TÜBİTAK

Development of Luminesecence (TL/OSL) dating: Applications to quaternary sediments and ceramics

(Lüminesans (TL/OSL) tarihlendirmenin geliştirilmesi: Kuvaterner sedimentlere ve seramiklere uygulanması)

Program Kodu: 2543

Proje No: 214M014

Proje Yürütücüsü:
Prof. Dr. Niyazi MERİÇ

Araştırmacı(lar):
Dr. Georgios S. POLYMERIS

Danışman(lar):
-

Bursiyer(ler):
-

NİSAN 2017
ANKARA

Önsöz

Bu proje Fas Meknes' de bulunan *Moulay Ismail* üniversitesi LASMAR laboratuvarı ile birlikte gerçekleştirilmiştir. Projenin Türkiye tarafını TUBİTAK, Fas tarafını ise The National Center for Scientific and Technological Research (CNRST) desteklemiştir. Proje kapsamında Türkiye'den iki bilim insan FAS Meknes ve Fes de bulunan Laboratuvarlarda, Faslı iki bilim insanıda Türkiye'de Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsünde bulunan Laboratuvarlara gelerek çalışmalarını sürdürmüşlerdir. Proje sonunda Fas'ın Fes şehrinde bulunan *Sidi Muhammed bin Abdullah* üniversitesinde Enstitümüzdeki Tarihlendirme Laboratuvarına benzer bir Laboratuvar kurularak çalışır duruma getirilmiştir.

İçindekiler

Önsöz i
Tablo Listesi iii
Şekil Listesi iv
Özet v
Abstract vi
1. GİRİŞ.....1
2. KAPSAM 2
3. DENEYSEL METODLAR, TEKNİKLER VE PROTOKOLLER 3
4. PROJE UYGULAMASI.....5
5. PROJENİN ÇIKTILARI VE YAYGIN ETKİSİ.....11
Referanslar.....12

Tablolar

Tablo1. Fas örneklerine ait lüminesans yaş tayini analizi sonuçları.....7

Şekiller Listesi

Şekil 1. (a) Doğal (siyah eğriler) ve doğal+beta dozu TL grafikleri. Sırasıyla 5 (kırmızı), 11 (mavi) ve 17 (yeşil) Gy dozlar verilmiştir. İlgili dozlara ait "background (bkg)" TL eğrileri çıkarılmıştır. Doğal doz (NTL) noktaları 4 ayrı ölçümün ortalaması, doğal doz+beta dozu (NTL+beta) noktaları ise 3 ayrı ölçümün ortalaması olarak hesaplanmıştır. İç şekil 300^{o}C'deki TL eğrilerine ait doz-cevap grafiğini göstermektedir. (b) Sıcaklığa karşılık eşdeğer doz platosu. Benzer ölçümler bütün seramik örneklerine uygulanmıştır. Grafikte en uygun plato aralığı 280- 380^{o}C aralığında gözlenmektedir. Platoya göre eşdeğer doz 2.45 ± 0.21 Gy olarak hesaplanmıştır…. ….....6

Şekil 2. (a) Tekrar ısıtma sıcaklığına bağlı olarak TL ışıma eğrisinin değişimi. Test dozu 2 Gy, ön doz 50 Gy ve termal aktivasyon 500 °C olarak seçilmiştir. (b) Tekrar ısıtma sıcaklığına bağlı olarak ilgili 100 °C'nin ilk data noktasına normalize edilmiş 110 °C TL pikinin (mavi) ve TL eğrisinin geri kalanının (kırmızı) değişimi gösterilmektedir. Bulgulara göre ısıtma sıcaklığı 400 °C olarak belirlenmiştir. 8

Şekil 3. Mermer örneklerine ait TL ışıma eğrileri. Sol ilk şekil ait zayıflatılmış kırmızı ışık altında hazırlanan tüm mermer örneklerinin doğal TL (NTL) ışıma eğrilerini göstermektedir. Geri kalan şekiller ise her mermer numunesi için verilen aynı doza karşı 1. ve 10. okuma sonrası TL eğrilerinin değişimini göstermektedir……..……...9

Şekil 4. Doğal (NOSL), yapay doz verilmiş mermer numunelerin karakteristik LM-OSL ve "background (bgk)" sinyali eğrileri. NOSL sinyali yapay olarak doz verilmiş sinyale göre oldukça zayıf olduğu görülmektedir. İç şekilde ise termal asistan OSL (TA-OSL) sinyali gösterilmektedir…….....12

Özet

Lüminesans tarihlendirmede TL / OSL (Termolüminesans / Optik Uyarımalı Lüminesans), arkeolojik materyaller ve her türden/kökenden sedimentler için günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu amaçla kısa süre önce Fas'ta arkeolojik ve jeolojik alanda çalışılabilecek lüminesans tarihlendirme laboratuvarı kurulmuştur.

LASMAR Laboratuvarı (Moulay İsmail Üniversitesi-Fas) ile Nükleer Bilimler Enstitüsü (Ankara Üniversitesi-Türkiye) arasındaki bu işbirliği projesi, her iki laboratuvarın bilim insanları arasında bir sinerji yaratarak Fas'ta lüminesans tarihlendirme yönteminin geliştirilmesine katkıda bulunmuş ve aşağıda yer alan faaliyetler gerçekleştirilmiştir:

- Kuvars ve feldispat dozimetrelerinin lüminesans özelliklerine ilişkin bilgilerin geliştirilmesi ve paylaşılması
- Doz hızı yaklaşımı geliştirilmesi
- Örnekleme ve numune hazırlama yöntemleri
- Çeşitli numunelerin (sediman, seramik vb.) lüminesans yöntemiyle tarihlendirilmesi
- Mermer örneklerinin lüminesans yöntemiyle tarihlendirilmesinin incelenmesi
- Lüminesans teknikleri kullanılarak örneklerin pişirme sıcaklıklarının belirlenmesi.

Anahtar kelimeler: Lüminesans, tarihlendirme, yaş tayini, TL, OSL

Abstract:

Luminescence dating TL/OSL (Thermoluminescence / Optically Stimulated Luminescence) is widely applied nowadays, mainly for archaeological materials and sediments of all types and origins. A Luminescence dating laboratory has recently been installed in Morocco, which will allow understanding its archaeological and geological context.

This cooperation project between LASMAR Laboratory (Moulay Ismail University-Morocco) and Institute of Nuclear Sciences (Ankara University-Turkey), contributed in developing the Luminescence dating method in Morocco by creating a synergy between the scientists from both laboratories. The activities of this project included the following topics:

- Improving our understanding of luminescence properties of quartz and feldspars dosimeters
- Improving the dose-rate estimation
- Sampling and sample preparation
- Luminescence dating of various kinds of samples (sediments, ceramics, etc)
- Exploiting the possibility of applying luminescence dating in marbles
- Firing temperature estimation using luminescence techniques.

Keywords: Luminescence, dating, TL, OSL

1. GİRİŞ

TL/OSL yaş tayini metotları Uranyum (U), Toryum (Th) ve Potasyum (K) gibi doğal radyoaktif izotopların parçalanması sırasında salınan radyasyonun kuvars ve feldspat gibi doğal olarak oluşmuş kristallerde bıraktığı doz miktarının ölçülmesi prensibine dayanır. Bu doğal mineraller birer yapay dozimetre olarak davranırlar. Kristal yapılarıyla etkileşen radyasyon yapıya bağlı elektronları aktive eder ve bu elektronlar kristalin içindeki yasak enerji bölgesinde tuzaklanarak tuzak ömrüne bağlı olarak depolanır. Bu tuzaklanmış elektronlar laboratuvar ortamında ısı ve ışık ile uyarılarak kristal yapı içerisinde lüminesans merkezlerinde yeniden birleşmeler meydana getirip lüminesans olarak dışarı salınır. Bu ışık kontrollü olarak detekte edilerek maruz kalınan doz tayin edilebilir. Isıya ve ışığa maruz kaldığında numunedeki tuzaklanmış elektronlar tamamen sıfırlanır. Sıfırlanma anı sedimentler için gün ışığı, seramik örnekler için ise pişirilme anı kabul edilir. Tuzakları sıfırlanmış olan numune sabit doğal koşullar altında kapalı olarak beklemeye başladığında etrafındaki doğal radyoaktivite sonucu tuzaklar yavaş yavaş yeniden dolamaya başlar. Numuneler alınıp laboratuvar getirildiğinde bu sıfırlanma zamanları tespit edilmeye çalışılır.

Lüminesans yöntemlerle yaş hesabında iki faktörün bilinmesi son derece kritiktir. (1) Doğal radyasyon sonucu birim mineral kütlesi başına soğurulan toplam enerji (paleodoz veya eşdeğer doz) (2) Yıllık doz hızı. Birinci nicelik doğal lüminesans şiddetinin verilen yapay radyasyon şiddetlerine kıyaslanmasıyla hesaplanabilir. İkinci nicelik ise örnekleme yapılan yerdeki doğal radyoaktif izotopların bolluğu, kozmik radyasyon ve nem değerlendirmesi yapılarak hesaplanabilir. Örneğin lüminesans yaşı eşdeğer dozun yıllık doza oranlanmasıyla elde edilir ve bu şekilde numunenin en son ısıya ya da ışığa maruz kaldığı zaman hesaplanabilir.

Yaklaşık yüz yıldan birkaç yüzbin yıla kadar yaş tayini yapılabilen lüminesans tarihlendirme son yıllarda özellikle arkeoloji ve jeolojide uygulamaya sahiptir. Kuvaterner döneme ait sediman numunelerin en son ışığa maruz kaldığı ve pişirilmiş arkeolojik çanak, çömlek, çakmak taşı, seramik, briket vb. numenlerin pişirilerek üretim tarihi bu teknik aracılığıyla hesaplanabilir. Özellikle son yıllarda geliştirilen geliştirilmiş-SAR tekniği gibi protokollerle minimum %3-10 hata ile yaş tayini yapılabilen teknik, radyokarbon ve radyoizotop yaş tayini yöntemleri gibi literatürdeki önemli metotlar arasına girmiştir.

2. KAPSAM

Bu projenin temel amaçlarından biri Fas ile iş birliğiyle, karşılıklı bilgi paylaşımı yapılarak Fas'ta yeni kurulan lüminesans tarihlendirme laboratuvarında lüminesans (TL/OSL) tarihlendirme tekniğinin uygulanabilmesini sağlamak ve bu konuda alt yapı oluşturmaktır. Bu şekilde radyokarbon ve diğer tarihlendirme tekniklerinin uygulanamadığı yerlerde alternatif bir tekniği kazandırmaktır. Proje sırasında ortak çalışmalar yapılarak literatüre ortak çalışmalar kazandırmaktır.

Fas oldukça önemli arkeolojik ve jeolojik bulguların bulunduğu ve bu alanlarda önemli çalışmaların yapılabilme potansiyeline sahip bir coğrafyaya sahiptir. Bu amaçla bunun bilincinde olarak tarihlendirme yapabilmek amacıyla LASMAR Laboratuvarına (Moulay Ismail University-Morocco) yakın zamanda TL/OSL okuyucu alınmıştır ancak laboratuvarın kurulma aşaması devam etmektedir. Bu amaçla LASMAR ile Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü (AU-NBE) arasında iş birliği yapılarak hem karşılıklı bilgi paylaşımı hem de ilgili laboratuvarın rutin olarak çalışması için görevdaşlık yaratılmıştır. Bu amaçla lüminesans tarihlendirme konusunda teknik bilgi, beceri ve tecrübe Fas tarafı ile paylaşılarak bu metodun uygulanmasının gelişimi ve kullanımı sağlanmıştır.

Bu proje, Cultural Heritage (2PC), INSAP (Institute National des Sciences d'Archéologie et du Patrimoine – Rabat) ve CNESTEN (Centre National de l'Energie, des Sciences et des Techniques Nucléaires-Rabat) kurumları ile birliktelikler kurularak uygulanmıştır.

Projenin temel amaçlarını aşağıdaki şekilde özetlemek mümkündür:

- Fas'ta lüminesans tarihlendirme tekniğinin uygulanmasını geliştirme. Bu kapsamda örnek alma, örnek hazırlama, eşdeğer doz ve yıllık doz hızı ölçümleri ve üretim sıcaklığı tespiti protokollerinin uygulamalarının yapılması
- Fas ve Türkiye'de karşılıklı olarak Fas'a ait arkeolojik ve jeolojik örneklerin TL/OSL metotlarıyla yaş tayinin yapılması ve karşılaştırılması
- Farklı materyallerde TL/OSL metotlarının uygulanması ve kullanımının geliştirilmesi
- Fas'a ait doğal mermer örneklerinin lüminesans tarihlendirmede kullanımının araştırılması
- Arkeolojik seramik örneklerin üretim sıcaklığının lüminesans teknikler yardımıyla tayini

3. UYGULANAN DENEYSEL METOTLAR, TEKNİKLER VE PROTOKOLLER

Faslı bilim insanları ile aşağıdaki örnek hazırlama protokolleri uygulamalı olarak yapılarak bilgi paylaşımı yapıldı.

1. *Arkeolojik örneklerin ince tanecik TL tarihlendirme yöntemine göre hazırlanması için aşağıdaki sırayla örnek hazırlama protokolü numunelere uygulanmıştır.*

    i. Numuneleri ezme
    ii. Numuneleri eleme (20<µm)
    iii. %10 HCl, 45 dakika
    iv. %30 H_2O_2, 1 gün
    v. %10 HF, 1 saat
    vi. %10 HCl, 40 dakika
    vii. Manyetik karıştırıcı ile karıştırarak demir vb. bileşenlerini ayırma
    viii. Asetonla çökertme işlemi ile numuneleri 4-11 µm olarak hazırlama
    ix. 40°C'de ETÜV'de kurutma

2. *Jeolojik örneklerin kalın tanecik OSL tarihlendirme yöntemine göre hazırlanması için aşağıdaki sırayla örnek hazırlama protokolü numunelere uygulanmıştır.*

    i. Numunelerin ezilmesi
    ii. Eleme (90<µm<250)
    iii. %10 HCl, 45 dakika
    iv. %30 H_2O_2, 1 gün
    v. %10 HF, 1 saat
    vi. Ağır sıvı ile kuvars feldspat ayırımı
    vii. %10 HCl, 40 dakika
    viii. Manyetik karıştırıcı ile karıştırarak demir vb. bileşenlerini ayırma
    ix. 40°C'de ETÜV'de kurutma
    x. Ölçüm için silikon spreyle disk hazırlama

3. *Nem tayini ölçümleri*

4. *Gama spektroskopisi kullanılarak doğal radyoaktivite ve yıllık doz hızı hesabı*

5. *SAR protokolü kullanılarak eşdeğer doz hesabı*
    i. Doz ver D_i
    ii. Ön ısıtma T_j
    iii. IRSL 50 °C'de
    iv. OSL 125 °C'de
    v. Test dozu ver D_t
    vi. Kesme sıcaklığı
    vii. IRSL 50 °C'de
    viii. OSL 125 °C'de

6. *MAAD protokolü kullanılarak eşdeğer doz hesabı*

    i. Birici grup Doğal TL
    ii. İkinci grup doğal+ek doz ver
    iii. Üçüncü grup doğal+ek doz ver
    iv. Dördüncü grup doğal+ek doz ver
    v. TL oku
    vi. Sublineerlik ve supra lineerlik kontrolü

7. *Kalın tanecik hazırlanan numuneleri kullanarak arkeolojik objenin üretim sıcaklığının tespiti*

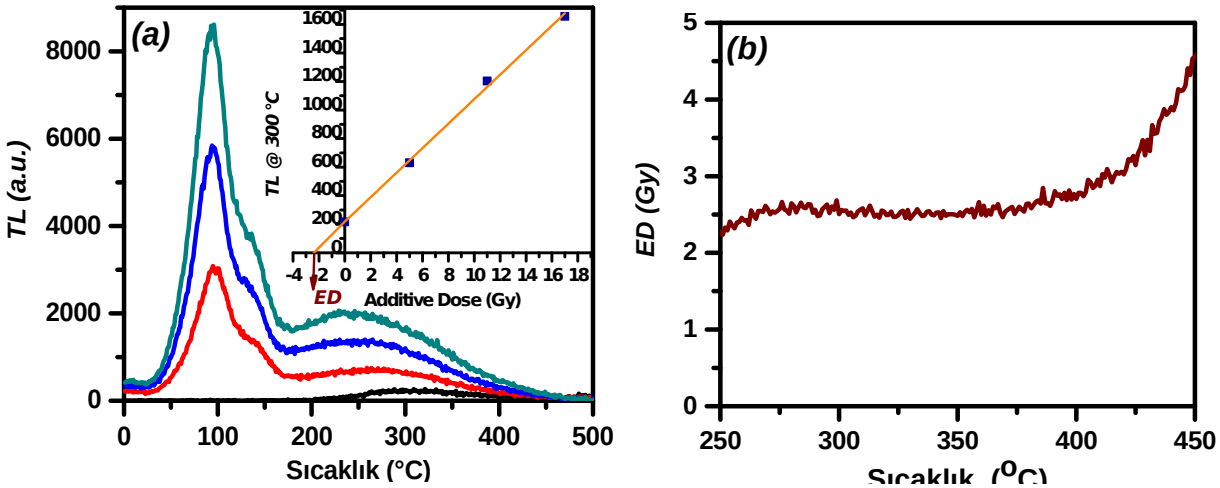
4. PROJE UYGULAMASI

Projenin ilk yılındaki ilk ziyaret Türk partnerler (Dr. Niyazi MERİÇ ve Dr. Gerogios POLYMERIS) tarafından 2015 yılı Ekim ayında gerçekleşmiştir. Fas'ta bulunan ilgili laboratuvarın altyapısı ve cihazlar kontrol ve test edilmiştir. Lüminesans tarihlendirme için gerekli cihazların, sarf ve kimyasalların listesi hazırlanarak Fas tarafına teslim edilmiştir. Deneysel protokoller kısmında sıralanan uygulamalar tartışılmış tarihlendirilecek sediman ve çanak çömlek örnekler incelenmiştir. Bu dönemdeki altyapının henüz uygun olmadığından dolayı çalışmalar teorik olarak gerçekleşmiştir. Bu protokollerin deneysel uygulaması 2015 yılı Kasım ayında Fas partnerlerin (Dr. Lahcen Bejjit and Mrs Raja Belaabed, Msc) Türkiye'yi ziyaretinde gerçekleşmiştir. Bu dönemde deneysel protokoller uygulamalı olarak Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'nde Dr. Eren Şahiner' in de katılımıyla laboratuvarda yapılmıştır. Fas'tan alınmış bir arkeolojik seramik örneğinin (numune kodu: FesAnk1) yaş tayini uygulaması yapılmıştır.

Projenin ikinci yılındaki Türk tarafının ziyareti 2016 yılı Ekim ayında gerçekleşmiştir ve bir önceki yılda lüminesans tarihlendirme laboratuvarı altyapısı için yapılan önerilerle ilgili gelişmeler kontrol edilmiştir. Fas Üniversitesi ile ortak olarak lüminesans tarihlendirme ve karakterizasyon amacıyla 4 adet (numune kodları: CVM2, CVM3, CVM4 ve CVM7) daha örnek alınmış ve bu şekilde örnek alma işlemi uygulamalı gösterilmiştir. Ayrıca TL/OSL özelliklerinin incelenmesi amacıyla 6 adet Fas'a doğal mermer örneği alınmıştır. Bu örneklerin lüminesans teknikler kullanılarak karakterizasyonu ve lüminesans tarihlendirme açısından uygunluğunun araştırılması hedeflenmiştir. 2016 yılı Kasım ayında Fas tarafının Ankara ziyaretinde numunelerin analizi devam etmiştir. Fas-Meknes' te bu örneklere ait Raman, FTIR ve XRD-XRF analizleri yapılırken, Ankara'da örnek hazırlanma işlemleri ve TL/OSL ölçümleri yapılmıştır. Bu anlamda ortak olarak, numune hazırlama ve kimyasal işlemler, TL/OSL okuyucu kullanımı, eşdeğer doz ölçümü ve hesabı, yıllık doz hızı ölçümü ve hesabı, lüminesans tarihlendirmede uygun parametrelerin seçimi ve seramik örneklerin üretim sıcaklığının tespiti uygulamaları yapılmıştır.

Tüm arkeolojik seramik örneklerin ince tanecik çoklu disk ekleme metodunu (MAAD) kullanarak eşdeğer dozu hesaplanmıştır. Her örnekten 4'lü gruplar halinde 16 adet eşit kütlede disk hazırlanmıştır. Diskler arasındaki kütle farkı $\pm$%3 olarak hesaplanmıştır. İlk gruptan doğal TL, diğer üç gruba doğal dozun üzerine sırasıyla artan 5 Gy, 11 Gy ve 17 Gy ek dozlar verilerek TL ölçümleri yapılmıştır. Şekil 1'de FesAnk1 kodlu örneğe ait MAAD TL analizi gösterilmektedir. Bu teknik tüm seramik örneklere uygulanmıştır ve sonuçlar

Tablo1'de gösterilmektedir. Şekil1a'da doğal doz ve artan doğal+ek dozlara göre TL grafikleri gösterilmektedir. İç şekilde ise temsili olarak ilgili 300°C'deki TL sinyallerine göre doz-cevap grafiği gösterilmektedir. Şekilden görülebileceği üzere TL sinyali artan doza karşı lineer olarak değişmektedir. Şekil 1b'de ise TL sıcaklığına karşı hesaplanan eşdeğer doz değişimi gösterilmektedir. 280°C'den 380°C'e kadar geniş bir eşdeğer doz plato bölgesi elde edilmiştir. Datalara göre ±1σ kuralına göre standart hata hesabı analizi yapılmıştır ve numunelere özgü ilgili platolara göre eşdeğer dozlar hesaplanmıştır.



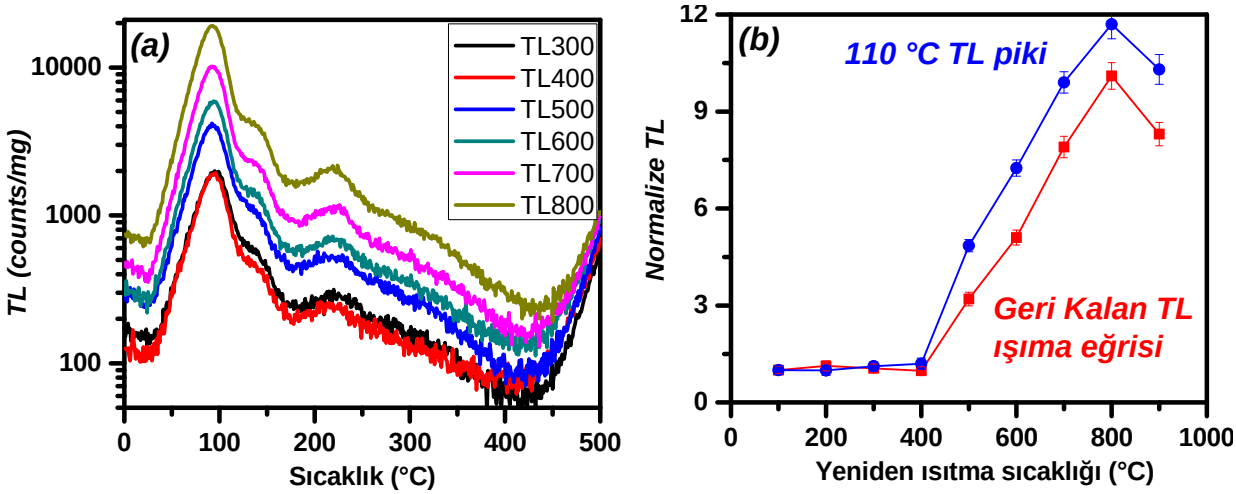
Şekil 1. (a) Doğal (siyah eğriler) ve doğal+beta dozu TL grafikleri. Sırasıyla 5 (kırmızı), 11 (mavi) ve 17 (yeşil) Gy dozlar verilmiştir. İlgili dozlara ait "background (bkg)" TL eğrileri çıkarılmıştır. Doğal doz (NTL) noktaları 4 ayrı ölçümün ortalaması, doğal doz+beta dozu (NTL+beta) noktaları ise 3 ayrı ölçümün ortalaması olarak hesaplanmıştır. İç şekil 300°C'deki TL eğrilerine ait doz-cevap grafiğini göstermektedir. (b) Sıcaklığa karşılık eşdeğer doz platosu. Benzer ölçümler bütün seramik örneklerine uygulanmıştır. Grafikte en uygun plato aralığı 280- 380°C aralığında gözlenmektedir. Platoya göre eşdeğer doz 2.45 ± 0.21 Gy olarak hesaplanmıştır.

Numunelerin alındığı çevreden alınan örneklerdeki doğal radyoaktif izotopların (K, Th, U) bollukları gama spektroskopisi tekniği ile hesaplanmıştır. İlgili coğrafyaya göre yıllık kozmik radyasyon değerleri teorik olarak kabul edilmiş ve toplam yıllık doz hızı belirlenmiştir. Numunelere ait analiz sonuçları ve ilgili lüminesans yaşları Tablo1'de gösterilmektedir.

Tablo1. Fas örneklerine ait lüminesans yaş tayini analizi sonuçları.

No	Kod	U (ppm)	^{232}Th (ppm)	^{40}K (%)	ED (Gy)	DR (Gy/ka)	Yaş (Yıl BP)	ΔT_{pl} (°C)	T_{fir} (°C)
1	FesAnk1	5.8 (0.1)	6.3 (0.15)	1.53 (0.09)	2.45 (0.21)	3.77 (0.24)	650 (67)	280 – 380	400
2	CVM2	3.5 (0.1)	6.9 (0.15)	1.88 (0.11)	1.38 (0.25)	3.47 (0.19)	397 (79)	255 – 315	400
3	CVM3	3.1 (0.1)	6.5 (0.15)	1.81 (0.10)	1.25 (0.3)	3.24 (0.18)	386 (98)	310 – 355	-
4	CVM4	3.5 (0.1)	6.6 (0.15)	1.75 (0.11)	1.19 (0.28)	3.33 (0.21)	358 (87)	305 – 345	-
5	CVM7	4.3 (0.1)	5.2 (0.15)	2.11 (0.15)	2.38 (0.22)	3.72 (0.23)	631 (72)	280 – 370	500

Tablo1'de son sütunda aynı zamanda her bir arkeolojik seramik örnek için tespit edilen üretim sıcaklığı gösterilmektedir. Bu amaçla 80-140 μm boyutlarında hazırlanan seramik numuneleri 9 ayrı gruba bölündü ve 100°C'den 900°C'ye kadar 100'er °C adımlarla fırınlanmıştır ve 1 cm^2 alanına sahip disklerin üzerine eşit kütlede çökertilmiştir. Doz vermeden önceki ve sonraki TL sinyal hassaslığı kaydedilmiş ve daha sonra artan fırınlama sıcaklığının değişimine göre hassasiyet değişimi gözlenmiştir. Fırınlama öncesi ve sonrası TL sinyal hassasiyetinin oranının sabit olması beklenirken arkeolojik objenin üretim sıcaklığına varıldıktan sonra TL sinyalinin hassaslığının arttığı gözlenmektedir. İşte bu sıcaklık üretim sıcaklığı olarak kabul edilmektedir. Şekil 2'de arkeolojik objenin üretim sıcaklığı tespiti için yapılan deneylere ait grafikler gösterilmektedir. Şekil2a'da farklı fırınlama sıcaklıklarına bağlı olarak TL ışıma eğrilerini göstermektedir. Bu amaçla örneklere 2 Gy test dozu ve 50 Gy ön doz ve 500 °C termal aktivasyon uygulanmıştır. Şekil 2b'de ise normalize edilmiş 110°C TL pikinin (daire) ve TL sinyalinin geri kalanın (kare) fırınlama sıcaklığına bağlı hassasiyet değişimi gözlenmektedir. Normalizasyon ilgili TL sinyalinin 100°C'deki ilk data noktasına göre yapılmıştır. Bu tekniğin uygulanabilmesindeki temel fiziksel mekanizma kuvars mineralinin TL sinyal hassasiyetinin fırınlama sıcaklığına bağlı olarak değişiminden kaynaklanmaktadır. Mineralin band yapısındaki "hole" merkezleri ısıtma sıcaklığına bağlı olarak aktive edilir ve bu merkezler aktif yük taşır hale gelirler. Yani lüminesans hassasiyetleri değişir. 900°C'nin üzerinde ise camlaşma meydana geldiğinden bu sıcaklığın üstündeki sıcaklıktaki fırınlamayla çanak-çömlek yapımı son derece zordur ve hassasiyet keskin olarak düşebilir. Seramiğin içerisindeki doğal kuvars minerali üretim sırasında fırınlama sıcaklığıyla 100°C TL pikinin lüminesans hassasiyeti değişir ve tekrar bu sıcaklığın üzerine ısıtılana kadar hassasiyet değişimi gözlenmez.

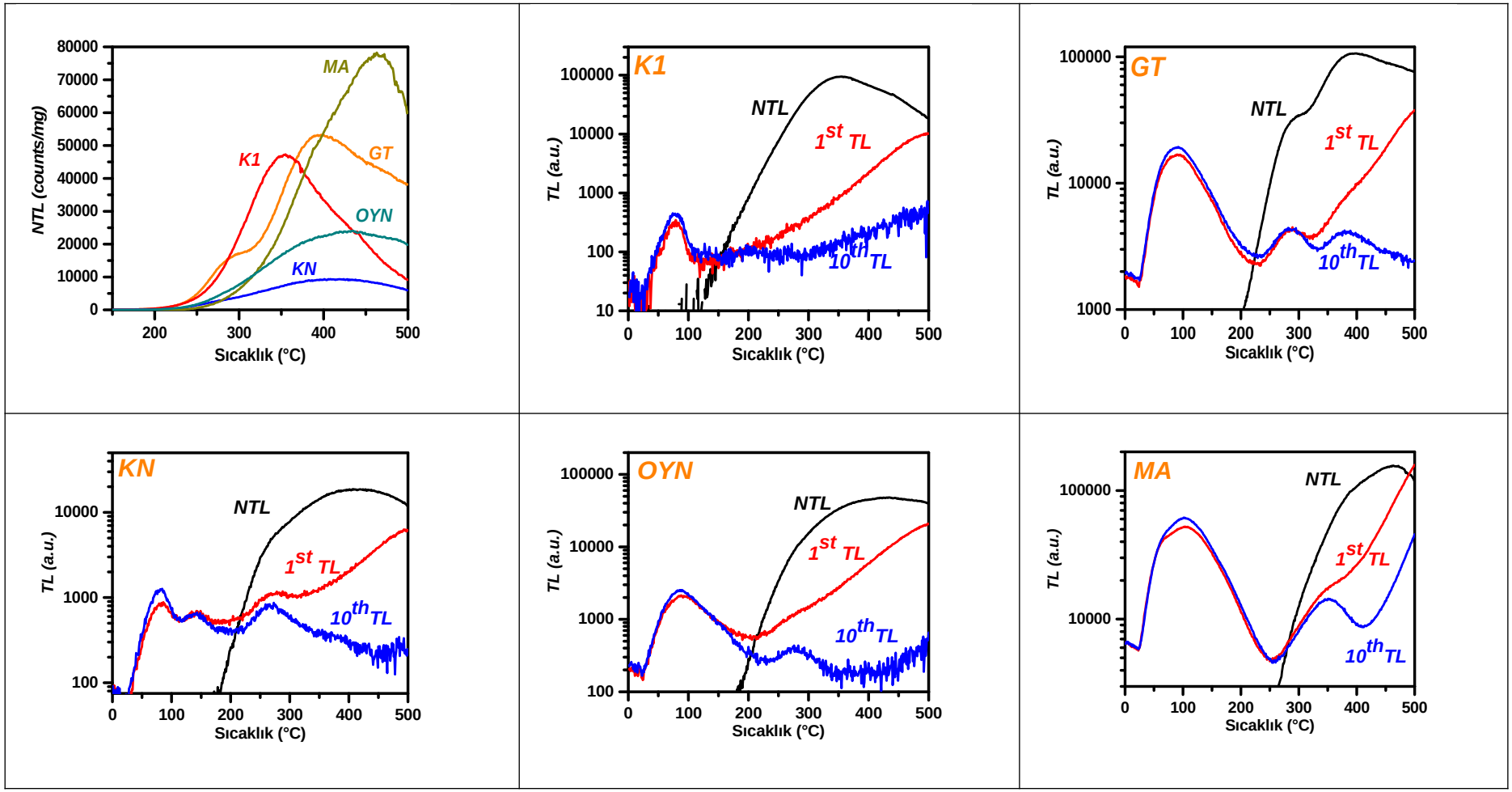


Şekil 2. (a) Tekrar ısıtma sıcaklığına bağlı olarak TL ışıma eğrisinin değişimi. Test dozu 2 Gy, ön doz 50 Gy ve termal aktivasyon 500 °C olarak seçilmiştir. (b) Tekrar ısıtma sıcaklığına bağlı olarak ilgili 100 °C'nin ilk data noktasına normalize edilmiş 110 °C TL pikinin (mavi) ve TL eğrisinin geri kalanının (kırmızı) değişimi gösterilmektedir. Bulgulara göre ısıtma sıcaklığı 400 °C olarak belirlenmiştir.

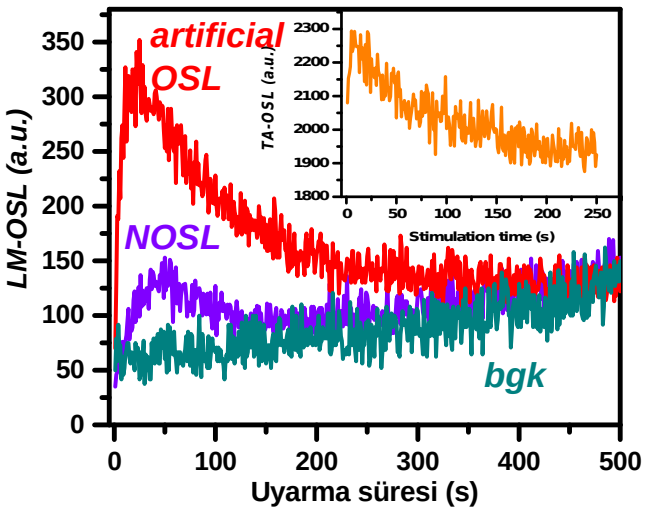
Proje kapsamında ayrıca Fas'tan alınmış doğal mermer örneklerinin lüminesans özellikleri ve tarihlendirme çalışmalarında kullanılabilirliği incelenmiştir. Bu amaçla örnekler ince tanecik olarak hazırlanarak doğal ve yapay doza karşı TL ışıma eğrileri incelenerek hassasiyet değişimleri incelenmiştir. Yapay dozlanarak 10 kere TL okuması sonrası TL ışıma eğrisi doğal ve ilk TL ışıma eğrisi ile karşılaştırılmıştır (Şekil 3). Şekil 3'e göre tüm mermerlerde doğal sinyal şiddeti birbirinden farklı olmasına rağmen TL ışıma eğrileri benzer özellikler gösterecek şekilde değiştiği söylenebilir. Yalnızca MA kodlu örnekte 250-300 °C arasında pik gözlenmemiştir.

Şekil 4'te ise mermer örneklerinden herhangi birine ait doğal, yapay doz ve "background (bgk)" lineer modüle OSL (LM-OSL) sonuçları gösterilmektedir. Ayrıca iç şekilde termal-asistan (TA-OSL) OSL sinyali gösterilmektedir. Mermerlerin hepsinde aynı tip OSL bozunumu gözlenmektedir. Bu bulgular ışığında OSL bozunumlarının çalışma yapılan mermerler arasında ayırt edici özellik olarak gösterilemeyeceği söylenebilir. OSL sinyalinin varlığı mermerlerin içerisindeki (XRD sonuçlarında göre) kuvars mineralinin varlığından kaynaklandığı düşünülebilir.

i



Şekil 3. Mermer örneklerine ait TL ışıma eğrileri. Sol ilk şekil ait zayıflatılmış kırmızı ışık altında hazırlanan tüm mermer örneklerinin doğal TL (NTL) ışıma eğrilerini göstermektedir. Geri kalan şekiller ise her mermer numunesi için verilen aynı doza karşı 1. ve 10. okuma sonrası TL eğrilerinin değişimini göstermektedir



Şekil 4. Doğal (NOSL), yapay doz verilmiş mermer numunelerin karakteristik LM-OSL ve "background (bgk)" sinyali eğrileri. NOSL sinyali yapay olarak doz verilmiş sinyale göre oldukça zayıf olduğu görülmektedir. İç şekilde ise termal asistan OSL (TA-OSL) sinyali gösterilmektedir

5. PROJENİN ÇIKTILARI VE YAYGIN ETKİSİ

Proje boyunca Türk ve Fas tarafları arasında uyumlu bir iş birliği gerçekleşmiştir. Fas tarafındaki lüminesans tarihlendirme laboratuvarı çalışır hale gelmiştir. Ayrıca bu konuda bilgi, beceri ve deneyim kazandırılmıştır. Özellikle seramik örnekler üzerindeki uygulamalar Fas partnerler tarafından etkin bir biçimde uygulanabilir hale gelmiş olup bu konuda farklı jeolojik ve arkeolojik örnekler üzerindeki uygulamalar karşılıklı olarak devam etmektedir.
Gelecek uygulamalar ve projeler tartışılmıştır. Ortaklık başlangıç projesi olarak düşünülebilecek bu proje ile birlikte konu hakkında daha büyük kazanımlara sahip yeni projeler tartışılır ve hazırlanır hale gelmiştir.
Sonuçlar uluslararası büyük öneme sahip organizasyonlardan biri olan 2016 yılında Yunanistan-Kalamata' da gerçekleşen 41. Uluslararası Arkeometri Konferansında hem sözlü hem de poster tebliği şeklinde başarıyla sunulmuştur:

- ***Lahcen Bejjit, Mohamed El Amraoui, Mustapha Haddad, Raja Belaabed, Georgios S. Polymeris, Eren Şahiner, Niyazi Meriç, Valeria Giannoulatou, Abdelilah Dekayir, Lorenza Ilia-Manfredi, Mohamed Rouai.*** "Spectroscopic characterization and TL dating of ancient ceramics from Morocco." *41st International Symposium on Archaeometry (ISA 2016), May 15 – 21, 2016, Kalamata, Greece.*

- ***Salam Khrissi, Mustapha Haddad, Lahcen Bejjit, Saadia Ait Lyazidi, Mohamed El Amraoui, Christophe Falguères, Eren Şahiner, Niyazi Meriç, Georgios S. Polymeris, Valeria Giannoulatou.*** "Spectroscopic and TL characterization of Moroccan marbles." *41st International Symposium on Archaeometry (ISA 2016), May 15 – 21, 2016, Kalamata, Greece.*

Ayrıca bahsi geçen sunumlara bağlı olarak tamamlanan tarihlendirme sonuçlarını ve mermerlerin lüminesans teknikler aracılığıyla karakterizasyonunu içeren bir makale "*SCI"* kapsamında uluslararası bir dergide yayınlanabilmesi amacıyla hazırlanma aşaması devam etmektedir.

Referanslar

Lamothe, M. 1996. "Luminescence dating of feldspar in sedimentary environments; The Problem of zeroing", Geographie Physique et Quaternaire, 50 (3), 365-376.

Mercier, N. 2008. " Dating of Quaternary Sediments by Optically Stimulated Luminescence: A Review", Quaternaire, 19 (3), 195-204.

Murray, A.S., Wintle, A.G. 2000. " Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol", Radiation Measurements, 32, 57-73.

Murray, A.S., Svendsen, J.I., Mangerud, J., Astakhov, V.I. 2007. " Testing the accuracy of quartz OSL dating using a known-age Eemiansite on the river Sula, northern Russia", Quaternary Geochronology, 2, 102–109.

Rhodes, E.J. 2011. "Optically stimulated luminescence dating of sediments over the past 200,000 years", Annual Review of Earth and Planetary Sciences, 39, 461-488.




2012
3924





TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Prof. Dr. NİYAZİ MERİÇ
Proje No:	214M014
Proje Başlığı:	Development Of Luminesecence (TL/OSL) Dating: Applications To Quaternary Sediments And Ceramics
Proje Türü:	Uluslararası
Proje Süresi:	24
Araştırmacılar:	GEORGE POLYMERIS
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	ANKARA Ü. NÜKLEER BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/05/2015 - 15/05/2017
Onaylanan Bütçe:	12880.0
Harcanan Bütçe:	11305.58
Öz:	Luminescence dating TL/OSL (Thermoluminescence / Optically Stimulated Luminescence) is widely applied nowadays, mainly for archaeological materials and sediments of all types and origins. A Luminescence dating laboratory has recently been installed in Morocco, which will allow understanding its archaeological and geological context. This cooperation project between LASMAR Laboratory (Moulay Ismail University-Morocco) and Institute of Nuclear Sciences (Ankara University-Turkey), contributed in developing the Luminescence dating method in Morocco by creating a synergy between the scientists from both laboratories. The activities of this project included the following topics: -Improving our understanding of luminescence properties of quartz and feldspars dosimeters -Improving the dose-rate estimation -Sampling and sample preparation -Luminescence dating of various kinds of samples (sediments, ceramics, etc) -Exploiting the possibility of applying luminescence dating in marbles -Firing temperature estimation using luminescence techniques.
Anahtar Kelimeler:	Luminescence dating, TL/OSL, quartz, feldspars, sediments, ceramics
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

TÜBİTAK