalmaktadır.



Şekil 24. $[AlO_4]^o$ paramanyetik merkezinin sıcaklığa bağlılığı

K-1 kuvars örneğinde Al ve Ti merkezlerinin yanı sıra 140K sıcaklığında gözlenmeye başlayan ve oda sıcaklığında belirginleşen Ge merkezinin varlığı tespit edilmiştir. Safsızlık kaynaklı ve kararlı bir radikal olan $[GeO_4/Li^+]^o$, Ge merkezinin oda sıcaklığında kaydedilen ESR spektrumu ve hesaplanan ESR parametreleri Şekil 25'te verilmiştir. Bu değerler literatürdeki Ge merkezi g değerleriyle oldukça uyumludur (Tanaka ve ark. 1985; Ikeya 1993; Grün 1989; Weil ve Anderson 1961; Weil 1984; Mackey 1963; Anderson ve Weil. 1959).



Şekil 25. $GeO_4/Li^+]^o$ merkezinin oda sıcaklığında ESR spektrumu ve ESR parametreleri

Ge merkezi ışığa oldukça duyarlı bir merkezdir yani güneş ışığı ile kolayca ağartılabilir. Ağartılma radikalin sönmesi böylece sinyal şiddetinin zayıflaması anlamında kullanılır. Yani güneş ışığı Ge merkezi için sıfırlayıcı bir olaydır (Tanaka ve ark. 1985) K-1 arkeolojik seramik örneğinde Ge merkezinin gözlenmesi bu arkeolojik örneklerin güneş ışığına maruz kalmadan saklandığının önemli bir göstergesidir.

SONUÇ

Kazı ve yüzey araştırmaları esnasında sıkça ele geçen seramik örnekler belli kriterler uyarınca toplanıp tasniflenerek tarihsel kronolojinin oluşturulmasında büyük katkı sağlamaktadır. Bu doğrultuda stratigrafik açıdan söz konusu seramik buluntuların sağladığı verilere göre yerleşim sıralaması konusunda daha sağlıklı bilgilerin temin edilmesi gerçekleşmektedir. Arkeolojik bir çalışma neticesinde ele geçen seramik örneklerin yorumlanması araştırılan mekânın geçmiş hakkında pek çok bilginin ulaşılmasına olanak sağlamaktadır. Deneysel çalışmalarda elde edilen analiz sonuçları ile yapılan arkeolojik çalışmalar daha nitelikli hale getirilmiş ve dönemin seramik üretim teknolojisi hakkında detaylı bilgi elde edilmiştir. Bu amaçla, seramik örnekler için yapılan karakterizasyon ve yaş tayini araştırmalarında en doğru sonuçlara ulaşabilmek için birçok değişik yöntem uygulanmıştır.

Seramik örneklerin içeriğini belirlemek için yapılan ileri analiz teknikleri, maddenin bünyesindeki element ve minerallerin tespit ve tanısı hakkında bilgi vererek arkeolojik ve tarihsel açıdan cevap bekleyen pek çok soruya açıklık getirebilmektedir.

Kumyer ve Pendik Höyük kazı alanlarından seramik örnekleri ile birlikte toprak örneği de alınmıştır. Bu suretle alınan toprak örnekler hem insitu halde bulunan seramik örneğin 30 cm'lik çapından hem de toprak mineralojisini tespit etmek amacıyla alanın stratejik noktalarından alınmıştır. Örneğin Kumyer Mevkii'inden getirilen seramik örneklerin çevresinden alınan toprak örneklerinin yanında bölgede bulunan ve bu seramiklerin üretiminin yapıldığını düşündüğümüz seramik fırınlarının yakın çevresinden de toprak örnekleri alınmıştır. Böylece mevcut seramik örneklerin nerede üretilmiş olabileceği konusunda çok yönlü bir karşılaştırma olanağı elde edilmiştir.

Bununla birlikte elementsel ve mineralojik çalışmalar ile seramik ve toprak örneklerinin mineralojik yapısı karşılaştırılarak aynı yerde üretilip üretilmediği, minerallerin sıcaklık değerlerine bağlı olarak kimyasal değişim göstermesi sonucu pişirme sıcaklığının belirlenebilmesi ve bunun sonucunda üretim teknolojisi konusunda fikir edinebilme olanağı bulunmuştur.

Siyasi ve ekonomik gelişmelere bağlı olarak kültür gruplarının belirginleşmesiyle araştırmacılar tarafından belirlenen sınırların doğruluğu konusunda önemli saptamalar yapılabilmiştir. Ancak Kumyer Mevkii'nin bulunduğu bölge için şu ana kadar herhangi bir tanımlama yapılamamış, dönem ve kültürel açıdan herhangi bir bakış açısı geliştirilememiştir. Bu çalışmada uygulanan yaş tayini analizi ile bölgenin dönemi ile ilgili kronolojik bir çıkarım sağlanmış, aynı zamanda seramik malzeme üzerinde yürütülen karakterizasyon çalışmalarıyla dönemin seramik üretim teknolojisi belirlenmiştir. Elde edilmiş olan bu sonuçlar, dönemi ve kültür grupları ortaya konulmuş olan civardaki bölgelerin malzemeleri üzerinde, ileride yapılacak karakterizasyon çalışmaları ile karşılaştırma ve eşleştirme olanağı sunmaktadır. Bu doğrultuda bölgeler arasındaki kültürel alışverişler ve sosyal etkileşimler ortaya çıkarılacaktır. Dolayısı ile bölgenin konumu arkeolojik açıdan netleşmiş olacak ve ileride yapılacak olan çalışmalara daha doğru bir yön kazandırılmış olacaktır.

Kumyer seramik örneği üzerinde yapılmış olan karakterizasyon çalışmaları ile örneğin kil içeriği belirlenmiştir. Hamur (bağlayıcı/kil) %60- 65 oranında olan örnekte %35-40 oranında dolgu ve katkı olarak 2 mm boyuta kadar agrega katılmıştır. Agrega olarak kum ve mermer kırığı kullanıldığı saptanmıştır. Örnek içerisinde agrega olarak kullanılmış olan taş kırıklarının (mermer kırığı) köşeli, belli boyuta kadar olması ve dokuda homojen dağılım göstermesi, kile elenerek ve bilinçli olarak ilave edildiğini göstermektedir. Ayrıca örnek içerisindeki parçacıkların 2 mm boyuta kadar olmasından da kilin kullanılmadan önce elendiği veya daha iri parçaların ayıklandığı anlaşılmaktadır.

Örneğin hazırlanmış olan kesitinde, hamurda gözlenen renk farklığının seramiğin pişirilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Örnekte, pişirilirken aynı derecedeki sıcaklığa maruz kalmamasına rağmen çatlak gözlenmemsi agrega olarak kullanılmış olan köşeli mermer kırıklarının varlığından kaynaklanmaktadır.

Plastiklik özelliği yüksek olan killerin dokusun sıkı veya gözeneksiz olması kurutma ve pişirmede zorluklar çıkarmakta ve ayrıca saf haldeki kil hamurları kuruyup pişirildikten sonra aşırı rötre yapmaktadır (çok büzülmektedir). Rötreyi ve bundan dolayı oluşabilecek olan çatlamaları önlemek amacıyla kil hamurunun içerisine antiplastik materyal adı verilen katkı (saman, kömür tozu vb) maddeleri

ilave edilmektedir. Bu katkı maddelerinin yüksek sıcaklıklarda yanması sonucunda malzemeye hafif ve gözenekli bir yapı kazandırılır. Yine aynı amaçla kil hamurlarına şamot (seramik/tuğla) parçacıkları ve tozu ilave edildiği bilinmektedir. Katkı ve dolgu/agrega maddeleri (kum, seramik ve taş kırığı, vb) olarak kile eklenen maddeler antiplastik etki oluşturmanın yanında özellikle kum greleşmeyi güçleştirmektedir (Artel, 1969: 143).

Bu çalışmada incelenmiş olan seramik örneklerinde tespit edilmiş olan katkı ve dolgu maddelerinin kil hamuru içerisine bilinçli olarak katıldığını göstermektedir. Kumyer'den alınmış olan K–1 no'lu seramik örneğinin kil hamuru içerisinde, %35-40 oranında bulunan ve 2 mm boyuta kadar olan agregalar, kum, mermer ve kireçtaşı kırıklarından oluşmaktadır. Agregaların belli bir boyuta kadar olması, dengeli dağılımı, taş kırıklarının köşeli olması bize kilin kullanılmadan önce elenerek büyük parçacıklardan arındırıldıktan sonra kalan kısım içerisine elenmiş taş kırıkları ve kumdan oluşan agregaları dolgu olarak ilave ettikleri anlaşılmaktadır. Örnekteki homojen doku (agregaların dengeli dağılımı), kile agregaların ilave edildikten sonra elde edilen karışımın homojen biçimde karıştırıldığını göstermektedir. Buna bağlı olarak bu dönemin ustalarının pişmiş topraktan malzeme üretimi konusunda bilinçli oldukları anlaşılmaktadır.

Bu değerlendirmelere ek olarak, Kumyer (K–1) no'lu seramik örneği üzerinde yapılmış olan **XRD** analizi ile örneğin içeriğinde kuvars, kalsit, albit, ortoklaz, ferroan ve flogobit mineralleri tespit edilmiştir. Kuvars minerali kilin içeriğindeki safsızlıklardan ve dolgu olarak ilave edilmiş olan kumdan kaynaklanmaktadır. Kalsit minerali, hamura yine dolgu olarak ilave edilmiş olan mermer kırıklarından kaynaklanmaktadır. Albit, ortoklaz, ferroan ve flogobit mineralleri ise seramik yapımında kullanılmış olan kilin kendi içeriğinden kaynaklanmaktadır.

SEM-EDS analizinde örneğin içeriğinde %47,46 ve %49,92 oranında SiO_2; %16,57 ve %32,86 oranında Al_2O_3; %7,47 ve %2,24 oranında FeO; %1,10 ve %5,59 oranında CaO; %3,25 ve %0,70 oranında TiO_2; % 1,08 ve %0,39 oranında K_2O ve % 0,86 oranında MgO tespit edilmiştir. Örnekte tespit edilen %1,43 ve %3,26 oranındaki UO_2 seramik yapımında kullanılan kilin ve/veya agregaların yapısındaki

radyoaktivitesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca örneğin bir kısmında yüksek oranda tespit edilen GeO_2 (% 25,80) diğer kısımlarında bulunmamaktadır.

ICP-MS analizi ile örneğin içeriğinde % 54,90 oranında SiO_2; %22,18 oranında Al_2O_3; %3,72 oranında FeO; %2,08 oranında CaO; % 0,93 oranında MgO % 1,04 oranında TiO_2; % 2,58 oranında K_2O, %0,02 oranında MnO ve %0,013 oranında Cr_2O_3 tespit edilmiştir.

Örneğin içerisinde tespit edilen fosfatın (fosfat içeren sedimanter kayaçlarının ayrışıp sürüklenerek kil yataklarına karışması ya da ölen canlıların toprağa karışması sonucu) ve sodyumun (Na_2O) kilin cinsinden ve içerisindeki safsızlıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Örnekte tespit edilen uranyumun (4,9 ppm) ve toryumun (22,07 ppm) kilin yapısındaki radyoaktiviteden kaynaklanmaktadır.

K–1 nolu örnek sonuçları ile aynı bölgeden (Kumyer Mevkii) alınmış olan üç seramik örneğinin (K–2, K–3, K–4) ICP-MS analiz sonuçları karşılaştırıldığında, içerik olarak benzerlik gösterdikleri saptanmıştır (bkz. Tablo 6). Dolayısı ile bu dört örneğin yapımında kullanılmış olan kilin aynı kil yatağından alındığı ve kil hamuru içerisine dolgu olarak benzer nitelikte agregaların karıştırıldığı anlaşılmaktadır.

Ayrıca K–1 no'lu örneğin yaklaşık 30 cm çapından alınmış olan toprak örneği üzerinde de ICP-MS analizi yapılmıştır. Bu analiz değerleri karşılaştırıldığında toprak örneğinde Al_2O_3 (%13,16), Ba (416 ppm), Th (13,3 ppm) ve U (2,0 ppm) oranının incelenmiş olan seramik örneğinden daha düşük olduğu; CaO oranı (%13,24) ile kızdırma kaybı oranının (%17,0) ise daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Dolayısıyla buradaki toprağın, örneğin yapılmış olduğu kilden daha fazla kireçli bir yapıya sahip olduğu belirlenmiş olmakla birlikte diğer element değerleri nispeten benzerlik göstermektedir. Seramik örneğindeki toryum ve uranyum değerlerinin topraktan daha yüksek değerlere sahip olması seramik toprağının hazırlanması sırasında zenginleşmesinden ve pişirilmesinden kaynaklanmaktadır.

IR analizi ile Kumyer örneklerinde genel olarak montmorillonit ve illit tespit edilmiş olup bir örnekte krom sülfat bulunmaktadır.

Pendik Höyük'ten alınmış olan örnekler Bizans Dönemi ve Neolitik Dönem olmak üzere 2 farklı döneme aittir. Bu örnekler üzerinde genel analizlere ek olarak yapılmış olan ileri analizlerden **XRD** analizi ile elde edilen sonuçlar petrografik

değerlendirmeleri desteklemiştir. Bu analiz sonucunda örneklerde genel olarak kuvars, kalsit, muskovit, sanidin albit, montmorillonit, ortoklaz, böhmit, kristobalit, magnezyum, magnetit, prototoenstatit, klinoenstatit mineralleri tespit edilmiştir.

Tespit edilmiş olan bu minerallerden kalsit minerali örneklerin kil hamuru içerisine dolgu niteliğinde ilave edilmiş olan mermer kırıklarından kaynaklanmaktadır. Neolitik döneme tarihlendirilen 2 örnekte kristobalit, 1 örnekte klinoenstatit ve bir örnekte de protoenstatit tespit edilmiştir. 900 ^{o}C'nin üzerindeki sıcaklıklarda oluşan kristobalit ile 1000 ^{o}C'in üzerindeki sıcaklıklarda oluşan klinoenstatit ve protoenstatitin örneğin üretilmiş olduğu kilin (bu maddelerin minerali içeren kayaçların ayrıştıktan sonra doğal yollardan sürüklenerek kil yatağına karışması veya kil yatağının bu minerali içeren kayaçların ayrışarak sürüklenip çökelmesi sonucu oluşması) içeriğinde bulunduğu düşünülmektedir. Tespit edilmiş olan diğer mineraller seramiklerin üretildiği kilin içeriğinden kaynaklanmaktadır.

SEM-EDS analizinde, örneklerin belirlenmiş olan alanlarından ve noktalarından (kil kısmı, dolgu ve katkı maddeleri üzerinden) SEM görüntüsü alındıktan sonra EDS analizi yapılarak bu alanların içeriği tespit edilmiştir. SEM-EDS analizinde, element olarak alınan değerler oksitlerine çevrilerek tablo haline getirilmiştir (Tablo 4). Bu analiz sonuçları, yapılmış olan diğer analizlerin sonuçlarının doğruluğunu desteklemiştir. Örneklerin üretilmiş olduğu kil ve bu kil hamuru (bağlayıcı) içerisine katılmış olan dolgu ve katkı maddelerinin nitelikleri belirlenmiştir. Örneklerin üretiminde dolgu ve katkı maddesi olarak mermer kırığı karbonatlı parçacıklar, seramik kırıkları olduğu tespit edilmiştir.

Pendik Höyük'ten alınmış olan örnekler yapılan arkeolojik ve deneysel çalışmaların sonuçlarına göre Neolitik Dönem ve Bizans Dönemi olmak üzere 2 farklı döneme aittir. Buna bağlı olarak Pendik Höyük seramik örnekleri 2 ana grup olarak sınıflandırılabilir.

Bu iki grup, petrografik ve mikroskop altında yapılan görsel analizler, örneğin genel dokusu, hamur rengi, agrega boyut, dağılım ve nitelikleri ile yapılmış olan ileri analiz sonuçlarına bağlı olarak alt gruplar halinde sınıflandırılmıştır.

Grup 1

Neolitik döneme seramik örneklerini oluşturan bu grup örnek 1, 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13 ve 14 nolu örneklerden oluşmaktadır. Bu grubu oluşturan örneklerin dokuları homojen olup agrega olarak kum, taş kırığı ve bazı örneklerde seramik kırıkları (şamot) kullanılmıştır.

Bu örnekler üzerinde petrografik incelemelere ek olarak yapılan **XRD** analizi ile örneklerde genel olarak kuvars, kalsit, muskovit, sanidin albit, montmorillonit, ortoklaz, böhmit, kristobalit, magnezyum, magnetit, prtotoenstatit, klinoenstatit mineralleri tespit edilmiştir. **XRD** analizi ile elde edilen sonuçlar petrografik değerlendirmeleri desteklemiştir.

IR analizi ile Pendik Höyük örneklerinde illit, montmorillonit, silikat, karbonat, magnezyum ve florisil tespit edilmiştir.

Bu grup deneysel çalışmalar sonucunda içerik ve niteliklerine bağlı olarak 2 alt grup altında sınıflandırılmıştır.

1A grubunu oluşturan 1, 2, 8, 12 ve 13 nolu örneklerin içeriğindeki agrega oranı, 13 nolu örnekte %55-60 oranında, 1 nolu örnekte %55 civarında, 2 ve 8 nolu örneklerde ise %45 civarındadır. Bu grup örneklerde kullanılmış olan agregalar çeşitli renkte, köşeli ve az köşeli, geneli (örnek 1, 2, 8) 2 mm boyuta kadar kum ile kireçtaşı ve mermer kırıklarından oluşmaktadır. Ancak 13 Numaralı örneğin agrega nitelikleri benzer olmakla birlikte çok azı 2 mm boyuta kadar olup geneli 1 mm elek altıdır. 2 nolu örneğin içeriğinde ise şamot parçacıkları (seramik kırığı) saptanmıştır.

XRD analizi ile tespit edilmiş olan kalsit minerali örneklerin kil hamuru içerisine dolgu niteliğinde ilave edilmiş olan mermer kırıklarından kaynaklanmaktadır. Neolitik döneme tarihlendirilen 2 örnekte kristobalit, bir örnekte de protoenstatit tespit edilmiştir. 900 ^{o}C'nin üzerindeki sıcaklıklarda oluşan kristobalit ile 1000 ^{o}C'in üzerindeki sıcaklıklarda oluşan protoenstatitin örneğin üretilmiş olduğu kilin (bu maddelerin, kristobalit ve protoenstatit içeren kayaçların ayrıştıktan sonra doğal yollardan sürüklenerek kil yatağına karışması veya kil yatağının bu maddeleri içeren kayaçların ayrışarak sürüklenip çökelmesi sonucu oluşması) içeriğinden ya da dolgu olarak kullanılmış olan kayaç parçacıklarından

kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca bir örnekte varlığı saptanan klinoenstatit maddesinin yine aynı şekilde kili oluşturan kayaçlardan (kilin hammaddesinden) kaynaklandığı düşünülmektedir. Kuvars minerali varlığı hem kilden (safsızlık olarak) hem de dolgu olarak karıştırılmış olan kum parçacıklarından kaynaklanmaktadır. Tespit edilmiş olan diğer mineraller seramik örneklerinin üretildiği kilin içeriğinden kaynaklanmaktadır.

SEM-EDS analizinde, örneklerin belirlenmiş olan alanlarından ve noktalarından (kil kısmı, dolgu ve katkı maddeleri) SEM görüntüsü alındıktan sonra EDS analizi yapılarak bu alanların içeriği tespit edilmiştir. SEM-EDS analizinde, element olarak alınan değerler oksitlerine çevrilerek tablo haline getirilmiştir (bkz. Tablo 4). Örneklerin üretilmiş olduğu kil ve bu kil hamuru (bağlayıcı) içeriğine katılmış olan dolgu ve katkı maddelerinin nitelikleri belirlenmiştir. Örneklerin kil hamuru içeriğinde dolgu ve katkı maddesi olarak kum, mermer kırığı, karbonatlı parçacıklar ve seramik kırıklarının bulunduğu tespit edilmiş ve bu analiz sonuçları yapılmış olan diğer analiz sonuçlarının doğruluğunu desteklemiştir. SEM-EDS analizinde örneklerin noktasal olarak taranan bölgelerinde CaO değerinin çok yüksek çıkması karbonatlı parçacıklar ve mermer kırığından, FeO değerinin çok yüksek olması ise kırmızı demiroksitli parçacıklardan (hematitlerden) kaynaklanmaktadır. Örneklerin alansal olarak SEM-EDS analizi yapılmış olan bölgelerin içeriklerinin oranları birbirine yakınlık göstermektedir.

1B grubunu oluşturan 4, 5, 6, 7, 9 ve 10 nolu örneklerin içeriğindeki agrega nitelikleri benzer olmakla birlikte agrega oranları farklılık (4: %30-35, 5: %25 civarında, 6: %50-55 oranında, 7: %40 civarında, 9: %45 civarında ve 10: %50 civarında) göstermektedir.

Bu grup içerisindeki örneklerde agrega olarak mermer kırığı ve karbonatlı parçacıklar ile metamorfik kayaç parçacıkları bulunmaktadır. Çeşitli renkte ve köşeli olan agregaların boyutları genel olarak 2 mm boyuta kadardır. 7 nolu örneğin agregaları çok az 3 mm olmak üzere geneli 2 mm boyuta kadardır. 6 ve 9 nolu örneklerin agregaları ise benzer niteliklerde olup 1 mm boyuta kadardır.

Örneklerin alansal olarak SEM-EDS analizi yapılmış olan bölgelerin içerikleri benzer oranlardadır. SEM-EDS analizinde örneklerin noktasal olarak

taranan bölgelerinde CaO değerinin çok yüksek çıkması karbonatlı parçacıklar ve mermer kırığından, FeO değerinin çok yüksek olması ise kırmızı demiroksitli parçacıklardan (hematitlerden) kaynaklanmaktadır.

XRD analizi ile 4 numaralı örneğin içeriğinde tespit edilmiş olan protoenstatitin, petrografik analizle örneğin agregaları içerisinde saptanmış olan granitik ya da metamorfik nitelikli kayaç parçacıklarından kaynaklanmış olduğu düşünülmektedir.

Grup 2

Bizans dönemine ait 3 ve 11 nolu örnekler bu grup içerisinde yer almaktadır. Homojen dokulu ve agrega oranı % 20 civarında olan bu örnekler 2 alt grupta sınıflandırılmıştır.

2A grubu olarak değerlendirilen 3 nolu örneğin petrografik analizinde içeriğindeki çok küçük boyutlu olan parçacıkların çok ince taneli <250 μ kuvarslar olduğu saptanmıştır. SEM-EDS analizinde CaO oranı yüksek olan bu örnekte XRD analizi ile kalsit minerali tespit edilmesi örneğin kil hamuru içeriğine mermer tozu ilave edildiğini düşündürmektedir.

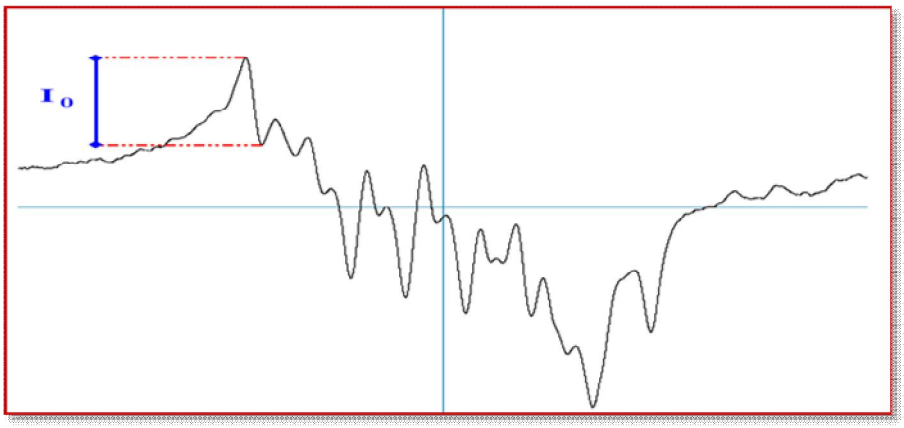
2B grubu olarak değerlendirilen 11 nolu örnekte agrega boyutları, çok az 1 mm olmak üzere 500 μ boyuta kadardır. Örnek 3'e göre daha sıkı dokulu olan örneğin içeriğindeki agregalarının çoğu kuvars olup az miktarda karbonatlı ve feldspatlı parçacıklardır. SEM-EDS analizinde noktasal olarak taranmış alanda çıkan yüksek değerdeki SiO oranı, incelenen kısmın kuvars olduğunu göstermektedir. Dolayısıyla yapılmış olan analizler birbirini doğrulamaktadır.

Bu gruplandırmaya ek olarak yine Pendik bölgesinden alınmış olan 14 nolu örnek içerisinde kıtık (saman vb. organik lif katkı) tespit edilmiş ve SEM-EDS analizi ile görüntüsü alınmıştır. Pişme derecesinin düşük olduğu anlaşılan örneğin içerisinde XRD analizi ile kuvars, kalsit, magnezyum ve muskovit mineralleri tespit edilmiştir. ICP-MS analizinde, Al_2O_3 %17,43; SiO_2 %60,42; Fe_2O_3 %7,12; CaO %1,81; K_2O %2,12; TiO_2 %0,84; Th 9,4 ppm; U 2,2 ppm miktarında tespit edilmiştir. Örneğin kızdırma kaybı ICP-MS analizi ile %7,6 oranında bulunmuştur.

Bütün bu değerlendirmelerle birlikte, Pendik'ten alınmış olan ancak miktar yetersizliğinden dolayı diğer analizleri yapılamadığı için gruplandırma içerisine dahil edilmeyen örnekler üzerinde yapılmış olan **ICP-MS** analizi **(Tablo 6)** ile örneklerin içeriğinde SiO_2 %38,94 ile %60,42; Al_2O_3 %10,88 ile %17,43; Fe_2O_3 %3,82 ile %14,81; MgO %0,57 ile %1,39; CaO %1,70 ile %17,99; K_2O %1,19 ile %2,75; TiO_2 %1,00 ile %0,41; MnO %0,05 ile %0,24; Cr_2O_3 %0,010 ile %0,017; Th 7,4 ppm ile 18,5 ppm; U 1,8 ppm ile 4,00 ppm oranları arasında değişmektedir. Örneklerin kızdırma kaybı oranı %7,7 ile %18,8 arasındadır. ICP-MS analiz ile tespit edilen diğer elementlerin miktarları da genel olarak nispeten benzerlik göstermektedir. Ayrıca 14 ve 16 nolu örneklerin yaklaşık 30 cm çapından alınmış olan toprak örnekleri üzerinde de ICP-MS analizi yapılmıştır. Toprak örneklerinde CaO oranı %16,10 ile %20,19 arasında, kızdırma kaybı oranı ise %17,6 ile %22,2 arasında bulunmuştur. Dolayısıyla buradaki toprağın kireçli bir yapıya sahip olduğu saptanmıştır. Ayrıca bu örnekler içerisindeki Th oranı 8,8 ppm ile 8.0 ppm; U oranı ise 1,6 ppm ile 17 ppm oranları arasında bulunmuştur. Toprak örnekleri içinde ki baryum oranı seramik örneklerinden daha düşük oranda tespit edilmiş olup diğer elementlerin oranı değişmekle birlikte nispeten benzerlik göstermektedir.

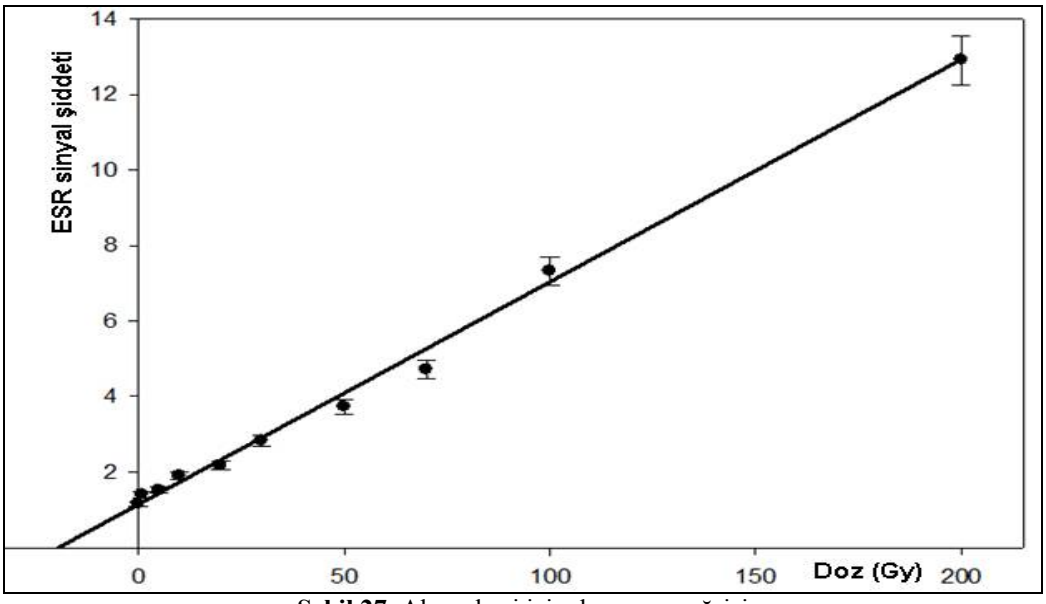
Karakterizasyon çalışmalarının uygulanan tarihlendirme çalışmalarının (**ESR ve OSL)** değerlendirme sonuçları aşağıda detaylı olarak verilmiştir.

K-1 kuvars örnekleri 100mg olacak şekilde paketlenerek TAEK Çekmece Nükleer Araştırma Merkezi'nde bulunan ^{60}Co gama kaynağıyla 0.5, 1, 3, 5, 10, 20, 30, 50, 100, 200 Gy dozlarında ışınlanmıştır. Doğal ve ışınlanmış örneklerin ESR spektrumları tarihlendirmede Al merkezinin spektrumunu kullanmak amacıyla 81K (-192 ^{o}C) sıcaklığında kaydedilmiştir. Farklı dozlarda ışınlanan örnekler için elde edilen spektrumlarda Al merkezinin ilk pikinin sinyal şiddeti ölçülmüş ve elde edilen değerlerin doza bağlı grafiği (doz-cevap eğrisi) çizdirilerek en küçük kare fit yöntemiyle Eşdeğer Doz (ED) değeri hesaplanmıştır. Şekil 26'da bu çalışmada kullanılan ESR pik şiddeti ölçümü verilmiştir.



Şekil 26. K-1 örneğinde Al merkezi için kullanılan ESR pik şiddeti

Farklı dozlarda ışınlanan örneklerin ESR spektrumları kaydedilirken 125 µm tane boyutundaki kuvars tanelerinin manyetik alan içindeki yönelime bağlılığından yani tek kristal etkisinden kurtulmak için ESR tüpü içindeki örnekler 35^{o} aralıklarla döndürülerek 5'er kez ölçüm alınmıştır. ESR sinyal şiddeti ise bu 5 ölçümün ortalaması olarak hesaplanmıştır. Böylece yönelim nedeniyle oluşacak hatanın önüne geçilmiştir. Şekil 27'de Al merkezi için çizdirilmiş olan doz-cevap eğrisi verilmiştir.



Şekil 27. Al merkezi için doz-cevap eğrisi

K-1 arkeolojik seramik örneklerinde yaş tayini için en uygun paramanyetik merkez kararlı $[AlO_4]^{o}$ hol merkezidir. Al merkezinin doz-cevap eğrisi "en küçük

kare benzetişim yöntemi" kullanılarak verilerin sıfır ordinata ekstrapolasyonu ile y=ax+b gibi bir denkleme uyduğu bulunmuştur. $[AlO_4]^o$ hol merkezi için hesaplanan "*eşdeğer doz*", ED= 22.5 ± 1.2 Gy büyüklüğündedir.

K-1 örneğinin tarihlendirilmesi yani toplam doz büyüklüğüne kaç yılda ulaşıldığını bulmak için örneğin bir yılda soğurduğu doz (D) hesaplanmıştır. Yıllık doz (D); iç doz ($D_{iç}$), dış doz ($D_{dış}$) ve kozmik doz (D_{kozmik}) toplamından oluşur. $D_{iç}$ örnek içindeki, $D_{dış}$ örneğin çevresindeki toprakta bulunan ^{238}U, ^{232}Th ve ^{40}K elementlerinden kaynaklanırken, D_{kozmik} kozmik ışınlar nedeniyle oluşur (Grün, 1989).

Örneğin yıllık doz hızını belirlemede kullanılan U, Th ve K konsantrasyonları, TAEK Sarayköy Nükleer Araştırma Merkezi-Radyoaktif Ölçüm ve Analiz Biriminde bulunan Gama Spektrometresi ile tespit edilmiştir. Örneğin alındığı Kumyer Mevkii deniz seviyesinden 450m yükseklikte 37^oK 28^oE koordinatlarında olduğu için kozmik doz hızı;

$$D_{kozmik} = 0.20 \frac{mGy}{a}$$

olarak alınmıştır. Örneklerin hem ESR hem de OSL için tane boyu düzeltmesi (Mejdahl, 1979), nem düzeltmesi (%nem = 28.26 ve F=0.1) ve 1 ppm ^{238}U, ^{232}Th ve ^{40}K radyoaktif elementleri için α, β ve γ ışınları doz hızlarına ait nükleer veri tablosu (Guerin ve ark., 2011) göz önüne alınarak ve seramik içindeki ve etrafından alınan topraktaki U, Th, K miktarları ve doz hızı denklemleri (Aitken, 1985) kullanılarak K-1 örneği için yıllık doz değeri ESR tarihlendirme için;

$$D = 4,75 \pm 0,36 \frac{mGy}{a}$$

ve OSL tarihlendirme için;

$$D = 4,68 \pm 0,35 \frac{mGy}{a}$$

olarak hesaplanmıştır. Tablo 7' de seramik ve toprak içindeki radyoaktif çekirdek konsantrasyonları ve hesaplanan doz hızı değerleri verilmiştir.

Örnek	Radyoaktif çekirdek konsantrasyonu (Bq/kg)			Nem (%)		Tane boyu (µm)	Doz hızı (Gy/ka)			
	U	Th	K				Beta	Gama	Kozmik	Toplam
Seramik (Kumyer1)	72.4 ±7.3	73.3 ± 7.2	708 ± 82	2.8	OSL için	140	2.88	0.41	0.20	4.68
					ESR için	90	2.95			4.75
Toprak	50.1 ±5	50.3 ±4.9	577 ±78	2.1			-	1.19		

Tablo 7. Seramik ve toprak için radyoaktif çekirdek konsantrasyonları ve doz hız verileri

K-1 örneğinin ESR yaşı; D yıllık doz ve $[AlO_4]^o$ hol merkezi için hesaplanan ED eşdeğer doz kullanılarak $\mathbf{T_{ESR}= 4750 \pm 400}$ **yıl** olarak bulunmuştur.

Bu tez çalışmasında ESR tekniği ile tarihlendirme yapılırken herhangi bir sorunla karşılaşılmamış ancak kıyaslama amacıyla K-1 örneği OSL tekniği kullanılarak da tarihlendirilmiştir.

K-1 seramik örneği OSL tekniği ile iyileştirilmiş SAR (Tek Tablet Yineleme) protokolü kullanılarak tarihlendirilmiştir. Dış yüzeyi yaklaşık 20 mm kazındıktan sonra orta kısımdan çıkarılan kalın tanecikli (135 µm) kuvars mineralleri kullanılarak örnekteki eşdeğer doz, ED= 19.2 ± 1.5 Gy olarak belirlenmiştir. Örnekler agat havanda öğütülerek 90–180 mikron boyutlarında elenmiştir. Elenen örneklerin XRD spektrumu çekilmiş ve örnekte en çok bulunan mineralin kuvars (SiO_2) olduğu belirlenmiştir. Bunun üzerine "standart coarse grain (standart kaba tanecik) kuvars örnek hazırlama protokolü" uygulanmıştır.

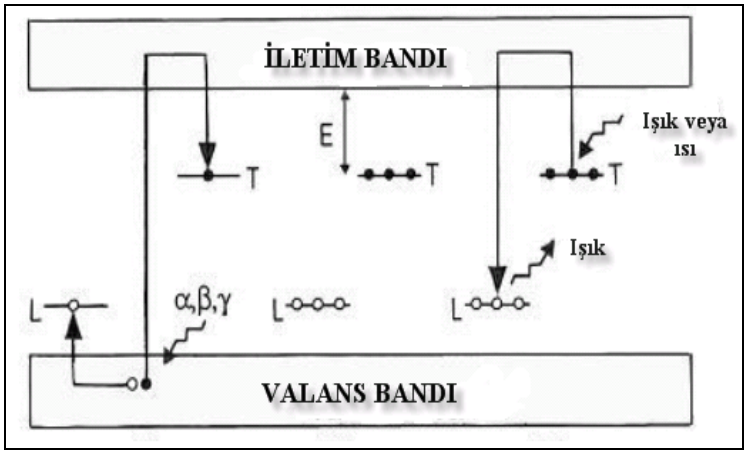
OSL Tekniğinde Eşdeğer Doz Belirlenirken;

Ölçümler, 7,5 mm kalınlığında Hoya U-340 filtresi yerleştirilmiş Riso TL/OSL DA 20 okuyucunda 590 nm dalga boyundaki kontrollü ışık altında yapılmıştır. Örneklerin laboratuvardaki dozlamalarında kullanılan Sr-90 Beta kaynağının kalibrasyonu Riso Ulusal Laboratuarından gönderilen standart kuvars mineralleri kullanılarak yapılmış ve kaynağın doz hızı yaklaşık;

$$0{,}14\ \frac{Gy}{s}$$

olarak belirlenmiştir. Ölçümler için kuvars örnekleri paslanmaz çelik diskler üzerine silikon sprey yardımıyla yapıştırılmıştır. IR (Infrared) check yöntemi ile örneklerden saf kuvars minerallerinin etkin bir şekilde ayrılabildiği gözlenmiştir. Dose recovery yöntemi ile örneğe verilen dozun örnekten etkin bir şekilde alınabildiği gözlenmiştir. Uygun ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için örnekler 160–300 °C sıcaklık aralığında 10 saniye tutulmuş ve ön ısıtma sıcaklığı, 260 °C olarak belirlenmiştir (5 °C/sn ısıtma hızında). Ardından standart 20 alikot kullanılarak SAR (Single Aliquot Regeneration) protokolü ile örnekte depolanan eşdeğer doz belirlenmiştir.

Luminesans işlemlerinde enerji diyagramları Şekil 4.12 de verilmiştir. Şekil basitçe bir katı yapısını göstermektedir ve Lüminesans emisyon basitçe anlatılmıştır.



Şekil 28. Lüminesans işlemlerinde enerji diyagramı

Örneğin OSL yaşı; Eşdeğer doz (ED) ve yıllık doz (D); T=ED/D ifadesinde kullanılarak örneğin OSL yaşı $\mathbf{T_{OSL}= 4100 \pm 400}$ **yıl** olarak hesaplanmıştır.

K-1 Örneği Tarihlendirme Sonuçlarının Yorumu

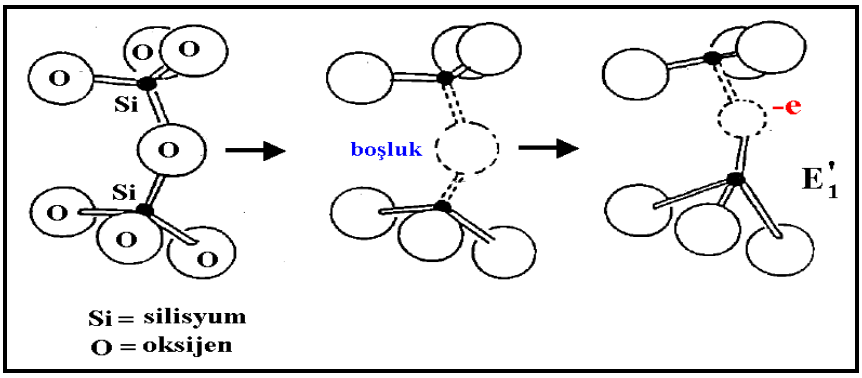
Tablo 2'de K-1 örneği için hesaplanan ESR ve OSL yaşları verilmiştir. Hem ESR hem de OSL tekniği mutlak tarihlendirme yöntemi olarak kullanılır ancak tarihlendirme çalışmalarında izledikleri yol birbirinden farklıdır. K-1 örneği için her iki tarihlendirme yönteminden elde edilen sonuç örneğin Tunç çağına ait olduğunu doğrulamaktadır. Bunun yanı sıra Kumyer Mevkii'nden çıkarılan diğer arkeolojik örnekler ve K-1 seramiği için yapılan stil kritiği ESR tekniğiyle hesaplanan yaşın daha isabetli olduğunu işaret etmektedir. Elde edilen ESR yaşı ve arkeolojik değerlendirmeler de göz önüne alındığında örneğin Erken Tunç Çağına ait olduğu söylenebilir.

Tarihlendirme Tekniği	ED (Gy)	Doz hızı (Gy/ka)	T (a)
ESR	22.5±1.2	4.75	4750±400
OSL	19.2±1.5	4.68	4100±400

Tablo 8. K-1 seramiği için tarihlendirme sonuçları

K-1 Örneğinin ESR Tekniği ile Pişirilme Sıcaklığının Tespiti

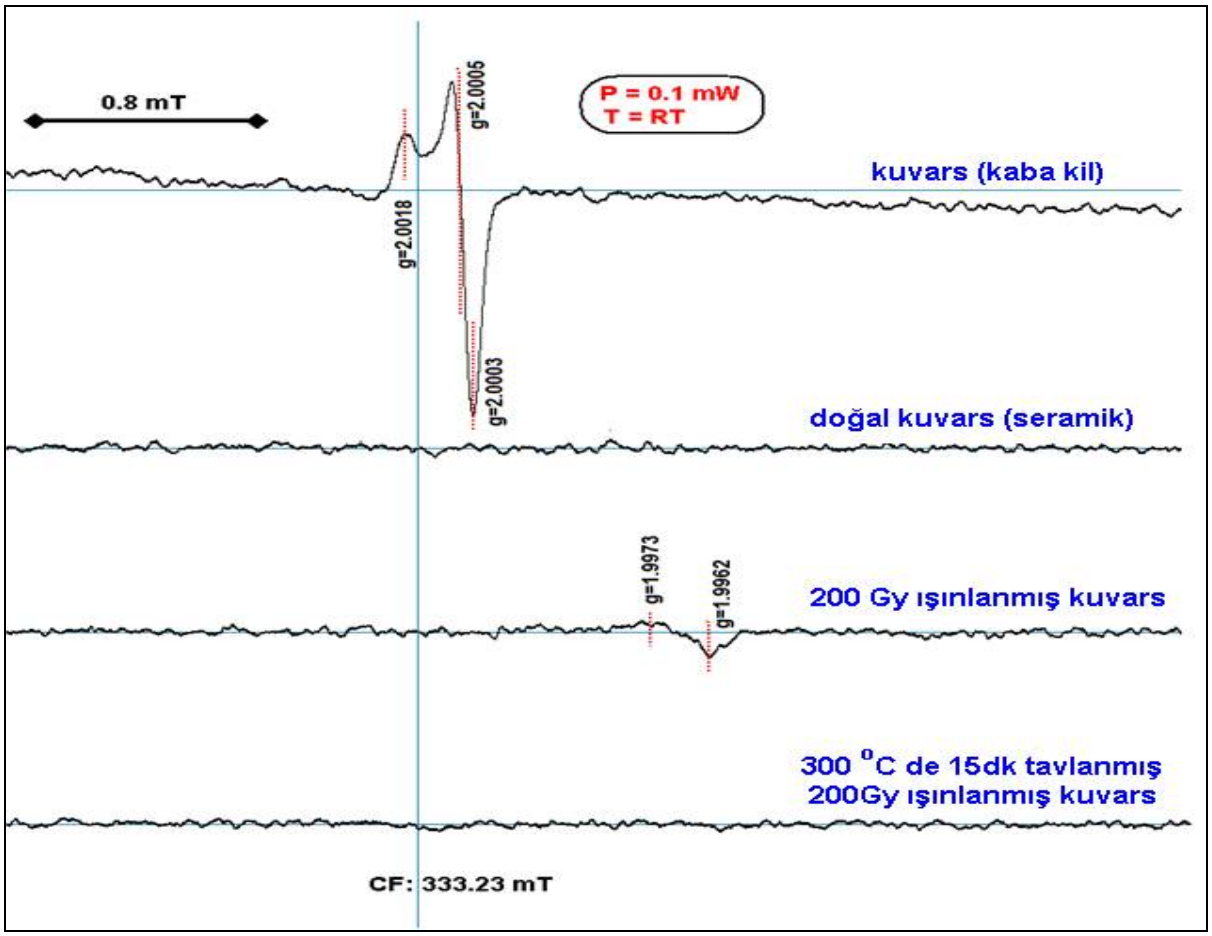
E′ merkezleri ilk kez Weeks (1956) tarafından incelenmiş ve oksijen boşluklarıyla ilişkilendirilmiştir. Bu merkezlerin en iyi bilinen tipi Şekil 29'de oluşum mekanizması gösterilen oksijen boşluğunda elektronun tuzaklandığı E_1' merkezidir.



Şekil 29. Kuvars mineralinde E′ merkezinin oluşum mekanizması

Jani ve ark. (1983) bu merkezin g değerlerini 2.00179, 2.00053 ve 2.00030 olarak belirlemiştir. Toyoda ve Ikeya (1991) çalışmalarında $[AlO_4]^o$ merkezinin azalması ile E_1' merkezinin oluşumu arasındaki ilişkiyi incelemiş ve kuvars örneği 200°C den 300°C ye ısıtıldığında $[AlO_4]^o$ merkezinden kurtulan hollerin iki elektrona sahip nötral oksijen boşluklarında E_1' merkezlerini oluşturmak üzere tuzaklandıklarını belirlemişlerdir. Daha sonra bu olguya dayanarak örnek üzerinde yapılan işlem sıcaklığını belirlemek için bir protokol önermişlerdir (Toyoda ve Ikeya, 1993). Bu önemli protokol bu tez çalışmasında K-1 örneğinin pişirilme sıcaklığının tayininde kullanılmış ve başarılı olmuştur.

Pişirilme sıcaklığı tayini deneyinde öncelikle seramik örneğinin alındığı bölgeye ait kaba kilden kuvars ayıklanmış, bu kuvarsın oda sıcaklığında kaydedilen ESR spektrumunda E_1' merkezine ait sinyal tespit edilmiştir. Daha sonra doğal K-1 seramiğinden ayıklanan kuvars örneklerinin ESR spektrumu kil için kullanılan spektrometre şartlarında alınmış ve bu spektrumdan örneğin yapısında E_1' merkezi olmadığı tespit edilmiştir. Ardından K-1 kuvars örneği 200Gy doz alacak şekilde ışınlanmış ve ESR spektrumu alınmıştır fakat bu örnekte de E_1' merkezine ait sinyal gözlenmemiş yalnızca Ge merkezine ait sinyal gözlenmiştir. Son olarak 200Gy ışınlanmış örnek 300°C sıcaklığında 15 dakika tavlandıktan sonra diğer örneklerle aynı spektrometre şartlarında ESR spektrumu alınmıştır ve tavlanmış örnekte de E_1' merkezine ait sinyale rastlanmamıştır. Her bir örnek için kaydedilen spektrumlar Şekil 30'da verilmiştir.



Şekil 30. ESR tekniği kullanılarak pişirilme sıcaklığı tayini deneyine ait spektrumlar

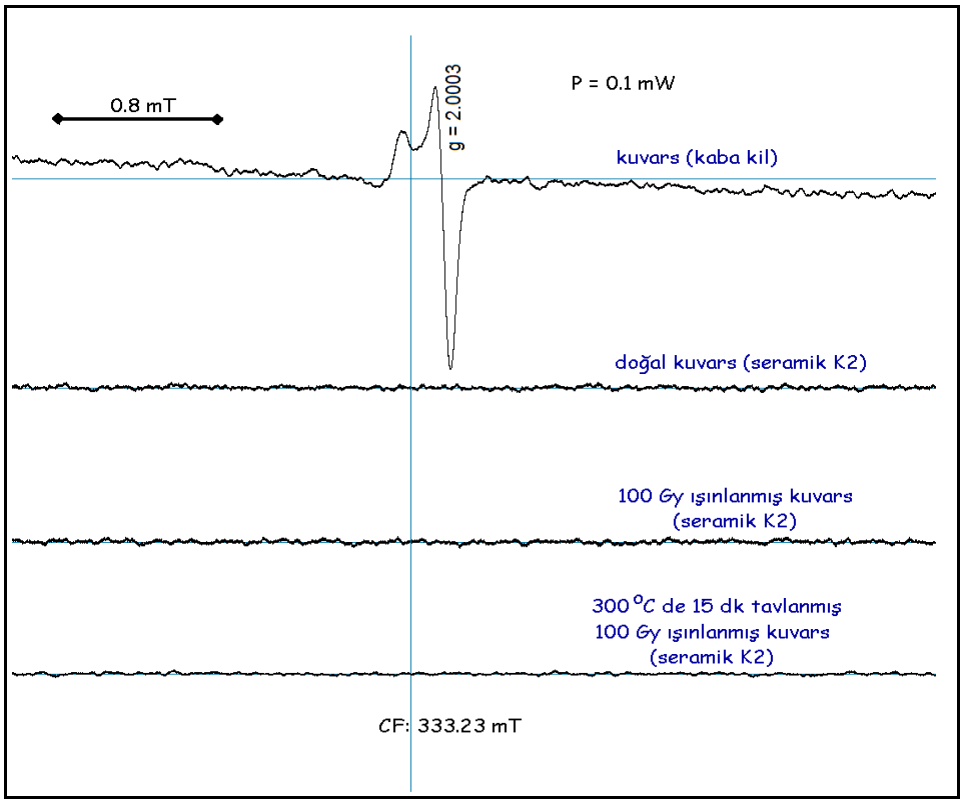
K-1 örneğinin deney sonuçları Toyoda ve Ikeya (1993) çalışmasında verilen akış grafiğindeki "Seviye 2-2" grubuna girmektedir ve seramik örneğinin pişirilme sıcaklığının 600^{o}C den daha büyük olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmayla Toyoda ve Ikeya' nın önerdiği protokol ilk kez arkeolojik seramiklere uygulanmış ve başarılı olmuştur. Ayrıca bu pişirilme sıcaklığında ESR ve OSL için kullanılan herhangi bir tarihlendirme sinyali bütünüyle sıfırlanır ve tarihlendirme çalışmalarındaki sonucun doğruluğunu destekler.

K–2, K–3 ve K–4 Örneklerinin ESR Tekniği ile Pişirilme Sıcaklığının Tespiti;

K–1 arkeolojik seramik örneğinin pişirilme sıcaklığının ESR tekniği ile tespit edilmesi için yapılan deney K–2, K–3 ve K–4 örneklerine de uygulanmıştır.

Bu amaçla öncelikle kaba kilden ayıklanan kuvars örneğinin ve doğal arkeolojik seramikten çıkarılan kuvarsın oda sıcaklığında ESR spektrumları alınmıştır. Daha sonra seramiğe ait kuvars 100 Gy doz alacak şekilde ışınlamış ve ESR spektrumu kaydedilmiştir. Son olarak ise 100 Gy ışınlanmış kuvarsın 300 ^{o}C sıcaklıkta 15 dakika tavlandıktan sonra aynı spektrometre şartlarında ESR spektrumu alınmıştır.

Yapılan çalışma sonucunda kaba kil örneğinde gözlenen E' merkezinin K–2, K–3 ve K–4 örneklerinden ayıklanan doğal kuvarsta bulunmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca K–2, K–3 ve K–4 örneklerinin her birinden ayıklanan kuvars örnekleri 100 Gy doz alacak şekilde ışınlandığında ve ışınlanmış bu örnekler 300 ^{o}C sıcaklıkta 15 dakika tavlandığında da yapılarında E' merkezi oluşmamıştır. Şekil 4.15 de K–2 için gösterilen deneysel spektrumlar K–3 ve K–4 örnekleri için de benzer şekilde ortaya çıkmıştır.



Şekil 4.15. K-2 örneği için pişirilme sıcaklığı sonuçları

Elde edilen deneysel sonuçlar Kumyer Mevkii seramiklerinin (K–1, K–2, K–3, K–4) 600 ^{o}C den yüksek sıcaklıklarda pişirilerek yapıldığını göstermektedir.

Yapılan çalışmayla ESR tekniğinin arkeolojik seramiklerde yalnızca bir analiz tekniği olarak değil aynı zamanda güvenilir bir tarihlendirme tekniği olarak ve pişirilme sıcaklığının tayinde kullanılabileceği belirlenmiştir.

Sonuç olarak, bu tezde, karakterizasyon çalışmaları sonucu Kumyer ve Pendik Höyükten alınmış olan seramik örneklerinin üretim teknolojisi, ESR ve OSL tekniği kullanılarak tarihlendirilmesi belirlenmiştir.

Karakterizasyon çalışmaları sonucunda 2 ana gruba ayrılmış olan örneklerin ya kil yataklarının farklı olduğu ya da aynı kil yatağının farklı katmanlarından alındığı düşünülmektedir. Ancak her örnek grubunun kendi içinde üretim teknolojisinin benzer olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla Neolitik dönem ile Bizans Döneminde 2 farklı kil yatağı kullanıldığı ya da yine aynı kil yatağının farklı katmanlarının kullanıldığı söylenebilir.

Malzeme karakterizasyonu ile seramik örneklerinin içeriklerinin ve üretim koşullarının tespit edilmesinde "basit ve ileri analizler" yeterli sonucu verirken, özellikle prehistorik dönemlerde üretilmiş seramiklerin ±400 yıl aralığında, üretim tarihinin belirlenmesinde arkeolojik veriler yanında ESR tekniğinin kullanılmasının da yararlı olduğu anlaşılmıştır. Gittikçe gelişen bu interdisipliner yöntemle yürütülecek çalışmalarda, tarihleme aralığının azaltılarak, daha kesin tarihleme yapılmasının mümkün olacağı düşünülmektedir.

KAYNAKÇA

Aitken, M.J., Tite, M. S., Reid J. (1964). Thermoluminescent dating of ancient ceramics. Nature 202, 1032–1033.

Aitken, M.J., Zimmerman, D.W., and Fleming, S.J.(1968a). Thermoluminescent dating of ancient pottery. Nature 219, 442–444.

Aitken, M.J., Aldred, J.C., Thompson, J. (1968b). A photon-ratemeter system for low-level thermoluminescence measurements. In: Proc. 2nd Int. Conf. On Luminescence Dosimetry, Gatlinburg, U.S. National Bureau of Standarts, Washington D.CCONF–680920, pp. 281-290.

Aitken, M.J. (1985). Thermoluminescence dating. Academic Press, London.

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

Aitken, M.J. (1990). Optical dating of sediments: Initial results from Oxford. Archaeometry 32, 19-31.

Aitken, M. J. (1998). An Introduction to Optical Dating. The Dating of Quaternary Sediments by the Use of Photon-Stimulated Luminescence. Oxford, New York, Tokyo: Oxford University Press. ISBN 0 19 854092 2., pp. xi + 267.

Alger, R.S. (1968). Electron Paramagnetic Resonance Techniques and Applications. Wiley Interscience, New York, 213-215.

Anderson, J.H., Weil, J,A.. (1959). Paramagnetic resonance absorption of color centers in germanium-doped quartz, J. Chem. Phys., 31, 427-434.

Angelini, E., Rosalbani, F., Atzeni, C., Virdis, P.F., Bianco, P.(1993). Applications of plasma source mass spectrometry. in: G. Holland, A. Eaton (Eds.). II, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 165-174.

Arne T. J. (1922). Den äldste bebyggelsen vid Bosporen. Fornvaennen 16, s.112–128.

Artel, T. (1969) Yapı Malzemesi. İlavesile 2. Baskıyı Hazırlayan. Gündüz Dibağ, Osman Yalçın Matbaası, İstanbul.s. 139-144.

Asagoe, M., Toyoda, S., Voinchet, P., Falgueres, C., Tissoux, H., Suzuki, T., Banerjee, D. (2011). ESR Dating of Tephra with Dose Recovery Test for Impurity Centers in Quartz, Quaternary International, 246, 118-123.

Atherton, N.M. (1973). Electron spin resonance theory and applications. John Wiley&Sons Inc., New York, 435p.

Atherton, N.M. (1993). Principles of Electron Spin Resonance. Ellis, Horwood Ltd., Chichester, England, 31-72.

Bagguley, D.M.S. (1992). Pulsed Magnetic Resonance NMR, ESR and Optics. Clarendon Press, Oxford, 83-86.

Bahain, J.J., Falguères, C., Voinchet, P., Duval, M., Dolo, J.-M., Despriée, J., Garcia, T., Tissoux, H. (2007). Electron Spin Resonance (ESR) dating of some European late Lower Pleistocene sites. Quaternaire, 18 (2), pp. 175-186.

Bakkal, G. (2014). Arkeolojik Seramiklerin ICP-MS ve ESR ile İncelenmesi ve ESR Yaş Tayini İçin En Uygun Örnek Hazırlama Metodunun Belirlenmesi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.

Bartoll, J. and Ikeya, M. (1997). ESR dating of pottery: A trial, Appl. Radiat. Isot. 48, 7, 981–984.

Becker, J.S., Dietze, H.J. (2000). Inorganic mass spectrometric methods for trace, ultratrace, isotope, and surface analysis. Int. J. Mass Spectrom., 197, 1-35.

Bigazzi, G., Meloni, S., Oddone, M., and Radi, G. (1986). Provenance studies of obsidian artifacts: trace elements analysis and data reduction. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 98 353–363.

Bittel K. (1941) Archäologische Funde aus der Türkei, 1940. AA 56, s. 251– 317.

Bittel K. (1942). Kleinasiatische Studien. İstanbuler Mitteilungen 5.

Bittel K. (1960). Fikirtepe Kazısı. TTK V. Kongre Raporu, s. 29–36.

Bittel K. (1969/1970). Bemerkungen über die prähistorische Ansiedlung auf dem Fikirtepe bei Kadıköy. İstanbuler Mitteilungen 19/20, s. 1– 19.

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

Blackwell, B.A., Schwarcz, H.P., Schick K., and Toth N. (1993b). ESR dating tooth enamel from the Paleolithic site at Longola at Zambia. Appl. Rad. Isot. 44, 253-260.

Blegen, C., Caskey J.L., Rawson, M., Sperling, J..(1951). The First and Second Settlements. Vol. I. Part I. Part II. Archaeological Institute of America, Archaeology, Vol. 4, No. 2, pp.123–124.

Borelli, E. (1999). Conservation of Architectural Heritage, Historic Structures and Materials, Salts, Arc Laboratory Handbooks, ICCROM, S.p.A., Rome, vol. 3.

Botter-Jensen, L.(2000). Development of Optically Stimulated Luminescence Techniques using Natural Minerals and Ceramics, and their Application to Retrospective Dosimetry. Riso National Laboratory, Roskilde.

Boysal, Y. (1970). Turgut Kazısı 1969 Raporu, Anatolia 12.

Boysal, Y. (1979). Lagina Kazıları, VIII. TTK Kongresi, Ankara, s. 389–391.

Budd, P., Montgomery, J., Barreiro, B., and Thomas, R. G. (2000). Differential diagenesis of strontium in archaeological human dental tissues. Applied Geochemistry 15 687–694.

Cope, L.H., King, C.E., Northover, J.P., Clay, T. (1997). Metal Analyses of Roman Coins Minted Under the Empire. British Museum Occasional Paper 120.

Clark, R. M. (1975). A Calibration Curve for Radiocarbon Dates, Antiquity XLIX, 251–266.

Dobosz, B., Krzyminiewski, R. (2007). Characteristic of paramagnetic centres in burnt clay and pottery by the EPR method, Science Direct Radiation Measurements, 42, 313–219.

Doğan, M. (2014). Pulslu lazer ve led uygulamalı lüminesans okuma başlığı tasarımı ve tarihlendirme çalışmalarında kullanılması, Anakara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, (yayınlanmamış doktora tezi).

Duller, G.A.T. (1995). Luminescence dating using single aliquots: methods and applications", Radiation Measurement 24, 217–226.

Easton, D. (1976). Towards a Chronology For The Anatolian Early Bronze Age. Anatolian Studies, vol. 26, pp. 145–173.

Efe, T. (2003). Batı Anadolu Son Kalkolitik ve İlk Tunç Çağı, Arkeoatlas Dergisi, Sayı: 2, İstanbul, s. 94–137.

Efe T. (2007). I. Eskişehir Bölgesi Tarih Öncesi Dönem Araştırmaları ve Önasya Arkeolojisi İçindeki Yeri, 1– 46.

Efe, T., Türkteki, M. (2011). İç Batı Anadolu Bölgesi Erken Tunç Çağı Seramiği. Karşıdan Karşıya. M.Ö. 3. Bin'de Kiklad Adaları ve Batı Anadolu, (Ed.: Vasıf Şahoğlu, Peggy Sotirakopoulou), İstanbul: Çağatay Anadol Kitap Yayınevi, 214–223.

English, N. B., Betancourt, J. L., Dean, J. S., and Quade, J. (2001). Strontium isotopes reveal distant sources of architectural timber in Chaco Canyon. New Mexico. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 98 11891–11896.

Evstratiou N. (1985). Agios Petros. A Neolithic site in the Northern Sporates. BAR International Series 241, Oxford.

Ersen, A., Güleç, A. (2009). Basit ve İleri Analiz Yöntemleri ile Tarihi Harçların Analizi Konservasyon Çalışmaları,. KUDEB, İstanbul, sayı:3, s. 65–73.

Falgueres, C., Voinchet, P., Bahain, J.J. (2002). ESR dating as a contributor to the chronology of the earliest humans in Europe. Advences in ESR Applications, 18, 67–76.

French, D. H. (1977) Troy: its Position in the Archaeology of Anatolia and the Aegean, Transactions of the IVth International Colloquium on the Aegean Prehistory, Sheffield, 1977.

Gatsov I. (2003). The Latest Results from the technological and typological analysis of chipped Stone assemblages from Ilıpınar. Pendik, Fikirtepe and Menteşe, NW Turkey. Documenta Prehistorica 30: 153–157.

Ghazi, A.M. (1994). Lead in archaelogical samples: an isotropic study by ICP-MS, Appl. Geochem., 9, 627-636.

Ghazi, A.M., McCandless, T.E., Vank, D.A., Ruiz, J. (1996). New quantitative approach in trace elemental analysis of single fluid inclusions: applications of laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS). Anal. J., Atom. Spectrom., 11, 667-674.

Gray, A.L. (1985). Solid sample introduction by laser ablation for inductively coupled plasma source mass spectrometry. Analyst, 110, 551-556.

Greenfield, S., Jones, L.W. and Berry, C.T. (1964). High pressure plasmas as spectrometric emission sources. Analyst, 89, 713-720.

Griffith, J.H.E., Owen, J., Ward, I.M. (1955). Defects in crystalline solids. In: Bristol Conference. Physical Society, London pp. 81.

Grün R. (1989). Electron Spin Resonance (ESR) Dating, Quat. Intern., 1, 65-109.

Grün R. and MacDanold P.D.M. (1989). Non-linear fitting of TL/ESR dose-response curves, Appl. Raiat. Isot., 40, 1077-1080.

Grün, R. and Stringer, C.B. (1991). ESR dating and the evolution of modern humans. Archeometry, 33, 2, 153-199.

Grün, R., (2001) in ‘Introduction to archaeological science’, ed. M. Pollard and D. Brothwell, Wiley London, 47-62.

Guerin, G., Mercier, N., Adamiec, G. (2011). Dose-rate conversion factors: update: Ancient TL 29, 5-8. Johnson, A.L., 2012, Timing and pattern of valley excavation, Le Sueur River, south-central Minnesota, USA. [M.S. Thesis]: University of Minnesota, Duluth, p. 53.

http://www.tarihlendirme.ankara.edu.tr/osl.html

Güleç, A. (1992). Bazı Tarihi Anıt Harç ve Sıvalarının İncelenmesi. Doktora Tezi, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Güleç, A. ve Ersen, A. (1998). Characterization of ancient mortars: Evaluation of simple sophisticated methods. Journal of Architectural Conservation, 1

Günel, S. (2008). Çine-Tepecik Kazıları ve Bölge Arkeolojisine Katkıları Batı Anadolu ve Doğu Akdeniz Geç Tunç Çağı Kültürleri Üzerine Yeni Araştırmalar. Hacettepe Üniversitesi, Edebiyat Fakültesi, Arkeoloji Bölümü, Ankara, s. 114-139.

Hall, M.E., Brimmer, S. P., Li, F.H., and Yablonsky, L. (1998). ICP-MS and ICP-OES studies of gold from a Late Sarmatian burial. Journal of Archaeological Science 25 545–552.

Harmankaya S. (1983). Pendik Kazısı 1981. Kazı Sonuçları Toplantısı IV:25–30.

Harmankaya, S., Erdoğdu, B. (2002). TAY- Türkiye Arkeolojik Yerleşmeleri- 4a/4b: İlk Tunç Çağı. TASK Vakfı Yayınları, Takım ISBN 975–6637–08–0, cilt, ISBN 975–6637–09–9, İstanbul.

Heimann, R. B., Kreher, U., Spazier, I., and Wetzel, G. (2001). 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. Archaeometry 42 227–252.

Hill, D.V., Speakman, R.J., Glascock, M.D.,2004). Chemical and Mineralogical Characterization of Sasanian and Early Islamic Glazed Ceramics from the Deh Luran Plain, Southwestern Iran. Archaeometry 46, 4, 585-605.

Huntley, D.J., Godfrey-Smith D.I, and Thewalt, M..L.W. (1985). Optical dating of sediments. Nature 313, 105–107.

Ikeya, M. (1975). Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance, Nature, 255, 48-50.

Ikeya, M. and Miki, T. (1980). Electron spin resonance dating of animal and human bones. Science, 207, 977-979.

Ikeya, M. and Ohmura, K. (1983). Comparision of ESR ages of corals from marine terraces with ^{14}C and $^{230}Th/^{234}U$ ages. Earth and Planetary Science Letters, 65, 34-38.

Ikeya, M. (1985). in 'Dating methods of pleistocene deposits'. Ed. N.W. Rutter. Geoscience Canada, 2, 9, 73-87.

Ikeya, M. (1993). New applications of electron spin resonance dating, Dosimetry and Microscopy. World Scientific Pub. Co. Pte. Ltd.

Ikeya, M. (2004). ESR Dating, Dosimetry and Microscopy for Terrestrial and Planetary Materials. The Royal Society of Chemistry.

Imai, N., Shimokowa, K. (1988). ESR dating of quaternary tephra from Mt. Osore-zan using Al and Ti centers in quartz, Quaternary Science Review, 7, 523–527.

Isoya, J., Weil, J. A. (1979). Uncompensated Titanium(3+) Center in α-quartz, Physica Status Solidi A, 52, K193-K196.

Jani, M.G., Bossoli, R.B. and Halliburton, L.E. (1983). Further characterization of the E_1' center in crystalline SiO_2, Phys. Rev. B., 27, 2285-2293.

Janse M. O. (1925). Notes sur une station néolithique á Kadi-Keui sur le Bosphore"Bulletin de la Société préhistorique française, 22, 4, 166–171.

Jefffries, T.E., Jackson, S.E., Longerich, H.P. (1998). Application of a frequency quintupled Nd: YAG source (λ=213 nm) for laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometric analysis of minerals. J. Anal. Atom. Spectrom., 13, 935-940.

Jones, R. E. (1986). Greek and Cypriot Pottery: A Review of Scientific Studies. Brit-ish School at Athens, Athens.

Jonas, M. (1997). Concepts and methods of ESR dating. Radiation Measurements, 27: 943–973.

Joukowsky, M. (1986) Prehistoric Aphrodisias. An Account of the Excavations and Artifact Studies. vol. I: Excavations and Studies. Rhode Island: Brown University Center for Old Worldb Archaeology and Art.

Kaczynski, R., Grabowska-Olszewska, B. (1997). Soil mechanics of the potentially expansive clays in Poland. Appl. Clay Sci., 11, 337-355.

Kansu, Ş. A.(1963). Marmara Bölgesi ve Trakya'da Prehistorik İskân Tarihi Bakımından Araştırmalar, 1959-1962, Belleten 27, s. 657–705.

Kansu, Ş. A. (1964). Marmara Bölgesi ve Trakya'da Prehistorik İskân Tarihi Bakımından Araştırmalar. TTK Yıllık Konferansları, Atatürk Konferansları I, Ankara, TTK, s. 205–214.

Kansu, Ş. A. (1970). Bitinya'da Prehistorya Araştırmaları. TTK Yıllık Konferansları, Atatürk Konferansları II, s. 111–118.

Kapur, S., İnce, F., Çavuşgil, V. (1985). Toprak Mikromorfolojisi, Dicle Üniversitesi, Fen-Edebiyat Yayınları, No: 9.

Kara, O. (2013). Karia Bölgesi Tunç Çağı Yerleşimleri. Selçuk Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, (Yayınlanmamış Doktora Tezi) , Konya.

Karakaya Çelik, M. (2006). Kil Minerallerinin Özellikleri ve Tanımlanma Yöntemleri, Bizim Büro B.E., Ankara.

Kent, S., (2003). Paramanyetik Merkezlere Sahip Bazı Katı Maddelerin Elektron Spin Rezonans (ESR) Yöntemi ile İncelenmesi, Gazi Üni., Fen Bil. Enst., Doktora Tezi, Ankara.

Kızıl, A. (2002). Uygarlıkların Başkenti Mylasa ve Çevresi, Milas Rek. ve Mat. Hiz., Muğla.

King, C.E. Northover, J.P. (1993). Der Münzhort aus dem Gutshof in Neftenbach. in: H. von Kaenel (Ed.). Zürich Denkmalpflege Archäologische Monographien, Vol. 16.

Klein, M., Jesse, F., Kasper, H. U., Gölden, A. (2004). Chemical characterization of ancient pottery from Sudan by x-ray fluorescence spectrometry (XRF), electron microprobe (EMP) and inductivly coupled plasma mass-spectrometry (ICP-MS). Archaeometry, 46 (3), 339–356.

Knappet C., Pirrie, D., Power, M.R., Nikolakopoulou, I., Hilditch, J., Rollinson, G.K. (2011). Mineralogical analysis (QEMSCAN): a pilot study on LB I pottery from Akrotiri, Thera. Journal of Archaeological Science 38, 219–232.

Knauss, K.G., Copenhaver S.A., Braun R.L., Burnham A.K. (1997). 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, 477 – 496.

Kouka, O. (2009). Third Millenium B.C. Aegean Chronology: Old and New Data form the Perspective of the Third Millenium A.D. (Ed.: Sturt Manning Mary Jaye Bruce) Three Rings, Kings and Old World Archaeology and Environment: Papers Presented in Honor of Peter Ian Kuniholm. Oxford: Oxbow Boks,pp.139-149.

KUDEB, 2011, Restorasyon ve Konservasyon Laboratuvarları, İleri Aletli Analiz Laboratuvarı (SEM-EDX ANALİZİ)İstanbul Büyükşehir Belediyesi Koruma Uygulama ve Denetim Müdürlüğü, s. 76–79, İstanbul.

Küçükeren, C.C. (2005). Ege'de Bir Anadolu Uygarlığı, Karia, İstanbul.

Lloyd, S., Mellaart, J. (1962). Beycesultan Vol. I-II. The Chalcolithic and Early Bronze Age Levels. Londra: BIAA London.

Low, W. (1960). Paramagnetic Resonance in Solids. Academic Press, New York, 110–115.

Jani, M.G., Bossoli, R.B. and Halliburton, L.E. (1983). Further characterization of the E_1' center in crystalline SiO_2, Phys. Rev. B., 27, 2285-2293.

Mackey, J.H. Jr. 1963. "EPR study of impurity-related color centers in germanium-doped quartz", J. Chem. Phys., 39, 74-83.

Malayoğlu U., Akar, A.(1995). Killerin Sınıflandırılmasında ve Kullanım Alanlarının Saptanmasında Aranan Kriterlerin İrdelenmesi.1. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir, s.125–133.

Maurer, C., Williams, S. and Riley, T. (1981). ESR dating of archeological ceramics: a progress report. MASCA J., 1, 202.

Mc Dermott, F., Grün R., Stringer, C., & Hawkesworth, C. (1993). Mass-spectrometric U- series dates for Israeli Neanderthal/early modern hominid sites. Nature 363, 252–254.

Mc Keever, S.W.S. (2001). Optically stimulated luminescence dosimetry. Nucl. Instrum. Meth., B 184, 29-54.

Mc Morris, D.W. (1969). Trapped electron dating: ESR studies. Nature, 222, 870-871.

Mc Morris, D.W., 1970, ESR detection of fosil alpha damage in quartz, Nature, 226, 146-148.

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

Mejdahl V., (2007).Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains. Archaeometry 21, 61-72.

Mellaart, J. (1977). Troy a re-assesment", Transactions of the IVth International Colloquium on the Aegean Prehistory, Sheffield, 1977.

Mellink, M. J. (1969). The Early Bronze Age in Southwest Anatolia: A Start in Lycia. Archaeological Institute of America, vol. 22, No. 4, pp. 290–299.

Middendorf, B., Hughes, J.J., Callebaut, K., Baronio, G., Papayianni, I. (2005) Investigative methods for the characterisation of historic mortars - Part 1: Mineralogical characterization. Materials and Structures, vol.38, number 8, 761-769.

Molodkov, A.(2001). ESR dating evidence for early man at a Lower Palacave-site in the Northern Caucasus as derived from terrestrial mollusc shells. Quaternary Science Reviews 20, 1051}1055.

Mordtmann, A. D., Wiegand, T. (1907).Historische Bilder Vom Bosphorus. Mittelungen des Deutschen Aufluguereins.

Niederschlag, E., Pernicka, E., Seifert, Th., and Bartelheim, M. (2003). 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 61-100.

O'Connel J.F., Allen J.((2004). Dating the colonization of Sahul (Pleistosen Australia-New Guinea): a review of recent research. Journal of Archaeological Science 31, 835-853.

O'Brien, M.C.M. (1955). The structure of the color centers in smoky quartz. Proc. Roy. Soc. A., 231, 404-414.

Okada, M., Rinnenberg, J., Weil, J. A., Wright, P.M. (1971). "EPR of Ti^{+3} Centers in a Quartz", Chemical Physics Letters 11, 275–276.

Özbaşaran, M. (1989). Pendik. (yayınlanmamış doktora tezi), Edebiyat Fakültesi, İstanbul.

Özdoğan, M. (1979). Fikirtepe (yayınlanmamış doktora tezi), Edebiyat Fakültesi, İstanbul.

Özdoğan, M. (1983). Neolithic Site of Fikirtepe Culture in the Marmara Region. Boehmes, R.M., Hagtmann, H. Beitrage Zur Altestumskunda Kleinasiens (Festschrift für K. Bittel), Mainz, s.401-411.

Özdoğan, M. (1986). Prehistoric Sites in the Gelibolu Peninsula. Anadolu Araştırmaları X:51–66.

Özdoğan, M. (1991). 1989 Yılı Marmara Araştırmaları ve Toptepe Kazısı. Kazı Sonuçları Toplantısı XII / I:345–375.

Özdoğan, M. (2007). Marmara Bölgesi Neolitik Çağ Kültürleri, (yay.) Başgelen N., Anadolu'da Uygarlığın Doğuşu ve Avrupa'ya Yayılımı. Türkiye'de Neolitik Dönem. Yeni Kazılar, Yeni Bulguluar. Arkeoloji ve Sanat Yay., 401-426.

Pasinli, A., Uzunoğlu, E., Atakan, N., Girgin, Ç., Soysal, M. (1994). Pendik Kurtarma Kazısı. Müze Kurtarma Semineri,1993; 4: 147–163.

Pérez-Arantegui, J. and Castillo, J. R. (2000). Characterization of Red Coloured slips (Almagra) on Islamic Ceramics in Muslim Spain. Archaeometry 42, 119–128.

Pearce, N. J. G., Perkins, W. T., Westgate, J. A., et al. (1996). A compilation of new and published major and trace element data for NIST SRM 610 and NIST SRM 612 glass reference materials. Geostandards Newsletter 21 115–144.

Perkins, W. T., Pearce, N. J. G., and Westgate, J. A. (1997). 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 Newsletter 21, 175–190.

Peschlow, A. (1998). Die Arbeiten des Jahres 1997 in Herakleia am Latmos und umgebung . XVI. Araştırma Sonuçları Toplantısı, II. cilt, pp. 461–475.

Pilcher, J. R. (1968). Some applications of scanning electron microscopy to the study of modern and fossil polen. Ulster Journal of Archaeology, 3 rd.series, 31; 87-91.

Pollard, A. M. and Hatcher, H. (1986). The chemical analysis of Oriental ceramic body compositions: part 2 – greenwares. Journal of Archaeological Science 13 261–287.

Poole, C.P., 1967, Electron spin resonance a comprehensive treatise on experimental techniques, Wiley Interscience, New York.

Ponting, M., Evans, J. A., and Pashley, V. (2003). Fingerprinting of Roman mints using laser-ablation MC-ICP-MS lead isotope analysis. Archaeometry 45 591–597.

Porat, N., Ronen, A. (2002). Luminescence and ESR Age Determination of the Lower Paleolithic Site Evron Quarry,Israel, Advences in ESR Applications. vol. 18, pp. 123-130.

Prezeworsky, S. (1936). Altorientalische Altertümer in skandinavischen Sammlungen. ESA 10, s. 73–128.

Rashad, A.M., Ghaly, W.A., Zahran, N.F., Helal, A.I.(2009). Lead-Lead method for age dating of granitic sample by LA-ICP-MS. International Journal of Mass Spectrometry, 286, 95–97.

Reed, T.B. (1961). Inductively coupled plasma torch. J. Appl. Phys., 32: 821-824.

Renfrew, C., Clark, R. M. (1974) Problems of Radiocarbon Calendar and its Calibration, Archaeometry XVI, 5–18.

Rinneberg, H., Weil, J.A. 1972. "EPR studies of Ti^{3+}-H^{+} centers in X-irradiated alpha-quartz", J. Chem. Phys., 56, 2019-2028.

Rink, W.J. (1997). Electron spin resonance (ESR) dating and ESR applications in quaternary science and archeometry. Radiation Measurements, 27: 975-1025.

Roberts, R., Walsh, G., Murray, A., Olley, J., Jones, R., Morwood, M., Tuniz, C., Lawson, E., Macphail, M., Bowdery, D. And Naumann, I. (1997). Luminescence dating of rock art and past environments using mudwasp nests in northern Australia. Nature 387, 696–699.

Roodenberg, J. (1987). Ilıpınar Kazısı. 1987 Yılı Çalışmaları. Kazı Sonuçları Toplantısı X / I: 68.

Röhrs, M., Herre, W. (1961). Zur frühentwicklung der Haustiere, Die Tierreste der neolitischen Siedlung Fikirtepe am Kleinasia- tischen Gestade des Bosporus. Zeitschrift für Tierzüchtung und Zuchtungsbiologie, Vol. 75, s. 110–127.

Sarı, D. (2011). İlk Tunç Çağı ve Orta Tunç Çağı'nda Batı Anadolu'nun Kültürel ve Siyasal Gelişimi, (Doktora tezi), M.A. S.R.O.P. 7: 112–249.

Sato, T. (1982). ESR dating of planktonic foraminifera. Nature, 300, 518–521.

Schnadt, R., Rauber, A. (1971). Motional effects in the trapped-hole center in smoky quartz, Solid State Commun, 9, 159–161.

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

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

Shimada, I., Häusler,W., Jakob, M., Montenegro, J., Riederer, J. and Wagner, U. ( ). Early Pottery Making in Northern Coastal Peru. Part IV: Mössbauer Study of Ceramics from Huaca Sialupe. In: U. Wagner (ed.), Mössbauer Spectroscopy in Archaeology. Hyp. Interact., topical issue, Vol. 2, Kluwer.

Simonetti, A., Heaman, L.M., Hartlaub, R.P., Creaser, R.A., MacHattie, T.G., Bohm, C., (2005). U-Pb zircon dating by laser ablation-MC-ICP-MS using a new multiple ion counting Faraday collector array. Anal J., Atom. Spectrom., 8, 677-686.

Spooner, N.A.. (1994). On the optical dating signal from quartz. Radiat. Meas. 23, (2/3), 593-600.

Stoneham, D.(1991). Authenticity testing. In Scientific Dating Methods, eds. H.Y. Goksu, M. Oberhofer and D. Regulla, Eurocourses Advenced Scientific Techniques 1, pp. 175-192. Kluwer Academic Publishers, Dortrecht.

Suess, H.E. (1970). Bristlecone-pine Calibration of the Radiocarbon Time-Scale 5200 B.C. to the Present, Olsson, I.U, (ed.), Radiocarbon Variations and Absolute Chronology, Proceedings of the Twelth Nobel Symposium.

Şahoğlu, V. (2011). Batı Anadolu Sahil Kesiminde Erken Tunç Çağı Seramiği. Karşıdan Karşıya. M.Ö. 3. Bin'de Kiklad Adaları ve Batı Anadolu, (Ed.: Vasıf Şahoğlu, Peggy Sotirakopoulou), İstanbul: Çağatay Anadol Kitap Yayınevi, 136–143.

Tanaka, T., Sawada, S., Ito, T. (1985). ESR Dating of Late Pleistocene Nearshore and Terrace Sand, in Southern Kanto Japan, ESR Dating and Dosimetry, 275–280.

Tanır, G., Şencan E., Bölükdemir M.H., Türköz M.B., Tel, J. (2005). Environ Radioactiv, 84, 409–416.

Tanır, G., Bölükdemir M.H. (2007). Infrared stimulated luminescence- decay shape from NaCl as a function of radiation doses, Radiation Measurments 42, 1723-1726.

Thompson, D. (2007). Prehistoric Settlement in the Meander Valley, Anatolian Studies. vol. 57, Transanatolia: Bridging the Gap between East and West in the Archaeology of Ancient Anatolia, pp. 87–99.

Tissoux, H., Toyoda S., Falgueres, C., Voinchet, P., Takada, M., Bahain, J.J., Despriee, J. (008) ESR dating of sedimentary quartz from two pleistocene deposits using Al and Ti centers, Geochronometria 30, 23-31.

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

Tite, M. S. (1992). The Impact of Electron Microscopy on Ceramic Studies. Proceedings of the British Academy 22, 111–131.

Tırpan, A.,Gider Büyüközer, Z. (2010). Lagina ve Börükçü 2009 Yılı Çalışmaları. KST 32, cilt II., 374-395.

Tırpan, A. (1997). Buluntular Işığında Lagina ve Yakın Çevresi'nin Tarihi Süreci. Selçuk Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Edebiyat Dergisi, 11, Konya, s. 75–98.

Toyoda, S., Ikeya, M. (1991). Thermal Stabilities of Paramagnetic Defect and Impurity Centers in Quartz: Basis for ESR Dating of Thermal History, Geochemical Journal, 25, 437-445.

Toyoda, S., Ikeya, M., (1993). The use of electron spin resonance (ESR) for the determination of prehistoric lithic heat treatment, Appl. Radiat. Isot., 44, 227-231

Toyoda, S., Voinchet, P., Falgue'res, C., Dolo, J.M., Laurent, M. (2000). Bleaching of ESR signals by the sunlight: a laboratory experiment for establishing the ESR dating of sediments. Appl. Radiat. Isot., 52, 1357-1362.

Toyoda, S. and Falgueres, C. (2003). The method to represent the ESR signal intensity of the aluminum hole center in quartz for purpose of dating. Advances in ESR Applications, 20, 7–10.

Toyoda, S., Miura, H., Tissoux, H. (2009). Signal regeneration in ESR dating of tephra with quartz, Radiation Measurements, 44, 483-487.

Tykot, R. H. (1998). Mediterranean islands and multiple flows: the sources and exploitation of Sardinian obsidian. In Archaeological Obsidian Studies: method and theory. ed. Shackley, M. S., New York, Plenum Press, pp. 67–82.

Tykot, R. H. and Young, S. M. M. (1996). Archaeological applications of inductively coupled plasma-mass spectrometry. In Archaeological Chemistry: organic, inorganic and biochemical analysis, ed. Orna, M. V., ACS Symposium Series 625, Washington, DC, American Chemical Society, pp. 116–130.

Ubersfeld, J., Etienne, A. and Combrisson, J. (1954). Paramagnetic resonance: a new property of coal like materials. Nature, 174, 614.

Ulusoy, U. (1995). Kuvars Minerallerinin ESR Yöntemiyle İncelenmesi ve Tarihlenmesi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bil. Enst. Doktora Tezi.

Umar, B. (1999). Karia. Bir Tarihsel Coğrafya Araştırması ve Gezi Rehberi, İnkılâp Yayınevi, İstanbul.

Uygulamalı Dozimetri ve Tarihlendirme (Lüminesans&ESR) Yaz Okulu Ders Notları, 2013, Ankara Nükleer Bilimler Enstitüsü

Vandenberghe, D. (2004). Investigation of the optically stimulated luminescence dating method for application to young geological sediments. PhD. thesis, Ghent University.

Vlachou-Mogire, C., B. Stern & J. G. McDonnell (2007). The application of LA-ICP-MS in the examination of the thin plating layers found in late Roman coins. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 265: 558–568

Weeks, R.A. (1956). Paramagnetic resonance of lattice defects in irradiated quartz. Journal of Applied Physics, 27, 1376-1381.

Weil, J.A., Anderson, J.H. (1961). Direct field effects in electron paramagnetic resonance hyperfine spectra, J. Chem. Phys., 35, 14510-1417.

Weil, J.A. (1984). A review of electron spin spectroscopy and its applications to the study of paramagnetic defects in crystalline quartz, Phys. Chem. Minerals, 10, 149–165.

Weil J.A., Bolton J.R., Wertz J.E. (1994). Electron paramagnetic resonance elementary theory and practical applications. John Wiley&Sons, Inc., New York.

Wencka, M., Hoffmann, S.K., Hercman, H. (2005). EPR dating of hydroxyapatite from fossil bones. Transient effects after gamma and UV irradiation. Acta Physica Polonica A, 108, 331–337.

Williams-Thorpe, O. (1995). Obsidian in the Mediterranean and the Near East: a provenance success story. Archaeometry 37 217–248.

Whitehead, N., Hirai, M., Tani, A., Yamanaka, C., Ikeya, M. (2002). ed., Proc. New Prospects on ESR Dosimetry and Dating, Adu. ESR Appl., 18, p.366.

Wintle, A.G. and Huntley, D.J. (1979). Thermoluminescence dating of a deep-sea sewdiment core. Nature 279, 710–712.

Wintle, A.G. and Huntley, D.J. (1982). Thermoluminescence dating of a sediments. Quaternary Science Reviews 1, 31–53.

Wrin P.J., Rink W.J. (2003). ESR Dating of Tooth Enamel From Aterian Levels at Mugharet el ‘Aliya (Tangier, Morocco). Journal of Arcaheological Science 30. 123–133.

Yakar J. (1976). Troy and Anatolian Early Bronze Age Chronology, Anatolian Studies, Vol. 29, pp. 51–67.

Yokoyama, T., Shimada, A., Umemura, T., Toyoda, S. 2004. “ESR ages of rhyolitic monogenetic volcanoes in Kozushima”, Japan, Bulletin of the Volocanoogical Society of Japan, 49, 23-32.

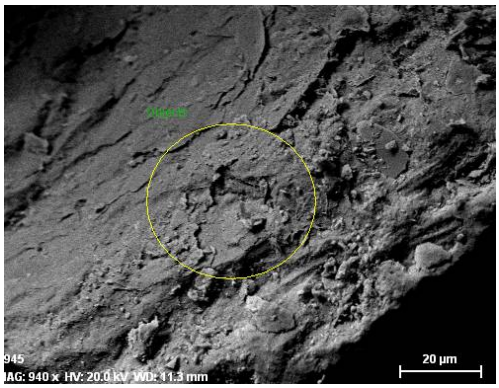
Young, S. M. M., Budd, P., Haggerty, R., and Pollard, A. M. (1997). Inductively coupled plasma-mass spectrometry for the analysis of ancient metals. Archaeometry 39 379–392.

Yüce Ü. R. (2010). Diş ve Kemik Örneklerinin Lüminesans Tekniklerde Geriye Dönük (Retrospektif) Dozimetre Olarak Kullanımının Geliştirilmesi. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, (yayınlanmamış doktora tezi).

Zeller, E.J., Levy, P.W. and Mattern P.L. (1967). Geological dating by ESR, Proc. Symp. Radioactive Dating and Method of Low Level Counting, 531–540.

EKLER

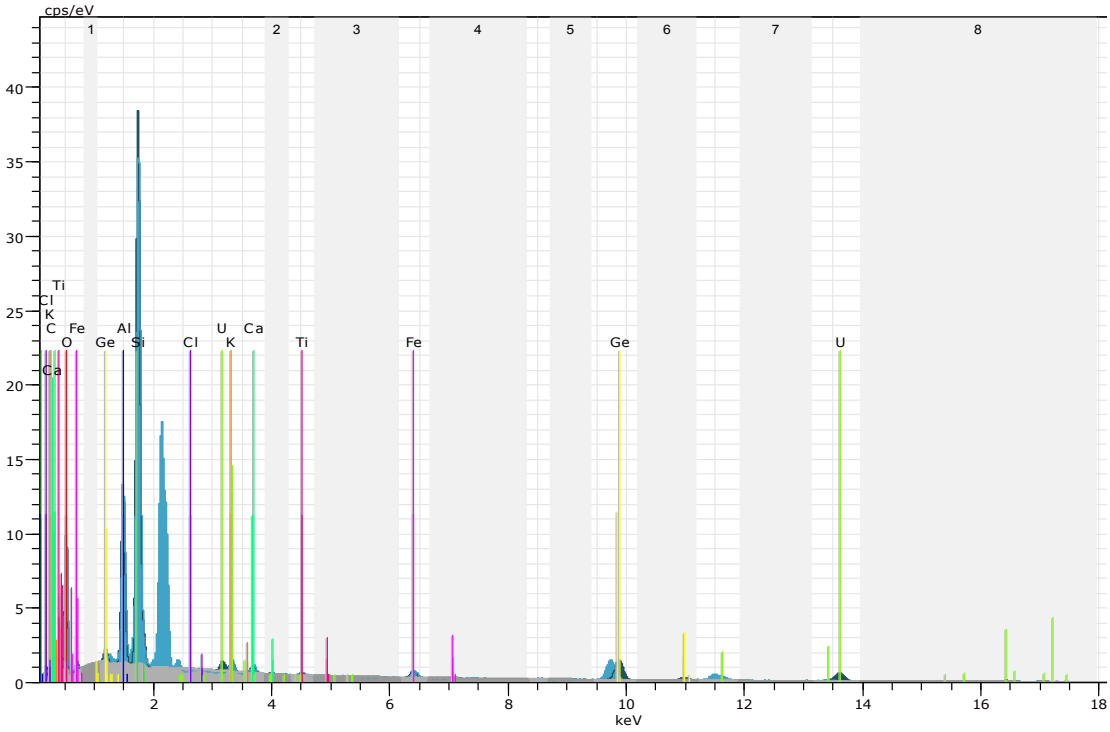
EK 1: SEM EDS ANALİZİ DEĞERLENDİRME SONUÇLARI



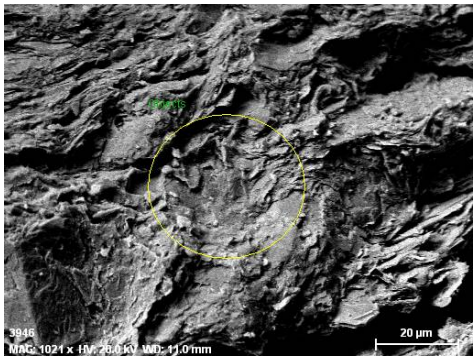
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	26.48	46.63	64.43	15.6
Silicon	K-series	11.76	20.70	16.29	0.5
Aluminium	K-series	4.42	7.78	6.38	0.2
Carbon	K-series	2.00	3.53	6.49	1.0
Iron	K-series	0.88	1.55	0.61	0.1
Germanium	K-series	9.02	15.89	4.84	0.3
Potassium	K-series	0.16	0.29	0.16	0.0
Calcium	K-series	0.40	0.70	0.39	0.0
Chlorine	K-series	0.01	0.01	0.01	0.0
Titanium	K-series	0.21	0.37	0.17	0.1
Uranium	M-series	1.45	2.55	0.24	0.1
	Total:	56.78	100.00	100.00	

Şekil 31. Örnek K-1 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



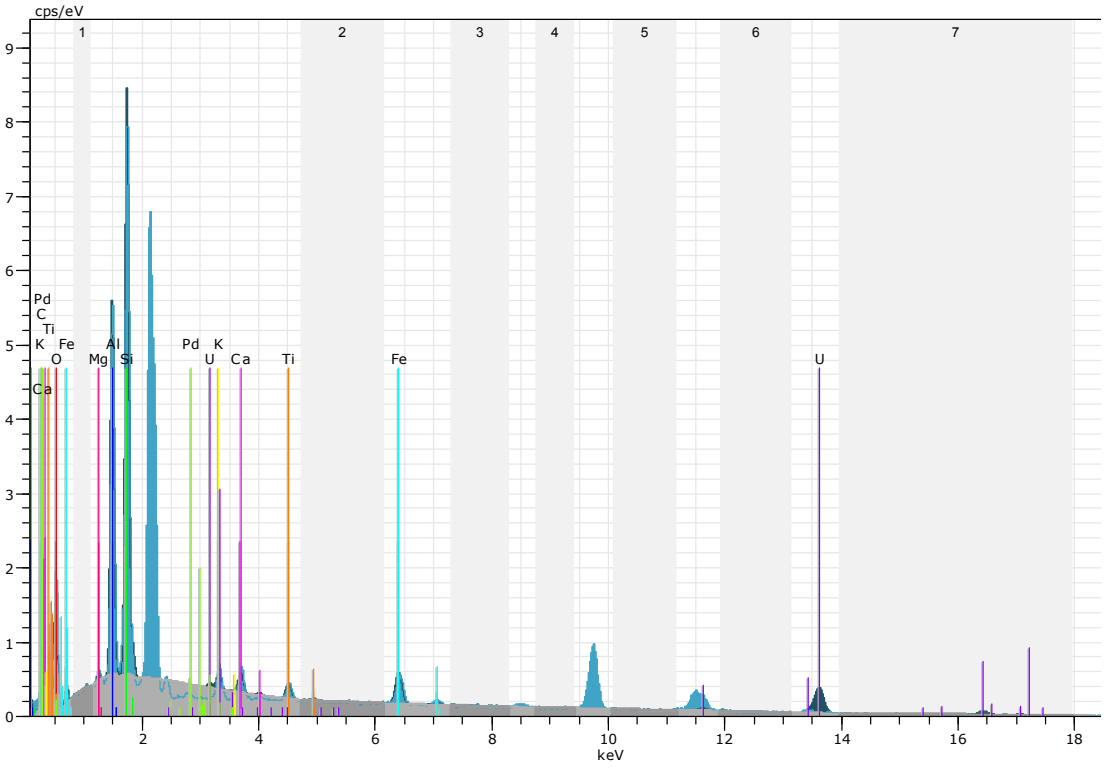
Şekil 32. Örnek K- 1 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ile germanyum yanında daha az miktarda alüminyum ve bu elementten de daha az miktarda sırasıyla uranyum, demir, kalsiyum, titanyum, potasyum ve eser miktarda klor bulunduğu tespit edilmiştir.



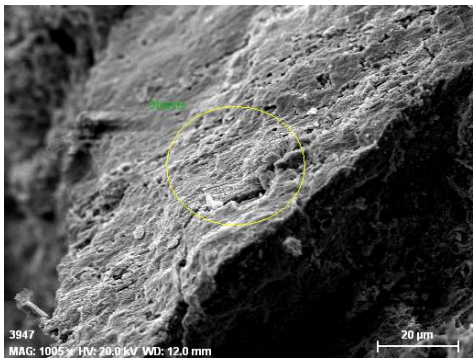
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	90.04	90.04	93.88	161.8
Silicon	K-series	3.89	3.89	2.31	0.2
Aluminium	K-series	3.05	3.05	1.89	0.2
Iron	K-series	1.02	1.02	0.31	0.1
Calcium	K-series	0.30	0.30	0.12	0.0
Potassium	K-series	0.16	0.16	0.07	0.1
Titanium	K-series	0.34	0.34	0.12	0.1
Carbon	K-series	0.89	0.89	1.23	2.2
Uranium	M-series	0.22	0.22	0.02	0.2
Magnesium	K-series	0.09	0.09	0.07	0.0
Palladium	L-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 33. Örnek K-1 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu



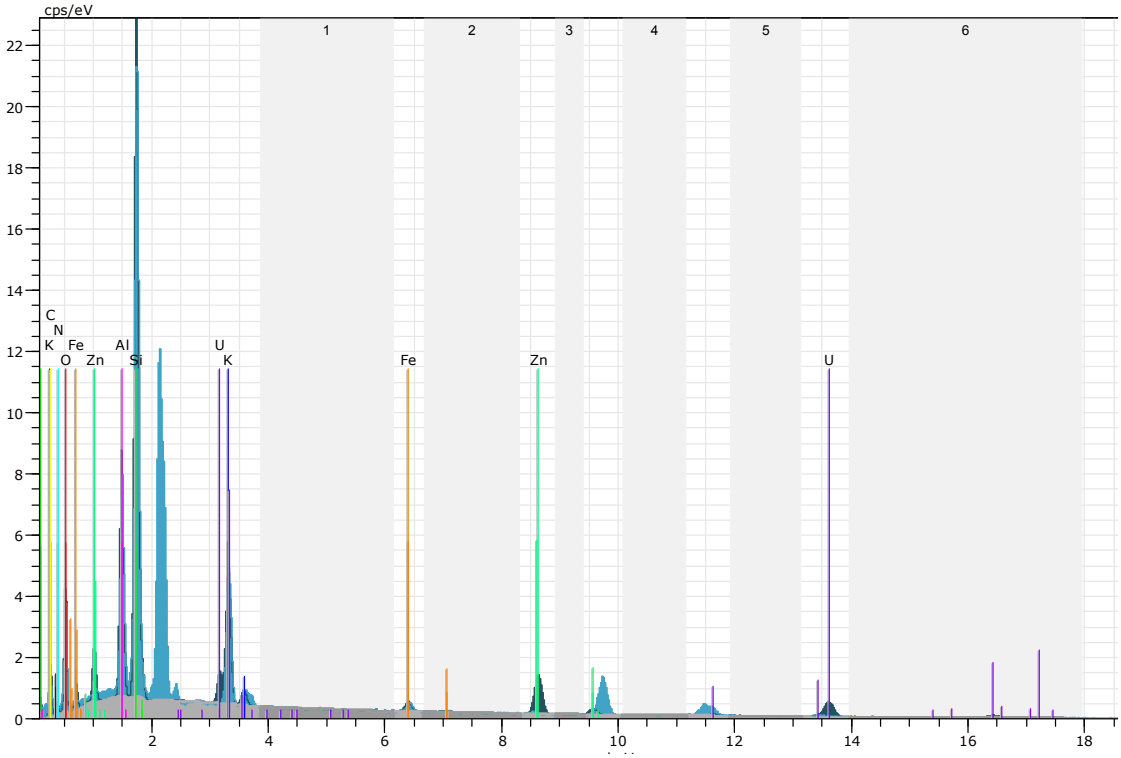
Şekil 34. Örnek K-1 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ile alüminyum yanında daha az miktarda demir ve bu elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan miktarlarda titanyum, kalsiyum, uranyum, potasyum, ve magnezyum tespit edilmiştir.



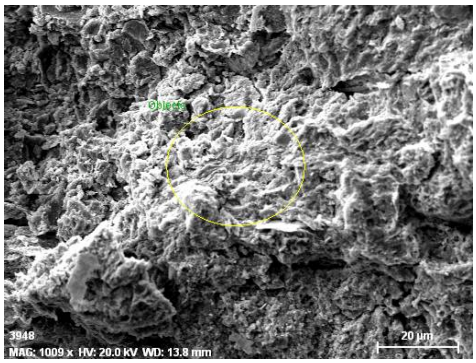
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	28.64	41.58	55.30	3.9
Silicon	K-series	12.44	18.07	13.69	0.6
Potassium	K-series	3.62	5.26	2.86	0.2
Nitrogen	K-series	6.36	9.23	14.02	1.5
Aluminium	K-series	5.09	7.39	5.83	0.3
Carbon	K-series	1.60	2.33	4.13	0.8
Iron	K-series	0.82	1.18	0.45	0.1
Zinc	K-series	6.97	10.11	3.29	0.2
Uranium	M-series	3.34	4.85	0.43	0.4
	Total:	68.89	100.00	100.00	

Şekil 35. Örnek 1- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



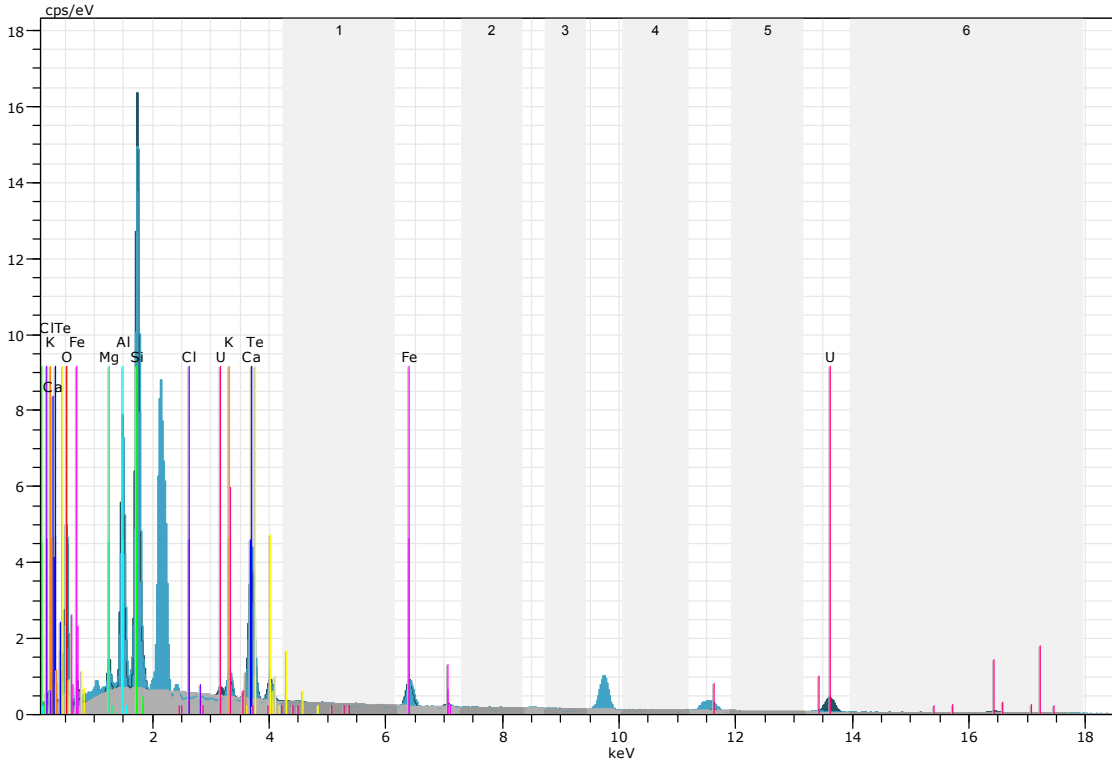
Şekil 36. Örnek1- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda çinko, nitrojen ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda potasyum, uranyum ve demir bulunduğu tespit edilmiştir.



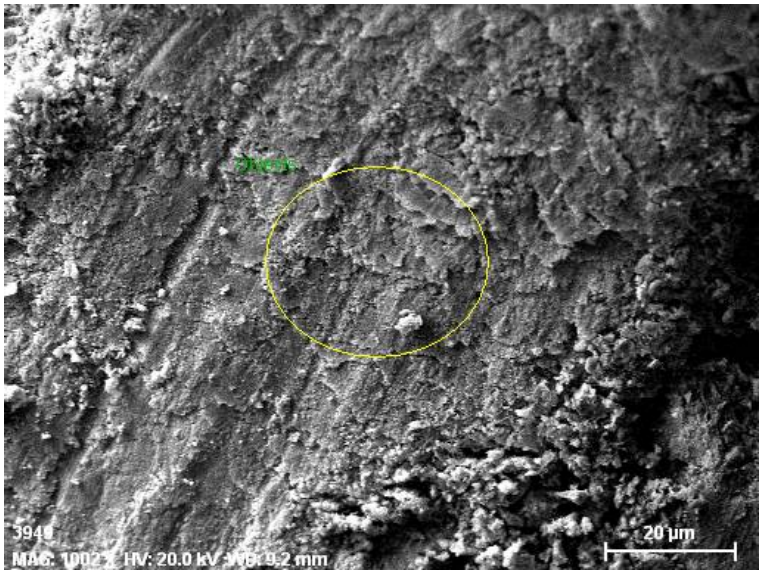
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	82.18	82.18	90.53	2.5
Silicon	K-series	6.81	6.81	4.28	0.3
Calcium	K-series	3.41	3.41	1.50	0.1
Aluminium	K-series	3.81	3.81	2.49	0.2
Iron	K-series	1.54	1.54	0.49	0.1
Tellurium	L-series	0.66	0.66	0.09	0.2
Potassium	K-series	0.36	0.36	0.16	0.1
Magnesium	K-series	0.57	0.57	0.41	0.1
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Uranium	M-series	0.66	0.66	0.05	0.3
	Total:	100.00	100.00	100.00	

Şekil 37. Örnek 1- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



Şekil 38. Örnek 1- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda demir, telluryum, uranyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



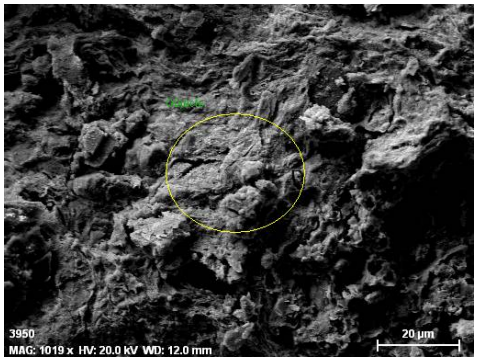
Şekil 39. Örnek 2- 1. bölge SEM görüntüsü

Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	15.84	28.91	49.00	2.4
Silicon	K-series	12.31	22.47	21.69	0.6
Iron	K-series	2.20	4.01	1.95	0.1
Aluminium	K-series	4.95	9.03	9.07	0.3
Carbon	K-series	1.47	2.69	6.06	1.3
Calcium	K-series	0.89	1.62	1.10	0.1
Potassium	K-series	0.00	0.01	0.00	0.0
Uranium	M-series	2.73	4.97	0.57	0.1
Magnesium	K-series	0.55	1.00	1.11	0.1
Germanium	K-series	13.85	25.28	9.44	0.4
Chlorine	K-series	0.01	0.02	0.02	0.0
	Total:	54.80	100.00	100.00	

Şekil 40. Örnek 2- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

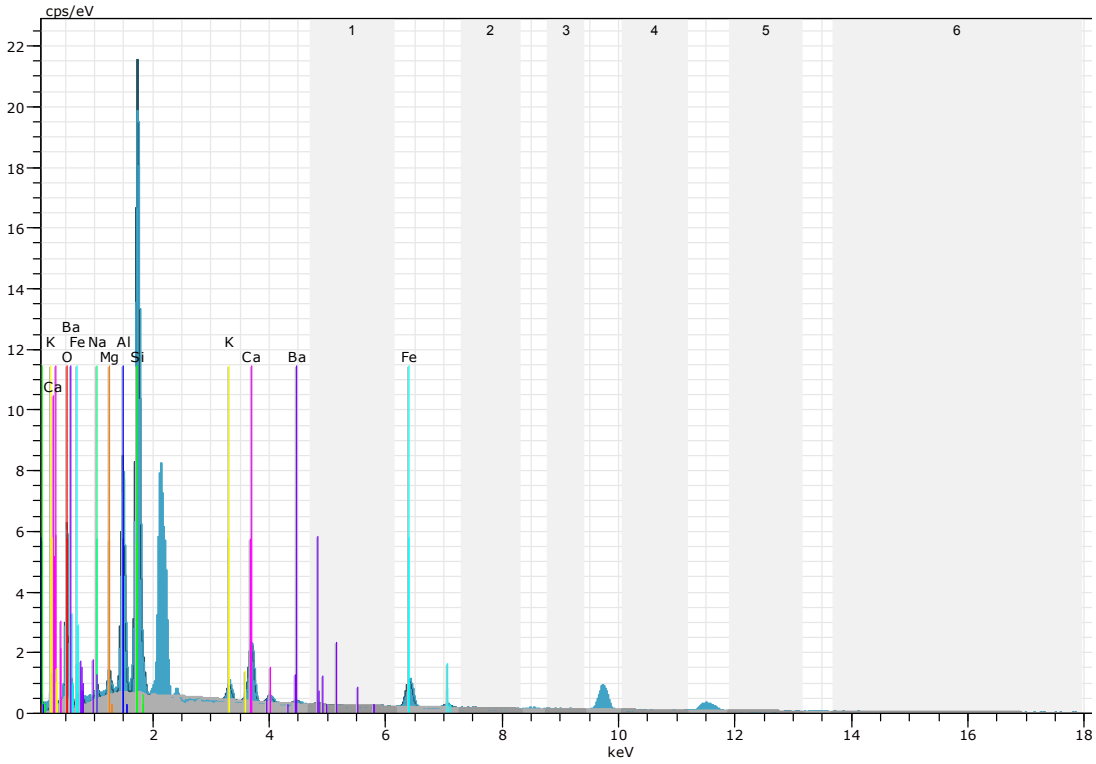
Örnek 2 1. bölge; Örnekte yüksek miktarda germanyum ve silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum bu elementten de daha az miktarda uranyum, demir, kalsiyum ve magnezyum ile eser miktarda klor ile potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



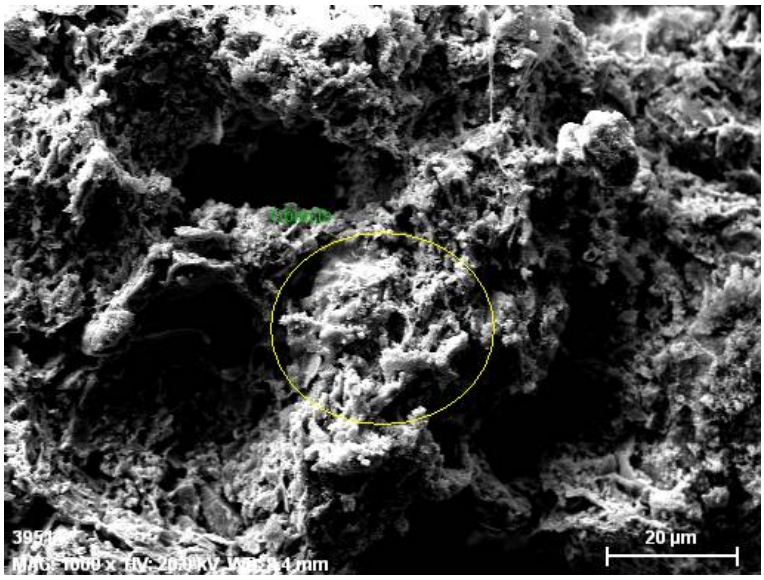
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	81.13	81.13	89.22	2.2
Silicon	K-series	9.08	9.08	5.69	0.4
Aluminium	K-series	4.11	4.11	2.68	0.2
Iron	K-series	1.98	1.98	0.62	0.1
Calcium	K-series	1.89	1.89	0.83	0.1
Potassium	K-series	0.41	0.41	0.18	0.0
Magnesium	K-series	0.55	0.55	0.40	0.1
Sodium	K-series	0.43	0.43	0.33	0.1
Barium	L-series	0.43	0.43	0.05	0.0
	Total:	100.00	100.00	100.00	

Şekil 41. Örnek 2- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



Şekil 42. Örnek 2- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ile bu elementten de daha az miktarda demir, kalsiyum, magnezyum, sodyum, baryum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



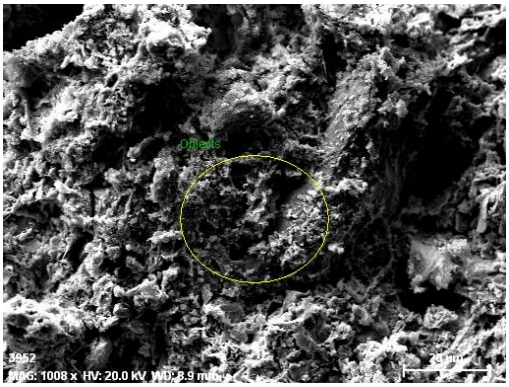
Şekil 43. Örnek 3- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	34.44	50.84	67.31	4.4
Silicon	K-series	9.67	14.27	10.76	0.4
Calcium	K-series	4.20	6.20	3.28	0.2
Iron	K-series	2.92	4.31	1.64	0.1
Aluminium	K-series	3.91	5.77	4.53	0.2
Carbon	K-series	3.12	4.61	8.12	0.8
Germanium	K-series	7.60	11.21	3.27	0.3
Potassium	K-series	0.39	0.57	0.31	0.0
Sodium	K-series	0.33	0.48	0.44	0.3
Barium	L-series	0.47	0.69	0.11	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Nickel	K-series	0.34	0.50	0.18	0.0
Uranium	M-series	0.37	0.55	0.05	0.1
	Total:	67.74	100.00	100.00	

Şekil 44. Örnek 3- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

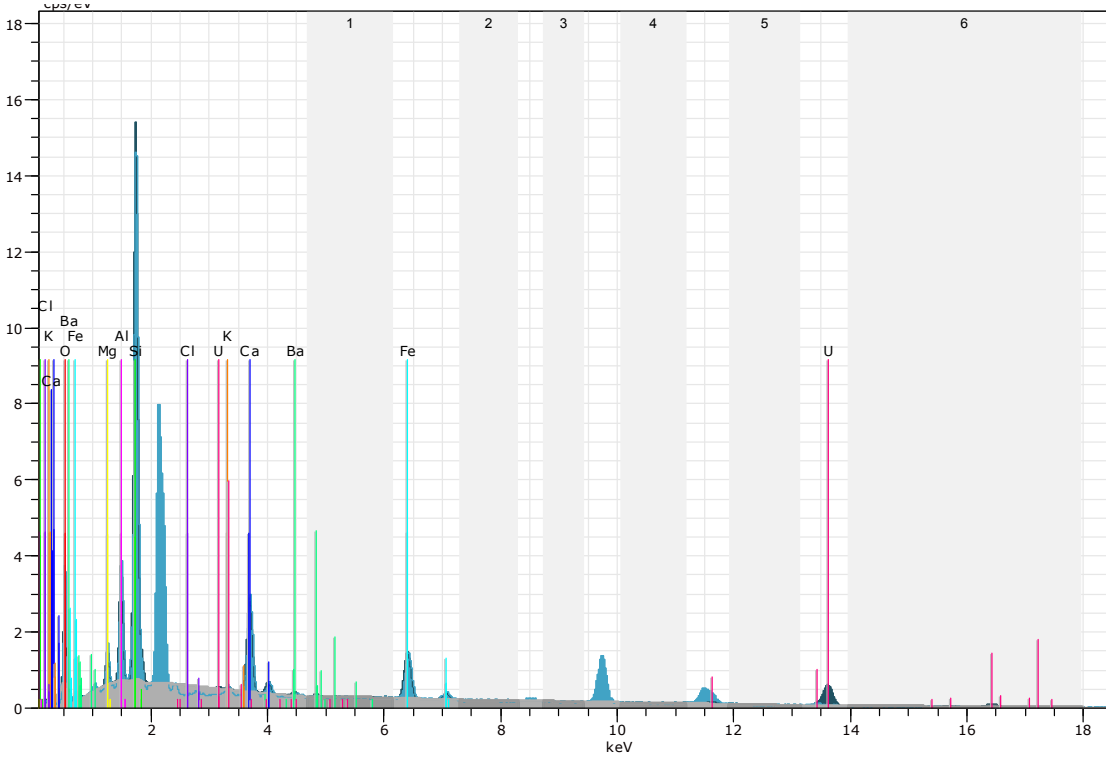
Örnek 3- 1. bölge; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, alüminyum ve demir ile bu elementlerden de daha az miktarda baryum, potasyum, uranyum, nikel ve sodyum bulunduğu tespit edilmiştir.



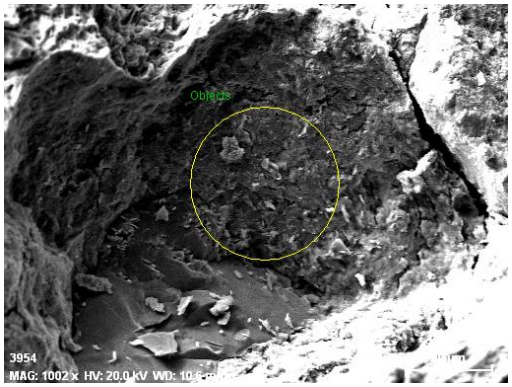
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	87.55	87.56	93.59	2.6
Silicon	K-series	5.71	5.71	3.48	0.3
Calcium	K-series	2.12	2.12	0.91	0.1
Iron	K-series	2.08	2.08	0.64	0.1
Aluminium	K-series	1.49	1.49	0.94	0.1
Magnesium	K-series	0.54	0.54	0.38	0.1
Potassium	K-series	0.03	0.03	0.01	0.0
Barium	L-series	0.32	0.32	0.04	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Uranium	M-series	0.15	0.15	0.01	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 45. Örnek 3- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



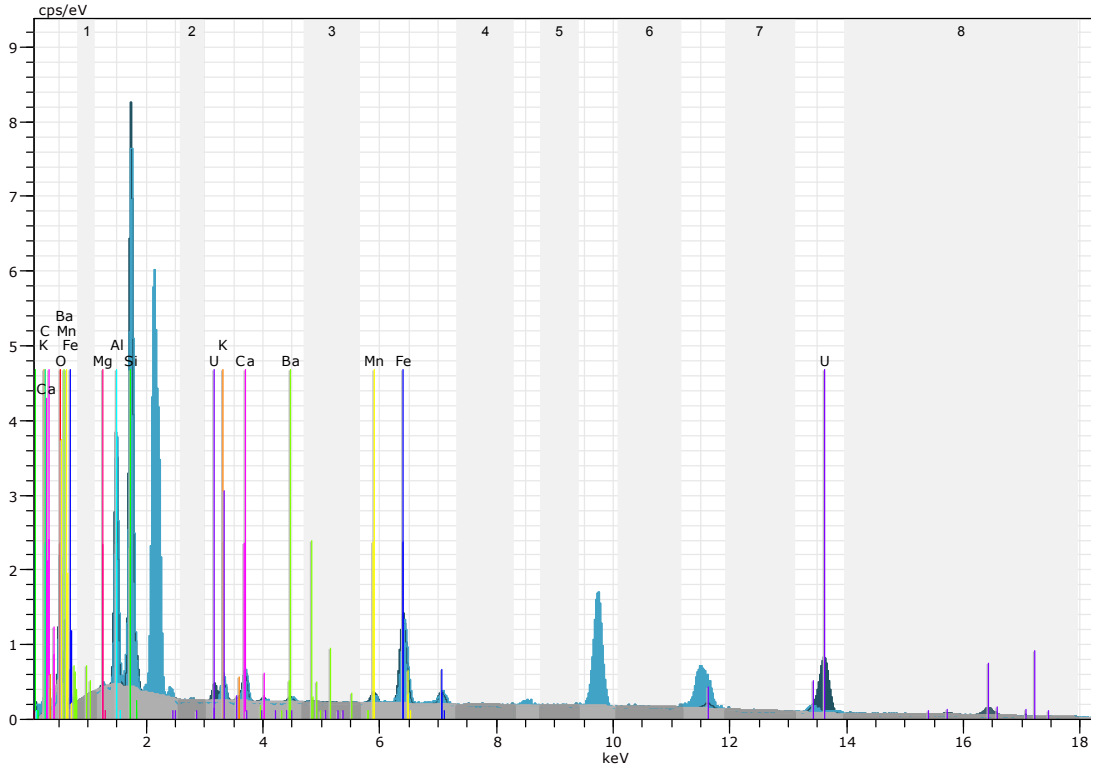
Şekil 46. Örnek 3- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla kalsiyum, demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda magnezyum, baryum, uranyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



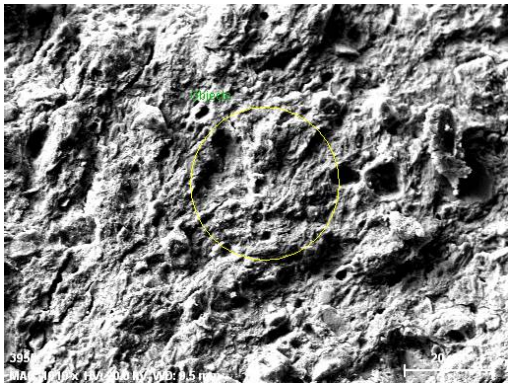
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	83.12	83.12	88.49	27.7
Silicon	K-series	5.30	5.30	3.21	0.3
Iron	K-series	2.60	2.60	0.79	0.1
Aluminium	K-series	2.62	2.62	1.65	0.2
Calcium	K-series	0.62	0.62	0.26	0.1
Manganese	K-series	0.29	0.29	0.09	0.0
Potassium	K-series	0.23	0.23	0.10	0.0
Carbon	K-series	3.70	3.70	5.25	4.3
Uranium	M-series	1.19	1.19	0.09	0.1
Magnesium	K-series	0.05	0.05	0.04	0.0
Barium	L-series	0.29	0.29	0.04	0.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 47. Örnek 4- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



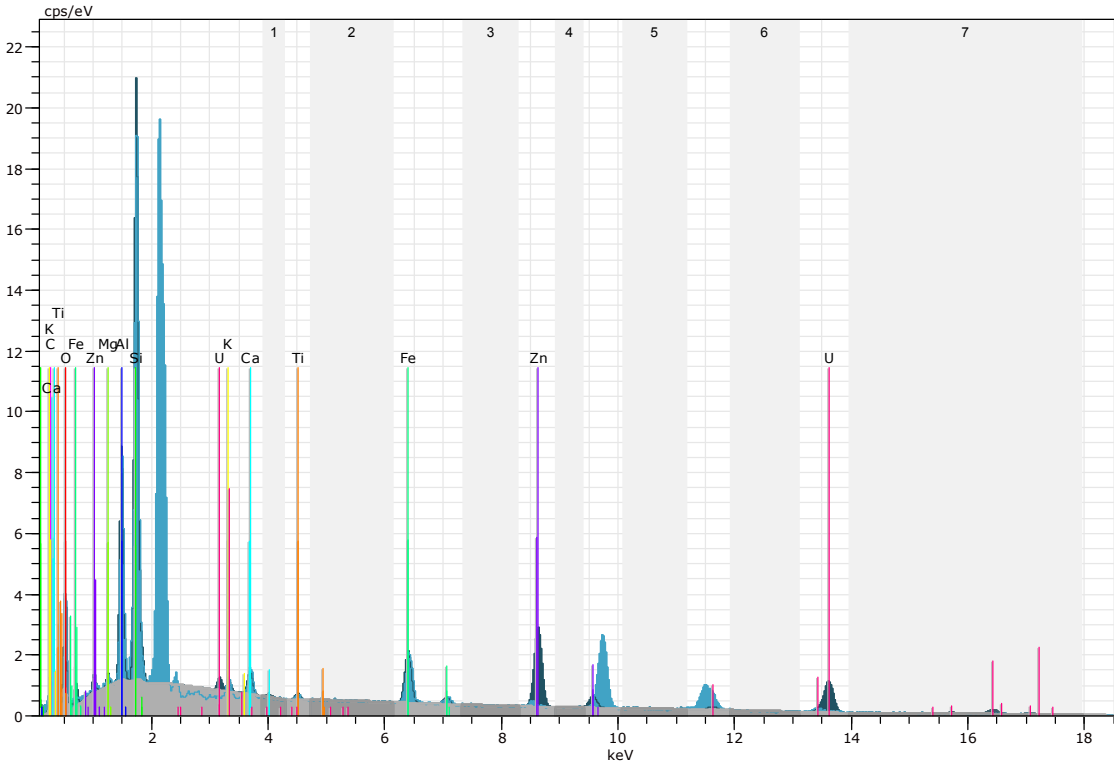
Şekil 48. Örnek 4- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum, demir, uranyum, kalsiyum, manganez, baryum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



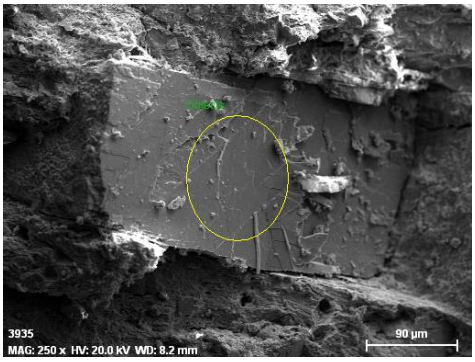
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	77.55	77.55	83.70	91.5
Silicon	K-series	5.08	5.08	3.13	0.2
Aluminium	K-series	2.49	2.49	1.59	0.1
Calcium	K-series	0.43	0.43	0.18	0.0
Carbon	K-series	6.40	6.40	9.20	5.3
Potassium	K-series	0.03	0.03	0.01	0.0
Titanium	K-series	0.16	0.16	0.06	0.1
Iron	K-series	1.81	1.81	0.56	0.1
Zinc	K-series	5.23	5.23	1.38	0.2
Uranium	M-series	0.63	0.63	0.05	0.1
Magnesium	K-series	0.18	0.18	0.13	0.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 49. Örnek 4- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



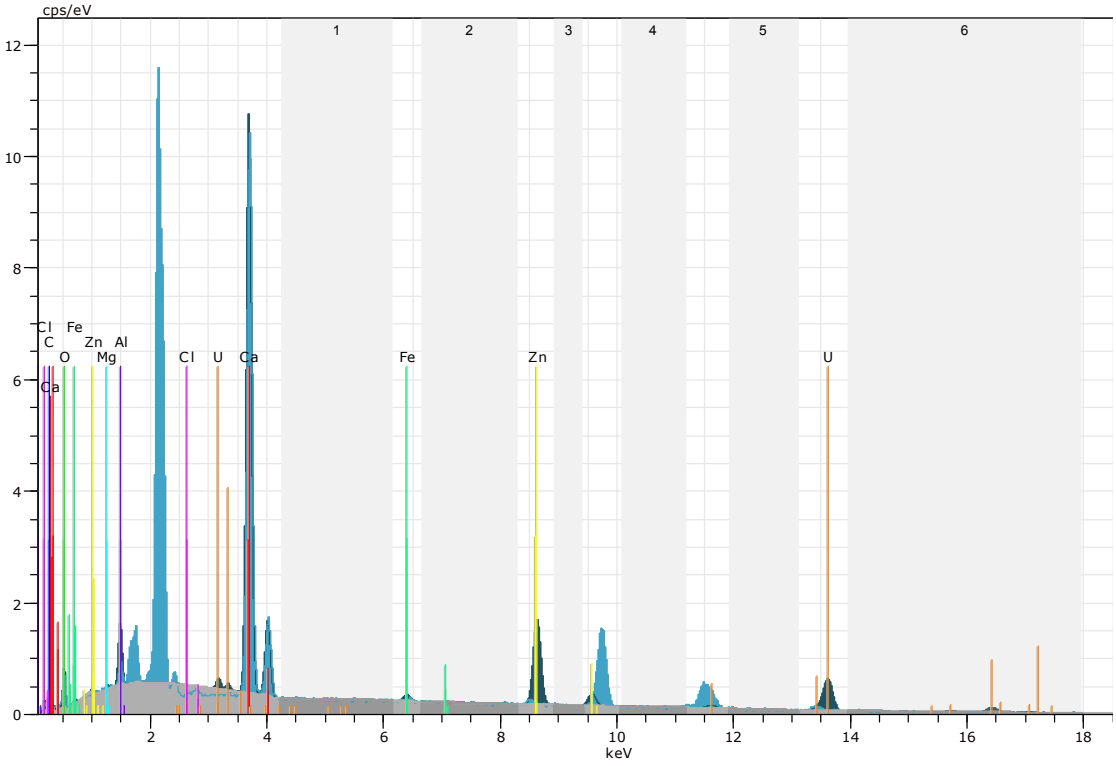
Şekil 50. Örnek 4- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve çinko yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum, demir uranyum, kalsiyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



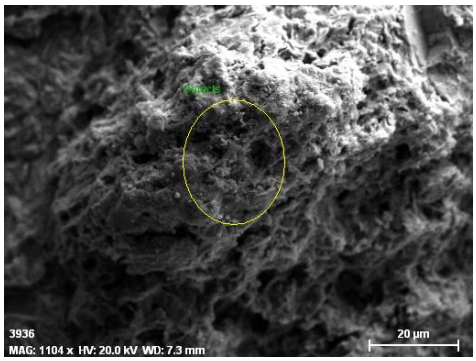
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Calcium	K-series	15.41	30.94	17.96	0.5
Oxygen	K-series	19.75	39.66	57.68	3.7
Carbon	K-series	4.09	8.21	15.90	1.1
Magnesium	K-series	0.12	0.24	0.23	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Zinc	K-series	8.33	16.73	5.95	0.3
Uranium	M-series	0.70	1.41	0.14	0.1
Iron	K-series	0.32	0.64	0.27	0.0
Aluminium	K-series	1.08	2.16	1.86	0.1
	Total:	49.79	100.00	100.00	

Şekil 51. Örnek 5- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



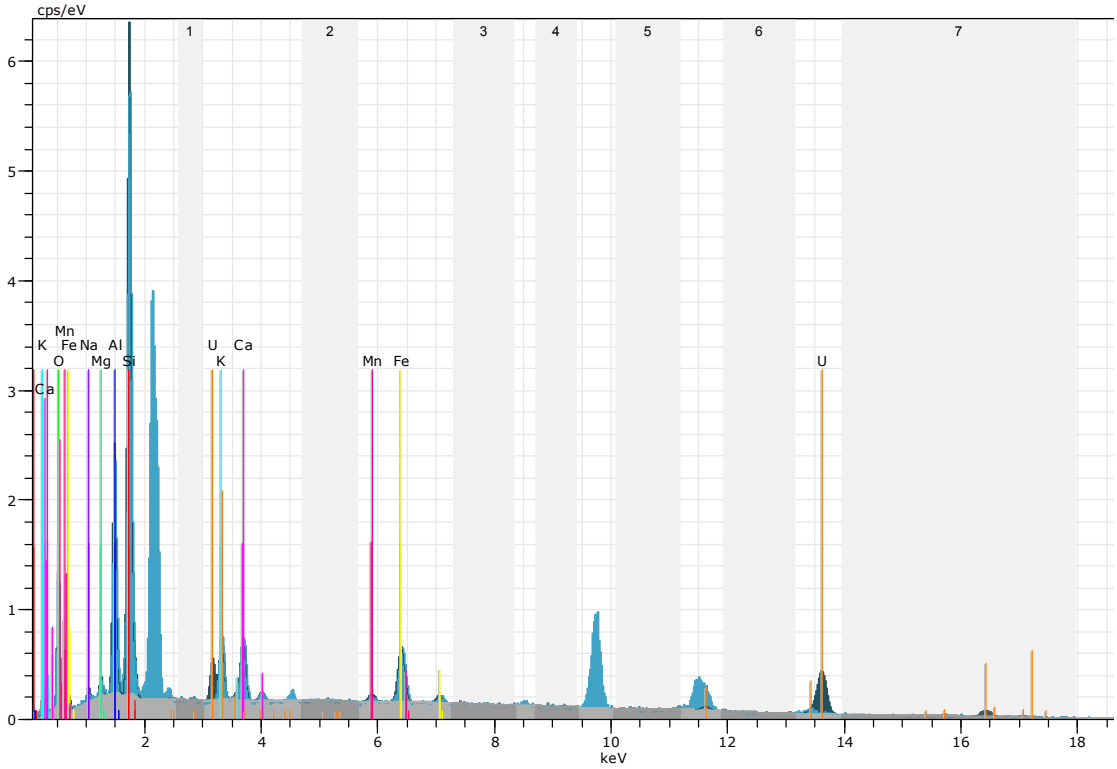
Şekil 52. Örnek 5- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum yanında bu elementten daha az miktarda çinko ve bu elementten de daha az miktarda alüminyum, uranyum, demir ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



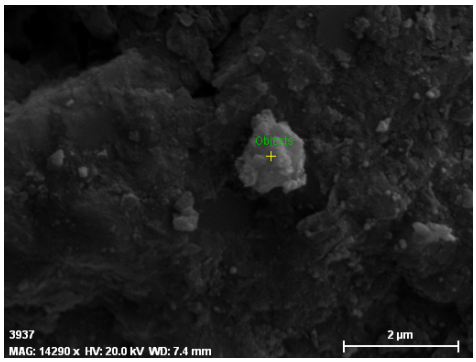
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Silicon	K-series	9.86	16.81	12.13	0.5
Oxygen	K-series	35.79	61.02	77.25	5.8
Aluminium	K-series	4.25	7.25	5.44	0.2
Potassium	K-series	0.88	1.50	0.77	0.1
Calcium	K-series	1.56	2.66	1.34	0.1
Iron	K-series	1.88	3.21	1.16	0.1
Uranium	M-series	3.32	5.65	0.48	0.3
Magnesium	K-series	0.42	0.72	0.60	0.1
Sodium	K-series	0.44	0.75	0.66	0.1
Manganese	K-series	0.26	0.45	0.16	0.0
	Total:	58.66	100.00	100.00	

Şekil 53. Örnek 5- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



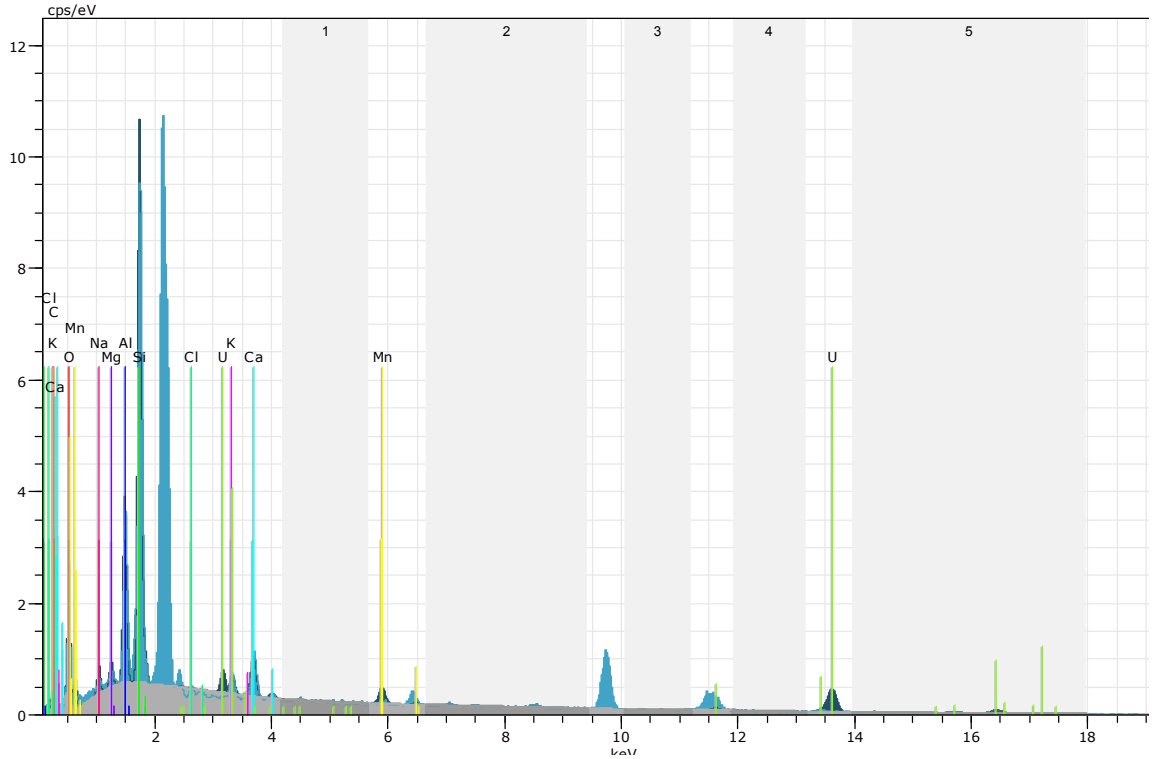
Şekil 54. Örnek 5- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum, uranyum ve demir ile bu elementlerden de daha az miktarda kalsiyum, potasyum, sodyum, magnezyum ve manganez bulunduğu tespit edilmiştir.



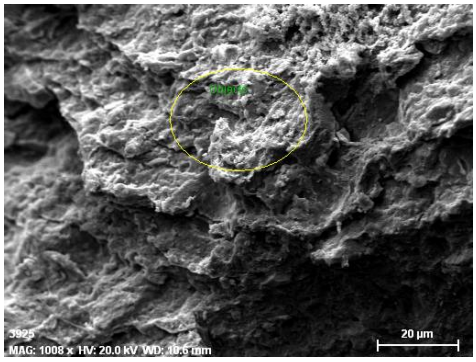
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	79.20	79.20	80.59	26.4
Silicon	K-series	4.80	4.80	2.78	0.2
Aluminium	K-series	1.96	1.96	1.19	0.1
Calcium	K-series	0.80	0.80	0.32	0.1
Potassium	K-series	0.06	0.06	0.02	0.0
Manganese	K-series	0.58	0.58	0.17	0.0
Carbon	K-series	10.48	10.48	14.21	6.7
Chlorine	K-series	0.02	0.02	0.01	0.0
Magnesium	K-series	0.34	0.34	0.23	0.0
Sodium	K-series	0.57	0.57	0.40	0.1
Uranium	M-series	1.20	1.20	0.08	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 55. Örnek 5- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



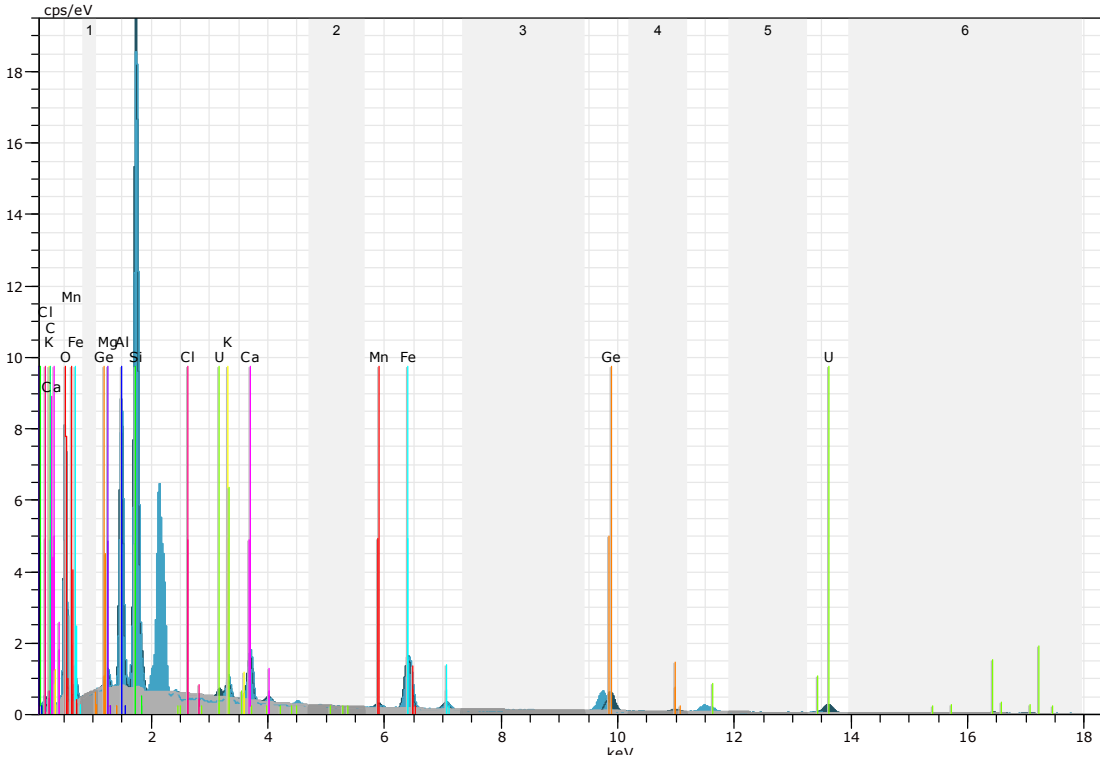
Şekil 56. Örnek 5- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda alüminyum, uranyum, kalsiyum, manganez, sodyum, magnezyum ile bunlardan çok daha az miktarda klor ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



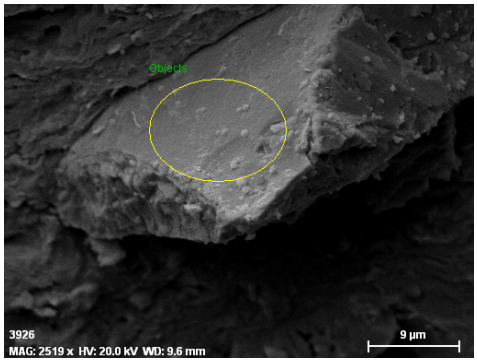
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	28.69	47.02	66.49	3.6
Silicon	K-series	10.05	16.46	13.26	0.5
Aluminium	K-series	4.99	8.18	6.86	0.3
Iron	K-series	5.64	9.25	3.75	0.2
Calcium	K-series	1.72	2.82	1.59	0.1
Potassium	K-series	0.37	0.60	0.35	0.0
Germanium	K-series	6.84	11.21	3.49	0.2
Carbon	K-series	1.03	1.68	3.17	0.7
Magnesium	K-series	0.38	0.63	0.58	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Uranium	M-series	0.84	1.37	0.13	0.1
Manganese	K-series	0.47	0.77	0.32	0.0
	Total:	61.02	100.00	100.00	

Şekil 57. Örnek 8- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



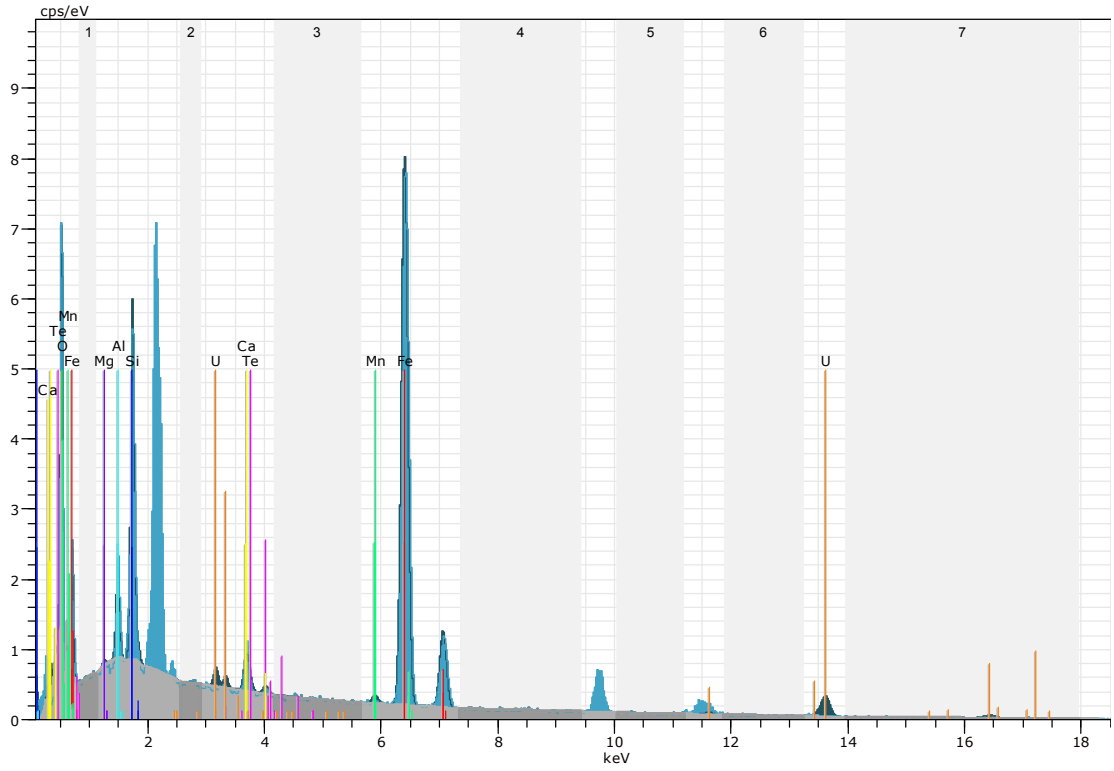
Şekil 58. Örnek 8- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve germanyum elementleri yanında bunlardan daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda kalsiyum, uranyum, manganez, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



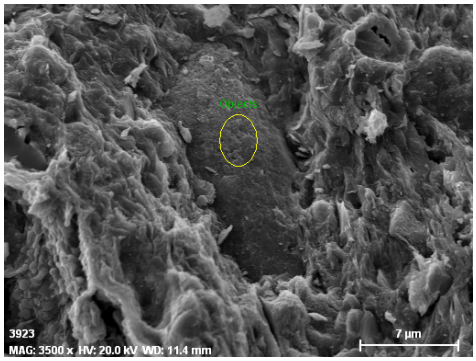
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Iron	K-series	28.96	45.60	21.11	0.8
Oxygen	K-series	28.41	44.72	72.28	3.9
Silicon	K-series	2.69	4.24	3.90	0.1
Aluminium	K-series	0.84	1.33	1.27	0.1
Tellurium	L-series	0.44	0.70	0.14	0.1
Calcium	K-series	0.74	1.17	0.76	0.1
Uranium	M-series	1.02	1.60	0.17	0.2
Manganese	K-series	0.35	0.55	0.26	0.1
Magnesium	K-series	0.06	0.10	0.10	0.0
	Total:	63.52	100.00	100.00	

Şekil 59. Örnek 8- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



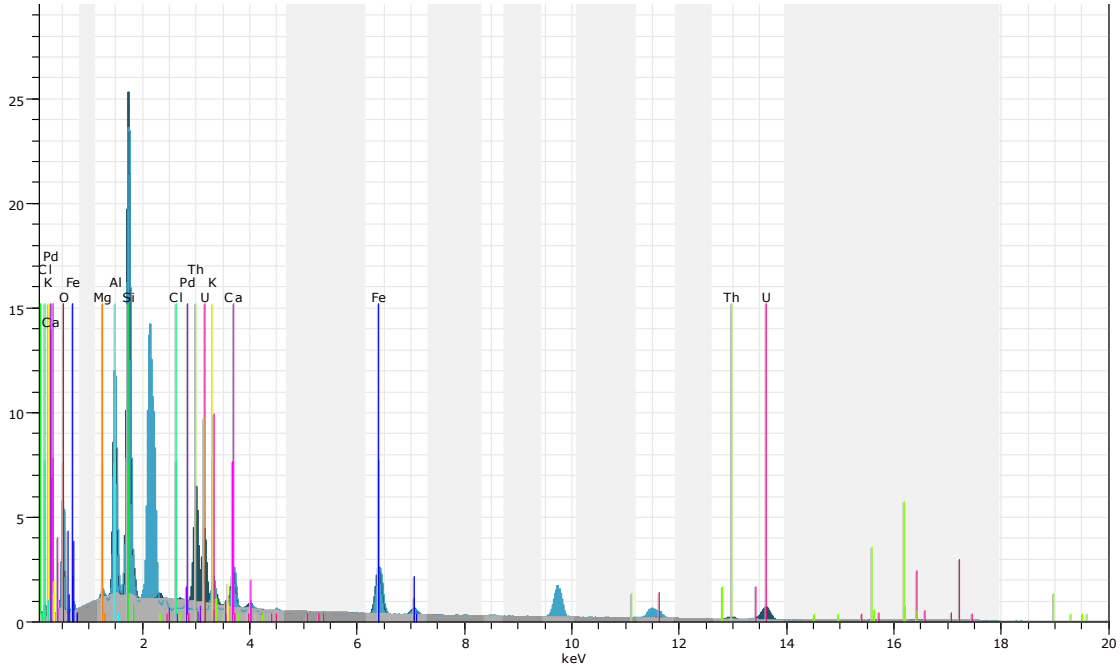
Şekil 60. Örnek 8- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda demir, yanında bu elementten çok daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda silisyum, uranyum, alüminyum, kalsiyum, telluryum, manganez ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



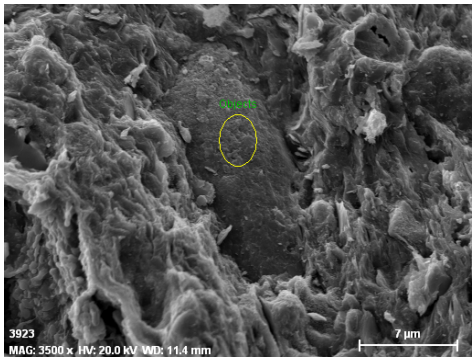
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	31.29	48.60	73.93	6.1
Silicon	K-series	8.78	13.64	11.82	0.4
Iron	K-series	5.22	8.10	3.53	0.2
Aluminium	K-series	4.59	7.13	6.43	0.2
Calcium	K-series	1.69	2.63	1.60	0.1
Potassium	K-series	0.45	0.70	0.43	0.1
Magnesium	K-series	0.17	0.27	0.27	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Palladium	L-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Uranium	M-series	0.52	0.81	0.08	0.4
Thorium	M-series	11.66	18.11	1.90	0.8
	Total:	64.38	100.00	100.00	

Şekil 61. Örnek 9- 1 bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



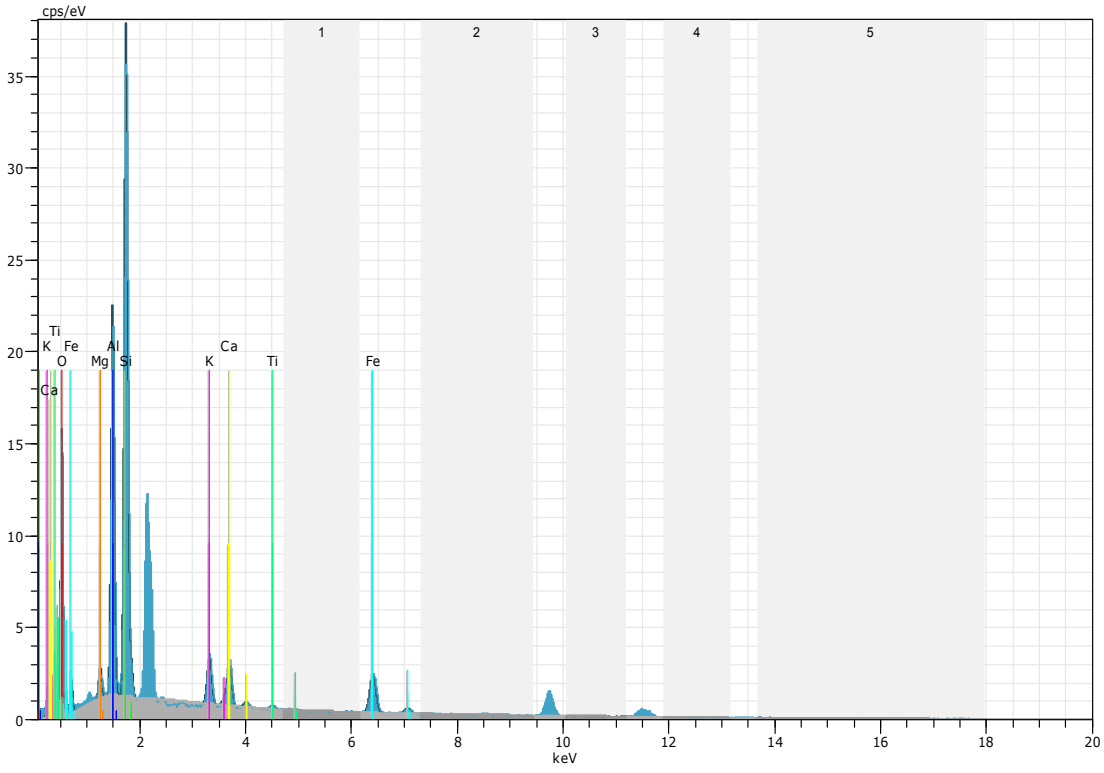
Şekil 62. Örnek 9- 1.bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda toryum ve silisyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda uranyum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



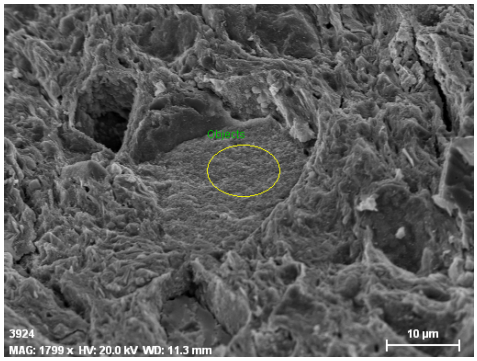
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	80.56	80.56	88.82	32.0
Silicon	K-series	8.31	8.31	5.22	0.4
Aluminium	K-series	5.72	5.72	3.74	0.3
Iron	K-series	2.55	2.55	0.81	0.1
Potassium	K-series	0.98	0.98	0.44	0.1
Calcium	K-series	1.17	1.17	0.51	0.1
Magnesium	K-series	0.56	0.56	0.41	0.1
Titanium	K-series	0.15	0.15	0.06	0.0
	Total:	100.00	100.00	100.00	

Şekil 63. Örnek 9- 2.bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

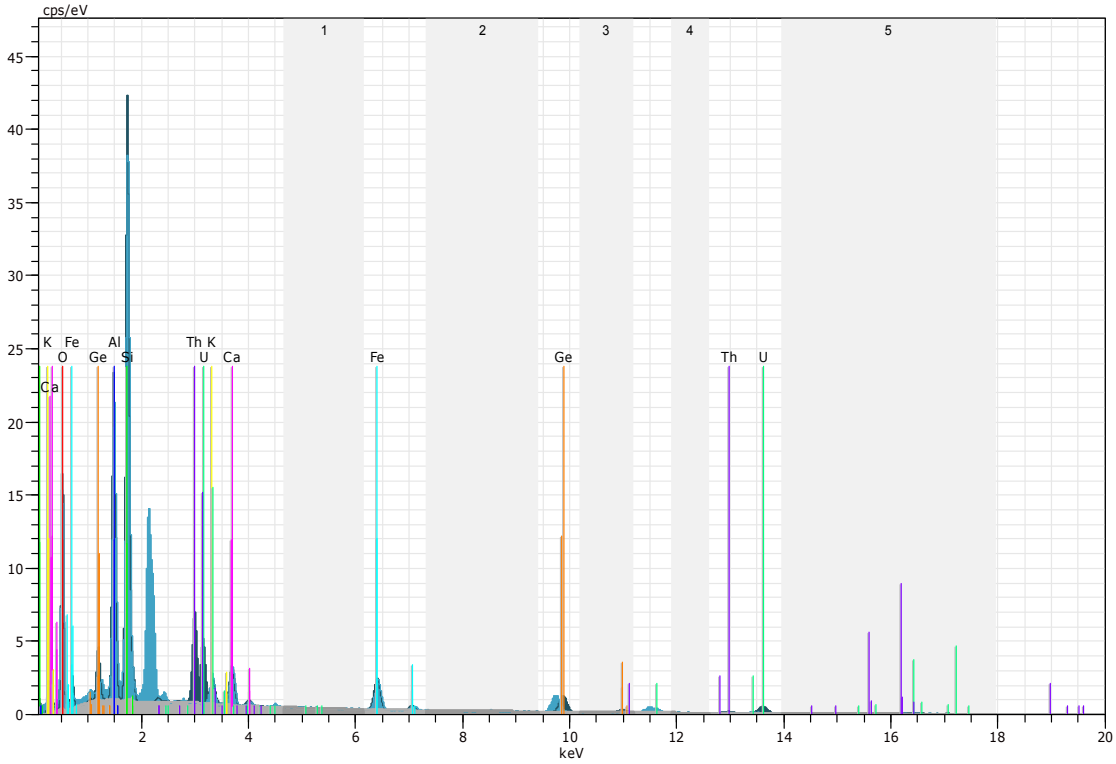


Şekil 64. Örnek 9- 2.bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum, yanında bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.

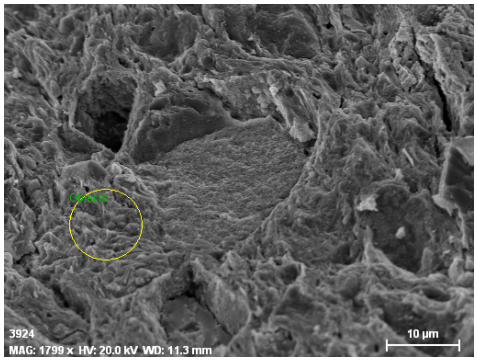


Spectrum: Objects					
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	30.76	29.39	53.34	3.8
Silicon	K-series	21.32	20.37	21.06	0.9
Aluminium	K-series	13.18	12.60	13.56	0.7
Iron	K-series	5.74	5.48	2.85	0.2
Calcium	K-series	2.96	2.83	2.05	0.1
Potassium	K-series	0.91	0.87	0.65	0.1
Germanium	K-series	11.18	10.68	4.27	0.4
Uranium	M-series	2.11	2.01	0.25	0.3
Thorium	M-series	16.49	15.76	1.97	0.8
	Total:	104.65	100.00	100.00	

Şekil 65. Örnek 9- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



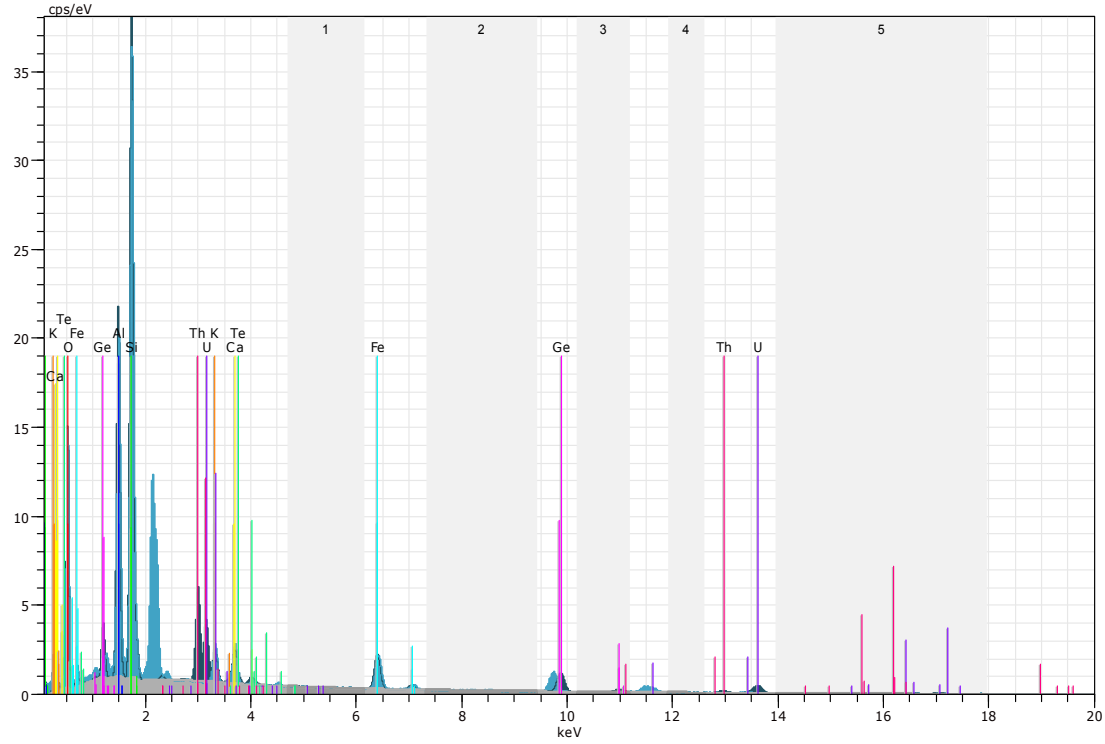
Şekil 66. Örnek 9- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve toryum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve germanyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, uranyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



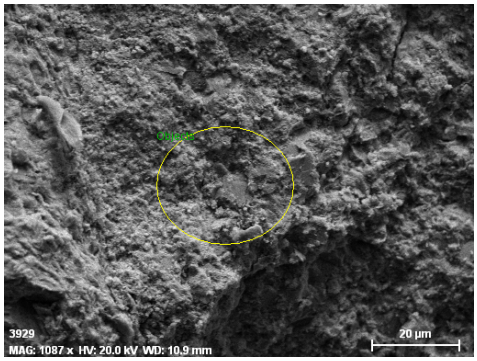
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	29.95	29.83	53.43	3.7
Silicon	K-series	20.93	20.84	21.27	0.9
Aluminium	K-series	12.83	12.78	13.57	0.6
Iron	K-series	5.49	5.47	2.81	0.2
Germanium	K-series	10.95	10.90	4.30	0.4
Calcium	K-series	2.15	2.14	1.53	0.1
Potassium	K-series	1.26	1.25	0.92	0.1
Tellurium	L-series	0.99	0.99	0.22	0.3
Uranium	M-series	0.94	0.94	0.11	0.4
Thorium	M-series	14.93	14.87	1.84	0.7
Total:		100.43	100.00	100.00	

Şekil 67. Örnek 9- 4 bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



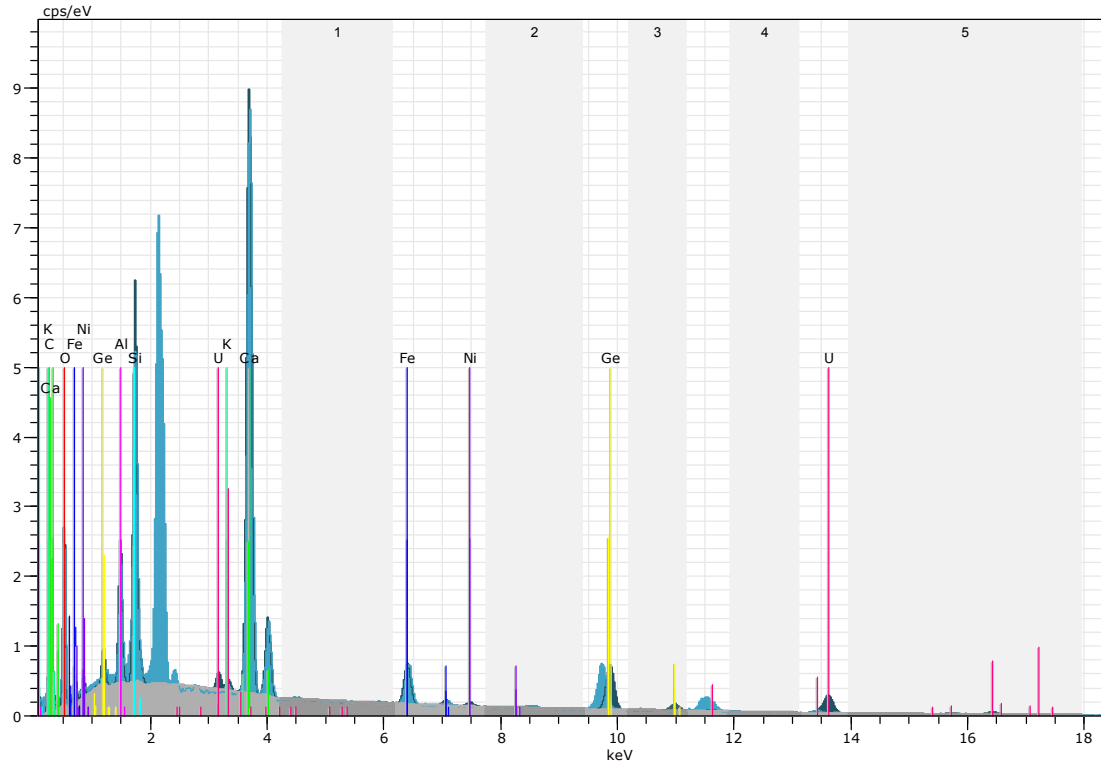
Şekil 68. Örnek 9 - 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve toryum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve germanyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, telluryum ve uranyum bulunduğu tespit edilmiştir.



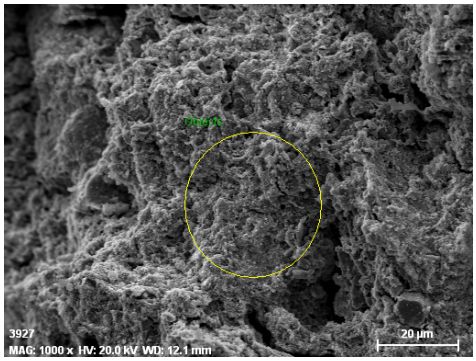
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	33.32	48.90	71.18	4.5
Calcium	K-series	14.64	21.49	12.49	0.5
Iron	K-series	2.33	3.42	1.43	0.1
Silicon	K-series	4.89	7.18	5.95	0.2
Aluminium	K-series	2.24	3.28	2.83	0.1
Germanium	K-series	8.74	12.82	4.11	0.3
Carbon	K-series	0.58	0.86	1.66	1.0
Potassium	K-series	0.01	0.01	0.01	0.0
Nickel	K-series	0.31	0.46	0.18	0.0
Uranium	M-series	1.07	1.57	0.15	0.1
	Total:	68.14	100.00	100.00	

Şekil 69. Örnek 10 - 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



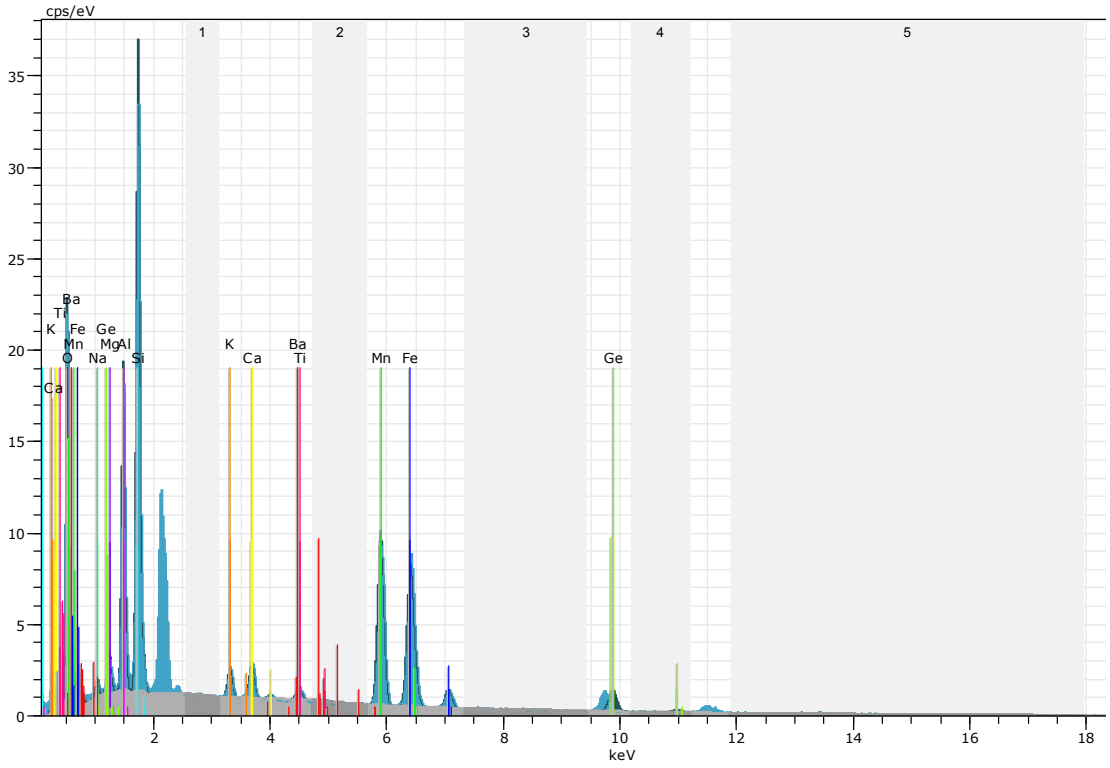
Şekil 70. Örnek 10 - 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda silisyum, demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda uranyum, nikel ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



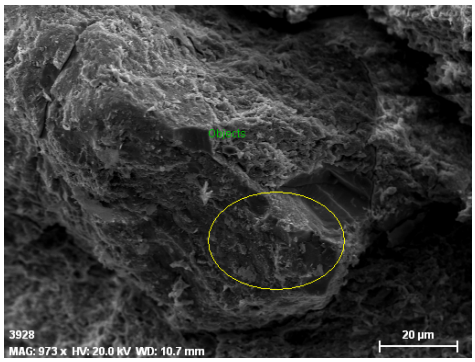
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	31.06	39.56	61.86	15.0
Manganese	K-series	10.40	13.25	6.03	0.3
Iron	K-series	9.72	12.38	5.55	0.3
Silicon	K-series	10.98	13.99	12.46	0.5
Aluminium	K-series	6.69	8.52	7.90	0.3
Calcium	K-series	1.07	1.36	0.85	0.1
Potassium	K-series	0.81	1.03	0.66	0.1
Sodium	K-series	0.46	0.59	0.64	0.4
Magnesium	K-series	0.93	1.18	1.22	0.1
Titanium	K-series	0.37	0.47	0.25	0.1
Germanium	K-series	5.78	7.36	2.54	0.2
Barium	L-series	0.25	0.32	0.06	0.1
	Total:	78.51	100.00	100.00	

Şekil 71. Örnek 11 - 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



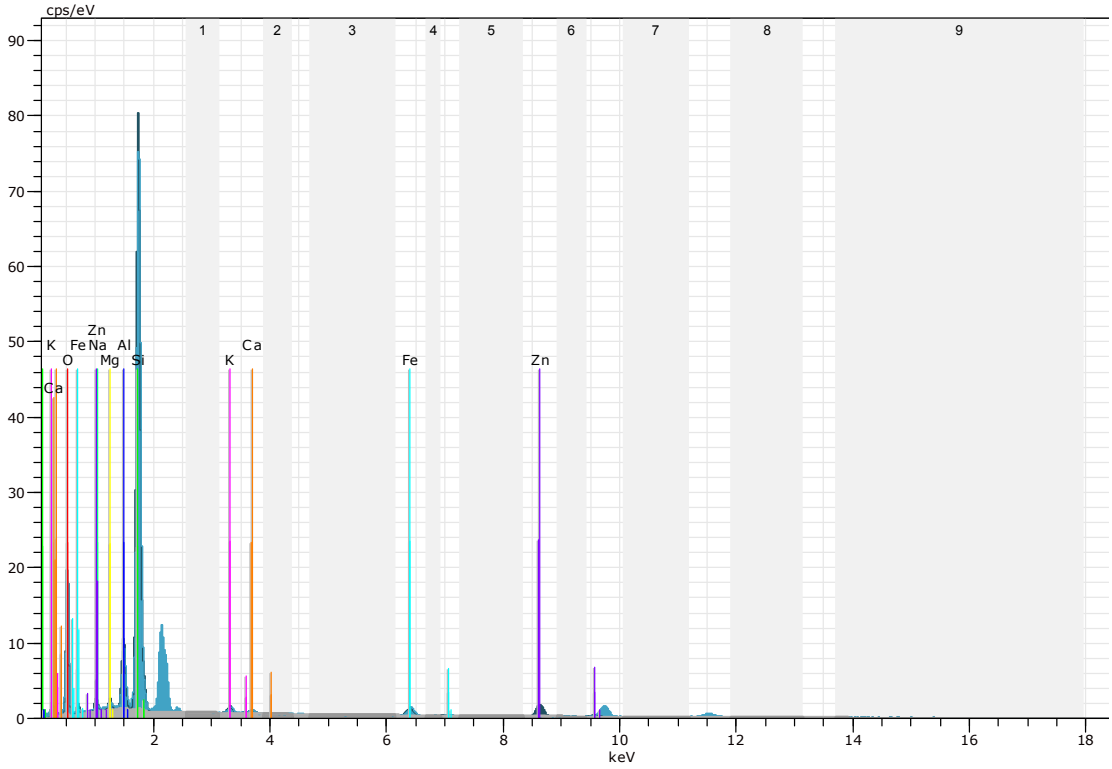
Şekil 72. Örnek 11- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, manganez, demir, alüminyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, magnezyum, potasyum, sodyum, titanyum ve baryum bulunduğu tespit edilmiştir.



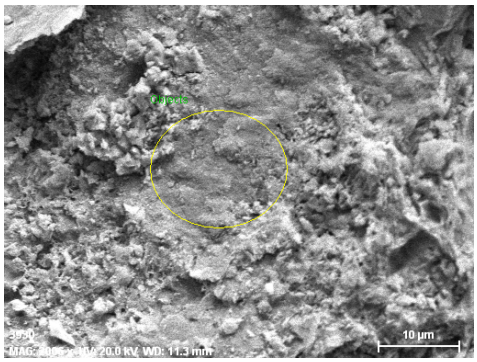
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	39.61	55.22	70.48	4.9
Silicon	K-series	22.14	30.86	22.44	1.0
Aluminium	K-series	3.10	4.33	3.27	0.2
Iron	K-series	1.37	1.92	0.70	0.1
Potassium	K-series	0.50	0.69	0.36	0.0
Magnesium	K-series	0.64	0.89	0.75	0.1
Calcium	K-series	0.28	0.39	0.20	0.0
Sodium	K-series	0.01	0.02	0.02	0.0
Zinc	K-series	4.07	5.68	1.77	0.1
	Total:	71.73	100.00	100.00	

Şekil 73. Örnek 11- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



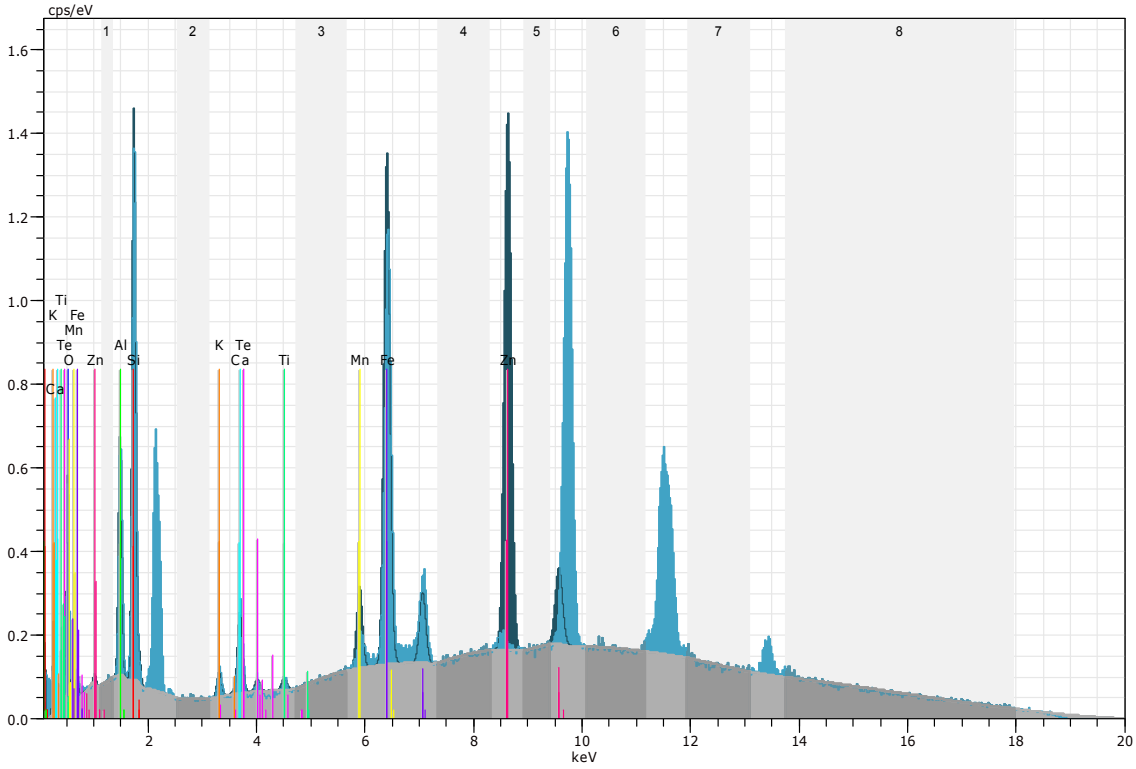
Şekil 74. Örnek 11- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten çok daha az miktarda çinko ve alüminyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, magnezyum, potasyum, kalsiyum ve eser miktarda sodyum bulunduğu tespit edilmiştir.



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Silicon	K-series	6.71	15.50	14.93	0.3
Aluminium	K-series	3.08	7.11	7.13	0.2
Oxygen	K-series	14.60	33.73	57.06	15.2
Calcium	K-series	1.87	4.32	2.92	0.1
Tellurium	L-series	0.24	0.56	0.12	0.1
Manganese	K-series	1.10	2.54	1.25	0.1
Potassium	K-series	0.59	1.36	0.94	0.1
Titanium	K-series	0.27	0.62	0.35	0.0
Iron	K-series	6.82	15.76	7.64	0.2
Zinc	K-series	8.00	18.49	7.65	0.2
	Total:	43.29	100.00	100.00	

Şekil 75. Örnek 12- 1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

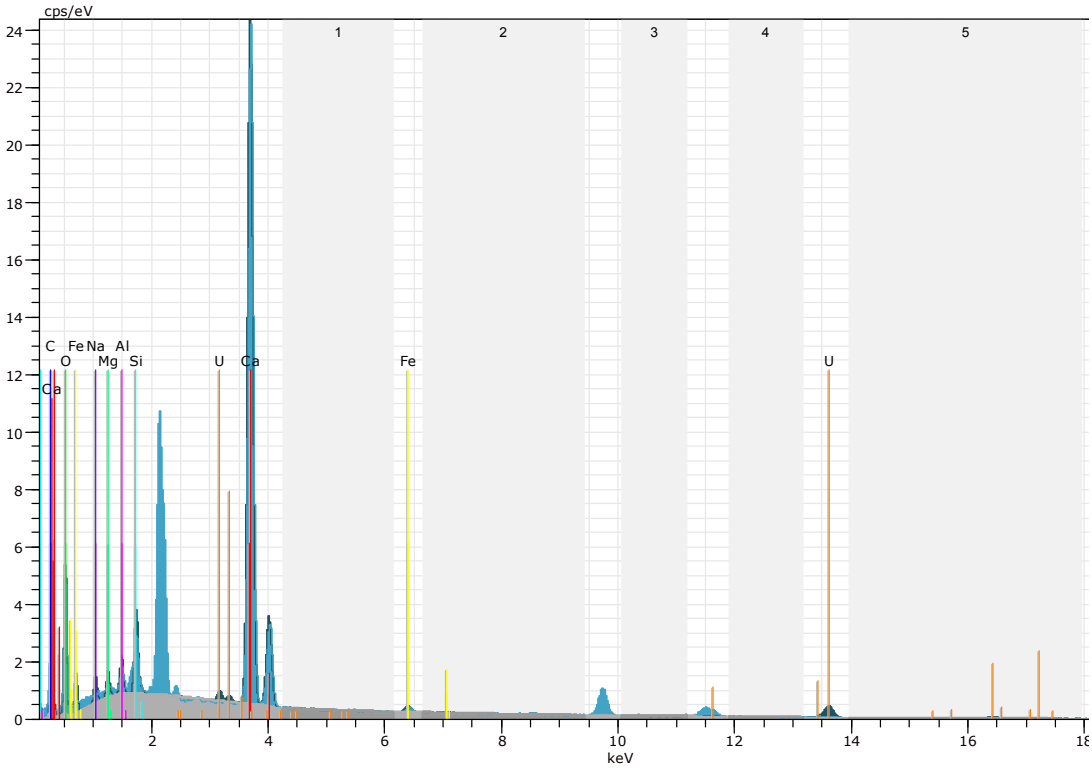


Şekil 76. Örnek 12- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda çinko, demir ve silisyum yanında bu elementlerden daha az miktarda alüminyum ve kalsiyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda manganez, potasyum, titanyum ve telluryum bulunduğu tespit edilmiştir.

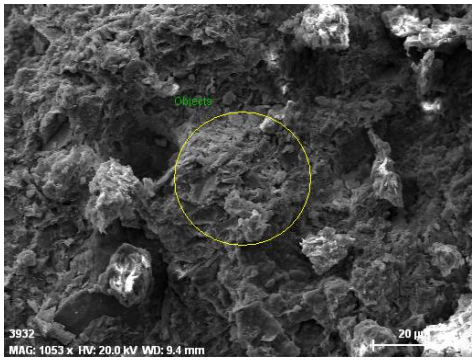
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Calcium	K-series	20.73	29.23	14.16	0.6
Oxygen	K-series	39.35	55.49	67.36	5.3
Carbon	K-series	6.49	9.15	14.80	1.0
Silicon	K-series	1.11	1.57	1.09	0.1
Aluminium	K-series	0.65	0.91	0.66	0.1
Iron	K-series	0.52	0.73	0.25	0.0
Uranium	M-series	0.70	0.98	0.08	0.1
Magnesium	K-series	0.56	0.78	0.63	0.1
Sodium	K-series	0.82	1.16	0.98	0.1
	Total:	70.91	100.00	100.00	

Şekil 77. Örnek 12- 2. bölge EDS tablosu.



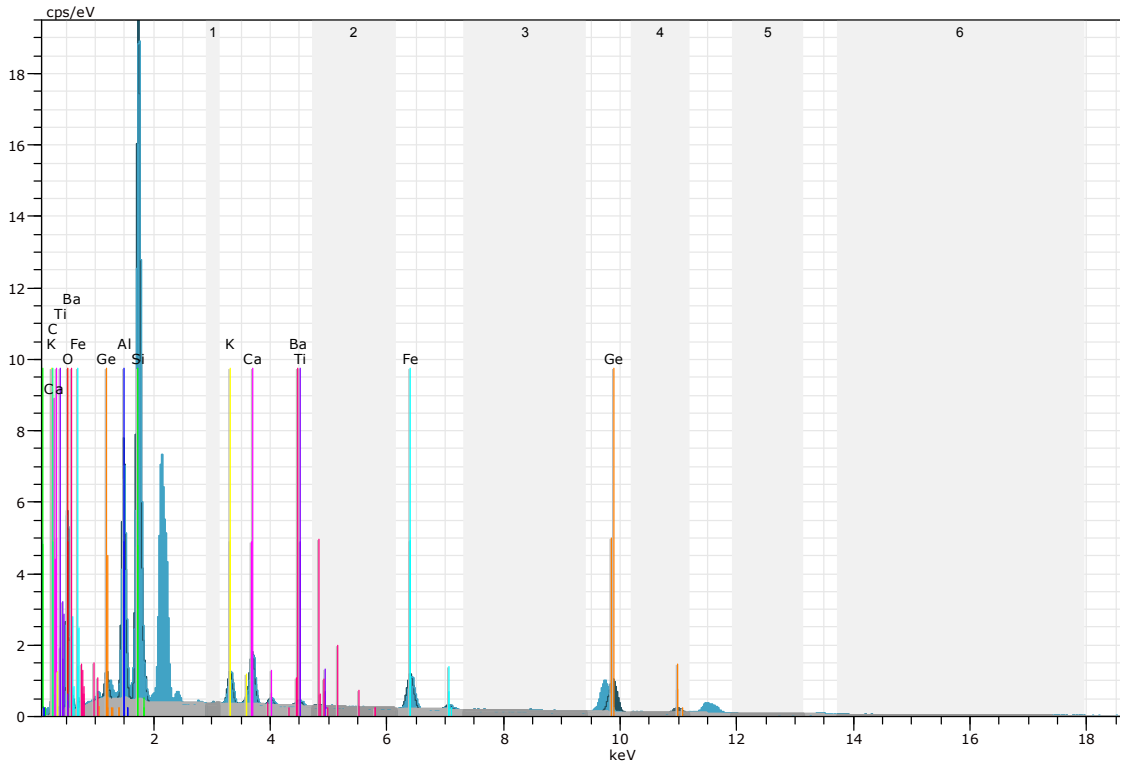
Şekil 78. Örnek 12- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum ve bu elementten çok daha az miktarda silisyum, sodyum, uranyum, alüminyum, magnezyum ve demir bulunduğu tespit edilmiştir.



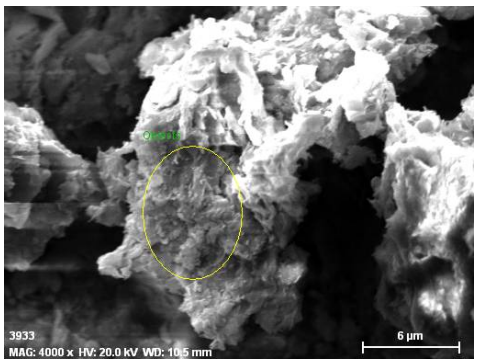
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	32.19	45.35	64.09	18.1
Silicon	K-series	16.51	23.26	18.72	0.7
Aluminium	K-series	6.84	9.63	8.07	0.4
Iron	K-series	2.76	3.89	1.57	0.1
Calcium	K-series	2.19	3.08	1.74	0.1
Potassium	K-series	1.18	1.66	0.96	0.1
Germanium	K-series	8.47	11.93	3.72	0.3
Carbon	K-series	0.36	0.50	0.94	0.6
Titanium	K-series	0.16	0.23	0.11	0.0
Barium	L-series	0.33	0.47	0.08	0.1
	Total:	70.98	100.00	100.00	

Şekil 79. Örnek 12- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



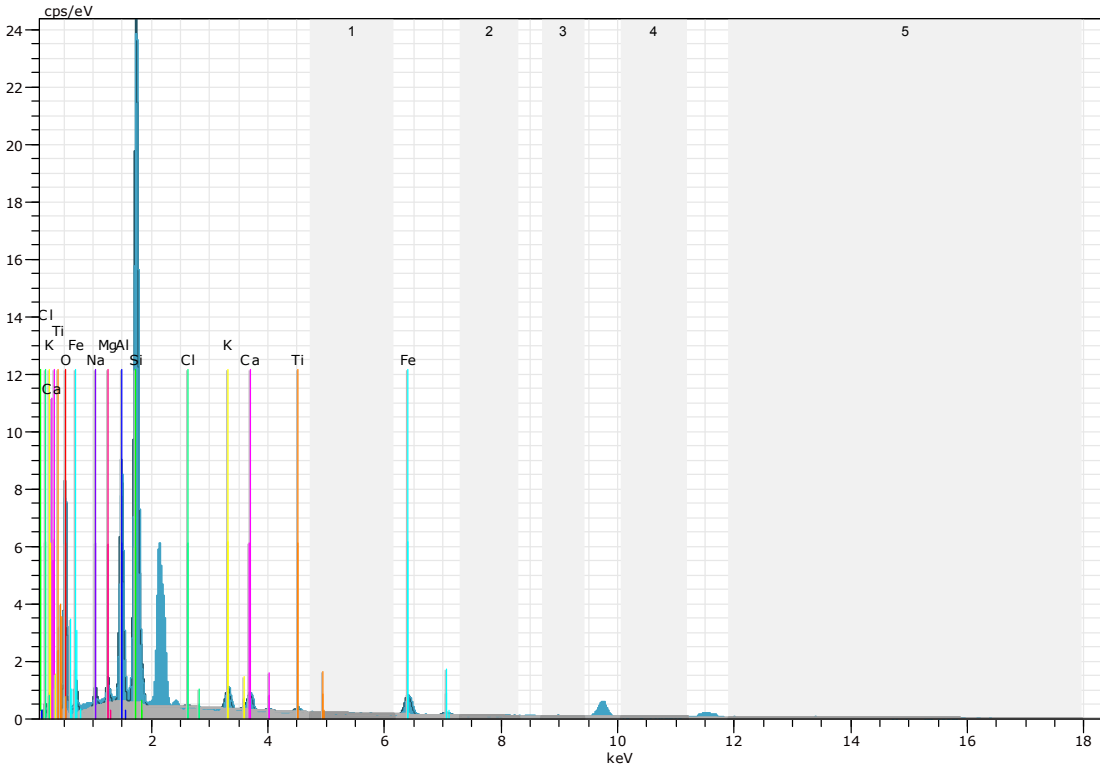
Şekil 80. Örnek 12- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum bu elementten daha az miktarda germanyum ve alüminyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, baryum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.



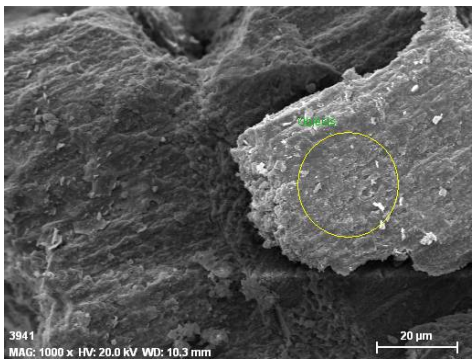
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	40.27	61.50	74.67	20.5
Silicon	K-series	14.19	21.67	14.98	0.6
Aluminium	K-series	5.38	8.21	5.91	0.3
Iron	K-series	2.29	3.50	1.22	0.1
Calcium	K-series	0.79	1.21	0.59	0.1
Potassium	K-series	0.78	1.18	0.59	0.1
Titanium	K-series	0.26	0.40	0.16	0.0
Chlorine	K-series	0.07	0.10	0.05	0.0
Sodium	K-series	0.75	1.14	0.97	0.1
Magnesium	K-series	0.70	1.08	0.86	0.1
	Total:	65.47	100.00	100.00	

Şekil 81. Örnek 12- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



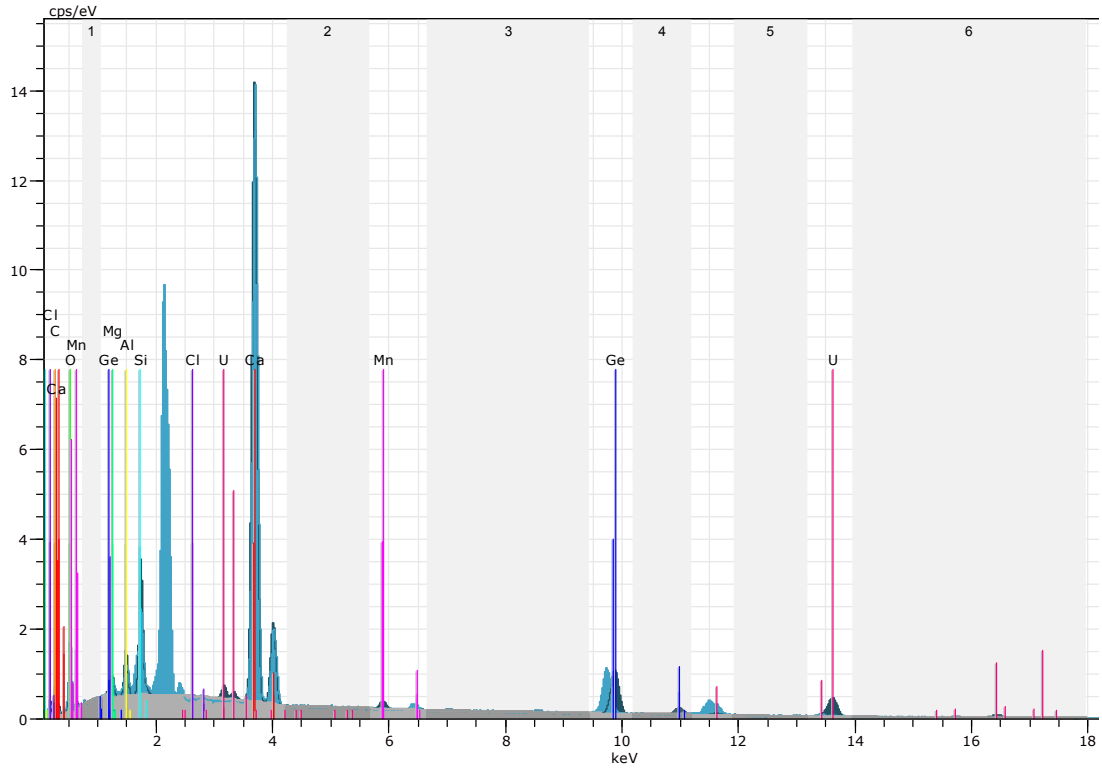
Şekil 82. Örnek 12- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ile bu elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, kalsiyum, potasyum, sodyum, magnezyum, titanyum ve klor bulunduğu tespit edilmiştir.



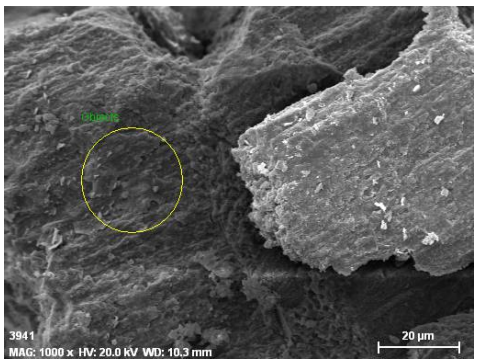
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Calcium	K-series	21.13	33.32	20.93	0.7
Oxygen	K-series	22.04	34.75	54.68	3.6
Germanium	K-series	10.95	17.27	5.99	0.4
Silicon	K-series	2.45	3.86	3.46	0.1
Manganese	K-series	0.52	0.82	0.37	0.0
Aluminium	K-series	1.08	1.70	1.59	0.1
Carbon	K-series	3.59	5.66	11.86	0.9
Magnesium	K-series	0.57	0.89	0.92	0.1
Chlorine	K-series	0.02	0.03	0.02	0.0
Uranium	M-series	1.08	1.70	0.18	0.1
	Total:	63.41	100.00	100.00	

Şekil 83. Örnek 13-1. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



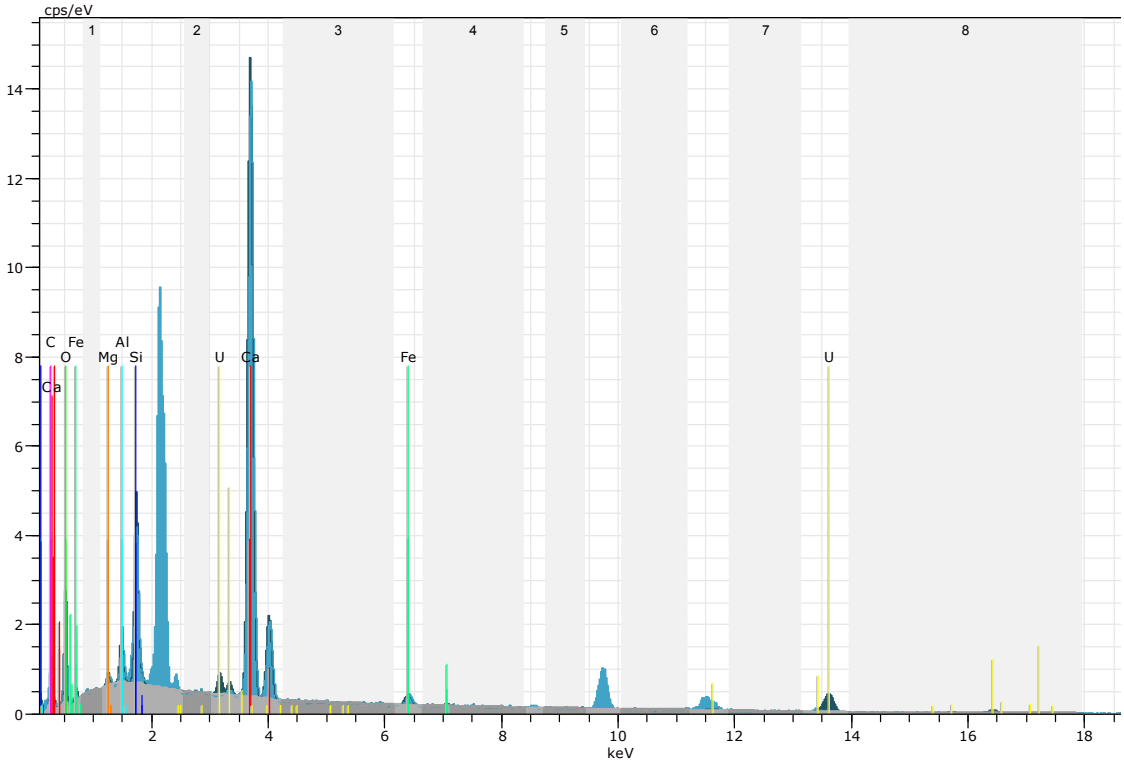
Şekil 84. Örnek 13- 1. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum ve germanyum yanında bu elementlerden daha az miktarda silisyum, uranyum, alüminyum, magnezyum, manganez ve eser miktarda klor bulunduğu tespit edilmiştir.



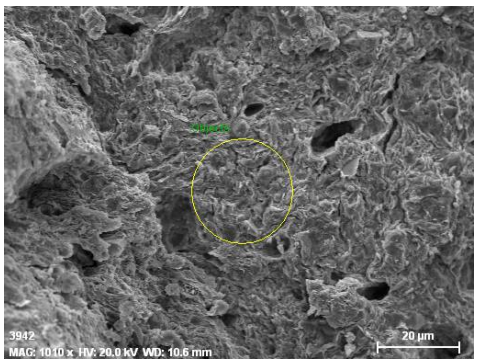
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Calcium	K-series	17.42	26.98	13.18	0.5
Oxygen	K-series	36.54	56.58	69.26	5.9
Silicon	K-series	2.17	3.36	2.35	0.1
Aluminium	K-series	0.74	1.15	0.83	0.1
Carbon	K-series	5.38	8.32	13.57	1.2
Uranium	M-series	1.44	2.22	0.18	0.1
Magnesium	K-series	0.21	0.32	0.26	0.0
Iron	K-series	0.69	1.07	0.37	0.1
	Total:	64.58	100.00	100.00	

Şekil 85. Örnek 13- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



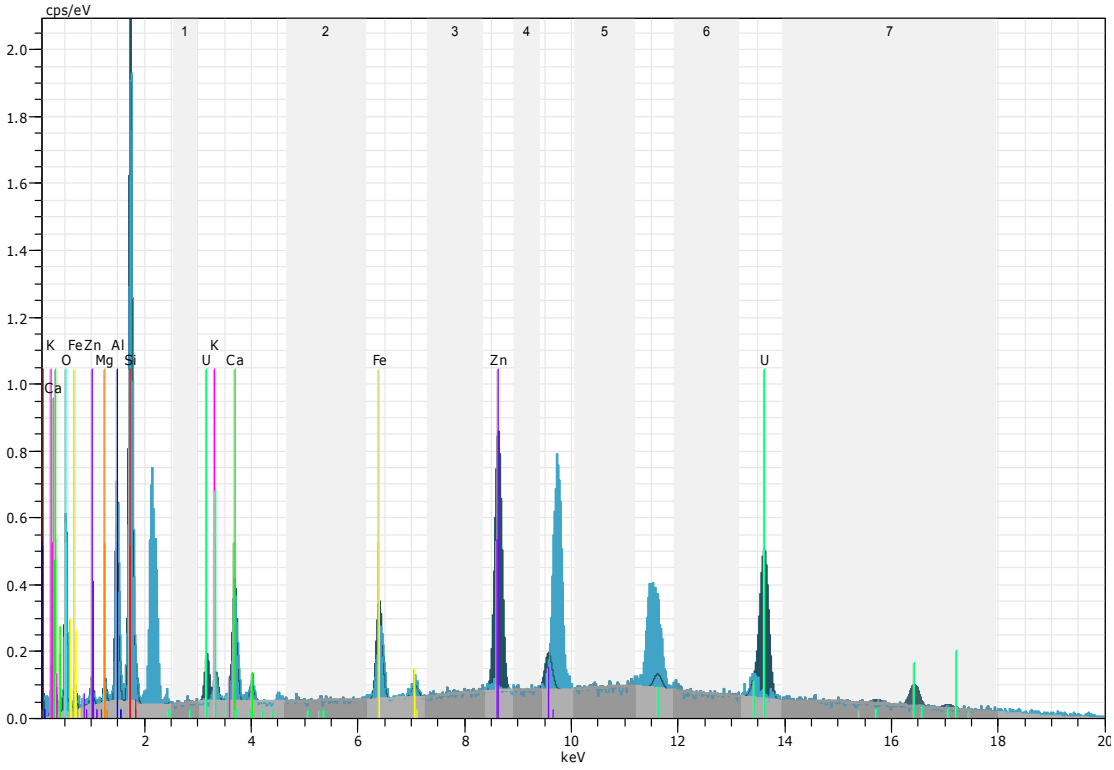
Şekil 86. Örnek 13- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda kalsiyum yanında bu elementten daha az miktarda silisyum, uranyum, alüminyum, demir ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



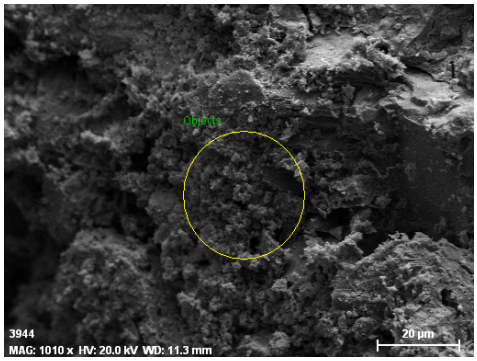
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Silicon	K-series	17.29	22.12	19.28	0.8
Calcium	K-series	4.03	5.15	3.15	0.2
Aluminium	K-series	6.54	8.37	7.59	0.4
Oxygen	K-series	31.51	40.32	61.69	6.1
Potassium	K-series	0.02	0.03	0.02	0.0
Iron	K-series	3.57	4.57	2.00	0.1
Magnesium	K-series	0.95	1.21	1.22	0.1
Uranium	M-series	5.10	6.53	0.67	0.4
Zinc	K-series	9.15	11.71	4.38	0.3
	Total:	78.15	100.00	100.00	

Şekil 87. Örnek 13- 3. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



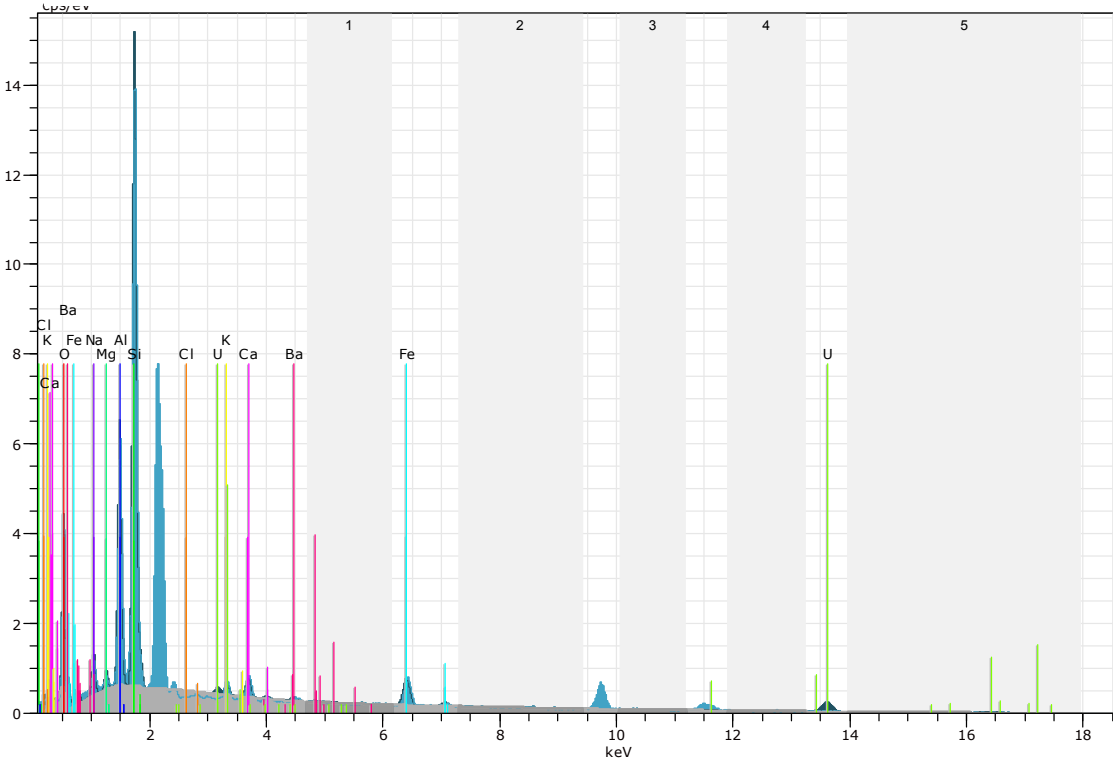
Şekil 88. Örnek 13- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, yanında bu elementten daha az miktarda çinko, alüminyum uranyum, kalsiyum ve demir elementleri ile bunlardan daha az miktarda olmak üzere magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



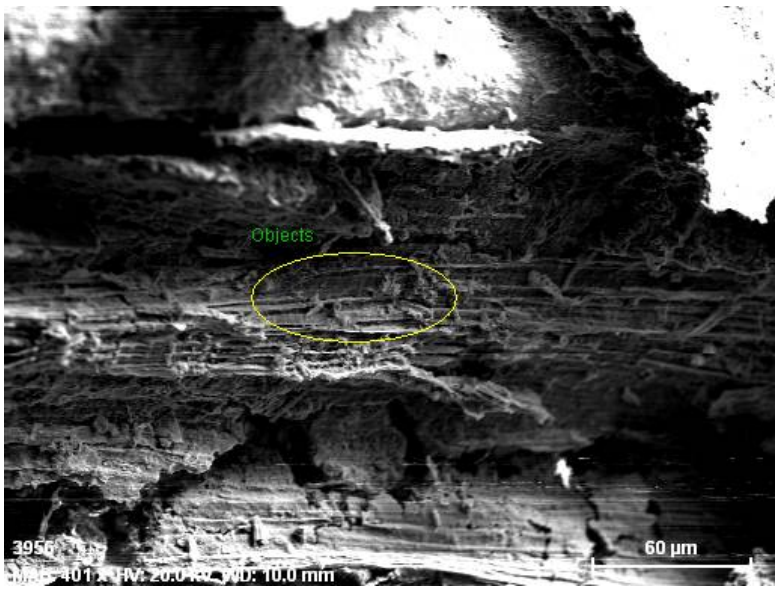
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	85.89	85.89	92.08	2.2
Silicon	K-series	6.74	6.74	4.12	0.3
Aluminium	K-series	3.36	3.36	2.14	0.2
Iron	K-series	1.45	1.45	0.45	0.1
Calcium	K-series	0.44	0.44	0.19	0.0
Potassium	K-series	0.12	0.12	0.05	0.0
Chlorine	K-series	0.00	0.00	0.00	0.0
Magnesium	K-series	0.30	0.30	0.21	0.0
Sodium	K-series	0.93	0.93	0.70	0.2
Barium	L-series	0.31	0.31	0.04	0.0
Uranium	M-series	0.45	0.45	0.03	0.1
	Total:	100.00	100.00	100.00	

Şekil 89. Örnek 13- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



Şekil 90. Örnek 13- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, ve alüminyum elementleri ile bu iki elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda demir, sodyum, uranyum, kalsiyum magnezyum, baryum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.



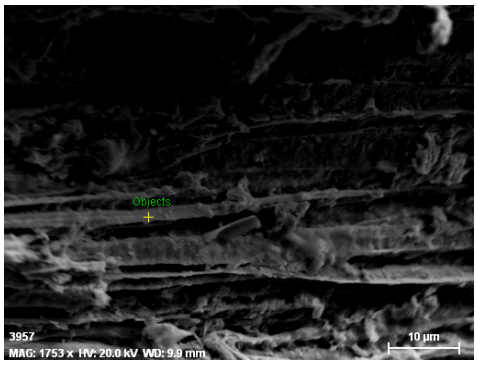
Şekil 91. Örnek 14- 1. bölge SEM görüntüsü

Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	48.96	64.42	76.75	37.4
Silicon	K-series	9.57	12.60	8.55	0.4
Iron	K-series	7.32	9.63	3.29	0.3
Aluminium	K-series	4.35	5.73	4.05	0.2
Calcium	K-series	1.74	2.29	1.09	0.1
Potassium	K-series	0.81	1.07	0.52	0.1
Carbon	K-series	2.52	3.32	5.26	1.2
Magnesium	K-series	0.24	0.31	0.25	0.0
Titanium	K-series	0.48	0.63	0.25	0.1
	Total:	76.00	100.00	100.00	

Şekil 92. Örnek 14- 1. bölge EDS tablosu

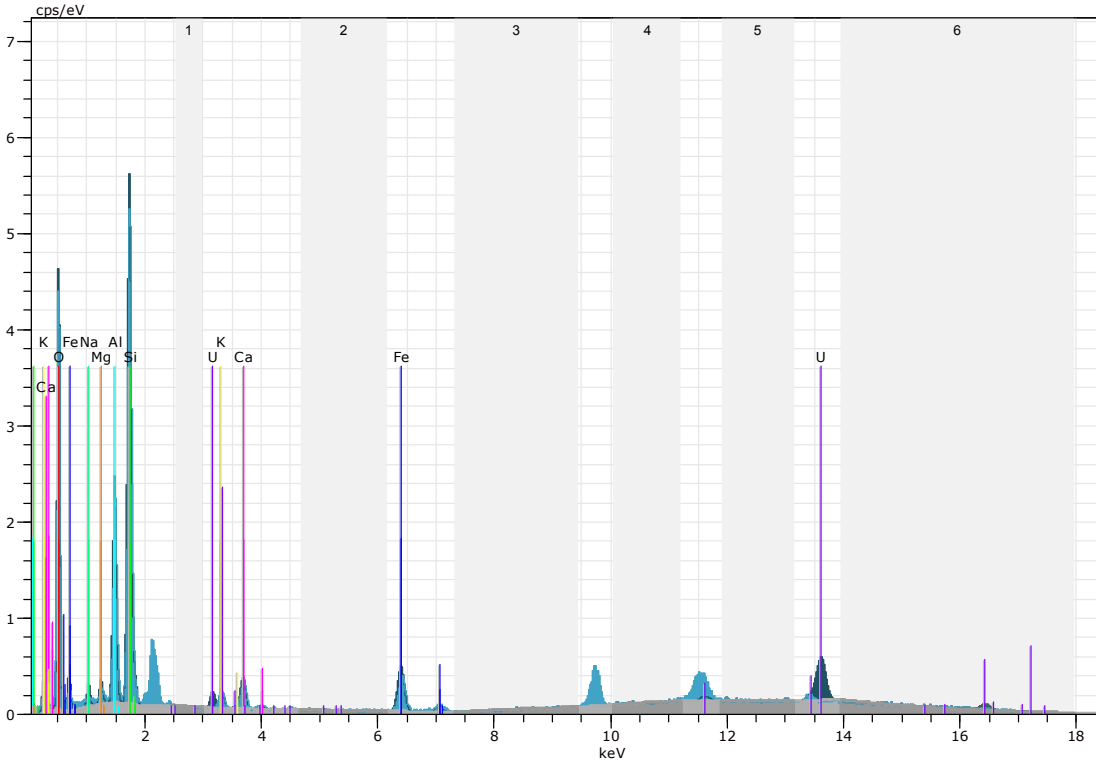
Örnek 14- 1. bölge EDS tablosu; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve demir elementi ile daha az miktarda alüminyum elementi yanında bunlardan daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, titanyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	49.69	52.90	70.41	6.7
Silicon	K-series	17.79	18.94	14.36	0.8
Iron	K-series	8.42	8.96	3.42	0.3
Aluminium	K-series	8.57	9.12	7.20	0.5
Calcium	K-series	2.59	2.75	1.46	0.1
Potassium	K-series	0.52	0.55	0.30	0.1
Magnesium	K-series	1.12	1.19	1.05	0.1
Sodium	K-series	1.46	1.56	1.44	0.1
Uranium	M-series	3.78	4.03	0.36	0.4
	Total:	93.94	100.00	100.00	

Şekil 93. Örnek 14- 2. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

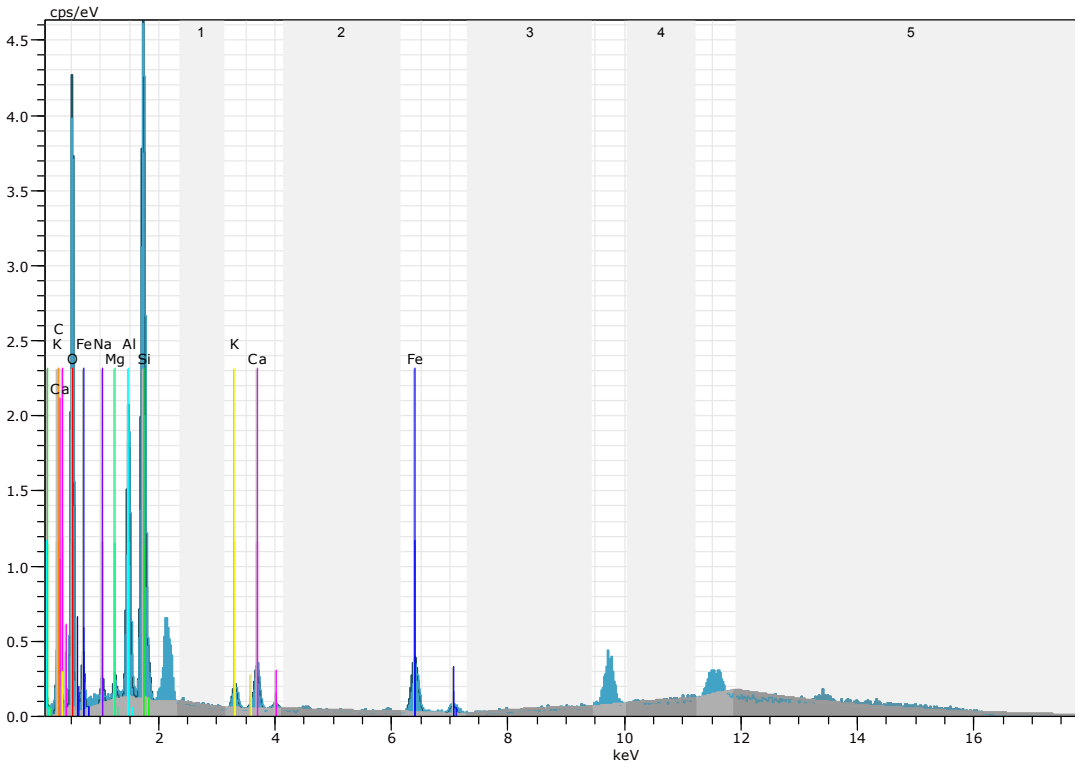


Şekil 94. Örnek 14- 2. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda alüminyum ve demir ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda uranyum, kalsiyum, sodyum, magnezyum ve potasyum bulunduğu tespit edilmiştir.

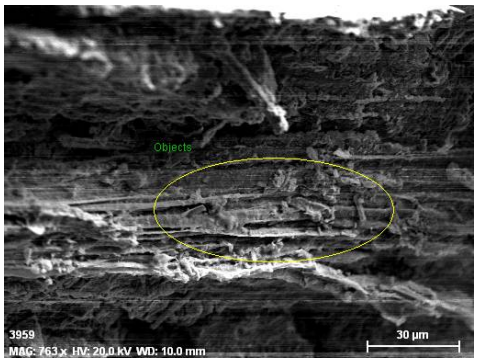
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	50.02	60.45	74.22	7.1
Silicon	K-series	12.67	15.31	10.71	0.6
Iron	K-series	7.21	8.71	3.06	0.3
Aluminium	K-series	6.20	7.49	5.45	0.3
Calcium	K-series	2.36	2.86	1.40	0.1
Potassium	K-series	1.20	1.45	0.73	0.1
Carbon	K-series	1.36	1.65	2.69	1.2
Magnesium	K-series	0.70	0.85	0.69	0.1
Sodium	K-series	1.01	1.23	1.05	0.1
	Total:	82.74	100.00	100.00	

Şekil 95. Örnek 14- 3. bölge EDS tablosu.



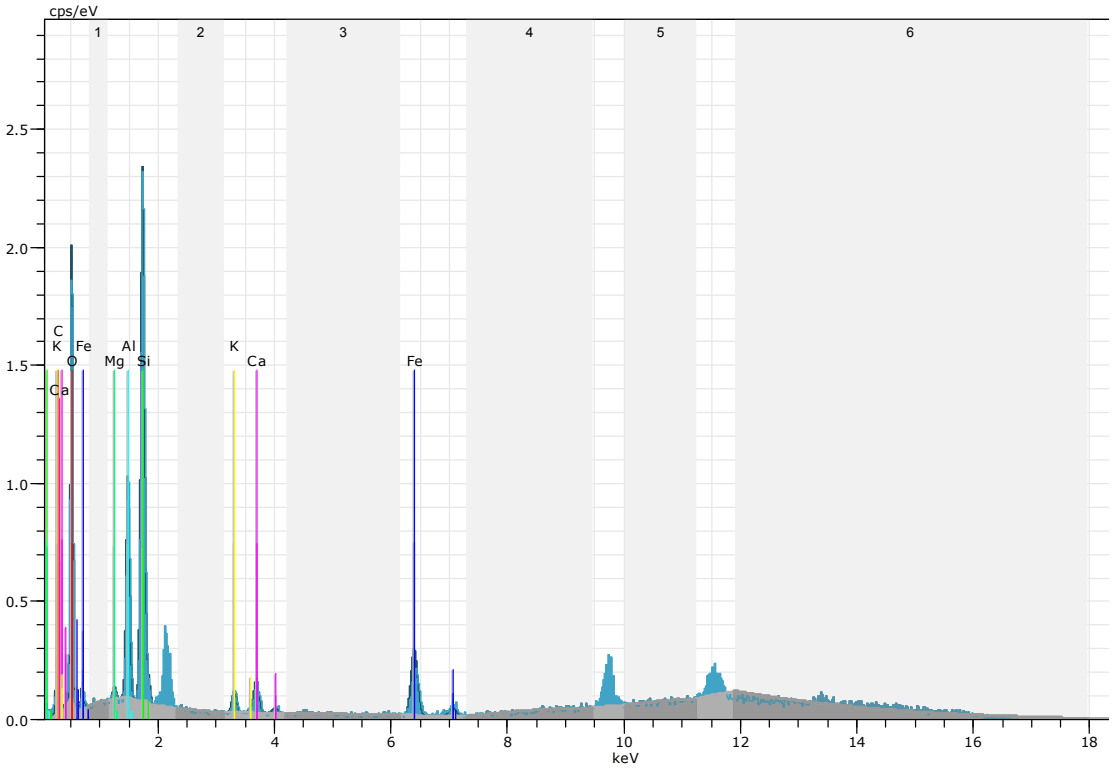
Şekil 96. Örnek 14- 3. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum yanında bu elementten daha az miktarda demir ve alüminyum ile bu elementlerden de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, sodyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



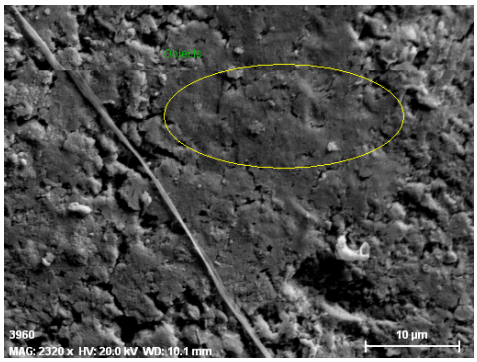
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	47.66	63.59	76.78	7.7
Silicon	K-series	9.44	12.59	8.66	0.5
Iron	K-series	8.04	10.72	3.71	0.3
Aluminium	K-series	4.10	5.46	3.91	0.3
Calcium	K-series	2.16	2.88	1.39	0.1
Potassium	K-series	1.23	1.64	0.81	0.1
Carbon	K-series	2.08	2.78	4.46	1.7
Magnesium	K-series	0.26	0.34	0.27	0.1
	Total:	74.95	100.00	100.00	

Şekil 97. Örnek 14- 4. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



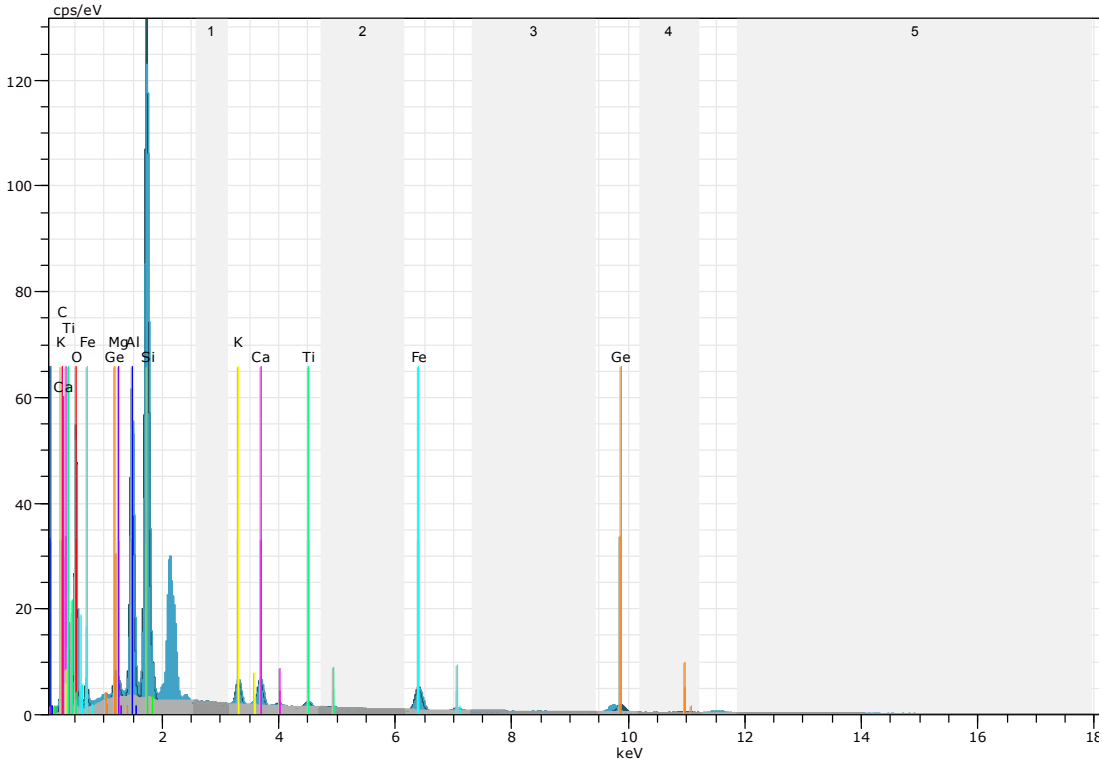
Şekil 98. Örnek 14- 4. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum, demir ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda kalsiyum, potasyum ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



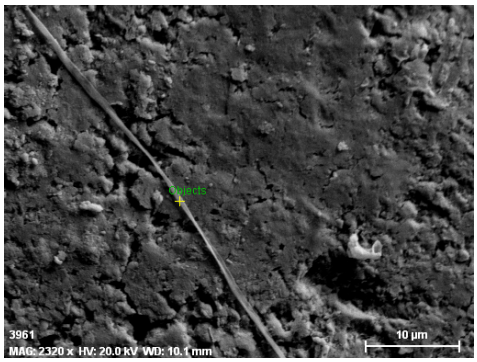
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	38.92	54.90	70.48	17.4
Silicon	K-series	14.20	20.03	14.65	0.6
Aluminium	K-series	7.11	10.03	7.63	0.4
Iron	K-series	2.95	4.16	1.53	0.1
Calcium	K-series	1.33	1.87	0.96	0.1
Potassium	K-series	1.03	1.46	0.77	0.1
Germanium	K-series	3.84	5.41	1.53	0.2
Titanium	K-series	0.39	0.55	0.24	0.0
Magnesium	K-series	0.43	0.61	0.51	0.1
Carbon	K-series	0.71	1.00	1.70	0.5
Total:		70.89	100.00	100.00	

Şekil 99. Örnek 14- 5. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



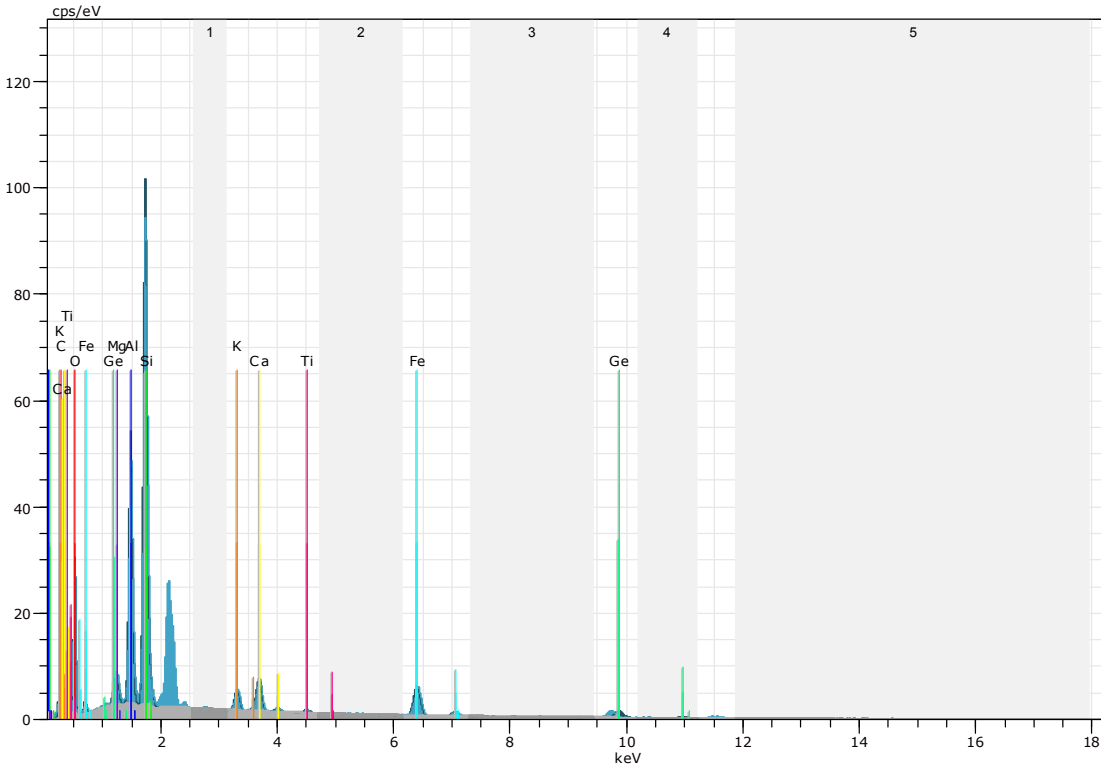
Şekil 100. Örnek 14- 5. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda germanyum ve demir ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.



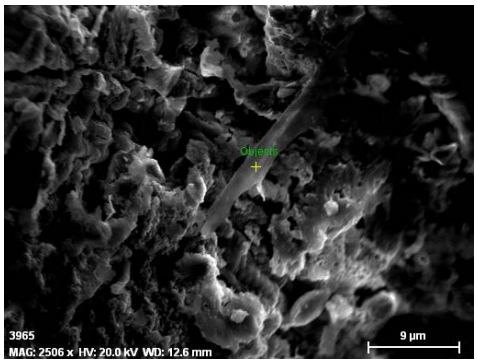
Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	32.83	48.18	61.77	17.4
Silicon	K-series	12.77	18.74	13.69	0.6
Aluminium	K-series	7.33	10.75	8.17	0.4
Iron	K-series	4.03	5.91	2.17	0.1
Carbon	K-series	3.72	5.45	9.32	0.9
Calcium	K-series	1.77	2.60	1.33	0.1
Potassium	K-series	0.94	1.37	0.72	0.1
Germanium	K-series	3.54	5.19	1.47	0.1
Magnesium	K-series	0.96	1.41	1.19	0.1
Titanium	K-series	0.26	0.39	0.17	0.0
	Total:	68.15	100.00	100.00	

Şekil 101. Örnek 14- 6. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.



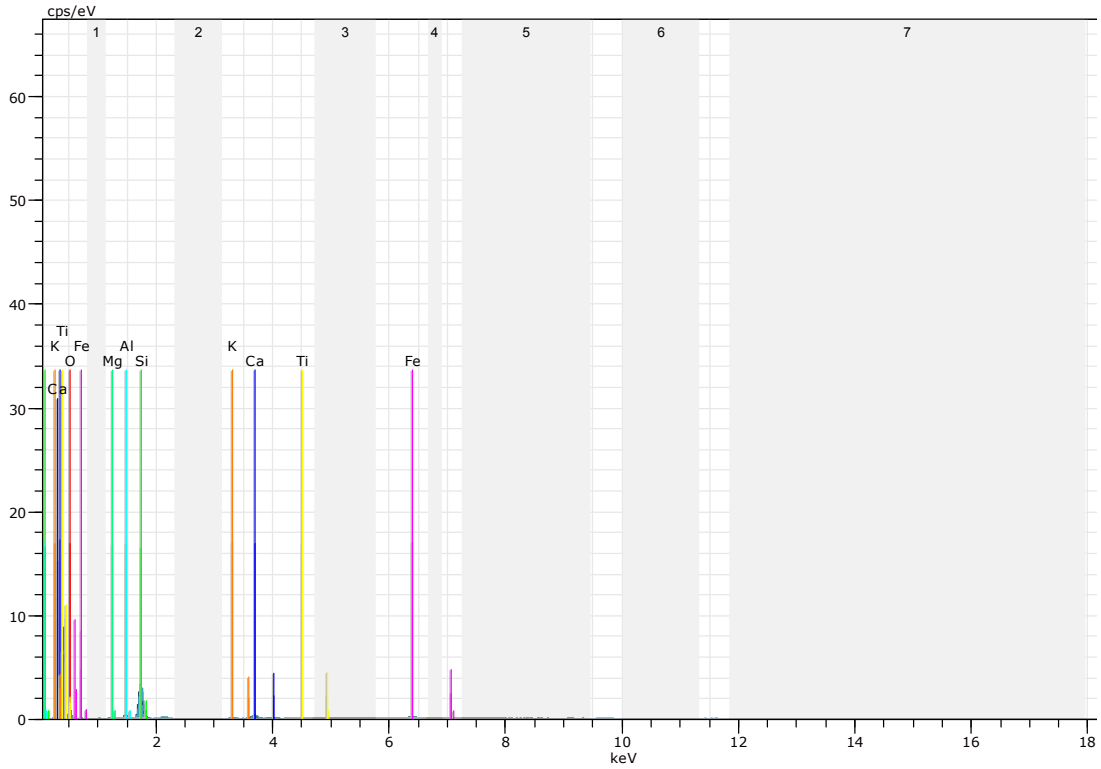
Şekil 102. Örnek 14- 6. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve alüminyum yanında bu elementlerden daha az miktarda demir ve germanyum ile bu iki elementten de daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, magnezyum, potasyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.



Spectrum: Objects

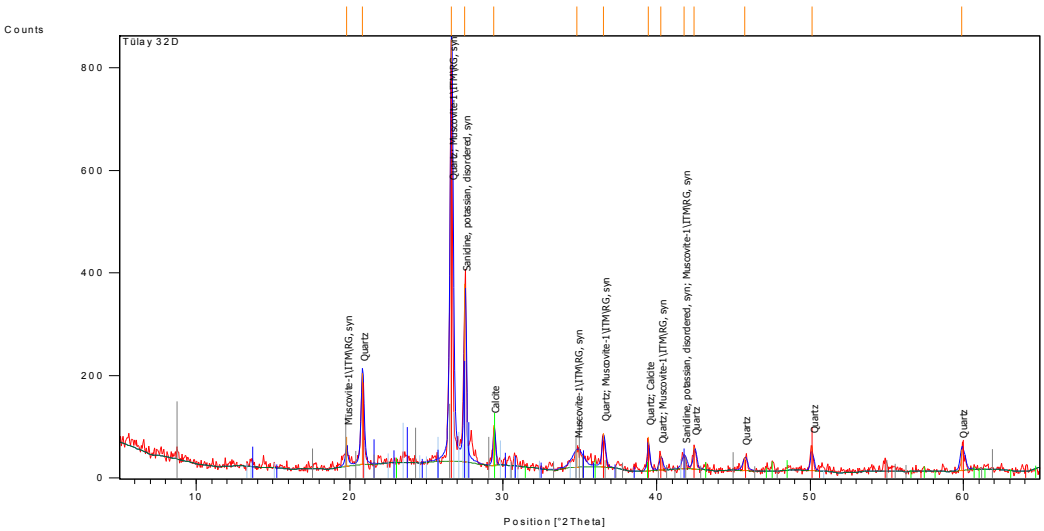
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	43.97	63.79	76.85	59.5
Silicon	K-series	17.30	25.10	17.23	0.8
Calcium	K-series	2.82	4.09	1.97	0.1
Aluminium	K-series	2.33	3.38	2.42	0.2
Iron	K-series	1.62	2.35	0.81	0.1
Titanium	K-series	0.20	0.29	0.11	0.0
Potassium	K-series	0.42	0.61	0.30	0.1
Magnesium	K-series	0.27	0.38	0.31	0.1
	Total:	68.92	100.00	100.00	

Şekil 103. Örnek 14- 7. bölge SEM görüntüsü ve EDS tablosu.

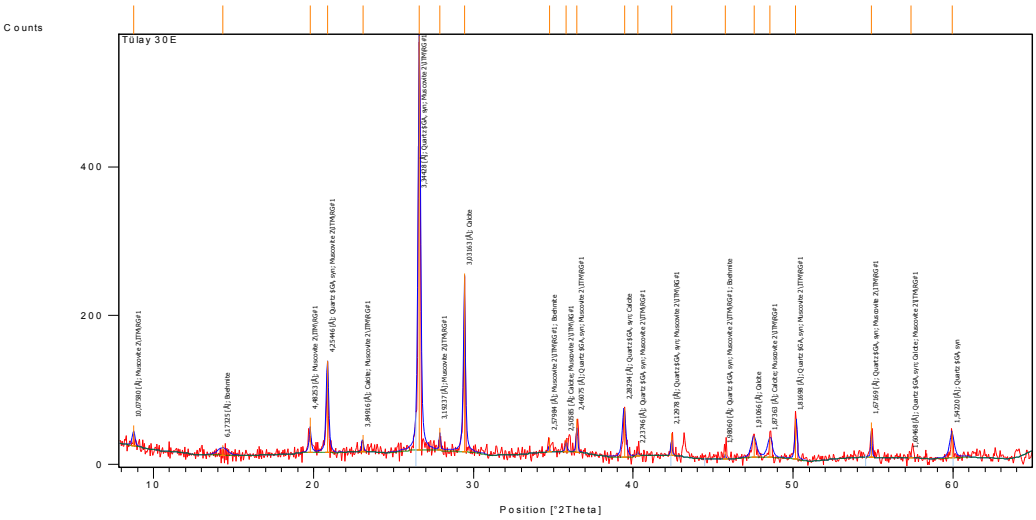


Şekil 104. Örnek 14- 7. bölge EDS grafiği; Örnekte yüksek miktarda silisyum ve bu elementten daha az miktarda sırasıyla azalan oranlarda kalsiyum, alüminyum ve demir elementleri ile bunlardan da daha az miktarda yine sırasıyla azalan oranlarda potasyum, magnezyum ve titanyum bulunduğu tespit edilmiştir.

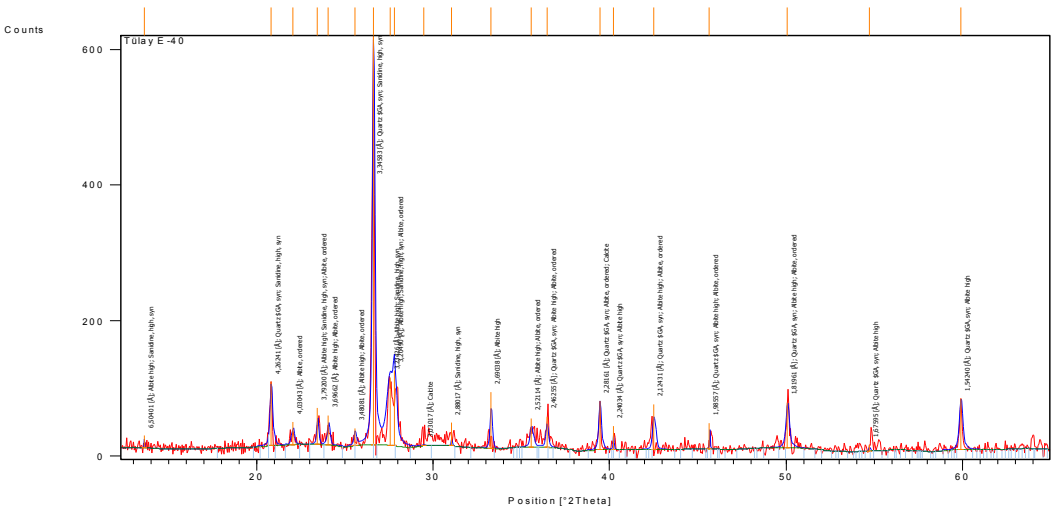
EK 2: XRD ANALİZİ DEĞERLENDİRME SONUÇLARI



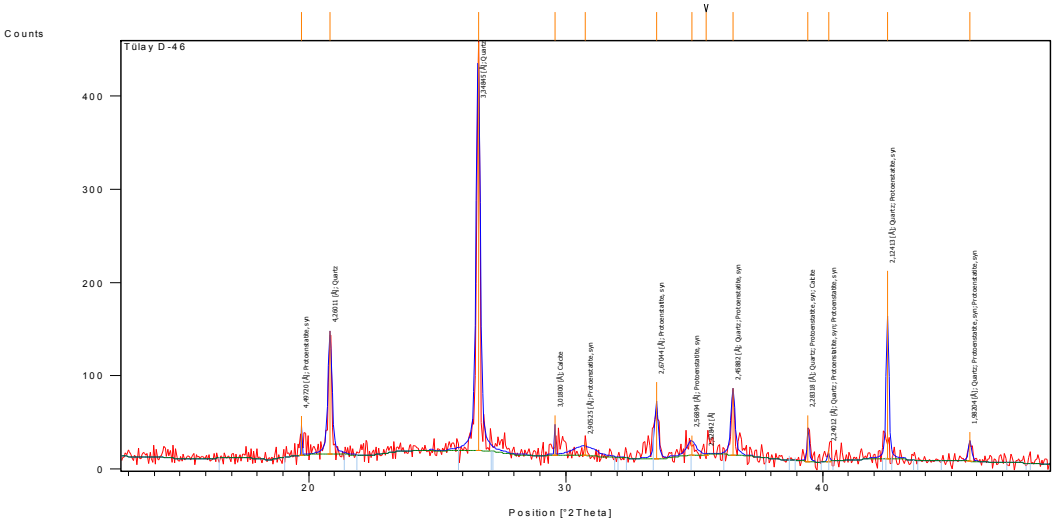
Şekil 105. 1 nolu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars, sanidin ve potasyum, kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



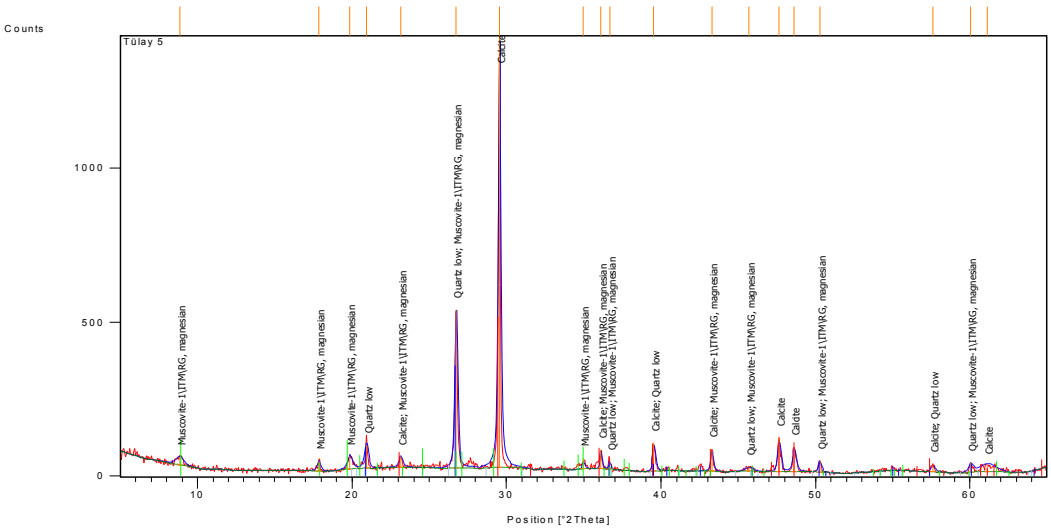
Şekil 106. 2 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, böhmit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



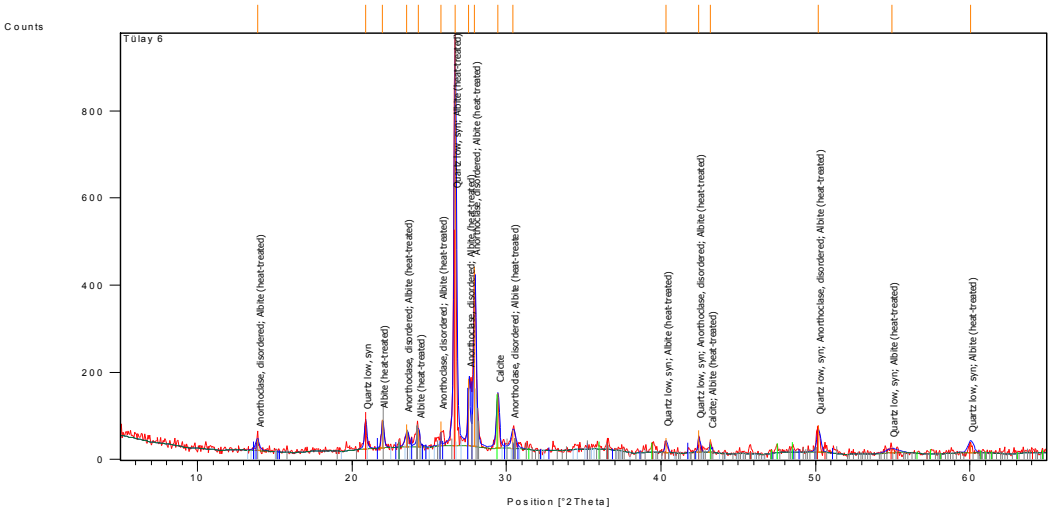
Şekil 107. 3 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde albit, sanidin, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



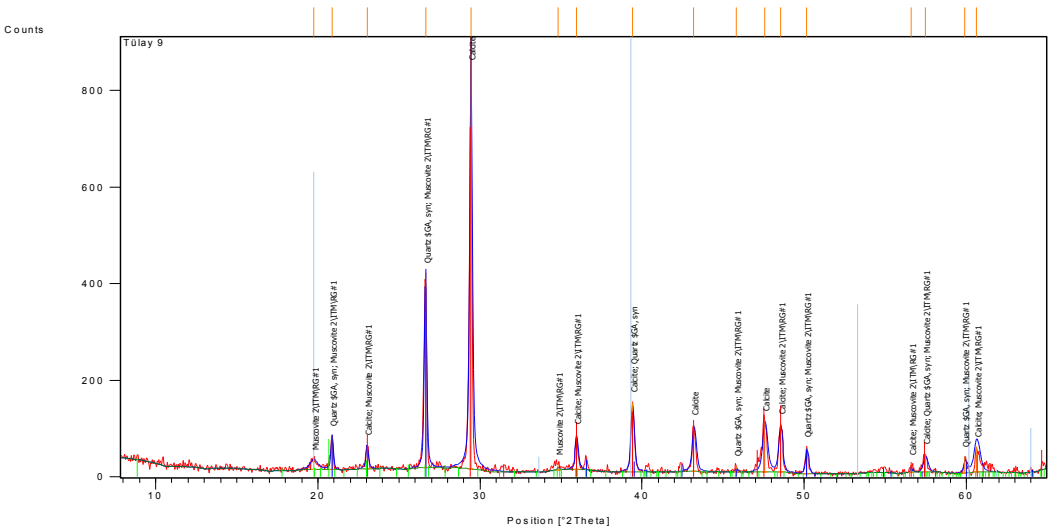
Şekil 108. 4 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde protoenstatit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



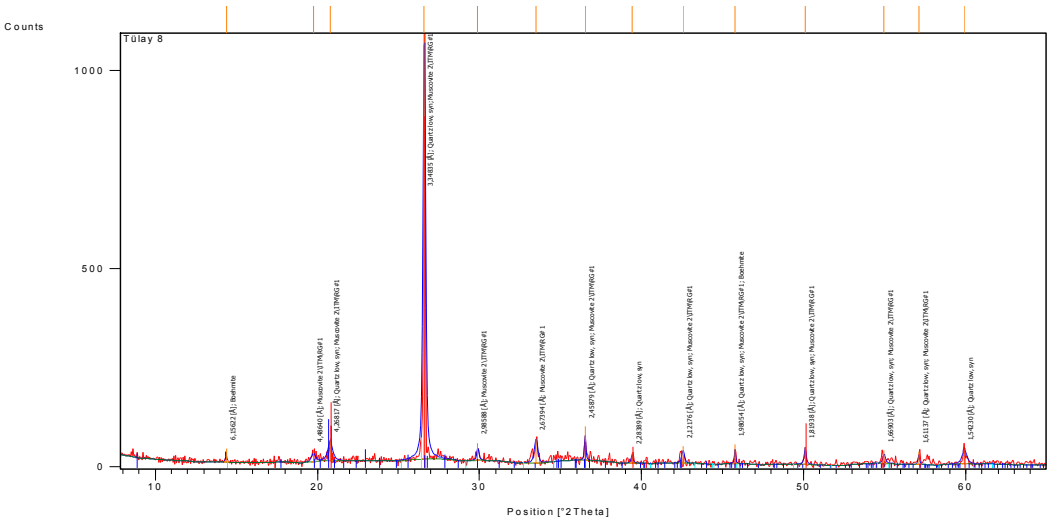
Şekil 109. 5 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, magnezyum, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



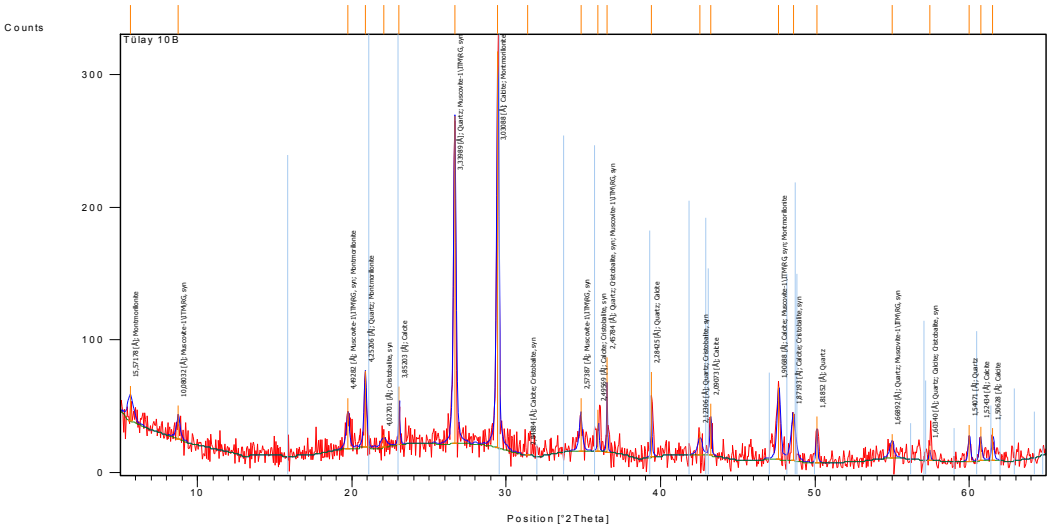
Şekil 110. 6 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde ortoklaz, albit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



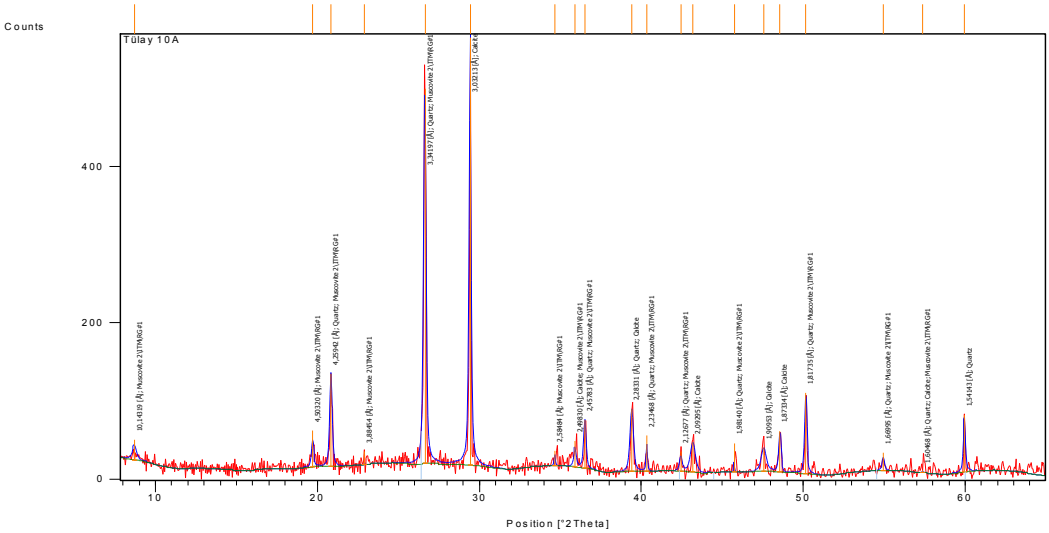
Şekil 111. 7 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



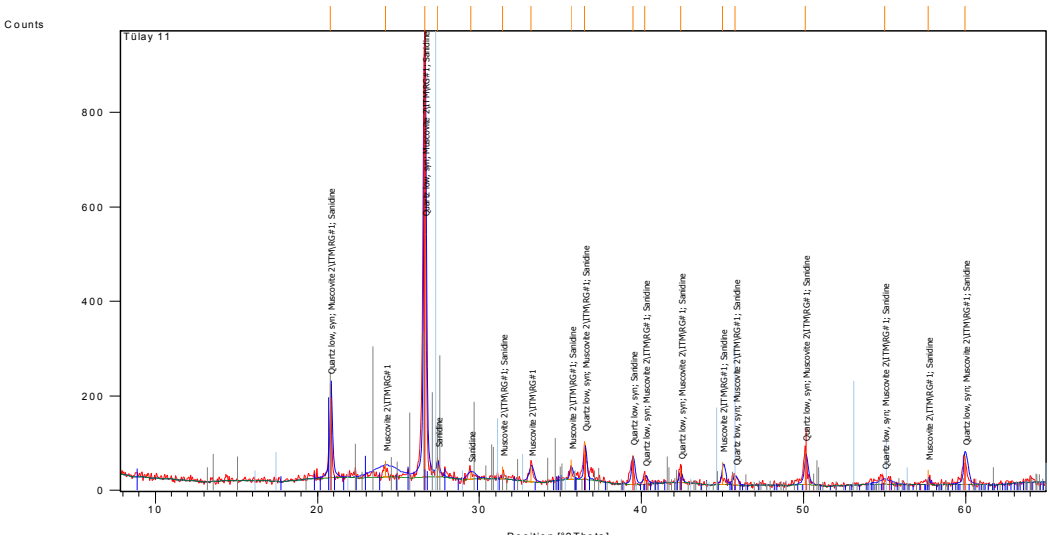
Şekil 112. 8 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde böhmit, muskovit ve kuvars bulunduğu tespit edilmiştir.



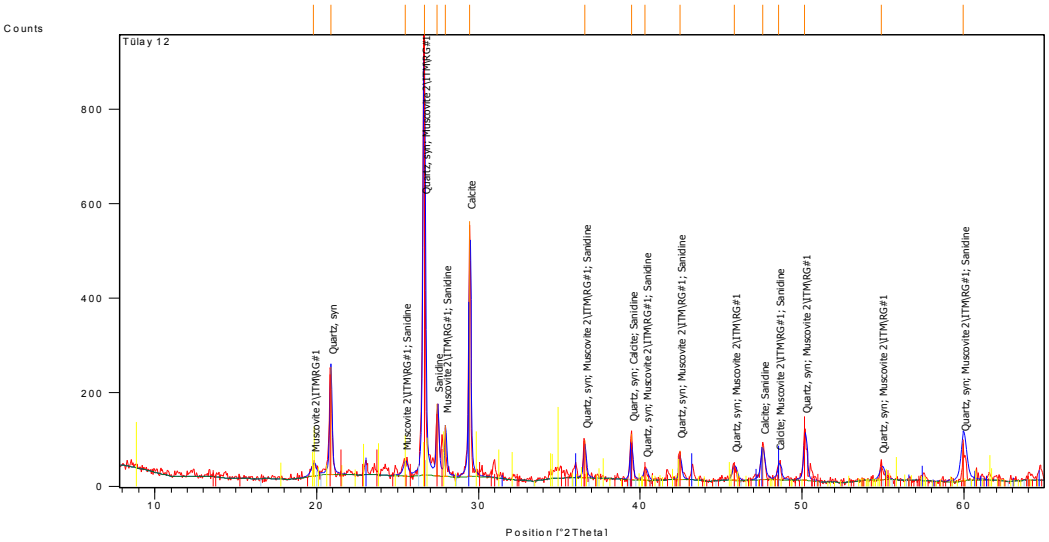
Şekil 113. 9 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, muskovit, kuvars, kristobalit ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



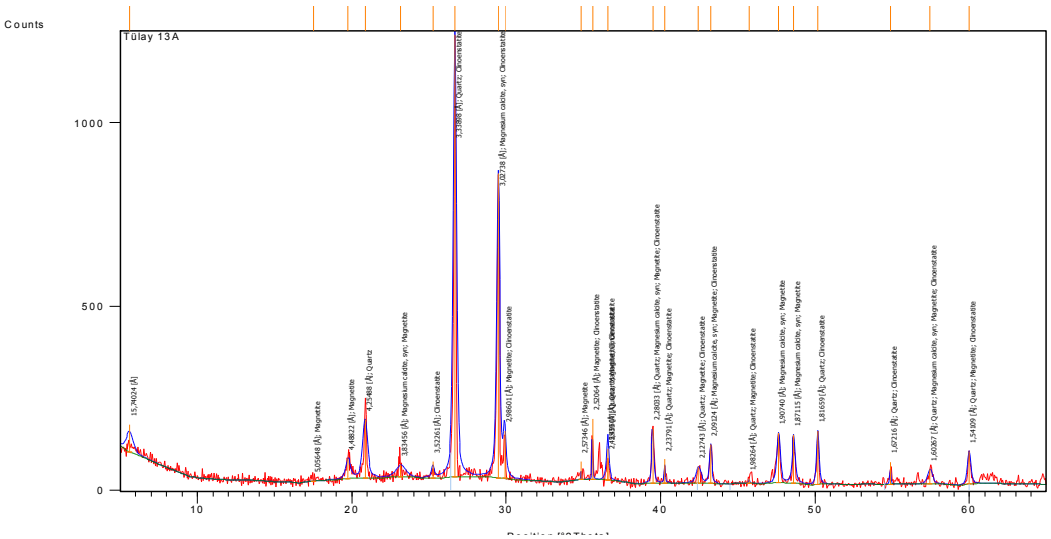
Şekil 114. 10 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, muskovit, kuvars, kristobalit ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



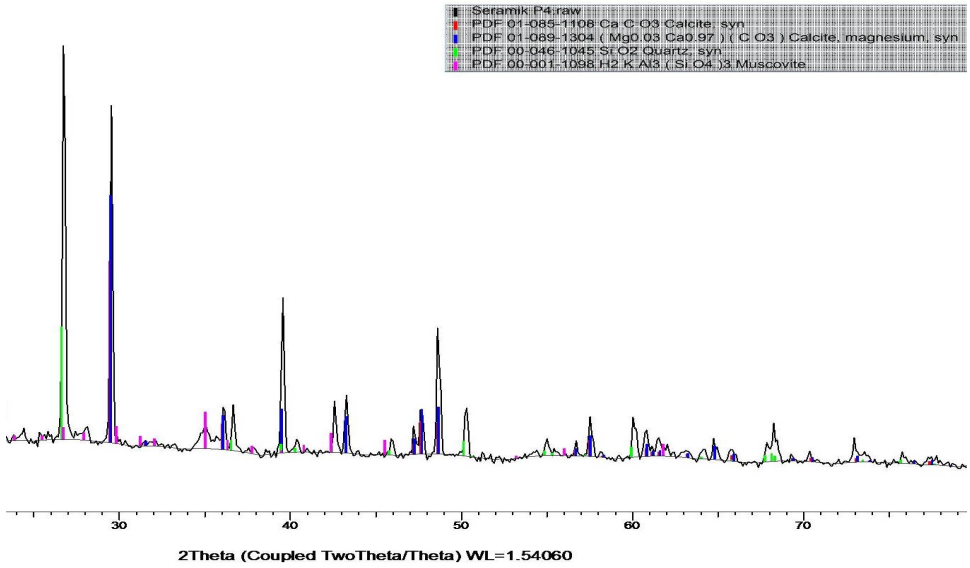
Şekil 115. 11 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde kuvars, muskovit ve sanidin bulunduğu tespit edilmiştir.



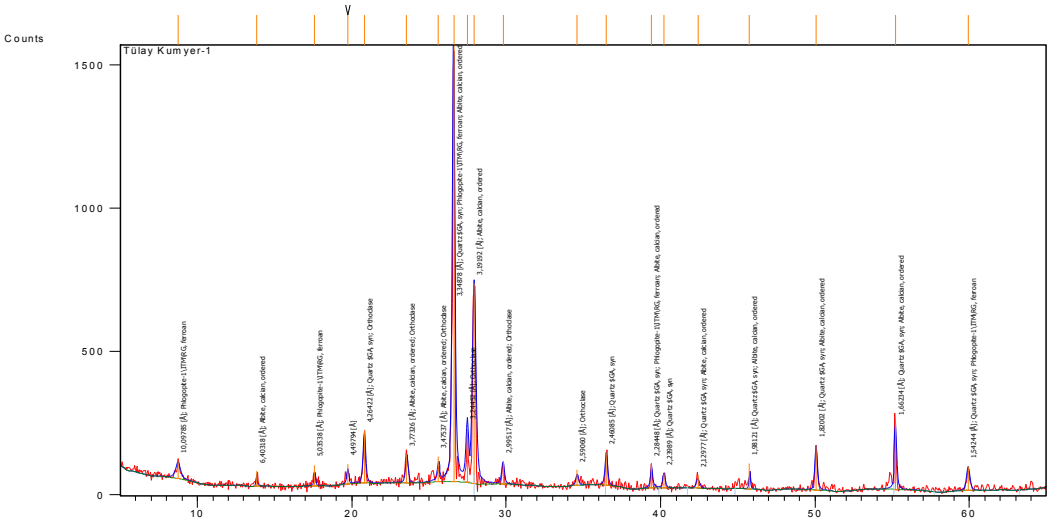
Şekil 116. 12 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde muskovit, kuvars, sanidin ve kalsit bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 117. 13 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde magnetit, kuvars, kalsit ve klinoenstatit bulunduğu tespit edilmiştir.

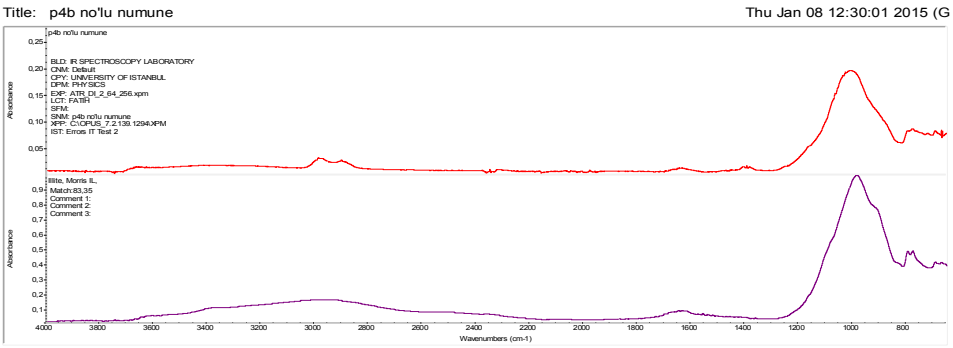


Şekil 118. 14 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde kuvars, kalsit, muskovit ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 119. K-1 no.lu örneğin XRD grafiği; Örneğin içeriğinde flogobit, ferroan, albit, kalsit, kuvars ve ortoklaz bulunduğu tespit edilmiştir.

EK 3: IR ANALİZİ DEĞERLENDİRME SONUÇLARI



Collection time: Thu Jan 08 10:51:26 2015 (GMT+02

No peak table for the selected spectrum!

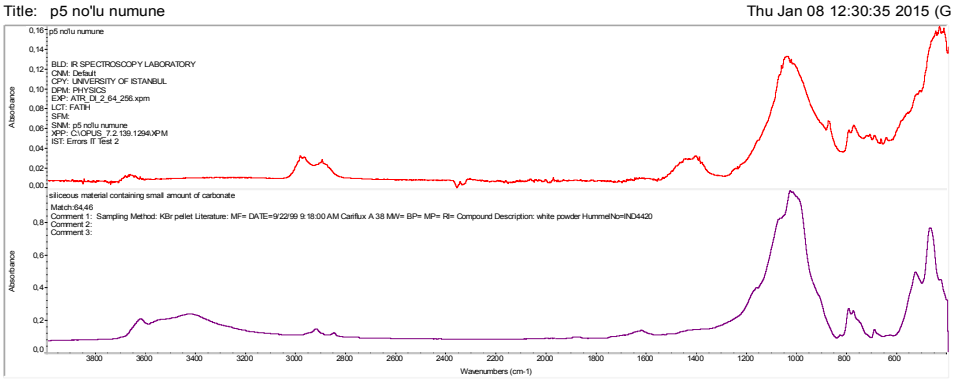
The best match is only fair
and the second best match is similar.

Spectrum:	p4b no'lu numune
Region:	2600,00-450,00
Search type:	Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
730	83,35	Illite, Morris IL,	SensIRcc
1544	79,40	siliceous material containing small amou nt of carbonate	CCHumIPV1
2094	78,86	Montmorillonite KSF	SensIRcc

Şekil 120. 14 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit, silikat, karbonat, montmorillonit bulunduğu tespit edilmiştir.



Collection time: Thu Jan 08 10:56:18 2015 (GMT+02

No peak table for the selected spectrum!

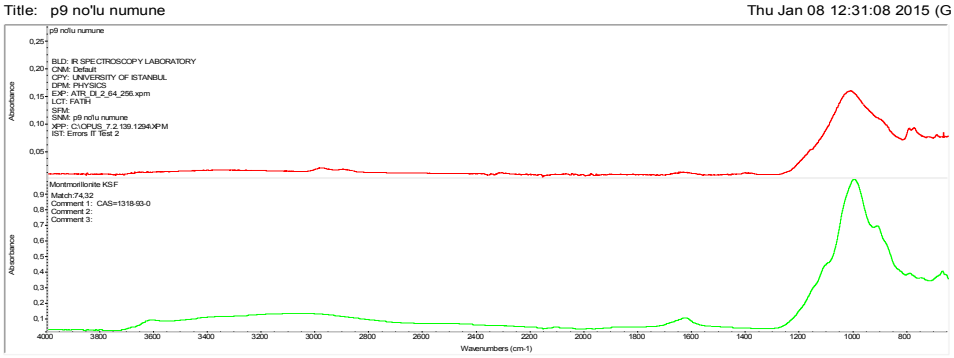
No reasonable matches were
found in this search.

Spectrum:	p5 no'lu numune
Region:	2600,00-450,00
Search type:	Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
1544	64,46	siliceous material containing small amou nt of carbonate	CCHumIPV1

Şekil 121. 16 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde silikat ve karbonat bulunduğu tespit edilmiştir.



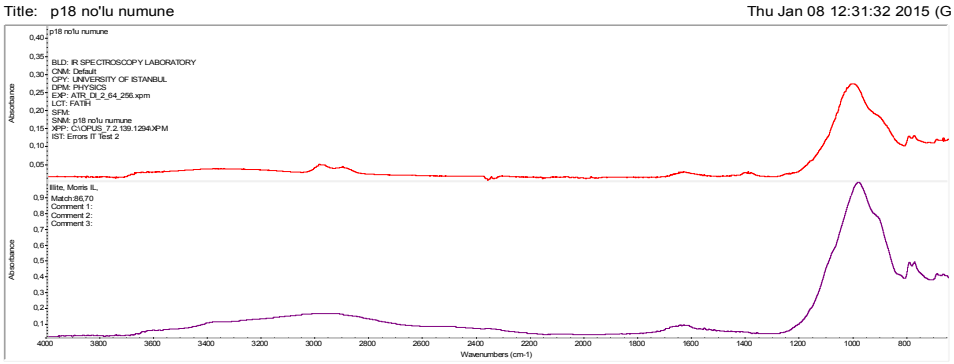
Collection time: Thu Jan 08 10:37:14 2015 (GMT+02
No peak table for the selected spectrum!

The best match is only fair
and the second best match is similar.

Spectrum: p9 no'lu numune
Region: 2600,00-450,00
Search type: Correlation
Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
730	81,38	Illite, Morris IL,	SensIRcc
2094	74,32	Montmorillonite KSF	SensIRcc
711	73,01	Florisil (MgSiO3), 85% SiO2 + 15% MgO	SensIRcc

Şekil 122. 18 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit, montmorillonit, florisil, silikat ve magnezyum bulunduğu tespit edilmiştir.



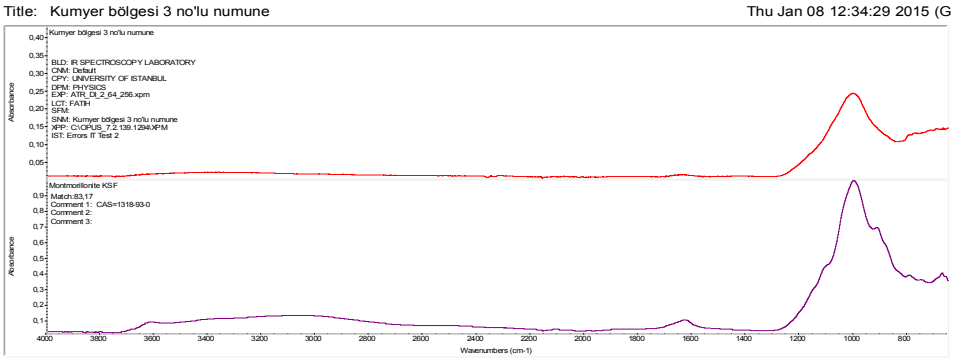
Collection time: Thu Jan 08 11:00:42 2015 (GMT+02
No peak table for the selected spectrum!

The best match is very good,
but the second best match is also similar.

Spectrum: p18 no'lu numune
Region: 2600,00-450,00
Search type: Correlation
Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
730	86,70	Illite, Morris IL,	SensIRcc
2094	84,98	Montmorillonite KSF	SensIRcc
741	75,91	Montmorillonite Nutfield, Surrey, Engand	SensIRcc

Şekil 123. 21 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde illit ve montmorillonit bulunduğu tespit edilmiştir.

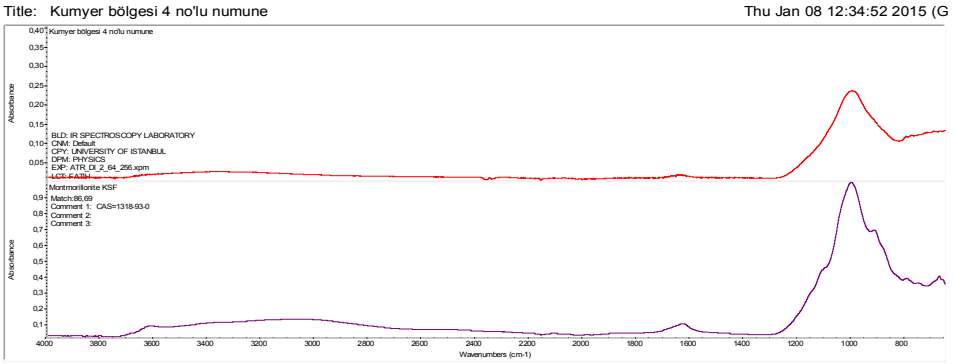


Collection time: Thu Jan 08 10:32:20 2015 (GMT+02
No peak table for the selected spectrum!

The best match is only fair
and the second best match is similar.

Spectrum: Kumyer bölgesi 3 no'lu numune
Region: 2600,00-450,00
Search type: Correlation
Hit List:

Şekil 124. K-3 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit, krom sülfat ve illit bulunduğu tespit edilmiştir.



Collection time: Thu Jan 08 10:26:10 2015 (GMT+02
No peak table for the selected spectrum!

The best match is very good,
but the second best match is also similar.

Spectrum: Kumyer bölgesi 4 no'lu numune
Region: 2600,00-450,00
Search type: Correlation
Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
2094	86,69	Montmorillonite KSF	SensIRcc
730	85,04	Illite, Morris IL,	SensIRcc
741	82,31	Montmorillonite Nutfield, Surrey, Engand	SensIRcc

Şekil 125. K-4 nolu örneğin IR grafiği; Örneğin içeriğinde montmorillonit ve illit bulunduğu tespit edilmiştir.

TABLOLAR

Tablo 1. Karia Bölgesi Yerleşim Yerinin Karşılaştırmalı Kronolojisi (Kara, 2013).

Yerleşim	Kazı	Yüzey Araştırması	ETÇ (Genel)	ETÇ I	ETÇ I/II (Geçiş Evresi)	ETÇ II	ETÇ III
Aydın İli							
Alanlı Höyük		x	x				
Aphrodisias							
Pekmez Höyük	x				x	x	x
Akropol	x					x	x
Bahçetepe		x	x				
Dakyar Değirmeni		x	x				
Dedekuyusu		x	x				
Küçüktepe		x	x				
Tepecik	x			x	x	x	x
Toygartepe		x			x	x	
Sünnetçi Tepe		x	x				
Denizli İli							
Karahisar	x					x	x
Solmaz A - B		x				x	x
Medet		x	x				
Muğla İli							
Asarhöyük		x				x	
Asartepe		x				x	
Müsgebi		x				x	x
Peynirçiçeği	x					x	
Yukarı Mazı		x				x	x

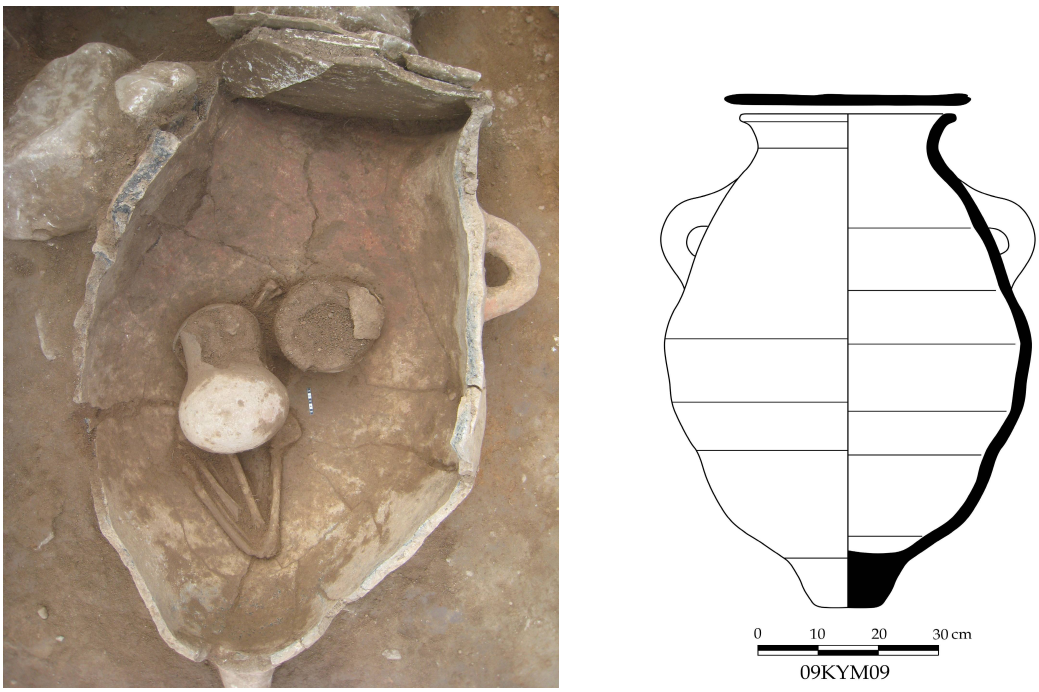
Tablo 2. Kumyer Envanterlik Eser Listesi.

Sıra No	Envanter No	Buluntu Yeri	Eserin Adı	Malzemesi
1	09KYM01-AG01	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Taş
2	09KYM01-B01	Kumyeri Mezar	İğne	Bronz
3	09KYM01-B02	Kumyeri Mezar	Obje	Bronz
4	09KYM01-B03	Kumyeri Mezar	Hançer	Bronz
5	09KYM01-B04	Kumyeri Mezar	İğne	Bronz
6	09KYM01-B05	Kumyeri Mezar	Obje	Bronz
7	09KYM01-M01	Kumyeri Mezar	Topuz Başı	Taş
8	09KYM01-PT01	Kumyeri Mezar	Amphora	Pişmiş Toprak
9	09KYM01-PT02	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
10	09KYM01-PT03	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
11	09KYM01-PT04	Kumyeri Mezar	Yüksek Gövdeli Çanak	Pişmiş Toprak
12	09KYM01-PT05	Kumyeri Mezar	Yüksek Gövdeli Çanak	Pişmiş Toprak
13	09KYM01-PT06	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
14	09KYM01-PT07	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
15	09KYM01-PT08	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
16	09KYM01-PT09	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
17	09KYM01-PT10	Kumyeri Mezar	Kavanoz	Pişmiş Toprak
18	09KYM01-PT11	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
19	09KYM01-PT12	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
20	09KYM01-PT13	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
21	09KYM02-PT01	Kumyeri Mezar	Amphora	Pişmiş Toprak
22	09KYM03-M01	Kumyeri Mezar	Lehim Çekici	Taş
23	09KYM03-PT01	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
24	09KYM03-PT02	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
25	09KYM03-PT03	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
26	09KYM04-PT01	Kumyeri Mezar	Çift Kulplu Çömlek	Pişmiş Toprak
27	09KYM06-B01	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
28	09KYM06-BN01	Kumyeri Mezar	Boncuk	Taş
29	09KYM07-AG01	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Taş
30	09KYM07-B01	Kumyeri Mezar	Kase	Bronz
31	09KYM07-M01	Kumyeri Mezar	İdol	Mermer
32	09KYM07-PT01	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
33	09KYM09-M01	Kumyeri Mezar	Kesici Alet	Taş
34	09KYM09-PT01	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
35	09KYM09-PT02	Kumyeri Mezar	Kase	Pişmiş Toprak
36	09KYM11-AG01	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Pişmiş Toprak
37	09KYM11-AG02	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Pişmiş Toprak
38	09KYM11-PT01	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
39	09KYM11-PT02	Kumyeri Mezar	Amphora	Pişmiş Toprak
40	09KYM11-PT03	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
41	09KYM11-PT04	Kumyeri Mezar	Yüksek Gövdeli Çanak	Pişmiş Toprak
42	09KYM11-PT05	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
43	09KYM11-PT06	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
44	09KYM11-PT07	Kumyeri Mezar	Yüksek Gövdeli Çanak	Pişmiş Toprak
45	09KYM11-PT08	Kumyeri Mezar	Üç Ayaklı Çömlek	Pişmiş Toprak
46	09KYM11-PT09	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
47	09KYM11-PT10	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
48	09KYM11-PT11	Kumyeri Mezar	Kupa	Pişmiş Toprak
49	09KYM12-PT01	Kumyeri Mezar	Maşrapa	Pişmiş Toprak
50	09KYM13-AG01	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Pişmiş Toprak
51	09KYM13-PT01	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
52	09KYM13-PT02	Kumyeri Mezar	Gaga Ağızlı Testi	Pişmiş Toprak
53	09KYM13-PT03	Kumyeri Mezar	Çanak	Pişmiş Toprak
54	09KYM14-AG01	Kumyeri Mezar	Ağırşak	Pişmiş Toprak
55	09KYM14-B01	Kumyeri Mezar	Saç İğnesi	Bronz
56	09KYM14-B02	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
57	09KYM14-B03	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
58	09KYM14-B04	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
59	09KYM14-B05	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
60	09KYM14-B06	Kumyeri Mezar	Küpe	Bronz
61	09KYM14-B07	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
62	09KYM14-B08	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz
63	09KYM14-B09	Kumyeri Mezar	Saç Süsü	Bronz

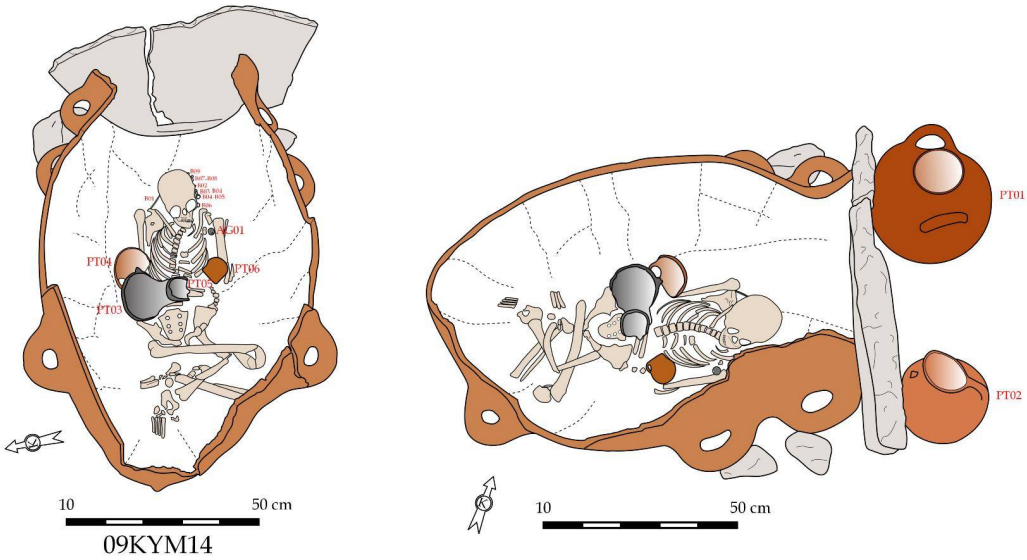
RESİMLER



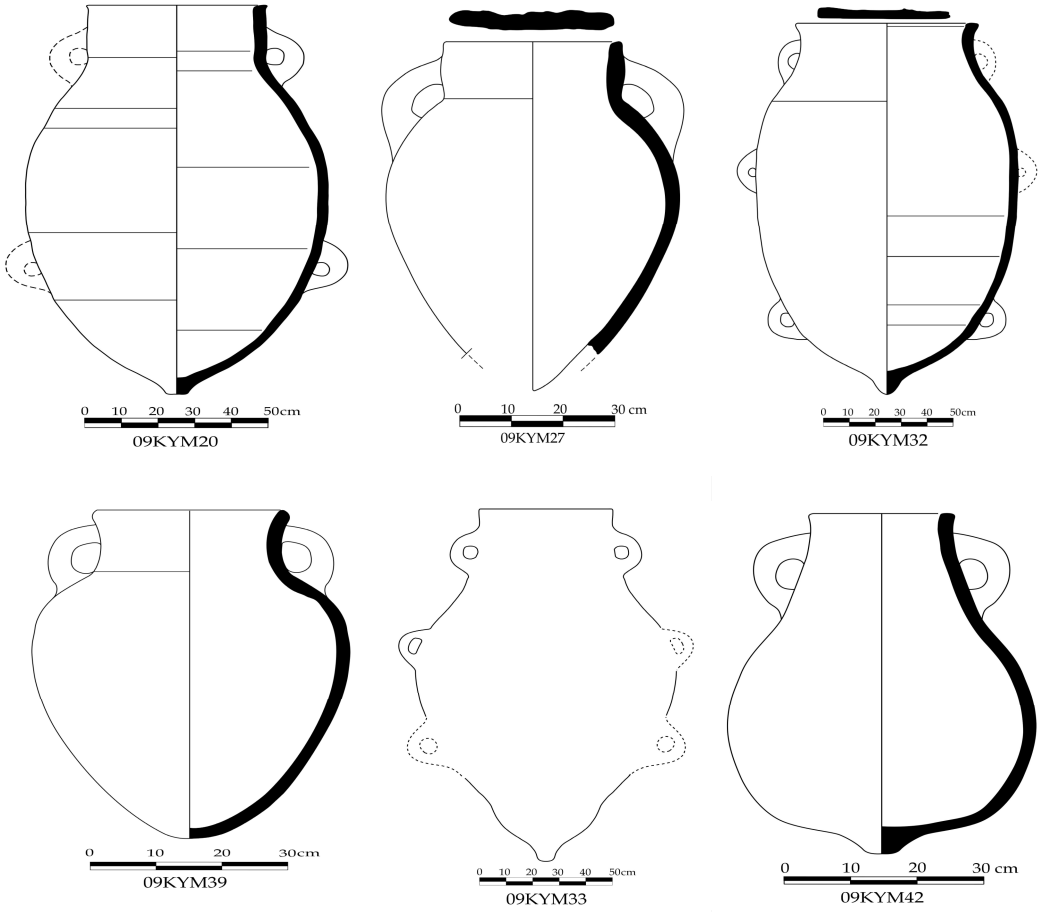
Resim 1. Kumyer Nekropolü Genel Görünüm.



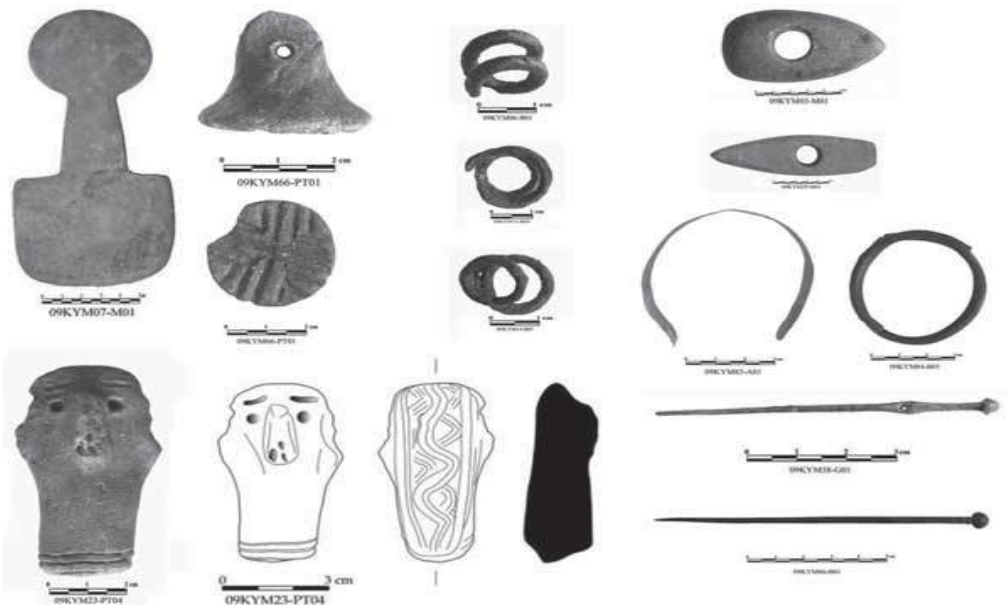
Resim 2. Kumyer Pitos Mezardan Bir Örnek: 09 KYM 09 No'lu Pithos Mezarın Genel Fotoğrafı ve Çizimi.



Resim 3. Doğu- Batı Doğrultulu, hem iç hem dışa hediyelerin bırakıldığı 09 KYM 14 No'lu Pithos Mezarın Çizimi.



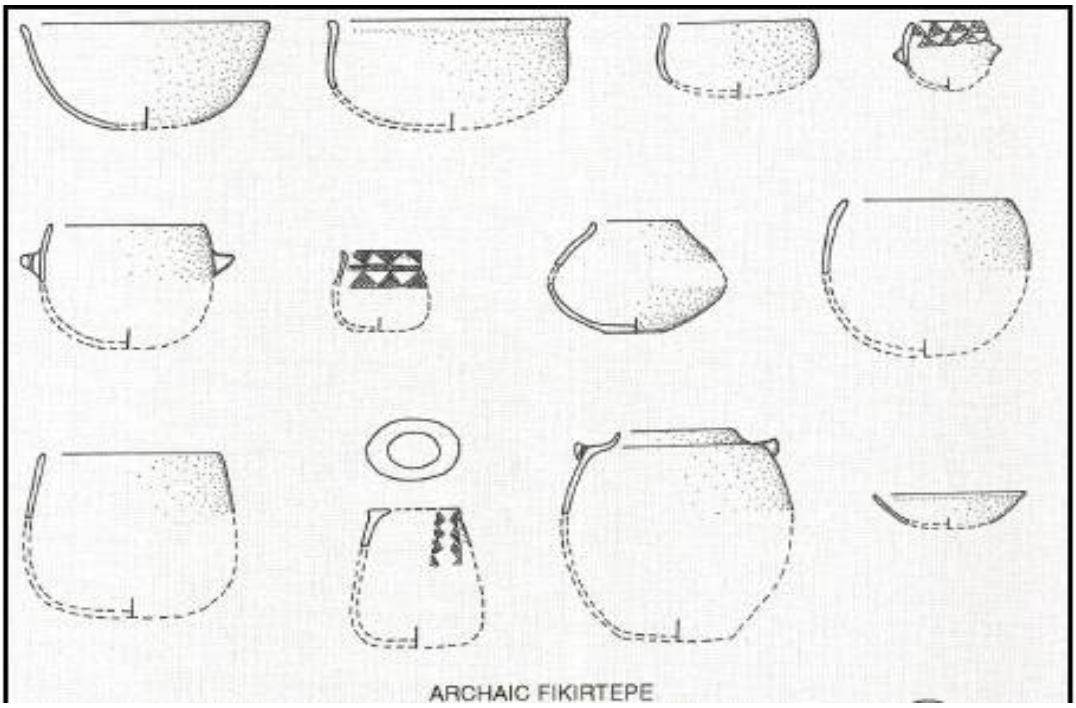
Resim 4. Kumyer Nekropol Alanından Çıkarılan Pithos Tipleri



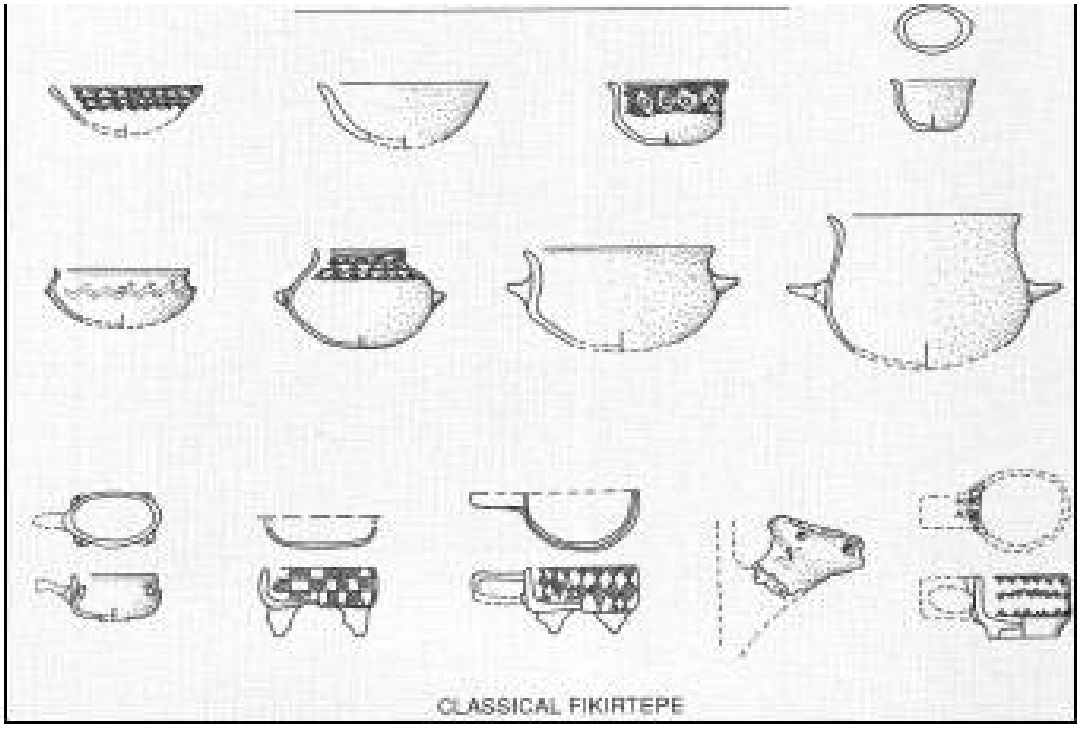
Resim 5. Kumyer Nekropolünden Çıkarılan Bazı Mezar Hediyeleri



Resim 6. Kumyer Nekropolündeki Seramik Fırınları

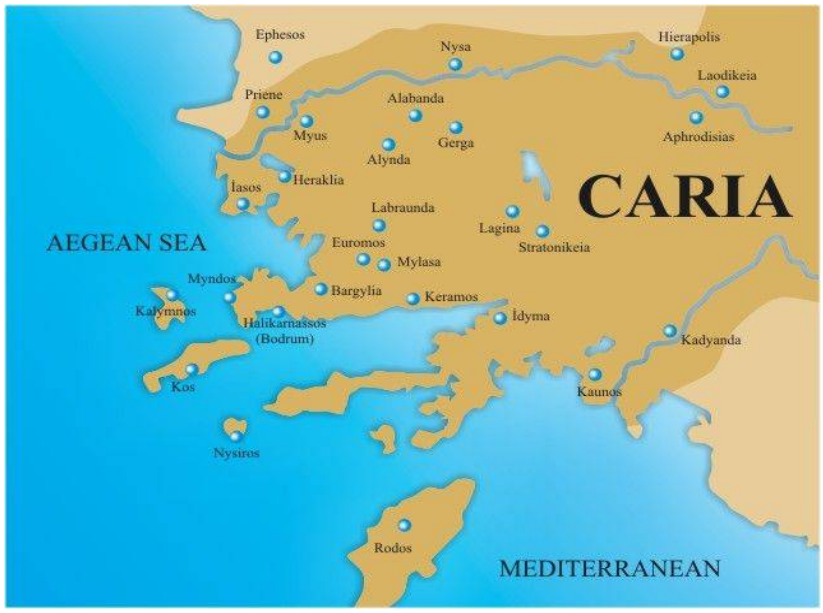


Resim 7. Arkaik Fikirtepe çanak-çömleği

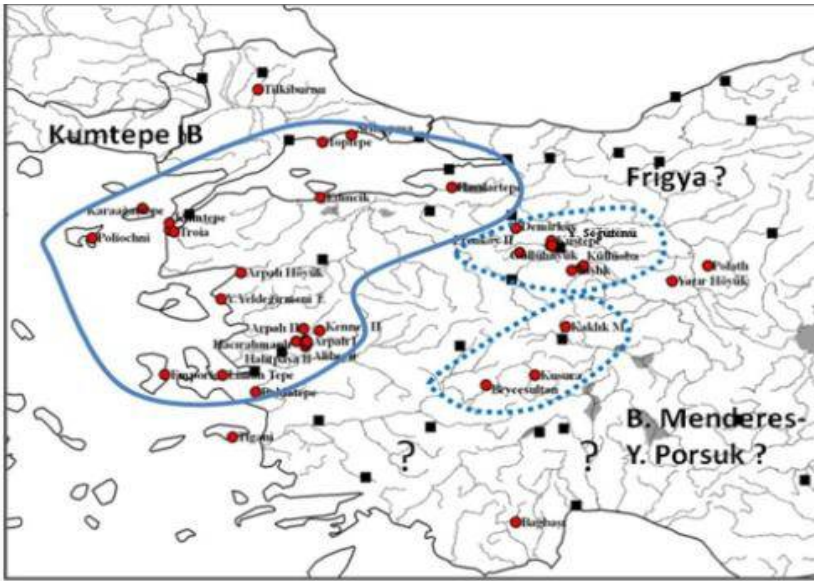


Resim 8. Klasik Fikirtepe çanak-çömleği

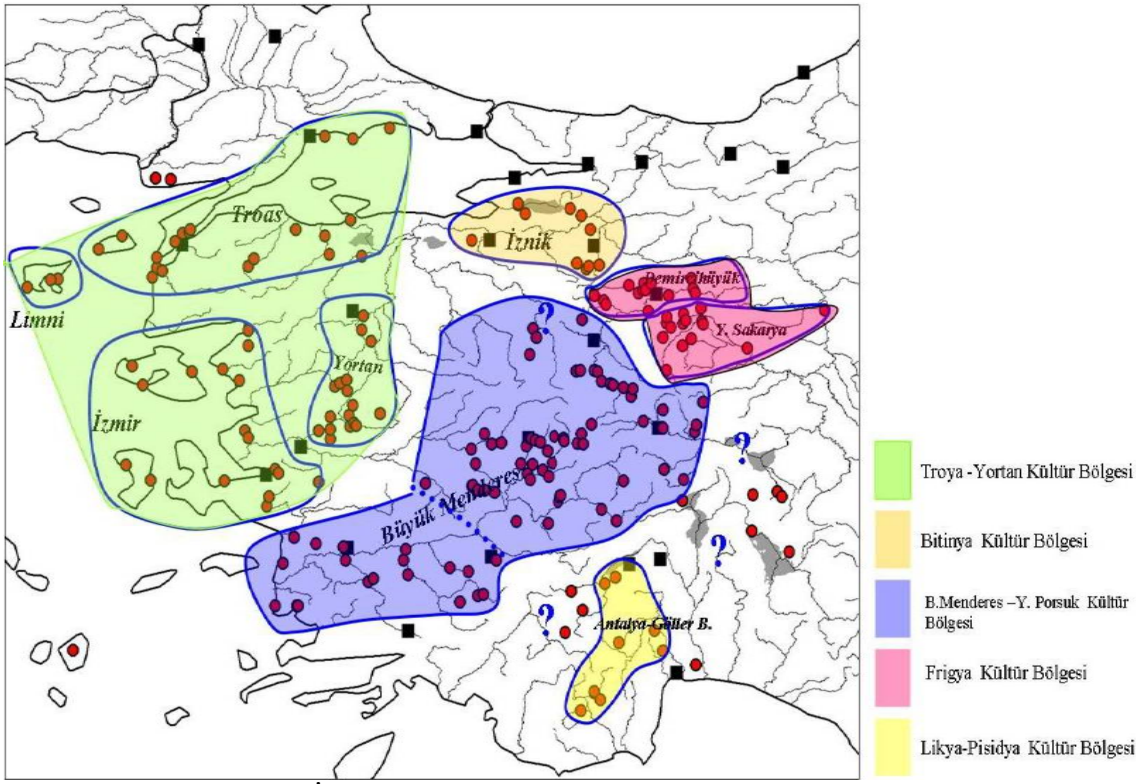
HARİTALAR



Harita 1. Karia Bölgesi ve Antikçağ Yerleşimleri



Harita 2. Batı Anadolu İTÇ 1A Kültür Bölgeleri (Sarı, 2011)



Harita 3. Batı Anadolu İTÇ 1B Kültür Bölgeleri (Sarı, 2011)



Harita 4. Kumyer Mevkii Genel Görünüm



Harita 5. Marmara ve Ege Neolitik Yerleşimleri- Fikirtepe
(Çizen: Gülcay Yağcı)