URFA-TELEİLAT KAZISINDAN ELE GEÇEN DEMİR VE NEOLİTİK ÇAĞLARA AİT ARKEOLOJİK ÇANAK-ÇÖMLEK BULUNTULARININ XRF TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

Hüseyin DEMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ FİZİK

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

> HAZİRAN 2007 ANKARA

Hüseyin DEMİR tarafından hazırlanan URFA-TELEİLAT KAZISINDAN ELE GEÇEN DEMİR VE NEOLİTİK ÇAĞLARA AİT ARKEOLOJİK ÇANAK-ÇÖMLEK BULUNTULARININ XRF TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

> Prof.Dr. Pervin ARIKAN Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği FİZİK Anabilim Dalında Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan:	: Prof.Dr. Mustafa TAN
Üye	: Prof Dr. Pervin ARIKAN
Üye	: Prof Dr. Sevgi BAYARI
Üye	: Prof. Dr. Cüneyt CAN
Üye	: Prof. Dr. Abdullah GÜNEN
Tarih	: 27/06/2007

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Hüseyin DEMİR

URFA-TELEİLAT KAZISINDAN ELE GEÇEN DEMİR VE NEOLİTİK ÇAĞLARA AİT ARKEOLOJİK ÇANAK-ÇÖMLEK BULUNTULARININ XRF TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hüseyin DEMİR

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ Haziran 2007

ÖZET

Bu çalışmada , iki farklı kazı bölgesinden ele geçen ; Demir ve Neolitik Çağ'a tarihlenmiş 23 adet seramik parçası ile Kalkolitik ve Tunç Çağına tarihlenmiş 25 seramik parçası , X-ışını floresans spektrometresi ile kalitatif ve kantitatif analiz yapılarak incelenmiştir. Bu örneklerden Demir ve Neolitik Çağ Seramikleri, Şanlıurfa ili, Birecik ilçesinin güneyinde ve Kargamış Barajı etki alanı içinde kalan Mezra-Teleilat kazısından ele geçirilmiştir. Diğerleri de aynı bölgede Mezra Höyük kazısından ele geçirilmiştir.

Seramikler, incelenmek üzere Gazi Üniversitesi Arkeolojik Çevre Değerleri Araştırma Merkezi (ARÇED) 'den alınmıştır. Elde edilen kantitatif verileri kümelendirmek amacıyla SPSS istatistik programı kullanılarak Faktör Analizi ile HCA (Hiyerarşik Kümeleme Analizi) adında özel istatistik teknikler uygulanmıştır. Bu teknikler, kazı bölgelerine tek tek ve tüm numunelere toplu halde uygulanmıştır. Mezra Höyük örnekleri kontrol grubu olarak kullanılmıştır.

Sonuçta T-2.11, T.1.19, T-1.23 ve T-2B2 kodlu numunelerin gruptan ayrıldığı görülmüştür. Ayrıca 9 adet seramik parçasına XRD (X-ışını toz kırınım) tekniği kullanılarak minerolojik analizleri yapılmıştır. Mineral kompozisyonlarında kuvars, allofan minerali ve genel olarak amorf bir yapı gözlenmiştir. Yapılan kil analizinde illit ve kaolinit killeri belirlenmiştir. Sonuçların arkeolojik bulgularla uyum içinde olduğu görülmüştür.

Bilim Kodu	: 202.2.005
Anahtar Kelimeler	: X-ışınları floresans analizi, Seramik, Arkeometri,
	EDXRF spektrometresi, Urfa Teleilat
Sayfa Adedi	: 74
Tez Yöneticisi	: Prof. Dr. Pervin ARIKAN

XRF TECHNIQUE-BASED EVALUATION OF THE ARCHAELOGICAL POTS AND PANS FINDINGS BELONGING IRON AND NEOLITHIC EPOCHS ACQUIRED FROM THE EXCAVATION OF URFA TELEILAT

(M.Sc. Thesis)

Hüseyin DEMİR

GAZİ UNİVERSITY INSTITUTE OF SCIENCES TECNOLOGY June 2007

ABSTRACT

In this study, 23 ceramic pieces dated back to Iron and Neolithic ages and 25 ceramic pieces dated back to Chalcolitic and Bronze ages were analysed using X-ray fluorescence spectroscopy together with qualitative and quantitative analysis techniques. Iron and Neolithic age ceramic samples were obtained from Teleilat excavation which is included within the borders of Kargamış Dam and southern Birecik, town of Şanlıurfa. Other samples were excavated from the same area but from Mezra Höyük excavation.

These ceramic samples were provided by the Gazi University Archaeological and Environmental Values Research Centre. Quantitative data was grouped and analysed using SPSS statistical programme and special statistical analytical techniques including factor and hierarchical grouping analysis to analyse both individual and group data obtained from ceramic samples excavated from different sites. Samples from Mezra Höyük excavation were used as control samples in this study.

Results showed that, samples coded T-2.11, T.1.19, T-1.23 and T-2B2 were separated from the group. Furthermore, using XRD technique, 9 ceramic

samples compositional analysis was performed and found to contain amorphous structures of quartz and allophone. The results of clay analysis confirmed presence of illite and kaolinite structures within our samples. The results found to match the archaeological findings.

Science Code	: 202.2.005
Key Words	: X-Ray fluorescence analysis, Ceramic, Archeometer,
	EDXRFS, Urfa Teleilat
Page Number	: 74
Adviser	: Prof. Dr. Pervin ARIKAN

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezimin gerçekleşmesi süresince her türlü imkanı sağlayarak, çalışmamın her aşamasında bana yardımcı olan, engin tecrübesi ile bana yol gösteren saygıdeğer hocam Prof.Dr. Pervin ARIKAN' a sonsuz teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunarım.

Tezimin hazırlanmasında büyük katkılarından dolayı Gazi Üniversitesi ARÇED müdürü Sayın Yrd. Doç. Dr. Yücel ŞENYURT ve yardımlarını esirgemeyen tüm ARÇED çalışanlarına teşekkür ederim.

Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi X-Işını Floresans laboratuarındaki deneysel çalışmalarımın yapılmasında bana laboratuar imkanlarını kullanma fırsatını veren ve yardımlarını esirgemeyen Sayın Dr. Abdullah ZARARSIZ, Dr. Nurettin EFE, Rıdvan KIRMAZ ve Mehmet KAPLAN' a, Teknoloji Bölümü Başkanı Dr. Erdal TAN' a, Malzeme birimi laboratuarında çalışan Dr. Şükrü ÇAVDAR ve Haluk KORALAY' a teşekkürlerimi sunarım.

Mezra höyük numunelerinin analiz edilmesinde yardımcı olan Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Arkeoloji bölümü öğretim üyelerinden Sayın Yrd. Doç. Dr Derya Yalçıklı' ya teşekkürü bir borç bilirim.

Kil mineralleri analizlerindeki yardımlarından dolayı Ankara Üniversitesi, Jeoloji mühendisliği öğretim üyelerinden Sayın Yrd. Doç. Dr Zehra Karakaş' a teşekkür ederim.

Çalışmalarımda yardımını esirgemeyen arkadaşım Burcu ENDER' e teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan ve bu süreçte de sürekli destekçim olan aileme çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa	
ÖZETiv	
ABSTRACTvi	
TEŞEKKÜRviii	
İÇİNDEKİLERix	
ÇİZELGELERİN LİSTESİxiii	
ŞEKİLLERİN LİSTESİxiv	
RESİMLERİN LİSTESİ xvii	
HARİTALARIN LİSTESİxviii	
SİMGELER VE KISALTMALARxix	
1. GİRİŞ 1	
2. TEORİ	
2.1. X- Işınları	
2.2. X-Işınlarının Tanımı Özellikleri 4	
2.3. X-Işınlarının Oluşumu	
2.3.1. Karakteristik X-ışınları 6	
2.4. Seçim Kuralları 11	
2.5. Elementlerin Uyarılması	
2.5.1. Radyoizotop kaynaklarla uyarma 12	
2.5.2. Sürekli fotonlarla (X-ışını Tüpleriyle) uyarma 12	
2.5.3. Synchrotron (Sinkrotron) ile uyarma13	

Sayfa

2.6. Radyasyonun Madde ile Etkileşmesi14
2.6.1. Fotoelektrik olayı 14
2.6.2. Saçılma 15
2.7. X-ışınlarını Soğurulması 17
2.7.1. Soğurma katsayıları 18
2.8. Birincil Floresans Şiddet Denklemi 21
2.9. X-ışını Spektrometreleri
2.10. X-ışını Difraksiyon Metodu
2.11. X-ışını Floresans Uygulama Teknikleri
2.11.1 Nitel analiz (Kalitatif analiz)
2.11.2. Nicel analiz (Kantitatif analiz)
2.11.3. Yapı analizi
2.11.3. Yapı analizi. 31 3. DENEY 32
2.11.3. Yapı analizi. 31 3. DENEY 32 3.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular 32
2.11.3. Yapı analizi. 31 3. DENEY 32 3.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular 32 3.2. Numunelerin Hazırlanması 39
2.11.3. Yapı analizi. 31 3. DENEY 32 3.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular 32 3.2. Numunelerin Hazırlanması 39 3.3. Deney Düzeneği 41
2.11.3. Yapı analizi.313. DENEY323.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular323.2. Numunelerin Hazırlanması393.3. Deney Düzeneği413.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi41
2.11.3. Yapı analizi.313. DENEY323.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular323.2. Numunelerin Hazırlanması393.3. Deney Düzeneği413.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi413.3.2. X-ışını toz difraktometresi sistemi45
2.11.3. Yapı analizi.313. DENEY323.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular323.2. Numunelerin Hazırlanması393.3. Deney Düzeneği413.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi413.3.2. X-ışını toz difraktometresi sistemi454. ANALİZLER47
2.11.3. Yapı analizi.313. DENEY323.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular323.2. Numunelerin Hazırlanması393.3. Deney Düzeneği413.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi413.3.2. X-ışını toz difraktometresi sistemi454. ANALİZLER474.1. Mezra Höyük Seramik Numunelerinin Analizi47
2.11.3. Yapı analizi. 31 3. DENEY 32 3.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular 32 3.2. Numunelerin Hazırlanması 39 3.3. Deney Düzeneği 41 3.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi 41 3.3.2. X-ışını toz difraktometresi sistemi 45 4. ANALİZLER 47 4.1. Mezra Höyük Seramik Numunelerinin Analizi 47 4.2. Mezra Teleilat Seramik Numunelerinin Analizi 56

Sayfa

5. SONUÇ VE ÖNERİLER	68
KAYNAKLAR	71
ÖZGEÇMİŞ	74

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge Sayfa
Çizelge 2.1. Siegbahn gösterimi10
Çizelge 3.1. Mezra höyük numunelerinin özellikleri
Çizelge 3.2. Mezra Teleilat numunelerinin özellikleri
Çizelge 3.3. Enerji dağılımlı XRF spektrometresinin özellikleri41
Çizelge 3.4. Si-Li dedektörün özellikleri43
Çizelge 4.1. Mezra Höyük kazısı seramik hamurlarının kalitatif analiz sonuçları
Çizelge 4.2. Mezra Teleilat kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları
Çizelge 4.3. Mezra höyük numunelerine ait kil mineral analizi55
Çizelge 4.4. Mezra Teleilat kazısı numunelerinin hamurlarının kalitatif analiz sonuçları
Çizelge 4.5. Mezra Teleilat kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları
Çizelge 4.6. Mezra Teleilat numunelerine ait kil mineral analizi

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil Sayfa
Şekil 2.1. Elektromanyetik spektrum5
Şekil 2.2. X-ışınlarının oluşumu5
Şekil 2.3. İki karakteristik çizgi için \sqrt{v} ile Z arasındaki Moseley bağıntısı
Şekil 2.4. Atomda elektron geçişlerinin ve karakteristik K ve L, X-ışını yayımlanmasının şematik olarak gösterimi9
Şekil 2.5. Fotoelektrik olay15
Şekil 2.6. Compton saçılması17
Şekil 2.7. X-ışınlarının numuneden geçişi
Şekil 2.8.Gelen fotonun enerjisinin fonksiyonu olarak kütle soğurma katsayısı ve soğurma kıyıları
Şekil 2.9. X-ışını floresans şiddeti hesaplamasındaki bileşenler
Şekil 2.10. EDXRF spektrometresi
Şekil 2.11. Bragg Kanunu27
Şekil 2.12. X-ışını Difraktometresi
Şekil 2.13. Kalibrasyon doğrusu
Şekil 3.1. Tüplü sistemin sayım geometrisi43
Şekil 3.2. CaO için kalibrasyon doğrusu45
Şekil 3.3. Montana Soil standardının XRF spektrumu (medium element)45
Şekil 4.1. Mezra höyük kazısı kantitatif sonuçlarının dendrogram grafiği51
Şekil 4.2. Mezra höyük kazısı kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi52
Şekil 4.3. T-1.19 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği

Şekil 4.4. T-1.23 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği
Şekil 4.5. T-2.11 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği
Şekil 4.6. T-2B2 kodlu numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)60
Şekil 4.7. T-1B2 kodlu numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)61
Şekil 4.8. T-11D2 numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)61
Şekil 4.9. Mezra Teleilat kazısı kantitatif analiz sonuçlarının dendrogram grafiği62
Şekil 4.10. Mezra Teleilat kazısı kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi63
Şekil 4.11. T-1B2 kodlu numunenin XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği64
Şekil 4.12. T-2B2 kodlu numunenin XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği64
Şekil 4.13. Tüm izinli seramik numunelerinin kantitatif analiz sonuçlarının dendrogram grafiği
Şekil 4.14. Tüm izinli seramik numunelerinin kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi

RESIMLERIN LISTESI

Resim	Sayfa
Resim 3.1. Mezra Teleilat kazı alanı	34
Resim 3.2. Mezra-Teleilat'ın havadan görünümü	34
Resim 3.3. Mezra höyük çanak-çömlek parçaları	35
Resim 3.4. Mezra Teleilat çanak çömlek parçaları	37
Resim 3.5. Oxford-ED 2000 tüplü X-ışını floresans spektrometresi	42
Resim 3.6. Bruker D8 Advance model X-ışını difraktometresi	46

HARİTALARIN LİSTESİ

Say Say	ta
Harita 3.1. Ilısu ve Kargamış Baraj Gölleri Altında kalacak arkeolojik ve kültür varlıklarını kurtarma projesi kazı bölgeleri haritası	2

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
α	Alfa ışınları
β.	Beta ışınları
e	Elektron
p ⁺	Proton
n	Nötron
β+	Pozitron
γ	Gama ışınları
λ	Dalga boyu
c	Işık hızı
Z	Elementin atom numarası
Α	Elementin kütle numarası
\mathbf{A}°	Angstrom
h	Planck sabiti
Е	Saçılan fotonun enerjisi
E _b	Elektronun bağlanma enerjisi
$\mathbf{E_{f}}$	Sökülen elektronun kinetik enerjisi
μ	Çizgisel soğurma katsayısı
σ	Saçılma katsayısı

Simgeler	Açıklama
τ	Fotoelektrik soğurma katsayısı
π	Çift oluşum katsayısı
mo	Elektronun durgun kütlesi
λ_{maks}	Maksimum dalga boyu
λ_{\min}	Minimum dalga boyu
n	Baş kuantum sayısı
1	Açısal momentum kuantum sayısı
S	Spin kuantum sayısı
j	Toplam kuantum sayısı
μ _m	Kütle soğurma katsayısı
μ _a	Atomik soğurma katsayısı
μ _{mol}	Molar soğurma katsayısı
I	Foton demetinin şiddeti
Ν	Avogadro sayısı
D	Numune kalınlığı
φ1	Numuneye geliş açısı
φ2	Fotonun numuneden çıkış açısı
E ₀	Çıkan birincil floresans fotonunun enerjisi
ω _{ki}	K-kabuğundaki floresans verim
J _{Ki}	K-L atlama faktörü
f _i	Yörüngesel elektron geçiş olasılığı
$\epsilon(E_i)$	Dedektör verimi

Simgeler	Açıklama
G	Geometri ve kaynak şiddetine bağlı orantı sabiti
Si	i elementinin x-ışını spektrometreye hassasiyeti
С	Konsantrasyon
m	Kalibrasyon faktörü
Ір	Tepe şiddeti
dΩ	Katı açı
Xi	Toplam kütle soğurma katsayısı
ñ	Yoğunluk
m ₀	Durgun kütle
Kısaltmalar	Açıklama
XRF	X-Işını Floresans Spektrometresi
XRD	X-Işını Difraktometresi
EDXRF	Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometresi
ТАҪДАМ	Tarihsel Çevre Değerlerini Araştırma Merkezi
GÜ-ARÇED	Gazi Üniversitesi Arkeolojik Çevre Değerleri Araştırma Merkezi

1.GİRİŞ

XRF tekniği, arkeolojide çanak çömlek türü eserlerde eser element analizinde, metalurji de, alaşım analizlerinde, jeolojik cevher analizlerinde, endüstride, maden filizlerinin analizinde ve daha birçok alandaki katı veya sıvı fazlı numune analizlerinde kullanılmaktadır. XRF tekniği, tahribatsız olarak analiz yapılabilmesi, analiz süresinin kısa olması, aynı anda birden çok elementin analizinin yapılabilmesi ve maliyetinin düşük olması gibi önemli avantajlara sahiptir [1].

Enerji dağılımlı X-ışını floresans spektrometresi (EDXRF) hızlı, tahribatsız, hassas ve çoklu element analizi özelliklerine sahip olmasından dolayı arkeolojik malzemelerin kantitatif ve kalitatif analizi için uygun bir tekniktir. Element analizi aralığı oldukça geniştir. Atom numarası $11 \le Z \le 92$ aralığında olan elementler bu teknikte belirlenebilmektedir. Teorik olarak, H (Hidrojen) ve He (Helyum) dışında tüm elementlere uygulanabilmektedir [2].

Sanat ve arkeolojide XRF tekniği ile birlikte diğer nükleer analitik teknikler (PIXE, NAA gibi..) de kullanılmaktadır. X-ışını difraktometresi ise numunenin kristal yapısının incelenmesi için kullanılır [3].

İlk ticari amaçlı X-ışını floresans spektrometresi, Friedman ve Birks tarafından 1948 yılında kurulmuştur [4].

Arkeolojik kazılarla tarih öncesi çağlardan ele geçirilen buluntuların XRF tekniği ile kalitatif ve kantitatif analizi sonucu elde edilen bilgilerle, daha önce yapılmış olan arkeolojik bulguların uygun şekilde yorumlanmasıyla tarih öncesi çağlara ait yararlı tahminler yapılabilmektedir.

Arkeolojik seramik eserlerin analizi için yurt içinde ve yurt dışında birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların amacı, seramik parçalarının yapımında bölgesel kil yatakları kullanılıp kullanılmadığı konusunu açıklığa kavuşturmak ve eserlerin kökeni hakkında bilgi edinmekti [5].

Birgül ve arkadaşları NAA ve XRF tekniği ile elde edilen analiz sonuçlarını kullanarak sonuçların istatistiki davranışlarını karşılaştırmışlardır [5].

LaBrecque ve arkadaşları XRF ile İspanya, Hollanda ve Portekiz' den seramik örneklerini incelemişler ve sonuçların istatistiksel analizlerini yapmışlardır [6]. Kieft ve arkadaşları PIXE ile kümelendirme analizini kullanarak Kuzey Suriye'den seramik parçalarını incelemişlerdir [7].

F. Çoban, Ş. Kunç ve arkadaşları Ayasofya çinilerini çeşitli tekniklerle incelemişlerdir [8].

Ü. Köklü Bizans,Selçuk, İznik seramiklerinin sır ve renk maddelerinin kimyasal bileşimini incelemek için XRF VE XRD tekniklerini kullanmışlardır [9].

T. Özal, H. Erten, D. Tezgör, A. Zararsız Sinop- Demirci yöresindeki kil kökenli arkeolojik buluntularını PXRD, FT-IR, XRF spektroskopisi ve TGA yöntemleri ile incelemişlerdir [10].

Bu çalışmada Şanlıurfa ili, Birecik ilçesinin güneyinde ve Karkamış Barajı etki alanı içinde kalan Mezraa-Teleilat höyüğünde ODTÜ-TAÇDAM projesi kapsamında 1999 yılında başlayan arkeolojik kazı ve değerlendirme çalışmalarından ele geçen kil kökenli Demir ve Neolitik çağa ait seramik parçalarından 23 adet numune ve Mezra höyük kazısından ele geçen Kalkolitik, Erken Tunç ve Orta Tunç Çağından 25 adet numune X-ışını floresans spektrometresi ile kantitatif analiz yapılarak incelenmiştir. Seramikler, Gazi Üniversitesi ARÇED (Arkeolojik Çevre Değerleri Araştırma Merkezi) 'den alınmıştır.

Seramiklerin tümü izinli olup 25 adet seramik parçası karşılaştırma grubu olarak ve 23 adet seramik parçası da diğer bir grup olarak ayrı ayrı EDXRF tekniği ile analiz edilmiştir. İncelenen örneklerde Demir çağı ile Kalkolitik ve Tunç çağı arasında yaklaşık 3000-4000 yıllık bir süre bulunmasından dolayı Kalkolitik ve Tunç çağlarına ait seramikler karşılaştırma grubu olarak incelenip daha sonra analiz edilen

diğer örneklerle karşılaştırma yapılarak daha kesin bir sonuca varılması amaçlanmıştır.

Tezin birinci bölümünde XRF tekniğinin kullanım alanları avantajları ve bu teknikle daha önce yapılmış olan çalışmalar özetlenmiştir.

İkinci bölüm tezin teori kısmını oluşturmaktadır. Bu bölümde, X-ışınları hakkında genel bilgiler verilmiş, meydana gelişi, özellikleri ve madde ile etkileşmesinden bahsedilmiş, X-ışını uygulama yöntemleri verilmiştir. XRF ve XRD hakkında temel bilgiler verilmiş ve birincil floresans denklemi çıkarılmıştır.

Üçüncü bölümde kazı bölgeleri ve arkeolojik numuneler tanımlanarak, numunelerin hazırlama yöntemleri ve deney düzeneği hakkında bilgiler verilmiştir.

Dördüncü bölümde Mezra-Teleilat höyüğüne ait seramiklerin XRF analizleri yapılmış analiz sonuçları SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) programı ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Bu değerlendirme dendrogram grafiği ve HCA (Hiyerarşik Kümeleme Analizi) ile yapılmıştır. 9 adet numuneye XRD analizi uygulanarak kil mineral analizleri yapılmıştır. Bütün seramik analizlerinin hepsine birden istatistik uygulanarak genel anlamda bir değerlendirme yapılmıştır.

Beşinci bölüm sonuç ve öneriler kısmıdır. Yapılan bütün analizler ve bunlara uygulanan istatistikler birlikte ele alınarak genel bir değerlendirme yapılmıştır. Arkeolojik bulgular ile yaptığımız analiz sonuçlarının birbiriyle uyum sağladığı saptanmış, XRF tekniğinin arkeolojik alanda kullanılması son derece avantajlı olan bir teknik olduğu sonucuna varılmıştır.

Deneyler Türkiye Atom Enerjisi Kurumu- Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi X-ışınları floresans (XRF) laboratuarındaki Tüplü X-ışını floresans spektrometresinde yapılmıştır. Mineral analizi için teknoloji Bölümü, Malzeme Birimi, X-ışını toz difraktometresi kullanılmıştır.

2.1.X- IŞINLARI

2.2. X- Işınlarının Tanımı ve Özellikleri

Yüksek enerjili elektronların yavaşlatılması veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleriyle meydana gelen, 10^{-5} A^o ile 100 A^o dalga boylu elektromanyetik dalgalardır[18]. 10^{-5} A⁰ dalga boylu X-ışınları 1GV da çalışan betatronlarda meydana gelirler.100 A⁰ dalga boylu X-ışınları çok hafif elementlerin K band spektrumlarını teşkil ederler[1].

Fotonların, elektronlara enerji aktarılabileceğini fotoelektrik olayı göstermektedir. Bu olayın tam karşıtı, yani, hareket eden bir elektronun kinetik enerjisinin bir kısmı veya hepsinin fotona dönüştürülmesi X ışınlarının oluşum mekanizmasını vermektedir.

Elektromanyetik ışımadan dolayı X- ışınları çift karakterlidir. Dalga ve tanecik özelliği gösterirler. Fotoelektrik olayı, Compton saçılması, gaz iyonizasyonu ve sintilasyon tanecik özellikleri ile; hız, polarizasyon ve koherent saçılma ise dalga özellikleriyle açıklanabilir [1].

X ışınları kaynaktan çıktıktan sonra sapmadan yayılırlar. Elektrik ve manyetik alanın etkisi ile sapmazlar. X-ışınlarının bu özelliği yüklü tanecikler olmadıklarını gösterir.

Elektromanyetik spektrum Şekil 2.1 de gösterilmiştir



Şekil 2.1. Elektromanyetik spektrum

2.3. X Işınlarının Oluşumu

Sürekli X ışınları, elektronlar, protonlar veya α parçacıkları gibi yüksek enerjili yüklü parçacıkların ağır çekirdeklerin Coulomb alanından geçerken enerji kaybetmeleri sonucu meydana gelirler. Bu etkileşmeden elektronun ışıdığı enerji, sürekli spektrum veya Bremstrahlung (frenleme ışıması) spektrumu olarak adlandırılır[1].



Şekil 2.2. X- ışınlarının oluşumu

Sürekli X-ışını spektrumları geniş bir frekans aralığını kapsayan sürekli bir ışımaya karşılık gelmektedir. Bunun için sürekli X- ışınlarına beyaz X-ışınları denir.

Sürekli X-ışınlarının klasik teoriye göre açıklaması ; ' ivmeli hareket eden yükler elektromanyetik ışımada bulunurlar. Yüksek enerjili elektronlar bir hedefe çarptıkları zaman bu elektronların enerjilerinin % 1' i sürekli X-ışınlarının oluşmasına yol açar. Hedefe (bir X-ışını tüpünde anot hedef numunesidir) çarpan elektronlardan çok az bir kısmının enerjilerinin tamamı soğurulur ' şeklindedir. Soğurulan enerji karakteristik X-ışını olarak yayımlanır.

Kuantum fiziğinde, bir X- ışını tüpünde elektronlarla meydana getirilen sürekli Xışını spektrumu, bombardıman eden elektronların maksimum enerjilerine karşılık gelen, λ_{\min} kısa dalga boyu sınırıyla karakterize edilir;

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV_o} \tag{2.1}$$

burada h planck sabiti (6,62. 10^{-27} erg.s), c ışık hızı e, elektronun yükü ve V_o ise tüpe uygulanan potansiyel farkıdır.

2.3.1. Karakteristik X-ışınları

Bir elementin karakteristik spektrumu, atomun iç yörüngelerinden elektronların koparılmasıyla, buralarda oluşan boşluklara üst seviyedeki yörüngelerden boşluğu doldurmak amacıyla elektron geçişleri olduğunda oluşur. Üst yörüngeden alt yörüngeye olan geçişlerin her birinde iki yörünge arasındaki enerji farkı kadar enerjili bir X-ışını fotonu yayınlanır. Bu olay genellikle hızlandırılmış elektronlarla, X-ışını tüpünden yayınlanan X-ışınları ile, radyoizotop kaynaktan yayınlanan fotonlarla, proton, nötron ve α parçacıklarıyla, ikincil X-ışınları ile gerçekleştirilebilir.

Bu yollardan biriyle atomun herhangi bir tabakasından sökülen elektronun yerine çok kısa bir zaman aralığında ($10^{-8} \approx 10^{-9}$ sn) üst tabakadan bir elektron geçişi olur. Bu geçiş sırasında bir foton yayımlanır. İç tabakalar arasındaki elektron geçişinden yayımlanan bu fotona, o elementin karakteristik X- ışını fotonu denilir.

Çekirdeğe en uzak değerlik elektronlarının uyarılmış oldukları düzeylerden daha alttaki enerji düzeylerine geçmeleriyle oluşan optik ışınlarının aksine, karakteristik X-ışınları oluşurken, madde içindeki bir elementin herhangi bir atomunun iç yörüngelerindeki elektronların koparılmasıyla oluşan boşlukları doldurmak için meydana gelen elektron geçişleri çekirdeğe en yakın enerji düzeyleri arasında olmaktadır. Mesela K kabuğunda meydana gelen bir boşluğun diğer üst tabakalardaki elektronlardan biri ile doldurulması sırasında meydana gelmektedir.

Atomda elektron geçişlerinin ve karakteristik K ve L, X-Işını yayımlanmasının şematik olarak gösterimi Şekil 2.4' de gösterilmiştir.

Yayınlanan tüm X- ışını fotonlarının enerjileri elektronik seviyeler arasındaki enerji farkı ile orantılı olduğundan verilen bir elementten elde edilen çizgiler o elementi karakterize eder. Karakteristik X- ışını fotonlarının dalga boyu ile uyarılan elementin Z atom numarası arasındaki ilişki ;

$$\sqrt{\mathbf{v}} = \left(\frac{c}{\lambda_{\rm cm}}\right)^{1/2} = \mathbf{k}_1 (\mathbf{Z} - \mathbf{k}_2) \tag{2.2}$$

olan Moseley yasası ile verilmektedir. Burada ν , λ_{cm} ve Z, sırasıyla frekans, dalga boyu ve atom numarasıdır. k₁ ve k₂ her bir çizgi için farklı olan sabitlerdir. Şekil 2.3' de Moseley yasasının grafiği görülmektedir.



Şekil 2.3. İki karakteristik çizgi için \sqrt{v} ile Z arasındaki Moseley bağıntısı [24]

Kabuk Sembolü	1.6. Tabakalar Arası Boşluk Tracsferi	Alt Kabuk	n	1	j	Elektron Sayısı
0	mian tarafadan oldurulmasıyla K., ve i y soounda ise K labakasındaki boshateri r edilmiş olur. (A = i,1) K tabakasında geçişlerdir, K tab kasında I., at tabak r olmastas mo sen K1. or. [] 2004	- 5 - 4 - 3 - 2	5	2211	5/2 3/2 3/2 1/2	6 4 2 2
tabaka govisi	sudakt boşluklarıt i, tabakasındakt biri i dutdurulması iki solatda hurdası	- 1			1/2	2
- - N - -		- 7 - 6 - 5 - 4 - 3 - 2 - 1	4	3 3 2 2 1 1 0	7/2 5/2 5/2 3/2 3/2 1/2 1/2	8 6 4 2 2
M -		- 5 - 4 - 3 - 2 - 1	3	2 2 1 1 0	5/2 3/2 3/2 1/2 1/2	6 4 4 2 2
L -		- 3 - 2 - 1	2	1 1 0	3/2 1/2 1/2	4 2 2
K		- 1	1	0	1/2	2
	K _x ışınları	•				

Şekil 2.4. Atomda elektron geçişlerinin ve karakteristik K ve L, X-ışını yayımlanmasının şematik olarak gösterimi [6]

Bir foton tarafından atomun K seviyesi uyarılırsa, K tabakasında oluşan boşluk atomun üst L,M,N,.....tabakalarındaki elektronlar tarafından doldurulabilir. Bu boşluk L tabakasındaki elektronlar tarafından doldurulursa meydana gelen karakteristik X- ışını K_{α}, diğer üst tabakalar tarafından doldurulursa K_{β} karakteristik fotonları ortaya çıkar [1]. Bu fotonların saçılmasıyla K karakteristik çizgileri elde edilir. L ve M karakteristik çizgileri de buna benzer şekilde elde edilir.

K kabuğundaki boşluk diğer kabukların alt kabuklardaki elektronlar tarafından doldurulduğunda yayımlanan fotonlar Siegbahn gösterimine göre aşağıdaki tabloda gösterilmiştir [11].

Siegbahn	Tabakalar arası Geçiş	Siegbahn Gösterimi	Tabakalar arası
Gösterimi			Geçiş
$K_{\alpha 2}$	KL ₁₁	L ₁₃	$L_1P_{11,111}$
$K_{\alpha 1}$	KL ₁₁₁	L _n	$L_{11}M_1$
$K_{\beta 3}$	KM ₁₁	$L_{\beta 1}$	$L_{11}M_{IV}$
$K_{\beta 1}$	KM ₁₁₁	$L_{\gamma 5}$	$L_{11}N_1$
K _{β2}	KN ₁₁	$L_{\gamma 1}$	L ₁₁ N _{IV}
$K_{\beta 5}^{1}$	KN ₁₁₁	L _{y8}	L ₁₁ O ₁
$K_{\beta 5}$	KM _{IV,V}	L _{y6}	$L_{11}O_{IV}$
K _{β4}	KN _{IV,V}	L ₁	$L_{111}M_1$
$L_{\beta 4}$	L_1M_1	$L_{\alpha 2}$	$L_{111}M_{IV}$
L _{β3}	L_1M_{111}	$L_{\alpha 1}$	$L_{111}M_{V}$
L _{y2}	L_1N_{11}	$L_{\beta 6}$	L ₁₁₁ N ₁
L _{y3}	L ₁ N ₁₁₁	$L_{\beta 5}$	L ₁₁₁ N _{IV}
$L_{\gamma 4}^{1}$	L_1O_{11}	$L_{\beta 2}$	L ₁₁₁ N _V
L _{γ4}	L ₁ O ₁₁₁	L _{β7}	L ₁₁₁ O ₁

Çizelge 2.1. Siegbahn gösterimi [11]

L serisi, L tabakalarındaki boşlukları doldurmak için elektronların bu boşluklara geçişinin ardından oluşur. Üç alt tabakaya sahip L tabakası ile tekli K tabakası karşılaştırıldığında, seçim kuralları ile kabul edilen L geçişlerinin sayısı K' dan çok daha fazla olmuş olacaktır. Bu yüzden L serisi K' dan daha karmaşıktır ve yüksek atom numaralı elementlerde, 20 ile 30 arası diyagram çizgisi gözlemek mümkündür. K serilerindeki gibi, önemli sayıda izinsiz geçişler ve karakteristik çizgiler gözlenebilir [16].

Fakat birincil foton etkisinden sadece çift iyonlaşma ile oluşan çizgiler ve başlıca foto iyonlaşmadan L serisi çizgileri K serisine benzemez.

K ve L tabakaları M tabakası ile kıyaslandığında, beş alt tabakaya sahip M tayfının daha karmaşık ve daha kararsız olduğu görülür. Bu tabakalar diğer tabakalara göre daha fazla geçişler içeren yüksek numaralı tabakalardır.

Bir çok analitik X ışını spektrometrelerinin ölçülebilen dalga boyu bölgesi yaklaşık 20 A^o kadar uzatılabildiği için M tayfına çok az sıklıkta rastlanır ve sadece 3 A^o ' dan büyük vakumlu ortamda gözlenir. Buna rağmen atom numarası Z > 57 olan elementlere yaklaşıldığında güçlü M çizgileri görülür [23].

2.4. Seçim Kuralları

Karakteristik X- ışınları tayfını oluşmasına neden olan geçişler tesadüfi değildir ve elektronik dipol seçim kurallarına göre sınırlandırılmıştır.

 $\Delta n \ge 1 \tag{2.3}$

$\Delta n \neq 0$	(2.4)
-------------------	-------

 $\Delta l = \pm 1 \qquad \text{veya} \quad \Delta j = 0 \quad \text{dir.} \tag{2.5}$

Bunların dışındaki geçişler izinsiz geçişlerdi. Burada n baş kuantum sayısı, 1 açısal momentum kuantum sayısı, J ise toplam açısal momentum kuantum sayısıdır [1].

2.5. Elementlerin Uyarılması

Atomların karakteristik X-ışını çizgilerinin oluşması olayında, X-ışını spektrometresinde uygulanılmış olan uyarma yöntemleri,

- Elektronlarla uyarma (Sinkrotron)
- Protonlarla, α parçacıkları ve iyonlarla uyarma (Sinkrotron ve Van de Graff)

-Radyoizotop kaynaklardan yayımlanan α , β , γ ve X ışınları ile uyarma, -X-ışını tüplerinden yayımlanan birincil ve ikincil X-ışınları ile uyarma

2.5.1. Radyoizotop kaynaklarla uyarma

Çekirdeğin uyarılması, çekirdekten α veya β parçacığı gibi bir parçacık yayımlanması ya da atomik tabakadan elektron yakalaması ile olur. Bu nükleer olay sonucu yeni oluşmuş olan kararsız çekirdek nükleonlarını en düşük hale göre düzenler ve enerji fazlasını dışarı atar. Yüksek bir enerji durumundan (E_i) daha düşük bir enerji durumuna (E_f) geçen bir çekirdek fazla enerjisini,

-Gama ışını yayımlaması -İç dönüşüm -İç çift oluşum

yollarıyla dışarı atar. Bu olaylardan en sık görüleni gama yayımlanmasıdır[1]. Gama yayılımı ile bozunan radyoaktif izotoplar iç dönüşüme maruz kalabilir.

Radyoaktif izotoplar, iç dönüşüme maruz kalarak β yayımlaması ile bozunabilir ve başka atomların ilk uyarılmasına neden olabilir. Bunun sonucunda β yayımlayan atomun atom numarası bir artar. Bu iç dönüşümden sonra atom numarası bir arttığı için yeni bir element oluşur ve bu yeni elementin karakteristik X-ışınları yayımlanır.

Radyoaktif izotoplar yörünge elektronunu yakalayarak da bozunabilir. Bu olayda K veya L elektronu çekirdeğe düşer yani çekirdek tarafından yakalanır ve böylece bir proton nötralize olur ve dolayısıyla atomun atom numarası bir azalır.

2.5.2. Sürekli fotonlarla (X- ışını Tüpleriyle) uyarma

Genellikle atomun iç yörünge elektronlarını uyarmak için, uyarıcı kaynak olarak fotonlar kullanılmaktadır. Fotonlar radyoizotop kaynaklardan veya X-ışını tüplerinden elde edilebilirler [13]. X-ışını tüplerinden yayımlanan radyasyon,

-Tüpten çıkan birincil ışın demeti hiçbir işleme maruz kalmadan doğrudan numuneyi uyarmada kullanılabilir. Bu uyarmada, tüpün ürettiği yüksek şiddetteki süreklilik büyük bir saçılma temel saymasına (Background) neden olur.

-Tüpten çıkan ışın demeti filtre edilerek sadece karakteristik çizgilerin numuneyi uyarmasında ve analitin en güçlü (daha fazla şiddetli) soğurma kıyısından daha kısa dalga boylu ikincil bir hedefin uyarılmasında kullanılabilir. Bu iki uyarmada da elde edilen şiddet küçüktür. X-ışını tüpleri ile istenilen büyüklükte radyasyon şiddeti elde edilebilir. X-ışını tüplerinin avantajları, radyoizotop kaynaklara göre sürekli radyasyon yayımlaması açısından çevre kirlenmesi etkilerinin azlığıdır. X-ışını tüpleri radyoizotop kaynaklardan daha güvenlidir. Eğer istenilirse kullanılmadığında ve hatta numune değiştirilirken kapatılabilir. Ayrıca 100 keV den daha yüksek enerjili radyasyon yaymazlar. Dezavantajı ise çok kararlı güç kaynağına ihtiyaç duymaları ve daha büyük hacim kaplamalarıdır [1].

2.5.3. Synchrotron (Sinkrotron) ile uyarma

Sinkrotonda, birkaç milyar eV mertebesinde (genelde 3 GeV) kinetik enerjili elektronlar veya protonlar güçlü bir mıknatısın (yaklaşık 104 Tesla) kutupları arasında yüksek vakumlu bir tüp içerisinde dairesel bir yörüngede hareket ederler. Düşey bir alan elektronları hızlandırarak sinkrotron radyasyonunun yayımlanmasına neden olur. Böylece sinkrotron kaynak radyasyonu, bir atomun elektronları tarafından yavaşlatılan elektronların meydana getirdiği elektronik frenleme radyasyonunun (Bremsstrahlung) aksine magnetik frenleme radyasyonu olarak düşünülebilir.

Bu uyarmada K, X-ışını şiddeti diğer X-ışını kaynaklarından elde edilenden birkaç kat daha büyüktür [11].

2.6. Radyasyonun Madde İle Etkileşmesi

2.6.1. Fotoelektrik olayı

hv enerjili bir fotonun, atomun bağlı elektronlarından biri tarafından soğurularak elektronun serbest hale geçmesi olayına fotoelektrik olayı, serbest hale geçen elektrona' da fotoelektron denir. Bu olay sırasında fotonun enerjisi tamamen elektron tarafından soğurulur, bu enerjiyi soğuran elektronun kinetik enerjisi,

$$K_e = hv - E_b \tag{2.6}$$

Bağıntısı ile verilir. Burada K_e elektronun kazandığı kinetik enerji, hv gelen fotonun enerjisi ve E_b elektronun bağlanma enerjisidir. Serbest haldeki bir elektronda enerji ve momentumun ikisi birlikte korunamayacağından, böyle bir elektronun foton soğurması mümkün olmaz. Ancak bağlı elektronlarda bu durum farklıdır, atom geri teper ve bu şekilde momentumun korunması sağlanır. Atomun kütlesi elektrona göre çok büyük olduğundan geri tepme enerjisi çok küçüktür ve bu yüzden kinetik enerji ifadesi ihmal edilmiştir [17].

Düşük atom numaralı (Z) elementlerin bağlanma enerjileri de çok küçük olduğundan fotoelektrik etki sözü geçen fotonlar için güçsüz kalır. Atom numarası arttıkça bağlanma enerjisi artar ve böylece fotoelektrik etki de artar.

Fotoelektrik olayı atomun çevresinde tüm yörüngelerde meydana gelebilir. Foton enerjisinin yüksek olduğu durumlarda bu olayın atomun iç yörüngelerinde olma olasılığı daha fazladır.



Şekil 2.5. Fotoelektrik olay

2.6.2. Saçılma

Saçılma, koherent ve inkoherent saçılma olarak ikiye ayrılır. Koherent saçılma, fotonların atomdan enerjilerinde bir değişiklik olmadan saçılması olarak tarif edilir. Elastik veya Rayleigh saçılması olarak da adlandırılır. Bu saçılmada gelen fotonla saçılan fotonun dalgaboyu aynıdır.

İnkohorent saçılmada gelen ve saçılan fotonlar arasında enerji farkı vardır. Yani gelen ve saçılan fotonların dalga boyları birbirinden farklıdır. Bu saçılmada fazlar arasında bir bağlantı yoktur. Bu sebeple de saçılan dalgalar arasında bir girişim gözlenemez. Bu durumda atom tarafından saçılan ısının toplam şiddeti, atomun her bir elektronu tarafından saçılma şiddetleri toplanarak elde edilir. Bunlardan en sık gözleneni Compton saçılmasıdır [28].

Rayleigh Saçılması

Bu olay, gelen bir foton bağlı bir elektron üzerine düştüğünde, elektronun atomdan sökülecek kadar enerji alamadığı hallerde meydana gelir. Bu yüzden düşük foton enerjilerinde ve yüksek atom numaralı ağır elementlerde daha çok meydana gelmektedir [1]. Büyük enerjili fotonların hafif elementlerden saçılmasında Rayleigh saçılması, Compton saçılması yanında ihmal edilebilir.

Rayleigh saçılması, elektronun etkileşmeden sonra orijinal pozisyonuna döndüğü saçılma olarak da tanımlanabilir.

Compton Saçılması

Fotonların (ışının) parçacık gibi davranabileceği varsayımının kesin delili 1922 yılında Compton tarafından bulundu.

X-ışınları ile yaptığı deneyler sırasında saçılan ışınların dalga boylarını ölçtü. Gönderdiği ışının dalga boyundan daha büyük değerler buldu. Saçılma açısı büyüdükçe dalga boyuda büyük oluyordu [18].

Gelen ve saçılmaya uğrayan x-ışınları fotonlarının dalga boyları arasındaki fark;

$$\Delta \lambda = \lambda' - \lambda = \frac{h}{m_o c} \left(1 - \cos \phi\right) \tag{2.7}$$

olur. $\Delta \lambda$ farkı ϕ açısına bağlı olarak tayin edilir.

Foton enerjisinden bir kısmını elektrona aktarır. Daha küçük bir enerjiyle ve doğrultusundan sapmış olarak yoluna devam eder. Çarpılan elektron aldığı enerji ile yörüngesinden koparak iyonlaşır [14].

Enerji ve momentumun korunumu prensibine göre saçılan fotonun enerjisi,

$$E = \frac{E_o}{1 + \frac{E_o}{M_o c^2} (1 - \cos \phi)}$$
(2.8)

dır. Burada,

E = Fotonun çarpmadan sonraki enerjisi

E_o = Fotunun çarpmadan önceki enerjisi

 ϕ = Fotunun saçılma açısı

Mo = Fotonun durgun kütlesi

c = işik hizidir.



Şekil. 2.6. Compton saçılması

2.7. X- Işınlarının Soğurulması

Maddenin küçük bir dx kalınlığında absorblanan dI ışın şiddeti, bu kalınlığa giren I şiddeti ile orantılıdır.

$$\frac{dI}{dx} = -\mu I \tag{2.10}$$

Burada I X-ışınlarının şiddeti, μ X-ışınlarının enerjisine ve maddenin cinsine bağlı olan lineer soğurma katsayısıdır. Eksi işareti, x kalınlığı arttıkça şiddetin azalmasından dolayı konulmuştur.

Eş. (2.11) in integrali alındığında,
$$I = I_0 e^{-\mu x} \tag{2.11}$$

Bu denklemde I, x kalınlığını geçen ışının şiddeti, I_0 ise başlangıçta gelen x ışınının şiddetidir [29].



Şekil 2.7. X- ışınlarının numuneden geçişi [1]

2.7.1. Soğurma katsayıları

X ışınlarının soğurulması ile ilgili dört çeşit soğurma katsayısı bulunur. Lineer soğurma katsayısı olan µ birim kalınlık başına soğurulmayı verir ve

$$\mu = \frac{\ln[I_o/I(x)]}{X} cm^{-1}$$
(2.12)

ifadesiyle belirtilir [1].

Birim kütle basına soğurulmayı veren ifade kütle soğurma katsayısıdır. Lineer soğurma katsayısının soğurucu maddenin yoğunluğuna oranı kütle soğurma katsayısını verir.

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} \operatorname{cm}^2 / \operatorname{g} \tag{2.13}$$

Burada ρ (g/cm³) maddenin yoğunluğudur [1].

Mol başına düşen soğurma molar soğurma katsayısı aşağıda verilen denklemle ifade edilir.

$$\mu_{mol} = \mu_m \cdot A \operatorname{cm}^2/\operatorname{mol}$$
(2.14)

Burada ki A (g/mol) atomik ağırlıktır[1].

Atom basına soğurmayı veren ifadeye ise atomik soğurma katsayısı denir. Kütle soğurma katsayısı ile bir tek atomun kütlesinin çarpımı bu ifadeyi vermektedir.

$$\mu_a = \mu_m / N_o = \mu / n \text{ cm}^2 / \text{ atom}$$
 (2.15)

Burada N_0 Avagadro sayısı (6,02.10²³), n birim hacimdeki atom sayısıdır [1]. Bu soğurma katsayıları arasında ;

$$\mu = \mu_m \rho = \mu_a \rho(N_o/A) = \mu_{mol} \rho/A \tag{2.16}$$

şeklinde bir bağıntı vardır.

Bu katsayılar arasında en çok kütle soğurma katsayısı kullanılmaktadır ve

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} = \frac{Z}{\rho} + \frac{\Gamma}{\rho} \tag{2.17}$$

ile ifade edilir. Burada,

 $\frac{Z}{\rho}$ fotoelektrik kütle soğurma katsayısı, $\frac{\Gamma}{\rho}$ saçılma kütle soğurma katsayısıdır. Eğer soğurucu madde kimyasal bir bileşik yada karışım ise bu maddenin kütle soğurma katsayısı bileşik içerisindeki elementlerin ağırlık kesirleri ve kütle soğurma katsayıları yardımıyla, yaklaşık olarak,

$$\mu = \sum_{i=1}^{n} \omega \mu_i \tag{2.18}$$

seklinde ifade edilir. Bu denklemde ω_i i. elementin ağırlık kesri, μ_i i. elementin soğurma katsayısı, n ise bileşik veya karışımdaki element sayısıdır [11].



Şekil 2.8. Pb elementi için gelen fotonun enerjisinin fonksiyonu olarak kütle soğurma katsayısı ve soğurma kıyıları [15]

2.8. Birincil Floresans Şiddet Denklemi

Birincil floresans, gelen X-ışını demetinin veya oluşan birincil radyasyonun , analiz edilecek elementle etkileşmesi sonucu oluşur. Düzgün dağılımlı homojen ve D kalınlığındaki numunede analitin K_{α} şiddet denklemi şu şekilde hesaplanır:

Yüzeyden x derinliğinde dx tabakası içinde i elementi tarafından yayınlanan K_{α} şiddeti üç önemli faktöre bağlıdır. Radyasyon kaynağından çıkan E_o enerjili ışın demeti numuneye ϕ_1 açısıyla gelerek numune ile etkileşerek ϕ_2 açısıyla numuneden ayrılır. X-ışını floresans şiddeti hesaplanmasındaki bileşenler şekilde görülmektedir.

E₀ enerjili uyarıcı kaynağından yayınlanan fotonların x menziline ulaşma olasılığı

$$\exp[-\mu_m(E_o)\rho_m x/\sin\phi_1] \tag{2.19}$$

Burada;

 μ_m : E_o enerjisine bağlı matrisin kütle soğurma katsayısı

 ρ : Yoğunluk

Ayrıca i analiti m matrisini temsil eder. Analit , analizi yapılan element, matris ise analit dışındaki tüm numuneyi ifade eder.



Şekil 2.9. X-ışını floresans şiddeti hesaplanmasındaki bileşenler

Uyarıcı fotonun x – x+dx tabakasındaki bir i analiti uyarması sonucu bir boşluk yaratarak K_{α} floresans fotonu yayınlanma olasılığı ;

$$\tau_{i}(E_{0})\omega_{Ki}\left(1-\frac{1}{J_{Ki}}\right)f_{i}\rho_{i}dx$$
(2.20)

 $\tau_{i:} E_o$ enerjisine bağlı olarak i elementinin fotoelektrik kütle soğurma katsayısı

 ω_{Ki} : K- Kabuğundaki floresans verim

J_{Ki}: K-L atlama faktörü

 f_i : Analit ışını yayınlanmasına sebep olan yörüngesel elektron geçiş olasılığı

 $\rho_i\,dx$: dx tabakasındaki bir i elementinin birim alan başına düşen kütlesi (g/cm^2) dir.

Eş. 2.20 deki ifadeye K_i dersek, Eşitlik 2.20

(2.21)

Kiρ	i d	lx
-----	-----	----

olur.

dx tabakasından yayınlanan floresans fotonların dedektöre ulaşma olasılığı:

 $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{E}_{i})\exp\left[-\boldsymbol{\mu}_{m}(\mathbf{E}_{i})\boldsymbol{\rho}_{m}\mathbf{x}/\sin\boldsymbol{\varphi}_{2}\right]$ (2.22)

Burada

 $\mathcal{E}(E_i)$: Dedektör verimi

 $\mu_m(E_i)$: Matrisin enerjisinde kütle soğurma katsayısı

E_i: i analitinin floresans foton enerjisi

 ϕ_2 : fotonun numuneden çıkış açısı

Toplam kütle soğurma katsayısını tanımlarsak,

$$\chi_{i} = \mu_{m}(E_{0})/\sin\varphi_{1} + \mu_{m}(E_{i})/\sin\varphi_{2}$$

$$(2.23)$$

burada $\mu_{m,}$ numuneyi meydana getiren bütün elementlerin kütle soğurma katsayılarının toplamı olarak verilmiştir.

$$\mu_{\rm m}(E) = \sum_{j=1}^{n} c_j \mu_j(E)$$
(2.24)

Numunenin dx tabakasında i analitinin floresans şiddeti yukarıda hesaplanan 3 faktörün çarpımına eşittir.

$$dI_{i} = G\varepsilon(Ei)K_{i}\rho_{i}dx(exp[-\mu_{m}(E_{0})\rho_{m}x/\sin\varphi_{1}] + exp[-\mu_{m}(E_{i})\rho_{m}x/\sin\varphi_{2}])$$
(2.25)

$$dI_{i}=G\epsilon(E_{i})K_{i}(exp[-\mu_{m}(E_{0})\rho_{m}x/sin\phi_{1}-\mu_{m}(E_{i})\rho_{m}x/sin\phi_{2}])\rho_{i}dx_{i}$$

$$(2.26)$$

Yukarıdaki denklemin D kalınlığındaki numune boyunca integrali alınırsa;

$$dI_{i} = \int G\varepsilon(E_{i}) K_{i}(exp[-\mu_{m}(E_{0}) / \sin\varphi_{1} + \mu_{m}(E_{i}) / \sin\varphi_{2}] \rho_{m}x)\rho_{i}dx \qquad (2.27)$$

X= 0 dan D ye kadar yapılan integrasyon sonucunda i analitinin floresans şiddeti

$$I_{i} = G\varepsilon(E_{i})K_{i}\rho_{i}\frac{1}{\chi_{i}\rho_{m}}\left[1 - \exp(-\chi_{i}D\rho_{m})\right]$$
(2.28)

G, geometriye ve kaynak şiddetine bağlı orantı sabiti

$$\frac{\rho_i}{\rho_m} = C \tag{2.29}$$

i elementinin konsantrasyonu

$$I_{i} = G\varepsilon(Ei) K_{i} C_{i} \frac{\left[1 - \exp(-\chi_{i} D \rho_{m})\right]}{\chi_{i}}$$
(2.30)

 $G\epsilon(Ei)$ K_i terimine S_i dersek, S_i i elementinin X-ışını spektrometresine hassasiyetidir.

Eş. 2.30 u düzenlersek

$$I_{i}=S_{i}C_{i}\frac{1-\exp[-\chi_{i}D\rho_{m}]}{\chi_{i}} \qquad \text{elde edilir.}$$
(2.31)

 I_{i} D kalınlığındaki numunenin genel birincil şiddet ifadesini ρ_m D, birim alan başına kütleyi göstermektedir [32].

2.9. X- Işını Spektrometreleri

X ışını spektrometreleri, karakteristik çizgi şiddetlerinin ölçülebilmesi ve numuneden gelen çok enerjili ışın demetini enerjisine göre ayırmayı sağlar. Bir spektrometrenin, çizgilerin ayrılması için yeterli rezülasyona sahip olması gerekir. Aynı zamanda spektrometre, ilgilenilen dalga boyu ve enerji bölgesinde ölçüm yapabilme imkanı sağlamalıdır. Bu nedenle spektrometre seçiminde dört önemli faktör vardır;

- Rezülasyon,
- Karakteristik pik
- -Temel sayma seviyesi
- -Enerji veya dalga boyu aralığı

Bu faktörlerin hiçbiri birbirinden bağımsız değildir. Örneğin, rezülasyonun sabit tutulması, mutlak pik şiddetinin düşmesine neden olur. Bir spektrometrenin rezülasyonu, onun çizgileri ayırma kabiliyeti olarak tarif edilir. Rezülasyon, herhangi bir kaynak-dedektör mesafesinde kalibre edilmiş kaynaklarla tayin edilebilir.

X- ışını spektrometreleri iki kısımda incelenmektedir.

- 1- Dalga boyu dağılımlı spektrometreler (WDXRF)
- 2- Enerji dağılımlı spektrometreler (EDXRF)

Dalga boyu dağılımlı spektrometreler enerji dağılımlılardan % 50 oranında daha hassastırlar. Enerji dağılımlı spektrometreler enerji aralığındaki tüm elementleri aynı anda ölçebilirken, dalga boyu dağılımlı sistemler sadece programlanmış oldukları elementleri ölçebilirler. Bu iki özel sistemde çok yüksek hassasiyete ve aşırı düşük konsantrasyonlu veya çok düşük boyutlu numuneler ile çalışma imkanlarına sahiptirler. Dalga boyu dağılımlı sistemlerde rezülasyon, analiz edici kristalin açısal dağılımına ve kolimatör diverjansına bağlıdır. Bu sistemlerde rezülasyon 10-100 eV aralığındadır. Enerji dağılımlı sistemlerde ise rezülasyon dedektöre ve dedektör amplifikatörüne bağlıdır ve 145-200 eV aralığındadır.

Enerji dağılımlı spektrometreler, uyarıcı kaynak, dedektör ve sayma sistemlerinden oluşurlar. Bu sistemlerde dedektörler genel olarak, Si(Li) veya Ge(Li) şeklindedir. Veriyi oluşturmak, pulsları birbirinden ayırmak ve belirlemek için çok kanallı analizör kullanılır. Enerji dağılımlı sistemlerin rezülasyonu yaklaşık olarak dedektörünkine eşittir ve bu yüzden bu sistemlerde dedektör seçimi çok önemlidir. Dalga boyu dağılımlı spektrometreler bir kristal ve bir sayıcıdan meydana gelen tek kanallı analizör olarak kullanılabileceği gibi birçok kristal ve dedektörden meydana gelen çok kanallı spektrometre olarak ta kullanılabilir. Bu durumda elementler eş zamanlı olarak ölçülebilir. Bu spektrometre sistemi, bir X-ışını tüpü, bir numune tutucu, bir birincil kolimatör, bir kristal ve ardışık sayıcılardan oluşur.

Enerji dağılımlı sistemler, dalga boyu dağılımlı sistemlere nazaran iki önemli avantaja sahiptir. İlk avantajı numuneden emisyon spektrumunu aynı zamanda oluşturması ve göstermesidir. İkinci avantajı ise, mekanik olarak kullanım kolaylığıdır [17].



Şekil 2.10. EDXRF spektrometresi [22]

2.10. X-Işını Difraksiyon Metodu

Bir kristal tarafından kırınıma uğratılan X-ışınları için, 1913 yılında İngiliz Fizikçi Bragg tarafından ilgili bağıntılar bulundu. Buna göre, kristal içerisinde birbirine paralel atom düzlemleri düşünüldü. Gelen ışınlar her düzlemden bir miktar yansıtılarak kırınıma uğrar, yansıyan bu ışınların birbirini yok etmemeleri için bazı şartlar gerekir. Şekil 2.11'deki 1 ve 2 ışınları arasındaki yol farkı BC + CD dır. Bu yol farkı dalga boyunun tam katları ise saçılan ışınlar birbirini destekler [19]. Böylece

Bragg kanunu:

$$2d\sin\theta = n\lambda (Bragg Kanunu)$$
 (2.32)

şeklinde bulunur. Burada d düzlemler arası uzaklık, θ düzlemle yapılan açı ve n ise pozitif sabit sayılar olup (1, 2,) dalga boyunun tam katlarını ifade eder. Bragg kanunu $\lambda \leq 2d$ olması halinde gerçekleşir. Bragg kanunu kristal örgüde ortaya çıkan periyodikliğinin sonucudur [21]. Bir kristal üzerine düşen her tek renkli bir ışın için Bragg kanunu gerçekleşmez. Bu şartın gerçekleşmesi için θ açısı ya da λ dalga boyu sürekli olarak değiştirilmelidir. Bu değişkenlerin belirli değerleri için Bragg kanunu sağlanır.



Şekil 2.11. Bragg Kanunu

X-ışını difraksiyon metodu ile toz veya kristal yapı analizi yapılabilmektedir. Tek kristal uygulamalarında Bragg metodu olarak da bilinir. Günümüzde kullanılan modern X-ışını (XRD) cihazları bilgisayar kontrollü olup, sonuçlar çok hassas bir şekilde tespit edilebilmektedir. Bir XRD analizinde sonuçlar şiddet-açı (2θ) diyagramı şeklinde verilmektedir. Elde edilen sonuçlar, analiz edilen malzemenin mikro yapısı hakkında da ipuçları verir. Örneğin çok ince taneli bir malzemenin analizinde kırınım çizgilerinin genişliği artar. Yani tane boyutu küçüldükçe kırınım çizgileri kabalaşır. Bu kabalaşmanın ise kırınım çizgisinin yarı maksimum genişliği şeklinde ölçülmesi adet olmuştur [20].



Şekil 2.12. X-ışını Difraktometresi [20]

2.11. X-Işını Floresans Uygulama Teknikleri

2.11.1. Nitel analiz (Kalitatif analiz)

Nitel analiz genel olarak numune içindeki elementleri belirlemek için kullanılır. Herhangi bir spektral analiz yönteminde olduğu gibi, bir grup spektral çizgi bir elementi temsil eder. X- ışınlarıyla tahribatsız analiz yapılırken sonuçlar nitel olarak ortaya çıkar.

Enerji dağılımlı spektrometrelerde her element için elde edilen çizgilere karşılık gelen kanal numaraları belirlenir. Bu kanal numarası elementin enerjisine karşılık

gelir. Sonunda elde edilen enerji-kanal numarası grafiğinin denklemi enerji kalibrasyon denklemidir. Bu kalibrasyon denklemi y= mx + n şeklindedir. Burada m grafiğin eğimi, y enerji, x de kanal numarasıdır.

2.11.2. Nicel analiz (Kantitatif analiz)

Nicel analiz bir numunedeki elementlerin yüzde olarak oranının belirlenmesidir. Enerji dağılımlı spektrometrelerde nicel olarak analiz yapılabilmektedir. Nicel analizlerde üç ana basamak vardır. Önce analizi yapılacak numune hazırlanır, sonra analit uygun seviyelerde uyarılır ve yayınlanan floresans ışınımının şiddeti ölçülür, son olarak ölçülen şiddet yüzde olarak elementel konsantrasyona dönüştürülür.

X-ışını floresans spektrometresinde katı, sıvı ve toz halindeki numuneler analiz edilebilir. Toz numuneler, ince bir tabaka halinde mylar film üzerinde veya basınçla tablet haline getirilerek analiz edilebilir.

Analizlerde ortaya çıkan soğurulma-artırma etkileri "Matris Etkisi" olarak adlandırılır. Matris etkisi, matrisin kimyasal bileşiminden meydana gelir. Matris etkisini azaltmak için kullanılan metotlar,

- 1-Standartla karşılaştırma metodu
- 2-Matris seyreltme metodu
- 3-Standart ekleme ve seyreltme metotları
- 4-İnce film metodu
- 5-Matematiksel düzeltme

Standartla karşılaştırma metodunda numunelerden elde edilen analit çizgi şiddeti numuneler gibi aynı veya benzer matris şekline sahip standartlardan elde edilen analit çizgi şiddetleriyle karşılaştırılır.

Analizde kullanılan standartların konsantrasyonunu ve analit pik tepe şiddetlerini kullanarak lineer kalibrasyon doğrusu elde edilir. Bu doğru,

$$\mathbf{I}_{\mathrm{p}} = \mathbf{mC} + \mathbf{I}_{\mathrm{B}} \tag{2.33}$$

ile verilir. I_P tepe şiddeti, C konsantrasyon, m kalibrasyon faktörü I_B birim zaman ve konsantrasyon başına sayımdır.

Numune, içindeki analit konsantrasyonu x, iki standart S_1 ve S_2 arasında bulunuyorsa lineer bir doğrudan,

$$C_{X} = C_{S1} + \frac{I_{X} - I_{S1}}{I_{S2} - I_{S1}} (C_{S2} - C_{S1})$$
(2.34)

 C_x analit konsantrasyonu bulunur. Lineer doğru şekil 2.13.' de gösterilmektedir. Eğer kalibrasyon doğrusu lineer değilse, standart metodu aşağıdaki eşitlikle verilir.

$$\frac{\left[(I_{s_1}/I_{s_2})(C_{s_2}/C_{s_1})\right] - 1}{C_{s_2} - C_{s_1}} = \frac{\left[(I_{s_1}/I_x)(C_x/C_{s_1})\right] - 1}{C_x - C_{s_1}}$$
(2.35)



Şekil 2.13. Kalibrasyon doğrusu [24]

Numune matrisinin analit şiddeti üzerindeki etkisi iki şekilde olur. Birincisi matrisin kimyasal yapısından doğan soğurma artırma etkisi, ikincisi ise numunenin partikül

büyüklüğü ve yüzeyinden doğan homojenlik etkisidir. Floresans şiddeti partikül büyüklüğü ile ilgili olduğundan, numunenin çok iyi olup homojen hale getirilmesi gerekir. Partikül büyüklüğü ve diğer matris etkilerinin ortadan kaldırılması için, numune ve standardın aynı partikül büyüklüğüne ve matrise sahip olmaları gerekir.

2.11.3 Yapı analizi

Yapı analizi numunelerdeki kristal yapının belirlenmesidir. Difraksiyon olayı bu çalışma için uygundur. X-ışını toz difraksiyon analizi ile mineral yapısı hakkında bilgi edinilebilir. Yapı analizi x-ışını floresans spektrometresinden elde edilen element analizi verileriyle desteklenerek yapılır. Numunedeki elementlerin hangi yapıda olduklarını belirler.

Yapı analizi, örneklerdeki kil mineralini ve diğer mineral türlerini belirlemek için yapılır. Toz halindeki numuneye uygulanabilir. Numunenin kristal yapısı, X-ışını toz difraktometresi kullanılarak difraksiyon olayı ile belirlenebilir. Mineral analizi için XRF'den elde edilen elementler kullanılmıştır. Analiz XRF verileri desteklenmiştir. Bunun sonucunda numunedeki mevcut elementlerin hangi yapıda olduğu belirlenir.

3.DENEY

3.1. Kazı Bölgeleri ve Arkeolojik Buluntular

Mezra Teleilat höyüğündeki arkeolojik kazılar Ilısu ve Kargamış Baraj Gölleri Altında Kalacak Arkeolojik ve Kültür Varlıklarını Kurtarma Projesi kapsamında 1999, 2000, 2001, 2002 yıllarında yapılmıştır. Bu çalışmada, bu kazılardan ele geçen Demir ve Neolitik çağa ait arkeolojik buluntular incelenmiştir. Ayrıca karşılaştırma grubu olarak Mezra höyük kazısından ele geçen Kalkolitik, Erken Tunç ve orta Tunç Çağlarına ait buluntular incelenerek karşılaştırılmıştır. Harita 3.1' de proje kapsamında yapılan kazı bölgesinin haritası gösterilmiştir.



Harita 3.1. Ilısu ve Kargamış Baraj Gölleri Altında Kalacak Arkeolojik ve Kültür Varlıklarını Kurtarma Projesi kazı bölgeleri haritası [27]

Çağımız sosyal ve ekonomik düzeninin temelini oluşturan neos (yeni), lithos (taş) sözcüklerinden türetilerek Neolitik yani Yeni Taş Dönemi, Türkiye' deki yaygın kullanımıyla Cilalıtaş Devri insanlığın kültürel gelişimindeki en önemli süreçtir. Çünkü bu süreçte insanoğlunun yaşam ve geçim tarzı köklü değişikliklere uğrayarak, bir bakıma günümüz uygarlığının temelleri atılmıştır. Bu dönemin ana öğeleri, geçici doğal barınaklardan kalıcı köysel yaşama; giderek avcılık ve toplayıcılıktan da üretime yani tarım ve hayvancılığa geçiş olarak özetlenebilir. Neolitik Çağ' da kile elle biçim verilerek ateşte pişirmek, böylelikle de günlük işlerde büyük kolaylık sağlayacak çanak çömleği üretmek önemli bir aşamadır.

Demir Çağı döneminde Anadolu uygarlıklarına katkıda bulunan halklar, kurdukları devletler ve yüksek kültürleri ile Geç Hitit, Urartu, Phyrg ve Lydler' dir. Demirin yavaş yavaş yaygınlaşan kullanımı ve Deniz Halklarının Kargamış, Kizzuvatna (Çukurova) ve Alaşiya' da (Kıbrıs) yaptıkları kimi yıkımlar dışında bütün bu göç dalgalarından en az etkilenen bölge Güney ve Güneydoğu Anadolu idi [33].

Kazı bölgesi ile ilgili bilgiler aşağıda verilmiştir;

Şanlıurfa ili, Birecik ilçesinin 7 km güneyinde, Fırat'ın doğu kıyı ovasında yer alan Mezra Teleilat yaklaşık 300 x 200 x 6 metre boyutlarında yayvan görünümlü bir höyük yerleşmesidir. Kazılarda Demir Çağı ve Neolitik Çağ olmak üzere iki ana kültür dönemi saptanmıştır [28]. Bu kazılardan ele geçen 48 farklı seramik parçası numune alınarak incelenmiştir. Teleilat kazı alanı, Resim 3.1 de gösterilmiştir



Resim 3.1. Mezra Teleilat kazı alanı [23]



Resim 3.2. Mezra-Teleilat'ın havadan görünümü [23]



Resim 3.3. Mezra höyük çanak-çömlek parçaları

Çizelge 3.1. Mezra höyük numunelerinin özellikleri

Numunenin	Dış Görünüşü ve Özellikleri
Kodu	
T-1.23.1	Gri renkte, iç dış astarsız
T-1.1	Kırmızımsı kahverengi renkli, iç dış astarsız
T-1.3	Açık kahverengi renkli, iç dış astarsız
T-1.5	Açık kahverengi renkli, iç dış astarsız
T-1.7	Kahverengi renkli, iç dış astarsız
T-1.12	İç kahverengi dış kırmızımsı kahverengi renkte, iç dış
	astarsız
T-1.13	İç siyah dış soluk gri, ,iç dış astarsız
T-1.17	İç kırmızımsı kahverengi dış açık kahverengi, iç dış astarsız
T-1.19	İç dış açık kahverengi renkte, iç dış astarsız
T-1.23	İç dış koyu kahverengi, iç dış astarsız
T-1.24	Dış açık kahverengi iç açık kırmızımsı kahverengi renkte,
	iç dış astarsız

Çizelge 3.1.(Devam) Mezra höyük numunelerinin özellikleri

T-2.1	Dış kırmızımsı kahverengi, iç kahverengi renkte, iç dış astarsız
T-2.2.1	İç dış kahverengi renkte, iç dış astarsız
T-2.6	İç soluk kahverengi, dış siyah renkte, astarsız
T-2.11	İç açık kahverengi, dış kahverengi, iç dış astarsız
T-2.14	İç kahverengi, dış sarımsı kahverengi, iç dış astarsız
T-2.15	İç dış kahverengi, astarsız
T-2.18	İç siyahımsı kahverengi, dış açık kahverengi, astarsız
T-2.21	İç dış açık kahverengi, astarsız
T-2.22	İç dış kırmızımsı kahverengi, astarsız
T-2.26	İç dış açık kahverengi kalın hamurlu, astarsız
T-2.27	İç dış kırmızımsı kahverengi, astarsız
T-2.29	Dış soluk kahverengi, iç siyah, astarsız
T-2.63	İç siyahımsı kahverengi, dış açık kahverengi, astarsız



a) Resim 3.4. Mezra Teleilat çanak çömlek parçaları a)1.grup b) 2 grup



b) Resim 3.4.(Devam) Mezra Teleilat çanak çömlek parçaları a) 1. grup b) 2.grup

Çizelge 3.2 Mezra Teleilat numunelerinin özellikleri

Numunenin Kodu	Dış Görünüşü ve Özellikleri
T-1A2	Hamur gri, dış pembe iç gri renkte, dışta kalın astar
T-2A2	Hamur kırmızımsı sarı, dış kırmızımsı sarı,iç kırmızımsı sarı, iç dış astarsız
T-3A2	Hamur kırmızımsı sarı, dış kırmızımsı sarı, iç kırmızımsı sarı, iç dış astarsız
T-5A2	Hamur kırmızımsı sarı, dış kırmızımsı kahverengi, iç açık kahverengi, dışta ince astar
T-21A2	Hamur grimsi kahverengi, dış grimsi kahverengi, iç koyu gri, iç dış astarsız
T-30A2	Hamur rengi zeytin yeşili, dış açık zeytin yeşili, iç açık zeytin yeşili, iç dış astarsız
T-1B2	Hamur rengi gri, dış pembe, iç gri, dışta kalın astar

Çizelge 3.2.(Devam) Mezra Teleilat numunelerinin özellikleri

T-2B2	Hamur rengi sarımsı kırmızı, iç ve dış sarımsı kırmızı, iç dış
	astarsız
T-3B1	Hamur rengi açık sarımsı kahverengi, dış kırmızımsı sarı, iç açık
	sarımsı kahverengi, dışta kalın astar
T-4B2	Hamur rengi kahverengi, iç dış kahverengi, dışta ince astar ve
	perdah
T-5B2	Hamur rengi sarımsı kırmızı, iç ve dış açık kırmızımsı kahverengi,
	iç dış ince astarlı
T-6B2	Hamur rengi açık kahverengi, iç ve dış açık kahverengi, iç dış
	astarsız
T-7B2	Hamur rengi pembe, dış açık kırmızımsı kahverengi,iç pembe,
	dışta ince astar
T-10B2	Hamur rengi açık kahverengi, iç ve dış açık kahverengi, iç dış ince
	astar
T-14B2	Hamur rengi açık kahverengi, dış çok soluk kahverengi, iç kırmızı,
	dışta ince astar
T-25B2	Hamur rengi çok koyu gri, dış açık yeşilimsi gri, iç yeşilimsi gri,
	iç dış ince astar
T-6C2	Hamur rengi kırmızımsı sarı, dış pembe, iç kırmızımsı sarı, dışta
	ince astar
T-13C2	Hamur rengi soluk sarı, iç ve dış soluk sarı, iç ve dış astarsız
T-11D2	Hamur rengi sarımsı kırmızı, iç ve dış açık kahverengi, iç dış ince
	astar
T-14F2	Hamur rengi acık kahverengi dış şoluk şarı iç şoluk kahverengi
	dista ince astar

Çizelge 3.2.(Devam) Mezra Teleilat numunelerinin özellikleri

T-N1	Hamur rengi açık kahverengi, dış soluk sarı, iç dış
	astarsız
T-N2	Hamur rengi kırmızımsı kahverengi,dış açık kahverengi, iç
	kırmızımsı kahverengi, iç dış astarsız
T-N3	Hamur rengi açık kahverengi, iç dış açık kahverengi, iç dış astarsız

3.2. Numunelerin Hazırlanması

Kil; kayaçların ve maden kütlelerinin fiziksel nedenlerle parçalanmasıyla meydana gelen, 4 mikron veya daha küçük boyutlu taneciklerin yığılmasıyla oluşan bir tortul kayaçtır. Ufak boyutlara ayrılan taş ve madenlerin büyük kısmı, su veya diğer çözücü doğal sıvılar tarafından kimyasal yolla eritildikleri için taneli yapılarını koruyamamakta ve giderek ayrı bileşiklere dönüşmektedirler. Bütün bu eritici ve çözeltici kimyasal etkilere rağmen, sadece küçülen ama taneli varlıklarını koruyan maddeler kili meydana getirirler [21]. Kil mineralleri doğada çeşitli formlarda bulunurlar:

1) Kaolinit grubu kil mineralleri; sulu alüminyum silikatler'dir. Bunlar;

kolinit, dikit, nakrit, anaksit, halloysit, endelit' tir.

2) Simektit grubu kil mineralleri; magnezyum ve/veya demirle birlikte potasyum dışı alkalileri ve bazı toprak alkalileri içerir. Bunlar;

montmorillonit, nontronit, saponit, beidellit, hektorit' tir.

3) İllit grubu veya mika grubu kil minerallerinin simektit grubundan farkı, potasyum içermeleridir. Bunlar;

illit, muskovit, biyotit, flogopit' tir.

4) Klorit grubu kil mineralleri; magnezyumlu, sulu alüminyum silikatli killerdir. Bunlar;

poligorskit (atapuljit), sepiyolit, allofan' dır.

5) Talk; su içeren magnezyum silikat' tir.

Killer ıslatılınca çok yumuşar ve parçalanmadan şekil değiştirebilir, yani plastik bir özellik kazanırlar. Bu yüzden, elle ve aletlerle istenilen şekle sokulabilirler[21].

Mikroskopik ve makroskopik gözlemlerle görülebilen özellikleri ve kimyasal analizler, killerin yapıları ve özellikle kalitatif ve kantitatif bileşimleri hakkında bilgi vermekle beraber, yapı elementlerinin kristal örgüde dizilişleri hakkında bilgi verememektedir. Bu da ancak XRD analizleri ile mümkün olabilmektedir.

Kazı bölgesinden elde edilen 48 adet numuneden 25 tanesi karşılaştırma grubu olarak, 23 tanesi temel grup olarak analiz edilmiştir. Elde edilen numunelerin tümü izinli yani tahribat sorunu olmayan numunelerdir. Seramik numunelerden tablet hazırlamak için her birinden küçük bir parçası kırılmıştır, sonra bu parçalar toz haline getirilmek için öğütücüde öğütülmüş ve tekrar Agate havanında iyice ezilerek tamamen toz haline getirilmiştir. Toz haline getirilen numuneler ayrı ayrı isimlendirildikten sonra elektronik tartıda 3 g'lık hassas tartım alınıp bunlar Beckman marka preste 17 ton/inç² basınçta tablet haline getirilmiştir. Numunelerden T-2.15, T-1.5, T-1.12 numuneleri tablet haline getirildikten sonra kırıldığı için, 2,5 g numuneye 0,5 g selüloz koyularak Agate havanında iyice karıştırıldıktan sonra tekrar tablet haline getirilmiştir. Bu örneklerin kantitatif analiz sonuçları için daha sonra matematiksel düzeltme yapılmıştır.

Ayrıca kilin temel maddesinin kaya ve toprak olması nedeniyle arkeolojik numunelerin matrisleri ile benzer olan toprak ve sediment standartları da 3 g ağırlığında, 25 tonluk basınç altında tablet yapılarak analiz için hazırlanmıştır.

X-ışını toz difraktometresi kullanarak 9 adet numunenin analizi yapılmıştır. Bunlar, T-1.7, T-1.19, T-1.23, T-2.11, T-2.18, T-2.26, T-1B2, T2B2, T-5B2' dir. Bu seramik parçalarının hepsi izinlidir ve toz halinde difraktometre ile incelenmiştir.

3.3. Deney Düzeneği

XRF analizleri, Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezinde bulunan X-ışınları floresans laboratuarında yapılmıştır. Kullanılan sistem, Oxford marka ED-2000 model enerji dağılımlı tüplü X-ışını floresans spektrometresidir. Yapı analizleri aynı yerdeki Teknoloji Bölümü, Malzeme Birimi laboratuarındaki Bruker D8 Advance model X-ışını toz kırınım difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir.

3.3.1. Tüplü X-ışını floresans spektrometresi

Kullanılan sistem Oxford ED-2000 model enerji dağılımlı tüplü X-ışını floresans spektrometresidir. Bu sistemin özellikleri Çizelge 3.3 ' de verilmiştir.

Element aralığı	Sodyum (Na) ile Uranyum (U)
Element Sayısı	80 elemente kadar (Kalitatif analiz için) 50 elemente kadar (Kantitatif analiz için
Konsantrasyon Aralığı	ppm ile % 100 arasında
Numune Türü	Katılar, sıvılar, tozlar, partiküller, filmler

Çizelge 3.3. Enerji dağılımlı XRF spektrometresinin özellikleri[31]

Çizelge 3.3.(Devam) l	Enerji dağılımlı XRF	spektrometresinin özellikleri[31]

Numune Boyutları	0,2 mm'den 250 mm yarıçapına kadar	
X-ışınları Uyarımı	X-ışınları tüpü programlanabilir(4-50 kV ve 1-1000 µA aralığında	
Yazılım	Oxford' un kendisinin XpertEase Windows	
Çalıştırma	5 °C ile 35 °C arasında, nem % 20 - % 80 aralığında	
Koşulları	değişken	
Güç	220-250 V ac. 50/60 hz Amps	
Gereksinimleri	220 200 Y ac, 20, 00 hz r hips	
	Yükseklik : 865 mm	
Boyutlar	Genişlik : 550 mm	
	En : 820 mm	
	Ağırlık : 135 kg	

Oxford ED 2000 marka tüplü X-ışını floresans spektrometresinde hedef Ag dir. Sistemde Na ile U aralığındaki elementlerin kalitatif ve kantitatif analizi yapılır. Elementleri uyarabilen farklı enerjili fotonlar kullanılır. Farklı bölgelerdeki elementleri uyarmak için boş filtre ya da ince Al, Cu ve Ag filtreler kullanılabilir.



Resim 3.5. Oxford-ED 2000 Tüplü X-ışını floresans spektrometresi



Şekil 3.1. Tüplü sistemin sayım geometrisi

Bu sistemde kullanılan yarı iletken dedektörün özellikleri Çizelge 3.4' de verilmiştir.

	Özellikleri
Dedektör aktif çapı	10 mm
Dedektör hassas derinliği	5.35 mm
Pencere kalınlığı	0,025 mm Be 200 A ^o Altın
Pencere dedektör uzaklığı	7 mm
Çalışma Voltajı	500 V
Çözünürlük	180 eV

Çizelge 3.4. Si-Li dedektörün özellikleri

Tüplü sistemde yapılan kalitatif ve kantitatif analiz için geliştirilmiş olan metotta, NIST'e ait Montana Soil II (SRM 2711), Buffalo River Sediment (SRM 2704), San Joaquin Soil (SRM 2709), New York/New Jersey Waterway Sediment (SRM 1944), Trace Elements in Coal Fly Ash (SRM 1633b), Biric Clay (SRM 679), Flint Clay (SRM 97b), Plastic Clay (SRM 98b), LGC ye ait River Sediment (LGC-6187), Japonya' ya ait NIES CRM No.12 Marine Sediment, Çin' e ait Kaolin GBW (03122), Clay GBW (03101a), olmak üzere on iki adet standart kullanılmıştır.

Standartla karşılaştırma metodu uygulanırken kalibrasyon doğruları elde edilmiştir. Bu kalibrasyon doğrularından CaO için olan aşağıda verilmiştir.

Standartla karşılaştırma metodu kullanılırken, 5 farklı bölge için 5 ayrı enerji bölgesi taranmıştır. Bu enerji bölgeleri elementlerin atom numaralarına göre ayrılmıştır, bunlar, birinci bölge very light element(1-3 keV) 11 < Z < 19 (Na-K arasındaki elementler), ikinci bölge Steel (3-8 keV) 20 < Z < 29 (Ca-Cu), üçüncü bölge medium element (3-17 keV) 20 < Z < 42 (Ca-Mo), dördüncü bölge heavy traces (8-15 keV) 29 < Z < 40 (Cu-Zr), beşinci bölge very heavy element (17-37 keV) 41 < Z < 60 (Nb-Nd) enerji bölgeleridir.



Şekil 3.2. CaO için kalibrasyon doğrusu



Şekil 3.3. Montana Soil (SRM 2711) standardının XRF spektrumu (medium element)

3.3.2. X-ışını toz difraktometresi sistemi

X-ışını toz difraktometresi ile bazı numunelerin yapı analizi yapılmıştır. Analiz için kullanılan cihaz Bruker D8 Advance model difraktometredir. Resim 3.3' de X-ışını toz difraktometresi sistemi gösterilmiştir.

9 adet izinli numuneye yapı analizi uygulanmıştır. Toz haline getirilmiş numuneler malzeme tablasına yerleştirilmiştir. Hedef bakır (Cu) tüptür. Numuneler CuK α radyasyonu ile ışınlanmaktadır, dalga boyu 1,5418 nm dir. Hedefe gelen farklı dalga boylu ışınları monokromatör tek dalga boyuna indirger. Bu durumda dalga boyu ve enerji sabittir. Numune hareketsiz olduğundan yalnız gelen açı değişir, hızlandırma gerilimi 40 kV, anot-katot arasındaki akım 40 mA, sıcaklık oda sıcaklığıdır. Açı 5° ile 80° arasında 20 ya bağlı olarak değiştirilmiştir. Dedektör bir adımda 0,02° döner, her bir nokta için ölçüm süresi 0,6 s dir. Bir numunenin analiz süresi yaklaşık 35 dakikadır. Kullanılan dedektör NaI dedektördür.



Resim 3.6. Bruker D8 Advance model X-ışını difraktometresi [31]

4.ANALİZLER

4.1. Mezra Höyük Seramik Numunelerinin Analizi

Urfa ili, Teleilat kazı alanında yapılan kazı çalışmaları sonucu ele geçen 25 adet seramik parçası karşılaştırma grubu olarak analiz edilmiştir. Numunelerin hepsi hamur örnekleri olup hiç birinde sır yoktur. Tümü izinli olan numunelerden alınan parçalar toz haline getirilerek tablet yapılmış, kalitatif ve kantitatif analiz uygulanmıştır. Çizelge 4.1' de Mezra höyük numunelerinin hamurlarına ait kalitatif analiz sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.1 Mezra höyük kazısı seramik hamurlarının kalitatif analiz sonuçları

Numune Adı	Gözlenen Elementler
T-1.23.1 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.1 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.3 hamur	Mg, Al, Si, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.5 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.7 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.12 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.13 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.17 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.19 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.23 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1.24 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.1 hamur	Mg, Al, Si, K, S,Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.2.1 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.6 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.8 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.11 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.14 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba

T-2.18 hamur	Mg, Al, Si, K, S,Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Pb, Ba
T-2.21 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.22 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.26 hamur	Mg, Al, Si, K, S,Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.27 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.29 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2.63 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba

Çizelge 4.1.(Devam) Mezra höyük kazısı seramik hamurlarının kalitatif analiz sonuçları

Analizlerden elde edilen sonuçlar kullanılarak seramiklerin aynı bölgeye ait olmadığını belirlemek için istatistiksel yöntem uygulanmıştır. İstatistik bütün analiz sonuçları % olarak hesaplanmıştır. Kullanılan istatistiksel yöntem, SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) programıdır.

Uygulanan istatistiksel yöntemler, Hiyerarşik Kümeleme Analizi (HCA) ve Faktör Analizidir. Kümeleme analizini desteklemek için dendrogram grafiği çizilerek yorumlanmıştır. Bu yöntemler girilen verilere uygun olarak bir sınıflandırma yapılmasını sağlarlar. Aşağıda kantitatif analiz ve istatistik analiz sonuçları Çizelge 4.2.' de verilmiştir.

		T-1.23.1	T-1.1	T-1.3	Г	-1.5	T	-1.7	T-	1.12	Т	-1.13
%	Mg	0,90	0,84	0,89	1	,02	0,	,88	1,()6	0	,92
	Al	4,86	4,62	5,14	5	,22	3,	,77	5,3	32	3	,58
	Si	24,97	27,55	25,25	2	5,76	20	0,98	26	,32	2	1,85
	S	0,24	0,06	0,40	0	,23	0,	,23	0,3	38	0	,99
	K	1,68	2,10	2,09	2	,40	2,	,07	1,56		2	,01
	Ca	8,45	12,92	5,73	6	,63	9,	,01	7,88		1	0,15
	Ti	0,52	0,41	0,47	0	,50	0,	,66	0,5	53	0	,38
Drawa	Cr	447	286	418	4	73	20	08	49	93 3		07
Ppin	Mn	255		676	7	42	1	18	58	5	1	0,6
%	Fe	3.60	3,08	3,42	3	,70	4,	,82	3,7	79	2	,88
	Zn	60	60,4	69,6	7	2,1	12	23 77			5	2,4
	Sr	269	580	405	5	28	2	256		261		52
ppm	Pb	24,7	21,4	20,8	2	.9	19	9,1	32		2	0,2
	Ba	241	355	439	4	53	20	61	36	8	3	65
		T.1.17	T.1.19	T.1.23	3	T.1.24	4	T.2.1	[T.2.2.	1	T.2.6
	Mg	0,87	0,90	0,86		0,90		0,85		0,85		0,89
	Al	5,06	4,10	4,22		5,04	5,04 4,76			4,55		5,06
	Si	23,64	28,50	26,50		24,61 28,0		9	26,63		25,25	
%	S	0,39	0,56	0,23		0,43		0,20		0,50		0,45
	К	2,00	2,82	2,05		1,90		1,68		2,48		2,82
	Ca	5,27	23,4	20,37		6,25		12,14	4	11,78		7,38
	Ti	0,48	0,30	0,36		0,47		0,43		0,37		0,42
	Cr	346	140	231		355		338		243		263
ppm	Mn	641				508						194

Çizelge 4.2. Mezra höyük kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

%	Fe	3,82	1,83	2.32	3,37	3,31	2.74	2,87
	Zn	108		5	61	55,8	37	49
ppm	Sr	352	802	303	645	691	609	475
	Pb	28	18	21	18,3	16,6	20,3	28,3
	Ba	341	236	264	355	423	311	330
		T_2 8	T_2 11	T_2 1/	T_2 15	T_2 18	T_2 21	T_2 2 22
		1-2.0	1-2.11	1-2.14	1-2.13	1-2.10		1-2.22
	Mg	0,90	0,91	0,90	1,05	0,87	0,88	0,85
	Al	4,93	4,73	3,94	5,40	4,81	4,96	4,66
	Si	26,35	30,17	21,53	26,81	28,56	25,71	27,97
%	S	0,30	0,48	0,35	0,40	0,26	0,61	0,30
	К	2,03	2,53	1,10	1,67	1,77	2,15	2,61
	Ca	8,95	18,74	7,1	6,15	13,84	6,90	12,35
	Ti	0,43	0,42	0,49	0,52	0,44	0,41	0,42
L	<u> </u>	1	1					I

Çizelge 4.2.(Devam) Mezra höyük kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

ppm	Cr	342	202	522	464	327	359	285
	Mn	175		395	520		477	
%	Fe	3,11	2,55	3,32	3,82	2,99	3,48	3,05
ppm	Zn	49,7	33,6	62,1	60,3	40,1	72,8	56,2
	Sr	762	462	326	324		430	541
	Pb	18,5	19,7	27,1	27,3	22,2	23,8	18,7
	Ba	309	232	358	638	425	342	293

		T-2.26	T-2.27	T-2.29	T-2.63	
	Mg	0,85	0,90	0,88	0,89	
	Al	4,30	5,05	4,67	4,80	
%	Si	25,11	25,25	27,50	27,92	
	S	0,47	0,25	0,30	0,31	
	К	2,52	2,16	2,17	2,83	
	Ca	12,28	6,93	9,16	12,99	
	Ti	0,36	0,47	0,48	0,41	
	Cr	289	384	665	290	
ppm	Mn		466	115		
%	Fe	2,50	3,33	3,18	2,73	
	Zn	34	61,8	60	40,2	
	Sr	803	378	410	373	
ppm	Pb	19,8	24,7	24,6	25	
	Ва	241	338	271	306	
L	I			1	L	
Adı	No	0 5	10	15	20 25	
$\begin{array}{c} T-2\cdot2\\ T-2\cdot2\\ T-1\cdot5\\ T-2\cdot6\\ T-1\cdot3\\ T-1\cdot2\\ T-2\cdot1\\ T-2\cdot1\\ T-2\cdot1\\ T-2\cdot2\\ T-1\cdot1\\ T-2\cdot8\\ T-2\cdot2\\ T-1\cdot2\\ T-1\cdot2\\ T-1\cdot2\\ T-1\cdot1\\ T-1\cdot7\\ T-1\cdot1\end{array}$	$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ I -+-+ I -+-+ I -+ -+ I -+-+ I -+ -+ I -+ -+ I -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+ -+	+ I I I			

Çizelge 4.2.(Devam) Mezra höyük kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

Şekil 4.1. Mezra höyük kazısı kantitatif sonuçlarının dendrogram grafiği

T-2.22	21	-+	I		I
T-2.63	25	-+	I		I
T-1.1	2	-+	I		I
T-2.1	12	-+-+	I		I
T-2.18	19	-+ +	+		I
T-2.2.1	13	-+-+			I
T-2.26	22	-+			I
T-1.19	9	+			I
T-1.23	10	+ +		 	+
т-2.11	16	+			

Şekil 4.1.(Devam) Mezra höyük kazısı kantitatif sonuçlarının dendrogram grafiği

Yapılan istatistik analizlerde numunelerin aynı döneme ve aynı bölgeye ait olmasından dolayı genel olarak büyük bir kısmının aynı grupta toplandığı görülmüştür. Ancak T-1.19, T-1.23 ve T-2.11 kodlu numunelerin gruptan ayrıldığı meydana çıkmıştır. Eğer tekrar bu üç numune kendi arasında gruplara ayrılırsa T-1.19 tek başına bir grup, T-1.23 ve T-2.11 ayrı bir alt grup olarak tanımlanabilir.

Mezra höyük numunelerinin hamurlarının kantitatif analiz sonuçları için yapılan kümeleme analizinde T-1.19, T-1.23 ve T-2.11 numunelerinin gruptan ayrıldığı görülmekte ve bu sonuç çizilen dendrogram grafiği ile desteklenmektedir. Kümeleme analizi sonuçları aşağıdaki şekilde gösterilmektedir.



Şekil 4.2. Mezra höyük kazısı kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi

Mezra höyükten ele geçen kazı bölgesinden ele geçen seramik parçalarından T-1.7, T-1.19, T-1.23, T-2.11, T-2.18 ve T-2.26 kodlu numunelere XRD analizi uygulanmıştır. XRD çekimleri $5^{\circ} - 80^{\circ}$ arasında gerçekleştirilmiştir. Kilin bazal yansımaları $0^{\circ} - 20^{\circ}$ arasında olduğundan bu aralığın d değerleri hesaplanarak kil analizi yapılmıştır. Analiz sonuçlarının spektrumları T-1.19 ve T-2.11 kodlu numuneler için şekil 4.3 ' de verilmiştir.

Analiz sonuçlarına göre T-1.7, T-1.19, T-1.23, T-2.11, T-2.18 ve T-2.26 kodlu numunelerin hepsinde kuvartz ve allofan mineralleri saptanmıştır. 5° ile 15° arasında piklerin background' tan yükselmesi numunelerin içerisinde amorf malzemenin varlığını işaret eder. Allofan mineralinin de amorf bir kil minerali olması da T-1.19 ve T-1.23 hariç diğer numunelerdeki amorf yapının varlığını desteklemektedir.

XRF sonuçlarına uygulanan istatistiksel değerlendirmede gruptan ayrılan T-1.19, T-1.23, T-2.11 kodlu numunelerin XRD sonuçlarına göre T-1.19 da kuvartz ve allofan mineralleri ile kil minerali olarak kaolinit ve illit görülmüştür. T-2.11, kuvartz ve allofan mineralleri içermekte ve kil minerali olarak kaolinit minerali bulundurmaktadır ve az miktarda amorf malzeme içermektedir. T-1.23 numunesi de yine kuvartz ve allofan mineralleri ile kil minerali olarak illit ve kaolinit minerali içermektedir. Kuvartz minerali d=3,34 A°, d= 4,26 A° ve d=1,82 A° deki sırasıyla (101), (100), (112) yüzeylerindeki pikler ile yansımalardan belirlenmiştir. Literatüre göre, d=5,01 A° ve d=4,50 A° değerleri illit mineraline, ayrıca d=7,2' A° değeri ise kaolinit mineraline aittir.

T-1.19, T-1.23 ve T-2.11 kodlu numunelerin XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği aşağıdaki şekillerde verilmiştir.


Şekil 4.3. T-1.19 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği



Şekil 4.4. T-1.23 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği



Şekil 4.5. T-2.11 kodlu numunenin XRD sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği

XRD analizi uygulanan tüm Mezra höyük numunelerinin d değerleri ve kil mineral analizleri çizelge 4.3 te verilmiştir.

Numune	d değerleri(A ^o)	Kil mineral
T-1.7	7,07	Kaolin
	4,41	
T-1.19	10,04	İllit
	7,43	Kaolin
	8,44	
T-1.23	8,44	Kaolin
	4,41	
T-2.11	7,19	Kaolin
	6,91	
T-2.18	3.57	Kaolin
	6.91	
	7,43	
T-2.26	7,50	Kaolin
	7,07	
	4,41	

Çizelge 4.3. Mezra höyük numunelerine ait kil mineral analizi

4.2. Mezra Teleilat Seramik Numunelerinin Analizi

Mezra Teleilat bölgesinde yapılmış olan kazılardan ele geçen seramik parçalarından 23 adet numune analiz edilmiştir. Bu numunelerin hepsi izinlidir ve hepsi tablet halinde kalitatif ve kantitatif olarak analiz edilmiştir. Kalitatif analiz sonuçları aşağıda verilmiştir.

Numune Adı	Gözlenen Elementler
T-1A2 hamur	Mg, Al, Si, S, K, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2A2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-3A2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-5A2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-21A2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-30A2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-1B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-2B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-3B1 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-4B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-5B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-6B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-7B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-10B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-14B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-25B2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-6C2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-13C2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-11D2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-14E2 hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba

Çizelge 4.4. Mezra Teleilat kazısı numunelerinin hamurlarının kalitatif analiz sonuçları

Çizelge 4.4. Mezra Teleilat kazısı numunelerinin hamurlarının kalitatif analiz sonuçları

T-N1	hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-N2	hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba
T-N3	hamur	Mg, Al, Si, K, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr, Pb, Ba

Numunelerdeki elementlerin hangi yüzde ile numunede yer aldığının belirlenmesini sağlayan kantitatif analiz sonuçları aşağıdaki çizelgede verilmiştir.

		1A2	2A2	3A2	5A2	21A2	30A2	1B2
	Mg	0,88	0,84	0,83	0,83	0,83	0,86	0,89
	Al	4,96	4,58	4,65	4,57	4,70	4,20	4,60
	Si	25,5	24,2	22,5	22,8	23,4	22,6	25,0
%	S	0,34	0,37	0,16	0,10	0,22	0,47	0,13
	К	2,24	1,65	1,51	1,61	1,70	1,55	1,88
	Ca	13,5	10,5	7,60	8,98	8,46	8,83	14,9
	Ti	0,48	0,42	0,45	0,46	0,47	0,43	0,45
Pnm	Cr	113	248	266	243	243	286	127
1 pm	Mn			395	197	290,5	187	
%	Fe	2,80	3,13	3,71	3,75	3,87	3,51	2,61
	Zn	33	47	78	75,7	106	51	26,5
	Sr	401	663	432	404	473	358	456
Ppm	Pb	15,3	7	14	10	16	5,98	13
	Ba	1080	1030	962	918	1182	591,5	132 4

Çizelge 4.5. Mezra Teleilat kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

		2B2	3B1	4B2	5B2	6B2	7B2	10B2
	Mg	0,95	0,83	0,85	0,96	0,94	0,95	0,85
	Al	4,60	4,73	4,55	2,63	3,01	3,00	4,56
	Si	25,3	23,8	25,7	16,8	17,7	18,2	24,4
%	S	0,45	0,22	0,20	0,18	0,22	0,25	0,1
	К	1,89	1,68	1,83	1,62	1,31	1,70	1,78
	Са	20,2	9,65	12,1	11,62	8,24	9,26	10,7
	Ti	0,50	0,48	0,45	0,41	0,41	0,43	0,46
nnm	Cr	128	232	328,6	327	255	290	279
ррш	Mn		96			292	149	
%	Fe	3,20	3,87	3,22	2,90	3,52	3,40	3,34
	Zn	12	81	38	32,8	58,4	67,7	62,8
	Sr	581	459,8	450	582	432	580	623
ppm	Pb	7	11	13,8	8,3	13,4	10	11,7
	Ba	62,8	976	316	715	673,5	937,5	780
	1					1	1	
		14B2	25B2	6C2	13C2	11D2	14E2	
	Mg	0,83	0,86	0,88	0,82	0,86	0,83	
	Al	4,44	4,62	5,55	4,83	4,37	4,08	
	Si	25,2	24,0	27,8	25,5	24,2	25,3	
%	S	0,5	0,38	0,27	0,45	0,39	0,38	
	К	2,16	1,51	1,60	1,33	1,73	1,37	
	Ca	13,03	9,37	9,38	10,4	12,1	13,8	
	Ti	0,40	0,45	0,48	0,40	0,42	0,65	

Çizelge 4.5.(Devam) Mezra Teleilat kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

		Cr	260	276	242,6	257	24	45	172
ppm		Mn		130	130	22			
%		Fe	2,98	3,64	3,87	3,33	3,	00	4,13
		Zn	37	55	78,5	53	3:	5,7	96
		Sr	661,5	323	417	589	66	56	569,5
ppm		Pb	10	6,3	16,5	8	9		6
		Ba	347	373,6	767	389	13	353	558,3
	1		T 11					T N 12	•
	М		1-N1		1-N2			T-N3	
	M	g	0,89		0,86			0,86	
	Al		4,90		4,48			4,98	
	Si		28,83		24,60			23,07	
%	S		0,52	0,39		1,39		0,24	
	K		2,1		1,98			2,56	
	Ca	ı	11,86		10,90			7,23	
	Ti		0,44		0,41		0,43		
Drawa	Cr		270		234			166	
Ppin	M	n						473	
%	Fe	:	2,57		3,28			3,73	
	Zr	1	27		55			96	
D	Sr		913		913			527	
Ppm	Pb)	9		6			14	
E	Ba	l	842		656		1238		

Çizelge 4.5.(Devam) Mezra Teleilat kazısı seramik hamurlarının kantitatif analiz sonuçları

Kantitatif analizlerden elde edilen sonuçlar kullanılarak istatistik analiz uygulanmıştır. Demir ve Neolitik çağına ait olan bu numunelerin hepsinin aynı bölgeden ve aynı tarihli olması sebebiyle genel olarak tüm numuneler içerik olarak benzer özellikler göstermiştir. İstatistik sonucu elde edilen dendrogram grafiğine göre T-2B2 kodlu numunenin tüm gruptan ayrıldığı T-5B2, T-6B2 ve T-7B2 kodlu numunelerin birbirine yakın özellik gösterdiği belirlenmiştir. Özetle 23 numuneyi gruplandırırsak T-2B2 tek başına, T-5B2, T-6B2 ve T-7B2 bir grup ve diğerleri bir grup olarak 3 ana gruba ayrılabilir. T-5B2, T-6B2 ve T-7B2 tekrar kendi arasında alt gruplara ayrılmak istenirse T-5B2 bir grup T-6B2 ve T-7B2 bir grup olarak düşünülebilir.

XRF analiz sonuçlarına uygulanan istatistik sonucu gruptan ayrılan T-2B2 kodlu numuneyle birlikte T-1B2 ve T-11D2 kodlu numunelerin hamurlarına ait spektrum sırasıyla Şekil 4.6, 4.7, 4.8'de verilmiştir.



Şekil 4.6. T-2B2 kodlu numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)



Şekil 4.7. T-1B2 kodlu numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)



Şekil 4.8. T-11D2 numunenin hamuruna ait spektrum (medium element)

Elde edilen dendrogram grafiği aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.

		0	5	10	15	20	25
Adı	No	+	+	+	+	+	+
т ОлО	2	l					
I.ZAZ	1.4	-+					
T.10BZ	14	-+					
T.N2	22	-+-+					
T.13C2	18	-+ +	+				
T.3A2	3	-+ I	I				
T.N3	23	-+-+	I				
T.3B1	9	-+	I				
T.25B2	16	-+	I				
T.5A2	4	-+	I				
T.30A2	6	-+	+		+		
T.21A2	5	-+	I		I		
T.1A2	1	-+	I		I		
T.14B2	15	-+	I		I		
T.4B2	10	-+	I		I		
T.11D2	19	-+-+	I		+		+
T.14E2	20	-+ +	+ I		I		I
T1B2	7	+	+ - +		I		I
T.6C2	17	+	+		I		I
T.N1	21	+			I		I
T.6B2	12	-++			I		I
T.7B2	13	-+ +-			+		I
T.5B2	11	+					I
т.2В2	8						+

Şekil 4.9. Mezra Teleilat kazısı kantitatif analiz sonuçlarının dendrogram grafiği

Dendogram grafiğine ek olarak numunelerin kantitatif analiz sonuçlarına kümeleme analizi de uygulanmıştır. Kümeleme analizinin de dendrogram grafiğini desteklediği görülmüştür. Kümeleme analizinin şekli aşağıda verilmiştir.



Şekil 4.10. Mezra Teleilat kazısı kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi

Bu kazı bölgesinden ele geçen ve gruptan ayrı gözüken T-2B2, T-5B2 kodlu numunelerle birlikte T-1B2 kodlu numuneye XRD analizi uygulanmıştır.

Uygulanan XRD analizi sonucu, numunelerin hepsinde allofan minerali ile magnezyum-manganez bileşimi bulunmaktadır. T-1B2 ve T-5B2 amorf malzeme içermesine karşın T-2B2 de böyle bir yapıya rastlanmamıştır. Tüm örneklerde kil minerali olarak kaolin minerali belirlenmiştir.

T-1B2 ve T-2B2 kodlu numunelere ait XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafikleri aşağıdaki şekillerde verilmiştir.



Şekil 4.11.T-1B2 kodlu numunenin XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği



Şekil 4.12. T-2B2 kodlu numunenin XRD analizi sonucu elde edilen 2 tetaya karşı sayım grafiği

XRD analizi uygulanan Mezra Teleilat numunelerine ait d değerleri ve kil mineral analizleri Çizelge 4.6. te verilmiştir.

Numune	d değerleri(A ^o)	Kil minerali
T-1B2	7,07	Kaolin
	3,61	
T-2B2	7,43	Kaolin
	4,41	
T-5B2	3,57 7,07	Kaolin

Çizelge 4.6. Mezra Teleilat numunelerine ait kil mineral analizi

4.3. Tüm Numunelerin İstatistiksel Değerlendirmesi

Mezra höyük ve Mezra Teleilat için elde edilen kantitatif analiz sonuçlarına genel bir karşılaştırma yapmak için toplu halde istatistik analiz uygulanmıştır. Tümü izinli 48 numunenin kantitatif analiz sonuçlarına göre elde edilen dendrogram grafiği aşağıdaki şekilde görülmektedir.

		0	5	10	15	20	25
Adı	No	+	+	+	+	+	+
т 2 λ 2	27						
12A2	27	-+					
TI0B2	39	-+					
T.N2	47	-+					
T13C2	43	-+-+					
T3B1	34	-+ I					
T25B2	41	-+ I					
T5A2	29	-+ +-+					
T30A2	31	-+ I I					
T21A2	30	-+ I I					
T.1.7	5	+ I					
T.1.13	7	+ I					
T3A2	28	-+ I					
T.N3	48	-+-+ I					

Şekil 4.13. Tüm izinli seramik numunelerinin kantitatif analiz sonuçlarının dendrogram grafiği

T.2.14	17	-+ +-+	+		
T.1.17	8	+ I	I		
T.2.8	15	-+ I	I		
T.2.29	24	-+-+ I	I		
T6C2	42	-+ I I	I		
T.1.23.1	1	-+ +-+	I		
T.1.12	6	-+ I	I		
T.1.3	3	-+ I	I		
T.1.24	11	-+-+	I		
T.2.21	20	-+	I		
T.2.27	23	-+	+	+	
T.1.5	4	-+	I	I	
T.2.6	14	-+	I	I	
T.2.15	18	-+	I	I	
T.2.22	21	-+	I	I	
T.2.63	25	-+	I	I	
T.1.1	2	-+	I	I	
T.2.1	12	-+-+	I	I	
T.N1	46	-+ I	I	I	
T.2.18	19	-+ I	I	+	 -+
T1A2	26	-+ +	+	I	Ι
T14B2	40	-+ I		I	Ι
T.2.26	22	-+ I		I	Ι
T4B2	35	-+-+		I	Ι
T11D2	44	-+ I		I	Ι
T.2.2.1	13	-+ I		I	Ι
T1B2	32	-+-+		I	Ι
T14E2	45	-+		I	Ι
T6B2	37	-+-+		I	Ι
T7B2	38	-+ +		+	Ι
T5B2	36	+			Ι
T.1.23	10	-++			Ι
T2B2	33	-+ I			Ι
T.1.19	9	+-			 -+
T.2.11	16	+			

Şekil 4.13.(Devam) Tüm izinli seramik numunelerinin kantitatif analiz sonuçlarının dendrogram grafiği

Dendrogram grafiğine göre, T-2.11, T-1.19, T-1.23, T-2B2 kodlu numunelerin bütün örneklerin oluşturduğu gruptan ayrılarak ayrı gruplar oluşturdukları görülmektedir. Ayrıca birçok alt grup oluştuğu da dendrogram grafiğinden görülmektedir. Genel olarak gruplandırma yapılmak istenirse, 5B2, 6B2 ve 7B2 bir grup, 14E2 ve 1B2 bir grup, T-2.2.1 ve T-11D2 bir grup olarak alt gruplara ayrılabilirler.

Bu sonuçlara uygulanan Hiyerarşik kümeleme analizi de dendrogram grafiğindeki sonuçları desteklemektedir. Gruptan ayrılan numunelerin farklı kimyasal bileşime sahip olduğu görülmekte ve ithal oldukları düşünülmektedir. Bu numuneler birbirinden 2 km uzaklıktaki iki farklı kazı bölgesindendir ait oldukları Çağlar farklıdır bu nedenle bu numuneler farklı kil yataklarında üretilmiş olabilir.



Şekil 4.14. Tüm izinli seramik numunelerinin kantitatif analiz sonuçlarının kümeleme analizi

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Şanlıurfa ili, Birecik ilçesinin güneyinde ve Kargamış Barajı etki alanı içinde kalan Mezra Teleilat arkeolojik kazı ve değerlendirme çalışmalarından ele geçen kil kökenli Demir ve Neolitik çağa ait seramik parçalarından 23 adet numune ve Kalkolitik ve Tunç çağına ait Mezra höyük kazısından ele geçen 25 adet numune enerji dağılımlı X-ışını floresans spektrometresi ile incelenmiştir. Mezra höyük numuneleri farklı çağlara ait seramik parçalarının karşılaştırılması için kontrol grubu olarak kullanılmıştır. Seramikler, Gazi Üniversitesi Arkeolojik Çevre Değerleri Araştırma Merkezi (ARÇED)'den alınmıştır.

Ham maddeleri kil olan seramik örneklerin kimyasal bileşimlerini gözleyebilmek, seramiklerin ele geçirildikleri yerlere ait olup olmadıklarını tespit edebilmek, kaynak ve köken tayini yapabilmek için, tümü izinli olan örneklere enerji dağılımlı X-ışını floresans spektrometresi ile kalitatif ve kantitatif analiz uygulanmıştır.

İzinli 48 adet numunenin hamur kısımları toz hale getirilip mylar film ile kaplı numune kaplarına 3 g lık tartımla alınarak analiz için hazırlanmıştır. Analiz metodu olarak seramikler için uygun olan standartla karşılaştırma metodu kullanılmıştır. EDXRF cihazı toz halde 3 g lık numunelerle benzer matris özelliklerine sahip NIST, LGC, Japonya ve Çin'e ait 12 adet standartla kalibre edilerek elementlere ait kalibrasyon doğruları elde edilmiştir. Hazırlanan numuneler EDXRF spektrometresine yerleştirilerek 5 ayrı enerji bölgesi için konsantrasyon değerleri ölçülmüştür.

Çanak çömlek türü eserlerin kaynaklarını belirlemek zor olmaktadır. Ana madde olarak kullanılan kil yataklarının çok yaygın olması, eserlerin yeraltında uzun süre kalmaları, kaynağın eser element dağılımının homojen olmaması, kilin kum ve benzeri katkı maddesi katıldıktan sonra pişirilmesi kaynak belirlemesinde istatistiksel değerlendirmeyi gerektirir. Numunelerin bulunduğu yerlere ait olup olmadığını belirlemek ve sınıflandırma yapabilmek için elde edilen kantitatif analiz sonuçlarına istatistik teknikler uygulanmıştır. Bu istatistikler yapılırken SPSS istatistik programından faydalanarak HCA ve Faktör analizi kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar karşılaştırmalı olarak yorumlanmıştır.

Mezra höyük kazılarından ele geçen seramik parçalarının kantitatif analiz sonuçları Hiyerarşik kümeleme analizi ve dendrogram grafiği çizilerek, T-1.19, T-1.23 ve T-2.11 kodlu numunelerin gruptan ayrıldığı görülmüştür. Bu sonuçlar, gruptan ayrılan numunelerin ithal olduğuna ve farklı kimyasal bileşime sahip olduklarına işaret etmektedir.

Mezra Teleilat kazılarından ele geçen 23 adet seramik parçasına uygulanan istatistik sonucu, bütün numunelerin genelde aynı grupta toplanmasına karşın T-2B2 numunesinin gruptan tamamen ayrıldığı ortaya çıkmıştır.

Bütün seramik numunelerine toplu halde istatistik uygulanması sonucu, tüm numunelerin ana gruplar haricinde birçok alt gruba ayrıldığı görülmüştür. T-1.19, T-2.11, T-1.23, T-2B2 kodlu numunelerin gruptan ayrıldıkları, T-5B2, T-6B2 ve T-7B2 numunelerinin bir grup, T-14E2, T-1B2 bir grup ve T-2.2.1, T-11D2 numunelerinin bir grup olmak üzere alt gruplara ayrıldığı görülmüştür.

Seramik parçalarının yapıları hakkında daha detaylı bilgi edinebilmek için T-1.7, T-1.19, T-1.23, T-2.11, T-2.18, T-2.26, T-1B2, T-2B2 ve T-5B2 kodlu numunelere XRD analizi uygulanarak bu numunelerin kil yapısı araştırılmıştır.Analizler Xışınları difraktometresinde 2 teta açıda 0° ile 80° arasında gerçekleştirilmiştir. Kil minerallerinin bazal yansımaları 0° ile 20° arasında oluşmaktadır. XRD analizi sonucu T-1.7, T-2.18 ve T-2.26 numunelerinde allofan mineraline, T-1.19, T-1.23 ve T-2.11 numunelerinde kuartz ve allofan mineraline, T-1B2, T-2B2 ve T-5B2 numunelerinde de allofan mineraline rastlanmıştır. Bu numunelerde genel olarak amorf bir yapı olduğu görülmüştür. Kil minerali olarak kaolinit ve illit mineralleri gözlenmiştir. Kil mineralleri belirlenirken d değerleri belirlenerek bu değerlere karşılık gelen uygun kil mineralleriyle eşleştirilmiştir.

Sonuç olarak, X-ışınları floresans analizi, iyi anlaşılmış iyi tasarlanmış bir metottur. Arkeolojik ve sanat tarihi eserlerinin yanında bir çok katı ve sıvı numunenin analizine imkan sağlayan çok güçlü ve yaygın bir tekniktir. Bu metot, hızlı, hata payı az, diğer yöntemlere göre düşük maliyetli, tahribatsız ve güvenilirdir.

KAYNAKLAR

- 1. Bertin, Eugene p., "Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis" *Plenium Press*, New York, 6-20, 29-32, 51-60, 100-120, (1975).
- 2. Şahin, Y., '' Çekirdek Fiziğinin Esasları'' Atatürk Üniversitesi Yayınları, Erzurum, 340, (1999).
- Topaksu, M., Yeğingil,Z., Sakarya, N., Arık, R., Ukav, İ., Kubadabad Seramik ve Çinilerinin Analiz Sonuçları, *XIX Arkeometri Sonuçları Toplantısı*, Ankara, 73-78, (2003).
- 4. Glocker, R., Shreiber, H., "Quantitative Roentgen spectrum analysis by means of cold excitation of the spectrum" *Ann. Phys.*, 85, (1928).
- 5. Birgül,O., "Eser Element Bileşiminden Giderek Keramiklerin Gruplandırılması", *Arkeometri I. Toplantı Sonuçları*, 31-33 (1985).
- LaBrecque, J.J., Vaz, J.E., Cruxent, J.M., Rosales, P.A. "A simple radioisotope X-Ray fluorescence method for provenance studies of archaeological ceramics employing principal component analysis ", *Spectrochimica Acta*, 53, 95-102, (1998).
- 7. Kieft, I.E., Jamieson, D.N., Rout, B., Szymanski, R., Jamieson, A.S., PIXE cluster analysis of ancient ceramics from North Syria, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 492-496, (2002).
- Çoban, F., Köklü, Ü., Akman, S., Kunç, Ş., Çukur, A., Ayasofya Çinilerinin Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Çeşitli Metotlarla İncelenmesi, VIII. Arkeometri Sonuçları Toplantısı, Ankara, 331-335, (1992).
- Köklü, Ü., Akman, S., Kunç, Ş., Çukur, A., Bizans, Selçuk, İznik Seramiklerinin Sır ve Renk Malzemelerinin Kimyasal Bileşimi, *IX. Arkeometri Sonuçları Toplantısı*, Ankara, 111-117, (1993).
- Özal, T.A., Erten, H.N., Tezgör, D.K., Zararsız, A., '' Sinop yöresinde bulunan kil kökenli arkeolojik mutfak eşyalarının PXRD, FT-IR, XRF spektroskopisi ve TGA yöntemleri ile incelenmesi'', *8. Nükleer Bilimler ve Uygulamaları kongresi*, Kayseri, 1-4, (2003).
- 11. Van Grieken, R., Markowicz, A.A., Handsbook of X-Ray spectrometry, *Marcell Decker*, Inc., New York:9-1, (1992).
- 12. Jenkins R., An Introduction to "X-ray Spectrometry", *Heyden and Son*, New York, (1986).

- 13. Jenkins, R., Manne, R., Robin, R., Senemaud, C., 'X-Ray Spectrometry', *Marcell Decker*, Inc., New York ,149-155, (1991).
- 14. Özden, N., 'Radyoaktivite ve radyasyon'', *İTÜ Nükleer Enerji Enstitüsü Yayınları*, İstanbul, 54-72, (1997).
- 15. Baştuğ, A., Si(Li) Dedektör ile Ölçülen Karakteristik L X ışınlarının Flüoresans Üretimi Tesir Kesitlerinin Uyarma Enerjisine Bağlı Olarak Değişimi. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 78, (1998).
- 16. Mioli, P., Seccaroni, C., " Analysis of Art Objects Using a Portable X-Ray Fluorescence Spectrometer " *X-Ray Spectrometry*, 29, 48-52 (2000)
- Şahin, M., Bazı elementlerin M tabakası X ısınlarının Üretim Tesir Kesitleri ve Açısal Dağılımlarının Enerji ayrımlı X-ışını Spektrometresi ile Ölçülmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Atatürk Üniversitesi*, 47-63, (1998).
- 18. Karaoğlu, B., ''Kuantum Mekaniğine Giriş'', İTÜ, 5-8, (1998).
- 19. Eroğlu, A.ve İşçi, C., Katıhal Fiziği, *Ege Üniversitesi Fen Fakültesi*. Bornova-İzmir. 1-50, (1988).
- Cullity, B.D., 'Elements of X-Ray Diffraction', Addison-Wesley Publis. Comp., London, 287-310, (1978).
- 21. Abdurrahman, D., Orhan, K., 'Kil Mineralleri ve Sağlık'', *Dicle Tıp Dergisi*, 31(2): 73-78, (2004).
- Mustafa, O., Al-Ni-Si Alaşımlarının Hızlı Katılaştırma ile Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahramanmaraş, 14-18, (2006).
- Candan. D., M Tabakası X Işınları Üretim Tesir Kesitlerinin Hesaplanması, Yüksek Lisans Tezi, , *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahramanmaraş, 23-74, (2006).
- 24. Nurseda, E., Adana Yüceören, Urfa Teleilat ve Sivas Ziyaretsuyu Kazılarından Ele Geçen Helenistik Döneme Ait Arkeolojik Buluntuların XRF Tekniği ile Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 34-57, (2006).
- 25. Pillay, A. E., Punyadeera. C., Jacobson, L., and Eriksen, J., "Analysis of Ancient Pottery and Ceramic Objects Using X-Ray Fluorescence Spectrometry" *X-ray spectrometry*, 29: 53-62 (2000).
- 26. Siegbahn, K., Alpha-Beta and Gamma-Ray Spect., *North-Holland Publishing Company*, 1, 38-39, (1974).

- 27. Savaş, B., "Mezra Teleilat Demir Çağı Seramikleri '', Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü*, Ankara, 37-61, (2005).
- 28. Küçükönder, E., Radyoizotop X Işını Flüoresans Tekniği ile Numune Analizi, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi*, Kahramanmaraş, 35-37 (1999).
- 29. Küçükönder, A., Radyoizotop X- Işını Flüoresans Metodu ile Küre Bakibaba Cevherinde Fe ve Cu Miktarının Tayini. Yüksek Lisans Tezi, *Atatürk Üniversitesi*, Erzurum 56-57, (1988).
- 30. Tertian, R., Claisse, F., Principles of Quantitative X-ray Fluorescence Analysis, *Heyden*, London, 385, (1982).
- 31. 'ED 2000 Kullanım Klavuzu ve Teknik Bilgiler Kataloğu, Oxford Instruments, 1-9, (2000).
- Arıkan, P., "Uranite Cevherinin Radyoizotop Uyarmalı X-Işını Floresans Tekniği ile Uranyum Analizi İçin Optimum Metotların Araştırılması", Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 1-117, (1986).
- 33. Sevin, V., "Anadolu Arkeolojisi", DER Yayınları, 18-21, 194-210, (2003).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı	: DEMİR, Hüseyin
Uyruğu	: T.C.
Doğum tarihi ve yeri	: 08.05.1981 Anamur
Medeni hali	: Bekar
Telefon	: 0 (324) 814 51 81
e-mail	: huseyindemir33@hotmail.com

Eğitim Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Lisans	Çanakkale Onsekiz Mart Üniv. / Fizik Bölümü	2003
Lise	Anamur Lisesi	1998

Yabancı Dil

İngilizce