



T.C.
ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

ARKEOLOJİK KAZILARDAN ELDE EDİLEN ÖRNEKLERİN
ELEKTRON SPİN REZONANS, TERMOLÜMİNESANS VE
OPTİK UYARMALI LÜMİNESANS TARİHLENDİRME
YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ

ÖZGÜL KARATAŞ

T.C.
ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

ARKEOLOJİK KAZILARDAN ELDE EDİLEN ÖRNEKLERİN
ELEKTRON SPİN REZONANS, TERMOLÜMİNESANS VE
OPTİK UYARMALI LÜMİNESANS TARİHLENDİRME
YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ

ÖZGÜL KARATAŞ

Doktora Tezi

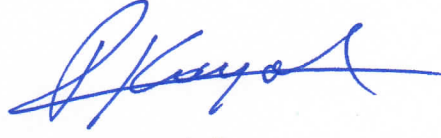
Danışman

Prof. Dr. Refik KAYALI

Nisan 2017

Özgül KARATAŞ tarafından **Prof. Dr. Refik KAYALI** danışmanlığında hazırlanan “**Arkeolojik Kazılardan Elde Edilen Örneklerin Elektron Spin Rezonans, Termolüminesans Ve Optik Uyarmalı Lüminesans Tarihlendirme Yöntemleri İle İncelenmesi**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik** Ana Bilim Dalı’nda Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Refik KAYALI
Ömer Halisdemir Üniversitesi



Üye : Prof. Dr. Mehmet ARI
Erciyes Üniversitesi



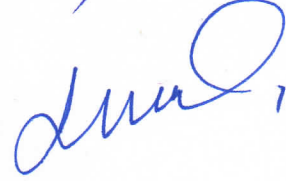
Üye : Prof. Dr. Ayhan ÖZMEN
Selçuk Üniversitesi



Üye : Doç. Dr. Ülkü SAYIN
Selçuk Üniversitesi



Üye : Yrd. Doç. Dr. Selva BÜYÜKAKKAŞ
Ömer Halisdemir Üniversitesi



ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/...../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu’nun/...../20.... tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../20...

Doç. Dr. Murat BARUT

MÜDÜR V.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Özgül KARATAŞ

ÖZET

ARKEOLOJİK KAZILARDAN ELDE EDİLEN ÖRNEKLERİN ELEKTRON SPİN REZONANS, TERMOLÜMİNESANS VE OPTİK UYARMALI LÜMİNESANS TARİHLENDİRME YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ

KARATAŞ, Özgül

Ömer Halisdemir Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik AnaBilim Dalı

Danışman

:Prof. Dr. Refik KAYALI

Nisan 2017, 128 sayfa

Bu doktora çalışmasında, Niğde iline bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan iki adet fosil hayvan dişi ve iki adet çanak-çömlek parçalarına ait seramik numuneleri sırasıyla, Elektron Spin Rezonans (ESR), Termolüminesans (TL) ve Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) yöntemleri ile incelenerek tarihlendirilmiştir. Diş numunelerinin ESR, seramik numunelerinin ise TL ve OSL tarihlendirmelerinde kullanılacak olan eş değer doz değerlerini belirlemek için sırasıyla doz-ekleme, MAAD ve SAR yöntemleri kullanılmıştır. Diğer taraftan, numunelerin yıllık doz değerleri de gama spektroskopisi ile radyoaktivite analizi yapılarak belirlenmiştir. Bunlara ilaveten, bu çalışmada kullanılan numunelerin X-ışını Difraktometre (XRD) yardımıyla kristal yapı analizleri yapılmış, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılım X-ışını (EDX) yöntemleriyle de sırasıyla morfolojik ve elementel bileşimleri belirlenmiştir.

Anahtar Sözcükler: Elektron Spin Rezonans (ESR), Termolüminesans (TL), Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL), diş minesini, seramik, tarihlendirme

SUMMARY

INVESTIGATION OF THE SAMPLES OBTAINED FROM ARCHEOLOGIC EXCAVATIONS BY ELECTRON SPIN RESONANCE, THERMOLUMINESCENCE AND OPTICALLY STIMULATED LUMINESCENCE DATING METHODS

KARATAŞ, Özgül

Ömer Halisdemir University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

Supervisor

: Prof. Dr. Refik KAYALI

April 2017, 128 pages

In this PhD thesis study, two fossil animal teeth and two ceramic samples belonging to pottery pieces obtained from Köşk Höyük archaeological excavation site in Niğde have been investigated and dated using Electron Spin Resonance (ESR), Thermoluminescence (TL) and Optically Stimulated Luminescence (OSL) methods, respectively. To determine the equivalent dose values of two animal teeth and ceramic samples to be used in ESR, TL and OSL dating measurements, respectively, dose-additive, MAAD and SAR methods have been applied. On the other hand, annual dose values of the samples have been determined applying the radioactivity analysis by means of gamma spectrometer. In addition to, crystal structure analysis of the samples used in this study have been performed by X-ray Diffractometer (XRD) and their morphologies and elemental compositions have been also determined by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive X-ray spectrometer (EDX), respectively.

Keywords: Electron Spin Resonance (ESR), Thermoluminescence (TL), Optical Stimulated Luminescence (OSL), tooth enamel, pottery, dating

ÖN SÖZ

Bu doktora tez çalışmasında, Niğde ili, Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük bölgesinde yapılan arkeolojik kazı çalışmaları sonucunda çıkarılan arkeolojik diş ve seramik (çanak-çömlek parçaları) numuneleri Elektron Spin Rezonans (ESR), Termolüminesans (TL) ve Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) yöntemleri ile incelenerek tarihlendirilmiştir.

Doktora eğitimimin başlangıcından bu güne kadar yaptığım bütün çalışmalara yön veren, bilimsel desteğini ve yardımlarını benden hiçbir zaman esirgemeyen, çıktığım bu akademik yolda sorunsuzca yürüebilmem için her türlü yardımı sağlayan danışman hocam Sayın Prof. Dr. Refik KAYALI'ya tüm içtenliğimle teşekkürlerimi sunarım.

Tez konumu oluşturan Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından diş ile seramik numunelerini almama ve kullanmama izin veren Ankara Üniversitesi Dil ve Tarih-Coğrafya Fakültesi, Arkeoloji bölümü öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Aliye ÖZTAN ile Niğde Müzesi çalışanlarına sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmada, Almanya'nın Dresden şehrinde bulunan Leibniz Institute for Solid State and Material Research, IFW, Araştırma Enstitüsü'nde geçirdiğim süre içinde bana öğrettikleri bilgiler, aktardıkları tecrübeler ve yakın ilgilerinden dolayı Sayın Dr. Vladislav KATAEV ile tüm ESR grubu üyelerine ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında kullandığım örneklerin deneysel ölçümleri için Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü bünyesindeki tüm laboratuvar olanaklarını bana sağlayan Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü müdürü Sayın Prof. Dr. Niyazi MERİÇ'e ve laboratuvar ölçümlerimde yardımlarından dolayı Uzman Şule Kaya KELEŞ ile Uzman Dr. Eren ŞAHİNER'e ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

2214-A Yurt Dışı doktora sırası araştırma burs programı kapsamında sağladığı destekten ötürü Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK), Bilim İnsanı Destekleme Daire Başkanlığı'na (BİDEB) teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak, beni bugünlere getiren ve hayatımın her döneminde olduğu gibi hem bu çalışmayı yaparken hem de bu yolda aldığım kararlarda koşulsuz maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, varlıkları ve sevgileri ile sürekli yanımda olduklarını hissettiğim, bir parçaları olmaktan her zaman gurur duyduğum sevgili annem Serpil KARATAŞ, babam Muammer KARATAŞ, kız kardeşlerim Özlem OĞLAKÇI, Öznur KARATAŞ ve Melissa KARATAŞ'a ayrı ayrı minnettar olduğumu belirtmek isterim.



İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	iv
SUMMARY	v
ÖN SÖZ	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
FOTOĞRAFLAR DİZİNİ	xvi
SİMGE VE KISALTMALAR	xvii
BÖLÜM I GİRİŞ.....	1
BÖLÜM II LİTERATÜR ÖZETİ	11
2.1 Giriş.....	11
2.2 Litaratür Taraması	11
BÖLÜM III TEORİ.....	17
3.1 Giriş.....	17
3.2 Elektron Spin Rezonans (ESR)	17
3.3 Elektron Spin Rezonans (ESR) ile İlgili Temel Kavramlar	18
3.3.1 Açısal momentum, spin, manyetik moment.....	18
3.3.2 g-değeri.....	21
3.3.3 Aşırı ince yapı etkileşmesi	23
3.4 ESR Spektrometresi	25
3.4.1 Spektrum şekli ve çizgi genişliği	26
3.4.2 Mikrodalga gücü	27
3.4.3 Modülasyon genliği.....	30
3.4.4 Numune kütlesi	30

3.5 Lüminesans Yöntemler	31
3.5.1 Termolüminesans (TL) yöntemi.....	31
3.5.2 Optik uyarmalı lüminesans (OSL) yöntemi	33
3.6 Tarihlendirme Yöntemleri.....	35
3.6.1 Elektron spin rezonans (ESR) tarihlendirme.....	35
3.6.2 Lüminesans (TL/OSL) tarihlendirme.....	38
3.6.3 ESR ve lüminesans tarihlendirme sinyallerinin oluşum süreçleri.....	40
3.6.4 ESR ve lüminesans tarihlendirme parametreleri	44
3.6.4.1 Eşdeğer doz	45
3.6.4.2 Yıllık doz.....	48
3.7 Çalışma Bölgesi – Köşk Höyük	52
3.8 Çalışmada İncelenen Numunelerin Özellikleri	55
3.8.1 Dişin yapısı.....	55
3.8.2 Seramikler	59
BÖLÜM IV MATERYAL VE METOT	63
4.1 Giriş.....	63
4.2 Numunelerin Temini	63
4.3 Numunelerin Hazırlanması	64
4.3.1 Diş minesini numunelerinin hazırlanması.....	64
4.3.2 Seramik numunelerinin hazırlanması.....	67
4.4 Ölçüm Sistemleri	70
4.4.1 X-ışınları difraktometre (XRD) ölçümleri	70
4.4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji saçımlı x-ışınları ölçümleri.....	70
4.4.3 Elektron spin rezonans (ESR) ölçümleri	71
4.4.4 Termolüminesans ve optik uyarmalı lüminesans (OSL) ölçümleri	72
4.4.5 Işınlama işlemleri	74

4.4.6 Radyoaktivite analizi.....	75
BÖLÜM V BULGULAR VE TARTIŞMA.....	76
5.1 Giriş.....	76
5.2 XRD Ölçümleri.....	76
5.3 SEM Ölçümleri.....	78
5.4 EDX Ölçümleri.....	80
5.5 ESR Ölçümleri.....	83
5.5.1 ESR deney koşullarının belirlenmesi.....	83
5.5.1.1 Mikrodalga gücünün belirlenmesi.....	83
5.5.1.2 Modülasyon genliğinin belirlenmesi.....	86
5.5.1.3 Numune kütlesinin ESR sinyali üzerindeki etkisi.....	91
5.5.2 Diş minesi numunelerinin ESR spektrumları.....	92
5.6 TL Ölçümleri.....	93
5.6.1 Plato testi.....	95
5.7 OSL Ölçümleri.....	98
5.8 Eşdeğer Doz Değerinin Belirlenmesi.....	99
5.8.1 ESR yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri.....	99
5.8.2 TL yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri.....	103
5.8.3 OSL yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri.....	105
5.9 Yıllık Doz Değerinin Belirlenmesi.....	106
5.10Tarihlendirme Sonuçları.....	107
BÖLÜM VI SONUÇ.....	109
KAYNAKLAR.....	113
ÖZ GEÇMİŞ.....	127
TEZ ÇALIŞMASINDAN ÜRETİLEN ESERLER.....	128

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. ESR spektrometrelerinde kullanılan bant yapıları ve özellikleri	25
Çizelge 4.1. Diş minesini numunelerinin ESR spektrumlarının gözlendiği ESR spektrometre parametreleri	72
Çizelge 5.1. Gama spektrometresinden elde edilen U,Th ve K değerleri ve nem miktarları.....	107
Çizelge 5.2. Niğde ili Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan numunelerin hesaplanan ESR, TL, OSL yaşları	108

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1. Manyetik moment vektörünün ($\vec{\mu}$) z-yönünde uygulanan manyetik alan (\vec{H}) içindeki yönelimleri	19
Şekil 3.2. S=1/2 spin değerine sahip bir sistem için Zeeman enerji seviyeleri: H_z manyetik alan değerinde sistem rezonansa geldiği zaman enerji seviyeleri arasında gözlenen geçişler, ESR soğrulma ve birinci türev spektrumu	20
Şekil 3.3. İzotropik (a), eksensel simetri (b), orthorombik simetri (c) için toz ESR spektrumları.....	23
Şekil 3.4. S=1/2 olan çiftlenmemiş elektron ile I=1 olan çekirdeğin aşırı ince yapı etkileşmesi için gözlenen izinli ESR geçişleri ve enerji seviyeleri	24
Şekil 3.5. Lorentzian (a) ve Gaussian (b) çizgi şekillerinde gözlenen ESR spektrumları.....	27
Şekil 3.6. Kuvars mineraline ait Termoluminesans (TL) sinyalinin parıldama eğrisi ..	32
Şekil 3.7. Kuvars mineraline ait Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) sinyalinin bozunma eğrisi.....	35
Şekil 3.8. Diş minesinin ESR sinyali.....	37
Şekil 3.9. Lüminesans tarihlendirme prensipleri	39
Şekil 3.10. Yalıtkan bant yapı modeli ve bantlar arasında gerçekleşen fiziksel süreçler (Ee: Elektron tuzak derinliği, N:Elektron tuzaklarının toplam konsantrasyonu, Eb: Boşluk tuzak derinliği, M: Boşluk tuzaklarının toplam konsantrasyonu, Eg: Bant boşluk enerjisi).....	40
Şekil 3.11. ESR ile lüminesans tarihlendirme sinyallerinin oluşum süreçleri (Ee: Elektron tuzak derinliği, N:Elektron tuzaklarının toplam konsantrasyonu, Eb: Boşluk tuzak derinliği, M: Boşluk tuzaklarının toplam konsantrasyonu, Eg: Bant boşluk enerjisi, L: yeniden birleşme merkezleri).....	43
Şekil 3.12. Doz-ekleme yöntemiyle eşdeğer doz değeri belirlemek için oluşturulan doz-cevap eğrisi	46

Şekil 3.13. Yeniden oluşturma (regeneration) yöntemiyle eşdeğer doz değeri değerini belirlemek için oluşturulan doz-cevap eğrisi	47
Şekil 3.14. Doz hızı hesaplamalarında kullanılan dişin geometrik yapısı	50
Şekil 3.15. Köşk Höyük'ün Türkiye'deki konumu	53
Şekil 3.16. Dişin yapısı	56
Şekil 3.17. Hidroksiapatit $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ kristalinin yapısı	57
Şekil 4.1. Seramik numunelerinin gün ışığı görmüş kısımlarının çıkarılması işlemi ...	68
Şekil 5.1. KH-D1, KH-D2, HA1 kodlu diş minesi numunelerinin XRD desenleri	77
Şekil 5.2. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin XRD desenleri	78
Şekil 5.3. KH-D1 ve KH-D2 kodlu diş minesi numunelerinin SEM görüntüleri	79
Şekil 5.4. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin SEM görüntüleri	80
Şekil 5.5. KH-D1 ve KH-D2 kodlu diş minesi numunelerinin EDX sonuçları	81
Şekil 5.6. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin EDX sonuçları	82
Şekil 5.7. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı mikrodalga güç değerlerinde manyetik alan şiddetine göre kaydedilmiş ESR spektrumları	84
Şekil 5.8. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının şiddetinin ve tepe-tepe uzunluğunun karekök mikrodalga gücüne göre değişimi	85
Şekil 5.9. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının $\square H_{TT}$ değişiminin karekök mikrodalga gücüne göre değişimi	86
Şekil 5.10. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı modülasyon genliklerinde manyetik alan şiddetine göre kaydedilmiş ESR spektrumları.....	87
Şekil 5.11. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının şiddetinin ve tepe-tepe uzunluğunun modülasyon genliğine göre değişimi.....	88

Şekil 5.12. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının □Hpp değişiminin modülasyon genliğine göre değişimi ..89	89
Şekil 5.13. Yüksek doz (8000Gy) değeri ile düşük doz (500Gy) değerinde ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı iki modülasyon genliği değerinde elde edilen ESR sinyal şiddetlerinin karekök mikrodalga gücüne göre değişimi90	90
Şekil 5.14. ESR sinyal şiddetinin toz diş minesi kütle değerlerine göre değişim91	91
Şekil 5.15. KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı radyasyon dozlarında kaydedilmiş ESR spektrumları.....92	92
Şekil 5.16. KH-D2 kodlu diş minesi numunesinin farklı radyasyon dozlarında kaydedilmiş ESR spektrumları.....93	93
Şekil 5.17. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S1 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu TL parıldama eğrileri94	94
Şekil 5.18. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S2 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu TL parıldama eğrileri94	94
Şekil 5.19. KH-S1 kodlu numunenin plato testi sonucu96	96
Şekil 5.20. KH-S2 kodlu numunenin plato testi sonucu97	97
Şekil 5.21. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S1 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu OSL bozunma eğrileri98	98
Şekil 5.22. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S2 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu OSL bozunma eğrileri98	98
Şekil 5.23. KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR sinyal şiddetinin radyasyon dozuna göre değişimi.....100	100
Şekil 5.24. KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer doz tespiti için oluşturulan doz-cevap eğrisi101	101
Şekil 5.25. KH-D2 kodlu diş minesi numunesinin ESR sinyal şiddetinin radyasyon dozuna göre değişimi.....102	102
Şekil 5.26. KH-D2 kodlu diş minesi numunesinin eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer doz tespiti için oluşturulan doz-cevap eğrisi.....102	102

Şekil 5.27. KH-S1 kodlu numunenin MAAD yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi	104
Şekil 5.28. KH-S2 kodlu numunenin MAAD yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi	104
Şekil 5.29. KH-S1 kodlu numunenin SAR yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi ..	105
Şekil 5.30. KH-S2 kodlu numunenin SAR yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi ..	106



FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

Fotoğraf 3.1. Köşk Höyük'ün uydu görüntüsü	52
Fotoğraf 3.2. Köşk Höyük kazı alanının genel bir görünümü.....	54
Fotoğraf 4.1. Köşk Höyük kazı alanından çıkarılan dış numuneleri.....	65
Fotoğraf 4.2. Dış numuneleri üzerine uygulanan deneysel işlemler, mine kısımlarının ayrıştırılması (kesme) (a), asit uygulama (b), ezme (c), eleme (d)	66
Fotoğraf 4.3. Köşk Höyük kazı alanından çıkarılan seramik numuneler	67
Fotoğraf 4.4. IFW-Dresden ESR laboratuvarında bulunan Bruker Model X-Band ESR spektrometresinin genel bir görünümü	71
Fotoğraf 4.5. Risø TL/OSL-DA-20 model spektrometrenin genel görünümü.....	73

KISALTMALAR VE SİMGELER

Simgeler	Açıklama
\square	Açı
\square	Alfa
\square	Gama
\square	Manyetik moment
\square	Mikrodalga frekansı
\square_B	Bohr magnetonu
a	Yıl
C	Santigrat
D	Yıllık doz
D_e	Eşdeğer doz
E	Enerji
g	Spektroskopik yarıлма faktörü
G	Gauss
GHz	Gigahertz
Gy	Gray
H	Manyetik alan
h	Planck sabiti
I	Çekirdeğin toplam açısal momentumu
J	Elektronun toplam açısal momentumu
K	Kelvin
K	Potasyum
L	Elektron yörünge açısal momentumu
mGy	MiliGray
m_s	Elektron spin kuantum sayısı
mT	MiliTesla
nm	Nanometre
Q	Kalite faktörü
S	Elektron spin açısal momentumu

s	saniye
T	Sıcaklık
Th	Toryum
U	Uranyum
y	Yıl
y.y.	Yüzyıl
β	Beta

Kısaltmalar

Açıklama

EDX	Enerji Saçımlı X-Işınları
EPR	Elektron Paramanyetik Rezonans
ESR	Elektron Spin Rezonans
IR	Kızılötesi (İnfrared)
IRSL	Kızılötesi (İnfrared) Uyarmalı Lüminesans
LED	Işık Yayan Diyod
M.Ö.	Milattan Önce
MAAD	Çok Tablet Doz Ekleme
OSL	Optik Uyarmalı Lüminesans
SAR	Tek Tablet Yeniden Oluşturma
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TL	Termolüminesans
XRD	X-Işınları Difraktometresi

BÖLÜM I

GİRİŞ

İnsanlık tarihi ile ilgili binlerce yıl öncesine ait önemli bilgileri içeren arkeolojik kalıntılar ile jeolojik olayların oluşum zamanlarının çok az bir hata ile araştırılıp yorumlanması, bu zaman aralıkları içinde yaşamış toplumların kültürel gelişimleri sırasında meydana gelen değişimlerin belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Son zamanlarda bu alanda yapılan çalışmalarda hızlı bir artış görülmesinden dolayı, elde edilen verilerin değerlendirilmesi için farklı bilim dallarına ihtiyaç duyulmaya başlanmıştır. Bu gereksinimler nedeniyle son yıllarda yapılan araştırmalar, bilimsel yöntemlerde gözlenen hızlı gelişmelerden dolayı arkeoloji, antropoloji, vb. gibi doğa bilimleri ile fizik, kimya, vb. gibi fen bilimlerinin bir araya geldiği disiplinler arası bir çalışma haline dönüşmeye başlamıştır (Göksu vd., 1991). Günümüzde, disiplinler arası yapılan bu çalışmalar bilim dünyasının yeni bir anlayışı haline gelerek geçmiş zamanlarda yaşamış toplumların sahip olduğu farklı olguların (kültür, yaşam şekilleri, beslenme, vb.) tanımlanmasına ve geniş, güvenilir, alternatifli bilimsel sonuçların bilim dünyasına sunulmasına yardımcı olmaktadır (Balter ve Zazzo, 2014).

Geçmişteki canlılara ait bir kalıntının ya da fosilin var olduğu dönemin hesaplanması veya her hangi bir jeolojik olay ile arkeolojik materyalin oluşum zamanından günümüze kadar ulaştığı sürenin belirlenmesi ve bunun zaman olarak bir aralığa yerleştirilmesi tarihlendirme ya da yaş tayini olarak tanımlanmaktadır. Günümüzde, bağıl (göreceli) ve mutlak (kesin) olmak üzere iki şekilde tarihlendirme yapılmaktadır. Bağıl yöntemler, kesin bir tarih aralığı vermeyen ve olayları sadece dönemsel bir sıraya koyarak görelilik esasına göre yorumlayan yöntemlerdir (Bekaroğlu, 2012; Michels, 1972) ve genellikle kazı yerinde bulunan bir materyal, başka bir yerde bulunan ve tarihi bilinen benzeri bir materyal ile karşılaştırılarak tarihlendirilmektedir. Bu yöntem, arkeologların yaptıkları çalışmalarda sıkça tercih ettikleri bir yöntemdir, fakat bu yöntemde karşılaştırma yapılırken para ve yazılı parçalar gibi aralarında zaman bakımından büyük farklılıklar bulunan materyaller kullanıldığı için güvenilirliği tartışılmaktadır. Mutlak tarihlendirme yöntemlerinde ise tarihlendirilecek materyalin yaşını belirlemede, materyalin içinde sakladığı ölçülebilir fiziksel veya kimyasal özelliklerinden yararlanıldığı için, bağıl

yöntemlerin aksine kesin bir yaş aralığı veren tarihlendirme yöntemleridir (Michels, 1972).

Günümüzde, 1880'li yıllarda radyoaktivitenin keşfi ile başlayan (Wintle, 2007) ve zamanla organik ve inorganik materyaller üzerinde meydana gelen değişikliklere dayanarak geliştirilen çeşitli mutlak tarihlendirme yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemler kabaca, “radyoaktif yöntemler” ve “radyoaktif olmayan yöntemler (Dendrokronoloji, Obsidiyen Hidrasyonu, vb.)” olmak üzere iki ayrı grupta incelenmektedir. Radyoaktif yöntemler de kendi aralarında “radyoaktif çekirdek bozunumuna dayanan tarihlendirme yöntemleri (Radyokarbon (^{14}C), Uranyum Serileri, Potasyum-Argon (K-Ar), vb.)” ve “radyoaktiviteden dolayı çıkan enerji birikimine dayalı tarihlendirme yöntemleri (Elektron Spin Rezonans (ESR), Termoluminesans (TL), Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL), vb.)” olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır (Aitken ve Xie, 1990; Bradley, 2014; Grün, 2006; Ikeya, 1993; Schwarch, 2002; Taylor ve Aitken, 1997).

Radyoaktif yöntemler; radyoaktif maddelerin miktarının zamanla azalmasına veya radyoaktif elementlerin kararsız olmalarından dolayı bozunarak yüksek enerjili parçacıklar ya da ışınım yaymaları sonucu açığa çıkan enerjinin, materyal içinde bulunan bazı elektronlar tarafından alınarak sistem içinde daha üst enerji seviyelerinde bulunan tuzaklarda birikmesine dayanmaktadır. Radyoaktif parçacıklar her ortamda aynı hızla bozunmaktadır ve bu özelliklerinden dolayı buldukları ortamda geçen zamanın belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Radyoaktif olmayan yöntemler ise; doğal çevre şartlarına göre sürekli ve periyodik değişimlere bağlı oldukları için, genellikle bağıl tarihlendirme yöntemleri gibi kullanılmaktadır.

Tarihlendirme yöntemleri arasında en çok bilinen ve en yaygın kullanılanı, 1946 yılında ilk kez W.E. Libby tarafından önerilen ve 1960 yılında kendisine kimya dalında Nobel ödülü kazandıran, Radyokarbon (^{14}C) yöntemidir (Ikeya, 1993; Wintle, 2007). Radyokarbon yönteminin çalışma prensibi, canlılığını kaybetmiş karbon içerikli bir materyal içinde bulunan ^{14}C izotopunun yoğunluğunun ya da radyoaktivitesi'nin ölçülmesine dayanmaktadır. Bu yöntem, odun kömürü, kemik, ağaç parçaları, tahl taneleri, vb. gibi organik materyaller üzerine uygulanabilen ve sadece birkaç yüzyıldan

yaklaşık 40 bin - 50 bin (Bradley, 2014; Grün, 2006; Ikeya, 1993) yıla kadar yaş belirlenimin yapılabildiği bir tarihlendirme yöntemidir. Radyokarbon yöntemi ile yapılan tarihlendirme çalışmalarında bir takım varsayımlardan yola çıkılarak yaş tayini yapılmaktadır. Bu nedenle, materyalin belirlenen yaşı ile beklenen değerler karşılaştırıldığında bir takım sapmalar gözlenmektedir. Bu sapmaların çoğunun ^{14}C yoğunluğundaki değişimlere bağlı olduğu sonucuna varılması (Erdođu vd., 2004) ve doğada inorganik materyallerin daha yaygın bulunması, tarihlendirme konusunda farklı yöntemlerin kullanılması gerekliliđini ortaya koymuştur.

Günümüzde Radyokarbon yöntemi dışında tarihlendirme çalışmaları için tercih edilen ve araştırmacılar arasında kullanılabilirliği giderek artan başka yöntemlerde mevcuttur. Bunlar; Elektron Spin Rezonans (ESR), Termolüminesans (TL) ve Optik Uyarımalı Lüminesans (OSL) tarihlendirme yöntemleridir. Elektron Spin Rezonans (ESR) yöntemi; içinde bulundurduğu çiftlenmemiş elektronlardan dolayı paramanyetik özelliđe sahip materyalleri inceleyen spektroskopik bir yöntemdir. Bu yöntemin çalışma prensibi; genellikle mikrodalga bölgesinde manyetik alan içine yerleştirilmiş herhangi bir paramanyetik özelliđe sahip materyalden, materyalin karakteristik özelliklerine bađlı olarak elektromanyetik radyasyon sođurulmasına dayanmaktadır (Apaydın, 1996; Brustolon ve Giamello, 2009). Materyalin doğal yapısında bulunan ve dışarıdan herhangi bir etkiye maruz kalmadıkça uzun süre kararlı kalabilme özelliđine sahip olan bu paramanyetik merkezler nedeniyle ESR tarihlendirme çalışmalarında sıklıkla tercih edilmektedir. Termolüminesans (TL) ve Optik Uyarımalı Lüminesans (OSL) yöntemleri ise; arkeolojik/jeolojik zaman süresi boyunca materyallerin içinde bulunan doğal minerallerin kristal yapısında radyasyon nedeniyle tuzaklanmış elektronların (boşlukları) ısı ya da ışıkla uyarılması ile radyasyon enerjisinin birikme süresini belirleyip yaş tayinini yapan lüminesans yöntemleridir.

ESR, TL ve OSL yöntemleri ile arkeolojik/jeolojik materyallerin tarihlendirilmesindeki amaç; toprakta gömülü olan materyaldeki doğal minerallerin kristal yapılarında zamanla depolanan radyasyon enerjisinin ölçülerek zaman kavramına dönüştürülmesine dayanmaktadır. Bunun için, doğada hemen hemen her yerde çok az miktarda da olsa bulunan Uranyum (U^{235} , U^{238}), Toryum (Th^{232}) ve Potasyum (K^{40}) gibi radyoaktif elementlerin bozunumu sırasında açığa çıkan iyonize radyasyon (alfa (α), beta (β))

parçacıkları ve gama (γ) ışınları) ile kozmik ışınlardan yararlanılır. Bu radyoaktif elementleri içeren yerlerde veya yakınında bulunan herhangi bir materyal, hem kendi yapısında bulunan radyoaktif çekirdeklerin yaydığı nükleer radyasyonu, hem çevresindeki radyoaktif elementlerin yaydığı iyonize radyasyonu ve hem de küçük bir katkı ile de kozmik radyasyonu soğurmaya başlar. Bu durumda artık, materyalin yapısında bulunan doğal mineraller maruz kaldıkları bu radyasyon miktarını kaydeden dozimetreler gibi davranır.

Materyalin yapısında bulunan bu doğal minerallerin radyoaktif bozunma sonucu yayılan düşük seviyedeki radyasyonu soğurmaları, kristal yapı içindeki atomların iyonlaşmasına neden olur. İyonlaştırıcı radyasyonun etkisiyle enerji kazanıp serbest hale geçen elektronlar yüksek enerji seviyelerine geçmek isterken, mineralin kristal kafesi içinde yer alan ve çeşitli nedenlerle oluşan yapı kusurları içinde tuzaklanmaya başlar. Artık, elektronlar soğurulan bu radyasyon enerjisini kristal yapı içinde buldukları bu tuzaklarda biriktirmeye devam ederler.

Biriken bu enerji, mineral radyoaktif bozunmaya maruz kaldığı süre boyunca artış gösterir. Belirli bir zaman sonra tuzaklanan bu elektronlar, laboratuvar ortamında uygun koşullar altında dışarıdan herhangi bir uyarıcı yardımıyla uyarıldıkları zaman ya da diğer bir deyişle tuzaklardan kurtulacak kadar enerji aldıkları zaman, üzerlerinde biriken radyasyon enerjisini serbest bırakarak kristal yapı içinde yer alan birleşme merkezlerine tekrar geri dönerler. Burada, elektronların serbest bıraktıkları bu radyasyon enerjisi, tuzaklanmış elektron sayısı ile orantılıdır (Rink ve Thompson, 2015; Walker, 2005).

Biriken radyasyon enerjisini açığa çıkarmak ve elektronları tuzaklardan kurtarmak için uyarı kaynağı olarak ısı kullanılıyorsa Termolüminesans (TL), ışık kullanılıyorsa Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL), mikrodalga kullanılıyorsa Elektron Spin Rezonans (ESR) adını almaktadır. Materyalin soğurduğu radyasyon dozu laboratuvar ortamında yapay ışınlama ile devam ettirilerek örneğin geçmişte yuttuğu doz miktarı belirlenmektedir. Bu doz miktarına eşdeğer doz (paleodoz, arkeolojik doz, jeolojik doz olarak ta adlandırılır) denir ve eğer materyalin çıkarıldığı bölgenin bir yıl içerisinde soğurduğu radyasyon doz miktarı (yıllık doz ya da doz hızı) biliniyorsa, eşdeğer dozun yıllık doz

değeri ile ilişkilendirilmesiyle materyalin yaşı hesaplanabilmektedir (Aitken, 1998; Ikeya, 1993).

ESR, TL ve OSL yöntemleri, radyoaktiviteden dolayı biriken radyasyon enerjisini inceleyerek materyalin yaşını belirleyen fiziksel yöntemlerdir ve tuzaklanmış elektron/boşlukları inceledikleri için temel prensipleri birbirine benzemektedir (Grün, 2006). Her ne kadar prensipleri birbirine benzese de aralarında önemli farklar bulunmaktadır. Bunlardan birincisi, ESR tarihlendirmede TL ve OSL tarihlendirmelerde olduğu gibi ölçüm sürecinde elektron tuzakları boşaltılmamaktadır. Bu durum, ESR tarihlendirmede tek bir numune üzerinde tekrar tekrar ölçüm yapılabileceği anlamına gelir (Grün, 1991; Walker, 2005). İkincisi ise, TL ve OSL yöntemlerinde numunelere ait tarihlendirme sinyalleri gün ışığı yada ısı ile sıfırlanırken, ESR yönteminde bazı materyallerin tarihlendirme sinyali kristallerin oluşumuyla sıfırlanmaktadır (Bekaroğlu, 2013; Schellmann vd., 2008).

TL ve OSL yöntemlerinin tarihlendirme aralığı tarihlendirilecek materyalin hassaslığına göre ve sıfırlanma sürecinin etkisine göre değişkenlik göstermektedir. OSL yöntemi ile 10 yıl, TL yöntemi ile ise 100 yıllık materyallerin tarihlendirilmesinin yapıldığı çalışmalara rastlanmıştır (Ballarini vd., 2003). Bu yöntemler için tarihlendirme aralığının üst sınırı genel olarak 200 bin yıldır (Bekaroğlu, 2013). ESR yönteminin tarihlendirme aralığı ise, oldukça geniş olup birkaç bin yıl ile 2 milyon yıl arasında değişmektedir. Bununla birlikte en önemli ve en net sonuçların alındığı yaş aralıkları ise 40 bin – 200 bin yılları arasındadır (Bekaroğlu, 2013; Rink, 1997).

ESR yöntemi ile tarihlendirme konusunda ilk zamanlarda çok farklı materyaller üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Fakat bu çalışmalar başarısızlıkla sonuçlanmıştır. İlk defa kömür örnekleri üzerinde ve daha sonra da jeolojik materyaller üzerinde denemeler yapılmasına rağmen tarihlendirme çabaları sonuçsuz kalmıştır (Blackwell, 2006; Duchesne vd., 1961, Zeller, 1968). İlk defa, 1975 yılında, M. Ikeya tarafından Japonya'da bulunan Akiyoshi Mağarası'ndan alınan bir sarkıt ESR yöntemiyle tarihlendirilmiştir ve bu çalışma ESR tarihlendirme çalışmalarının ilk uygulaması olarak literatüre geçmiştir (Ikeya, 1975). Daha sonraki yıllarda, diğer bilim adamları tarafından fosillerden alınan diş ve kemik örnekleri, volkanik materyaller, derin deniz

tortuları, mağara çökelleri, mercanlar, deniz kabukları, yanmış çakmaktaşı, alçıtaşı, jeolojik mineraller, ...vb. gibi birçok materyal üzerinde yapılan tarihlendirme çalışmaları ile başarılı sonuçlar elde edilmiştir (Ikeya, 1993; Ikeya ve Miki, 1980; Ikeya vd., 1982; Grün, 1989; Ulusoy ve Apaydın, 1996; Ulusoy ve Ikeya, 2000).

En başarılı uygulamaları arasında diş minesi numuneleri popülerliğini korumuş ve bu yöntem ile yapılan arkeolojik diş minesi tarihlendirme çalışmaları sayesinde canlılara ait biyolojik ve kültürel gelişmeler hakkında önemli bilgiler elde edilmiştir (Grün ve Stringer, 1991; Grün 2006). İlerleyen yıllarda, bu yöntem Çernobil, Hiroşima, vb nükleer patlamalar sonucu radyasyona maruz kalmış canlılardan alınan diş numuneleri üzerine de uygulanarak radyasyon dozunun belirlenmesine büyük bir katkı sağlanmıştır. Ayrıca, geçmiş zamanda meydana gelen depremler üzerinde yapılan çalışmalar üzerinde de başarıyla uygulanmıştır (Gualtieri vd., 2001; Ikeya, 1993; Vatnitsky, 2002).

Canlılardaki kalsifiye (kemik, diş minesi, dentin) dokulardaki kararlı radyasyonun neden olduğu radikallerin ölçülmesine dayalı olarak yapılan tarihlendirme çalışmalarında, bilhassa ESR yöntemiyle diş minesi numuneleri üzerinde yapılan tarihlendirme çalışmaları sonucu elde edilen sonuçların daha doğru olduğu ortaya konmuştur (Grün, 1989; Vatnitsky, 2002). Kalsifiye dokulardaki radyasyon kaynaklı radikallerin ilk ESR tespiti 1955 yılına dayanmaktadır; 1955 yılında Gordy vd. (1955), x-ışınları ile ışınlanmış kafatası kemiklerinin 9 GHz ve 23 GHz'de ESR spektrumlarını kaydetmişlerdir. Birkaç yıl sonra, 1963'te, Cole ve Silver (1963) ilk kez insan dişlerinde radyasyon kaynaklı birkaç ESR sinyali gözlemlemişlerdir. Cole ve Silver, x-ışınları ile ışınlanmış kesici (dökülen ön dişler) dişlerin bir kısmının 24 GHz'de spektrumlarını kaydetmişlerdir ve en az üç değişik paramanyetik tür tipinin doku içerisinde meydana geldiği sonucuna varmışlardır.

İlk defa, Brady vd. (1968), hâlihazırda insan yapımı dozimetrielerin mevcut olmadığı zamanda, diş minesinin dozimetri gibi kullanılmasını ve doz ekleme yöntemiyle çok fazla miktarda maruz kalınan kaza dozlarının tahmin edilebileceğini önermişler ve lineer doz cevap eğrisini kullanarak 1 Gy'in altında minimum algılanabilir doz olduğunu söylemişlerdir. Daha sonraları, diş minesi bireysel dozimetri için uygun bir

malzeme olarak kabul edilmiş, fakat yıllardır numune toplamanın zorluğu üzerine yapılan eleştiriler üzerine pratikte kullanımını sınırlamıştır.

İlk yıllarda, yöntem genel nüfusu kapsayan radyasyon kazaları gibi başka hiçbir dozimetri tahmininin mümkün olmadığı durumlarda doz değerlendirilmeleri için önerilmiştir. O zamanlarda, yinelenen soru geriye dönük dozimetri için dış dozimetrisinin diğer biyodozimetri tekniklerine göre daha uygun olup olmadığı sorusu olmuştur. Zamanla yöntem gelişmiş ve avantajları ile dezavantajları daha iyi anlaşılmıştır. Dış dozimetrisinin diğer doz değerlendirme tekniklerinin geçerliliği için referans bir yöntem olarak daha uygun olduğu kanısına varılmıştır (Fattibene ve Callens, 2010).

Doğal radyasyonun etkilerini inceleyen bir diğer yöntem, ilk kez 1663 yılında gözlenen termoluminesans olayından sonra geliştirilen Termoluminesans tarihlendirme yöntemidir (Boyle, 1664; Creagk ve Bradley, 2000). İlk defa 1663 yılında, Robert Boyle'nin, karanlıkta kendi vücuduna temas eden bir elmasın ısınması sonucu nasıl ışık gördüğünü tanımlaması üzerine termoluminesans kavramı ortaya çıkmıştır. Bu olaydan sonra, sadece elmasların değil çok sayıda mineralin de ısınma sonucunda ışık enerjisi yaydığı gözlenmiştir. Bunlardan en bilinen örnekler kuvars, feldspat, kalsit ve çakmak taşıdır. Fakat termoluminesans olgusunun tarihlendirme yöntemi olarak kullanılması için, kendisinin tek başına kullanılması yeterli gelmemiştir. Bunun için, tarihlendirme saatinin sıfırlanmasından sorumlu ve belirli bir zaman aralığında yayılan lüminesans enerjisinin yoğunluğu ile bağlantılı mekanizmalar kurulmasına ihtiyaç duyulmuştur (Musilek ve Kubelik, 2000; Rink ve Thompson, 2015). Bunun için ilk kez 1945 yılında, Randall ve Wilkins tarafından kristal içerisindeki elektron-tuzak modelinin kullanıldığı teorik anlatım ortaya atılmıştır (Creagk ve Bradley, 2000; Randall ve Wilkins, 1945).

İlk defa 1953 yılında, Wisconsin Üniversitesi'ndeki Farrington Daniels ve arkadaşları, nükleer radyasyona maruz kalan mineralleri ölçerken, termoluminesans'ın arkeolojik ve jeolojik yaş belirlemede kullanılabileceğini öne sürmüşlerdir (Aitken, 1964; Daniels vd., 1953). Özellikle, Roma döneminden kalma seramik ve yanmış tuğla örnekleri Bern Üniversitesi'nden Norbert Grögler ve arkadaşları tarafından başarıyla test edilen ilk arkeolojik materyaller olmuşlardır. Bu çalışmalardan sonra termoluminesans yöntemi,

çanak-çömlek, kazı alanlarından çıkarılan yanmış ve ısıtılmış arkeolojik materyaller ile kültürel miras ile ilgili sanat eserlerinin tarihlendirilmesi üzerinde yapılan çalışmalarda güçlü bir yöntem haline gelmiştir (Aitken, 1964; Bøtter-Jensen vd., 2003; Liritzis vd., 2013). Yöntemin bu duruma gelmesinde, 1960'lı yıllarda Oxford Üniversitesi'nde görev yapan Martin Aitken ve arkadaşlarının çabaları da oldukça etkili olmuştur (Aitken, 1964; Bøtter-Jensen vd., 2003; Daniels vd., 1953; Houtermans vd., 1960; Liritzis vd., 2013; Rink ve Thompson, 2015).

Bundan birkaç yıl sonra (1989), minerallerin termolüminesans ölçümlerinin minerallerin maruz kaldıkları ışınlama dozu ile kabaca orantılı olduğu durumu tanımlayan termolüminesansın birinci yasası yayınlanmıştır. Ayrıca, aynı mineralin tekrar ısıtıldıktan sonra herhangi bir ışığın yayılmaması ve sadece yeni radyasyon dozu uygulamasından sonra ışığın tekrar gözlenmesi durumu da, termolüminesansı tarihlendirmede kullanışlı bir araç yapmak için uğraşıldığı zamanlarda karşılaşılan bir başka önemli gözlem olmuştur (Musilek ve Kubelik, 2000).

İlerleyen zamanlarda, termolüminesans yönteminin kullanılmasıyla başlayan lüminesans tarihlendirme çalışmaları, bu alanda yapılan çalışmalar sonucu elde edilen yeni gelişmeler ile optik uyarmayla ilişkilendirilmiştir. Son zamanlarda elde edilen bu yeni gelişmeler, lüminesans oluşumunun bir diğer yolunun materyalin ışığa maruz bırakılması fikrini ortaya çıkarmış ve böylece Optik Uyarmalı Lüminesans yöntemi de tarihlendirme yöntemleri arasında yerini almıştır (Huntley vd., 1985).

İlk kez, elektronları uyarmak için görünür ışığın kullanılabilmesi ve bu yaklaşımla arkeolojik/jeolojik yaş belirlemenin mümkün olabileceği fikri ile ortaya çıkmıştır. Bu fikri ortaya süren Huntley ve arkadaşları, 1985 yılında kuvars ve feldspat mineralleri üzerine 514 nm'de ışıyan bir argon-iyon lazerinden yeşil ışık demeti göndererek lüminesans yayılımını ölçmüşlerdir (Huntley vd., 1985; Rink and Thompson, 2015; Vandenberghe, 2004; Wintle, 2010). Daha sonra da, yaklaşık ~400 nm'lik bir dalga boyunda yayılan lüminesansı gözlemlemişlerdir. İlerleyen zamanlarda, lazerler dışında filtreli halojen lambalar ve yüksek güçlü ışık yayan diyotları (LED) içeren ışık kaynakları kullanılmaya başlanmıştır (Walker, 2005).

Kuvarstaki elektron tuzaklarının kızılötesi (IR) uyarıya duyarsız olması nedeniyle sadece feldspat minerallerine uygulanabilen kızılötesi (infrared) uyarımalı lüminesans (IRSL) kullanımı, 1988 yılında Hütt ve arkadaşları tarafından ortaya çıkarılan bir diğer gelişme olmuştur. Böylece, feldspatlar üzerinde yeşil ışık yerine kızıl ötesi ışığın kullanılması üzerine, elektron tuzaklarından elde edilen lüminesansın daha etkili biçimde ağartılması (bleaching), daha güçlü lüminesans sinyalinin elde edilmesi ve yeterli uyarıcı güce sahip, ucuz, kullanışlı LED'lerin kullanılması gibi bir takım avantajlara sahip olunmuştur. Bunun dışında, kuvarlar için kullanılan pahalı lazerler ve güvenilir halojen lambalar çoğunlukla yüksek güçlü mavi-yeşil LED'ler ile değiştirilmiştir (Walker, 2005).

TL ve OSL tarihlendirme yöntemleri, çanak-çömlek parçaları, tuğlalar, pişmiş topraklar, lavlar ve kuvars kumları tarafından pişirilen yanmış topraklar, yanmış çakmak taşları, silika bakımından zengin şömine-fırın kömür artıkları ile kayalar, sedimentler gibi materyaller üzerinde oldukça etkilidir. Genellikle, bu tür materyaller içinde yer alan ve çeşitli kimyasal yöntemler ile çıkarılan kuvars ve feldspat mineralleri (bazen de zirkon kristalleri) üzerinde analizler yapılarak materyallerin yaşını belirlenmektedir (Geyh ve Schleicher, 1990). TL ve OSL tarihlendirme yöntemleri kullanılarak çanak-çömlek numunelerinin tarihlendirilmesi üzerine yapılan çalışmalar, bölge ile ilgili arkeolojik yorumlamanın daha kesin yapılmasına ve kültürel değişimin anlaşılmasına liderlik etmektedir. Bununla birlikte, lüminesans tarihlenmenin tipik hata sınırları sayesinde, farklı kültürel zamanlara ait sorular çözülebilmektedir (Liritzis vd., 2013).

Bu tez çalışması, Niğde ili, Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük bölgesinde yapılan arkeolojik kazı çalışmaları sonucunda çıkarılan arkeolojik diş ve seramik (çanak-çömlek parçaları) numunelerinin ESR, TL ve OSL yöntemleri ile incelenerek bölgenin mutlak tarihlendirme yöntemleriyle ilk kez tarihlendirilmesini kapsamaktadır. Bölgeden çıkarılan arkeolojik diş numuneleri ile arkeolojik seramik numuneleri üzerine farklı yöntemlerin uygulanması ile birbirine benzer çalışma prensibine sahip yöntemlerin karşılaştırılmasına olanak sağlanmıştır. Çalışmada kullanılan numunelerin zaman aralığının belirlenmesiyle hangi dönemi yansıttıkları saptanıp canlı yaşamı ile kültürel gelişim hakkında bilgiler elde edilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, Köşk Höyük bölgesinin

tarihine ışık tutmak ile birlikte benzer yapıya sahip numuneler üzerinde tarihlendirme yapılırken karşılaşılabilecek olası durumlar belirlenip literatüre kazandırılmıştır.

Çalışılan dış numuneleri ESR yöntemiyle, arkeolojik seramik numuneleri ise TL ve OSL yöntemleri ile tarihlendirilmiştir. Dış numunelerinin ESR yöntemiyle tarihlendirilmelerinde soğurdukları radyasyon dozunu veren eşdeğer doz değerinin tespiti için doz-ekleme yöntemi kullanılmış, seramik numunelerinin TL yöntemiyle tarihlendirilmelerinde soğurdukları eşdeğer doz tespiti için Tek Tablet Yeniden Oluşturma (SAR-Single Aliquot Regeneration) ve OSL yöntemiyle eşdeğer doz tespiti için ise Çok Tablet Doz Ekleme (MAAD-Multiple Aliquot Additive Dose) protokolleri uygulanmıştır. Yıllık doz; gama spektrometresi ile radyoaktivite miktarının ölçülmesi sonucu radyoizotop konsantrasyonu hesaplanarak belirlenmiştir.

Tez çalışmasının ikinci bölümünde, konu ile ilgili literatür özetine yer verilmiştir. Tez çalışmasının üçüncü bölümünde öncelikle, çalışmada kullanılan ESR, TL ve OSL yöntemlerinin teorileri ile ilgili temel bilgilere yer verilmiş ve daha sonra tarihlendirme çalışmaları ile ilgili temel kavramlar, çalışma bölgesi ve çalışmada kullanılan numunelerin özellikleri detaylı bir şekilde anlatılmıştır. Tez çalışmasının dördüncü bölümünde, örneklerin toplanma ve hazırlanma işlemleri ile çalışmada kullanılan ölçüm sistemlerine değinilmiştir. Tez çalışmasının beşinci bölümünde, ESR, TL ve OSL yöntemleri ile numuneler üzerinde yapılan ölçümler sonucu elde edilen deneysel veriler ve numuneler üzerinde ilaveten yapılan XRD, SEM, EDX ölçüm sonuçları ile ilgili değerlendirmeler yer almıştır. Tez çalışmasının altıncı bölümünde ise sonuçların tartışılması ve yorumlanması yapılmıştır.

BÖLÜM II

LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 Giriş

ESR, TL ve OSL tarihlendirme yöntemleri kullanılarak arkeolojik diş örnekleri ile arkeolojik çanak-çömlek örnekleri üzerinde bugüne kadar araştırmacılar tarafından birçok deneysel çalışmalar yapılmıştır. Bu bölümde tez konusu ile ilgili literatürde yer alan çalışmaların bir kısmına yer verilmiştir.

2.2 Literatür Taraması

M.R. Kleindienst ve arkadaşları (2016); Mısır'da Sahra'nın kuzeydoğusunda Dakhleh Oasis'deki hayvan yaşam alanında yaşadığı belgelenen hayvanlara ait dişler üzerinde ESR tarihlendirme yöntemiyle tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Yapılan çalışma sonucunda, bir tane inek antilobuna ait dişin yaşı 195 ± 11 bin yıl olarak hesaplanmış ve zaman olarak Marina izotop evresi ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca aynı yaşam alanının kum tabanından çıkarılan ve Genç Orta Çağ eserleri ile ilgili olan sığır dişinin yaşı ise 84 ± 7 bin yıl olarak belirlenmiştir.

F. Han ve arkadaşları (2016); Çin'in kuzeyinde bulunan Yiyuan kazı alanının iki farklı lokasyonundan çıkarılan bir memeliye ait fosil dişleri üzerinde ESR ile analiz yapmışlardır. Yapılan bu çalışma sonucunda, dokuz adet diş örneğinin yaşlarının yaklaşık olarak ~ 420 yıldan 320 bin yıla kadar (338 ± 25 bin yıl, 353 ± 30 bin yıl, 430 ± 41 bin yıl, 471 ± 72 bin yıl, 372 ± 39 bin yıl, 410 ± 60 bin yıl, 363 ± 58 bin yıl, 401 ± 33 bin yıl, 441 ± 56 bin yıl) değişen zamanlara ait olduğunu belirlemişlerdir. Bu çalışma sonucunda, Yiyuan kazı alanında hesaplanan yaşların Zhoukoudion birinci lokasyonu ile Hexian Homo erectus kazı alanının zaman aralığıyla hemen hemen aynı olduğu kanısına varmışlardır.

L. Janz ve arkadaşları (2015); Kuzey Asya bölgesinden aldıkları çanak-çömlek parçalarının tarihlendirilmelerini TL ve OSL yöntemlerini kullanarak yapmışlardır. Bu yöntemler için ince tanecik yöntemiyle hazırlanan örnekler üzerinde yapılan ölçümler sonucunda, örneklerin M.Ö. 4000- 4200 yılları arasında bir zamana ait olduğu kanısına varılmıştır.

N.F. Cano ve arkadaşları (2015); Brezilya'da bulunan São Paulo II (SPII) arkeolojik kazı alanından çıkarılan çanak-çömlek parçaları üzerinde TL tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Seramiklerin pişirilme sıcaklıkları 600-650 °C olarak bulunmuştur. Elde edilen sonuçlara göre örneklerin yaşları 793±102 ile 1184±142 yıl olarak hesaplanmıştır.

N.F. Cano ve arkadaşları (2014); Brezilya'da bulunan Amazon Vadisi'nde yer alan Hatahara arkeolojik kazı alanından çıkarılan çanak-çömlek parçaları üzerinde OSL yöntemi ile tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Yapılan çalışmalar sonucunda örneklere ait eşdeğer doz değerleri 3.133±0.477 Gy ile 3.608±0.840 Gy arasında bulunmuş ve örneklerin yaşları 571±218 yıl ile 718±95 yıl arasında hesaplanmıştır.

F. Han ve arkadaşları (2012); Çin'de bulunan Chongqing, Wushan kasabasında yer alan Longgupo mağarasından aldıkları yedi adet otçul memeliye ait fosil dişler üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Çalışma sonucunda elde ettikleri yaşlar 1.4 ile 1.8 milyon yıl (1387±160/140 bin yıl, 897±107/237 bin yıl, 1440±200/182 bin yıl, 1667±176/183 bin yıl, 1863±208/211 bin yıl, 1651±166/133 bin yıl, 1378±156/150 bin yıl) arasında değişmektedir.

M.A. Atlıhan ve arkadaşları (2012); Türkiye-Antalya'da yer alan Çanaklık-Side arkeolojik kazı alanından alınan arkeolojik çanak-çömlek örneği üzerinde OSL yöntemiyle tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Çalışmada kullanılan örnek ince tanecik yöntemiyle hazırlanmış ve örneğin eşdeğer doz değerini hesaplamak için MAAD ve SAR teknikleri kullanılmıştır. Yapılan çalışma sonucu elde edilen yaş değeri ortalama 510±40 yıl olarak hesaplanmıştır.

A. Kinoshita ve arkadaşları (2011); Batı Brezilya'nın megafaunasından toplanan üç ayrı Haplomastodon dişleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Yapılan çalışma sonucunda bu dişlere ait eşdeğer doz değerlerini sırasıyla 1.3 ± 0.2 kGy, 800 ± 100 Gy, 140 ± 20 Gy bulmuşlar ve ESR ölçümlerinden elde edilen yaşlarını da sırasıyla 500 ± 100 bin yıl, 320 ± 50 bin yıl ve 90 ± 10 bin yıl olarak belirlemişlerdir.

L. Kerber ve arkadaşları (2011); Güney Brezilya'nın Rio Grande do Sul eyaletinde bulunan Touro Passo formasyonunda bulunan Kuvaterner memelilerinin üç farklı bölgeye ait dört farklı diş örnekleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışmaları yapmışlardır. Elde edilen sonuçlara göre bu örneklerin yaşlarını sırasıyla; Artiodactyla için 34 ± 6 bin yıl, Gomphoteriidae için 23 ± 5 bin yıl ile 28 ± 3 bin yıl ve Toxodon için 19 ± 3 bin yıl olarak hesaplamışlardır.

E.H. Bakraji (2011); Suriye'de yer alan Judaidet Yabous arkeolojik kazı alanından alınan çanak-çömlek parçaları üzerinde TL yöntemiyle tarihlendirme çalışması yapmıştır. Elde edilen sonuçlara göre örneklerin eşdeğer doz değerleri 5.0 ± 0.3 Gy - 6.6 ± 0.4 Gy arasında; yıllık doz değerleri 2.971 ± 0.072 mGy/y - 3.442 ± 0.091 mGy/y arasında; belirlenen yaşlar ise 1683 ± 108 yıl - 1917 ± 127 yıl arasında hesaplanmıştır.

R. P. Lopes ve arkadaşları (2010); Brezilya'nın güneyinde bulunan Rio Grande do Sul eyaletinin kıyı bölgesinden (Chui Creek ve yakınındaki kıtasal coğrafyadan) aldıkları ve 19 y.y.'dan kaldığı düşünülen fosillere ait 11 adet diş üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre, örneklerin yaşlarının 34 ± 7 bin yıl ile 42 ± 3 bin yıl arasında değiştiğini bulmuşlar ve buldukları bu değerlerin bekledikleri değerlerden daha küçük olduklarını görmüşlerdir.

V. Michel ve arkadaşları (2009); Fransa'nın Nice şehrinde bulunan Lazaret mağarasından çıkarılan ve Orta Palaeolitik dönemlere ait Cervus fil dişi mine örnekleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Bunlardan üç tanesinin yaş aralığı 108 bin yıl ile 125 bin yıl ve 133 bin yıl ile 160 bin yıl arasında değişirken, farklı lokasyondan toplanan yedi adet örneğin yaş aralıklarının ise sırasıyla 113 bin yıl ile 165 bin yıl arasında ve 147 bin yıl ile 210 bin yıl arasında değiştiğini belirlemişlerdir.

A. Kinoshita ve arkadaşları (2008a); Brezilya'nın kuzey megafauna'sından aldıkları iki adet Stegomastodon waringi dişleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Örnekleri Brezilya'da bulunan Pernambuco eyaletinden toplamışlardır ve tarihlendirme için doz ekleme yöntemini kullanmışlardır. Dişler için elde ettikleri eşdeğer doz değerleri sırasıyla; 120 ± 1 Gy ve 112 ± 1 Gy'dir. Diş örneklerinin ESR yaşlarını ise sırasıyla; 63 ± 8 bin yıl ile 60 ± 9 bin yıl olarak belirlemişlerdir.

A. Kinoshita ve arkadaşları (2008b); Brezilya, Piauí, São Raimundo Nonato'da bulunan Serra da Capivara ulusal parkının etrafını çevreleyen bir alandaki sığınakta yapılan kazıda çıkarılan fosil insan dişleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. X-band ESR spektroskopisini kullanarak elde ettikleri eşdeğer doz değerleri 5.94 ± 0.07 Gy ile 5.97 ± 0.08 Gy arasında değişirken, elde edilen ESR yaşları ise 5700 ± 200 yBP arasında değişmektedir.

R. F. H. Khan ve arkadaşları (2005); köpek dişleri üzerinde ESR dozimetri yöntemini kullanarak doz belirleme işlemi yapmışlardır. Bunun için azı ve kesici dişleri kullanarak köpek dişleri üzerindeki dozimetrik sinyali doz ekleme yöntemiyle belirlemişlerdir. Köpek dişleri üzerindeki dozimetrik sinyallerin ışınlamadan yaklaşık 6 hafta sonra bile kararlı olduklarını tespit etmişlerdir. 3-16 yıl arasındaki köpek dişlerinin dozimetrik sinyallerinin %10-25 oranında değiştiğini gözlemlemişlerdir. Çalışmada azı ve kesici dişler için elde ettikleri eşdeğer doz değerleri sırasıyla; 0.44 ± 0.02 Gy ile 4.42 ± 0.22 Gy arasında değişmektedir.

M.A. Sekkina ve arkadaşları (2003); Mısır'da Giza piramitlerinin bulunduğu kazı alanından alınan eski Mısır çanak-çömleği üzerinde TL tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre bu örneğin ortalama yaşını 4388 ± 166 yıl olarak hesaplamışlardır ve bu örneğin eski Krallığın dördüncü hanedanı tarafından kullanıldığını ön görmüşlerdir.

P. J. Wrinn ve W. J. Rink (2003); Atlantik kıyı sahilinde yer alan Morocco'da bulunan Mugharet el 'Aliya'nın Pleistosen birikintilerinden topladıkları toynaklı hayvanlara ait altı değişik diş minesi örnekleri üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır.

Elde ettikleri yaşlar sırasıyla; 62 ± 6 bin yıl, 81 ± 9 bin yıl, 39 ± 4 bin yıl, 44 ± 5 bin yıl, 47 ± 5 bin yıl ve 56 ± 5 bin yıl'dır.

D. Curnoe ve arkadaşları (2001); Swartkrans formasyonunun Hanging kalıntılarından aldıkları iki adet dişin iki parçasını ESR yöntemi ile analiz etmişlerdir. Hanging Remnant sığır ile insanımsı dişler için elde ettikleri sonuçlar sırasıyla; 1630 ± 160 bin yıl ile 100-200 bin yıl arasında değişmektedir.

O. Baffa ve arkadaşları (2000); Kuvaterner zaman boyunca Brezilya'nın güneyindeki ormanlarda yaşayan *Toxodon Platensis* memelerine ait küçük azı dişi üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Bu çalışmalarında, diş minesi için eşdeğer dozu 4.0 ± 0.8 Gy, dentin için eş değer dozu 0.37 ± 0.03 Gy olarak hesaplamışlardır. İç doz hesaplamalarını yaptıktan sonra elde ettikleri yaşlar sırasıyla; diş minesi için 5.0 ± 1.6 bin yıl, dentin için 6.7 ± 1.3 bin yıldır.

R. Debuyst ve arkadaşları (2000); Almanya'nın Kärlich-Seeufer sit alanından aldıkları fildişi üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Örnekleri 0-32 kGy arasında ışınlayarak X-band ESR spektroskopisiyle incelemişlerdir. Elde ettikleri eşdeğer doz değerlerini 70 Gy – 130 Gy arasında hesaplayarak, yaşların 3300 bin yıl ile 575 yıl arasında değiştiğini ortaya koymuşlardır.

G. Öke ve arkadaşları (2000); Türkiye-Muğla'da yer alan Datça-Burgaz'dan alınan arkeolojik çanak-çömlek parçaları üzerinde OSL yöntemiyle tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Elde edilen sonuçlara göre, örneğin yaşını 2340 ± 190 yıl olarak hesaplamışlardır. Verileri aynı seviyede bulunan paralar ile figürlerin yaşları ile karşılaştırmışlar ve sonuçların büyük bir uyum içinde olduğunu görmüşlerdir.

C. Falguères ve arkadaşları (1997); Fransa-Dordogne bölgesinde bulunan La Micoque arkeolojik kazı alanından topladıkları on yedi adet at dişi üzerinde ESR ve U-serisi tarihlendirme yöntemleri ile tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre, örneklerin yaşlarının 300 bin yıldan daha yaşlı olduğu kanısına varmışlardır. Yapılan hesaplamalar sonucunda, U-serisi ve ESR yöntemleri ile elde ettikleri yaşlar 300 bin yıl ile 350 bin yıl arasında değişmektedir.

T. M. Chen ve arkadaşları (1997); Çin’de bulunan Hubei eyaletindeki Yunxian ilçesinde yer alan Han nehrinin bitişiğindeki birikintiden 1989-1990 yılları arasında çıkarılan ve orta Pleistosen dönemine ait iki adet fosil insanımsı crania türü üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Homo erectus sınıfına ait olduğu belirlenen dokuz adet fosil hayvan dişleri üzerinde inceleme yapılan bu çalışmada, elde edilen yaşların 581 ± 93 bin yıl ile 830-870 bin yılları arasında değiştiği belirlenmiştir.

R. Grün ve arkadaşları (1997); Çin’de bulunan Zhoukoudian palaeantropojik kazı alanından topladıkları dişler üzerinde ESR tarihlendirme çalışması yapmışlardır. Peking Man mağarasındaki Homo erectus örnekleri için yaş aralığını 300-550 bin yıl olarak hesaplamışlardır.

M.S. Abdel-Wahab ve arkadaşları (1996); Mısır’da yer alan Giza bölgesinde bulunan Nazlet El Samman bölgesindeki üç ayrı arkeolojik mezardan toplanan eski Mısır çanak-çömlek parçaları TL yöntemiyle tarihlendirilmiştir. Örneklerden ayıklanan kuartzlara ait TL pikleri (305 ± 5) °C ‘de gözlemlenmiş ve buna göre örneğin yaşı 4301 ± 100 yıl olarak belirlenmiştir. Elde edilen verilerin analizi sonucunda bu çanak-çömleğin Eski Krallık’ta dördüncü hanedan tarafından kullanıldığı belirlenmiştir.

BÖLÜM III

TEORİ

3.1 Giriş

Bu bölümde, ESR, TL ve OSL yöntemlerinin teorileri ile ilgili kuramsal bilgilere yer verilmiştir. Öncelikle, ESR spektroskopik yönteminin temel kavramları üzerinde durulmuş ve ESR tarihlendirme yönteminin genel özellikleri ile ilgili bilgilere değinilmiştir. Daha sonra, TL ve OSL tarihlendirme yöntemlerinin oluşum mekanizmaları, çalışma prensipleri ve bu yöntemlerde uygulanan prosedürler anlatılmıştır. Ayrıca, çalışmada kullanılan numunelerin temin edildiği bölgenin arkeolojik geçmişi ve numunelerin özellikleri ile ilgili kısa bilgilere de yer verilmiştir.

3.2 Elektron Spin Rezonans (ESR)

Elektron Spin Rezonans (ESR) diğer bir adıyla Elektron Paramanyetik Rezonans (EPR); çiftlenmemiş elektronların manyetik momentlerinin, mikrodalga bölgesinde bir dış manyetik alan ile etkileşmesi sonucu soğrulan enerji ile paramanyetik türlerin belirlenmesini inceleyen spektroskopi tekniğidir.

1921 yılında yapılan Stern-Gerlach deneyinde, atomun yapısında bulunan elektronun sahip olduğu manyetik momentin manyetik alan içinde yalnızca iki farklı yönelime sahip olduğunun gösterilmesiyle elektron spin rezonans dönemi başlamıştır (Desrosiers ve Schauer, 2001; Wertz ve Bolton, 2007). İlk defa 1944 yılında, Kazan (Rusya)'da yaşayan Rus fizikçi E. Zavoisky tarafından geçiş metal iyon tuzları ($CuCl_2 \cdot 2H_2O$) ile yapılan rezonans soğrulması deneyi sırasında, yaklaşık 300 mT'lık manyetik alan şiddeti ve 133 MHz'lik frekans değerinde elektron spin rezonans piki gözlenmiştir. E. Zavoisky (Zavoisky, 1945), bu gözlem sonucu yaptığı hesaplamalarda spektroskopik yarıma faktörünü (g) yaklaşık 2 olarak elde etmiştir. E. Zavoisky'nin rezonans soğrulmalarını gözlemlerken bulunduğu bu sonuçlar başka bilim adamları tarafından da

yorumlanmıştır. Deneylerde daha net sonuçların alınması ise İkinci Dünya Savaşı'ndan sonra mikrodalga teknolojisinin gelişmesi ile mümkün hale gelmiştir (Atherton, 1973). Bu tarihten itibaren ESR spektroskopisi tekniği, fizik ve kimya alanlarının yanı sıra jeoloji, paleontoloji ve arkeoloji gibi bilim dallarında yer alan birçok uygulamada da kullanılarak geliştirilmiştir (Brustolon ve Giamello, 2009; Rink, 1997; Rink ve Thompson, 2015).

ESR'de paramanyetik sistemler iki farklı şekilde gözlenebilmektedir. Bunlardan ilki, kristallerin oluşumu sırasında elektronların tuzaklanmasına neden olan nokta kusurları sonucu oluşan paramanyetik sistemlerdir. Çoğunlukla geçiş metalleri bu sınıfta yer almaktadır ve bu nedenle moleküller yapılarında bir veya birden fazla paramanyetik atom içerdikleri için paramanyetik özellik gözlenmektedir. Diğer ise, dışarıdan bir etki ile materyalin kristal yapısında bir yörüngeden diğer bir yörüngeye elektron geçişinin sağlanması sırasında elektronların tuzaklanması sonucu paramanyetik özelliğe sahip olan sistemlerdir. Bu tür sistemler serbest radikaller olarak adlandırılır ve bu özelliğe sahip materyaller ESR tarihlendirme çalışmaları için kullanılmaktadır (Rink, ve Thompson, 2015).

3.3 Elektron Spin Rezonans (ESR) ile İlgili Temel Kavramlar

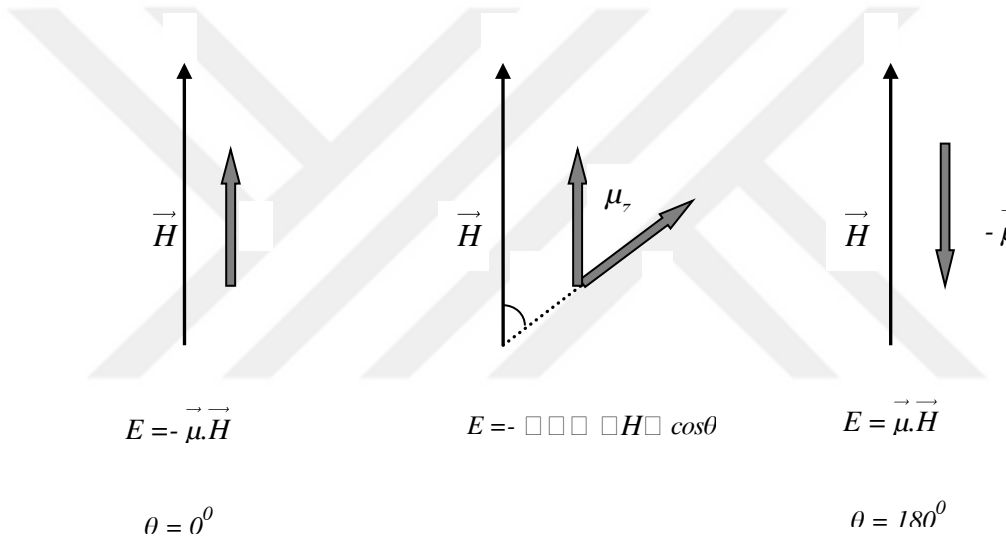
3.3.1 Açısal momentum, spin ve manyetik moment

Kuantum teorisi, tüm sistemlerin belirli bir enerjiye sahip olduğunu söylemektedir. Her spektroskopik yöntem, materyale enerji girişi nedeniyle oluşan iki farklı durum (enerji seviyesi) arasındaki geçişleri incelemektedir. Atomlar ve moleküller için bu durumlar açısal momentum ile ilgili bir dizi kuantum sayısı ile tanımlanmaktadır. Adından da anlaşılacağı üzere ESR spektroskopisi, farklı çiftlenmemiş elektron spin durumları arasındaki elektron geçişleriyle ilgilenmektedir.

Çiftlenmemiş elektronun bulunduğu bir sistemde bir elektron, spin hareketinden dolayı bir manyetik momente ($\vec{\mu}$) sahiptir (Haken ve Wolf, 2000):

$$\vec{\mu} = -g \mu_B \vec{S} \quad (3.1)$$

Burada, g: spektroskopik yarımlama faktörü ya da g-değeri, μ_B : Bohr magnetonu ve \vec{S} : spin açısal momentum vektörüdür. Herhangi bir dış manyetik alan uygulanmadığı durumda elektronun sahip olduğu manyetik moment vektörünün tüm yönelimlerinde, sistem aynı enerji değerine sahiptir. Eğer bu elektrona sahip sistem, z-ekseni doğrultusunda $\vec{H} = H_z \hat{z}$ gibi homojen bir dış manyetik alan içine yerleştirilirse manyetik moment vektörü uygulanan dış manyetik alanda Şekil 3.1’de görüldüğü gibi farklı yönelimlere sahip olur:



Şekil 3.1. Manyetik moment vektörünün ($\vec{\mu}$) z-yönünde uygulanan manyetik alan (\vec{H}) içindeki yönelimleri

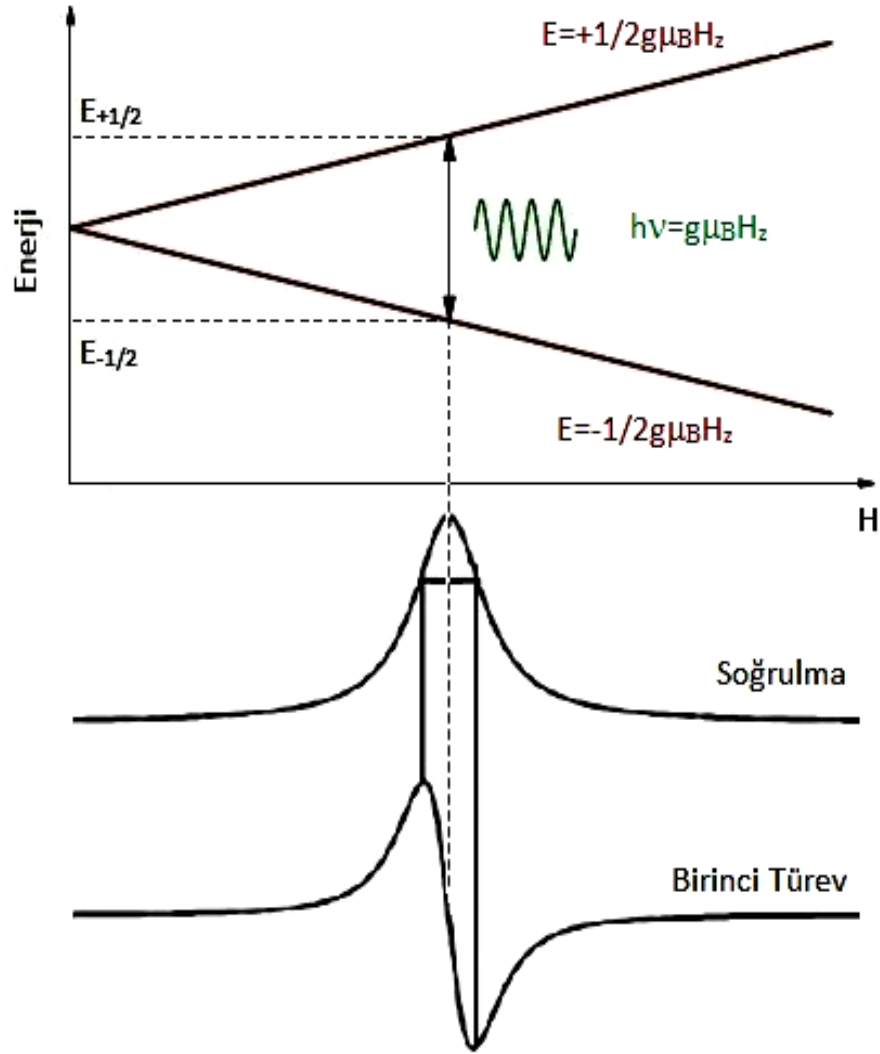
Bu durumda sistemde aşağıdaki gibi bir etkileşme enerjisi gözlenir:

$$E = -\vec{\mu} \cdot \vec{H} = -\mu_z H \cos\theta = \mu_z H \quad (3.2)$$

Burada, θ : manyetik moment vektörü ile manyetik alan arasındaki açıdır. $\mu_z = \mu \cos\theta$ ise, $\mu_z H$ manyetik alan doğrultusundaki elektron spin manyetik moment bileşenidir ve aşağıdaki şekilde ifade edilir:

$$\mu_z = g \mu_B m_s \quad (3.3)$$

Burada, m_s , spin kuantum sayısıdır ve $-S$ 'den $+S$ 'ye kadar $2S+1$ tane farklı değer alır. Serbest bir elektron için $S=1/2$ değerine sahiptir ve $m_s=\pm 1/2$ gibi iki farklı spin durumu gözlenir. Manyetik momentler ise birbirlerine eşit fakat zıt yönlüdür. Serbest bir elektron üzerine z -yönünde bir manyetik alan uygulandığı zaman Şekil 3.2'de görüldüğü gibi yüksek ve düşük olmak üzere iki farklı enerji seviyesi gözlenir. Bu enerji seviyelerinde bulunan manyetik momentler de manyetik alan ile aynı doğrultuda bir yönelime sahip olur.



Şekil 3.2. $S=1/2$ spin değerine sahip bir sistem için Zeeman enerji seviyeleri: H_z manyetik alan değerinde sistem rezonansa geldiği zaman enerji seviyeleri arasında gözlenen geçişler, ESR soğrulma ve birinci türev spektrumu

Bu iki enerji seviyesi, Zeeman yarılmaları nedeniyle Zeeman enerji seviyeleri olarak tanımlanır ve enerji değerleri aşağıdaki gibi ifade edilir:

$$E_{+1/2} = \mu_z H_z = g \mu_B m_{s(+1/2)} H_z = +1/2 g \mu_B H_z \quad (3.4)$$

$$E_{-1/2} = \mu_z H_z = g \mu_B m_{s(-1/2)} H_z = -1/2 g \mu_B H_z \quad (3.5)$$

Her bir H_z manyetik alan değerinde Zeeman enerji seviyeleri arasında geçişlerin gözlenmesi için, sisteme bu seviyeler arasındaki enerji farkı kadar dışarıdan bir enerji uygulanmalıdır. Eğer enerji seviyeleri arasındaki farka eşit bir $h\nu$ mikrodalga enerjisi sisteme uygulanırsa, rezonans (maksimum titreşim) gerçekleşerek yüksek enerji seviyesinden düşük enerji seviyesine ya da düşük enerji seviyesinden yüksek enerji seviyesine doğru geçişler gerçekleşir. Böylece enerji seviyeleri arasındaki farkın ölçüsü olacak şekilde net bir mikrodalga yayılması gözlenir. Bu durumda rezonans koşulu aşağıdaki şekilde ifade edilir:

$$E_{+1/2} - E_{-1/2} = \Delta E = g \mu_B H_z = h\nu \quad (3.6)$$

3.6 eşitliği ESR olayının gerçekleşmesi için gerekli olan rezonans şartıdır. Burada, h :Planck sabiti, ν :mikrodalga frekansıdır. Sistem rezonansa geldiği zaman $H_z = H_{rez}$ değerini alır. $S=1/2$ değerinden daha yüksek spin değerine sahip sistemler için, Zeeman enerji seviyelerinin sayısı ($N=2S+1$) 2'den daha büyük bir değer aldığından, elektromanyetik radyasyon tarafından uyarılan farklı spin durumları arasındaki geçişler seçim kurallarına ($\Delta L=0$, $\Delta S=0$, $\Delta m_s=\pm 1$) göre gerçekleşir (Fattibene ve Callens, 2010; Rink ve Thompson, 2015).

3.3.2 g-değeri

ESR'de rezonans olayı, her bir sistem için farklı değerlerde gözlenmektedir. Bu durum, sistemlerin sahip olduğu çiftlenmemiş elektronun üzerine uygulanan manyetik alan dışında çevresindeki farklı (yerel) alanlar ile etkileşmesinden kaynaklanmaktadır. Bu

etkileşme sonucunda paramanyetik türlerin yapısı hakkındaki önemli bilgiler spektroskopik yarıma faktörü ya da diğer bir adıyla g-değeri ile belirlenmektedir (Köksal ve Köseoğlu, 2010). g-değeri paramanyetik sistemler için karakteristik bir özelliktir ve çiftlenmemiş elektron içeren merkez atom veya molekül ile bu elektronun en yakın çevresinde bulunan kafes kusurları ve kirliliklerden etkilenmektedir (Fattibene ve Callens, 2010). g-değeri ESR rezonans şartı kullanılarak aşağıdaki eşitlik ile ifade edilmektedir:

$$g = h \nu / \mu_B H_z \quad (3.7)$$

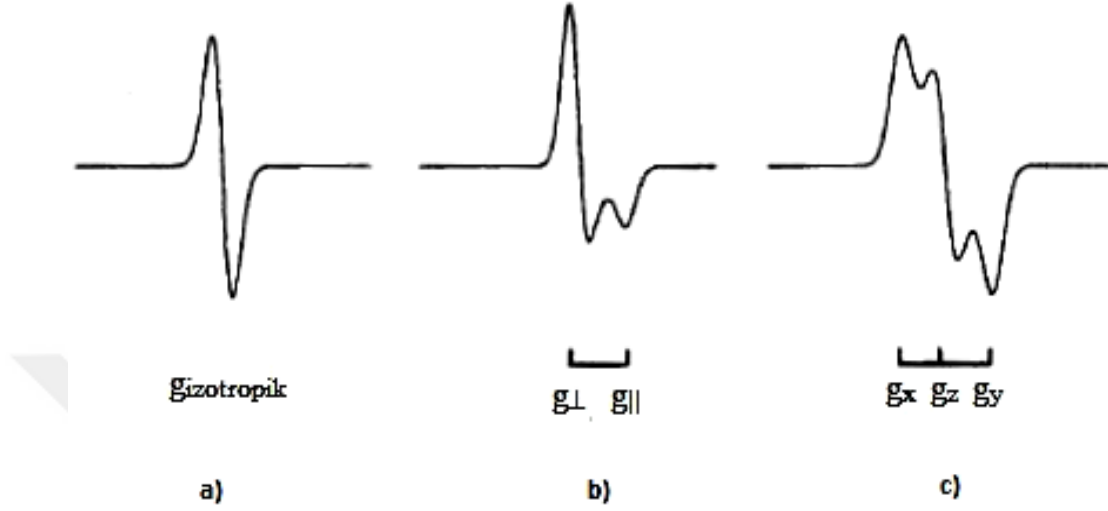
Serbest bir elektronun manyetik alan içindeki enerji düzeyleri arasındaki fark g-değeri ile orantılıdır ve elektronun spin manyetik momenti için $g=2,00232$ değerini alır. Ancak, elektronun toplam manyetik momentine hem spin hem de yörünge manyetik momentlerinden katkı geldiği için, g-değeri ikisinden de gelen katkılar ile belirlenir ve bu nedenle her sistemde farklı değerler alır:

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (3.8)$$

Burada, L:elektronun yörünge açısal momentumu, S: elektronun spin açısal momentumu, J: elektronun toplam açısal momentum ifadeleridir.

Dış manyetik alan içine yerleştirilen bazı numuneler manyetik alan içinde döndürüldüğü zaman, elde edilen ESR spektrum çizgileri numunenin yönüne bağlı olarak değişkenlik göstermez. Bu tür numunelerin davranışları izotropik olarak tanımlanır. Bazı numuneler ise (örneğin bazı paramanyetik sistemler, kristaller, nokta kusurları ile çevrili geçiş iyonları) manyetik alan içinde döndürüldüğü zaman, elde edilen ESR spektrum çizgileri numunenin manyetik alan içindeki yönelimine bağlı olarak değişkenlik gösterebilir. Bu tür numunelerin davranışları ise anizotropik olarak tanımlanır. Bu durumda anizotropik g-değeri, spin-yörünge etkileşmesine bağlı olarak ilave bir eksensel ya da rombik simetri alanının oluşması ile açıklanır.

Şekil 3.3.'de görüldüğü gibi g-değeri için, izotropik simetri (izotropik g-değeri), eksensel simetri (trigonal veya tetragonal alan simetrisi, g_{\perp} ve g_{\parallel}) ve rombik simetri (g_x , g_y , g_z) olmak üzere üç farklı yerel simetri alanı tanımlanmaktadır.



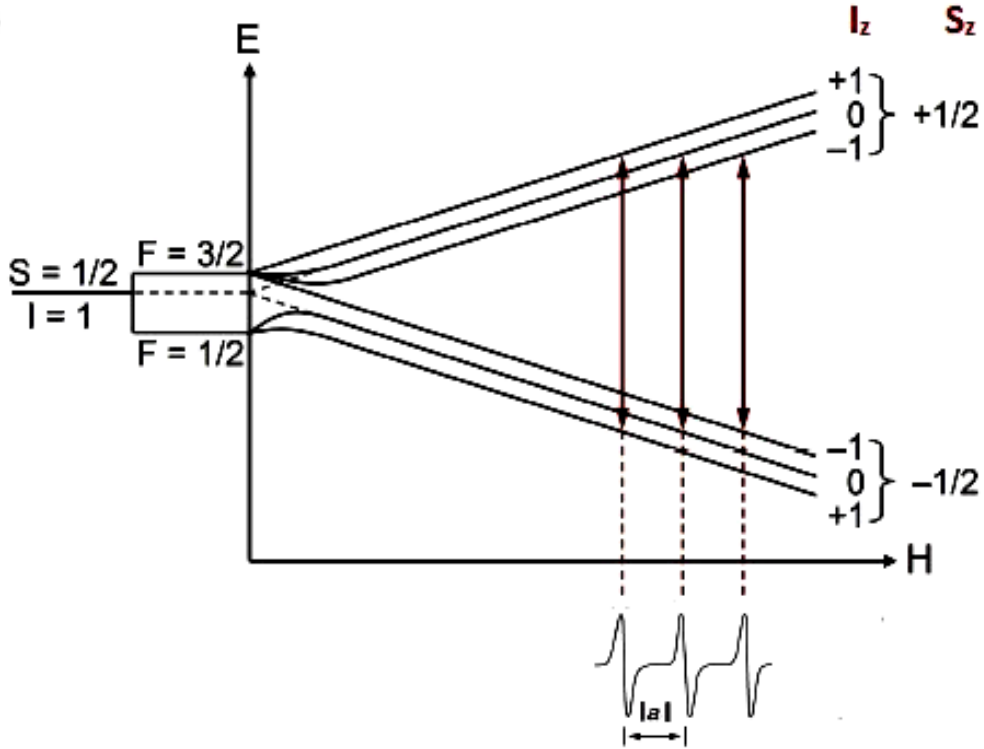
Şekil 3.3. İzotropik (a), eksensel simetri (b), orthorombik simetri (c) için toz ESR spektrumları

3.3.3 Aşırı ince yapı etkileşmesi

Elektronun manyetik momenti sadece dış manyetik alan ile etkileşim içindeyse, elde edilen ESR spektrumu tek bir çizgiden oluşmaktadır. Bu durumda, böyle bir spektrumdan elde edilen bilgiler oldukça sınırlıdır. Ancak, bazı çekirdeklerin elektron ile benzer şekilde çekirdek spin açılal momentumu ile bağlantılı olarak bir manyetik momente sahip oldukları bilinmektedir. Çiftlenmemiş elektronun bulunduğu bir sistemde çekirdek spin değeri sıfırdan farklı olan bir çekirdek bulunuyorsa, bu çekirdek sahip olduğu manyetik momentten dolayı bir manyetik alan meydana getirir. Bu durumda elektron, hem dışarıdan uygulanan manyetik alan ile hem de çekirdeğin oluşturduğu yerel alan ile etkileşir ve bu etkileşme sonucunda ESR spektrum çizgilerinde yarılmalara gözlenir. Çiftlenmemiş elektron ile çekirdek arasındaki bu etkileşim aşırı ince yapı etkileşmesi, ESR çizgilerinde gözlenen yarılmalara ise aşırı ince yapı yarılmaları olarak tanımlanır. Aşırı ince yapı etkileşmesi, çekirdeğin konumuna ve simetri durumuna bağlı olarak izotropik ya da anizotropik özelliğe sahiptir (Köksal ve Köseoğlu, 2010).

ESR yöntemi kullanılarak incelenen bazı materyallerin yapısında manyetik özelliğe sahip birkaç çekirdek bulunabilir ya da bazı moleküllerde bu çekirdekler molekülün simetrisi nedeniyle manyetik olarak eşdeğer özelliğe sahip olabilir. Böyle durumlarda, radikallere ait ESR spektrumları aşırı ince yapı yarılmaları nedeniyle karmaşık bir özelliğe sahip oldukları için spektrumların yorumlanması oldukça zordur. Eğer sistemde, manyetik olarak eşdeğer özelliğe sahip çekirdek grupları varsa, tüm çekirdek spinlerinin toplamına eşit bir çekirdeğin olduğu düşünülerek inceleme yapılabilir.

Bölüm 3.3.1’de bahsedildiği gibi elektromanyetik radyasyon tarafından uyarılan farklı spin durumları arasındaki geçişler seçim kurallarına göre gerçekleşir. Çekirdeğin spin kuantum sayısı, m_p -I’den +I’ya kadar toplam $N=2I+1$ tane farklı değer aldığı için yerel manyetik alan da $2I+1$ tane farklı değere sahip olur. Sistemde çekirdeğin oluşturduğu yerel manyetik alan olmadığı zaman z-yönünde uygulanan dış manyetik alan içinde sadece bir tane rezonans şartı gerçekleşirken, yerel manyetik alanın ortaya çıkmasıyla dış manyetik alanın $2I+1$ farklı değerinde rezonans şartı sağlanır (Apaydın, 1996).



Şekil 3.4. $S=1/2$ olan çiftlenmemiş elektron ile $I=1$ olan çekirdeğin aşırı ince yapı etkileşmesi için gözlenen izinli ESR geçişleri ve enerji seviyeleri (a :aşırı ince yapı yarıılma sabiti)

Şekil 3.4’de $S=1/2$ olan çiftlenmemiş elektron ile $I=1$ olan çekirdeğin aşırı ince yapı etkileşmesi sonucu gözlenen izinli ESR geçişleri, enerji seviyeleri ve ESR spektrumları verilmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, ESR spektrumlarında gözlenen aşırı ince yapı çizgilerinin sayısı ve birbirlerine göre şiddet oranları belirlenerek bir molekül içinde bulunan özdeş ya da özdeş olmayan çekirdeklerin sayısı ile yapı hakkında bilgi sahibi olunabilmektedir.

3.4 ESR Spektrometresi

ESR spektrometreleri, ESR rezonans şartını ($\Delta E = g\mu_B H_z = h\nu$) sağlayacak şekilde tasarlanmıştır (Weckhuysen vd., 2004). Rezonans şartında manyetik alan ile mikrodalga frekansı olmak üzere iki tane değişken parametre bulunmaktadır. Rezonans şartına göre teorik olarak, frekans sabit tutularak manyetik alan değiştirilebilir ya da manyetik alan sabit tutularak frekans değiştirilebilir. Frekansın sabit tutulması hem deneysel olarak daha iyi hassasiyet gösterdiği için hem de teknik açıdan daha kolay olduğu için, ESR spektrometreleri frekansın sabit tutulup manyetik alanın değişken olarak alınmasına göre düzenlenmiştir. Bu nedenle, mikrodalga frekans kaynağına göre farklı bant aralıkları ile isimlendirilen birçok ESR spektrometresi mevcuttur. Bunlardan en sık kullanılanı X-bant ESR spektrometresidir. Farklı bant aralıklarına göre adlandırılan ESR spektrometrelerinin bazıları Çizelge 3.1.’de gösterilmektedir:

Çizelge 3.1. ESR spektrometrelerinde kullanılan bant yapıları ve özellikleri (Lund vd., 2011)

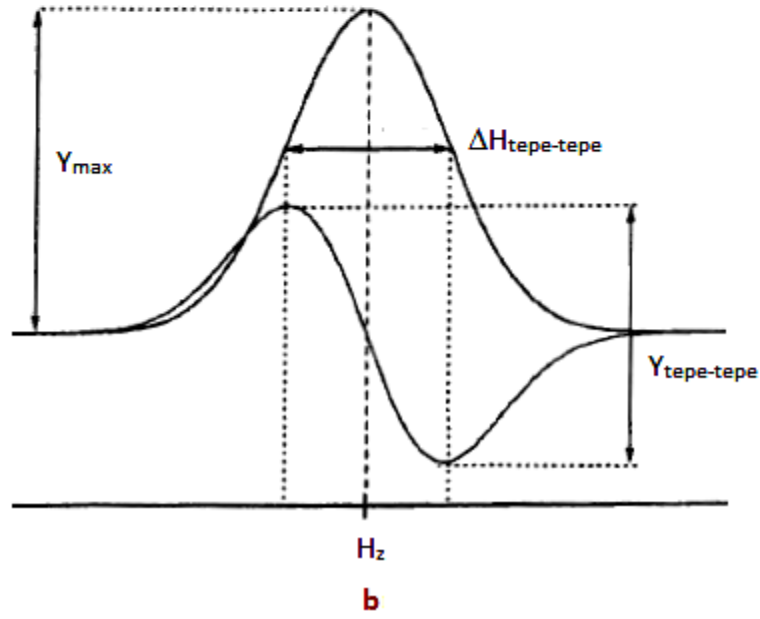
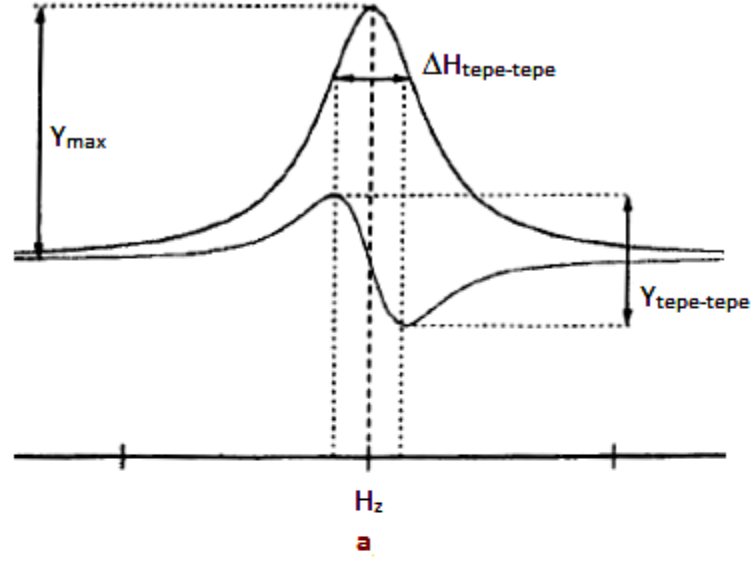
Bant	Frekans (GHz)	Dalga Boyu (cm)	Manyetik Alan (T) (g=2)
S	3.0	10.0	0.107
X	9.5	3.15	0.339
K	23	1.30	0.82
Q	35	0.86	1.25
W	95	0.315	3.39

ESR spektrometreleri manyetik alanı deęiřtirerek tarama yaptığı için, enerji seviyeleri arasında gözlenen yarılmalar manyetik alanın bir fonksiyonu olarak ifade edilir. Dięer spektroskopik yöntemlerde elde edilen rezonans sinyalleri soęrulma piki řeklinde kaydedilirken, ESR spektrometrelerinde algılanan sinyallerin ayrıntıları nedeniyle řekil 3.4’de gösterildiđi gibi soęrulma pikinin birinci türevi řeklinde gözlenir. Bu durum, üst üste binmiř sinyallerin ayrıştırılmasında, paramanyetik türler ile g-deęeri gibi önemli parametrelerin belirlenmesinde ve yorumlanmasında büyük bir avantaj sağlamaktadır.

3.4.1 Spektrum řekli ve çizgi geniřliđi

ESR sinyallerinin çizgi řekli, soęrulma spektrumunun homojen ve homojen olmayan geniřliđinden etkilenen çok karmařık bir durumdur. Homojen geniřleme sonucu gözlenen spektrumların çizgi řekilleri, Heisenberg belirsizlik ilkesine göre enerji seviyeleri arasındaki geçiřlerde etkin olan spinlerin yarı ömürleri ile ilgilidir. Burada spinlerin yarı ömürleri, hem çiftlenmemiř elektronların (spin sistemi) kendi aralarında hem de çevreleriyle etkileřmeleri sonucu gözlenen enerji deęiřimiyle belirlenmektedir. Homojen olmayan geniřlemenin gözlendiđi durumlarda ise spektrumların çizgi řekilleri kısmen çözülmemiř ařırı ince yapı etkileřmelerinden kaynaklanmaktadır (Fattibene ve Callens, 2010).

ESR spektrumları genellikle Gaussian ya da Lorentzian eđrisinin birinci türevi řeklinde kaydedilmektedir. Lorentzian çizgi řekilleri, genellikle seyreltik spin sistemlerinde elde edilen ESR spektrumlarında gözlenir. Gaussian çizgi řekilleri ise, homojen olmayan ve çok sayıda üst üste binmiř çizgi durumlarında görülür. řekil 3.5’de ESR rezonans soęrulma sinyallerinin ve birinci türevlerinin Lorentzian ve Gaussian çizgi řekillerinde gözlenen ESR spektrumları yer almaktadır.



Şekil 3.5. Lorentzian (a) ve Gaussian (b) çizgi şekillerinde gözlenen ESR spektrumları

3.4.2 Mikrodalga gücü

Herhangi bir numune, mikrodalga alan şiddetini arttırmak üzere kavite içinde uygun bir konumda yerleştirildiği zaman, numune tarafından bir miktar mikrodalga enerjisi soğurulur. Bu durumda, kavitenin Q-faktörü (kalite faktörü), her devirde kavite içerisinde kaybolan ortalama enerjinin, kavite içerisinde depolanan mikrodalga

enerjisine oranı olarak tanımlanır. Kavitenin daha yüksek Q değerine sahip olması, spin sistemi için daha yüksek mikrodalga enerjisi elde edilebilmesini sağlamaktadır. Bundan dolayı, kavite içerisine yerleştirilmiş bir numunenin mikrodalga gücü Q-faktör'üne bağlıdır. Böylece, kavite içerisindeki mikrodalga manyetik alan şiddeti (H), Q-faktörü (Q) ve mikrodalga gücü (P) cinsinden aşağıdaki gibi verilir (Fattibene ve Callens, 2010);

$$H \propto \sqrt{QP} \quad (3.9)$$

Bazı sinyallerin şiddeti düşük mikrodalga gücünde doyuma ulaşmaktadır. Ancak, bazıları ise yüksek mikrodalga gücünde, gücün karekökü (\sqrt{P}) ile orantılı olarak artmakta (Denklem 3.9) ve sinyal şiddeti doyum noktasından sonra azalmaya başlamaktadır (Ikeya,1993). Bu durum şu şekilde açıklanabilir: Gaussian ya da Lorentzian eğrisinin birinci türevi şeklinde kaydedilen ESR spektrumlarının altında kalan alanda spin yoğunluğu Boltzman dağılımına (Denklem 3.10) göre davranış gösterir (Murphy, 2009);

$$\frac{N_{(+\frac{1}{2})}}{N_{(-\frac{1}{2})}} = e^{-\frac{E}{kT}} = e^{-\frac{g\mu_B H}{kT}} \quad (3.10)$$

Burada; k: Boltzman sabiti, N:toplam spin sayısı, T:sıcaklık, E: enerji, g:spektroskopik yarıma faktörü, μ_B :Bohr magnetonu, H:manyetik alanı ifade etmektedir. Prensipite, mikrodalga gücü arttıkça ESR sinyal şiddetinin artmasının nedeni, birim zamanda birim alan başına numuneye gelen $h\nu$ mikrodalga foton sayısı (soğrulan enerji) ile doğrudan ilişkilidir. Bu artış için, Fermi veya Boltzman istatistikleri doğrultusunda en düşük Zeeman enerji seviyesinde bulunan elektron sayısı ($m_s=-1/2$), en yüksek Zeeman enerji seviyesinde bulunan elektron sayısından ($m_s=1/2$) daha fazla olmalıdır. Bir süre sonra, yüksek enerji seviyesinde bulunan elektronlar fazla enerjilerini vererek düşük enerji seviyesine geri dönerler. Durulma (relaxation) olarak adlandırılan bu durum gerçekleşmezse, ESR sinyali kaybolur, çünkü iki enerji seviyesi arasındaki elektron dağılımı en sonunda eşit olacaktır.

Mikrodalga soğrulma enerjisi, spin sistemi ve çevrelediği örgü arasında (spin-örgü durulması) etkili bir şekilde dağıtıldığı sürece herhangi bir sorun yoktur. Bu durum, yüksek mikrodalga güç değerlerinde ya da düşük sıcaklıklarda daha az etkin hale gelir. Çünkü ne kadar fazla güç uygulanırsa o kadar çok enerji soğrulur. Bir süre sonra, enerji seviyelerindeki dağılım arasındaki fark sıfır ya da çok küçük bir değer alır. Bu, ya çok zayıf bir soğrulmanın gözleneceği ya da hiçbir soğrulmanın gözlenemeyeceği anlamına da gelir. Bu durum güç doygunluğu olarak tanımlanır ve böyle bir doyum oluştuğu zaman, ESR sinyali bozulabilir, şiddeti azalabilir veya tamamen bastırılabilir. Bu istenmeyen bir durumdur. Bu nedenle, doyum noktası, mikrodalga gücünün karaköküne karşı ESR sinyal yüksekliği çizilerek belirlenir (Fattibene ve Callens, 2010; Murphy, 2009).

ESR yöntemi ile yapılan geriye dönük dozimetri ve tarihlendirme çalışmalarında önemli sorunlardan birisi, mikrodalga güç parametresinin biriken doz üzerinde bağımlılığının olmasıdır. Numunelerin gerçek yaşlarının belirlenmesinde etkili olan doz değeri ESR merkezlerinin kararlılığından, numune hazırlama ya da ölçüm işlemleri gibi çeşitli aşamalardan etkilenmektedir. Numunenin ölçülmesi kısmına dikkat edilecek olursa, yapılan çalışmalar ESR analizlerinde kullanılan mikrodalga güç değerinin eşdeğer doz değerinde yaklaşık %50 oranında değişime neden olduğu görülmüştür. Bu nedenle, ölçüm işlemleri boyunca, numuneler üzerinde mümkün olan en küçük etkiyi bırakacak, uygulanabilir en düşük mikrodalga güç değerinin kullanımı tercih edilmektedir [Lyons vd., 1988].

Numuneden kaynaklı doğal sinyal (organik sinyal) ile dozimetrik sinyal çizgilerinin şiddetinin ve genişliğinin mikrodalga gücüne bağlılığının incelendiği daha önceki çalışmalarda, çizgi şekillerinin fit edilmesi sonucu yapılan analizlerde dozimetrik sinyal ile organik sinyalin farklı nedenlerle güç ile arttığı görülmüştür (Galtsev vd., 1996; Ignatiev vd., 1996; Ivannikov vd., 2002; Serezhenkov vd., 1996; Skvortzov vd., 1995). Kavitenin ve numunenin paramanyetik kirlilikler içerebildiği durumlar söz konusu olduğunda, bu tür organik sinyallerin şiddeti mikrodalga gücü ile arttığı için dozimetrik sinyalin kalitesi de azalmaktadır. Bunun için, en uygun ESR parametrelerini belirlerken, organik sinyallerin minimize edildiği ve dozimetrik sinyallerin daha anlaşılır bir durum

aldığı, yani dozimetrik sinyal/organik sinyal oranının en yüksek olduğu değerdeki mikrodalga güç değerleri tercih edilmelidir.

3.4.3 Modülasyon genliği

ESR spektrometresi ile yapılan çalışmalarda, modülasyon genliği mikrodalga gücüne oranla daha az belirleyici bir parametredir ve daha önceden yapılan çalışmalarla karşılaştırıldığında bu değerlerin değişiminin oldukça küçük olduğu gözlenmiştir. ESR sinyali, çoğunlukla modülasyon genliğinin düşük değerlerinde lineer olarak artış gösterir. Modülasyon genliği çizgi genişliği ile karşılaştırılabilir duruma geldiği zaman, sinyal büyümesi yavaş yavaş azalır ve çizgiler git gide bozulmaya başlar (Ivannikov vd., 2002). Bundan dolayı, ESR sinyalindeki bozulmaları en aza indirmek için, modülasyon genliğinin ESR sinyalinin çizgi genişliğinden daha küçük alınması gereklidir (Poole, 1982).

Diş minesine ait tarihlendirme sinyalinin çizgi genişliğinin yaklaşık 3G civarında olduğu, Gaussian fonksiyonu kullanılarak fit edilen eğri ile deneysel olarak kanıtlanmıştır. Bundan dolayı, en üst limit 2.5 G'dur. Bu durumda, daha küçük modülasyon genliği değeri üst üste binmiş sinyallerin çözülmesine yardımcı olmakla birlikte, sinyal-gürültü oranındaki sonuçlarda sapmalara da engel olmaktadır. Düşük modülasyon genliği değerlerinde elde edilen ESR piklerinin davranışları, spektrumların ilgili bölgesindeki farklı durulma davranışları ile en az birden fazla üst üste binmiş sinyallerin varlığını gösteren alternatif bir kanıttır. Tarihlendirme sinyallerinde yüksek modülasyon genliği değeri ise diğer sinyallerin gizlenmesine neden olmaktadır.

3.4.4 Numune kütlesi

ESR yöntemi kullanılarak yapılan çalışmalarda, ESR sinyal şiddetlerinin kütleyle bağlılığı söz konusudur. İncelenen numunenin kütlesinde gözlenen artış, numunenin yerleştirildiği kavitenin Q-değerinin ve kavite içindeki alanın değişmesine yol açarak numunenin içerdiği spin sayısının artmasına neden olmaktadır. Bu durum, numune miktarının ESR sinyal şiddetine bağlılığını ortaya koymaktadır ve sinyal şiddetlerinde

gözlenen farklılıkların giderilmesinin en basit yolu eşit miktarlarda numunelerin kullanılmasıdır.

Günümüzde, çoğu laboratuarda diş minesi numuneleri kullanılarak yapılan ESR çalışmalarında, eksiksiz ve hata payının az olduğu ölçümlerin yapılabilmesi için, en az ~100 mg civarında ayrıştırılmış, saf diş minesi numunesine ihtiyaç duyulmaktadır (Wieser vd., 2006). Ancak, bazı durumlarda diş üzerinde gözlenen hastalıklar ya da farklı diş türleri gibi nedenlerden dolayı, 100 mg'dan daha az miktarlarda diş minesi numunesinin kullanıldığı durumlar da olabilmektedir. En uygun numune miktarını belirlemek için, ESR şiddetlerinde gözlenen maksimum sinyal-gürültü oranı ile minimum kütle etkisi dikkate alınmalıdır. Eğer yeterli miktarda diş minesi mevcutsa ve numune içerisinde biriken doz oldukça büyük bir değerdeyse, büyüme (doz-cevap) eğrisini oluşturmak için daha az miktarlarda eşit kütleli numuneler kullanılmalıdır.

3.5 Lüminesans Yöntemler

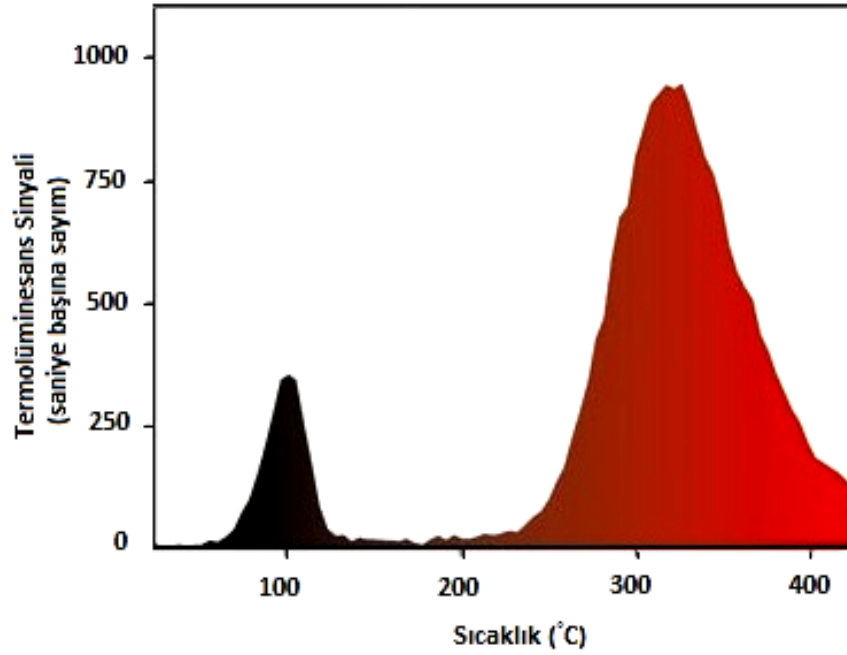
3.5.1 Termolüminesans (TL) yöntemi

TL yöntemi, materyallerin gömülü buldukları ortamda var olan radyoaktif elementlerin radyoaktif bozunumlarından dolayı açığa çıkan radyasyon ile etkileşmeleri sonucu, kristal yapılarında biriken radyasyon enerjisini laboratuvar ortamında materyali ısıtarak ölçen lüminesans yöntemidir.

İlk kez 1663 yılında varlığı keşfedilen termolüminesans olgusu, 1953 yılından itibaren arkeolojik ve jeolojik yaş belirleme çalışmalarında yerini almıştır. Tarihsel açıdan lüminesansı ölçmek için kullanılan ilk yöntem olan termolüminesans yönteminde, minerale bağlı olarak numune, oda sıcaklığından 450-700 °C arasında değişen sıcaklıklara kadar sabit bir ısıtma hızında (genellikle 1 °C/s ile 5 °C/s arasında) ısıtılır. Bunun sonucunda lüminesans merkezlerinden lüminesans yayılımı gözlenir. Bu foton şeklindeki lüminesanslar, fotoçoğaltıcı tüp yardımıyla elektrik pulsuna dönüştürülür. Daha sonra yayılan bu ışığın şiddetinin sıcaklığa göre grafiği çizilerek, numunenin içinde yer alan çeşitli elektron tuzak merkezlerinin termal yarı ömürlerinin yansımaları

ifade eden büyüme eğrisi elde edilir. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak yayılan bu lüminesans sinyali bir dizi pikten (tepeden) oluşan ve genellikle parıldama eğrisi olarak adlandırılan bir grafik ile ifade edilir (Şekil 3.6) (Walker, 2005).

Grafikte elde edilen her bir pik, ölçülen mineral içindeki tek bir tuzak türü sonucunda oluşur. Çoğunlukla, elde edilen sinyal birkaç tuzağın birleşimi şeklindedir. Tuzaklanmış elektronların yerini ya da tuzak merkezlerini belirlemek her zaman mümkün değildir. Fakat daha yüksek ölçüm sıcaklıklarında gözlenen TL sinyalleri, iletkenlik bandının hemen altında bulunan daha derin tuzaklardan kaynaklanır. Düşük ölçüm sıcaklıklarında, derin tuzaklarda tuzaklanmış elektronların serbest kalması için gerekli olan enerji, sığ tuzaklarda tuzaklanmış elektronlara oranla daha fazladır. Bunun nedeni ise, derin tuzaklarda bulunan elektronların sığ tuzaklarda bulunan elektronlara göre daha kararlı olmasıdır (Rink, ve Thompson, 2015).



Şekil 3.6. Kuvars mineraline ait TL sinyalinin parıldama eğrisi (Rink, ve Thompson, 2015)

Örneğin, Şekil 3.6, oda sıcaklığından 450°C'ye kadar 5°C/s ısıtma hızıyla ısıtılmış bir kuvars mineraline ait TL ölçümünü göstermektedir. Şekilde, yaklaşık 110 °C sıcaklığında gözlenen TL pikinin oluşumunu sağlayan tuzaklardaki elektronlar nispeten kararsızdır ve oda sıcaklığında ortalama yarı ömürleri 20 saat kadardır. Bu da,

tarhlandırma için uygun olmadığını gösterir. Fakat bu durumun aksine, yapılan çalışmalar 375°C 'de gözlenen TL piklerinin oluşmasına neden olan elektronların milyonlarca yıl kararlı olduklarını ileri sürmektedir. Daha kolay anlaşılması adına, bu iki pikin oluşumuna neden olan tuzak merkezlerinin sırasıyla Şekil 3.11 'de görülen N_1 ve N_2 tuzak merkezleri olduğu düşünülebilir. Derin tuzakların kararlılığı, neredeyse bir milyon yıl öncesine ait sedimentlerin tarhlandırılması ile doğrulanmıştır ve kuvars minerali kullanılarak yapılan çalışmaların odak noktası bu derin tuzaklardır (Rink, ve Thompson, 2015).

TL yönteminde, kararsız tuzakların sinyal şiddetine etkisini ortadan kaldırmak için numunelerin ölçümleri sırasında ön ısıtma işlemi uygulanarak katkıları engellenir. Bunun dışında, ön ısıtma yapılmadan basit bir test ile de bu tuzakların etkisi ortadan kaldırılabilir. Plato testi olarak adlandırılan bu test, TL yönteminde kararsız tuzaklardan kolayca kurtulmayı sağlamaktadır. Bunun için öncelikle, ölçüm için hazırlanan numune diskleri (tabletleri) üzerine her hangi bir radyasyon dozu verilmeden düşük sıcaklıktan belirlenen yüksek sıcaklığa kadar doğal dozlarının TL ölçümleri yapılır. Daha sonra, numune disklerinin doğal dozları silinmeden üzerlerine belirlenen radyasyon dozlarında ışınlama yapılarak tekrar TL ölçümleri alınır. Bu işlem farklı radyasyon doz değerleri için tekrarlanır ve her bir ışınlamanın ardından aynı koşullarda TL ölçümleri yapılır. TL ölçümlerinin sinyal şiddetlerinin her bir sıcaklık değeri için doğal doz/doğal doz+ışınlama(yapay) doz oranı belirlenerek sıcaklığın sinyal değişimine göre grafiği elde edilir. Elde edilen grafikte düz bölge (plato) bulunur ve bu bölgenin başlangıcına kadar olan kısım kararsız tuzakları, bittiği alan ise tarhlandırma amacıyla kullanılan kararlı tuzakları gösterir.

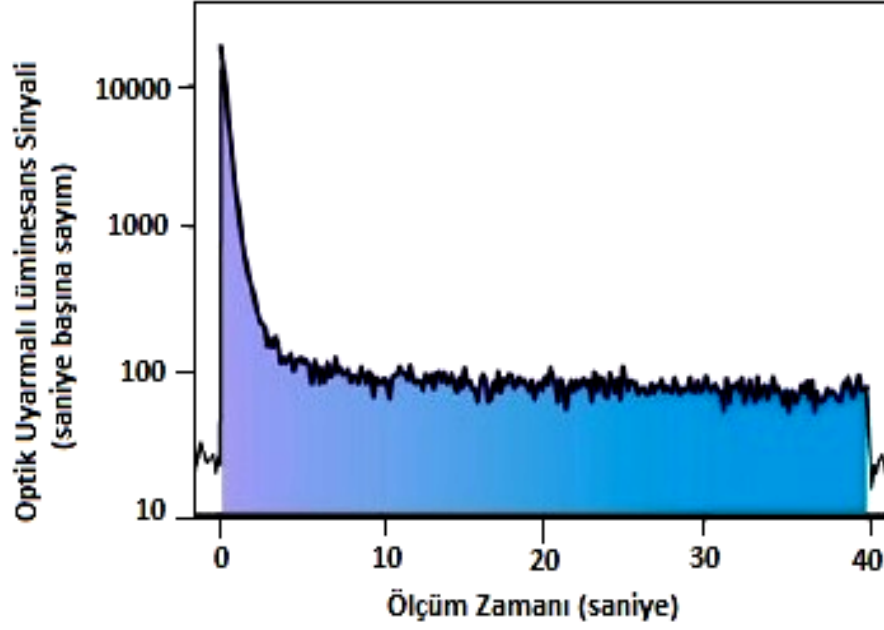
3.5.2 Optik uyarmalı lüminesans (OSL) yöntemi

OSL yöntemi de, termolüminesans yöntemi gibi, minerallerin kristal yapılarında biriken radyasyon enerjisini laboratuvar ortamında materyali ışık ile uyurarak ölçen lüminesans yöntemidir. TL yöntemiyle benzer prensiplere sahip olan OSL yöntemi de, 1985 yılında Huntley ve arkadaşları tarafından keşfedildikten sonra arkeolojik/jeolojik tarhlandırma yöntemleri arasında yerini almıştır.

OSL yönteminde de tuzaklanmış elektronların sayısı, radyasyona maruz kalma süresi ile doğru orantılı şekilde artış gösterir. Buradaki tuzakların derinliği, TL yönteminde kullanılan tuzaklara göre daha azdır, yani tercih edilen dalga boyundaki ışığın kolayca boşaltabileceği derinliktedir. TL yönteminden farklı olarak, genellikle elde edilen OSL verileri, hangi tuzaklardan elektronların serbest bırakıldığına dair küçük bir işaret verir. Bunun için, ilgilenilen tuzak grubundan bir sinyal elde etmek için, herhangi bir OSL ölçümü yapmadan önce numunenin termal olarak ön ısıtmaya tabi tutulması gereklidir. Ön ısıtma işlemi, numunenin ölçümden önce ısıtılmasıyla elde edilir. Böylece elektronlar gömü süresince karasız olan sığ tuzakları boşaltır ve sadece daha derindeki kararlı tuzaklarda elektronlar kalır. (Rink, ve Thompson, 2015).

OSL yönteminde, materyalin uyarılması sonucu açığa çıkan lüminesans ışığı, dışarıdan uyarı için kullanılan ışığa göre farklı bir dalga boyunda yayılır. Bu nedenle, materyalden yayılan ışığın, lüminesans sinyalini ölçmek için kullanılan hassas ışık dedektörüne (foto çoğaltıcı tüp) erişimi engellenmelidir. Genellikle, uyarı için maksimum emisyonu 470 nm olan mavi ışık yayan diyotlar (LED) ya da yeşil lazer emisyonu (532/514 nm) kullanılır ve bu diyotlar yardımıyla kuvars ile feldspat minerallerinden OSL sinyalleri üretilir. Diğer bir uyarma yöntemi ise, kızılötesi (IR) spektrumun görünür kısmını içeren LED'lerin kullanılmasıdır. Çoğunlukla, lüminesans çalışmalarında feldspat mineralini tarihlendirmek için 880 nm merkezli kızılötesi uyarmalı lüminesans (IRSL) yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. IRSL, sadece feldspat minerallerinde gözlenir. Numune oda sıcaklığında ölçülürken, kuvars mineralleri feldspat katkıları içermedikçe kuvars minerallerinden IRSL sinyali elde edilmemektedir. Saf kuvarsin oda sıcaklığına IRSL sinyali vermemesi durumu, lüminesans ölçümleri için kullanılacak kuvarsların saflık durumunu değerlendirme yöntemi olarak kullanılabilir.

Şekil 3.7'te tipik bir kuvars mineraline ait OSL ölçümü gösterilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, optik uyarma kaynağı ilk uygulandığı zaman, OSL sinyali oldukça büyüktür. Fakat daha sonra, lüminesans sinyalini üreten tuzaklarda biriken yüklerin boşalmasıyla, sinyal şiddeti hızlıca düşüşe geçmektedir.



Şekil 3.7. Kuvars mineraline ait OSL sinyalinin bozunma eğrisi (Rink, ve Thompson, 2015)

OSL yöntemi kullanılarak yapılan tarihlendirme çalışmalarında, plato testi yerine ön ısıtma süresi ve ön ısıtma sıcaklık değerlerinin belirlenmesi önemlidir. Bunun için, yine hazırlanan numune disklerinin doğal/yapay dozlarından yararlanılır. Ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için, bu disklerin sabit bir sürede farklı sıcaklık değerlerinde alınan OSL ölçümlerinin sıcaklığa bağlı grafiği elde edilir ve bu grafikten elde edilen eğrinin plato bölgesinin orta noktası uygun ön ısıtma sıcaklığı olarak belirlenir. Ön ısıtma süresi için ise, daha önceden belirlenmiş sabit bir sıcaklık değerinde farklı sürelerde alınan OSL ölçümlerinin süreye bağlı olarak grafiği elde edilir ve yine bu grafikten elde edilen eğrinin plato bölgesinin orta noktası uygun ön ısıtma süresi olarak kabul edilir.

3.6 Tarihlendirme Yöntemleri

3.6.1 Elektron Spin Rezonans (ESR) tarihlendirme

ESR tarihlendirme, her hangi bir materyalin yapısında bulunan mineralin, bulunduğu ortamda var olan doğal radyasyon ile etkileşmesi sonucu kristal yapısında biriken

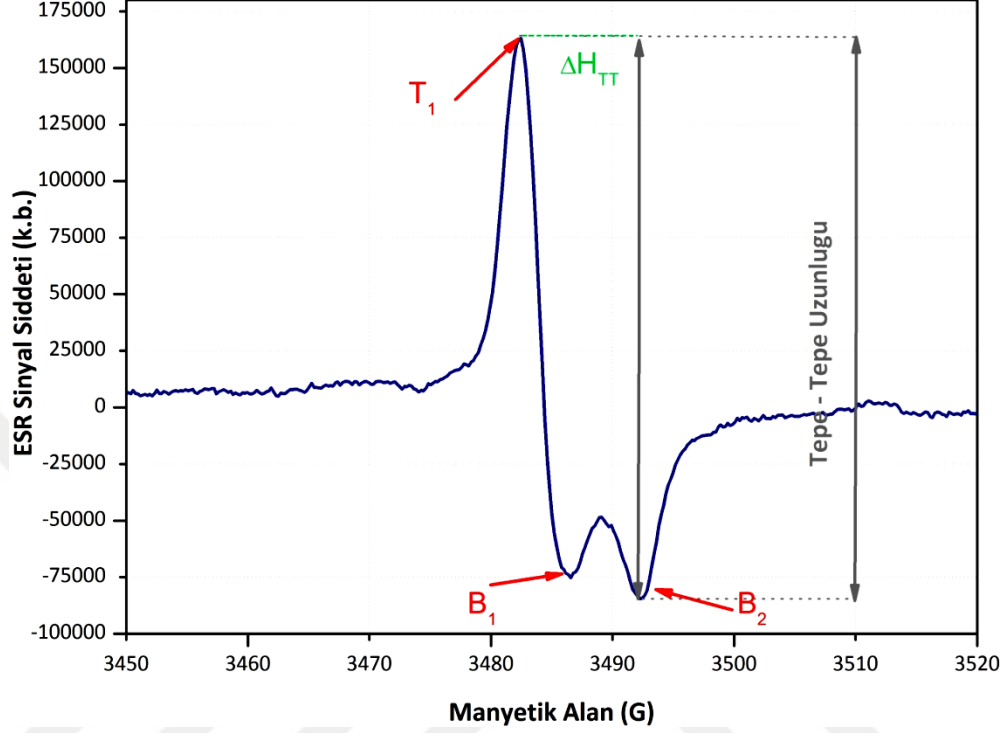
serbest elektron konsantrasyonlarının laboratuvar ortamında ölçülmesiyle materyalin yaşını belirleyen tarihlendirme yöntemidir.

Radyoaktivite doğal ortamda her yerde bulunmaktadır ve ESR tarihlendirme çalışmalarında, doğada bulunan uranyum (U), toryum (Th) ve potasyum (K) gibi radyoaktif elementlerin yaydığı iyonize radyasyonunun varlığından yararlanır. Bu iyonize radyasyon, yukarıda bahsedilen radyoaktif elementleri içeren yerlerde veya yakınında bulunan herhangi bir materyalin yapısında bulunan doğal mineraller tarafından soğurulur ve soğrulan bu radyasyon enerjisi minerallerin kristal yapılarında uzun süre depo edilir. Depolanan bu radyasyon enerjisi radyoaktif bozunma devam ettiği sürece artış gösterir. Tarihlendirilecek materyalin kristal yapısında depolanan toplam radyasyon enerjisi, ESR sinyal şiddeti yardımıyla belirlenir ve daha sonra zaman kavramıyla ilişkilendirilir.

Materyalin elde edilen ESR spektrumunun şiddeti, radyoaktif bozunma sonucu kristal yapıda oluşan paramanyetik merkez yoğunluğu ile doğrudan ilişkilidir. Burada, tuzaklanmış elektronların belirli bir frekans ve manyetik alan değerinde rezonansa gelmesi sonucu gözlenen elektromanyetik radyasyon soğrulması ile son sıfırlanmadan bu yana biriken ESR sinyali belirlenebilmektedir (Aitken, 1990). ESR tarihlendirme sinyali, radyasyonun bir fonksiyonu olarak üretilen radikallerin sayısıdır ve bu nedenle soğrulma sinyalinin altında kalan bölge ile ilgilenilir. ESR spektrometreleri sinyali birinci türev şeklinde kaydettiği için sinyalin integrali alınarak bu bölge incelenebilmektedir ya da spektrometreden elde edilen sinyalin tepe yüksekliğinin radyasyona karşı grafiği çizilerek analiz edilebilmektedir (Rink, ve Thompson, 2015).

ESR tarihlendirme çalışmalarının en başarılı uygulamaları kalsifiye dokular üzerinde yapılan çalışmalardır. 1980'li yılların başında kemik ile benzer özelliklere sahip materyallerin ESR tarihlendirme çalışmalarında kullanılabileceği fikrinin ortaya atılmasıyla, bu alanda yapılan çalışmalar hızla fosil diş minesi numuneleri üzerine yönelmiştir (Grün ve Schwarcz, 1987). İlerleyen zamanlarda, ESR yöntemi ile diş minesinden elde edilen ESR sinyallerinin soğrulan dozlara göre davranışlarının daha anlaşılır olmasının giderek doğruluk kazanması, diş minesinin geriye dönük dozimetri ve tarihlendirme çalışmalarında doğal dozimetri malzemesi olarak kullanılmasına

olanak sağlamıştır (Fattibene ve Callens, 2010; Rink, ve Thompson, 2015; Vatnitsky, 2002).



Şekil 3.8. Diş minesi numunesinin ESR sinyali (ΔH_{TT} : ESR sinyal şiddetinin manyetik alan bileşenindeki değişimi) (Rink, ve Thompson, 2015)

Diş minesi numunesinin ESR sinyali, Şekil 3.8’de görüldüğü gibi $g \approx 2.0032$ (T_1), $g \approx 2.0006$ (B_1), $g \approx 1.9971$ (B_2) gibi üç ayrı spektroskopik yarıлма faktörü değerlerine sahip üç ayrı pik tarafından tanımlanan asimetrik karma bir sinyaldir (Ikeya, 1993; Rink, ve Thompson, 2015). Diş minesine ait ESR sinyalleri genellikle CO_2^- radikallerinden kaynaklanmaktadır (Callens vd., 1998). Yapılan çalışmalarda, radyasyon-merkezli ESR sinyaline katkıda bulunan yedi tane farklı CO_2^- radikali tanımlanmaktadır (Brik vd, 2000), fakat genellikle üç temel CO_2^- radikali dikkate alınarak sistem basitleştirilmiştir (Joannes-Boyau ve Grün; 2011). Bunlar, $g=2.0006$ değerine sahip bir adet izotropik CO_2^- radikali ve eksensel ($g_x \approx 2.003$; $g_{yy} \approx 1.997$) ile ortorombik ($g_x \approx 2.003$; $g_y \approx 1.997$; $g_z \approx 2.001$) olmak üzere iki adet anizotropik CO_2^- radikalleridir.

Bu CO_2^- radikalleri genellikle iki farklı durum için incelenir. Birincisi, açısal bağımlılığı olmayan toz dış minesi numunelerine ait spektrumlardan elde edilen CO_2^- radikalleri ve ikincisi, kavite içindeki konumu açısal değişikliklere bağlı olarak değişen dış minesi parçalarına ait spektrumlardan elde edilen CO_2^- radikalleridir. Her iki durumda da termal kararlılık ve mikrodalga doyumu açısından farklı özellikler gözlenir. Ayrıca, ESR sinyalleri birbiri ile kıyaslandığında doğal ve ışınlanmış spektrumları birbirinden farklı olabilmektedir (Rink, ve Thompson, 2015).

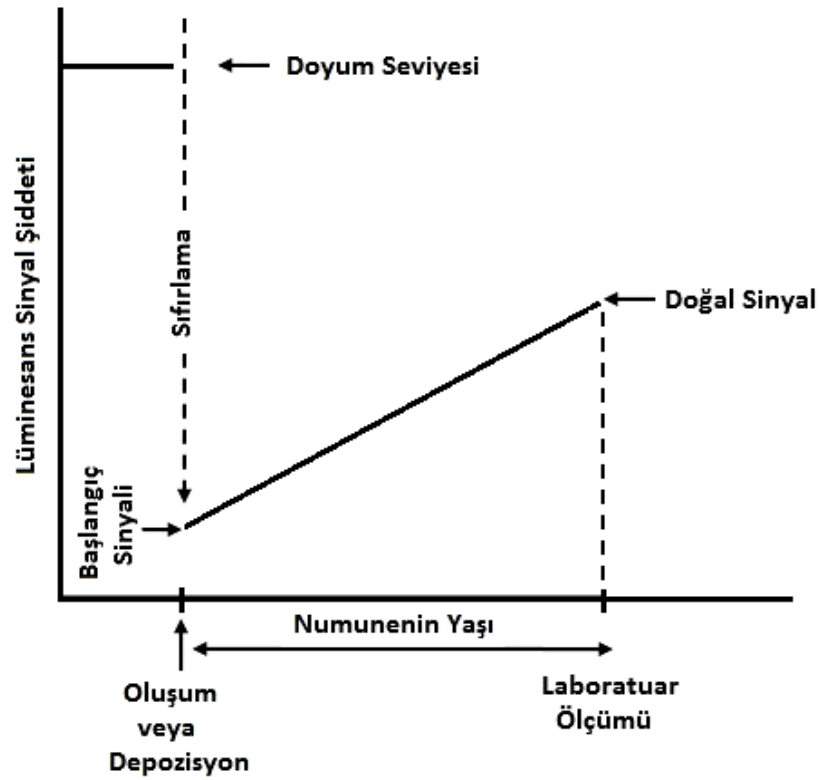
3.6.2 Lüminesans (TL/OSL) tarihlendirme

Lüminesans, yarıiletken ya da yalıtkan bir kristal içinde depolanan enerjinin dışarıdan uygulanan herhangi bir uyarıcı (ısı, ışık,...vb.) tarafından serbest bırakılması sonucu açığa çıkan foton şeklindeki ışıktır. Tarihlendirme çalışmalarında kullanılan lüminesans kavramı ise; geçmiş dönemlere ait bir materyalin kristal yapısında zamanla depolanan radyasyon enerjisinin herhangi bir uyarıcı ile serbest bırakılması sonucu elde edilen ışık olarak tanımlanmaktadır.

Lüminesans tarihlendirme çalışmalarında da, ESR yönteminde olduğu gibi doğada bulunan radyoaktif elementlerin yaydığı iyonize radyasyonunun varlığından yararlanılır ve temel prensipleri ESR yöntemiyle benzer özellikler taşımaktadır.

Minerallerin içinde depolanan radyasyon enerjisi iki yöntem ile sıfırlanabilir (bleaching). Birincisi, materyalin yüksek sıcaklıklarda ısıtılması (genellikle $300^{\circ}C$ üzerindeki sıcaklıklarla), ikincisi ise mineralin gün ışığına maruz kalmasıdır. Bu işlemlerden her biri, bir mineral içinde depolanmış mevcut radyasyon enerjisini serbest bırakır ve böylece zaman (saat) kavramı sıfıra ayarlanır. Lüminesansın ölçülmesi sonucu elde edilen veriler ile de incelenen materyalin en son ne zaman yandığı (ısıtıldığı) ya da güneş gördüğü ortaya çıkarılmaktadır (Bekaroğlu, 2012; Rink, ve Thompson, 2015).

Radyasyon enerjisinin ısı ile sıfırlandığı en temel uygulamalar, çanak-çömlek parçaları gibi topraktan yapılmış materyallerin üretilme zamanları ya da bir ocakta/fırında ısıtılmış/yanmış taşları içeren arkeolojik materyallerdir. Örneğin, çanak-çömlek (seramik) gibi materyalleri elde etmek için uygulanan yüksek dereceli pişirme ısı (200 - 400°C), materyalin içinde bulunan minerallerin depoladığı radyasyon enerjisinin serbest kalmasına neden olur ve bu durum materyalin ilk üretildiği zaman olarak kabul edilir. Eğer, çanak-çömlek parçası tarihlendirilmek isteniyorsa, lüminesans yöntemleri ile en son ısıtıldığı zamandan bu yana geçen süre belirlenebilir. Fakat materyalin üretilme zamanından sonra materyal üzerinde herhangi bir yanma işlemi söz konusu olduysa, bu durumda lüminesans sinyali tekrar sıfırlanacak ve tarihlendirme işlemi yanma işleminden sonraki zaman aralığını kapsayacaktır (Liritzis vd, 2013). Benzer durum gün ışığına maruz kalmış materyaller içinde geçerlidir.



Şekil 3.9. Lüminesans tarihlendirme prensipleri (Walker, 2005)

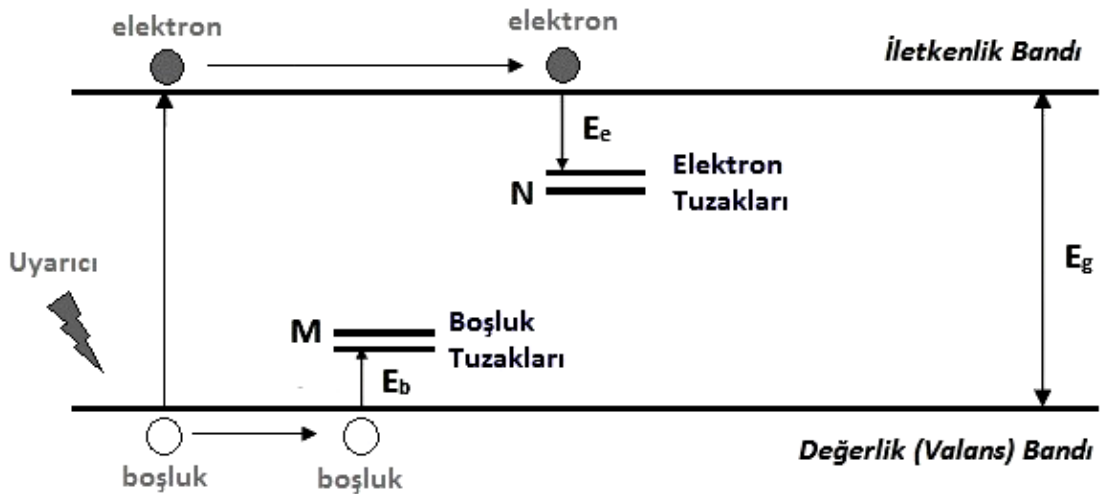
Gün ışığının sıfırladığı en yaygın uygulamalar ise, akarsu/derin deniz/buzul sedimentleri (kuvars ve feldspat içeren), çöl kumları ve lösler gibi jeolojik materyallerdir. Bu materyallerin erozyon, depozisyon gibi süreçlere maruz kalmaları

sırasında jeolojik olarak lüminesans sinyalleri sıfırlanmaktadır. Bu sinyallerin sıfırlanmasından hemen sonra, bir tortulanma ortamında her hangi bir gün ışığı ve ısıya maruz kalmadan tekrar birikmeleriyle lüminesans saati tekrar çalışmaya başlamaktadır (Şekil 3.9) (Bekaroğlu, 2012; Rink, ve Thompson, 2015).

Materyaller içinde yer alan bir dizi farklı mineral lüminesans yayma özelliğine sahiptir. Fakat lüminesans tarihlendirme çalışmalarında çoğunlukla materyal içinde yer alan kuvars ve feldspat mineralleri ya da içinde karışık SiO_2 fazları bulunan taşlar kullanılır. Bu minerallerin her biri birbirinden farklı lüminesans sinyali verebilir. Dolayısıyla bu durum, lüminesans tarihlendirme yönteminin geniş bir çalışma aralığına sahip olduğunun göstergesidir.

3.6.3 ESR ve lüminesans tarihlendirme sinyallerinin oluşum süreçleri

ESR tarihlendirme sinyali ile lüminesans oluşum süreçleri, herhangi bir yalıtkan veya yarı iletkenin bant yapısı modeli ile bantlar arasında gerçekleşen fiziksel süreç yardımıyla kolayca anlamak mümkündür. Şekil 3.10'da görüldüğü gibi, saf bir yalıtkan içerisinde iki tane enerji bandı bulunmaktadır. Bunlar; tamamen elektronlar ile dolu olan düşük enerjili değerlik (valans) bandı ve hiçbir elektronun bulunmadığı, tamamen boş olan yüksek enerjili iletkenlik bandıdır.



Şekil 3.10. Yalıtkan bant yapı modeli ve bantlar arasında gerçekleşen fiziksel süreçler (E_e: Elektron tuzak derinliği, N:Elektron tuzaklarının toplam konsantrasyonu, E_b: Boşluk tuzak derinliği, M: Boşluk tuzaklarının toplam konsantrasyonu, E_g: Bant boşluk enerjisi)

Bu iki enerji bandı arasında yasak bir enerji boşluğu vardır. Yasak bant aralığı olarak tanımlanan bu boşlukta hiçbir enerji seviyesi ve elektron bulunmamaktadır. Değerlik bandı ve iletkenlik bandı yasak bant aralığı ile birbirinden ayrılmaktadır ve bu iki bant arasındaki enerji farkı bant boşluk enerjisi (E_g) olarak tanımlanmaktadır (Musilek ve Kubelik, 2000).

Değerlik bandı ile iletkenlik bandı arasındaki elektron geçişleri, değerlik bandında bulunan elektronun kazandığı enerji E_g'den büyük olduğu durumda izinlidir ve bu şarta uygun dışarıdan uygulanan herhangi bir uyarılma ile değerlik bandındaki bir elektron iletkenlik bandına geçebilmektedir. İletkenlik bandına geçen bir elektron değerlik bandında bir boşluk bırakır ve artık bu durumda, elektronlar ve boşluklar kristal yapı içerisinde serbestçe dolaşabilmektedir.

Eğer, kristal yapıda kimyasal safsızlıklar (kirlilikler) veya diğer yapı (örgü) kusurları gibi kusurlar mevcut ise, yasak bant aralığı içinde ev sahibi kafesin ve kusurun doğasına bağlı olarak yeni lokalize enerji seviyeleri oluşmaya başlamaktadır. Kusur merkezleri olarak adlandırılan bu yeni enerji seviyelerinde, izinli geçişler sırasında (uyarılma durumunda) serbest haldeki bir elektron ya da bir boşluk tuzaklanabilmektedir. Bu nedenle, bu kusur merkezleri elektron/boşluk tuzakları ya da tuzaklanmış elektron (N) /boşluk(M) merkezleri olarak da adlandırılmaktadır (Şekil 3.10) (Musilek ve Kubelik, 2000).

Şekil 3.11'de görüldüğü gibi, herhangi bir yalıtkan materyal, doğada bulunan uranyum (U), toryum (Th) ve potasyum (K) gibi radyoaktif elementlerin yaydığı iyonize radyasyon (alfa (α), beta (β) parçacıkları ve gama (γ) ışınları) ile kozmik ışınlarla maruz kaldığı zaman, materyalin kristal yapısı iyonize radyasyon ile etkileşmeye başlar. İyonize radyasyonun etkisiyle, değerlik bandında bulunan elektron enerji kazanarak iletkenlik bandına geçer ve değerlik bandında bir boşluk bırakır (iyonizasyon). Bu

durum, iletkenlik bandında serbest elektron konsantrasyonları ile değerlik bandında serbest boşlukların oluşmasına neden olur (Şekil 3.11-ışınlama).

İletkenlik bandına geçen elektron uzun süre bu bantta kalamadığı için, ya aldığı radyasyon enerjisini serbest bırakarak hemen değerlik bandına geri döner, ya da aldığı radyasyon enerjisinin bir kısmını kaybederek yasak bant aralığında bulunan tuzak merkezlerinde (N) tuzaklanmaya başlar. Benzer durum değerlik bandında bulunan boşluklar içinde geçerlidir. Işınlama süreci boyunca elektronlar/boşluklar, mevcut elektron/boşluk tuzakları içinde birikmeye devam ederler ve böylece radyasyon enerjisi kristal yapı içinde depolanmaya başlar (Şekil 3.11-birikme).

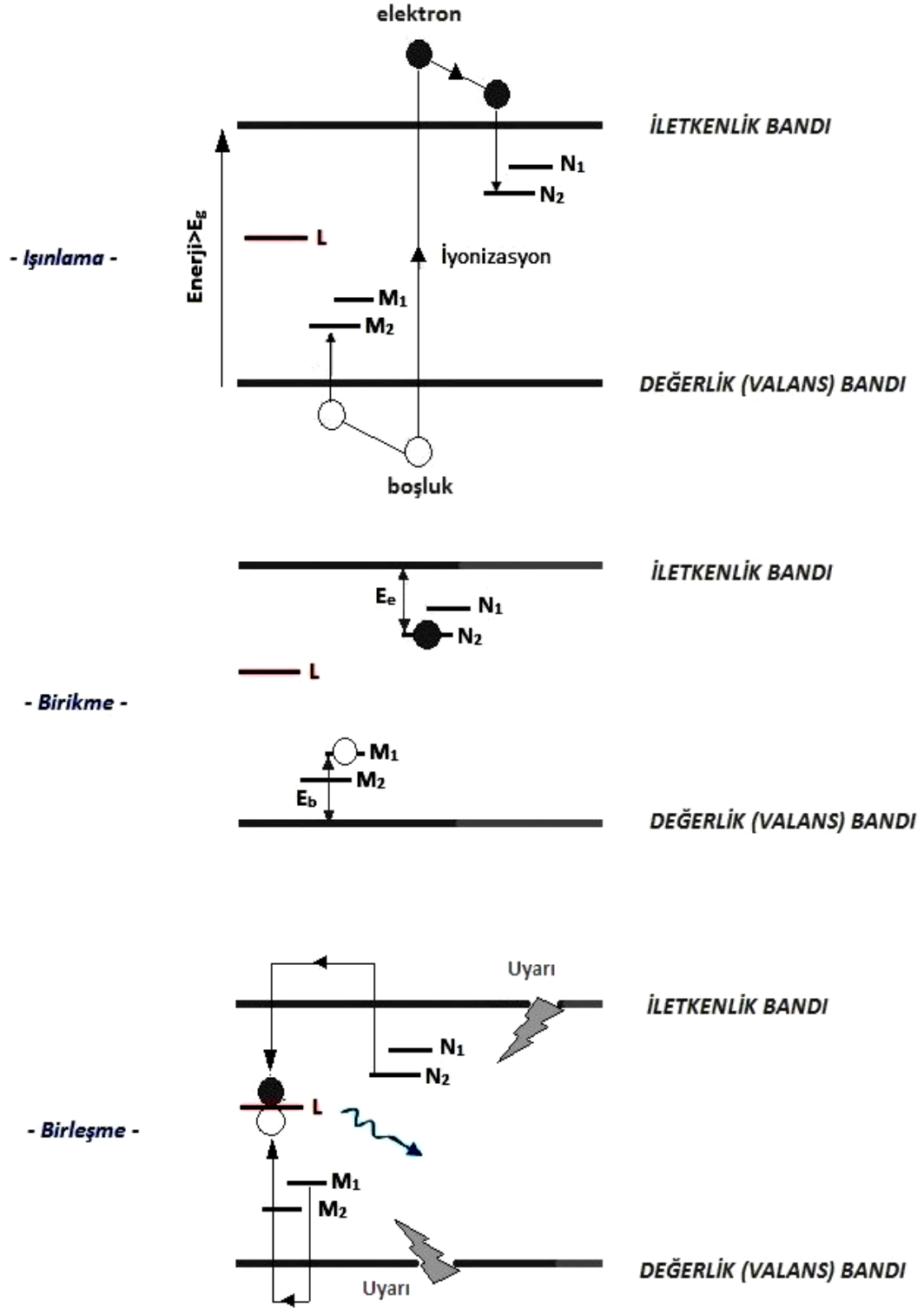
Soğrulan radyasyon miktarı arttıkça tuzaklarda biriken elektron/boşluk sayısı artar ve dolayısıyla depolanan enerji miktarı da artmaya başlar. Eğer bu tuzaklar kararlı ise, tuzaklanmış elektronlar/boşluklar binlerce, hatta milyonlarca yıl bu tuzaklarda birikebilirler. Genellikle, tuzak ne kadar derinse o kadar kararlıdır. Tuzağın içinde bulunan elektronun/boşluğun kararlılığı ise, elektronu/boşluğu tuzaktan dışarı atmak için gerekli enerji miktarına bağlıdır. Tuzağın derinliği, elektronun/boşluğun, iletkenlik bandına/değerlik bandına geri dönmesi için gerekli enerji değeri ile ifade edilir ve tuzaklanmış elektronun enerjisi (E_e) iletkenlik bandının tabanından, tuzaklanmış boşluğun enerjisi (E_b) ise değerlik bandının tepesinden yeterince uzakta bulunmaktadır (Şekil 3.11).

Yasak bant aralığındaki tuzak merkezlerinde tuzaklanan elektronu/boşluğu tuzaklardan kurtarabilmek için gerekli enerji değerindeki bir uyarıcı dışarıdan etki ettiğinde, elektronlardan/boşluklardan bazıları serbest kalarak yeniden birleşme merkezlerine (L) ulaşır ve burada yeniden birleşir. Bu birleşme sırasında tuzaklanmış elektron/boşluk sayısının yoğunluğuyla orantılı olarak lüminesans tarihlendirmede bir ışık gözlenir. Fakat ESR tarihlendirmede yeniden birleşme sırasında bir sinyalin gözlenmesi söz konusu değildir. (Şekil 3.11-birleşme).

Materyalin kristal yapısında depolanan radyasyon enerjisini serbest bırakmak ya da diğer bir deyişle yukarıda bahsedilen elektronu/boşluğu tuzaklardan kurtarmak için; materyal laboratuvar ortamında ısıtılıyorsa *Termolüminesans (TL)* tarihlendirme

yöntemi, yine laboratuvar ortamında materyal *ışık demetine* maruz bırakılıyorsa *Optik Uyarımalı Lüminesans (OSL)* tarihlendirme yöntemi ve laboratuvar ortamında *yüksek frekanslı elektromanyetik radyasyon* uygulanıyorsa *Elektron Spin Rezonans (ESR)* tarihlendirme yöntemi adını alır (Musilek ve Kubelik, 2000; Rink, ve Thompson, 2015).





Şekil 3.11. ESR ile lüminesans tarihlendirme sinyallerinin oluşum süreçleri (E_e : Elektron tuzak derinliği, N :Elektron tuzaklarının toplam konsantrasyonu, E_b : Boşluk tuzak derinliği, M : Boşluk tuzaklarının toplam konsantrasyonu, E_g : Bant boşluk enerjisi, L : yeniden birleşme merkezleri) (Rink, ve Thompson, 2015)

Materyallerin doğal yapısında bulunan minerallerin kristal yapılarında birçok farklı tuzak türleri oluşabilir. Bu tuzak türlerinin konsantrasyonları, bir mineralden diğerine değişiklik gösterir. Bu nedenle, farklı materyallerden çıkarılan minerallerden elde edilen sinyalin doğası ve şiddeti tamamen birbirinden farklıdır. Benzer şekilde farklı mineraller de, farklı safsızlıklara ve dolayısıyla farklı davranışlara sahiptir. Örneğin, lüminesans tarihlendirmede gözlenen yeniden birleşme olayı feldspatlarda kuvarslara göre daha karmaşıktır. Ya da doğal minerallerin kristal yapılarında yer alan tuzaklardan sadece bazıları ışığa karşı hassasken, bazıları da ancak numunenin ısıtılması ile boşaltılabilir. Her iki uyarma durumunda da önemli olan tek şey, tuzaklarda biriken yüklerin zaman süresi boyunca kararlı olup olmadığıdır. Bu kararlık durumu ise, bir elektronun tuzaktan iletkenlik bandına uyarılması için gereken enerji ile ölçülebilir. Yani, tuzak ne kadar derinse o kadar kararlıdır (Rink, ve Thompson, 2015).

3.6.4 ESR ve lüminesans tarihlendirme parametreleri

ESR ve lüminesans tarihlendirme yöntemleri kullanılarak arkeolojik/jeolojik materyallerin tarihlendirilmesinde aşağıdaki eşitlikten yararlanılır (Ikeya, 1993):

$$Yaş = \frac{\text{Gömü boyunca biriken toplam enerji}}{\text{Her yıl radyoaktif bozulmadan sağlanan enerji}} \quad (3.11)$$

$$Yaş \text{ (yıl)} = \frac{\text{Eşdeğer doz } (D_E)(Gy)}{\text{Yıllık doz } (D(t))\left(\frac{Gy}{\text{yıl}}\right)} \quad (3.12)$$

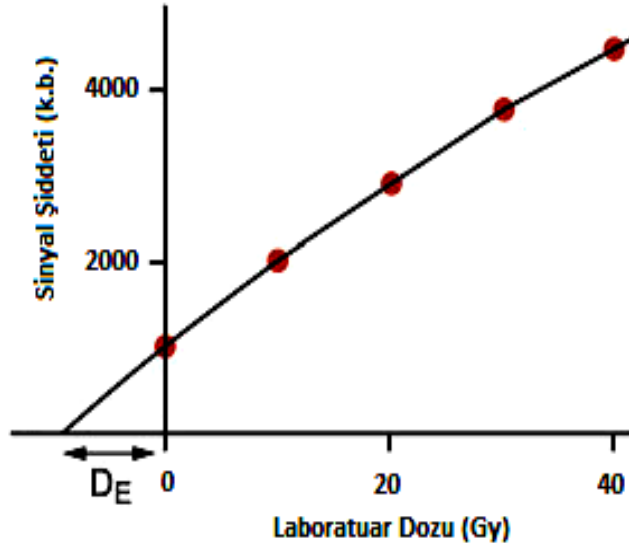
Burada, D_E ; eşdeğer doz (paleodoz, arkeolojik doz, jeolojik doz) değeri olarak ifade edilir. Yani, numunenin oluşum zamanı ($t=0$) ile toprağın altından çıkarıldığı ($t=T$) zaman arasında yani gömülü kaldığı süre boyunca numune tarafından soğrulan doz miktarını ifade etmektedir. Bu değer numune tarafından soğrulan enerjinin bir ölçüsüdür ve laboratuvar ortamında soğrulan dozun ölçülmesiyle belirlenmektedir. SI birim sisteminde, kilogram başına materyal tarafından soğrulan 1 joule'lük enerji olarak tanımlanır ve birimi gray (Gy)'dir (1 Gy=1 Joule/ 1 Kg). $D(t)$; ise doz hızı ya da yıllık doz değeri olarak tanımlanır ve tarihlendirilen numunenin gömülü kaldığı bölgede

bulunan radyasyondan bir yılda sođrulan radyasyon enerjisinin belirlenmesiyle elde edilir. Bu deđer, numuneyi çevreleyen toprađın iđerdiđi radyoaktivite miktarının ölçülmesi ya da numuneyi çevreleyen bölgenin kimyasal analizi sonucu elde edilen radyoizotop konsantrasyonunun hesaplanmasıyla bulunabilmektedir. Birimi ise genellikle gray/bin yıl (Gy/ka) ya da miligray/yıl (mGy/a) olarak tanımlanır (Rink, ve Thompson, 2015).

3.6.4.1 Eşdeđer doz

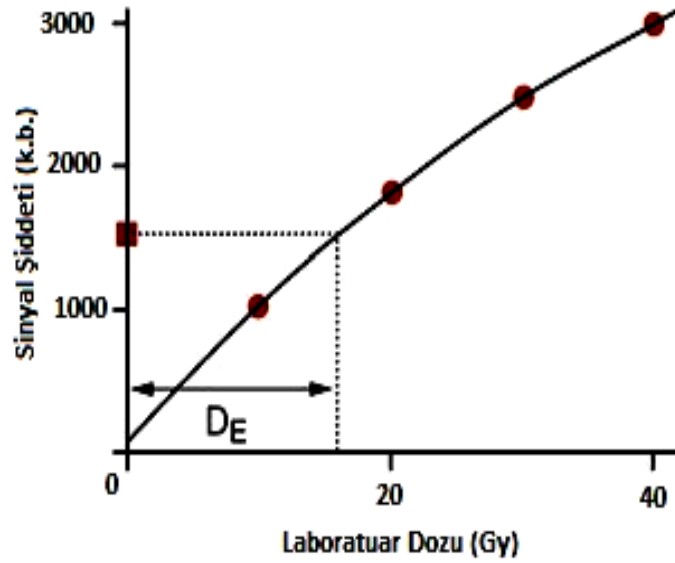
Toprak altında gömülü olan bir numunenin toprađın iđerinde bulunan radyoaktif elementlerin yaydıđı iyonize radyasyona maruz kaldıđı süre boyunca sođurduđu toplam radyasyon dozunu (eşdeđer doz) hesaplamak iđerin, numune üzerinde laboratuvar ortamında kalibre edilmiş yapay bir radyasyon kaynađı ile ışınlama yapılarak elde edilen sinyalin belirlenmesi gereklidir. Daha sonra, numunenin yapısında bulunan dođal dozdan kaynaklanan sinyal şiddeti, laboratuvarında farklı radyasyon dozlarına maruz bırakıldıktan sonra elde edilen sinyal şiddeti ile karşılaştırılır. Bunun iđerin farklı yöntemler kullanılmaktadır. En bilinen yöntem ise doz-ekleme ve yeniden oluşturma (regeneration) yöntemleridir. Doz-ekleme yöntemi genellikle ESR ve lüminesans tarihlendirme yöntemlerinde tercih edilirken, yeniden oluşturma yöntemi lüminesans tarihlendirmede sıklıkla kullanılır (Rink, ve Thompson, 2015).

Doz-ekleme yönteminde, ilk önce numunenin bulunduğu ortamda sođurduđu dođal radyasyon dozundan kaynaklanan sinyal şiddeti laboratuvar ortamında ölçülür. Daha sonra, bu dođal dozun üzerine laboratuvar ortamında belirli miktarlarda yapay radyasyon dozları eklenerek sinyalleri kaydedilir. Dođal doz ile yapay radyasyon dozlarında elde edilen sinyallerin şiddetlerindeki deđişimi görmek iđerin sinyal şiddetlerinin dođal ve yapay ışınlama doz deđerlerine göre grafiđi çizilerek doz-cevap eđrisi oluşturulur. Elde edilen doz-cevap eđrisinden numunenin ne kadar radyasyon dozu sođurduđunu belirlemek iđerin x-ekseni ile kesişme noktasına dođru ekstrapolasyon yapılır. Eđrinin x-eksenini kestiđi nokta eşdeđer doz deđerini verir (Şekil 3.12).



Şekil 3.12. Doz-ekleme yöntemiyle eşdeğer doz değeri değerini belirlemek için oluşturulan doz-cevap eğrisi (Rink, ve Thompson, 2015)

Yeniden oluşturma (regeneration) yönteminde ise, doğal radyasyona maruz kalan numunenin laboratuvar ortamında sinyal şiddeti ölçüldükten sonra, numunenin sinyali sıfırlanır (genellikle yapay ışık kaynağına maruz bırakılması ile). Daha sonra, numune üzerine laboratuvar ortamında farklı yapay radyasyon dozları verilerek sinyal şiddetleri ölçülür ve sinyal şiddetlerinin yapay ışınlama doz değerlerine göre grafiği çizilerek doz-cevap eğrisi oluşturulur. Böylece, sinyal şiddetinin laboratuvar dozu ile büyümesi sağlanır. Numunenin gömülü kaldığı süre boyunca aldığı radyasyondan kaynaklanan sinyal şiddeti yine bu eğrinin x-ekseni ile kesişme noktasına doğru enterpolasyonu (interpoled) ile belirlenir (şekil 3.13). Matematiksel olarak, ölçülen veri noktaları arasında enterpolasyon uygulandığı için yeniden oluşturma yöntemi daha basittir.



Şekil 3.13. Yeniden oluşturma (regeneration) yöntemiyle eşdeğer doz değeri belirlemek için oluşturulan doz-cevap eğrisi (Rink, ve Thompson, 2015)

Doz-ekleme yöntemi ve yeniden oluşturma yöntemi ile hesaplanan eşdeğer doz değeri, doz-cevap eğrisinin oluşturulması için hangi matematiksel modelin kullanıldığına göre hassasiyet ve farklılık göstermektedir. Bu nedenle, lüminesans tarihlendirme yönteminde birçok yöntem geliştirilmiştir. Bu çalışmada, lüminesans yöntemlerde eşdeğer doz tespiti için Çok Tablet Doz Ekleme (MAAD-Multiple Aliquot Additive Dose) yöntemi ile Tek Tablet Yeniden Oluşturma (SAR-Single Aliquot Regeneration) yöntemi kullanılmıştır.

Çok tablet doz ekleme (MAAD) yönteminde, adından da anlaşıldığı üzere çoklu numune grupları oluşturulur. Tarihlendirme için kullanılacak numuneler aynı koşullarda eşit kütlelere bölünür. Elde edilen özdeş numuneler diskler (tabletler) üzerine yerleştirilir. Numune diskleri dörderli beşerli gruplara ayrılır ve her bir grupta birden fazla disk olmasına dikkat edilir. Birinci disk grubu doğal lüminesans sinyalinin ($N_{\text{doğal}}$) ölçülmesinde kullanılacağı için hiçbir ek-doza verilmeden karanlık bir ortamda bekletilir. Diğer disk grupları ise, üzerlerinde bulunan doğal doz silinmeden laboratuvar ortamında radyasyon kaynağı (β) ile belli radyasyon dozlarında ($N_{\text{doğal}+\beta}$) yapay olarak ışınlanır. Daha sonra birinci disk grubu ile ışınlanmış tüm disk grupları üzerine önısıtma işlemi uygulanarak lüminesans sinyalleri kaydedilir. Kaydedilen lüminesans sinyallerinin doz-cevap eğrileri oluşturularak numunenin eşdeğer doz değeri belirlenir. Bu yöntem,

numune miktarının fazla olduğu ve süre kısıtlamasının olmadığı durumlarda tercih edilmektedir.

Tek tablet yeniden oluşturma (SAR) yöntemi ise, numune miktarının oldukça kısıtlı olduğu çalışmalarda tek bir disk kullanılarak eşdeğer doz değerinin belirlendiği yöntemdir. Bu yöntemde, tek bir disk üzerine yerleştirilen numune üzerine ilk önce önısıtma işlemi uygulanır ve sonra numunenin doğal lüminesans sinyali ölçülür. Daha sonra, numunenin sinyali sıfırlanır ve laboratuvar ortamında radyasyon kaynağı ile belirlenen dozda yapay olarak ışınlanır. Işınlanmış disk üzerine önısıtma işlemi uygulandıktan sonra lüminesans sinyali ölçülür ve bu işlemler farklı radyasyon doz değerleri için birkaç adımda tekrarlanır. Tüm ölçümler sonucu kaydedilen lüminesans sinyallerinin doz-cevap eğrileri oluşturularak numunenin eşdeğer doz değeri belirlenir.

3.6.4.2 Yıllık doz

ESR ve lüminesans tarihlendirme yöntemlerinde yaş belirlemek için gerekli olan yıllık doz (doz hızı) değeri, toprak altında gömülü olan numunenin her yıl maruz kaldığı iyonize radyasyon enerjisinin bir ölçüsüdür ve doğal bir dozimetre özelliğine sahip bir mineral tarafından birim zamanda birim kütle başına soğrulan enerji miktarıdır.

Soğrulan bu enerji iki kaynaktan sağlanmaktadır. Bunlardan ilki, tarihlendirmek için çıkarılan numunenin içinde ve çıkarıldığı çevrede bulunan sedimentlerin içindeki radyoaktif elementlerden, ikincisi ise kozmik ışınlardır (Ikeya, 1993). En genel ifade ile doz hızı denklemi aşağıdaki verilir:

$$D(t) = kD(t)_{\alpha} + D(t)_{\beta} + D(t)_{\gamma} + D(t)_{kozmetik} \quad (3.13)$$

Burada; $D(t)_{\alpha, \beta, \gamma}$: doz hızına alfa, beta parçacıkları ile gama ışınlarından gelen katkılar, $D(t)_{kozmetik}$: kozmik ışınlardan gelen katkı ve k : alfa verimliliğini ifade etmektedir.

Tarihlendirme uygulamalarının çoğunda, toplam doz hızına en büyük katkı numunenin yakınında bulunan radyoaktif elementlerin bozunumu sırasında açığa çıkan iyonize

radasyondan (alfa (α), beta (β) parçacıkları ve gama (γ) ışınları) gelmektedir. Radyoaktif elementlerden yayılan iyonize radyasyonların her biri kendine özgü giriciliğe yani materyal içine nüfuz etme aralığına sahiplerdir. Bu giricilik; α parçacıkları için ~20 – 40 mm, β parçacıkları için ~2 mm ve γ -ışınları için ~30 cm civarındadır (Rink, ve Thompson, 2015). Bu nedenle, tarihlendirilecek materyalin büyüklüğüne bağlı olarak bu radyasyonlarının katkıları zayıflatılmalı veya gerekirse dikkate alınmamalıdır.

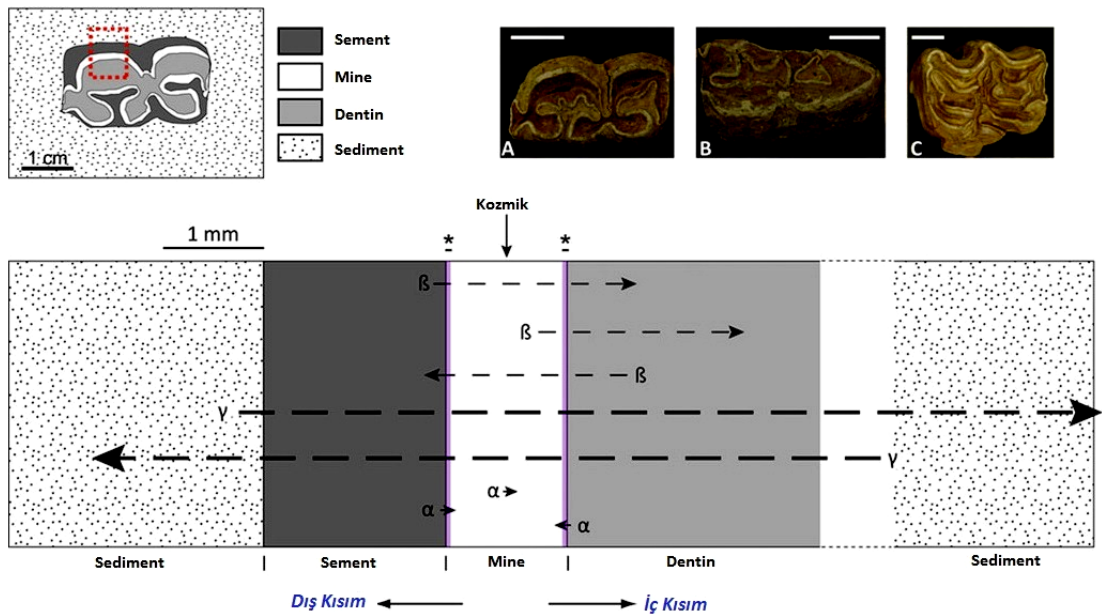
Doz hızı hesaplanırken tarihlendirme için kullanılan materyalin içinde bulunan radyoaktif elementlerden gelen iç doz hızı ve numunenin çıkarıldığı bölgede bulunan sedimentlerin içinde bulunan radyoaktif elementlerden gelen dış doz hızı birbirinden ayrılmalıdır. İç doz hızı ile dış doz hızı tarihlendirilecek numuneye bağlı olarak ayrı ayrı değerlendirilmelidir. Örneğin, lüminesans tarihlendirmelerde kuvars tanelerinin iç doz hızı dış doz hızı ile karşılaştırıldığında oldukça küçüktür ve bu durumda iç doz hızının sıfır olduğu kabul edilir. Fakat feldspat mineralleri üzerinde çalışma yapılırsa, bu tanecikler %14 oranında potasyum içerdikleri için toplam doz hızı değerine iç doz hızından bir katkı gelmektedir (Rink, ve Thompson, 2015).

Kozmik ışınlar, evrendeki yüksek enerjili kaynaklardan gelen yüksek enerjili parçacıklardır. ESR ve lüminesans tarihlendirmeleri için önemli bir parametredir, çünkü iletim bandında bulunan bir yükü uyarmak için gerekli enerjiye sahiplerdir. Dolayısıyla numunenin toplam radyasyon doz hızının bir parçasıdır. Kozmik ışınlarla bağlı tipik doz hızı oranı, numunenin gömü derinliğine bağlı olarak 0.05 – 0.2 Gy/binyıl olarak değişmektedir (Rink, ve Thompson, 2015).

Tarihlendirilecek numunenin doz hızı değerine bir katkı da numunenin su (nem) içeriğinden gelmektedir. Sedimentlerde, mineral taneleri arasında boşluklar olacağı için bu boşluklar bölgedeki çevre koşullarında bağlı olarak ya tamamen hava ile ya tamamen su ile ya da hem hava hem su ile doldurulabilir. Mineral parçacıkları içinde bulunan su, radyoaktif elementlerden yayılan radyasyon enerjisinin bir kısmını soğurduğu için doz hızı oranında bir değişme gözlenir. Su içeriğindeki %1'lik artış numunenin yaşında yaklaşık %1'lik bir artışa neden olabilir. Bu nedenle, doz hızı hesaplamalarında nem etkisi de dikkate alınmalıdır (Rink, ve Thompson, 2015).

Radyoaktif elementlerin doz hızı oranı kimyasal yöntemler yada emisyon sayım yöntemleri ile ölçülebilir. Kimyasal yöntemler (örneğin, ICP-MS), U, Th, K radyoaktif izotopların konsantrasyonlarının ölçülüp, U ve Th serilerinin dengede olduğunu kabul eden bir uygulamadır. Emisyon sayım yöntemleri ise, numune içindeki alfa, beta ve gama soğrulmalarını doğrudan ölçer. Alfa parçacıkları ve gama ışınları spesifik enerjiler ile yayılır ve bu durum da hangi radyoaktif izotopun alfa ve gama kaynaklı olduğunu belirlemede yardımcı olur. Bunun için, yüksek saflıkta germanyum dedektörlerinin kullanıldığı yüksek çözünürlüklü gama spektroskopileri sıklıkla kullanılmaktadır. Belirli bir izotoptan yayılan beta parçacıkları ise bir dizi enerjide yayıldıkları için spektroskopik yöntemlerle belirlemek mümkün değildir. Ancak, toplam beta doz oranını ölçmek mümkündür ve bilinen orandaki beta soğrulma enerjilerinin beklenen aralıkları belirlenebilir.

ESR tarihlendirme yöntemiyle diş minesi numuneleri ile yapılan tarihlendirme çalışmalarında doz hızı karmaşık bir sisteme sahiptir. En genel ifadeyle, zaman boyunca diş minesinde biriken toplam radyasyon dozu, dişin kendi yapısında bulunan ve dişin çıkarıldığı çevrede bulunan radyoaktiviteden kaynaklanan iyonize radyasyonların birleşiminden oluşmaktadır.



Şekil 3.14. Doz hızı hesaplamalarında kullanılan dişin geometrik yapısı (Rink, ve Thompson, 2015)

Herhangi bir diş numunesi, çeşitli kalınlıklara ve içeriklere sahip farklı dokuların (mine, dentin, sement) birleşimlerinden meydana geldiği için, diş minesinin tarihlendirme amacıyla kullanıldığı çalışmalarda hata payının az olduğu sonuçların elde edilmesi için, diş minesinin geometrik yapısı ile bu yapının çevresinde bulunan diğer dokuların da incelenerek dikkate alınması gerekmektedir (Şekil 3.14.) (Rink, ve Thompson, 2015).

Diş dokularında, sadece Uranyum (U) bozunma ürünleri diş minesi dozuna önemli ölçüde katkıda bulunmaktadır, çünkü genellikle dokular K^{40} 'nin yanı sıra Th bozunma ürünlerinden de arındırılmış kabul edilir (Grün ve McDermott, 1994). İç doz hızı hesaplamalarında diş minesi tabakasının kalınlığı (yaklaşık birkaç mm civarında) dikkate alındığı zaman, genellikle materyalin içinde α -ışınlarından gelen katkı ihmal edilir. Böylece diş minesinin iç doz hızı sadece α , β bileşenlerinden oluşmaktadır. Dişin yapısında bulunan diğer dokularda ise sadece zayıflatılmış β bileşeni düşünülmelidir, çünkü dışarıdan etki eden α -parçacıklarının katkısı mine tabakasının her tarafından birkaç μ m boyutunda aşındırılarak kaldırılır. β bileşeninin büyüklüğü hem dokulardaki nem içeriğinin hem de mine tabakasının başlangıçtaki ve çıkarılan kalınlığına bağlıdır. Böylece sediment, düzeltilmiş nem etkisi ve U, Th, K radyoaktif elementlerinin konsantrasyonlarından türetilen etkiler sonucu doz oranına sadece α -ışını katkısı sağlar (eğer diş minesi doğrudan sediment ile temas halindeyse).

Bu durumda, sediment-mine-dentin geometrisine sahip diş numunesinde elde edilen yıllık doz denklemi aşağıdaki gibi olur:

$$D(t) = [D_{\alpha}(t) + D_{\beta}(t)]_{mine} + [D_{\beta}(t)]_{dentin} + [D_{\beta}(t)]_{sement} + [D_{\alpha}(t)]_{sediment} + [D_{kozmetik}(t)] \quad (3.14)$$

$$D(t) = [C_U(t)(F_{U\alpha}k + F_{U\beta}S_{U\beta})]_{mine} + [C_U(t)F_{U\beta}A_{\beta 1}W_{\beta}]_{dentin} + [C_U(t)F_{U\beta}A_{\beta 2}W_{\beta}]_{sement} + [C_U(t)F_{U\alpha}W_{\alpha} + C_{Th}(t)F_{Th\alpha}W_{\alpha} + C_K(t)F_{K\alpha}W_{\alpha}]_{sediment} + D_{kozmetik}(t) \quad (3.15)$$

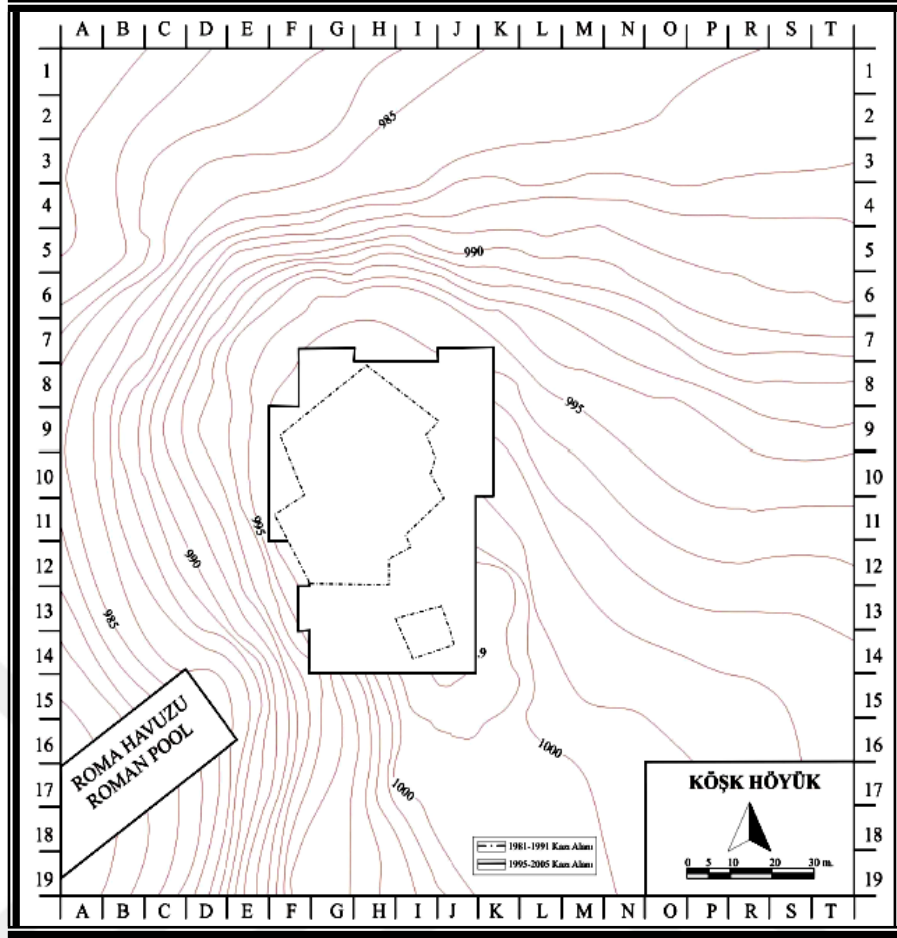
Burada; $C_{U,Th,K}$:her bir dokuda ölçülen U, Th ve K konsantrasyonu, $W_{\alpha,\beta,\gamma}$: α ve β parçacıkları ile γ -ışınlarının nem etkisi, $F_{U,Th,K}$; α,β,γ :iyonlaştırıcı radyasyonun ve yayılan ışınlama türüne bağlı olarak doz hızı dönüşüm faktörleri, k :alfa verimliliği, $S_{U\beta}$:iç beta soğrulması, $A_{\beta 1,2}$:U-serisi elementlerinin dış beta zayıflatmasıdır (Rink, ve Thompson, 2015). 3.14 eşitliği, dış dokularında ve sedimentte U-serisi ve Th-serisi bozunma ürünlerinin dengede kabul edildiği durumda geçerlidir. Ayrıca, dış minesini ile sediment doğrudan temas halinde ise 3.14 eşitliği doku yerine sedimentten gelen dış beta katkısı dikkate alınmalıdır.

3.7 Çalışma Bölgesi - Köşk Höyük

Niğde ili, Bor ilçesi, Bahçeli kasabasında yer alan Köşk Höyük; Niğde il merkezine 17 km mesafede, Bor ovasının doğu kıyısında bulunan kireçtaşı yükseltinin kuzey ucundaki eğimli bir alanda konumlanmaktadır (Harita 3.1, Fotoğraf 3.1) (Öztaş,2003). Doğal kaya üzerine oturmuş olan Köşk Höyük'ün bu alanda yaklaşık 18m yüksekliğinde olduğu ve 100x90 metre karelik bir alanı kapladığı belirtilmektedir (Silistreli, 1988; Öztaş, 2002).



Fotoğraf 3.1. Köşk Höyük'ün uydu görüntüsü



Şekil 3.15. Köşk Höyük'ün Türkiye'deki konumu

Niğde ilinin tarihi ile ilgili yapılan arkeolojik kazılarda çıkarılan ilk kalıntılar Neolitik Döneme (M.Ö. 5500 - 7250) rastlamaktadır. Çıkarılan bu kalıntılar, Bor Bahçeli Kasabası Roma Havuzu yakınındaki Köşk Höyük'ten ve Bor Pınarbaşı Höyüğünden çıkartılan eserlerdir. Köşk Höyük, 1964 yılında Merkez Anadolu yüzey araştırması sırasında saptanmış ve bu dönemde elde edilen kalıntılar höyüğün yamacındaki su kaynağı nedeniyle 1965 yılında "Köşk Pınarı buluntuları" adı altında yayınlanmıştır (Öztañ,2003; Todd, 1980).

1980 yılında höyüğün batı yamacına yakın bir yerinde Devlet Su İşleri tarafından açılan bir çukurda bazı buluntuların açığa çıkarılması üzerine, höyük 1981 yılında Ankara Üniversitesi Dil ve Tarih-Coğrafya Fakültesi öğretim üyesi Prof. Dr. Uğur Silistreli ve Niğde Müzesi Müdürlüğü'nün de katılımıyla kazılmaya başlanmıştır (Silistreli, 1984). Prof. Dr. Uğur Silistreli başkanlığında yapılan bu kazı çalışmaları, 1983-1990 yılları

arasında devam etmiş, fakat 1990 yılında Prof. Dr. Uğur Silistreli'nin vefatı ile çalışmalara bir süre ara verilmiştir. 1995 yılında tekrar başlanan kazı çalışmalarına, Ankara Üniversitesi Dil ve Tarih-Coğrafya Fakültesi öğretim üyesi Prof. Dr. Aliye Öztan'ın bilimsel sorumluluğunda ve Niğde Müzesi Müdürlüğü ile birlikte devam edilmiştir (Fotoğraf 3.2) (Öztan, 2007).



Fotoğraf 3.2 Köşk Höyük kazı alanının genel bir görünümü

Köşk Höyük'te bugüne kadar, Neolitik Döneme ait yapılar, Kalkolitik Döneme ait yapılar, Roma Dönemine ait yapının bir kısmı ve yine Bizans Dönemine ait bir yapı daha ortaya çıkarılmıştır. Bu bölgede yaşamış insanlar tarafından üretilen eşyaların büyük bir kısmını, elde yapılmış, renk, kullanılan malzeme, uygulanan yöntem ve işlev bakımından farklılık gösteren seramikler oluşturmaktadır. Çoğunlukla kırmızı, kahverengi, gri tonlarda renkler kullanılmıştır ve genelde yeme – içmede kullanılan bu malzemelerin yeme – içme dışında dini inanışları için kullanılanları da mevcuttur (Öztan, 2005; Öztan vd., 2008).

Bunlardan başka, konutların dışında sokak ya da meydan diye tanımlanan alanlarda bol miktarda evcil ve yabani türdeki hayvan kalıntlarına rastlanmaktadır. Bölgeden çıkarılan hayvan kemikleri, North Carolina Üniversitesi Antropoloji bölümü öğretim üyesi Arkeozoolog Benjamin S. Arcbuckle tarafından incelenmiştir ve onun elde ettiği verilere göre hayvanların çokluk sırası; koyu/keçi, yabani at, inek/sığır, yabani eşek,

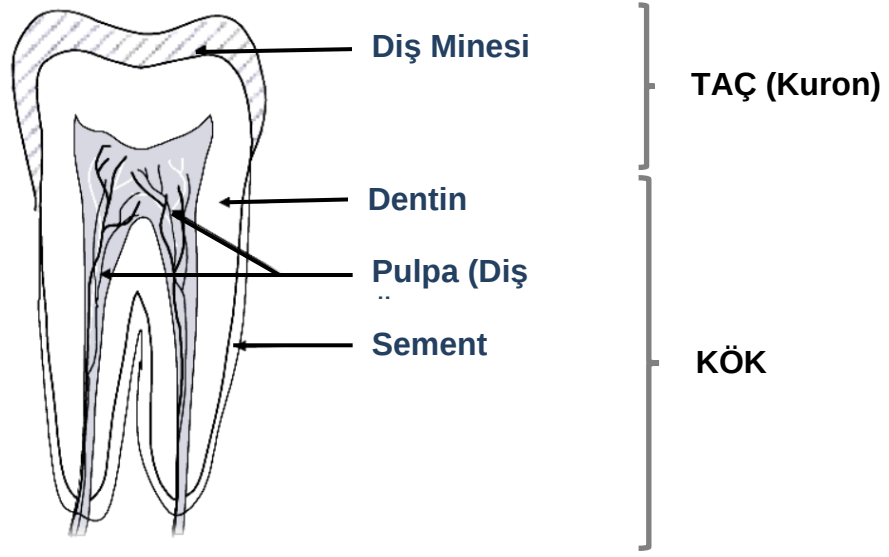
tavşan, üç tür geyik, köpek, domuz, tilki, ayı, küçük etçiller ve kirpidir. Sayısal olarak fazla kalıntıya sahip olan hayvanların beslenme amacıyla kullanıldığı ifade edilmektedir. Çok az miktarda bulunan mercimek, fasulye, nohut ve buğday gibi bitki kalıntıları tarımın yapıldığını gösterirken, çeşitli süs eşyaları, mühür, alet ve silahlar geçmişte dönemlere ait günlük yaşam ile ilgili önemli bilgileri yansıtmaktadır. Köşk Höyük kazılarında elde edilen bu veriler Neolitik Çağın sonlarında Bor ovasında gelişen kültürün önemli ölçüde anlaşılmasına da olanak sağlamaktadır. Ayrıca, bölgede yapılan kazı çalışmaları Orta Anadolu prehistoryası hakkında çok önemli bilgiler kazandırmaktadır ve bölge mimari yapı, materyal ve plan açısından da ağırlıklı olarak Orta Anadolu geleneğini yansıtmaktadır (Özbek, 2009).

Köşk Höyük, hem çanak çömlekli Neolitik hem de onun devamı olan Erken kalkolitik kültürü temsil etmesi bakımından özelde Orta Anadolu, genelde de Anadolu'nun bu dönemlerinin problemlerinin aydınlatılmasına katkı sağlayacak özelliklere sahiptir. Neolitik ve Kalkolitik Çağda Köşk Höyük'ün iskân yeri olarak seçilmesinin başlıca nedenleri; günümüzde de çok verimli olan bir araziye hâkim olması (Özkan, 2002), burada kayalığın altından doğrudan çıkan Köşk Pınarı kaynağının bulunması (Özkan, 2001) ve Neolitik ve Kalkolitik dönemde madenin yerini alan obsidiyen kaynakları açısından zengin olan Melendiz dağlarının hemen yakınında bulunmasıdır (Silistreli, 1988). Köşk Höyük, bu konumundan dolayı, Neolitik ve Kalkolitik dönemde uzun süreli yerleşilen bir alan olmuştur (Özbaşaran ve Cutting, 2007).

3.8 Çalışmada İncelenen Numunelerin Özellikleri

3.8.1 Dişin yapısı

Diş anatomik olarak, temelde taç (kuron) ve kök olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır (Şekil 3.16). Dişin kök kısmı, diş eti içinde çene kemiğine saplandığı; taç (kuron) kısmı ise çiğneme fonksiyonu ile desteklendiği yerdir. Ayrıca, bunların dışında diş minesi, dentin ve sement olmak üzere üç tane kalsifiye (kireçleşmiş) doku ile pulpa (diş özü) diye adlandırılan bir tane yumuşak dokudan oluşmaktadır (Fattibene ve Callens, 2010; Vatnitsky, 2002).



Şekil 3.16. Dişin yapısı (Vatnitsky, 2002)

Diş minesi; dişin dış tarafında göz ile görülen beyaz kısmıdır ve kuron kısmını kaplayan sert bir yapıdır. Kuronun tüm yüzeyini kaplayarak koruyucu bir formda olan diş minesinin kalınlığı yaklaşık 1-2,5 mm arasında değişmektedir. Vücuttaki en kararlı, en sert yapıdır ve vücutta bulunan tüm kemiklerden daha dayanıklıdır.

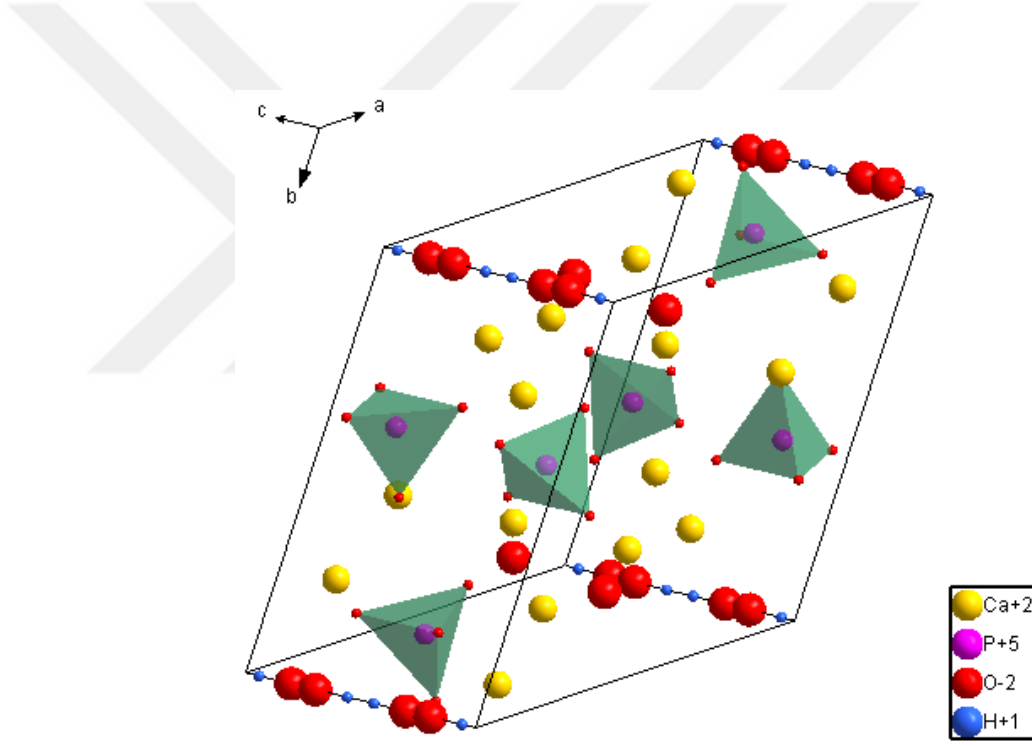
Dentin; dişin büyük bir çoğunluğunu içeren ve diş minesinin alt katmanında bulunan sert, sarı renkli kısımdır. İçinde pulpa olarak adlandırılan yumuşak bağlayıcı doku bulundurur. Diş minesinin aksine kırılğan, oldukça elastik bir yapıdadır ve kemiğe göre daha sert, diş minesine göre daha yumuşaktır. Polarize ışık altında hafif bir kırılma sergiler. Ultraviyole ışığın altında ise florensans madde gibi davranır.

Sement; diş kökünün dışını kaplayan tabakadır. En temel fonksiyonu, diş eti zarının bağlayıcı doku liflerini dişe bağlar, dişi bir bütün gibi destekler ve tutar. Bazı fiziksel, kimyasal ve yapısal karakteristikleri ile bir kemik gibi etkili ve bağlayıcı özelliğe sahip bir dokudur.

Pulpa; dentinin merkezindeki boşluk içerisinde yer alan ve mineralize olmayan bir yapıya sahip yumuşak bağlayıcı dokudur. Kökün tepesindeki küçük açıklık boyunca diş eti zarı ile iletişim kurmaktadır. Dişin kök ve taç kısmından geçerek en yukarıya doğru

ilerleyen ve içinde dişin beslenmesini sağlayan kan damarları ile duyu sinirlerini bulundurur.

Diş minesinin doku oluşumu (histolojisi) incelendiğinde, hegzagonal kesitler şeklinde kümelenmiş mineral kristalit hidroksiapatit gruplarından oluştuğu görülmektedir. Diğer bir deyişle, diş minesinin mineral bileşeni hidroksiapatit kristalinden meydana gelmektedir. Biyolojik hidroksiapatit kristali, $P6_3/m$ uzay grubu simetrisine sahip hegzagonal bir yapıdadır ve kafes parametreleri $a=b=0,9432$ nm, $c=0,6881$ nm'dir. Apatit kristal birim hücresinde, 10 adet Ca^{2+} , 6 adet PO_4^{3-} , 2 adet OH^- iyonları yer almaktadır [$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$] (Şekil 3.16) (Fattibene ve Callens, 2010).



Şekil 3.17. Hidroksiapatit [$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$] kristalinin yapısı

Diş minesini, yaklaşık %96 oranında hidroksiapatit kristali içermektedir. Geriye kalan %1'lik kısım proteinlerden ve %3'lük kısım ise sudan meydana gelmektedir. Bu kristal, radyasyonu depolayabilecek bir yapıya sahiptir (Grün, 1989) ve diş minesini dışında dentinin (~%70-75) ve kemiğin (~ %60-70) mineral yapısında da yer almaktadır (Desrosiers ve Schauer, 2001; Fattibene ve Callens, 2010).

Diş minesi dokularının kullanıldığı geriye dönük ESR dozimetri ve tarihlendirme çalışmaları, hidroksiapatit $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ kristalindeki radyasyon merkezli radikallerin ölçümüne dayanmaktadır. Biyolojik hidroksiapatit kristalinin minerilizasyon süreci boyunca, karbonat iyonları fosfat ve hidroksil iyonlarının yerine kristal kafes içine dâhil edilmektedir. Hidroksiapatit kristalinden radyasyon enerjisinin soğrulmasıyla, karbonat iyonları kristal matris içinde bulunan serbest radikal merkezlerindeki serbest elektronları yakalamaktadır ve karbonat radikal merkezlerinde ne kadar dozda elektron yakalandığı da ESR'nin yardımıyla ölçülebilmektedir (Desrosiers ve Schauer, 2001).

Diş minesinde oluşturulan radikallerin çoğunluğu karbonattan türetilen CO_2^- , CO_3^- , CO_3^{3-} ve CO^- 'lerdir. Diş minesinin karbonat içeriğine bakıldığında (%2-4) bu oldukça beklenen bir durumdur (Driessens ve Verbeeck, 1990). Fakat aynı zamanda, fosfat, hidroksil ve soğrulan oksijen molekülleri gibi çeşitli kaynaklardan türeyen O^- ve O_3^- gibi oksijen radikalleri ile de karşılaşılması söz konusudur (Callens vd., 1998; Vatnitsky, 2002).

Diş minesinin tarihlendirme çalışmalarında tercih edilmesinin başlıca nedeni, canlı yapısındaki en kararlı doku olmasıdır. Bunun dışında, canlıların yaşadıkları zamanın çok eski dönemlere dayanması ve bu yüzden canlının bulunduğu dönemi yansıtmaması, herhangi bir tahribat veya aşınmadan sonra asla yeniden şekillenmemesi ise bir diğer önemli özellikleridir. Bu nedenle, diş minesi içinde radyasyonun sebep olduğu radikallerin toplam konsantrasyonu korunmaktadır (Vatnitsky, 2002). Ayrıca, yüksek derece de kristalite yapıya ve hidroksiapatit'e sahip olması nedeniyle diş minesi geriye dönük dozimetri için en uygun materyaldir (Desrosiers ve Schauer, 2001). Yerel çevre ile etkileşimleri sonucunda, diş minesinde depolanan radyasyon dozunun etkileri ile canlının biyolojik ve kültürel gelişimi hakkında bilgi edinilmesine de katkı sağlamaktadır (Ikeya, 1975; Jonas, 1997; Rink, 1997).

Uzun yıllar toprak altında kalan diş minerallerinin inorganik kısımlarının genellikle organik yapıdan daha uzun süre canlı kaldığı belirlenmiştir (Hedges, 2002; Horvarth, 2006). Hidroksiapatit kristali radyasyona maruz kaldığı zaman soğurduğu dozu oda

sıcaklığında yıllarca saklayabilme özelliğine ve dışarıdan herhangi bir etkiye maruz kalmadıkça da çok uzun zaman aralığında kararlı kalabilme özelliğine sahiptir. Bu durum ESR tarihlendirme çalışmalarında tercih edilmesine olanak sağlamıştır. Yapılan çalışmalar ile, radyasyon merkezli radikallerin konsantrasyonlarının ve bundan dolayı elde edilen ESR sinyal yoğunluğunun yaklaşık 100 mGy kadar düşük dozlar ile 10 kGy mertebesindeki yüksek dozlara kadar soğrulan doz ile orantılı olarak arttığı ve karbonat radikal merkezinin 25 °C'de (oda sıcaklığında) hesaplanan ömrünün 10⁷ yıl gibi bir zaman boyunca olağanüstü derecede kararlı kalabildiği ortaya konmuştur (Egesrsdörfer vd., 1996; Güttler ve Wieser, 2008; Hennig vd., 1981). Ayrıca, dış minesindeki serbest radikal merkezleri x-ışınları, gama ışınları, beta, alfa, proton ve ağır iyonlar şeklindeki parçacıklar ile bombardıman edilmek suretiyle oluşturulabilmesi söz konusudur (Copeland vd., 1996; Desrosiers ve Schauer, 2001; Grün ve Katzenberger, 1994; Ivannikov vd., 1997; Romanyukha ve Regulla, 1996).

3.8.2 Seramikler

Seramikler, insanlık tarihinde en eski ve en önemli teknolojik yenilikler arasında yer alan, ilk, gerçek ve yapay materyallerden biridir. Seramiklerin farklı yönleriyle araştırılması ve incelenmesi hem eski toplumların ekonomik, doğal, kültürel ve sosyal dinamikleri hem de seramik üretimlerinde kullanılan yöntemler ile ilgili bilgi sağlanmasına katkı sağlamaktadır. Böyle bir araştırma sadece coğrafi açıdan anlaşılmasının yanı sıra, günümüzde zaman ve bölge açısından süre gelen gelenekler ile belirli bir tarzı yansıtan eski zamanda yaşamış insanların kültürel mirasının anlaşılmasına da yardımcı olmaktadır (Cano vd., 2014a).

Seramikler, uzun zaman boyunca kazı alanları ve bu alanların yüzey bölgelerinde hemen hemen bozulmadan kalabilme özelliğine sahiplerdir. Bu özellik, onların tarihlendirme çalışmalarında geçmişe ait önemli parametrelerin elde edilmesini ve eski dönemleri tarihlendirmede kullanılmalarını mümkün kılmaktadır. Ayrıca, seramiklerin doğrudan tarihlendirilme yeteneği sayesinde, tarihlendirme materyallerinin korunamadığı kazı alanlarının dışında müzelerde muhafaza edilen seramik materyallerinin analizi ile de fırsat zenginliği sağlamaktadır (Janz vd., 2015).

Tarihlendirme çalışmalarında en çok tercih edilen seramikler çanak-çömlek parçalarıdır. Tüm kazılarda en bol bulunan araştırma materyali olan çanak-çömlek, tarihsel çalışmalarda herhangi bir düzeyi sınıflandırmada önemli bir rol oynamaktadır. Morfolojik ve biçimsel özelliklerine göre çanak-çömlek kalıntılarının tanımlanması, bazen, kolayca yapılamamaktadır. Bu da işaret, belirti, elementlerin miktarı ve çeşitliliği, çanak-çömleğin başlı başına yapıldığı killi toprak ve onun yapıldığı ürünlerin karakteristiklerinin oldukça farklı olmalarından kaynaklanır. Çanak-çömleğin en küçük özelliği bile çoğu kaynak analizleri için temel oluşturmakta ve onu oluşturan yapısal bileşimi kuvvetli oranda kilin kaynağı ve üretim şekliyle ilişkili olmaktadır. Seramiğin kökeninin belirlenmesi kullanıldığı dönem hakkında değerli bilgiler vermesi nedeniyle özel bir ilgi alanıdır (Bakraji, 2011).

Çanak-çömleklerin sınıflandırılması numunenin kimyasal bileşenlerinin dışında doğru analiz edilmesine de bağlıdır. Onun için analizlerde kullanılacak çanak-çömlek numunelerinin seçimi, tek bir alandan aynı zaman aralığına ait örneklerin alınması önemli olmaktadır (Bakraji, 2011). Bazı nedenlerle toprağa gömülen çanak-çömlek parçaları toprak içindeki radyoaktif elementlerden dolayı doğal radyasyona maruz kalmaktadır. Bu radyasyon tarihlendirme deneyleri için toplanan çanak-çömlek parçalarının laboratuara getirildiği (ya da çıkarıldığı) zamana kadar da devam etmektedir (Cano vd., 2014b).

Topraktan yapılmış materyallerin yapımı sırasında, materyali elde etmek için en az 500°C pişirme ısısı kullanılmaktadır. Materyal ısıtıldığı zaman, seramik fazın oluşması için killi bileşimler fizikokimyasal değişime uğrayarak çanak-çömleğin meydana geldiği minerallerin arkeolojik lüminesanslarının silinmesine neden olmaktadır. İstisna olarak, çamurdan yapılmış ve kuruması için gün ışığına bırakılan killi objelerde de ağartmalar gözlenmektedir. Materyal seramik faza geçtiği zaman, çanak-çömleğin ilk üretildiği zaman kabul edilir ve bu durumun son ısıtmayı temsil ettiği varsayılır. Eğer araştırmacılar, materyalin ne zaman üretildiğini bilmek istiyorsa, lüminesans yöntemleri ile son ısıtıldığı zamandan bu yana geçen zamanı tarihlendirilebilmektedir. Eğer son ısıtma zamanından sonra materyal üzerinde herhangi bir yanma söz konusu olduysa bu durumda lüminesans sinyali sıfırlanacak ve

tarihlendirme işlemi yanma işleminden sonraki zaman aralığını kapsayacaktır (Liritzis vd, 2013).

Çanak-çömlek ve diğer benzer yapıdaki topraktan yapılmış materyallerden elde edilen temel lüminesans sinyali, genellikle materyalin içinde bulunan ve çeşitli kimyasal yöntemler ile ayrıştırılan kuvars ve feldspat minerallerinden kaynaklanmaktadır. Bu mineraller, uzun zaman boyunca kararlı kalabilen ve fiziksel davranışlarına bakıldığında sinyal artışlarının matematiksel fonksiyonlar ile tanımlanabildiği lüminesans sinyallerine sahiptir.

Kuvarslar, dünya yüzeyinde kabuk hacminin %12'sinin oluşturan silikon dioksit (SiO_2) kristal formlarının en yaygın olanıdır. Silika grubu minerallerinden olan kuvarslar, termodinamik kararlılık alanı ve kristal yapıları ile diğer silika minerallerden farklılık gösterir. Örneğin, alfa kuvars veya düşük kuvars olarak adlandırılan düşük-sıcaklık dereceli kuvarslar 573°C kadar ısıtıldığında ve 20-30 kb'lık basınçlara maruz bırakıldığında bile kararlılığını sürdürmektedir. Özellikle magmatik kayalar, granitler, sedimenter parçacıklar ve topraktan yapılmış materyallerde oldukça sık rastlanmaktadır. Kimyasal olarak basit bir yapıya sahip olmalarına rağmen, doğal kuvars kristalleri kristal yapılarında boş oksijen, silikon bölgeleri ve aralıklı katyonlar (H, Li, Al ve Fe vb.) gibi çok çeşitli kusurlara sahiptir. Kuvars kristalleri iyonize radyasyona (alfa, beta, gama ve kozmik) maruz kaldığında, bu kusurlar serbest elektronlar için tuzak görevi görmektedir. Işınlanmış kuvars kristalleri dışarıdan ısı, ışık veya herhangi bir gerilim ile uyarıldıklarında bir lüminesans yayılır ve elektronlar uygun bir kusur merkezi ile tekrar birleşmek için tuzaklardan ayrılır. Kuvarslardaki bazı elektron tuzakları gün ışığına maruz kalmadığı sürece yüz binlerce, milyonlarca yada milyarlarca yıl varlığını korumaktadır. Bu tuzaklanmış elektronların konsantrasyonları yüksek radyasyon dozları ile doyuma ulaşana kadar artış göstermektedir. Bu özelliklerinden dolayı, gün ışığı görmüş kısımları çıkarılan ve laboratuarda sürekli radyasyon dozlarına maruz bırakılan arkeolojik veya jeolojik materyallerin tarihlendirilmesinde radyasyon dozu ve lüminesans cevabı arasındaki ilişkinin belirlenmesi için kuvars kristalleri kullanılmaktadır (Rink, ve Thompson, 2015).

Feldspatlar, dünya'nın kabuğunun yaklaşık %60'ını oluşturan mineral grubudur. Feldspatlar bileşimsel olarak MT_4O_8 (M:K, Na, Ca ve T:Si, Al) olarak sembolize edilir. Alkali feldspatlar için son eleman kompozisyonu (K, Al) Si_3O_8 ve (Na, Al) Si_3O_8 'dir. Lüminesans tarihlendirmede K-feldspat ($KAlSi_3O_8$), kuvarstan sonra dozimetre olarak en sık kullanılan feldspat türüdür. Feldspatların mineralojik bileşimine göre değişen doğrudan bir bant aralığı vardır. Hem yapısal hem de atomik kusurlar, feldspatlara dozimetrik özellikleri veren bant aralıklarını işgal etmektedir. İyonlaştırıcı radyasyona maruz bırakıldıklarında bu kusurlarda tuzaklanabilen serbest yükler (elektronlar ve boşluklar) oluşur ve daha sonra ultraviyole (UV), görünür ve yakın kızıl ötesi aralıklarında termal ya da optiksel olarak uyarılabilir (Rink, ve Thompson, 2015).



BÖLÜM IV

MATERYAL VE METOT

4.1 Giriş

Bu bölümde, Niğde ili sınırları içerisinde yer alan Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan hayvan fosillerine ait diş numuneleri ile yine aynı bölgeden çıkarılan arkeolojik seramik numunelerinin nasıl temin edildiği, bölgeden çıkarılan diş ve seramik numuneleri üzerine laboratuvar ortamında uygulanan fiziksel işlemler, hazırlanan numuneler üzerinde takip edilen adımlar ile numunelerin karakterizasyonu ve bunun için kullanılan ölçüm aletleri detaylı bir şekilde anlatılmaktadır.

4.2 Numunelerin Temini

Bu çalışmada incelenen diş ve seramik numuneleri, Ankara Üniversitesi Dil ve Tarih-Coğrafya Fakültesi Arkeoloji Bölümü öğretim üyesi ve Köşk Höyük arkeolojik kazı başkanı olan Prof. Dr. Aliye ÖZTAN ve ekibi tarafından kazı sonucunda çıkarılan arkeolojik numuneler arasından seçilmiştir.

Numuneler laboratuvar ortamına getirilirken gün ışığı görmeyecek ve nemden etkilenmeyecek bir şekilde numune kapları içine yerleştirilerek getirilmiştir. Ayrıca, numunelerin çıkarıldığı yerin yaklaşık 30 cm civarından toprak numuneleri alınmış ve alınan bu toprak numuneleri doz hızı hesaplamaları için kullanılmıştır. Bu toprak numuneleri de incelenen numuneler gibi aynı titizlikte laboratuvar ortamına getirilmiştir. Bu çalışma için, iki adet fosil hayvan diş numunesi ile iki adet arkeolojik çanak-çömlek

parçalarından oluşan seramik numuneleri seçilmiştir. Diş numunelerinin seçiminde kırılmamış, sağlıklı ve arka dişler olmasına çok dikkat edilmiştir.

4.3 Numunelerin Hazırlanması

4.3.1 Diş minesini numunelerinin hazırlanması

ESR yöntemi ile diş minesini numuneleri üzerinde yapılan çalışmalarda, numunenin hazırlanması yapılacak işlemler arasında en önemli olanıdır. Burada amaç, daha önce bahsedildiği gibi, mine tabakasını dişin diğer kısımlarından dikkatli bir şekilde ayırmaktır. Elde edilen mine parçacıklarının saflığı, doz değerlendirmelerinde hata oranının düşük ve sonuçların daha güvenilir olmasına katkı sağlamaktadır. Ayrıca, numune hazırlarken uygulanan mekanik ve ısıl işlemler, mine tabakası içerisindeki organik ve inorganik bileşenlere etki ederek doğal/yapay ışınlama sonucu oluşan ya da yapı içerisinde mevcut olan paramanyetik merkezlerden gelen ESR sinyallerine karışarak yeni radikallerin üretilmesine sebep olabilmektedir. Bu durumda, radikallerden gelen katkılar sonuçları olumsuz yönde etkileyerek hata oranını artırabilmektedir.

ESR yöntemi ile geçmiş dönemlere ait diş numuneleri üzerinde geriye dönük doz belirleme ve tarihlendirme çalışmaları yapılabilmesi için, öncelikle uygun dişlerin seçilmesi gerekmektedir. Bu durumda iki önemli nokta göz önünde bulundurulmalıdır. Bunlardan birincisi; kazı alanından çıkarılan diş numunelerinin tıbbi yollarla çekilmiş, kırılmamış ve her hangi bir hastalık belirtisinin görülmediği dişler olmasıdır. Numunelerin bu özelliklere sahip olmamaları halinde mineral ve karbonat konsantrasyonunda değişiklikler olabileceği için, sonuçlar olumsuz yönde etkilenebilmektedir. Bir diğeri ise; çalışma için uygun diş türlerinin belirlenmesidir. Canlılara ait ön dişler sıklıkla Ultra Viole (UV) ışınlarına maruz kalmaktadır ve bu yüzden ön dişlerin mine tabakaları UV ışınları ile oluşturulan paramanyetik merkezlere

sahip olmaktadır. UV ışınları ile oluşan bu paramanyetik merkezler doğal ya da yapay radyasyona duyarlı ESR sinyali ile benzer özelliklere sahip olduğundan dolayı ESR yöntemi ile yapılan çalışmalarda doz belirleme işlemlerinde arka dişler kullanılmalıdır.

Fotoğraf 4.1’de, bir arkeolog yardımıyla Köşk Höyük kazı bölgesinden çıkarılan ve bir kısmının bu çalışmada kullanıldığı diş numuneleri görülmektedir. Bu numuneler, kazı alanından çıkarılırken, sonraki aşamalarda yapılacak işlemlerin hassasiyeti ve doğruluğunu arttırmak için her hangi bir kırılma ve zedelenmenin olmamasına, numunelerin üzerinde bulunan tortuların temizlenmemesine ve uygun numune kaplarında laboratuvar ortamına getirilmesine dikkat edildi. Numune hazırlama işlemlerinin tüm aşamaları Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fizik bölümü, Atom ve Molekül Fiziği laboratuvarında gerçekleştirildi.



Fotoğraf 4.1. Köşk Höyük kazı alanından çıkarılan diş numuneleri

Laboratuvara getirilen diş numunelerinin, ilk önce üzerindeki toprak kalıntıları bir diş fırçası yardımıyla dikkatlice alındı. Toprak kalıntılarında temizlenen diş numuneleri bir gün saf su içerisinde bekletildi ve vatman filtre kâğıdıyla süzülerek oda sıcaklığında kurutuldu. Kuruyan diş numunelerinin taç (kron) kısmı ile kök kısmını ayırmak için, dişler elmas uçlu dişçi matkabı yardımıyla dikkatlice enine kesildi (Fotoğraf 4.2a). Daha sonra mine tabakasını ayırmak için dişin taç kısmı elmas uçlu dişçi matkabı yardımıyla üst kısmından başlayarak ortadan ikiye ayrıldı. Tüm parçalar ultrasonik banyo cihazında oda sıcaklığında bir gün bekletildi ve daha sonra saf su ile iyice yıkanarak etüvde 30 °C

sıcaklıkta kurutuldu. Kuruyan diş parçaları üzerindeki mine tabakasında kalan dentin kısımları dişçi matkabı yardımıyla dikkatlice kazınarak ayrıştırıldı. Elde edilen mine parçaları içerisinde barındırdığı diğer kalsit bileşenlerden arındırılmak üzere %10'luk hidroklorik asit (HCl) çözücü içinde tepkime bitene kadar bekletildi (Fotoğraf 4.2b). Ardından numuneler saf su ile yıkandı ve bu sefer içinde bulunan organik bileşenlerden arındırmak üzere %30'lık hidrojen peroksit (H₂O₂) çözücüsü içinde tepkime bitene kadar bekletildi. Numuneler saf su ile yıkanarak etüvde 30 °C sıcaklıkta kurumaya bırakıldı. İşlemler süresince tepkimelerin oluş ve bitiş süreçleri takip edildi ve tepkimelerin davranışı numunedeki gaz çıkışından anlaşıldı.



a



b



c



d

Fotoğraf 4.2. Diş numuneleri üzerine uygulanan deneysel işlemler; mine kısımlarının ayrıştırılması, kesme (a), asit uygulama (b), ezme (c), eleme (d)

Kuruyan mine parçaları agat havan yardımıyla çeşitli eksenlerde el ile uygulanan basınç ve sürtünme hareketleri ile öğütüldü (Fotoğraf 4.2c). Ezme işlemi sırasında oluşabilecek mekanik etkilerden gelen sinyalleri önlemek için yavaş ve dikkatlice yapılmasına özen gösterildi. Ezilen mine parçaları elekler yardımıyla 45 µm – 125 µm boyutlarında elendi (Fotoğraf 4.2d). Daha sonra, bu numuneler beş dakikalık bir süre boyunca alkolle yıkandı ve sonra tekrar saf sudan geçirilerek etüvde 30 °C sıcaklıkta kurumaya bırakıldı. Kuruyan diş minesini numuneleri hassas terazi ile tartılarak kütleleri ölçülüp kaydedildi ve numuneler ağzı kapaklı numune kaplarına yerleştirildi. Böylece, ölçüm yapılmaya hazır hale getirilen diş minesini numuneleri ölçüm işlemine kadar ışık görmeyen bir yerde muhafaza edildi.

4.3.2 Seramik numunelerinin hazırlanması

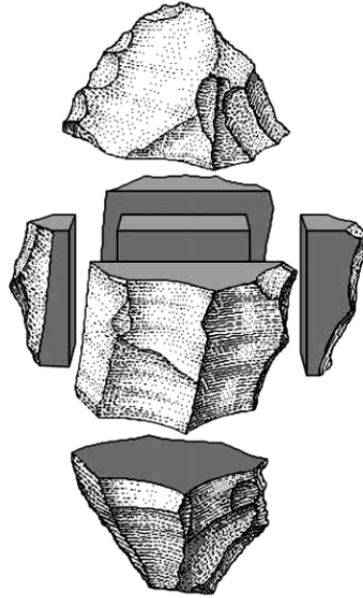
Bu çalışmada, kullanılan seramik parçaları bir arkeolog yardımı ile Köşk Höyük kazı bölgesinden çıkarıldı (Fotoğraf 4.3). Ölçülen lüminesans sinyalleri gün ışığına duyarlı olduğundan dolayı, numunelerin çıkarıldıkları andan itibaren laboratuvar ortamına gelinceye kadar hiçbir şekilde gün ışığı görmemelerine dikkat edildi ve numuneler siyah poşetler içine yerleştirilip uygun numune kaplarına koyularak laboratuvar ortamına getirildi. Seramik numunelerinin TL/OSL sinyallerinin sıfırlanmaması için tüm işlemler laboratuvarında kırmızı ışık altında gerçekleştirildi.

Deneysel çalışmalarda kullanılacak olan seramik numuneleri, ince tanecik yöntemine göre hazırlandı ve numune hazırlama işlemlerinin tüm aşamaları Ankara Üniversitesi, Nükleer Bilimler Enstitüsü, Lüminesans (TL/OSL) Tarihlendirme Araştırma Laboratuvarı'nda gerçekleştirildi.



Fotoğraf 4.3. Köşk Höyük kazı alanından çıkarılan seramik numuneleri

Laboratuvar ortamına getirilen seramik numunelerinin karanlık ortamda zayıf kırmızı ışık altında dış yüzeyleri bir eğe yardımıyla yaklaşık 2-3 mm kadar kazındı ve iç kısımları (hiç gün ışığı görmemiş kısımları) çıkarıldı (Şekil 4.1). Buradaki amaç, numunenin içindeki hiç ışık almayan kısımlarına ulaşmaktı ve eşdeğer doz ölçümleri için bu iç kısımlar kullanıldı.



Şekil 4.1. Seramik numunelerinin gün ışığı görmüş kısımlarının çıkarılması işlemi (Duller, 2008)

Seramik parçalarının iç kısımlarını eşdeğer doz ölçümlerine hazırlamak için sırasıyla parçalama, ezme, eleme ve asit uygulama işlemleri uygulandı ve tüm işlemler yine

karanlık ortamda zayıf kırmızı ışık altında gerçekleştirildi. Yaklaşık küp şeker boyutlarına getirilen seramik parçalarının her biri, ilk önce üzerlerindeki tozların giderilmesi için çeşme suyu ile yıkandı ve daha sonra kurumaları için karanlık ortamda bir gün süre ile bekletildi. Kuruyan seramik parçalarının her biri otomatik havan yardımı ile ufak parçalara ayrıldı. Daha sonra agat havanda el yardımıyla iyice ezilerek küçük boyutlara getirildi. Ezilen her bir numune, ayrı ayrı otomatik elek sistemi ile 20 µm altı ve 20 µm üstü olmak üzere iki farklı boyutta elendi ve ayrı ayrı numune kaplarında muhafaza edildi.

Bu çalışmada, eşdeğer doz ölçümleri için 20 µm altı boyutundaki polimineral tanecikler kullanıldı. Eleme işleminden sonra 20 µm altı boyutundaki her bir numune ayrı ayrı beherlere koyuldu. Seramik numunelerinin gömülü kaldıkları süre boyunca içlerinde bulunan diğer kalsit/karbonat içerikli bileşenlerden arındırmak üzere %10'luk hidroklorik asit (HCl) çözücüsü içerisinde tepkime bitene kadar bekletildi. HCl çözeltisinden çıkarılan numuneler saf su ile birkaç kez yıkanarak nötrale edildi. Daha sonra içlerinde bulunan organik bileşenlerden arındırmak üzere %35'lik hidrojen peroksit (H₂O₂) çözücüsü içerisinde yine tepkime bitene kadar bekletildi. H₂O₂ çözücüsünden çıkarılan numuneler saf su ile birkaç kez yıkanıp etüvde 40 °C sıcaklıkta kurumaya bırakıldı. Kuruyan numunelerin her biri hiç ışık görmeyen siyah numune kaplarında ayrı ayrı muhafaza edildi.

Seramik numuneleri üzerine uygulan fiziksel işlemlerden sonra, numuneleri ölçüm yapılacak disklere yerleştirmek için aseton ile çökeltme işlemi uygulandı. Bunun için 20 µm altı boyutundaki numunelerin bir kısmı erlen içerisine koyuldu ve üzerlerine yaklaşık 200 ml'lik aseton ilave edilerek karıştırıldı. Karıştırıldıktan sonra, yaklaşık 2-3 dk bekletildi ve asetonun yüzeyinde kalan numuneler bir behere boşaltıldı, erlenin dibinde kalan numunelere ise dokunulmadı. Dipte kalan numunelerin üzerine tekrar aseton ilave edilerek bu işlemler sıvı berraklaşana kadar sırasıyla birkaç defa tekrar edildi. Daha sonra behere boşaltılan numuneler çalkalanarak mezür içerisine koyuldu ve yaklaşık 20 dk bekletildi. Bekleme işleminden sonra, asetonun yüzeyinde kalan numuneler (1-4 µm) ile mezürün dibinde kalan numuneler (4-11 µm) ayrı ayrı beherlere boşaltıldı. Bu çalışmada, ince tanecik yöntemi kullanıldığı için mezürün dibinde kalan numuneler (4-11 µm) ölçüm için kullanıldı.

Yaklaşık 10 mm çapında, 0,5 mm kalınlığında ve 50 mm boyutlarındaki kuartz tüplerin içerisine çelik diskler yerleştirildi. Mezürün dibinde kalan numuneler (4-11 µm) üzerine bir miktar aseton ilave edildi ve otomatik cam pipet yardımıyla disklerin bulunduğu kuartz tüplerin içerisine eşit hacimlerde paylaştırıldı. Bu tüpler, asetonun uçması için etüvde 40 °C sıcaklıkta yaklaşık iki gün bekletildi. Aseton tamamen buharlaştıktan sonra diske yapışan numuneler dikkatli bir şekilde tüplerden çıkarıldı. Böylece polimineral ince taneciklerden oluşan numune tabletleri hazırlanmış oldu.

4.4 Ölçüm Sistemleri

Bu kısımda, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan fosil hayvan diş numuneleri ile arkeolojik seramik numunelerinin karakterizasyonunda kullanılan ölçüm sistemleri hakkında bilgi verilmektedir.

4.4.1 X-ışınları difraktometre (XRD) ölçümleri

Numunelerin kristal yapı analizleri x-ışınları difraktometresi (XRD) kullanılarak yapılmıştır. Kimyasal işlemler uygulanıp toz haline getirilen diş minesi numuneleri ile kimyasal işlemler uygulanmayan seramik numuneleri üzerinde yapılan XRD ölçümleri, Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik bölümü, Katıhal Araştırma Laboratuvarında bulunan RIGAKU MiniFlex II masaüstü X-Işını Toz Kırınım Difraktometresi yardımıyla, oda sıcaklığında 5° - 2° - 80° aralığında 0,02°'lik adımlar ile 3°/dak hızla gerçekleştirilmiştir.

4.4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji saçılımlı x-ışınları (EDX) ölçümleri

Numunelerin morfolojik içyapılarının incelemesi ve içerdikleri minerallerin kristal yapıları ile elementel bileşimlerinin belirlenmesi için taramalı elektron mikroskop

(SEM) ve enerji saçılımlı x-ışınları spektrometresi (EDX) kullanılmıştır. Numunelerin SEM ve EDX analizleri, Almanya'nın Dresden şehrinde bulunan Leibniz Institute for Solid State and Material Research, IFW, araştırma enstitüsü SEM Laboratuvarı'nda bulunan Zeiss EVOMA15 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve bu mikroskoba bağlı Inca and AzTec Software model EDX spektrometresi ile gerçekleştirilmiştir.

SEM ve EDX analizleri için, diş numunelerinin mine kısımları daha önceden bahsi geçen diş hazırlama prosedürlerine göre hazırlandı. Fakat ölçümlerde öğütülmemiş, katı formdaki diş minesini numuneleri kullanıldı. Ardından, numune yüzeyleri üzerine parlatma işlemi (polish) uygulanarak yüzeyleri pürüzsüzleştirildi. Seramik numunelerinin ise, numune hazırlama prosedüründe yer alan kimyasal işlemler uygulanmamış katı formları kullanıldı ve diş numuneleri üzerinde uygulanan diğer benzer işlemler bu numuneler için de tekrarlandı.

Daha sonra, numuneler numune taşıyıcısı üzerine yerleştirildi ve yüzeyleri iletkenliği arttırmak için, havasız bir ortamda EMITECH K550 model sputtercoater cihazı kullanılarak altın püskürtülmesiyle ince altın bir tabaka ile kaplandı. Altın tabaka ile kaplanan diş minesini ve seramik numunelerinin her birinin SEM ve EDX ölçümleri 15 kV gerilim uygulanarak gerçekleştirildi.

4.4.3 Elektron spin rezonans (ESR) ölçümleri

Fosil hayvan diş numuneleri üzerinde yapılan ESR deneyleri, Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü, ESR laboratuvarında bulunan Bruker EMX -Premium X model X-bant ESR spektrometresi ile Almanya'nın Dresden şehrinde bulunan Leibniz Institute for Solid State and Material Research, IFW, araştırma enstitüsü ESR laboratuvarında bulunan Bruker marka EMX model X-bant ESR spektrometresi (10 GHz) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan X-Band ESR spektrometresinin genel bir görünümü Fotoğraf 4.4.'de yer almaktadır.



Fotoğraf 4.4. IFW-Dresden ESR laboratuvarında bulunan Bruker Model X-Band ESR spektrometresinin genel bir görünümü

ESR spektrometresi genel olarak; elektromanyetik radyasyonun ayarlanabildiği, enerji seviyeleri arasındaki geçişleri oluşturmak için gerekli enerjiyi sağlayan, sabit frekans değerine sahip bir mikrodalga kaynağı; incelenecek numunenin koyulduğu ve mikrodalga enerjisinin depolandığı bir kavite; sistem üzerinde homojen ve değişken bir manyetik alan oluşturmak için kullanılan elektromıknatıslar ve manyetik sistem tarafından soğrulan enerjiyi algılayabilen bir dedektörden oluşmaktadır.

Diş minesini numunelerinin soğurduğu eşdeğer doz değerini hesaplamak ve doz-cevap eğrisini oluşturmak için, farklı doz değerlerinde ışınlanmış numunelerin ESR spektrumları oda sıcaklığında, soğurma eğrisinin birinci türevi şeklinde kaydedilmiştir. Numuneler üzerinde yapılan her ölçümde, kavite içine yerleştirilen numunelerin konumlarının değiştirilmemesine özen gösterilmiştir. Ölçüm işlemine başlamadan önce, diş minesini numunelerinin ESR sinyal şiddetlerini etkileyen en belirleyici parametreler incelenerek çalışma için en uygun deney koşulları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, bu çalışmada kullanılan diş minesini numunelerinin ESR spektrumlarının kaydedildiği deneysel parametreler Çizelge 4.1’de verilmiştir.

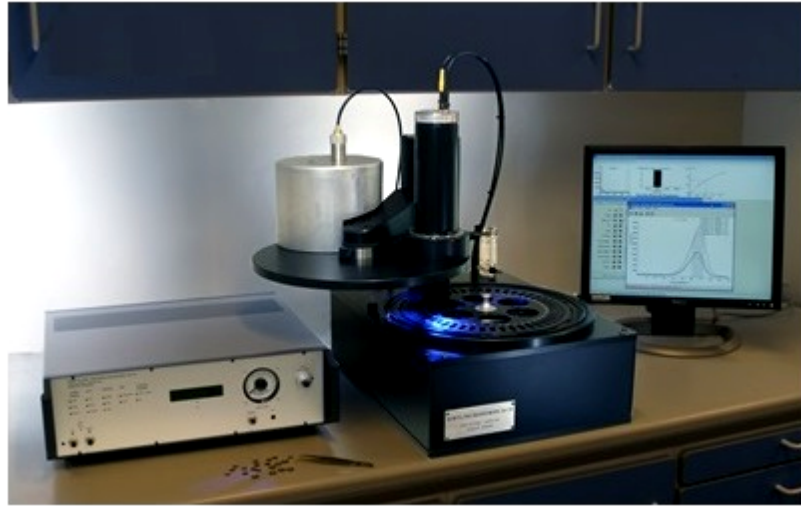
Çizelge 4.1. Diş minesini numunelerinin ESR spektrumlarının gözlemlendiği ESR spektrometre parametreleri

Manyetik Alan	3410 G
---------------	--------

Manyetik Alana Tarama Geniřlięi	100 G
Mikrodalga Gücü	10 mW
Mikrodalga Frekansı	9.55 GHz
Modülasyon Geniřlięi	1 G
Modülasyon Frekansı	100 kHz
Tarama Süresi	162 s

4.4.4 Termolüminesans (TL) ve optik uyarmalı lüminesans (OSL) ölçümleri

Seramik numunelerinin Termolüminesans (TL) ve Optik Uyarmalı Lüminesans ölçümleri, Ankara Üniversitesi, Nükleer Bilimler Enstitüsü, Lüminesans (TL/OSL) Tarihlendirme Arařtırma Laboratuvarı'nda bulunan Risø TL/OSL okuyucu (model TL/OSL-DA-20) ile gerçekleştirilmiřtir. Fotoęraf 4.5.'de alıřmada kullanılan Risø TL/OSL okuyucu sisteminin genel bir görünümü yer almaktadır.



Fotoęraf 4.5. Risø TL/OSL-DA-20 model spektrometrenin genel görünümü

Risø TL/OSL okuyucu otomatik ölçüm sistemi, TL ve OSL ölçümlerini birlikte yapabilme özellięine sahiptir. Genel olarak, fotoęoęaltıcı tüp, uygun optik algıma filtresi ve ışık algılama sisteminden oluřmaktadır. Sistemde hem optik uyarma hem de ısıtma bileřenleri aynı anda bulunur ve bu bileřenler birlikte yada ayrı kullanılabilme özellięine sahiplerdir. Numunelerin ışınlanması, sisteme baęlı $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama

kaynağı ile yapılmaktadır. Sistem içinde yer alan numune taşıyıcı içine 48 tane numune yerleştirilebilir ve her bir numune için farklı okuma prosedürleri kullanılarak ölçüm alınabilir. Bu sistemde, numuneler oda sıcaklığında 700°C'ye kadar ısıtılabilir.

Çalışmada kullanılan KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin TL ölçümleri ile eşdeğer doz değerlerini belirlemek için çok tablet doz ekleme yöntemi (MAAD) kullanıldı ve ölçümlerde bu protokol uygulandı. Bunun için, daha önce hazırlanan 20 µm altı boyutundaki polimineral ince taneciklerden oluşan özdeş numune tabletleri (diskler) kullanıldı. Her bir seramik numunesinin TL ölçümleri için, ayrı ayrı 25 adet disk hazırlandı. Daha sonra bu diskler, her birinde 5 tane disk olacak şekilde 5'erli gruplara ayrılarak örnek taşıyıcısı üzerine dikkatlice yerleştirildi. İlk grupta yer alan diskler hiçbir radyasyon dozu verilmedi ve bu gruptaki diskler doğal doz ölçümleri için kullanıldı. Diğer gruplardaki diskler ise, doğal dozları silinmeden üzerlerine TL/OSL sistemine bağlı ⁹⁰Sr/⁹⁰Y beta ışınlama kaynağı ile sırasıyla yaklaşık 1,95 Gy, 3,90 Gy, 7,80 Gy ve 15,60 Gy radyasyon dozlarında ışınıldı. Tüm diskler, ön ısıtma işlemi yapılmadan 2°C/s artışla 500°C/s kadar ısıtıldı ve TL okumaları yapılarak Şekil 5.17 ve Şekil 5.18'deki gibi parıldama eğrileri elde edildi.

Çalışmada kullanılan seramik numunelerinin TL okumaları yapılırken ön ısıtma işlemi uygulanmadı. Bunun yerine, kararsız (sıg) tuzaklarda bulunan elektronların parıldama eğrilerine katkıları, bu tuzakların oluşturduğu pik değerlerinin hesaplamalarda ihmal edilmesiyle dikkate alınmadı. TL okumalarında sıcaklık hızını belirlemek için literatürde yer alan çalışmalardan yararlandı. Literatürde bu değer 2°C/s ile 20°C/s arasında değiştiği ve yapılan denemeler sonucunda bu çalışma için en uygun sıcaklık artış hızının 2°C/s olduğu belirlendi. Sıcaklık artış hızı belirlendikten sonra, her bir numune 500°C/s kadar ısıtıldı ve TL okumaları yapılarak parıldama eğrileri elde edildi.

Çalışmada kullanılan KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin OSL ölçümleri ile eşdeğer doz değerlerini belirlemek için tek tablet yeniden oluşturma yöntemi (SAR) kullanıldı ve ölçümlerde bu protokol uygulandı. Bunun için, daha önce hazırlanan 20 µm altı boyutundaki polimineral ince taneciklerden oluşan özdeş numune tabletleri (diskler) kullanıldı. Her bir seramik numunesi için, ayrı ayrı 5 adet disk hazırlandı. Hazırlanan diskler üzerine 200 °C'de ön ısıtma işlemi uygulandıktan sonra diskler oda

sıcaklığında 30 dakika bekletildi ve sonra numunelerin doğal dozlarının OSL okumaları yapıldı. Daha sonra, diskler sıfırlandı ve TL/OSL sistemine bağlı $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama kaynağı ile yaklaşık 3.25 Gy radyasyon dozunda ışınlandı. Işınlanan diskler üzerine tekrar önısıtma işlemi uygulanarak OSL okumaları yapıldı. Bu işlem sırasıyla 9.1 Gy, 13 Gy, 26 Gy ve 65 Gy radyasyon dozları için tekrarlandı ve büyüme eğrileri elde edildi.

4.4.5 Işınlama işlemleri

ESR yöntemi ile doz belirleme ve tarihlendirme çalışması yapılabilmesi için numunelerin yapay olarak ışınlanması gerektiğinden, numuneler üzerine laboratuvar ortamında fiziksel işlemler uygulandıktan sonra, numune kaplarında saklanan dış minesi numuneleri üzerine ışınlama işlemi uygulanmıştır. Bu çalışmada, dış minesi numunelerinin farklı radyasyon dozu aralıklarında (5Gy – 9kGy) ışınlama işlemleri, Türkiye Atom Enerjisi Kurumu (TAEK), Çekmece Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi (ÇNAEM), Işınlama Birimi'nde bulunan ve hızı saatte 1.993 kGy/sa olan ^{60}Co \square -kaynağı ile gerçekleştirilmiştir ve numunelerin yuttuğu radyasyon doz miktarı kaynağın hızı baz alınarak belirlenmiştir.

4.4.6 Radyoaktivite analizi

Diş ve seramik numunelerinin yıllık doz hızını belirlemek için gerekli olan radyoaktivite analizi, Ankara Üniversitesi, Gama Spektroskopisi Laboratuvarı'nda bulunan Canberra GCW 4023 well-type model, %44,8 bağımlı, kuyu tipi Ge dedektörlü gama spektroskopisi (HPGe) ile gerçekleştirilmiştir.

BÖLÜM V

BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1 Giriş

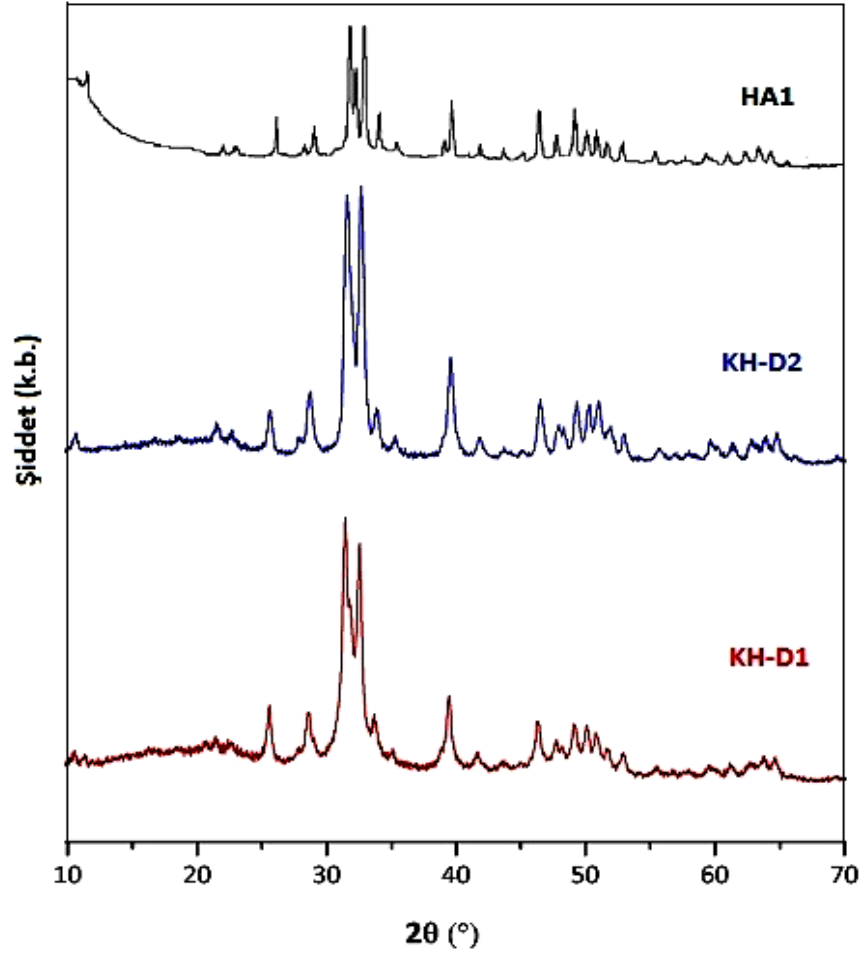
Bu bölümde, Niğde ili sınırları içerisinde yer alan Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan hayvan fosillerine ait diş numuneleri ile arkeolojik seramik numuneleri ile yapılan XRD, SEM, EDX, ESR, TL, OSL ölçüm sonuçları, elde edilen sonuçlara göre numunelere ait eşdeğer doz ile doz hızı değerlerinin belirlenmesi, numunelerin tarihlendirme çalışmalarıyla elde edilen yaş değerleri ve elde edilen bu sonuçların yorumları verilmiştir.

5.2 XRD Ölçümleri

Şekil 5.1’de Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan hayvan fosillerine ait iki adet diş minesine (KH-D1 ve KH-D2) ve literatürde yer alan genç diş minesine (HA1) (Reyes-Gasga vd, 2013) ait XRD desenleri görülmektedir. Şekil 5.1’de görüldüğü gibi, bu numunelere ait üç XRD deseni karşılaştırıldığında üç desende

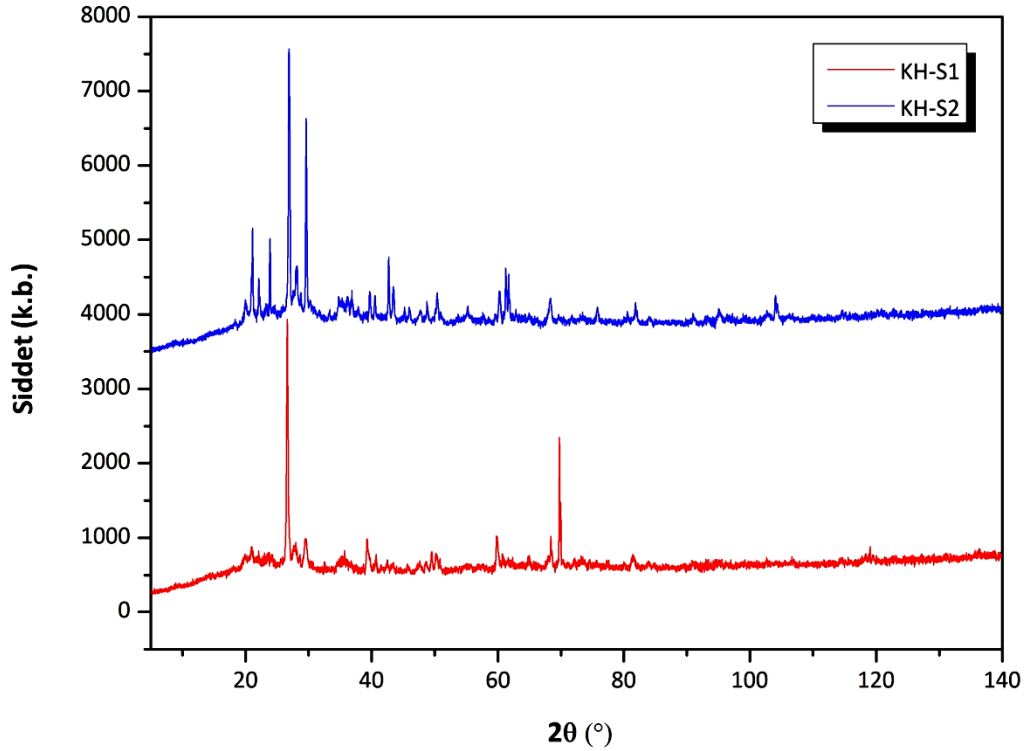
bulunan piklerin aynı açılara denk geldiği görülmektedir. Bu nedenle, diş numunesinin uzun zaman içinde hangi ortam içinde bulunursa bulunsun kristal yapısında çok fazla bir değişimin olmayacağı söylenebilir. Ayrıca, numunelerin yapılarında hidroksiapatit kristali dışında herhangi farklı bir mineralin varlığına rastlanmamıştır.

KH-D1 ve KH-D2 kodlu diş minesinin kristal yapıları, tamamiyle $P6_3/m$ uzay grubu simetrisine sahip hegzogonal bir yapıya sahip hidroksiapatit [$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$] biyomineral yapı faktörünü tanımlamaktadır. Diş minesinin histolojisi göz önüne alındığında numunelerin XRD desenlerinin literatür ile büyük bir uyum içinde olduğu görülmektedir.



Şekil 5.1. KH-D1, KH-D2, HA1 kodlu diş minesinin XRD desenleri

Diğer taraftan, Şekil 5.2’de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan çanak-çömlek parçalarından oluşan iki adet seramik numunesine ait XRD desenleri görülmektedir. Numunelerin elde edilen XRD sonuçlarına göre, yapılarında yoğun miktarda kuvars minerali olduğu gözlenmiştir. Fakat KH-S1 ve KH-S2 numuneleri üzerine herhangi bir kimyasal işlem uygulanmadan XRD desenleri elde edildiği için, yapılarında farklı tür minerallerin varlığına da rastlanmıştır. XRD desenlerinde elde edilen pikler incelendiğinde bu mineralin kalsiyum (Ca) içeriğine sahip olabileceği ve numunelerin gömülü kaldıkları süre boyunca çevresinde bulunan doğal kalsitlere maruz kaldığı belirlenmiştir. XRD desenlerinde gözlenen farklı mineraller, numuneler üzerine kimyasal işlem uygulanarak yok edilmeye çalışılmıştır. Numunelerin yapısında kuvars minerali dışında her hangi bir mineralin kalmadığına emin olunduktan sonra TL ve OSL ölçüm işlemleri gerçekleştirilmiştir.

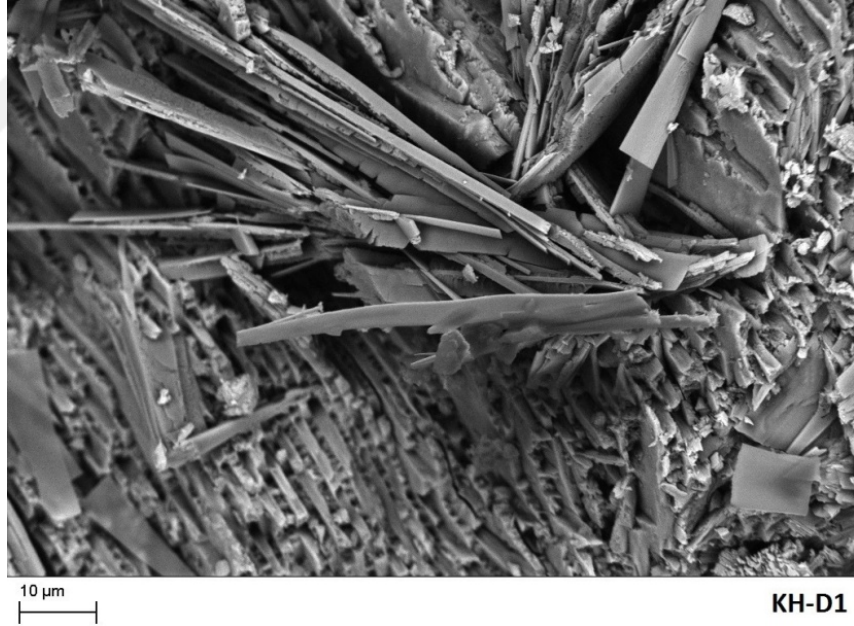


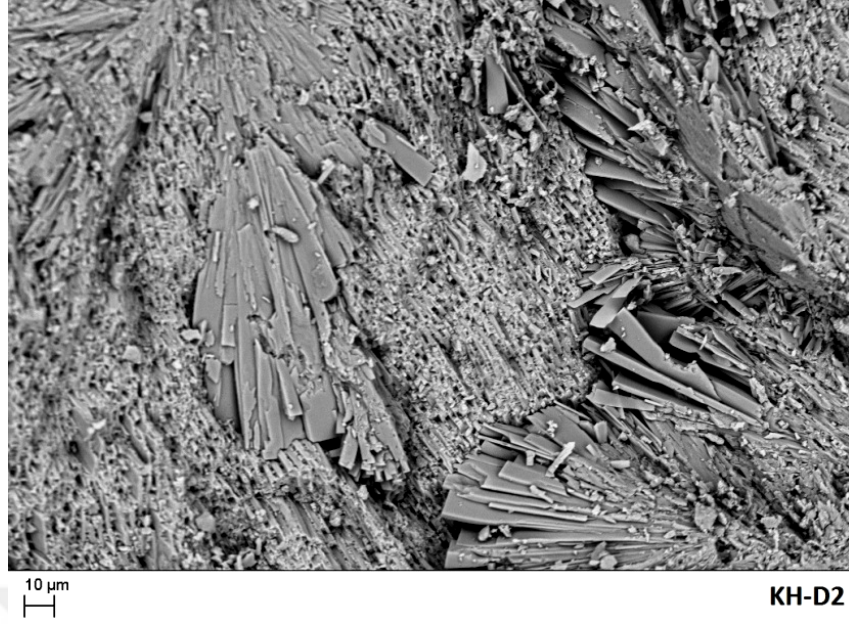
Şekil 5.2. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin XRD desenleri

5.3 SEM Ölçümleri

Şekil 5.3’de Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-D1 ve KH-D2 kodlu diş minesi numunelerinin 15 kV gerilim uygulanarak 10 μ m’de elde edilmiş olan SEM görüntüleri yer almaktadır.

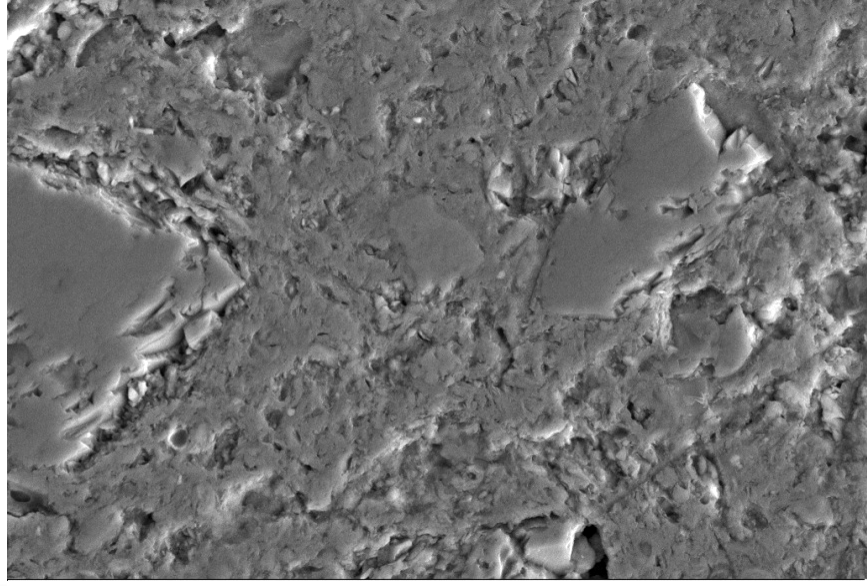
Çalışmada, KH-D1 ve KH-D2 kodlu katı formdaki diş minesi numunelerinin düz yüzey alan görüntüleri incelenmiştir. Her iki diş minesi numunesi içinde, hegzagonal kesitler şeklinde kümelenmiş hidroksiapatit kristal gruplarına rastlanmıştır. Şekilde 5.3’de görüldüğü gibi, her iki diş minesinin SEM görüntülerinde düz ve devamlı bir mine yüzeyi görülmemektedir. Bunun nedeni ise, numuneler kimyasal işlemlerden geçirildikten sonra SEM görüntüleri kaydedildiği için numunelerin yüzeyinde bulunan inorganik yapının bir kısmının kaybolmasıdır. Böylece, girintili çıkıntılı bir görünüme sahiplerdir. Ayrıca, mine yüzeylerine etki eden asitlerden dolayı prizmatik yapıdaki kristaller çözünerek yüzey üzerinde küçük delikler oluştuğu da görülmektedir.



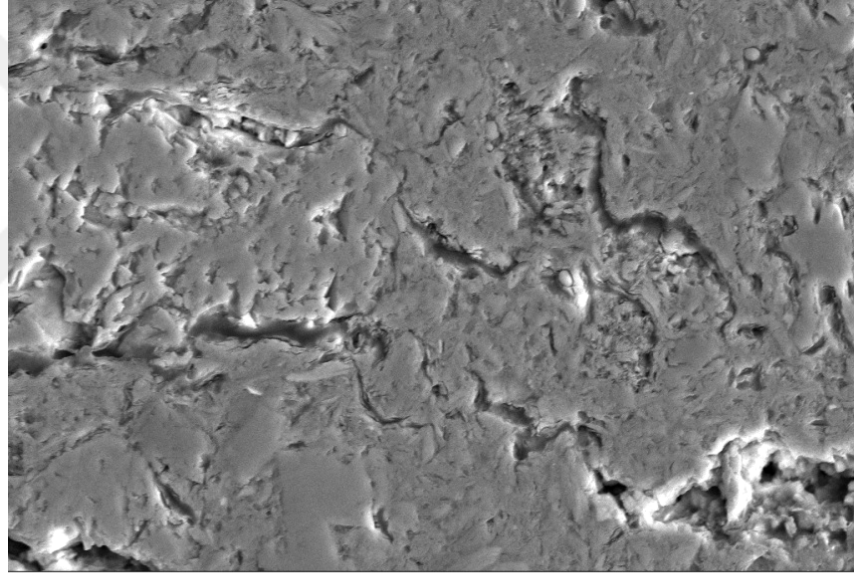


Şekil 5.3. KH-D1 ve KH-D2 kodlu dış minesı numunelerının SEM görüntüleri

Benzer şekilde, Şekil 5.4’de Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin 15 kV gerilim uygulanarak 10 µm’de elde edilmiş olan SEM görüntüleri yer almaktadır. Şekilde 5.4’de görüldüğü gibi, seramik numunelerinin SEM ölçümleri sonucu elde edilen yüzey görüntüleri girintili çıkıntılıdır. Bunun nedeni ise, numune hazırlama işlemlerinde seramik numunelerinin yüzeyleri bir eğe ile kazındığı için düz bir yüzey görülmemektedir.



KH-S1

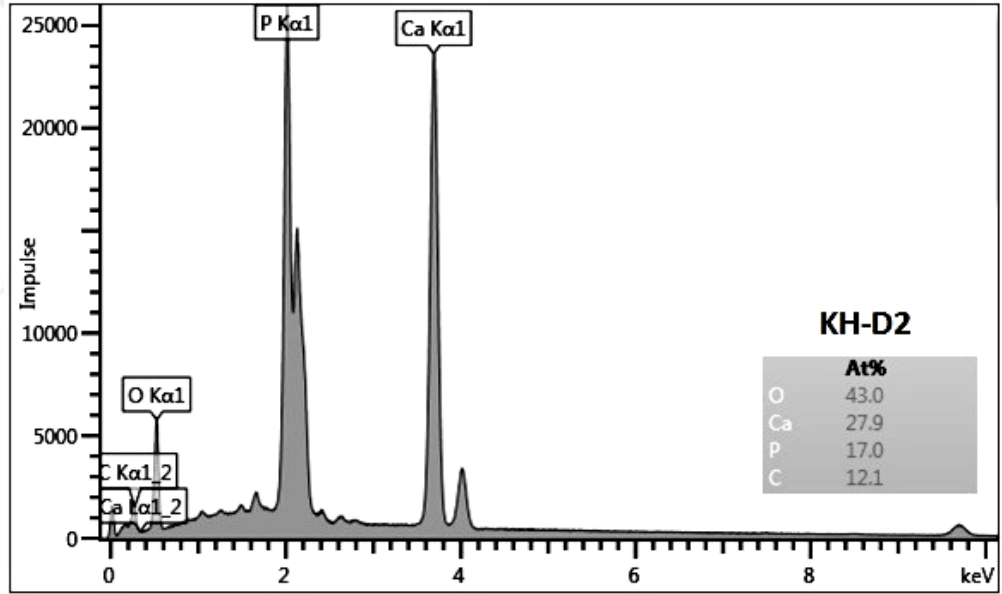
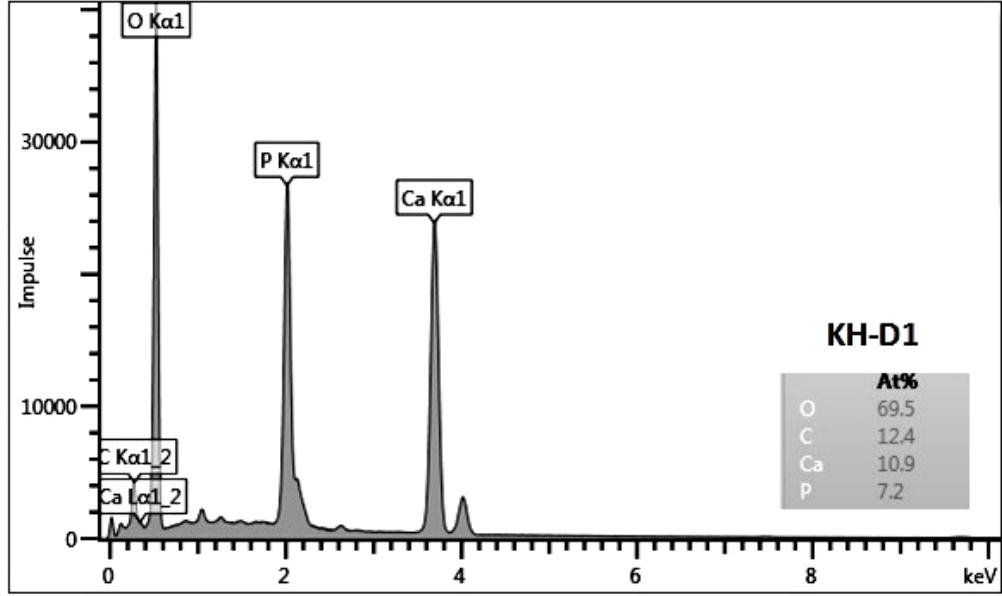


KH-S2

Şekil 5.4. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin SEM görüntüleri

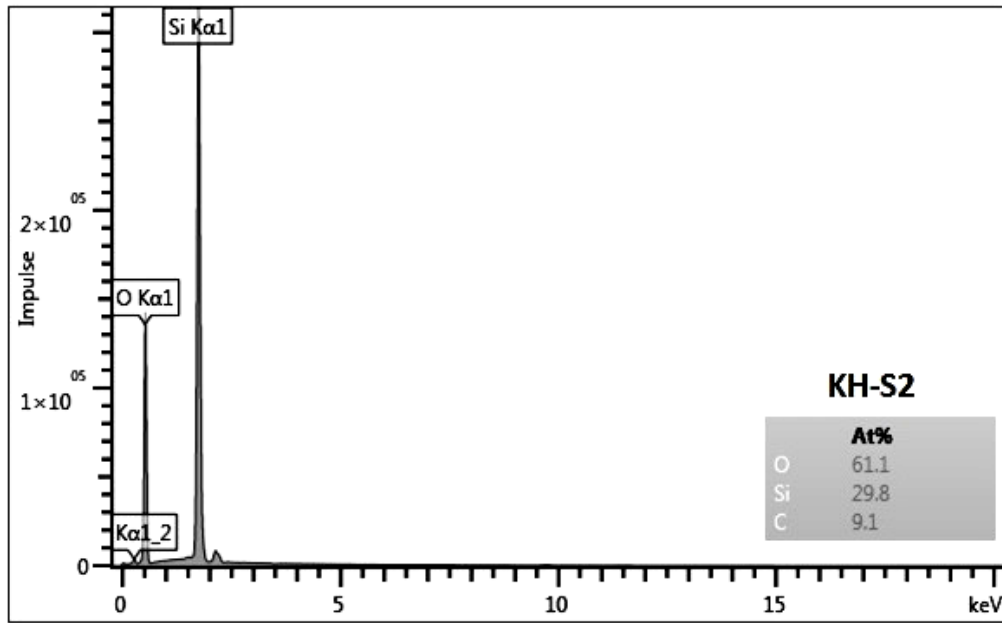
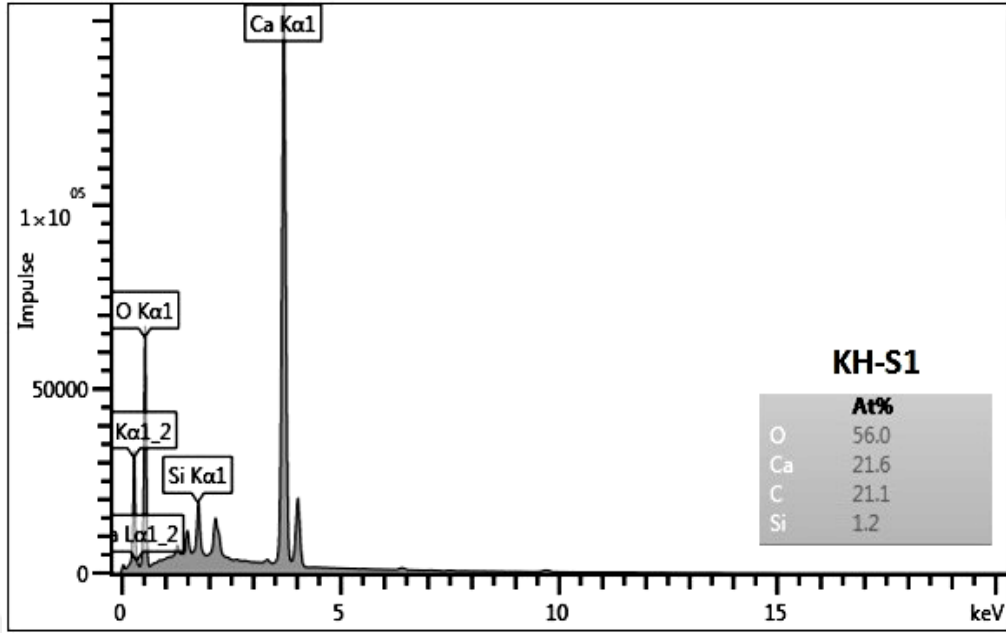
5.4 EDX Ölçümleri

Şekil 5.5’de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-D1 ve KH-D2 kodlu diş minesini numunelerine ait EDX ölçümleri yer almaktadır. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, her iki numune içinde de yüzde olarak yoğun bir şekilde kalsiyum (Ca), fosfor (P), karbon (C) ve oksijen (O) elementlerinin varlığı gözlenmiştir ve bu elementlerin hidroksiapatit kristalleri ile doğrudan ilişkili olduğu saptanmıştır.



Şekil 5.5. KH-D1 ve KH-D2 kodlu dış minesı numunelerının EDX sonuçları

Diğer taraftan, Şekil 5.6'de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerine ait EDX ölçümleri yer almaktadır. Şekil 5.6'da görüldüğü gibi, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numuneleri yüzdece yoğun bir şekilde oksijen (O), silisyum (Si) ve karbon (C) elementlerine rastlanmıştır. Bu durum, silikon dioksit (SiO_2) kristal formları arasında en yaygın olan kuvars minerallerin seramik numuneleri içinde bulunduğunu göstermektedir. Diğer bir ifade ile seramik numunelerinin kuvars minerali açısından oldukça zengin olduğu görülmektedir.



Şekil 5.6. KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin EDX sonuçları

KH-S1 kodlu seramik numunesinde yer alan kalsiyum (Ca) elementi, materyalin gömülü bulunduğu süre boyunca doğada bulunan doğal kalsitlere maruz kaldığını göstermektedir. Her iki numune içinde yer alan karbon (C) elementi ise yine materyallerin gömülü buldukları süre boyunca çevrelerinde bulunan organik bileşenlerin yapı içine etki ettiğini ifade etmektedir. Seramik numunelerinin EDX ölçümleri, numuneler üzerine herhangi bir kimyasal işlem uygulanmadan kaydedildiği

için kalsit ve organik yapılara rastlanması beklenen bir durumdur. Bu nedenle, seramik numunelerinin gömülü kaldıkları süre boyunca içlerinde bulunan diğer kalsit/karbonat içerikli bileşenlerinden arındırması için %10'luk hidroklorik asit (HCl) çözücüsü ve daha sonra içlerinde bulunan organik bileşenlerden arındırmak üzere %35'lik hidrojen peroksit (H₂O₂) çözücüsü uygulanmıştır. Tarihlendirme çalışması için gerekli olan eşdeğer doz ölçümlerinde kullanılan numunelerin saf kuvars minerali olmasına dikkat edilmiştir.

5.5 ESR Ölçümleri

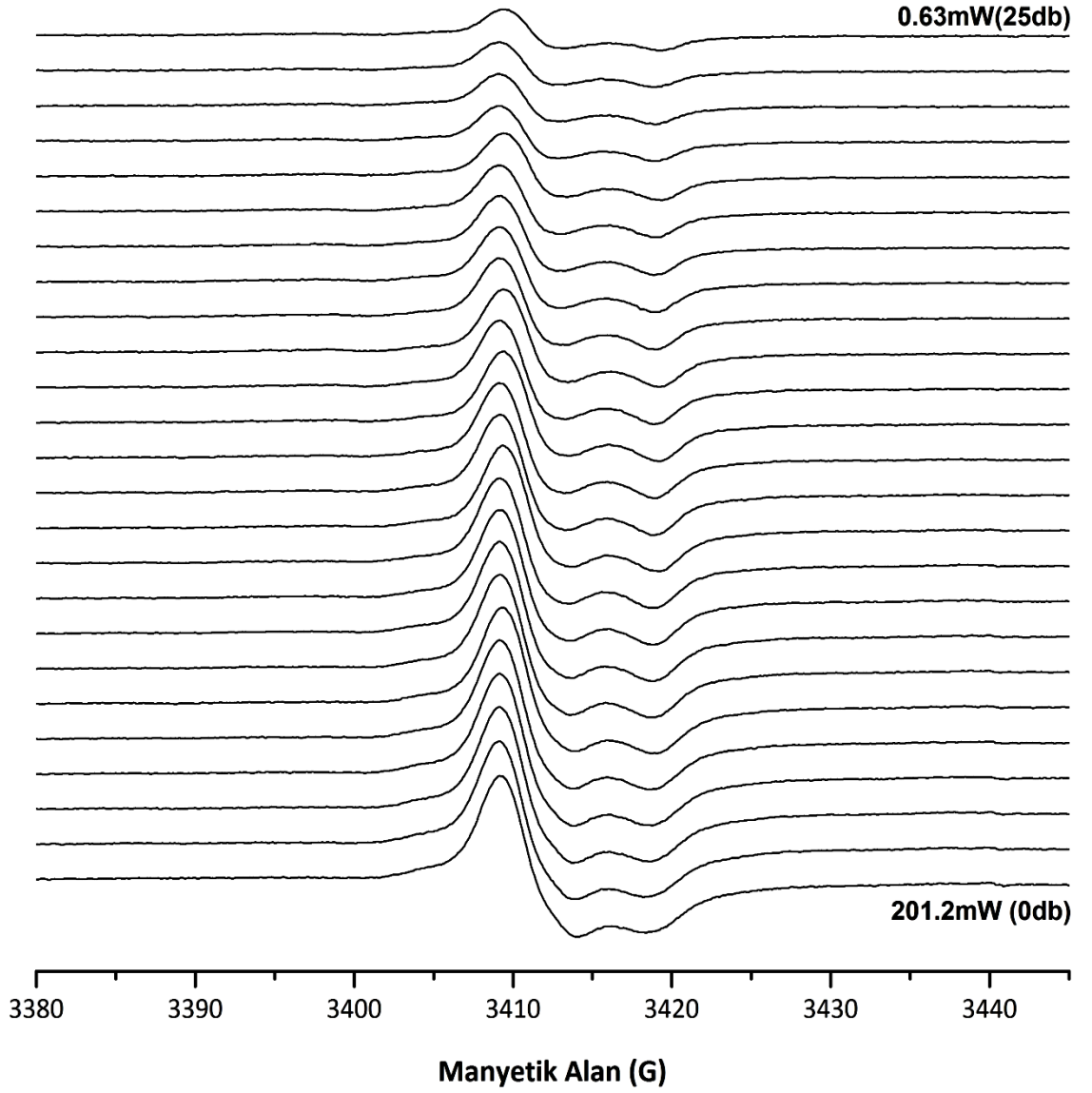
5.5.1 ESR deney koşullarının belirlenmesi

Manyetik alanın bir fonksiyonu olan ESR sinyalinin şiddet yoğunluğunu etkileyen, mikrodalga gücü ve modülasyon genliği gibi birçok önemli parametre bulunmaktadır. Bu çalışmada, diş minesinin ESR sinyal şiddetini etkileyen en belirleyici parametreler incelenerek çalışma için en uygun deney koşulları belirlenmiştir.

5.5.1.1 Mikrodalga gücünün belirlenmesi

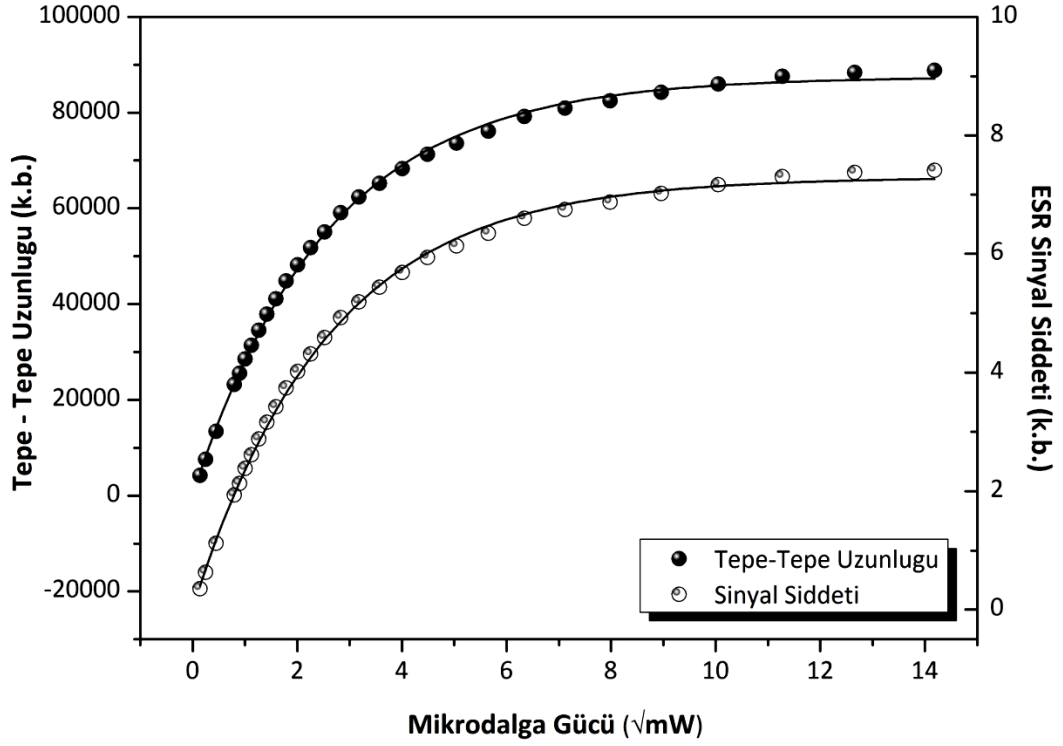
Bu çalışmada Şekil 5.7'de görüldüğü gibi, 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesinin numunesinin farklı mikrodalga güç (0.063mW, 0.202mW, 0.803mW, 1.01mW, 1.27mW, 1.60mW, 2.01mW, 2.53mW, 3.19mW, 4.02mW, 5.07mW, 6.37mW, 8.02mW, 10.11mW, 12.75mW, 16.06mW, 20.17mW, 25.45mW, 31.96mW, 40.24mW, 50.65mW, 63.77mW, 80.28mW, 101.1mW, 127,2mW, 160.2mW, 201.2mW) değerlerinde ESR spektrumları kaydedilmiştir.

Şekil 5.7'de de görüldüğü gibi, mikrodalga gücü arttıkça, numunenin kaydedilen ESR sinyallerinin şekillerinde bozulmalar gözlenmiştir. Bu bozulmalar daha önceki bölümde bahsedildiği gibi, yüksek mikrodalga güç değerlerinde güç doygunluğunun gözlemlendiğinin bir göstergesidir.



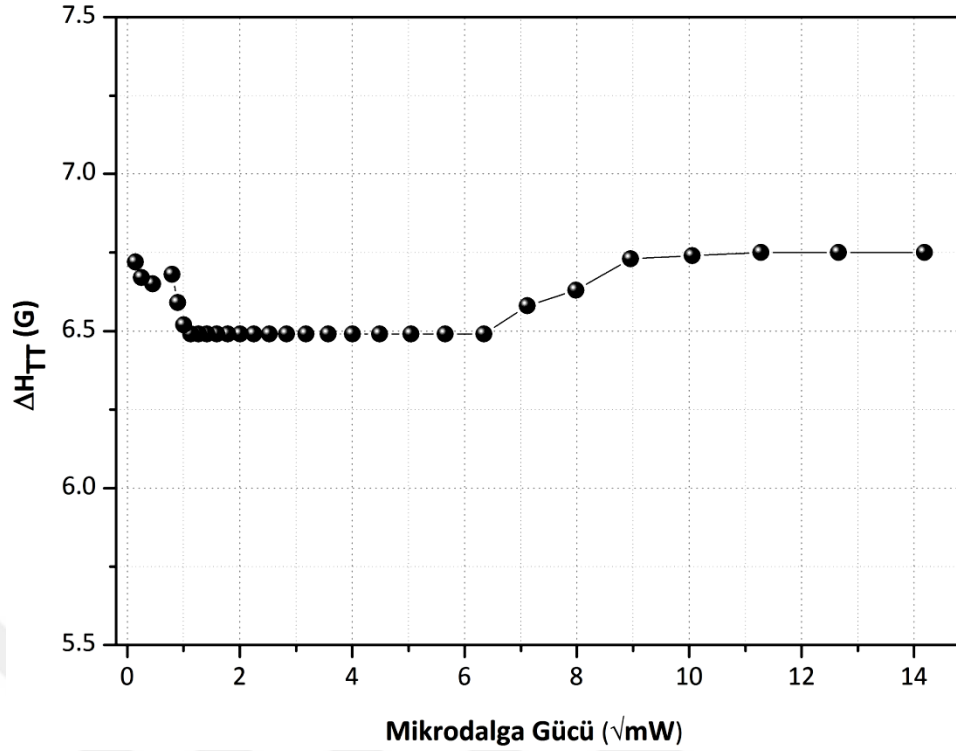
Şekil 5.7. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı mikrodalga güç değerlerinde manyetik alan şiddetine göre kaydedilmiş ESR spektrumları

KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR sinyal şiddetinin mikrodalga gücüne bağlılığı incelendiğinde (Şekil 5.8); düşük mikrodalga güç değerlerinde, sinyal şiddetinin mikrodalga güç değerlerinin karakökü ile orantılı olarak lineer bir şekilde artış gösterdiği, fakat yüksek mikrodalga güç değerlerinde ise doyuma ulaştığı deneysel olarak gözlenmiştir. Benzer durum, ESR sinyalinin tepe - tepe (peak-to-peak) uzunluğunun mikrodalga gücüne göre değişiminde de görülmektedir.



Şekil 5.8. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının şiddetinin ve tepe-tepe uzunluğunun karekök mikrodalga gücüne göre değişimi

Diğer taraftan Şekil 5.9, diş minesi numunesinin ESR sinyal şiddetinde gözlenen manyetik alan bileşenindeki değişiminin (çizgi genişliği) ($\square H_{TT}$), mikrodalga gücüne göre değişimini göstermektedir. 0.063mW değeri ile 201.2mW değeri arasında yer alan farklı mikrodalga gücü değerlerinde kaydedilen spektrumlar sonucu elde edilen grafiğe göre, ~1.27mW değeri ile ~40.24mW değerleri arasında bulunan mikrodalga gücü değerlerinde ESR sinyal şiddetinin manyetik alan bileşenindeki değişimin sabit değerler aldığı gözlenmiştir. Bu istenen bir durumdur ve bundan dolayı, deneysel çalışmada yapılan ölçümlerde bu mikrodalga güç aralığında yer alan değerlerin, çalışma için en uygun değerler olduğu öngörülmüştür.

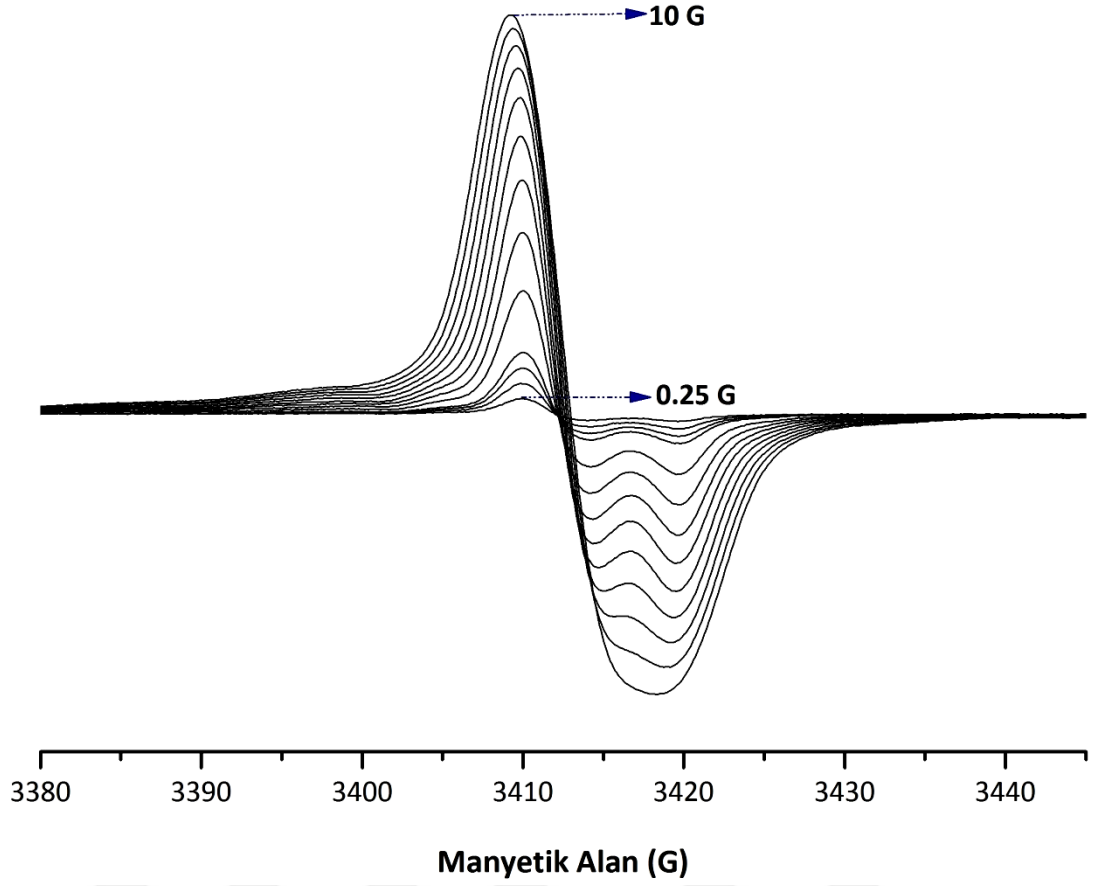


Şekil 5.9. 500 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesinin ESR spektrumlarının ΔH_{TT} değişiminin karekök mikrodalga gücüne göre değişimi

5.5.1.2 Modülasyon genliğinin belirlenmesi

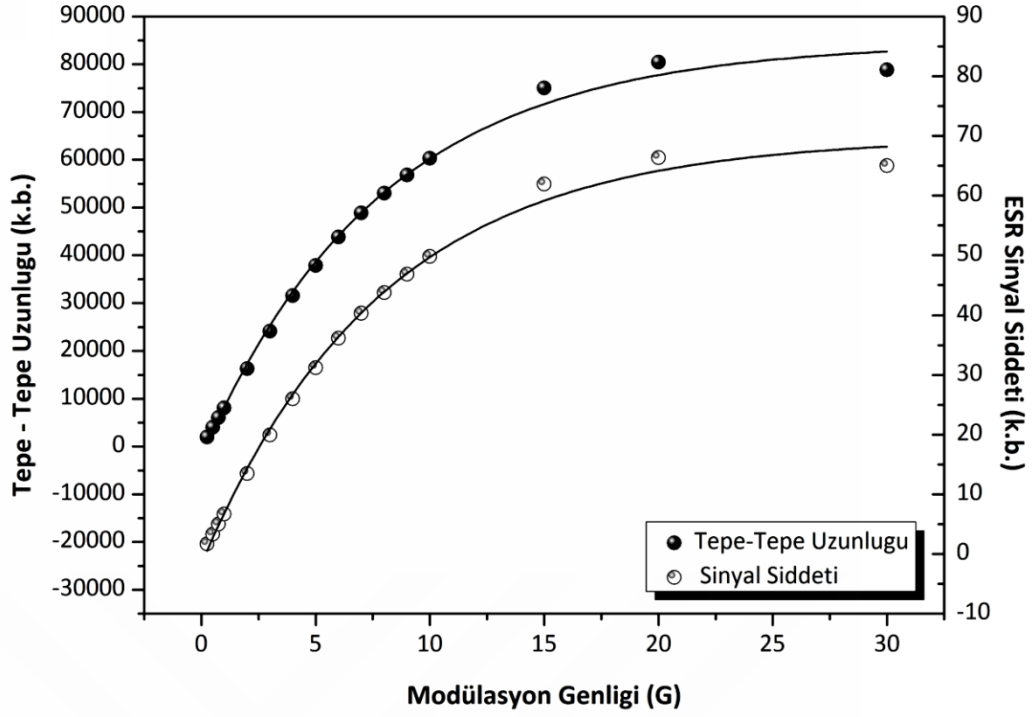
Bu çalışmada, 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesinin farklı modülasyon genliği değerlerinde (0.25G, 0.50G, 0.75G, 1G, 2G, 3G, 4G, 5G, 6G, 7G, 8G, 9G, 10G) ESR spektrumları kaydedilmiştir (Şekil. 5.10)

Şekil 5.10 'de görüldüğü gibi, modülasyon genliği arttıkça ESR sinyalinin şeklinde bozulmalar gözlenmiştir. Düşük modülasyon genliği değerlerinde beklenen tarihlendirme sinyali açıkça görülmektedir. Fakat modülasyon genliği arttıkça, spektrumun alt tarafında yer alan iki yarılma piki giderek tek bir pik halinde gözlenmeye başlamıştır. Bunun nedeni, yüksek modülasyon genliği değerlerinde iki yarılma pikinin çizgi genişlikleri modülasyon genliği değerleri ile karşılaştırıldığı zaman, piklerin çizgi genişliklerinin modülasyon genliği değerinden küçük olmasıdır. Bundan dolayı, yüksek modülasyon genliği değerlerinde iki pik arasındaki mesafe kapanarak tek bir pik şeklinde görülmeye başlanmıştır.



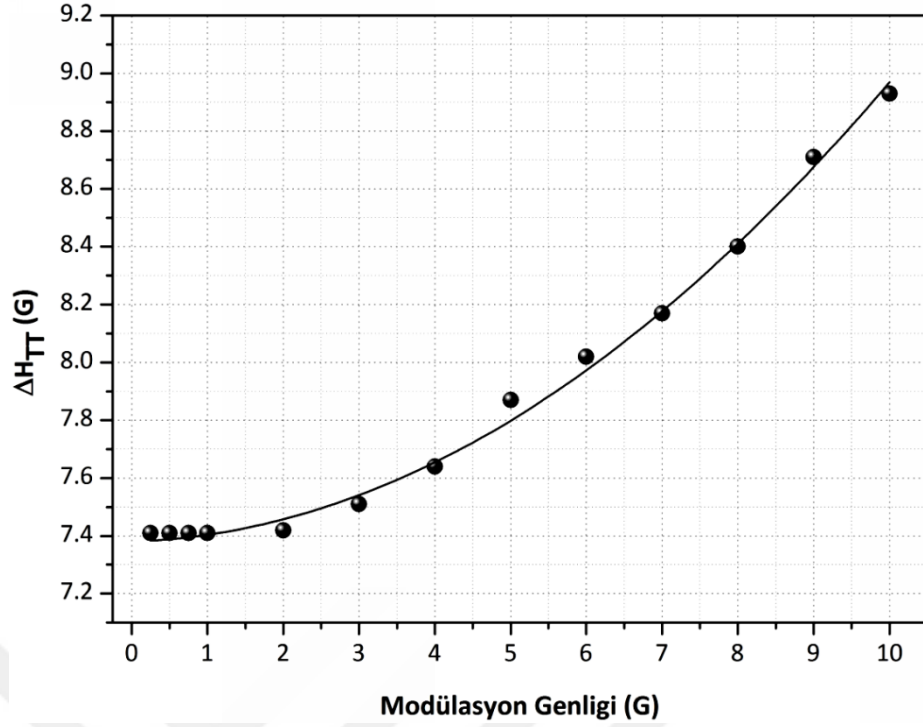
Şekil 5.10. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı modülasyon genliklerinde manyetik alan şiddetine göre kaydedilmiş ESR spektrumları

Ayrıca, modülasyon genliğinin sinyal şiddeti ile doğru orantılı arttığı da Şekil 5.11’de görülmektedir. Modülasyon genliği arttıkça spektrumun alt tarafında yer alan iki yarılma piki arasındaki mesafe kapanana kadar sinyal şiddeti artış gösterirken, iki yarılmanın birleşerek tek bir yarılma piki halinde gözlemlendiği andan itibaren sinyal şiddeti sabit kalmıştır.



Şekil 5.11. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının şiddetinin ve tepe-tepe uzunluğunun modülasyon genliğine göre değişimi

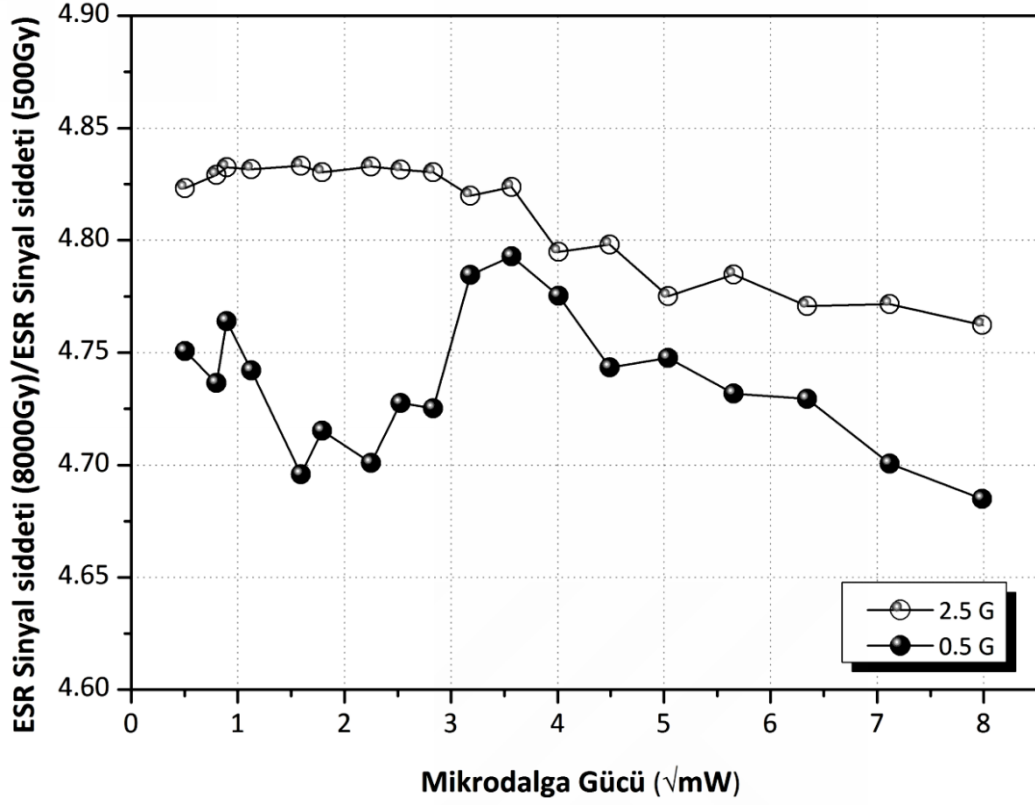
Şekil 5.12’de, ESR sinyal şiddetinde gözlenen manyetik alandaki değişimin ($\square H_{TT}$), modülasyon genliğine göre değişimi görülmektedir. 0.25 G ile 10 G arasında değişen farklı modülasyon genliği değerlerinde kaydedilen spektrumlar sonucu elde edilen grafiğe göre, ~ 2G modülasyon genliği değerine kadar, $\square H_{TT}$ değerlerinin sabit olduğu ve bu değerden sonra keskin bir şekilde artış gösterdiği görülmektedir. Bu grafik, yukarıda da bahsedildiği gibi, diş minesi numunesine ait tarihlendirme sinyali için en uygun modülasyon genliği değerinin ~2.5G ve bu değer altındaki değerler olduğunu açıkça göstermektedir.



Şekil 5.12. 1000 Gy ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin ESR spektrumlarının ΔH_{TT} değişiminin modülasyon genliğine göre değişimi

Diğer taraftan, bu çalışmada mikrodalga gücü ile modülasyon genliği değerlerinin radyasyona bağlılığının ESR sinyal şiddeti üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bunun için, yüksek radyasyon dozu (8000Gy) ile düşük radyasyon dozu (500Gy) olmak üzere iki farklı doz değerinde ışınlanmış iki diş minesi numunesinin farklı mikrodalga güç değerleri ile farklı modülasyon genliği değerlerinde ESR spektrumları kaydedilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan mikrodalga güç değerleri $\sim 0.25\text{mW}$ ile $\sim 64\text{mW}$ arasında değişmektedir. Yüksek ve düşük dozda ışınlanmış iki numune için, her bir mikrodalga güç değerinde düşük (0.5G) ve yüksek (2.5G) modülasyon genliği değerleri için ayrı ayrı ESR spektrumları kaydedilmiştir. Yüksek ve düşük doz değerleri için iki farklı modülasyon değeri için elde edilen ESR spektrumlarının şiddetleri birbirlerine oranlanarak, ölçülen mikrodalga güç değerlerine göre grafikleri çizilmiştir (Şekil 5.13).

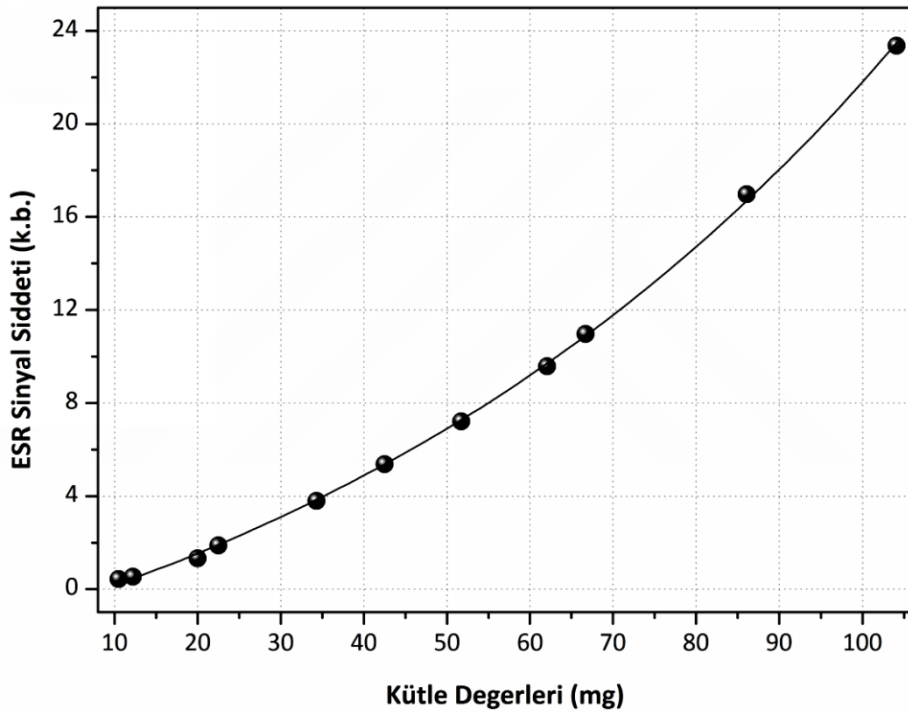


Şekil 5.13. Yüksek doz (8000Gy) değeri ile düşük doz (500Gy) değerinde ışınlanmış KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı iki modülasyon genliği değerinde elde edilen ESR sinyal şiddetlerinin karekök mikrodalga gücüne göre değişimi

Şekil 5.13’de görüldüğü gibi, yüksek doz değerinde elde edilen sinyal şiddetinin düşük doz değerinde elde edilen sinyal şiddetine oranına bakıldığı zaman, 0.5 modülasyon genliği değerinde bu oranın yaklaşık $\sim 12mW - 13mW$ mikrodalga güç değerlerine kadar oldukça değişkenlik gösterdiği ve daha sonra mikrodalga gücü arttıkça oranın hızlı bir şekilde azalmaya başladığı görülmektedir. Fakat 0.5G modülasyon genliğinin aksine, 2.5G modülasyon genliği değerinde elde edilen sinyal şiddeti oranı yaklaşık $\sim 12mW - 13mW$ mikrodalga güç değerlerine kadar fazla değişkenlik göstermeden sabit kalmıştır ve daha sonra mikrodalga gücü arttıkça oran azalmaya başlamıştır. Bu nedenle ve elde edilen sonuçlara göre, bu çalışmada kullanılan numunelerin sahip olduğu eşdeğer doz değerini belirlemek için, 0.5G değerinden yüksek modülasyon genliği ve makul mikrodalga güç ($\sim 10mW$) değerlerinin kullanılmasının daha uygun olduğu görülmüştür. Ancak, yukarıda da bahsedildiği gibi, modülasyon genliği değerinin sinyalin çizgi genişliğinden daha büyük olmamasına dikkat edilmiştir.

5.5.1.3 Numune kütlesinin ESR sinyali üzerindeki etkisi

Bu çalışmada, Şekil 5.14’de görüldüğü gibi, kütle etkisinin neden olduğu belirsizlikleri gözlemlemek için farklı kütle değerlerine sahip dış minesi numunelerinin ESR sinyal şiddetlerindeki değişim incelenmiştir. Bunun için, sekiz farklı kütle değerlerinde dış minesi numuneleri tartılıp kuartz tüpler içerisine yerleştirilmiş ve ESR spektrumları kaydedilmiştir.



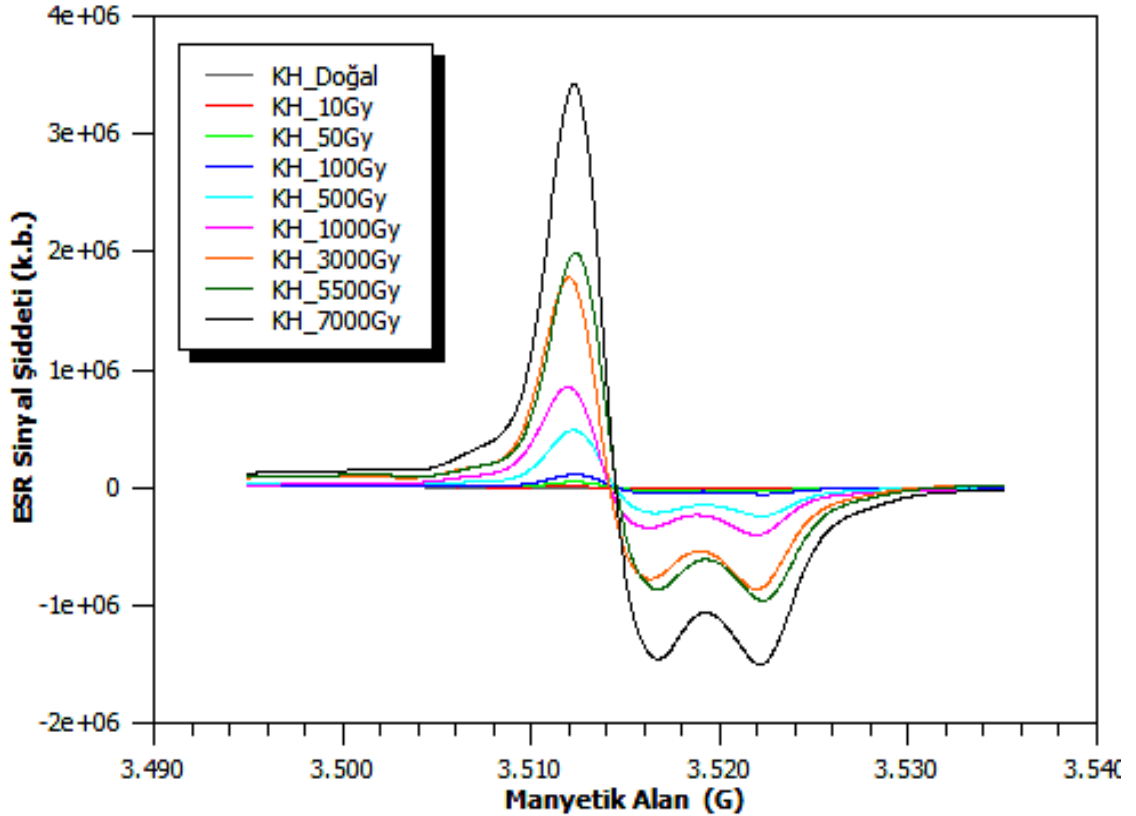
Şekil 5.14. ESR sinyal şiddetinin toz dış minesi kütle değerlerine göre değişimi

Şekil 5.14’de de görüldüğü gibi, kütle değeri arttıkça ESR sinyalinde de artış gözlenmektedir. Bunun nedeni ise, kavite içerisine yerleştirilen numune tarafından soğrulan mikrodalga enerjisi ile spin sistemi arasındaki ilişkinin ESR sinyal şiddeti üzerindeki etkisidir. Numune miktarı arttıkça, numune tarafından daha fazla mikrodalga enerjisi soğrulmuştur ve böylece daha fazla spin geçişi gözlenmiştir. Bu spin geçişleri de ESR sinyali üzerinde, sinyal şiddeti olarak kendini göstermektedir.

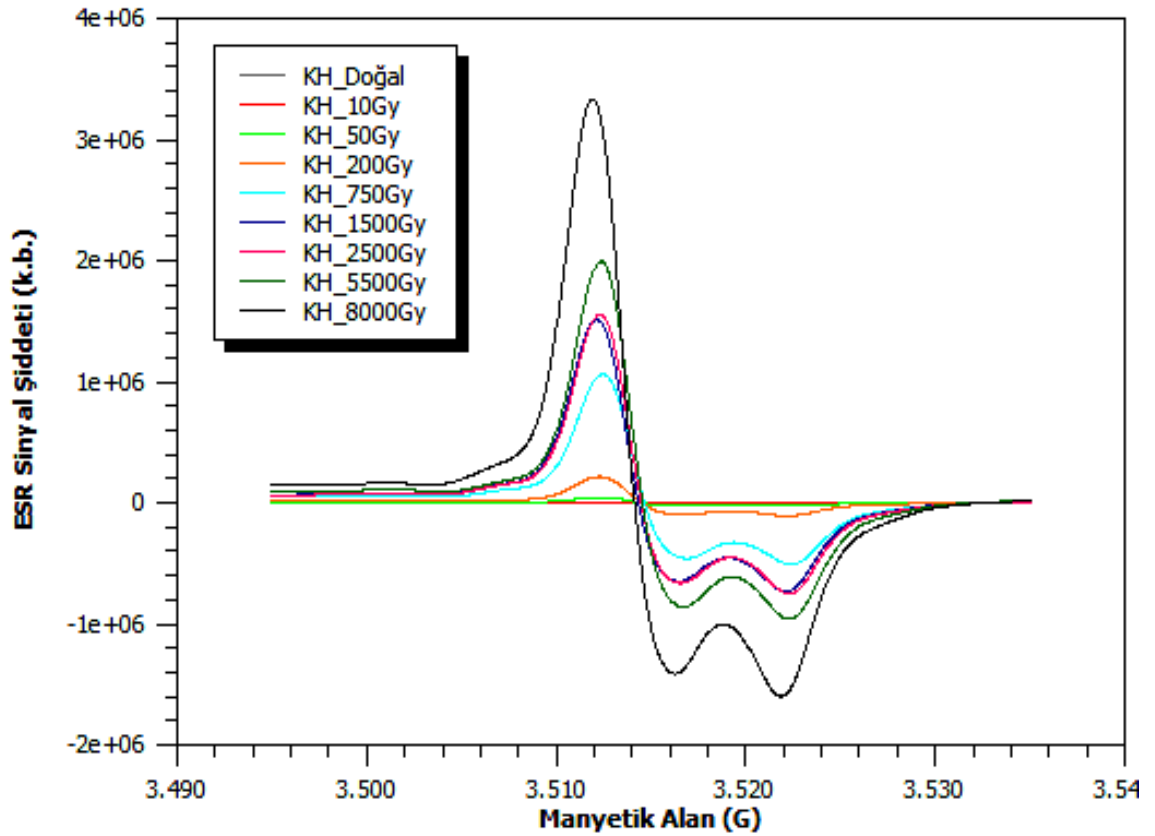
5.5.2 Diş minesi numunelerinin ESR spektrumları

Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan hayvan fosillerine ait iki adet diş minesinin farklı radyasyon dozlarında kaydedilmiş ESR spektrumları Şekil 5.15’de ve Şekil 5.16’da yer almaktadır.

Toz halinde hazırlanıp kuartz tüpler içerisine yerleştirilen diş minesi numunelerinin ESR spektrumları kaydedilmeden önce, numunelerin anizotropik davranış gösterip göstermediği incelenmiştir. Bunun için, derece bölmeli ve 360° dönebilen bir gonyometre kullanılarak kuartz tüp içerisine yerleştirilmiş numuneler manyetik alan içerisinde 30°’ar derece aralıklar ile döndürülerek ESR spektrumları kaydedilmiştir. Yapılan bu deney sonucunda herhangi bir anizotropik davranış gözlenmemiş ve farklı dozlarda ışınlanmış numunelerin ESR spektrumları oda sıcaklığında kaydedilmiştir.



Şekil 5.15. KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin farklı radyasyon dozlarında kaydedilmiş ESR spektrumları

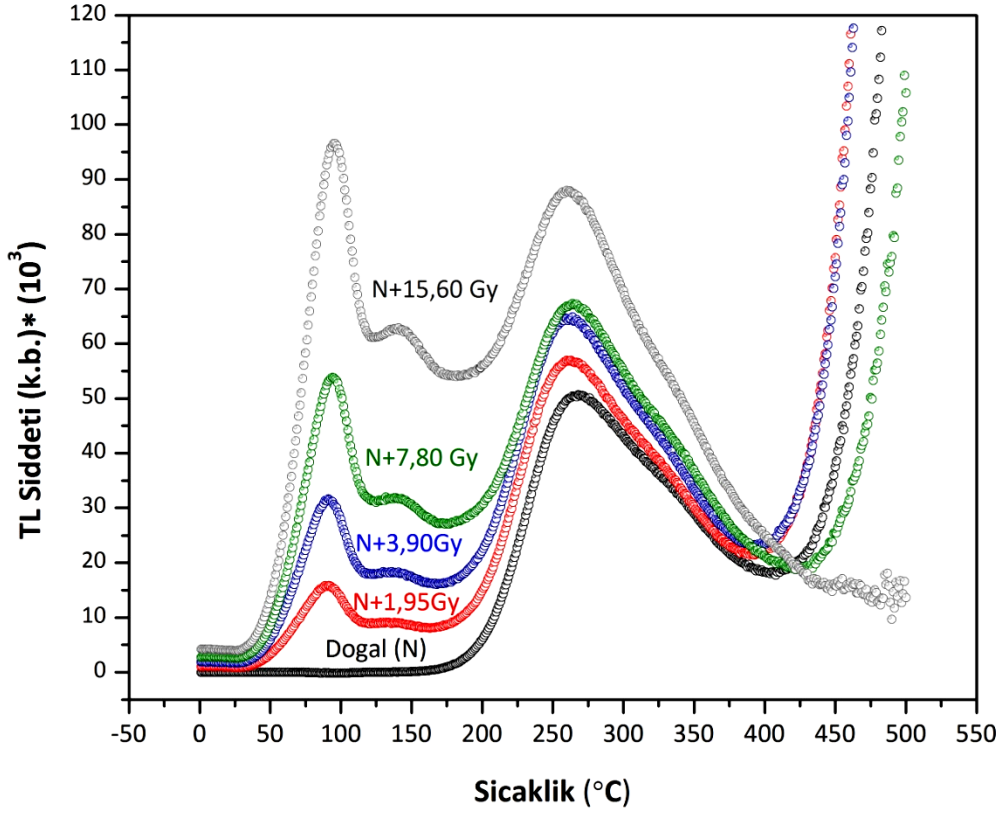


Şekil 5.16. KH-D2 kodlu diş minesinin farklı radyasyon dozlarında kaydedilmiş ESR spektrumları

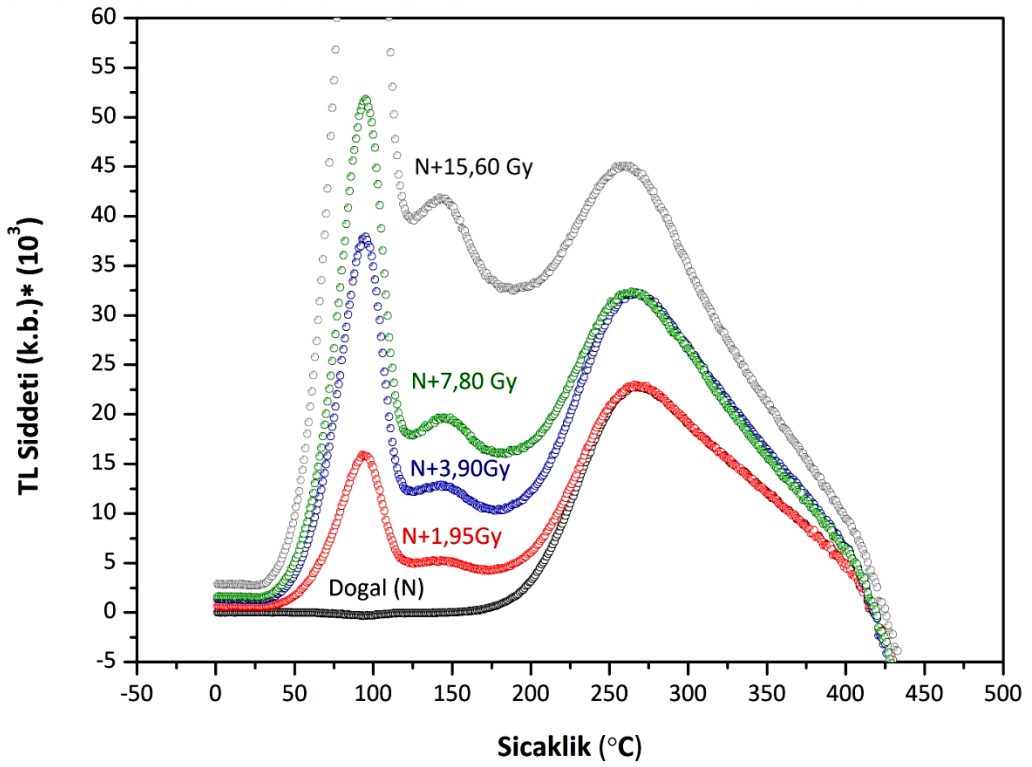
5.6 TL Ölçümleri

Şekil 5.17’de ve Şekil 5.18, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerine ait doğal doz değerinde elde edilen TL parıldaama eğrileri ile doğal doz değeri üzerine farklı radyasyon dozlarının eklenmesiyle elde edilen TL parıldaama eğrileri görülmektedir.

Numunelere ait parıldaama eğrileri incelendiğinde, numunelerin doğal doz değerinde elde edilen ışıldaama eğrilerinin şiddetleri, numunelerin uzun süre toprak altında kalarak doğal radyasyona maruz kaldığını göstermektedir. Numunelerin doğal doz değerleri üzerine yapay radyasyon dozları eklenmesiyle elde edilen parıldaama eğrilerinin şiddetlerinin ise artan radyasyon dozu ile doğru orantılı olarak arttığı ve şekillerinde bir değişiklik olmadığı görülmektedir.



Şekil 5.17. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S1 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu TL parıldama eğrileri



Şekil 5.18. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S2 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu TL parıldama eğrileri

Elde edilen parıldama eğrilerinde, KH-S1 numunesinin 265 °C’de, KH-S2 numunesinin ise 270 °C’de baskın bir TL piki verdiği görülmektedir. Literatürde, TL yöntemi ile yapılan dozimetri ve tarihlendirme çalışmalarında 200 °C’nin altındaki sıcaklık değerlerinde elde edilen parıldama eğrilerinin dozimetri ve tarihlendirme çalışmaları için uygun olmadığı belirtilmektedir. Bunun nedeni ise, iletkenlik bandına yakın yarı kararlı enerji düzeylerinde bulunan elektronların, diğer bir deyişle sığ tuzaklarda bulunan elektronların yaşam süresinin derin tuzaklarda bulunan elektronlara oranla daha kısa olmasıdır. Bu yüzden, 200 °C’den daha düşük sıcaklıklarda ışıma eğrisi veren tuzaklardaki elektronların, yüksek sıcaklıklara çıkıldıkça tuzaklardan kurtulma durumu söz konusu olduğu için, tarihlendirme ve dozimetri çalışmalarında 300 °C’ye kadar yada daha yüksek sıcaklıklarda oluşan kararlı ısı eğrilerinin uygun olduğu belirtilmektedir. Bu çalışmada kullanılan numunelerin TL ölçümleri sonucu elde edilen parıldama eğrileri, numuneler üzerinde tarihlendirme yapılabileceğini açıkça göstermektedir.

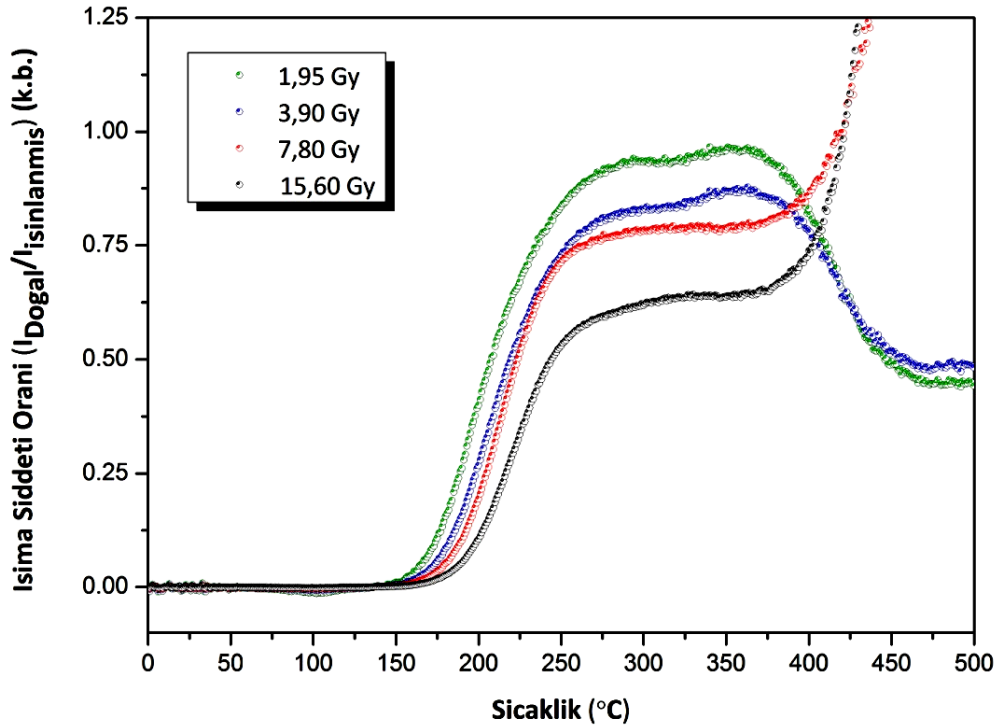
5.6.1 Plato testi

Bu çalışmada, TL ölçümleri sonucunda elde edilen parıldama eğrileri ile numunelerin tarihlendirilmesinde ve eşdeğer doz değerinin hesaplanmasında dikkate alınacak sıcaklık değerlerini belirlemek için plato testi yapıldı.

Plato testi, literatüre uygun bir şekilde her bir numune ve her bir doz değeri için ayrı ayrı uygulandı. Bu teste göre, yukarıda bahsedilen ve Şekil 5.17 ve şekil 5.18 de görülen numunelerin doğal doz değerinde ve doğal doz + yapay ışınlama dozu değerlerinde 0 - 500 °C sıcaklık aralığında TL okumaları yapılarak parıldama eğrileri elde edildi. Daha sonra, elde edilen parıldama eğrilerinden doğal doz sinyal şiddeti ile her bir doz değerinde elde edilen sinyal şiddetleri karşılaştırıldı ve her bir sıcaklık değeri için $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ sinyal şiddetleri birbirine oranlandı. Elde edilen bu oran ile sıcaklık-sinyal değişim eğrisi elde edilerek, oranın sabit değer aldığı (düz olarak gözlendiği bölge) bölge plato bölgesi olarak adlandırıldı.

Daha önceden de bahsedildiği gibi, TL tarihlendirme çalışmalarında elde edilen ışıltama eğrilerinde 0 - 200 °C sıcaklık aralığında tuzaklar kararsız ve yaşam ömürleri kısa olduğu için, 200 °C itibaren 300 °C'ye kadar yada daha yüksek sıcaklıklarda oluşan kararlı parıldama eğrileri dikkate alınmaktadır. Bu nedenle plato testinde, numunelerin parıldama eğrilerinden elde edilen $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ sinyal şiddetleri 200 °C itibaren değerlendirilerek belirlenmiştir.

Şekil 5.19'da, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 kodlu arkeolojik seramik numunesinin plato testi için elde edilen sıcaklık - $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ sinyal değişim eğrisi görülmektedir.

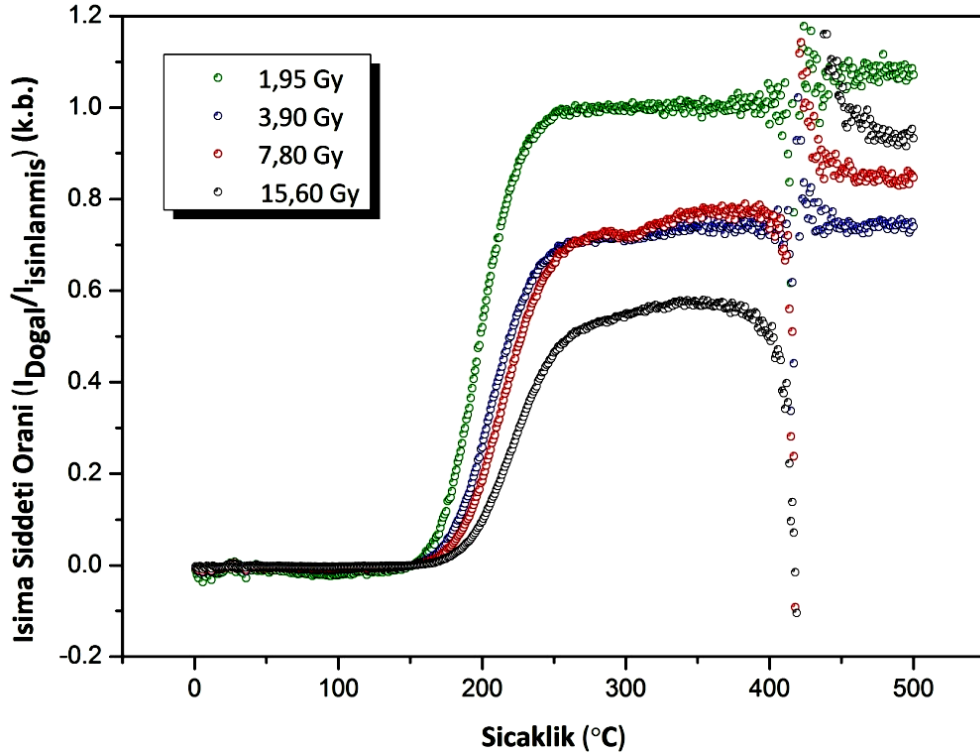


Şekil 5.19. KH-S1 kodlu numunenin plato testi sonucu

Şekil 5.19'te görüldüğü gibi, yaklaşık 200 °C'den itibaren sıcaklık arttıkça $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ oranı kararlı bir şekilde yükselmektedir. Fakat bu oranın, 250°C'den itibaren 400°C sıcaklık değerine kadar düz bir çizgi şekli aldığı görülmektedir. Bu çalışmada, bu aralık plato bölgesi olarak tanımlanmıştır. Bunun anlamı, numuneler gömülü kaldıkları süre boyunca platonun başladığı noktadan

itibaren tuzakların boşalmadığı, derin tuzakların bu bölgede olduğu ve bu bölgedeki tuzakların yaşam sürelerinin numunelerin yaşı ile doğrudan ilişkili olduğudur. Bu nedenle plato testi sonuçlarına göre, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 kodlu arkeolojik seramik numunesinin eşdeğer doz değerlerini belirlemek için en uygun integrasyon aralığının 250 – 400 °C olduğu belirlenmiştir.

Şekil 5.20’de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S2 kodlu arkeolojik seramik numunesinin plato testi için elde edilen sıcaklık - $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ sinyal değişim eğrisi görülmektedir.

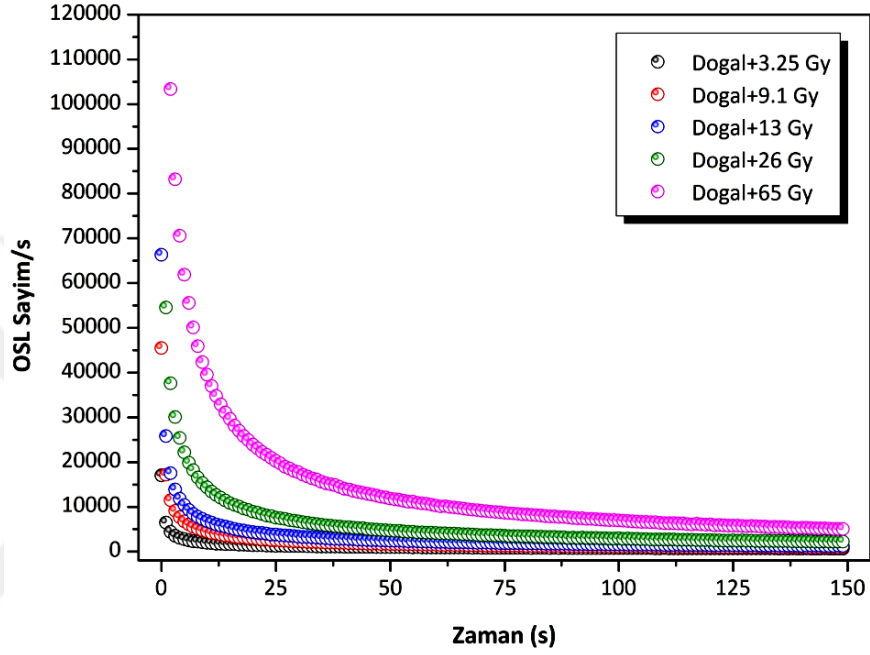


Şekil 5.20. KH-S2 kodlu numunenin plato testi sonucu

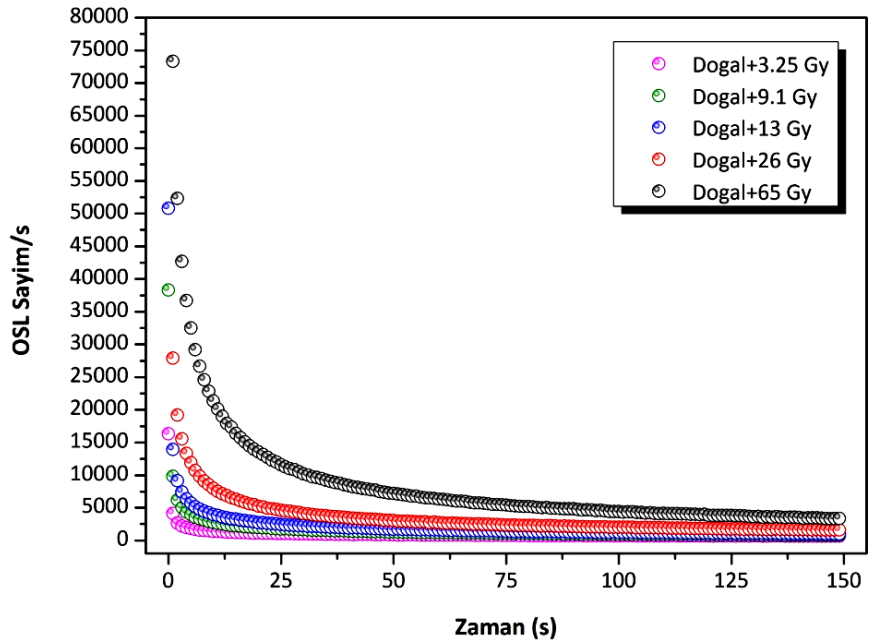
KH-S2 kodlu numune için, elde edilen $I_{\text{doğal doz}}/I_{\text{doğal+yapay ışınlama dozu}}$ oranının sıcaklığa göre değişimi incelendiğinde, KH-S1 kodlu arkeolojik seramik numunesi ile aynı plato bölgesine sahip olduğu ve eşdeğer doz değerlerini belirlemek için yine en uygun integrasyon aralığının 250 – 400 °C olduğu belirlenmiştir.

5.7 OSL Ölçümleri

Şekil 5.21’de ve Şekil 5.22’de, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerine ait doğal doz değerinde elde edilen OSL bozunma eğrileri ile doğal doz değeri üzerine farklı radyasyon dozlarının eklenmesiyle elde edilen OSL bozunma eğrileri görülmektedir.



Şekil 5.21. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S1 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu OSL bozunma eğrileri



Şekil 5.22. Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-S2 kodlu numunenin doğal ve ilave dozlu OSL bozunma eğrileri

Şekil 5.21 ve Şekil 5.22’de görüldüğü gibi, numunelere ait bozunma eğrileri incelendiğinde, numunelerin doğal doz değerleri üzerine yapay radyasyon dozları eklenmesiyle elde edilen bozunma eğrilerinin şiddetlerinin ise artan radyasyon dozu ile doğru orantılı olarak arttığı ve şekillerinde bir değişiklik olmadığı görülmektedir. SAR yöntemi uygulanarak OSL okumaları yapılan her iki numune içinde 150 saniye ön ısıtma süresi seçilmiştir.

5.8 Eşdeğer Doz Değerinin Belirlenmesi

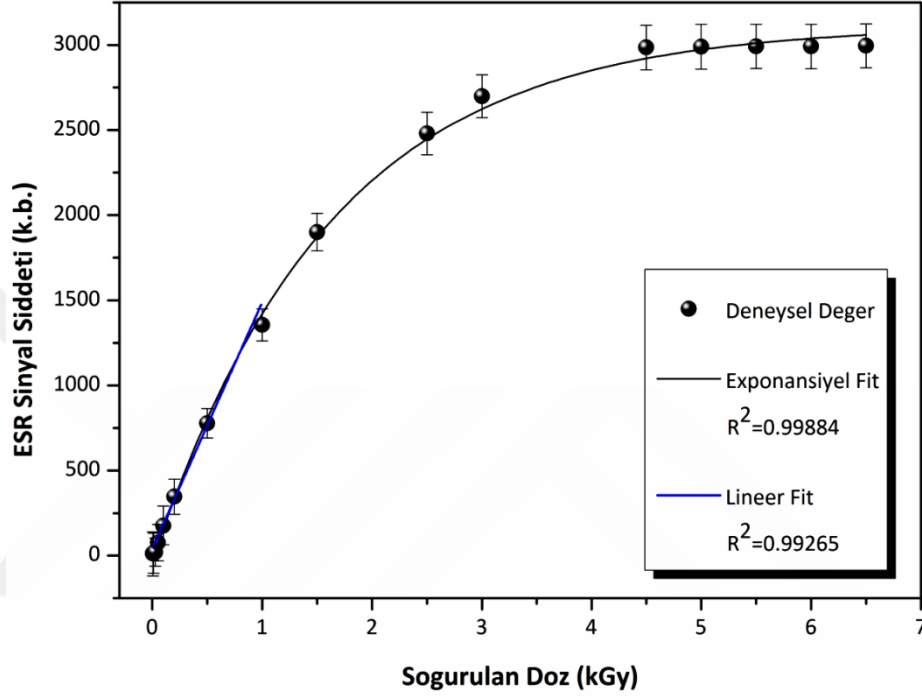
5.8.1 ESR yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri

ESR sinyal şiddeti, tuzaklardaki elektron sayısı ve numunenin gömüldüğü süre boyunca soğurulan doz miktarı ile (eşdeğer doz) veya bir başka deyişle numunenin gömülü bulunduğu süre ile orantılıdır.

Bu tez çalışmasında, dış minesini numunelerinde eşdeğer doz değerini belirlemek için, doz ekleme yöntemi kullanıldı. Doz ekleme yöntemi, çalışmada kullanılan her bir dış minesini numunesi üzerine (KH-D1, KH-D2) ayrı ayrı uygulandı. Kullanılan bu yöntem ile numunelerin soğurduğu dozların belirlenmesi için doz-cevap eğrileri oluşturuldu. Doz-cevap eğrilerini elde etmek için, ilk önce doğal doz ölçümü için ayrılan dış numunelerinin her birinin oda sıcaklığında ESR spektrumları kaydedildi. Daha sonra, 5Gy - 9000Gy arasında farklı radyasyon dozlarında ışınlanmış dış minesini numunelerinin ışlandıktan hemen sonra ESR spektroskopisi ile oda sıcaklığında spektrumları kaydedildi. Kaydedilen spektrumların şiddetlerinde kütle farkından dolayı gözlenen değişimleri düzeltmek için, numunelerin kütle değerleri ve spektrumların şiddetleri, numunelerden bir tanesi referans alınarak normalize edildi. Normalize edilen ESR sinyal şiddetlerinin farklı radyasyon doz değerlerine göre grafikleri çizildi ve lineer olarak fit edilerek doz-cevap eğrileri oluşturuldu.

Şekil 5.23’de, Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-D1 kodlu dış minesini numunesinin farklı radyasyon doz değerlerinde kaydedilen ESR sinyal şiddetlerinin doz değerlerine göre değişimi verilmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, ESR sinyal şiddeti, spin

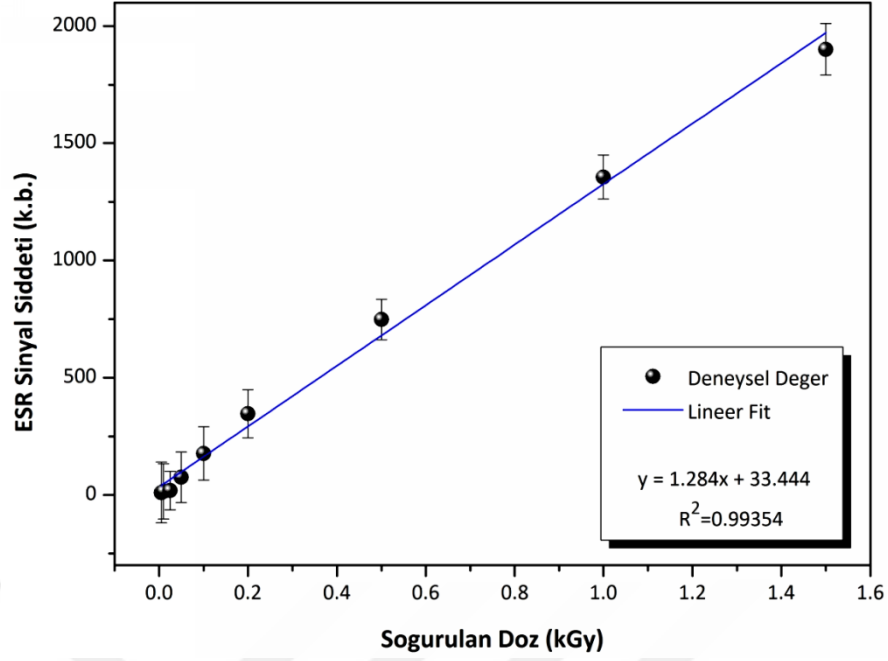
yoğunluğuna bağlı olarak yaklaşık 1.5kGy (1500Gy) doz değerine kadar lineer olarak artarken, 1.5kGy radyasyon dozu değerinden sonra, sinyal şiddetinin yavaş yavaş azalarak doyuma ulaştığı ve sabit değerler aldığı görülmektedir. Bu nedenle, eşdeğer doz değerini belirlerken oluşturulan doz-cevap eğrilerinde, sinyal şiddetinin lineer olarak artış gösterdiği bölge dikkate alınmıştır.



Şekil 5.23. KH-D1 kodlu diş minesinin ESR sinyal şiddetinin radyasyon dozuna göre değişimi

Şekil 5.24'de, Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-D1 kodlu diş minesi numunesine ait doz-cevap eğrisi görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, doğal radyasyon dozu ile 1.5kGy radyasyon dozu arasında değişen doz değerlerine karşılık gelen ESR sinyal şiddetlerinin lineer değişimi doz-cevap eğrisini oluşturmaktadır ve deneysel değerler üzerindeki doğrusal eşleşme ile büyük bir uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

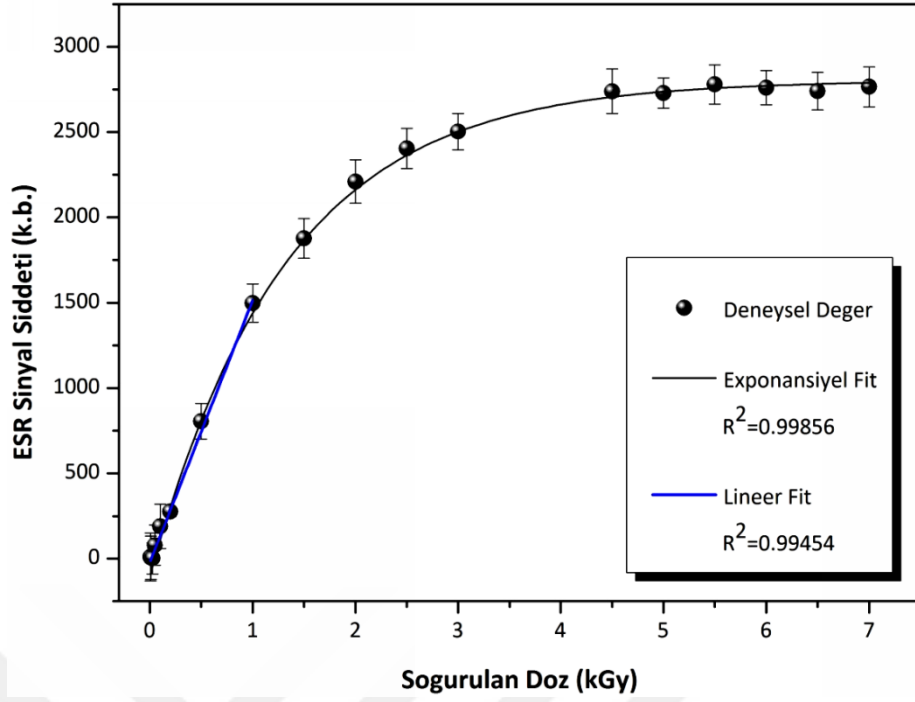
Şekil 5.24'de görülen doz-cevap eğrisi kullanılarak KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değerini hesaplamak için lineer doğru denkleminde ($y=mx+n$) yararlanılmıştır. Bu denkleme göre, x-eksenini kesen nokta eşdeğer doz değerini vermektedir. Bu çalışmada, KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 26.046 ± 0.15 Gy olarak hesaplanmıştır.



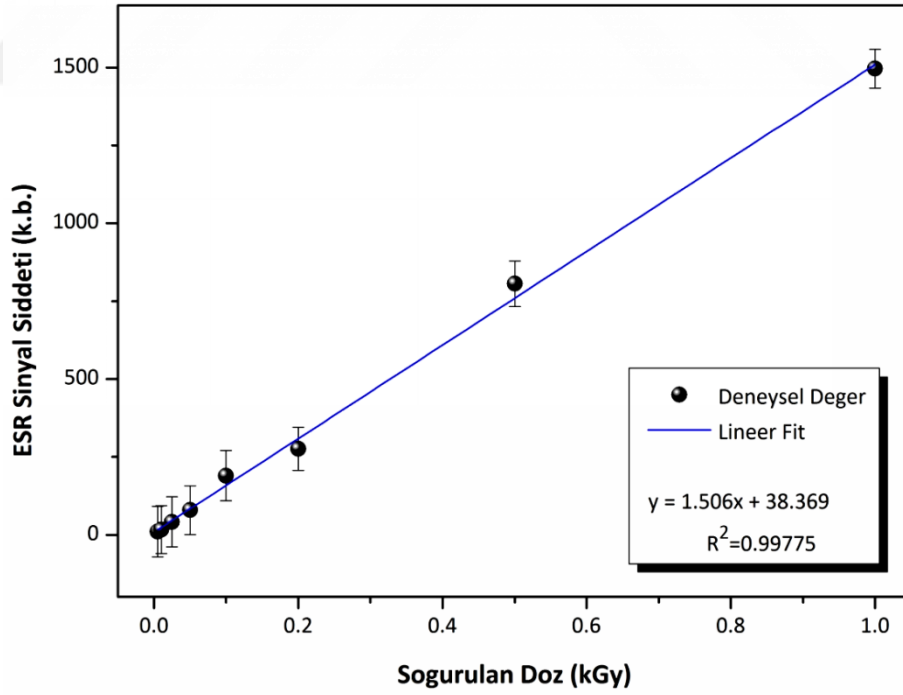
Şekil 5.24. KH-D1 kodlu diş minesinin eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer doz tespiti için oluşturulan doz-cevap eğrisi

Benzer durum, Köşk Höyük bölgesinden çıkarılan KH-D2 kodlu diş minesini numunesinde de görülmektedir. Şekil 5.25’de görüldüğü gibi, ESR sinyal şiddeti, spin yoğunluğuna bağlı olarak yaklaşık 1kGy (1000Gy) doz değerine kadar lineer bir şekilde artış göstermektedir. Fakat, 1kGy radyasyon dozu değerinden sonra, sinyal şiddetinin yavaş yavaş azaldığı ve doyuma ulaşarak sabit kaldığı görülmektedir.

Şekil 5.26’da görülen doz-cevap eğrisi kullanılarak KH-D2 kodlu diş minesini numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değerini hesaplamak için yine lineer doğru denkleminde ($y=mx+n$) yararlanılmıştır. Bu çalışmada, KH-D2 kodlu diş minesini numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 25.477 ± 0.18 Gy olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.25. KH-D2 kodlu diş minesini numunesinin ESR sinyal şiddetinin radyasyon dozuna göre değişimi



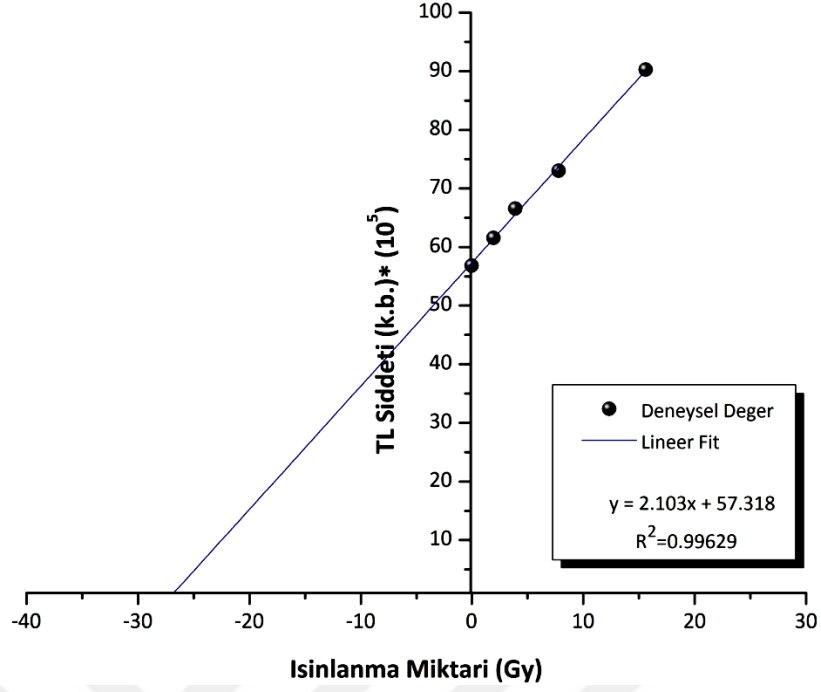
Şekil 5.26. KH-D2 kodlu diş minesini numunesinin eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer doz tespiti için oluşturulan doz-cevap eğrisi

5.8.2 TL yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri

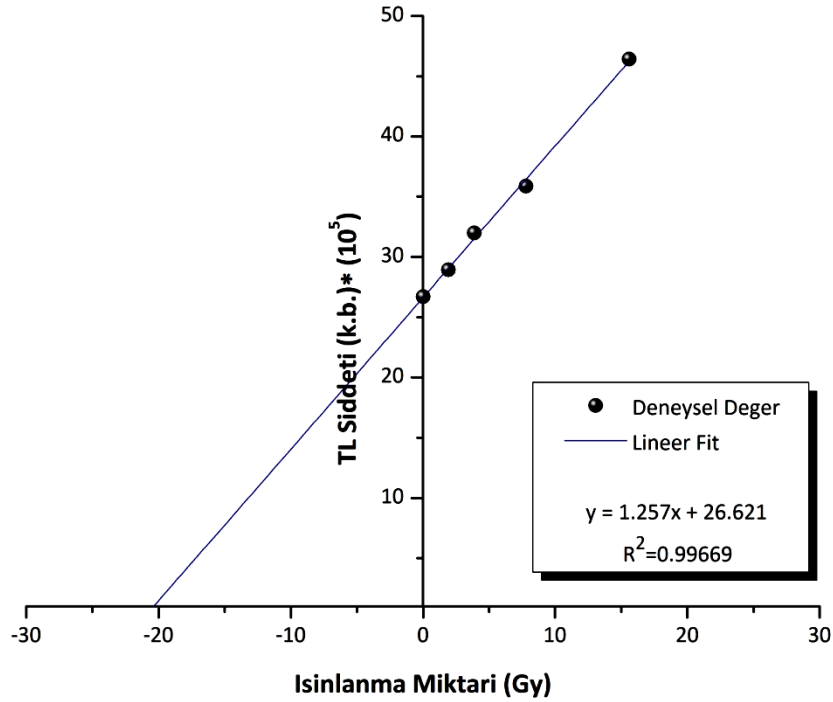
TL ölçümleri sonucu numunelere ait eşdeğer doz değerini belirlemek için doz-cevap eğrileri çizilirken, her bir seramik numunesinin doğal ve yapay ışınlamalar sonucunda elde edilen parıldama eğrilerinin plato testinde belirlenen sıcaklık aralığındaki integrasyon değerleri hesaplandı. Hesaplanan bu değerlerin, doğal doz değeri ile laboratuvar ortamında doğal dozları silinmeden üzerlerine $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama kaynağı ile ışınlanması sonucu elde edilen 1,95Gy, 3,90Gy, 7,80Gy ve 15,60Gy radyasyon dozlarına göre grafiği çizildi ve böylece doz-cevap eğrileri elde edildi (Şekil 5.27, Şekil 5.28).

Şekil 5.27’de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 kodlu seramik numunesinin doz-cevap eğrisi görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, doğal radyasyon dozu ile laboratuvar ortamında ışınlanma sonucu elde edilen doz değerlerine karşılık gelen TL şiddetlerinin lineer değişimi doz-cevap eğrisini oluşturmaktadır ve deneysel değerler üzerindeki doğrusal eşleşme ile büyük bir uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Şekil 5.27’de görülen büyüme eğrisi kullanılarak KH-S1 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değerini hesaplamak için lineer doğru denkleminden ($y=mx+n$) yararlanılmıştır. Bu denkleme göre, x-eksenini kesen nokta eşdeğer doz değerini vermektedir. Bu çalışmada, KH-S1 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 27.25 ± 0.13 Gy olarak hesaplanmıştır.

Benze şekilde, Şekil 5.28’de, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S2 kodlu seramik numunesinin doz-cevap eğrisi görülmektedir. KH-S2 kodlu seramik numunesi için KH-S1 numunesi ile aynı yorumlar yapılabilir. KH-S2 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değerini hesaplamak için yine lineer doğru denkleminden ($y=mx+n$) yararlanılmıştır. Bu çalışmada, KH-S2 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 21.17 ± 0.12 Gy olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.27. KH-S1 kodlu numunenin MAAD yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi

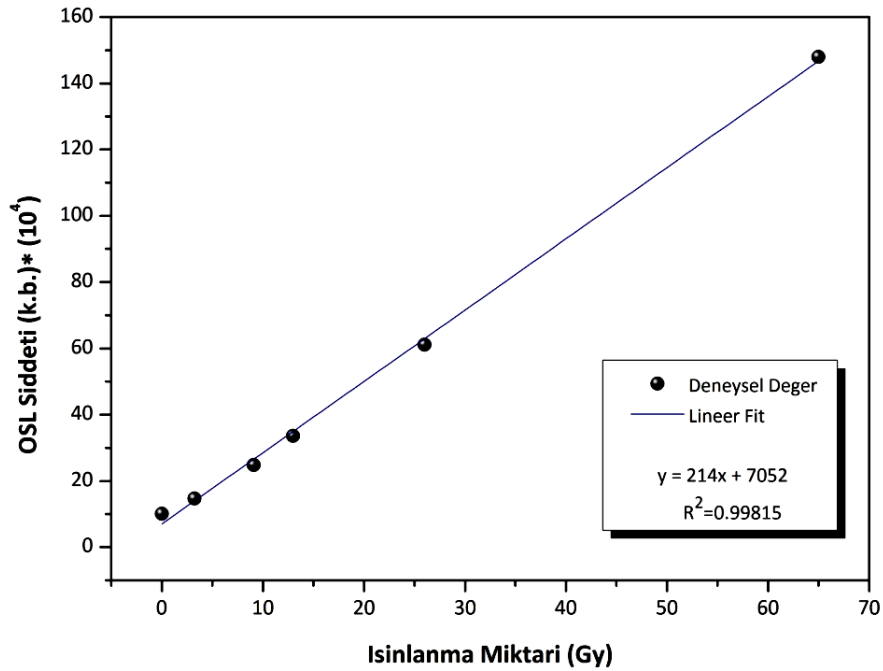


Şekil 5.28. KH-S2 kodlu numunenin MAAD yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi

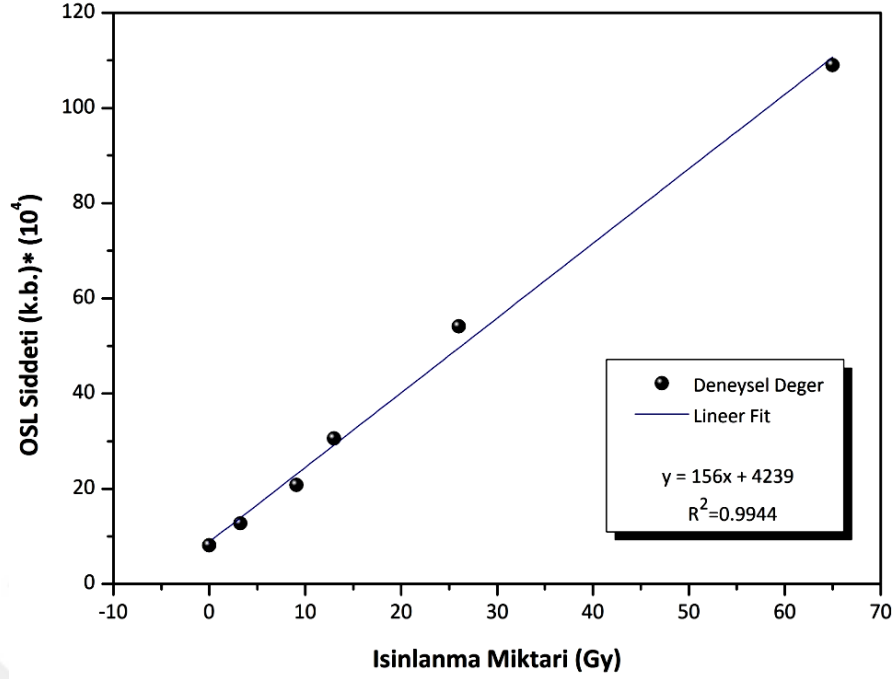
5.8.3 OSL yöntemiyle belirlenen eşdeğer doz değerleri

OSL ölçümleri sonucu numunelere ait eşdeğer doz değerini belirlemek için doz-cevap eğrileri oluşturuldu. Doz-cevap eğrileri çizilirken, OSL ölçümlerinden elde edilen bozunma eğrilerinin doğal doz değeri ile laboratuvar ortamında doğal dozları silinmeden üzerlerine $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama kaynağı ile ışınlanması sonucu elde edilen 3.25Gy, 9.1Gy, 13Gy, 26Gy ve 65Gy radyasyon dozlarına göre grafiği çizildi (Şekil 5.29, Şekil 5.30).

Şekil 5.29 ve Şekil 5.30'da, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerinin doz-cevap eğrileri görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, doğal radyasyon dozu ile laboratuvar ortamında ışınlanma sonucu elde edilen doz değerlerine karşılık gelen OSL şiddetlerinin lineer değişimi doz-cevap eğrisini oluşturmaktadır ve deneysel değerler üzerindeki doğrusal eşleşme ile büyük bir uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Bu çalışmada, KH-S1 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 27.17 ± 0.38 Gy, KH-S2 kodlu seramik numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri ise 32.95 ± 0.34 Gy olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.29. KH-S1 kodlu numunenin SAR yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi



Şekil 5.30. KH-S2 kodlu numunenin SAR yöntemiyle belirlenen doz-cevap eğrisi

5.9 Yıllık Doz Değerinin Belirlenmesi

Bu çalışmada, Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan numunelerinin yıllık doz değerinin belirlemek için her bir numune için, ayrı ayrı, hem iç doz ($D_{iç}$) hem de dış doz ($D_{dış}$) hesabı yapılmıştır. Numune içerisinde bulunan radyoaktif elementlerin (U, Th, K) konsantrasyonlarının iç doz değerinin belirlenmesinde, numunelerin kazı alanından çıkarılırken numuneleri çevreleyen ortamdan (numuneleri çevreleyen yaklaşık 30cm çapındaki bölgeden) alınan toprak örnekleri içinde bulunan radyoaktif elementlerin konsantrasyonları ise dış doz değerinin belirlenmesinde kullanılmıştır. Numunelerin yıllık doz değerleri Bölüm 3.6.4.2’de anlatıldığı şekilde hesaplanmıştır.

Yıllık doz değerinin önemli ölçüde etkileyen, numunelerin gömülü bulunduğu süre boyunca içerdikleri nem miktarları da tespit edilerek hesaplamalarda kullanılmıştır. Bu çalışmada, Niğde ili, Bor ilçesi, Bahçeli kasabasında yer alan Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan arkeolojik seramik numuneleri üzerinde çalışılmıştır. İç Anadolu bölgesinde bulunan Niğde ili, karasal bir iklime sahiptir ve yağış bakımından orta dereceye sahip bir yöredir. Bu nedenle bu çalışmada, arazi ve iklim şartları ile literatür çalışmaları dikkate alınarak numunelerin gömü boyunca maksimum su tutma

yüzdesinin kesri (F) 0.6 ± 0.2 olarak alınmıştır. Bunun anlamı, numunenin %60 oranında nemli olduğu varsayılmıştır. Numunenin kütlice maksimum su tutma yüzdesi (W) değeri ise nem tayini cihazı ile belirlenerek her bir numune için ayrı ayrı deneysel olarak hesaplanmıştır. Elde edilen verilen aşağıdaki Çizelge 5.1’de yer almaktadır:

Çizelge 5.1. Gama spektrometresinden elde edilen U,Th ve K değerleri ve nem miktarları

Numune adı	Ra-226 (Bq/kg)	Th-232 (Bq/kg)	K-40 (Bq/kg)	Maksimum Su Tutma Yüzdesi (W)
KH-D1	14.9±0.7	29.7±1.6	301±10	24±0.008
KH-D2	16.3±0.5	31.2±1.0	324±5.4	22±0.004
KH-S1	25.2±0.6	20.5±2.2	185±1.7	32±0.010
KH-S2	19.9±0.8	24.1±1.9	201±3.2	36±0.002

5.10 Tarihlendirme Sonuçları

Bu çalışmada; Niğde ili Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan iki adet fosil hayvan dişi ESR yöntemi kullanılarak ve iki adet çanak-çömlek parçalarına ait seramik numuneleri TL ve OSL yöntemleri kullanılarak tarihlendirilmiştir. Niğde ili, Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan numunelerin hesaplanan ESR, TL ve OSL yaşları Çizelge 5.2’de verilmektedir.

Çizelge 5.2. Niğde ili Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan numunelerin hesaplanan ESR, TL, OSL yaşları

Numune Adı /Yöntem	Eşdeğer Doz (Gy)	Yıllık Doz (mGy/yıl)	Numune Yaşı (yıl)
KH-D1 / ESR	26.046	3.06	8511±57
KH-D2 / ESR	25.477	3.07	8298±62
KH-S1 / TL	27.250	3.48	7830±124
KH-S2 / TL	21.170	2.74	7726±98
KH-S1 / OSL	27.17	3.53	7696±116
KH-S2 / OSL	32.95	4.23	7789±93

Çizelgede görüldüğü gibi, çalışmada kullanılan numuneler için elde edilen yaş değerleri yaklaşık 7500-8500 yılları arasında değişmektedir. Köşk Höyük bölgesinde daha önceki yıllarda, kazılardan çıkan birçok materyal üzerinde Radyokarbon (¹⁴C) yöntemi kullanılarak birçok araştırmacı tarafından yapılan incelemeler sonucu elde edilen zaman aralığı M.Ö. 5500-7250 yıllarına dayanmaktadır (Öztaş,2003; Todd, 1980). Bu çalışmada elde edilen sonuçlar ile daha önceden elde edilen sonuçlar karşılaştırıldıklarında, sonuçların birbiri ile oldukça uyum içinde olduğu görülmektedir.

BÖLÜM VI

SONUÇ

Bu çalışmada; Niğde ili Bor ilçesine bağlı Köşk Höyük arkeolojik kazı alanından çıkarılan iki adet fosil hayvan dişi ESR yöntemi kullanılarak ve iki adet çanak-çömlek parçalarına ait seramik numuneleri TL ve OSL yöntemleri kullanılarak incelenip tarihlendirilmiştir.

Üzerinde birçok medeniyetin yaşadığı ve kültürel geçişlere aracılık eden Köşk Höyük, daha önceki yıllarda arkeologlar tarafından farklı materyaller üzerinde sadece bağlı (göreceli) yöntemler ile Radyokarbon yöntemi kullanılarak mutlak olarak tarihlendirilmiştir. Fakat, literatürde yer alan birçok çalışmada toprak altından çıkarılan arkeolojik materyaller (seramik, diş minesi, ...vb.) üzerinde Radyokarbon yöntemi ile yapılan tarihlendirme çalışmalarının, sonuçların daha güvenilir hale getirilmesi bakımından farklı yöntemler ile desteklendiği görülmektedir. Bu nedenle, bu tez çalışmasında, Radyokarbon yöntemine alternatif olan Elektron Spin Rezonans, Termoluminesans ve Optik Uyarmalı Lüminesans tarihlendirme yöntemleriyle farklı arkeolojik materyaller üzerinde tarihlendirme çalışmaları yapılarak sonuçlar karşılaştırılmıştır. Bu çalışmada kullanılan diş ve seramik numuneleri üzerinde yapılan incelemeler sonucu elde edilen bulgular sırasıyla aşağıda verilmektedir.

6.1 Fosil Diş Numunelerinden Elde Edilen Bulgular

XRD sonuçlarına göre, diş minesinin numunelerinin gömülü kaldıkları süre boyunca kristal yapılarında hiçbir değişimin olmadığı saptanmıştır. Elde edilen desenler incelendiğinde, diş numunelerinin yapılarında hegzogonal bir yapıya sahip yoğun olarak hidroksiapatit mineralinin bulunduğu görülmüştür.

SEM sonuçlarına göre, yine diş minesinin numunelerinde düz ve devamlı bir mine yüzeyi görülmüş ve numunelerin yüzeylerinde hegzogonal kesitler şeklinde kümelenmiş hidroksiapatit kristal gruplarına rastlanmıştır.

EDX sonuçlarına göre, çalışmada incelenen her iki diş minesi numunesinin yapısında yoğun bir şekilde kalsiyum (Ca), fosfor (P), karbon (C) ve oksijen (O) elementlerinin varlığı gözlenmiştir ve bu elementlerin hidroksiapatit kristalleri ile doğrudan ilişkili olduğu saptanmıştır.

ESR sonuçlarına göre, her iki diş minesi numunesinin ESR ölçümlerinde sinyal şiddetini etkileyen en önemli parametreler olan mikrodalga gücü, modülasyon genliği ve numune kütlesi deneysel olarak incelenmiş ve çalışmada incelenen diş minesi numuneleri için en uygun mikrodalga gücünün ~10mW, modülasyon genliğinin ~1G ve numune kütlesinin ~100mg olduğu belirlenmiştir. ESR ölçümleri için belirlenen bu deneysel parametreler sonucu her bir diş minesi numunesinin oda sıcaklığında 0-9 kGy ışınlama değerlerinde spektrumları kaydedilmiştir. Elde edilen spektrumlarda diş minesi numunelerinin ESR sinyalinin üç ayrı pik tarafından tanımlanan asimetric karma bir sinyal olduğu ve sinyal şiddetlerinin ışınlama dozu ile doğru orantılı olarak arttığı gözlenmiştir. Yapılan inceleme sonucu diş minesi numunelerinin yapısında CO_2^- radikalleri ile karşılaşmıştır ve bu radikallerin ortorombik ($g_x \square 2.003$; $g_y \square 1.997$; $g_z \square 2.001$) anizotropik CO_2^- radikalleri olduğu belirlenmiştir.

Diş minesi numunelerinde eşdeğer doz değerini belirlemek için, doz ekleme yöntemi kullanılmıştır ve KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 26.046 ± 0.15 Gy, KH-D2 kodlu diş minesi numunesinin soğurduğu eşdeğer doz değeri 25.477 ± 0.18 Gy olarak hesaplanmıştır.

Diş minesi numunelerinde yıllık doz değerini belirlemek için radyoaktivite analizi yapılmıştır ve KH-D1 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 3.06 mGy/yıl, KH-D2 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 3.07 mGy/yıl olarak hesaplanmıştır.

İncelenen diş minesi numunelerine ait belirlenen ESR yaşları sırasıyla; KH-D1 kodlu diş minesi numunesi için $8511 \square 57$ yıl, KH-D1 kodlu diş minesi numunesi için $8298 \square 62$ yıl olarak hesaplanmıştır.

6.2 Seramik Numunelerinden Elde Edilen Bulgular

XRD sonuçlarına göre, çanak-çömlek parçalarından oluşan iki adet seramik numunesine ait XRD desenleri numunelerin yapılarında yoğun miktarda kuvars mineralinin olduğunu göstermiştir.

SEM sonuçlarına göre, seramik numunelerinin elde edilen yüzey görüntülerinde düz bir yüzeye rastalanmamıştır.

EDX sonuçlarına göre, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numuneleri yüzdece yoğun bir şekilde oksijen (O), silisyum (Si) ve karbon (C) elementlerine rastlanmıştır ve numunelerin kuvars bakımından zengin olduğu belirlenmiştir.

TL sonuçlarına göre, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerine ait doğal doz değerinde elde edilen TL parıldama eğrileri ile doğal doz değeri üzerine farklı radyasyon dozlarının eklenmesiyle elde edilen TL parıldama eğrileri ile karşılaştırıldığında sinyal şiddetlerinin artan radyasyon dozu ile doğru orantılı olarak arttığı görülmüştür. Seramik numunelerini tarihlendirmede uygun sıcaklık aralığını belirlemek için plato testi yapılmış ve KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numuneleri için eşdeğer doz değerlerini belirlemek için yine en uygun integrasyon aralığının 250 – 400 \square C olduğu belirlenmiştir.

TL ölçümleri sonucu seramik numunelerine ait eşdeğer doz değerini belirlemek için MAAD yöntemi kullanılmış ve seramik numunelerine ait eşdeğer doz değerleri sırasıyla; KH-S1 kodlu seramik numunesi için 27.25 ± 0.13 Gy, KH-S1 kodlu seramik numunesi için 21.17 ± 0.12 Gy olarak hesaplanmıştır.

TL yöntemi ile incelenen seramik numunelerinde yıllık doz değerinin belirlemek için radyoaktivite analizi yapılmıştır ve KH-S1 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 3.48 mGy/yıl, KH-S2 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 2.74 mGy/yıl olarak hesaplanmıştır.

İncelenen seramik numunelerine ait belirlenen TL yaşları sırasıyla; KH-S1 kodlu diş minesi numunesi için 7830 ± 124 yıl, KH-S1 kodlu diş minesi numunesi için 7726 ± 98 yıl olarak hesaplanmıştır.

OSL sonuçlarına göre, KH-S1 ve KH-S2 kodlu seramik numunelerine ait doğal doz değerinde elde edilen OSL bozunma eğrileri ile doğal doz değeri üzerine farklı radyasyon dozlarının eklenmesiyle elde edilen OSL bozunma eğrileri ile karşılaştırıldığında sinyal şiddetlerinin artan radyasyon dozu ile doğru orantılı olarak arttığı görülmüştür.

OSL ölçümleri sonucu seramik numunelerine ait eşdeğer doz değerini belirlemek için SAR yöntemi kullanılmış ve seramik numunelerine ait eşdeğer doz değerleri sırasıyla; KH-S1 kodlu seramik numunesi için 27.17 ± 0.38 Gy, KH-S1 kodlu seramik numunesi için 32.95 ± 0.34 Gy olarak hesaplanmıştır.

OSL yöntemi ile incelenen seramik numunelerinde yıllık doz değerini belirlemek için radyoaktivite analizi yapılmıştır ve KH-S1 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 3.53 mGy/yıl, KH-S2 kodlu diş minesi numunesinin yıllık doz değeri 4.23 mGy/yıl olarak hesaplanmıştır.

İncelenen seramik numunelerine ait belirlenen OSL yaşları sırasıyla; KH-S1 kodlu diş minesi numunesi için 7696 ± 116 yıl, KH-S1 kodlu diş minesi numunesi için 7789 ± 93 yıl olarak hesaplanmıştır.

KAYNAKLAR

Abdel-Wahab, M.S., El-Fııkı, S.A., Ek-Fııkı, M.A., Gomaa, M., Abdel-Kariem, S. and El-Faramawy, N., “Annual dose measurements and TL-dating of ancient Egyptian Pottery”, *Radiation Physics And Chemistry* 47(5), 697-700, 1996.

Aitken, M.J., Tite and M.S., Reid, J., “Thermoluminescent dating of ancient ceramics”, *Nature* 202, 1032–1033, 1964.

Aitken, M.J., *Science-Based Dating in Archaeology*, **Longman**, New York, 1990.

Aitken, M.J. and Xie, J., “Moisture correction for annual gamma dose”, *Ancient TL* 8, 6-9, 1990.

Aitken, M.J., *An Introduction to Optical Dating*, **Oxford University Press**, Oxford, 1998.

Apaydın, F., *Magnetic Rezonans*, 2. Baskı, **Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Ders Kitapları**, Ankara, 1996.

Atherton, N.M., “Electron spin resonance theory and applications”, **John Wiley and Sons Inc.**, U.S.A., 1973.

Atlıhan, M.A., Sahiner, E. and Alanyalı, F.S., “Dose estimation and dating of pottery from Turkey”, *Radiation Physics And Chemistry* 81, 594-598, 2012.

Baffa, O., Brunetti, A., Karmann, I. and Neto, C.M.D., “ESR dating of a toxodon tooth from a Brazilian Karstic Cave”, *Applied Radiation and Isotopes* 52, 1345-1349, 2000.

Bakraji, E.H., “Study of Syrian archaeological pottery bu the combined application of thermoluminescence (TL) dating, X-ray fluorescence analysis and statistical

multivariate analysis”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 269, 2052-2056, 2011.

Balter, V. and Zazzo, A., “Bone and enamel diagenesis: From the crystal to the environment - A tribute to Jean-Francois Saliege”, *Palaogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 416, 1-3, 2014.

Ballarini, M., Wallinga, J. Murray, A.S., Van Heteren, S., Oost, A.P., Bos, A.J.J. and Van Eijk, C.W.E., “Optical dating of young coastal dunes on a decadal timescale”, *Quaternary Science Reviews* 22, 1011-1018, 2003.

Bekarođlu, E., Cođrafya Arařtırma Yöntemleri – 16. Bölüm: Radyometrik Tarihleme Metodları, *Cođrafyacilar Derneđi*, Balıkesir, 2012.

Bekarođlu, E., Radyometrik Tarihleme Metodları, *Cođrafyacilar Derneđi*, Balıkesir, 2013.

Blackwell, B.A.B.B., “Electron spin resonance (ESR) dating in karst environments”, *Acta Carsologica* 35 (2), 123-153, 2006.

Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S. and Wintle, A.G., Optically Stimulated Luminescence Dosimetry, *Elsevier Science B.V.*, Netherlands, 2003.

Boyle, R., Experiments and Considerations upon Colours with Observations on a Diamond That Shines in the Dark, *Henry Herringham*, London, 1664.

Bradley, R.S., Paleoclimatology (Reconstructing Climate of the Quaternary), 3rd Edition, *Academic Press-Elsevier Publication*, San Diego, 2014.

Brady, J.M., Aarstad, N.O. and Swartz, H.M., “In vivo dosimetry by electron spin resonance spectroscopy”, *Health Phys.* 15 (1), 43–47, 1968.

Brik, A.B., Rosenfeld, L.G., Haskell, E.H., Kenner, G.H. and Brik, V.B., “Formation mechanism and localization places of CO₂ radicals in tooth enamel”, *Mineral Journal (Ukraine)* 22(5/6), 57-67, 2000.

Brustolon, M. and Giamello, E., Electron Paramagnetic Resonance: A Practitioners Toolkit, *Wiley Publication*, Hoboken, 2009.

Callens, F., Vanhaelewyn, G., Matthys, P. and Boesman, E., “EPR of carbonated derived radicals: Applications in dosimetry, dating and detection of irradiated food”, *Appl. Magn. Reson.* 14, 235-254, 1998.

Cano, N.F., Ribeiro, R.B., Munita, C.S., Watanabe, S., Neves, E.G. and Tamanaha, E.K., “Dating and determination of firing temperature of ancient potteries from Sao Paulo II archaeological site, Brazil by TL and EPR techniques”, *Journal of Cultural Heritage*, DOI: 10.1016/j.culher.2014.05.010., 2014a.

Cano, N.F., Munita, C.S., Watanabe, S., Barbosa, R.F., Chubaci, J.F.D., Tatumi, S.H. and Neves, E.G., “OSL and EPR dating of pottery from the archaeological sites in Amazon Valley, Brazil”, *Quaternary International* 352, 176-180, 2014b.

Cano, N.F., Ribeiro, R.B., Munita, C.S., Watanabe, S., Neves, A.G. and Tamanaha, E.K., “Dating and determination of firing temperature of ancient potteries from Sao Paulo II Archaeological Site, Brazil by TL And EPR techniques”, *Journal of Cultural Heritage* 16, 361-364, 2015.

Chen, T.M., Yang, Q., Hu, Y.Q., Bao, W.B. and Li, T.Y., “ESR dating of tooth enamel from Yunxian Homo Erectus site, China”, *Quaternary Science Reviews* 16, 455-458, 1997.

Cole, T. and Silver, A.H., “Production of hydrogen atoms in teeth by x-irradiation”, *Nature* 200, 700–701, 1963.

Copeland, J.F., Gall, K.P., Lee, S.Y. and Chabot, G.E., "Proton dosimetry in bone using Electron Spin Resonance", *Appl. Radiat. Isot.* 47, 1533-1538, 1996.

Creagk, D.C. and Bradley, D.A., Radiation in Art and Archeometry - Chapter-6: Thermoluminescence Dating, *Elsevier Science*, Amsterdam, 2000.

Curnoe, D., Grün, R., Taylor, L. and Thackeray, F., "Direct ESR dating of a Pliocene Hominin from Swartkrans", *Journal of Human Evolution* 40, 379-391, 2001.

Daniels, F., Boyd, C. A. and Saunders, D.F., "Thermoluminescence as a research tool", *Science* 117, 343-349, 1953.

Debuyst, R., Callens, F., Frechen, M. and Dejehet, F., "ESR study of elephant tooth enamel from the Karlich-Seeufer Site in Germany", *Applied Radiation and Isotopes* 52, 1327-1336, 2000.

Desrosiers, M. and Schauer, D.A., "Electron paramagnetic resonance (EPR) biodosimetry", *Nuclear Instruments and methods in Physics Research B* 184, 219-228, 2001.

Driessens, F.C.M. and Verbeeck, R.M.H., Biomaterials, *CRC Press*, Boca Raton, 1990.

Duchesne, D., Depireux, J. and Van Der Kaa, J.M., "Origin of free radicals in carbonaceous rocks", *Geochim Cosmochim* 23, 209-218, 1961.

Duller, G.A.T., Luminescence Dating: Guidelines on Using Luminescence Dating in Archaeology, *English Heritage*, Swindon, 2008.

Egersdörfer, S., Wieser, A. and Müller, A., "Tooth enamel as a detector material for retrospective EPR dosimetry", *Applied Radiation and Isotopes* 47, 1299-1303, 1996.

Erdogu, B., Tanındı, O. ve Uygun, D., TAY-Türkiye Arkeolojik Yerleşmeleri ¹⁴C Veri Tabanı, *Ege Yayınları*, İstanbul, 2004.

Falgueres, C., Bahain, J.J. and Saleki, H., “U-Series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at La Micoque (Dordogne, France), *Journal of Archaeological Science* 24, 537-545, 1997.

Fattibene, P. and Callens, F., “EPR dosimetry with tooth enamel: A review”, *Applied Radiation and Isotopes* 68, 2033-2116, 2010.

Galtsev, V.E., Galseva, E.V. and Lebedev, Y.A.S., “Optimal registration conditions for tooth EPR dosimetry at low accumulated dose”, *Appl. Radiat. Isot* 47 (11/12), 1311-1315, 1996.

Geyh, M.A. and Schleicher, H., Absolute Age Determination: Physical and Chemical Dating Methods and Their Application, 1st Edition, *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*, Germany, 1990.

Gordy, W., Ard, W.B. and Shields, H., “Microwave spectroscopy of biological substances. paramagnetic resonance in x-irradiated amino acids and proteins”, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 41, 983–996, 1955.

Göksu, H.Y., Oberhofer, M. and Regulla, D., Scientific Dating Methods, *Kluwer Academic Publishers*, London, 1991.

Grün, R. and Schwarcz, H.P., “Some remarks on ESR dating of bones”, *Ancient TL* 5(2), 1-9, 1987.

Grün, R., “Electron spin resonance (ESR) dating”, *Quaternary International* 1, 65-109, 1989.

Grün, R., “Potential and problems of ESR dating”, *Nucl. Tracks Radiant. Meas.* 18(1/2), 143-153, 1991.

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

Grün, R. and Katzenberger-Apel, O., “An alpha irradiator for ESR dating”, *Ancient TL* 12, 35-38, 1994.

Grün, R., Huang, P.H., Wu, X., Stringer, C.B., Thorne, A.G. and McCulloch, M., “ESR analysis of teeth the palaeoanthropological site of Zhoukoudian, China”, *Journal of Human Evolution* 32, 83-91, 1997.

Grün, R. and McDermott, F., “Open system modelling for U-series and ESR dating of teeth”, *Quaternary Science Reviews* 13(2), 121-125, 1994.

Grün, R., “Direct dating of human fossils”, *Yearbook of Physical Anthropology* 49, 2-48, 2006.

Gualtieri, G., Colacicchi, S., Sgattoni, R. and Giannoni, M., “The Chernobyl accident: EPR dosimetry on dental enamel of children”, *Applied Radiation and Isotopes* 55, 71-79, 2001.

Güttler, A. and Wieser, A. “EPR dosimetry with tooth enamel for low doses”, *Radiation Measurements* 43, 819-822, 2008.

Haken, H. ve Wolf, H.C., Çeviri: Okur, İ., Atom ve Kuantum Fiziği, 6. Baskı, *Değişim Yayınları*, 2000.

Han, F., Bahain, J.J., Boeda, E., Hou, Y., Huang, W., Falgueres, C., Rasse, M., Wei, G., Garcia, T., Shao, Q. and Yin, G., “Preliminary results of combined ESR/U-series dating

of fossil teeth from Longgupo Cave, China”, *Quaternary Geochronology* 10, 436-442, 2012.

Han, F., Sun, C., Bahain, J.J., Zhao, J., Lin, M., Xing, S. and Yin, G., “Coupled ESR and U-series dating of fossil teeth from Yiyuan Hominin Site, Northern China”, *Quaternary International* 400, 195-201, 2016.

Hedges, R.E.M., “Bone diagenesis: An overview of processes”, *Archaeometry* 44, 3, 2002.

Henning, G., Herr, W., Weber, E. And Xirotiris, N.I., “ESR dating of the fossil hominid cranium from Petralona Cave, *Nature* 292, 533-536, 1981.

Horvath, A.L., “Solubility of structurally complicated materials: II..Bone”, *Journal of Physical and Chemical Reference Data* 35, 4, 2006.

Houtermans, F.G., Grögler, N. and Staufer, H., *Helvetica Physica Acta* 33, 593, 1960.

Huntley, D.J., Godfrey-Smith, D.I, and Thevalt, M.L.W., “Optical dating of sediments”, *Nature* 313, 105-107, 1985.

Ignatiev, E.A., Romanyukha, A.A., Koshta, A.A. and Wieser, A., “ Selective saturation method for EPR dosimetry with tooth enamel”, *Appl. Radiat. Isot* 47 (3), 333-337, 1996.

Ikeya, M., “Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance”, *Nature* 255, 48-50, 1975.

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

Ikeya, M., Miki, T. and Tanaka, K., “Dating of a fault by ESR on intrafault materials”, *Science* 215, 1392-1393, 1982.

Ikeya, M., *New Applications of ESR-Dating, Dosimetry and Microscopy*, 2nd Edition, *World Scientific Publication*, Singapore, 1993.

Ivannikov, A.I., Skvortzov, V.G., Stepanenko, V.F., Tikunov, D.D., Fedosov, I.M., Romanyukha, A.A. and Wieser, A., “Wide-scale EPR retrospective dosimetry: results and problems”, *Radiat. Prot. Dosim.* 71, 175-180, 1997.

Ivannikov, A.I., Trompier, F., Gaillard-Lecanu, E., Skvortsov, V.G. and Stepanenko, V.F., “Optimisation of recording conditions for the electron paramagnetic resonance signal used in dental enamel dosimetry”, *Radiat. Prot. Dosim.* 101 (1-4), 531-538, 2002.

Janz, L., Feathers, J.K. and Burr, G.S., “Dating surface assemblages using pottery and eggshell: assessing radiocarbon and luminescence techniques in Northeast Asia”, *Journal of Archaeological Science* 57, 119-129, 2015.

Joannes-Boyau, R. and Grün, R., “A comprehensive model for CO₂ radicals in fossil tooth enamel: Implication for ESR dating”, *Quaternary Geochronology* 6(1), 82-97, 2011.

Jonas, M., “Concepts and methods of ESR Dating”, *Radiation Measurements* 27, 943-973, 1997.

Kerber, L., Kinoshita, A., Jose, F.A., Figueiredo, A.M.G., Oliveria, A.V.O. and Baffa, O., “Electron spin resonance dating of The Southern Brazilian Pleistocene Mammals From Touro Passo Formation, and remarks on the geochronology, fauna and palaeoenvironments”, *Quaternary International* 245, 201-208, 2011.

Khan, R.F.H., Pekar, J., Rink, W.J. and Boreham, D.R., “Retrospective radiation dosimetry using electron paramagnetic resonance in canine dental enamel”, *Applied Radiation and Isotopes* 62, 173-179, 2005.

Kinoshita, A., Barreto, A., Alves, R., Figueiredo, A.N., Sarkis, J.E.D.S., Dias, M.L. and Baffa, O., “ESR dating of teeth from Northeastern Brazilian Megafauna”, *Radiation Measurements* 43, 809-812, 2008a.

Kinoshita, A., Figueiredo, A.M.G., Felice, G.D., Lage, M.C.S.M., Guidon, N. and Baffa, O., “Electron spin resonance dating of human teeth from Toca da Santa Shelter of Sao Raimundo Nonato, Piaui, Brazil, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 266, 635-639, 2008b.

Kinoshita, A., Jose, F.A., Sundaram, D., Paixao, J.D.S., Soares, I.R.M., Figueiredo, A.M. and Baffa, O., “Electron spin resonance dating of the teeth from Western Brazilian Megafauna – preliminary results”, *Radiation Measurements* 46, 842-846, 2011.

Kleindienst, M.R., Blackwell, B.A.B., Skinner, A.R., Churcher, C.S., Kieniewicz, J.M., Smith, J.R., Wise, N.L., Long, R.A., Deely, A.E., Blickstein, J.I.B., Chen, K.K.L., Huang, A. and Kim, M.Q.D., “Assessing long-term habitability at an Eastern Sahara Oasis: ESR dating of molluscs and herbivore teeth at Dakhleh Oasis, Egypt”, *Quaternary International* 408, 106-120, 2016.

Köksal, F. ve Köseoğlu, R., Spektroskopi ve Lazerlere Giriş, 1. Baskı, *Nobel Yayın ve Dağıtım*, İstanbul, 2010.

Liritzis, I., Singhvi, A.K., Feathers, J.K., Wagner, G.A., Kadereit, A., Zacharias, N. ve Li, S.H., Luminescence Dating in Archaeology, Anthropology and Geoarchaeology: An Overview, *Springer Publication*, New York –London, 2013.

Lopes, R.P., Oliveira, L.C., Figueiredo, A.M.G., Kinoshita, A., Baffa, O. and Buchmann, F.S., “ESR dating of pleistocene mammal teeth and its implications for the

biostratigraphy and geological evolution of the Coastal Plain, Rio Grande Do Sul, Sourhern Brazil”, *Quaternary International* 212, 213-222, 2010.

Lund, A., Shiotani, M. and Shimada, S., Principles and Applications of ESR Spectroscopy, *Springer Publication*,, Netherlands, 2011.

Lyons, R.G., Bowmaker, G.A. and O’Connor, C.J., “Dependence of accumulated dose in ESR dating on microwave power: A contra-indication to the routine use of low power levels”, *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 14(1/2), 243-251, 1988.

Michels, J.W., “Dating methods”, *Annual Review of Anthropology* 1, 113-126, 1972.

Michel, V., Shen, G., Valensi, P. and Lumley, H.D., “ESR dating of dental enamel from Middle Palaeolithic Levels at Lazaret Cave, France” *Quaternary Geochronology* 4, 233-240, 2009.

Murphy, D.M., EPR (Electron Paramagnetic Resonance) Spectroscopy of Polycrystalline Oxide Systems, *WileyPublication*, Weinheim, 2009.

Musilek, L. and Kubelik, M., “Thermoluminescence dating”, *Radiation in Art and Archeometry*, 101-128, 2000.

Oke, G. and Yurdatapan, E., “Optically stimulated luminescence dating of pottery from Turkey”, *Talanta* 53, 115-119, 2000.

Özbaşaran, M.,Cuttting, M., “Orta Anadolu’da Neolitik Çağ: Ortaya Çıkışı ve Gelişimi”, *12.000 Yıl Önce Anadolu: İnsanlığın En Eski Anıtları*, 457–466, 2007.

Özbek, M., “Köşk Höyük (Niğde) Neolitik köyünde kil sıvalı insan başları”, *Journal of Faculty of Letters*, 26(1), 145-162, 2009.

Özkan, S., “Köşk Höyük seals”, *Anatolica XXVII*, 15-22, 2001.

Öztan, A., “Köşk Höyük: Anadolu arkeolojisine yeni katkılar”, *TÜBA-AR*, 5, 55-69, 2002.

Öztan, A., “Anadoluda bir Neolitik ve Kalkolitik yerleşme: Köşk Höyük”, *Colloquium Anatolicum II.*, 69-86, 2003.

Öztan, A., I. Dönem Köşk Höyük-Niğde Kazı Buluntalarının Değerlendirilmesi Ve Stratigrafik Kontrolü, *Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi Kesin Raporu*, Ankara, 2005.

Öztan, A., Köşk Höyük ,*Türkiyede Neolitik Dönem, Arkeoloji ve Yayınları*, 223-235, 2007.

Öztan, A., Özbek, M., Elibüyük, M. ve Özkan, S., Köşk Höyük Kazılarının Orta Anadolu’da Neolitikten Kalkolitiğe Geçiş Sürecine Katkıları, *Tubitak Proje Raporu*, Ankara, 2008.

Poole, C.P., ESR: A Comprehensive Treatise on Experimental Techniques, 2nd Edition, *John Wiley&Sons, Inc.*, Newyork, 1982.

Randall, J.F. and Wilkins, M.H.F., *Proc. Roy. Soc.* A184, 366-390, 1945.

Reyes-Gasga, J., Martinez-Pineiro, E.L., Rodriguez-Alvarez, G., Tiznado-Orozco, G.E., Garcia-Garcia, R. and Bres, E.F., “XRD and FTIR crystallinity indices in sound human tooth enamel and synthetic hydroxyapatite”, *Materials Science and Engineering C* 33, 4568-4574, 2013.

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

Rink, W.J. and Thompson, J.W., Encyclopedia of Scientific Dating Methods, *Springer Publication*, Netherlands, 2015.

Romanyukha, A.A. and Regulla, D.F., “Aspects of retrospective dosimetry”, *Appl. Radiat. Isot.* 47, 1293-1297, 1996.

Schellmann, G., Beerten, G. And Radtke, U., “Electron spin resonance (ESR) dating of Quaternary materials”, *Quaternary Science Journal* 57, 150-178, 2008.

Schwarch, H.P., “Chronometric dating in archaeology:A review”, *Acc. Chem. Res.* 35(8), 637-643, 2002.

Sekkina, M.A., El Fıki, M.A., Nossair, S.A. and Khalil, N.R., “Thermoluminescence archaeological dating of pottery in the Egyptian Pyramids Zone”, *Ceramics – Silikaty* 47(3), 94-99, 2003.

Serezhenkov, V.A., Moroz, I.A., Klevezal, G.A., and Vanin, A.F., “Estimation of accumulated dose of radiation by the method of ESR-Spectrometry of dental enamel of mammals”, *Appl. Radiat. Isot* 47 (11/12), 1321-1328, 1996.

Silistreli, U., “Köşk Höyüğü, 6. kazı sonuçları toplantısı”, *T.C. Kültür Bakanlığı*, 31-36, 1984.

Silistreli, U., 1987 Köşk Höyük 10. kazı sonuçları toplantısı (1.cilt), *T.C. Kültür Bakanlığı*, 61-66, 1988.

Skvortzov, V.G., Ivannikov, A.I. and Eichhoff, U., “Assessment of individual accumulated irradiation doses using EPR spectroscopy of tooth enamel”, *J. Mol. Struct.* 347, 321-330, 1995.

Taylor, R.E. and Aitken, M.J., Chronometric Dating in Archaeology, *Plenum Press*, New York, 1997.

Todd, D.K., Groundwater Hydrology, 2nd Edition, *John Wiley&Sons, Inc.*, New York, xiii+535, 1980.

Ulusoy, Ü. and Apaydın, F., “ESR studies and ESR dating of quartz collected from Kapadokya, Turkey”, *Appl. Radiat. Isot.* **47**, 1405-1407, 1996.

Ulusoy, Ü. and Ikeya, M., “ ESR studies of sepiolites”, *Appl. Magn. Res.* **18**, 537-548, 2000.

Vandenbergh, D., Investigation of the optically stimulated luminescence dating method for application to young geological sediments, Ph.D. Thesis, *Universiteit Gent*, Belgium, s.18, 2004.

Vatnitsky, S., Use of electron paramagnetic resonance dosimetry with tooth enamel for retrospective dose assessment, *IAEA*, (IAEA-TECDOC-1331), Austria, 2002.

Walker, M., Quaternary Dating Methods, *Wiley Publication*, England, 2005.

Weckhuysen, B.M., Heidler, R. and Schoonheydt, R.A., “Electron spin resonance spectroscopy”, *Mol. Sieves* **4**, 295-335, 2004.

Wertz, J. and Bolton, J., Electron Spin Resonance: Elementary Theory and Practical Applications, 2nd Edition, *John Wiley&Sons, Inc.*, Canada, 2007.

Wieser, A., Debuyst, R., Fattibene, P., Meghzifene, A., Onori, S., Bayankin, S.N., Brik, A., Bugay, A., Chumak, V., Ciesielski, B., Hoshi, M., Imata, H., Ivannikov, A., Ivanov, D., Junczewska, M., Miyazawa, C., Penkowski, M., Pivovarov, S., Romanyukha, A., Romanyukha, L., Schauer, D., Scherbina, O., Schultka, K., Sholom, S., Skvortsov, V., Stepanenko, V., Thoman, J.A., Tielewuhan, E., Toyoda, S., Trompier, F., “ The third international intercomparison on EPR tooth dosimetry: Part 2, final analysis”, *Radiation. Prot. Dosim.* **120**(1-4), 176-183, 2006.

Wintle, A.G., “History of dating methods”, *Elsevier B.V. publication* **1**, 18-27, 2007.

Wintle, A.G., “Future directions of luminescence dating of quartz”, *Geochronometria* 37, 1-7, 2010.

Wrinn, P.J. and Rink, W.J., “ESR dating of tooth enamel from Aterian Levels at Mugharet el’Aliya (Tangier, Morocco)”, *Journal of Archaeological Science* 30, 123-133, 2003.

Zavoisky, E., “Spin-magnetic resonance in paramagnetics substances”, *J. Phys. U.S.S.R.* 9 (211), 245, 1945.

Zeller, E. J., Use of Electron Spin Resonance for Measurement of Natural Radiation Damage, in: McDougall, D.J. (ed.) *Thermoluminescence of Geological Materials*, *Academic Press*, London, 1968.

ÖZ GEÇMİŞ

Özgül Karataş 26.09.1985 tarihinde Ankara'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Ankara'da tamamladı. 2004 yılında girdiği Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü'nden Haziran 2008'da mezun oldu. Aynı yıl, Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Atom ve Molekül Fiziği alanında yüksek lisans öğrenimine başladı ve 2010 yılının haziran ayında yüksek lisans öğrenimini tamamladı. 2010 - 2011 Öğretim yılında Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında doktora öğrenimine başladı. Aynı zamanda, 2012 – 2013 yılları arasında Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Fizik Öğretmenliği alanında pedagojik eğitimini tamamladı. Doktora çalışmalarını sürdürmek üzere, 2016 – 2017 yılları arasında 11 ay süre ile Almanya'nın Dresden şehrinde bulunan Leibniz Institute for Solid State and Material Research, IFW, Araştırma Enstitüsü'nde bulundu.

TEZ ÇALIŞMASINDAN ÜRETİLEN ESERLER

Bu tez çalışmasından, 2 (iki) adet uluslararası sözlü bildiri ve 4 (dört) adet poster bildiri üretilmiştir. Bu üretilen çalışmalar aşağıda sunulmuştur.

Karataş, Ö., Aras, E., Kılıç, A., “Elektron spin rezonans (esr) yönteminin arkeolojik örneklerin yaş tayininde uygulanmasına genel bir bakış”, *Türk Fizik Derneği, 29. Uluslararası Fizik Kongresi*, Bodrum, s. 404, 5-8 Eylül, 2012.

Karataş, Ö., Aras, E., Kılıç, A., “Arkeolojik ve jeolojik örneklerin yaş tayininde elektron spin rezonans (esr) ve lüminesans yöntemlerinin uygulanmasına genel bir bakış”, *6. Ulusal Lüminesans Dozimetri Kongresi*, Çeşme, s. 27, 11-13 Eylül, 2012.

Karataş, Ö., Aras, E., Karadağ, H., “ ESR dating of fossil tooth enamel”, *9th International Physics Conference of The Balkan Physical Union (BPU9)*, İstanbul, 2015.

Karataş, Ö., Aras, E., Kılıç, A., “An x-ray diffraction (xrd) and x-ray fluorescence (xrf) investigation of archaeological tooth enamel”, *International Physics Conference at The Anatolian Peak (IPCAP) 2016*, Erzurum, 2016.

Karataş, Ö., Aras, E., Kılıç, A., “Electron paramagnetic resonance (epr) investigation of CO_2 radical in \square - irradiated archaeological tooth enamel”, *5. Uluslararası Süperiletkenlik ve Manyetizma Konferansı (5th International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM2016))*, Fethiye/Muğla, s. 506, 24–30 Nisan, 2016.

Karataş, Ö., Kayalı, R., Kataev, V., “X-Band electron paramagnetic resonance (epr) measurements of absorbed dose by gamma irradiated fossil tooth enamel”, *DPG - Spring Meeting 2017*, Dresden, Almanya, 19-24 Mart, 2017.