

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**ANADOLU'DA BULUNAN BAZI ARKEOLOJİK ESERLERİN LÜMİNESANS
YÖNTEMİ KULLANILARAK TARİHLENDİRİLMESİ**

Mehmet KOŞAL

FİZİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**ANKARA
2009**

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Mehmet KOŞAL tarafından hazırlanan “**Anadolu’da Bulunan Bazı Arkeolojik Eserlerin Lüminesans Yöntemi Kullanılarak Tarihlendirilmesi**” adlı tez çalışması 19.10.09 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Niyazi MERİÇ

Jüri Üyeleri:

Başkan: Prof. Dr. Ali Ulvi YILMAZER
Ankara Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye : Prof. Dr. Güneş TANIR
Gazi Üniversitesi, Fizik Anabilim Dalı

Üye : Prof. Dr. Ayşe ATAÇ
Ankara Üniversitesi, Fizik Anabilim Dalı

Üye : Prof. Dr. Ömer YAVAŞ
Ankara Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye : Yrd. Doç. Dr. Niyazi MERİÇ
Ankara Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Orhan ATAKOL

Enstitü Müdürü

ÖZET

Doktora Tezi

ANADOLU'DA BULUNAN BAZI ARKEOLOJİK ESERLERİN LÜMİNESANS YÖNTEMİ KULLANILARAK TARİHLENDİRİLMESİ

Mehmet KOŞAL

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Niyazi MERİÇ

Çevresel dozimetri çalışmalarında, arkeolojik, jeolojik malzemelerin tarihlendirilmesinde lüminesans yöntemler yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Bu çalışmada Mardin ilindeki tarihi yapılarından alınan örneklerde Optik Uyarımlı Lüminesans (OSL) ve Termolüminesans (TL) yöntemleri ile yaş tayinleri yapılmıştır. Bu çalışma için yöredeki tarihi yapıların seçilmesinin sebebi; yapılış tarihi konusunda yazılı kayıtlar bulunmayışıdır. Deneylere başlamadan önce OSL, alfa sayım sistemlerinin ve beta kaynağının kalibrasyonu yapılmıştır. Bazı malzemelerin XRD spektrumları çekilmiş ve tarihlendirmeye uygun olup olmadığı kontrol edilmiştir. Malzemelerden polimineral ince tanecikli numuneler hazırlanmış, OSL ve TL sistemleriyle okumaları yapılmıştır. Çalışmada eşdeğer dozlar, çok tablet ilave doz (MAAD) ve tek tablet yenileme (SAR) yöntemleri izlenerek bulunmuştur. Yıllık dozu belirlemek için, X Işını Spektroskopileri, düşük seviye alfa sayım sistemi kullanılmıştır. Numunelerin yaş değerleri, eşdeğer dozun (ED) yıllık doza (YD) bölünmesiyle hesaplanmıştır.

Ekim 2009, 88 sayfa

Anahtar Kelimeler: Lüminesans, Tarihleme, OSL, TL, IRSL, Mardin

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

DATING OF SOME ARCHEOLOGICAL TRACES IN ANATOLIA BY USING METHOD OF LUMINESCENCE

Mehmet KOŞAL

Ankara University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Engineering Physics

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Niyazi MERİÇ

The luminescence methods are widely used techniques for environmental dosimetry and dating archeological, geological materials. In this study, age determination of the samples taken from historical buildings in the Mardin and Nusaybin was carried out with Optically Stimulated Luminescence (OSL) and Thermoluminescence methods. In this study, choice of historical buildings in the region of reason is absent of written records. The calibrations of OSL, Alpha Counter Systems and beta source were done before the experiments. Some materials were taken of XRD spectrum and it was checked to be appropriateness for dating. The polimineral fine grain samples were prepared from materials, luminescence measurements were carried out in OSL and TL readers. Equivalent doses were determined by following of Multiple aliquots additive dose (MAAD) and single aliquot regeneration (SAR) methods in the study. In order to determine annual dose, X ray spectrometry, low level alpha counter system were used. Age values of the samples were calculated with paleodose divided by annual dose.

October 2009, 88 pages

Key Word: Luminescence, OSL, TL, IRSL, Dating, Mardin

TEŐEKKÜR

Çalıőmalarımı yönlendiren, araőtırmalarımın her safhasında yardımlarını esirgemeyen danışman hocam Sayın Yrd. Doç.Dr. Niyazi MERİÇ'e, çalıőmalarım esnasında bilgi ve deneyimlerinden faydalandığım Sayın Prof. Dr. Ali Ulvi YILMAZER, Prof. Dr. Güneő TANIR, Prof. Dr. H. Yeter GÖKSU, Prof. Dr. Yusuf Kaan KADIOĐLU, Yrd. Doç.Dr. Zehra KARATAŐ hocalarıma, laboratuvarımızdaki çalıőma arkadaşlarım Dr. Mehmet Altay ATLIHAN, Mustafa DOĐAN, Eren ŐAHİNER, Çađın GÜNEŐ, Gül Bayramiye ÖZPEK, Aylin KARAGÖZ, Ülkü Rabia YÜCE'ye, Fizik Mühendisliđi Bölümü personeline ve bana her zaman destek olan aileme ve eőime teőekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Bu tez çalıőması "Pamukkale Fayı Kocadere Hendeđindeki Farklı Deprem İzlerinin Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) Yöntemiyle Tarihlendirilmesi (20060745041-BAP, AÜ) ve "Anadolu'da Bulunan Bazı Arkeolojik Eserlerin Lüminesans Yöntemi Kullanılarak Tarihlendirilmesi (2005K120140-BİYEP,AÜ) konulu projeler ile desteklenmiőtir.

Mehmet KOŐAL
Ankara, Ekim 2009

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
2 KURAMSAL TEMELLER.....	8
2.1 Lüminesansa İlişkin Genel Bilgi.....	8
2.2 Enerji Band Modeli ile Lüminesans Mekanizması (Tek Tuzaklanma ve Tek Yeniden Birleşme Merkezli Model).....	8
2.3 Tuzakları Boşaltma Süreci.....	11
2.4 Enerji Band Modeliyle Lüminesansa Kuramsal Özet Bakış.....	11
2.4.1 Birinci merteye kinetik.....	17
2.5 Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL).....	19
2.6 Lüminesans ile Tarihlendirme.....	21
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	23
3.1 Lüminesans Ölçümlerindeki Etkenler ve Alınan Önlemler.....	21
3.2 Plato Testi ve Ön Isıtma.....	24
3.3 Paleodoz Değerlendirme Yöntemleri	25
3.3.1 Tek tablet yeniden dozlama yöntemi (SAR).....	25
3.3.2 Çoklu tablet ilave doz yöntemi (MAAD).....	26
3.4 Yıllık Doz.....	27
3.4.1 Yıllık dozda etkili faktörler.....	29
3.4.1.1. Alfa ve beta parçacıklarının toprak malzemelerde menzilleri ve katkılarının hesaplanması	29
3.4.1.2 Radon gazı etkisi.....	31
3.4.1.3 Nem etkisi.....	31
3.4.1.4 Kozmik radyasyon.....	32
3.5 TL Sistemi.....	33

3.6 OSL Sistemi.....	34
3.7 Düşük Seviye Alfa Sayım Cihazı	36
3.8 Yıllık Doz Hesabı.....	37
3.8.1 Spesifik aktivite	37
3.8.2 Yıllık doz bileşenleri.....	38
3.8.3 Alfa sayım cihazı için yıllık doz hesabı.....	41
3.8.4 Miktar (ppm) değerlerinden yıllık doz hesabı.....	45
4. DENEYSEL İŞLEMLER.....	48
4.1 Malzemelerin Toplanması.....	48
4.2 Numunelerin Hazırlanması.....	48
4.3 Alfa Sayım Cihazının Fotoçoğaltıcı (PM) Tüpünün Kalibrasyonu.....	50
4.4 Optik Tarihleme Sisteminin Fotoçoğaltıcı (PM) Tüpünün Kalibrasyonu.....	52
4.5 Nem Tayini	55
4.6 Ön Isıtma Sıcaklığının ve Süresinin Belirlenmesi.....	56
4.7 Yıllık Doz Hesabı için Alfa Sayım Çalışmaları.....	62
4.8 X Işını Floresans (XRF) Spektroskopisi Çalışmaları	63
4.9 OSL Tarihlendirme Çalışmaları	64
4.10 Tuğla ve Seramik Parçalarının TLD Okuyucu ile Tarihlendirme Çalışmaları.....	71
5. TARTIŞMA ve SONUÇ.....	80
KAYNAKLAR.....	85
ÖZGEÇMİŞ.....	87

SİMGELER DİZİNİ

C^{14}	Karbon-14
ESR	Elektron Spin Rezonans
TL	Thermolüminesans
OSL	Optik Uyarmalı lüminesans
SAR	Tek Tablet Yenileme
MAAD	Çok Tablet İlave Doz
E_g	Yasak Enerji Aralığı
T	Sıcaklık
H_v	Radyasyon enerjisi
p	Birim zamandaki olasılık
s	Tuzaktan kurutulmak için girişim frekans faktörü
E	Enerji
k	Boltzman Sabiti
T_0	Dozlama Sıcaklığı
E_f	Fermi enerji düzeyi
t	Süre
I	Lüminesans Şiddeti
m	Deşik konsantrasyonu
n_c	İletim bandındaki serbest elektron konsantrasyonu
A_m	Birim zamanda birim hacimde yeniden birleşme olasılığı
N	Tuzak Sayısı
N	Tuzaklanmış elektronların konsantrasyonu
A_n	Yeniden tuzaklanma olasılığı
I_0	Başlangıçtaki TL şiddeti
β	Beta parçacığı veya TL ölçümlerinde sıcaklık artış hızı
E.D.	Eşdeğer doz
mGy	Miligray
Sr	Stranyum
U	Uranyum
K	Potasyum
Th	Toryum
Rb	Rubidyum
Np	Neptümyum
α	Alfa
β	Beta
γ	Gama
D	Doz
D_α	Alfa doz hızı
D_β	Beta doz hızı
D_γ	Gama doz hızı
D_c	Kozmik doz hızı
$D_{\alpha,U}$	Uranyumdan kaynaklanan alfa katkısı
$D_{\beta,U}$	Uranyumdan kaynaklanan beta katkısı
$D_{\gamma,U}$	Uranyumdan kaynaklanan gama katkısı

$D_{\alpha,Th}$	Toryumdan kaynaklanan alfa katkısı
$D_{\beta,Th}$	Toryumdan kaynaklanan beta katkısı
$D_{\gamma,Th}$	Toryumdan kaynaklanan gama katkısı
$D_{\beta,K}$	Potasyumdan kaynaklanan beta katkısı,
$D_{\gamma,K}$	Potasyumdan kaynaklanan gama katkısı
a	Alfa zayıflatma katsayısı
W	Numunenin kütlece maksimum su tutma oranı
F	Gömmü sırasında maksimum su tutma oranının kesri
PM	Fotoçoğaltıcı
HT	Yüksek gerilim
TLD	Termo lüminesans dozimetre
$\alpha_{U,Th}$	Uranyum ve toryumdan kaynaklanan alfa parçacıklarının sayım hızı
m	Potasyumun yüzde miktarı
V	Volt
mCi	milicurie
XRF	X Işın Floresans Spektroskopisi
XRD	X Işın Kırınımı Spektroskopisi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Tarihleme tekniklerin yaş aralığı.....	2
Şekil 2.1 Farklı tipte kristal kusurları.....	9
Şekil 2.2 Enerji band modeline göre lüminesans oluşum mekanizması.....	10
Şekil 2.3 Randall –Winkins birinci mertebeden TL denkleminde normalize edilmiş TL piki.....	19
Şekil 2. 4 Tipik bir OSL bozunum eğrisi.....	21
Şekil 2.5 Doğada Lüminesans saatinin sıfırlanması ve tekrar çalışması.....	21
Şekil 3.1 Çok tablet yönteminde izlenen adımların şematik gösterimi.....	27
Şekil 3.2 Soğurulan alfa dozunun numunedeki tanecik boyutuna göre değişimi.....	30
Şekil 3.3 Beta zayıflatama faktörünün numunedeki tanecik boyutuna göre değişimi.....	30
Şekil 3.4 Yeryüzünden derinliğe göre kozmik ışının etkisinin değişimi.....	32
Şekil 3.5 Harshaw 3500 TLD okuyucu.....	34
Şekil 3.6 TL okuyucundaki BG–39 filtresinin geçirgenlik spektrumu.....	34
Şekil 3.7 Düşük seviye alfa sayım cihazının şematik gösterimi.....	36
Şekil 3.8 ELSEC 7286 düşük seviye alfa sayıcısı ve PM tüpü.....	37
Şekil 4.1DZ1 numunesinin doğal TL şiddetinin HF asidinde bekleme süresine göre değişimi.....	49
Şekil 4.2 Yüksek gerilime göre alfa sayımının değişim eğrisi.....	51
Şekil 4.3 Eşik gerilime göre alfa sayımının değişim eğrisi.....	52
Şekil 4.4 OSL sistemimin yüksek gerilimine göre C-14 katkılı fosfor tabletinin lüminesans sayımının değişim eğrisi.....	53
Şekil 4.5 OSL sistemimin eşik gerilimine göre C-14 katkılı fosfor tabletinin lüminesans sayımının değişim eğrisi.....	54
Şekil 4.6 DZ4 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 200 °C olarak belirlendiği grafik.....	57
Şekil 4.7 DZ4 numunesinin önısıtma süresin 6 dakika olarak belirlendiği grafik.....	58
Şekil 4.8 MY1 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 205 °C olarak belirlendiği grafik.....	58
Şekil 4.9 MY1 numunesinin önısıtma süresin 20 dakika olarak belirlendiği grafik.....	59

Şekil 4.10 SA2 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 210 °C olarak belirlendiği grafik.....	59
Şekil 4.11 SA2 numunesinin önısıtma süresin 4 dakika olarak belirlendiği grafik.....	60
Şekil 4.12 Z1 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 230 °C olarak belirlendiği grafik.....	60
Şekil 4.13 Z1 numunesinin önısıtma süresin 5 dakika olarak belirlendiği grafik.....	61
Şekil 4.14 KM1 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 220 °C olarak belirlendiği grafik.....	61
Şekil 4.15 KM1 numunesinin önısıtma süresin 6 dakika olarak belirlendiği grafik.....	62
Şekil 4.16 Yukarıdan aşağıya sırasıyla DZ4, MY1, SA2, Z1 ve KM1 numunelerin OSL bozunum eğrileri, yanlarında artan dozlarla bozunum eğrilerinin büyümesi.....	65
Şekil 4.17 NSB4 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen büyüme eğrilerinden biri.....	66
Şekil 4.18 NSB1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi.....	66
Şekil 4.19 DZ4 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi.....	67
Şekil 4.20 DZ4 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi.....	67
Şekil 4.21 MY1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi.....	68
Şekil 4.22 MY1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi.....	68
Şekil 4.23 SA2 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi.....	69
Şekil 4.24 SA2 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi.....	69
Şekil 4.25 Z1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen büyüme ortalama eğrisi.....	70
Şekil 4.26 KM1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen büyüme ortalama eğrisi.....	70
Şekil 4.27 KM1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi.....	71
Şekil 4.28 NSB1 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi	74
Şekil 4.29 NSB2 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi	74
Şekil 4.30 NSB3 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi	74

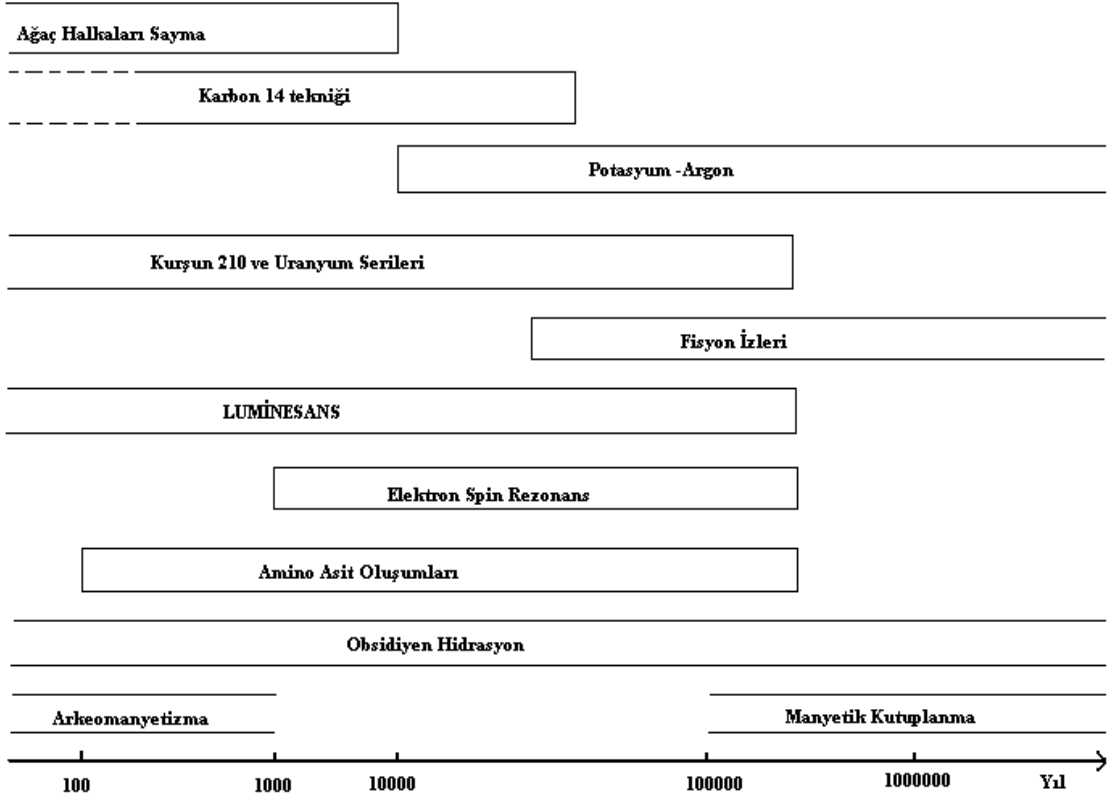
Şekil 4.31 DZ1 numunesinin 290 °C ile 410 °C arasında okumalardan elde edilen büyüme eğrisi.....	75
Şekil 4.32 NSB kodlu numuneler için plato testi deneyinden çıkan °C ile 450 °C sıcaklık aralığındaki plato.....	75
Şekil 4.33 NSB2 kodlu numunenin gürültüsü çıkartılmış doğal ve ilave dozlu disklerin örnek TL ısıma (glow) eğrileri (5 °C /s).....	76
Şekil 4.34 DZ1 kodlu numune için plato testi deneyinden çıkan 290 °C ile 410 °C sıcaklık aralığındaki plato.....	76
Şekil 4.35 DZ1 kodlu numunenin gürültüsü çıkartılmış doğal ve 10 Gy ilave edilmiş disklerin örnek TL ısı (glow) eğrileri (5 °C /s).....	77
Şekil 4.36 DZ2 ve DZ4 numunelerinin XRD spektrum analizleri.....	79

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Numune tiplerine göre uygulanabilen tarihleme teknikleri	3
Çizelge 3.1 Th ²³² doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları	39
Çizelge 3.2 U ²³⁸ doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları	40
Çizelge 3.3 U ²³⁵ doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları	41
Çizelge 3.4 Potasyum ve Rubidyum için yıllık doz verileri.....	45
Çizelge 4.1 Alfa sayım sisteminin PM tüpünün HT geriliminin kalibrasyonu için veriler.....	50
Çizelge 4.2 Alfa sayım sisteminin PM tüpünün TH geriliminin kalibrasyonu için veriler.....	51
Çizelge 4.3 OSL sisteminin PM tüpünün HT geriliminin kalibrasyonu için veriler.....	53
Çizelge 4.4 OSL sisteminin PM tüpünün TH geriliminin kalibrasyonu için veriler.....	54
Çizelge 4.5 Malzemelerin kütlece maksimum su tutma yüzdeleri.....	56
Çizelge 4.6 Numunelerin alfa sayıcı ile sayım/1000 saniye biriminde alınan ölçümleri.....	62
Çizelge 4.7 Numunelerin XRF spektrometresi ile bulunan %K ve %K ₂ O değerleri.....	64
Çizelge 4.8 OSL ile belirlenen yaşlar	71
Çizelge 4.9 TL ile belirlenen yaşlar.....	77

1.GİRİŞ

Geçmişten günümüze kalan organik ve inorganik materyallerin hangi tarihlerden ulaştığını belirlemek için fen bilimlerinde iki temel düşünceden farklı yöntemler geliştirilmiştir. Bunlarda ilki; radyoaktif çekirdek bozunumuyla ilişkili radyometrik tarihleme yöntemidir. Bu grupta en yaygın bilinenler; radyo karbon (C^{14}), potasyum – argon (K-Ar) ve uranyum serileri gibi yöntemleridir. Diğer grupta yer alanlar doğal radyasyonun biriktirdiği izlere dayalı tarihleme yöntemleridir. Elektron spin rezonans (ESR), lüminesans ve fisyon izleri ile tarihleme bu ikinci grubun tarihleme yöntemleri arasında sayılır. Sayılan yöntemler arasında en çok bilinen C^{14} yöntemi sadece organik materyallere uygulanabilmektedir. Nükleer denemeler yüzünden güvenilirliğinin azalması ve inorganik materyallerin daha kolay bulunabilmesi diğer farklı yöntemlere ilgiyi artırmıştır. Lüminesans tarihleme bu farklı yöntemlerin başında gelmektedir. Bu teknik, toprak ve toprak türü malzemelerden yapılmış eşyaların tarihlemesinde güvenilir olarak kullanılmasının yanı sıra kemik v.b. organik materyallerin tarihlemesinde de kullanılıp kullanılmayacağına ilişkin çalışmalar sürmektedir. Lüminesans tarihleme de termolüminesans (TL) ve optik uyarmalı lüminesans (OSL) diye ikiye ayrılmaktadır. OSL tekniğinde farklı dalga boylarında uyarmalara göre farklı isimler alır. Jeolojik çökellerin birikmeye başladığı veya tuğla ve seramiklerin üretim tarihlerinin bulunması için jeologlar ve arkeologlarca bu tekniklere sıkça başvurular gelmektedir. Jeolojik malzeme için lüminesans “saati”, malzemenin en son gün ışığı gördüğü zaman, arkeolojik numune için de fırında pişirilme zamanında sıfırlanmıştır. Tarihlenen numunelerle çökellerin birikme zamanına, bölgesel iklim değişimlerine, volkanik aktivite dönemlerine, deprem fay hatlarının aktif olduğu dönemlere ve tarihi bilgilere ışık tutulabilmektedir. Bu noktada deneysel verilerin ilgili uzmanlarca değerlendirilmesi önem taşımaktadır. Malzemedeki malzemeye değişiklik göstermekle birlikte bulunan yaşların alt sınırları birkaç on yıla inebilmekte, üst sınırları yarım milyona kadar çıkabilmektedir. Yine bu sınırlar çevre koşullarına ve izlenen yönteme de bağlıdır. Bahsedilen tarihleme tekniklerinin sınırları Şekil 1.1 ve uygulandığı numune çeşitlikleri Şekil 1.2’de resmedilmiştir.



Şekil 1.1 Tarihleme tekniklerin yaş aralığı, (gerçek sınırlar çevre şartlarına ve malzemeye bağlıdır (Aitken 1998)

Toprak içinde her zaman belli miktarda doğal üç radyoaktif seri vardır (U^{238} , Th^{232} , U^{235}). Bu serilerdeki radyoizotoplar diğer çekirdeklere bozunurken çevresine radyasyon yayarlar. Bu yayılan radyasyon enerjisi farklı materyaller tarafından belli oranlarda soğurulur. Tarihlenecek materyallerce soğurulmasıyla biriken bu doz miktarından (paleodoz) kaynaklanan lüminesans, laboratuarda kontrollü bir şekilde uyartılarak foto çoğaltıcı tüpler yardımıyla sayılır. Bununla birlikte bir yıllık sürede, tarihlenecek malzemenin çevresindeki ve kendi içindeki radyoizotoplardan ne kadar ışınlandığının (yillik doz) ölçümü ve hesaplamaları yapılır. Paleodoz miktarını gösteren lüminesans sayımlarının ortalama değerinin yıllık doza orantılanmasıyla deneysel sapmalarla birlikte malzemenin yaşı saptanır. Deneysel hatalardan gelen sapmalar %5 ile %10 arasındadır.

Çizelge1.1 Numune tiplerine göre uygulanabilen tarihleme teknikleri. Kutulardaki yuvarlakların koyuluğu tekniğin güvenilirliği ile doğrudan ilişkilidir (Aitken 1998)

	Volkanik	Mercan	Obsidyen	Çökel	Yanmış çakmaktaşı	Çömlek	Kabuklar	Hayvan dişi	Kemik, geyik boynuzu Fildişi	Tahta, bitki, tohum
Ağaç Halkaları sayma										●
Karbon 14		●		●		●	●	●	●	
Potasyum argon	●									
Uranyum serileri	●	●		●			●	●	●	
Fisyon izleri	●		●							
LÜMİNESANS	●			●	●	●				
ESR	●	●			●	●	●	●	●	
Amino grup Asit oluşumları							●	●	●	
Obsidiyen Hidrasyon			●							
Manyetizma	●			●		●				

Bu tez çalışması kapsamında; Mardin ili Nusaybin ilçesi Kuruköy’de 2006 yılında ulusal basında yer alan mezar odalarından laboratuvara bir kurumun görevlilerince alınıp getirilen seramik parçaları, kemik ve toprak malzemeleri tarihlendirilmiştir. Bölgede M.Ö. 9 y.y ile 7. y.y. arası Urartular, Asya imparatorluklarının zayıflamasının ardından M.Ö. 330 a kadar Helenistik dönemin etkileri olmuş, sonrasında Doğu Roma İmparatorluğu hüküm sürmüştür (Bartl 1993 ve Burney 1958). Bölge Ermenilere ve Türklere ev sahipliği yapmıştır. Malzemeler sekiz oda mezardan birinden alınmıştır. 2 metre yüksekliğinde ve 15 metre kare büyüklüğündeki bu oda mezarların da bulunduğu bu yer altı yerleşim merkezleri günümüzde terk edilmiştir. Bu oda mezarlardan alınan kemik parçalarına yapışan toprak malzemelerin de en son ışık gördüğü tarihin ölen kişinin hangi dönemlerde yaşadığı hakkında fikir verip vermeyeceği yeni bir araştırma ve deneme olarak ele alınmıştır. Kemiğe yapışan toprağın yaşının, mezarın içinden ve çevresinden çıkacak seramik parçaların yaşlarıyla kıyaslanması; sonucu belirleyecektir.

Yukarıda bahsedilen malzemelerin gelişi ve laboratuvar çalışmalarının bir buçuk yıl sonrasında bölgenin en ünlü Süryani mabedi Deyruzzaferan Manastırı görevlilerince yaşadıkları yapının tarihlendirmesi konusunda şifahi istekte bulunulmuştur. Deyruzzaferan Manastırının, patrikler zaman zaman başka yerlerde de otursa da, 1293 den 1932 kadar Süryani Kadim Patrikliğinin merkezi olduğu kabul edilmektedir (Çelik 1993). Görevliler, kendi yazılı kaynaklarında yapının M.S. 5. y.y.dan bu yana Süryani manastırı olarak kullanıldığı ancak daha öncesinde de güneşe tapan insanların bir ibadet yeri olarak kullanıldığı söylentilerini aktardılar. Manastırın on üç on dört taş bir merdivenle inilen en alt katında, sadece doğuya bakan penceresi olan ve yaklaşık 50 metrekare genişliğinde salon bulunmaktadır. Salonun günümüzdeki iç mekân yüksekliği 2 metreden daha azdır. Ancak bu darlık yüzyıllar boyunca zeminde birikmiş ve sıkışmış topraktan kaynaklanmaktadır. Tavanı, 1 metre kalınlığında büyük kesme taşlardan oluşan salonda, valilik tarafından görevlendirilen bir arkeolog gözetiminde, zeminin bir köşesinde sıkışan toprakta yapının bir buçuk metre kazı yapılmış ve temeline ulaşılmıştır. Kazıdan çıkan tuğla malzemeleri ve yapının temelindeki kesme duvar taşları arasından toprak malzemeler alınmıştır. Yine Mardin il sınırları içerisinde yer alan Mardin – Nusaybin yolu üzerinde Dara antik yerleşim merkezinin çok yakınında, inşa tarihi bilinmeyen, büyük kesme taşlardan oluşan, halı saha büyüklüğünde ve halk

arasında zindan olarak adlandırılan sağlam bir yapı vardır. Yapının ortasında direk bulunmamaktadır. Yerden yaklaşık bir buçuk metre yüksekte olan kesme taş yapıli tavanının üzerinde günümüzde içerisinde yaşanan bir ev de kuruludur. Çok düzgün kesme taşlardan yapılmış basamakların oluşturduğu uzunca bir merdivenle inilen yapının iç mekân yüksekliđi 20 metre civarında olup genişliđi bir halı saha kadardır. Arkeolog bu tarihi yapının ne zaman inşa edildiđi hakkında yazılı kayıtların bulunmadıđı ve bir zaman askeri amaçlar doğrultusunda kullanılmış olabileceđi söyledi. Yapının girişı ancak bir insanın girebileceđi genişliktedir. Malzeme alımına gidildiđinde merdivenin alt kısımları ve çevresinde biriken bir buçuk metreye varan toprak yığını görevlilerce kazılarak dışarıya çıkartılıyordu. Bu toprađın temizlenmesi sırasında çıkan seramik ve tuđla yapı malzemeler de alınmış ancak düşük paleodoz bulunduđundan ve de yapının inşa tarihi hakkında bilgi vermeyeceđinden tarihlendirmeye deđer görülmemiştir. Aydınlatma kapatılarak uzun yan duvarlarına bitişik sütunların bitişme yerlerinin birinde kesme taşlar arasındaki kovuktan toprak malzeme alındı. Toprađın alındıđı kovuk zeminden yaklaşık iki yüksektedir. Yapı içerisinde toprak malzemenin alımındaki yer seçiminde, yapının inşası sırasında en son gün ışığı gördüğü derin, yapımından sonra karanlıkta kaldıđı düşünölen köşelerden olması koşulu aranmıştır. Yüzeysel ve insanların sık kullandıđı düşünölen yerler tercih edilmemiştir.

Dara bölgesinde yer alan Dara Su sarnıcından (M.S. 506) pişirilmiş tuđla düşünölen yapı malzemeleri alınmıştır. İnşa tarihi bilenen bu yapının, çalışmaların güvenilirliğini sınamada önemli bir araç olacađı düşünölmüş ancak laboratuvardaki çalışmalarda yapı malzemesinin düzgün kesilmiş taşlar olduđu anlaşılmıştır.

Hıristiyan tarihinde öneme sahip İznik Konsölüne (M.S.325) imparatorluđun en doğusudan katılan Mor (Aziz) Yakup'un mezarının da bulunduđu bir kilise bulunmaktadır. Kilisenin içerisinde 3 metreyi bulan taş işlemeli kapılar vardır. Aynı zamanda bir manastır da işlevselliđi de olan yapı kesme taş ve moloz taştan yapılmıştır. İbadet mekânının üzeri ana kubbeyi destekleyen yarım kubbelerle örtölmüştür. Bir zamanlar 800–1000 öğrencinin yatılı kaldıđı bir okul olan kilise yukarı Mezopotamya bölgesindeki kiliselerin en eskisi sayılmaktadır Kilise, Nusaybin'de bulunan 9 kiliseden ayakta kalan tek yapıdır. Geçmişinde okulda felsefe, mantık, edebiyat, geometri,

astronomi, tıp, hukuk eğitimi verilmiştir. Aynı zamanda bu okuldaki çalışmalar sonunda Grekçeden birçok yazma eser Süryaniceye çevrilmiştir. Nusaybin Okulu, Sasanilerin M.S.363'de Nusaybin'i almasına kadar öğretime devam etmiştir. Bundan sonra okulun öğretim kadroları dağılmış ve Suriye'de öğretime devam edilmiştir. Sonraki yıllarda Bizanslılar Nasturilere karşı baskı kurunca Urfa'daki (Edessa) okul Nusaybin'e nakledilmiş ve burası Nasturilerin dini merkezi olmuştur. M.S.469 da yeniden faaliyetine başlamış ve 7. y.y. a kadar sürdürmüştür (Akyüz 1998). 19. y.y. a kadar bünyesinde rahiplerin de yaşadığı Mor Yakup Kilisesinin en alt katındaki mezar odasına on onbeş basamaklı kesme taş bir merdivenle inilmektedir. Sekiz on metre kare genişliğindeki odanın ortasında büyükçe yekpare taş lahit vardır. Kesme taşlardan örülen kenar duvarlarından sadece birinde yerden 1 metre yüksekliğinde diz üstü oturan bir insanın ancak sığabileceği bir kovuk vardır. Bu kovuğun yukarı kısmında ancak bir insan elinin sığabileceği ikinci küçük kovuk vardır. Odadaki aydınlatma kapatılarak bu küçük kovuğun üst kısmındaki derinliklerinden el yardımıyla toprak malzemesi alınmıştır. Bu alınan toprağın yapının inşa tarihinde en son gün ışığı gördüğü düşünülmüştür.

Mardin şehir içinde Savur Kapı Hamamındaki yenileme çalışmaları fırsat bilerek aydınlatma kapatılarak temel taşları arasından toprak alınmıştır. O günlerde bir diğer yenileme çalışması da Kasimiye Medresesinde yapılmaktaydı. Yapının avlusunda bulunan havuzu beşleyen suyun geliş kanalına girilmiş ve kanal duvarlarından birinin üzeri kazınarak alt kısımdan toprak alınmıştır. Yapı bir tepenin yamacında yer almaktadır. Suyun beslendiği kanal yapının dışında bitişik haldedir. Yapının inşa tarihi (M.S.1469) bilinmektedir. Arkeolog tarafından avludaki suyun çıkışı; insanın doğumunu, avluda akıp gittiği yedi sekiz metrelik yolu; insan yaşamını ve toplandığı havuzun insanların ölümünden sonra toplanacağı mahşer yerini temsil ettiği söylendi. İnşa tarihi bilinmeyen yapılar günümüzden en az iki bin yıl öncesinden kalma oldukları görüşü hâkimdir. Yazılı kaynaklarla inşa tarihi bilinen yapıların tarihleri ile deneysel sonuçların verdiği tarih kıyaslanacak, çok farklı bir tarih elde edilmesi durumunda yapının zaman geçirmiş olduğu değişimler bulunabilecektir.

Paleodoz eşdeğerinin tespitinde Çok Tablet İlave Doz (MAAD) ve Tek Tablet Yenileme (SAR) yöntemleri, yıllık doz tespiti için de alfa sayım tekniği, X ışını Flüoresans ve mineral tespitinde X ışınları kırınım spektrometresi kullanılmıştır. İkinci bölümde enerji band modeliyle lüminesans oluşum mekanizmasına, TL ve OSL ye ilişkin temel bilgilere ve lüminesans tekniğiyle tarihlemesi yapılmış çalışmalara özet biçimde yer verilmiştir. Tezin üçüncü bölümünde arazi çalışmaları, bu teknikte kullanılan cihaz, ekipmanlar, ölçümü etkileyen faktörler, paleodoz eşdeğeri ve yıllık doz kavramları açıklanmıştır. Dördüncü bölümde OSL ve alfa sayım tüplerinin ve beta ışınlama kaynağının kalibrasyonundan, numune hazırlama süreçlerinden, paleodoz eşdeğerinin ölçümünde yapılan deneylerden ve yıllık doz tespiti için kullanılan hesap ve yöntemlerden bahsedilmiştir. Tezin son bölümünde ise yaş değerleri ve sonuçların arkeolojik yorumlarına yer verilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

Bu bölümde termolüminesans (TL) ve optik uyarmalı lüminesansın (OSL) oluşum mekanizmasına ilişkin kuramsal temellere ve bu tekniklerin tarihlendirme çalışmalarına katkılarına kısaca değinilecektir.

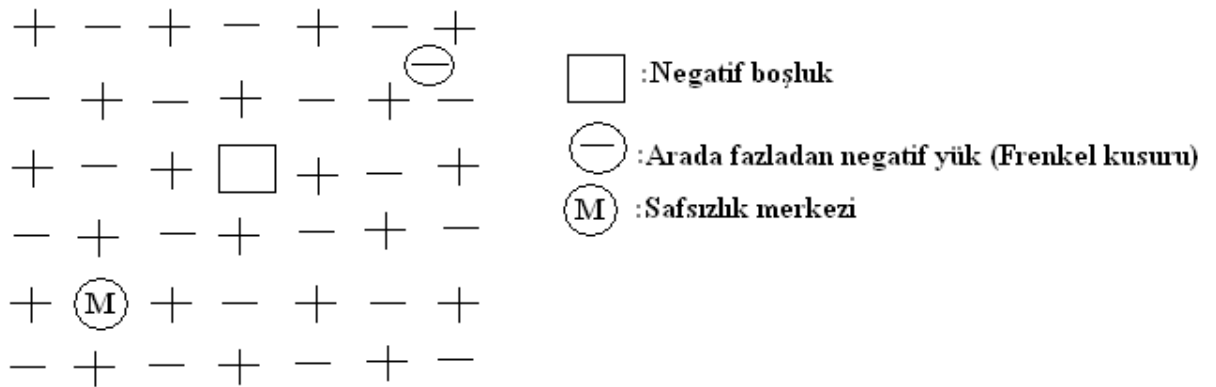
2.1 Lüminesansa İlişkin Genel Bilgi

Doğadaki tüm sistemler gibi atom ve moleküller de kararlı durumda bulunma eğilimindedirler. Kararlı mikroskobik yapı dışarıdan herhangi bir uyarıldıklarında eski kararlı durumlarına dönerler. Yapı bu taban durumuna dönme sonrasında elektromanyetik salınımında bulunur. Görünür bölgede salınımına lüminesans (ışıldama) adı verilir. Lüminesans, uyarmanın çeşitliliğine göre farklı isimler almasına karşın temelde mikroskobik sistemde biriken enerji fazlalığını, görünür bölgede ışık vermesi biçiminde üzerinden atmasıyla sonuçlanır. Örneğin biyolojik sistemde biyokimyasal süreçler sonucu kendisini geceleri parlak gösterebilen deniz canlılarında ve ateş böceklerindeki biyolüminesans, kimyasal bir tepkimenin sonucunda bazı moleküller (peroxyoxalates, peroxyoxalates, dioxetanes) üretilen fazla enerjiyi kimyasal lüminesans ile atarken elmas gibi maddelerin kesilmesi sırasında bu enerjiyi tribo lüminesans ile atarlar. Bu örnekler çoğaltılabilir. Salınan lüminesansın ne kadar süre sonrasında oluştuğuna göre de floresans (10^{-8} s) ve fosferans ($>10^{-8}$ s) olarak ikiye ayrılır. Flüoresans ve fosferans özelliğe sahip malzemeler elektronikte, aydınlatmada ve yapı malzemelerinde sıkça kullanılmaktadır.

2.2 Enerji Band Modeli ile Lüminesans Mekanizması (Tek Tuzaklanma ve Tek Yeniden Birleşme Merkezli Model)

Doğada bulunan herhangi bir kristal için lüminesans oluşum mekanizması ayrıntılı biçimde anlaşılmış değildir. Mekanizmanın ayrıntıları genellikle laboratuarda üretilmiş kristallerin içindeki safsızlıkların sıkı kontrol edilmesiyle açıklığa kavuşturulabilir. Mineralden minerale TL duyarlılığı ve verimi değişiklik sergilemesine karşın genelde geçerli bir mekanizma ve kuram geliştirilmiştir. Tez çalışmasında mekanizmaları birbirine çok benzer olan termolüminesans (TL) ve optik uyarmalı lüminesans (OSL)

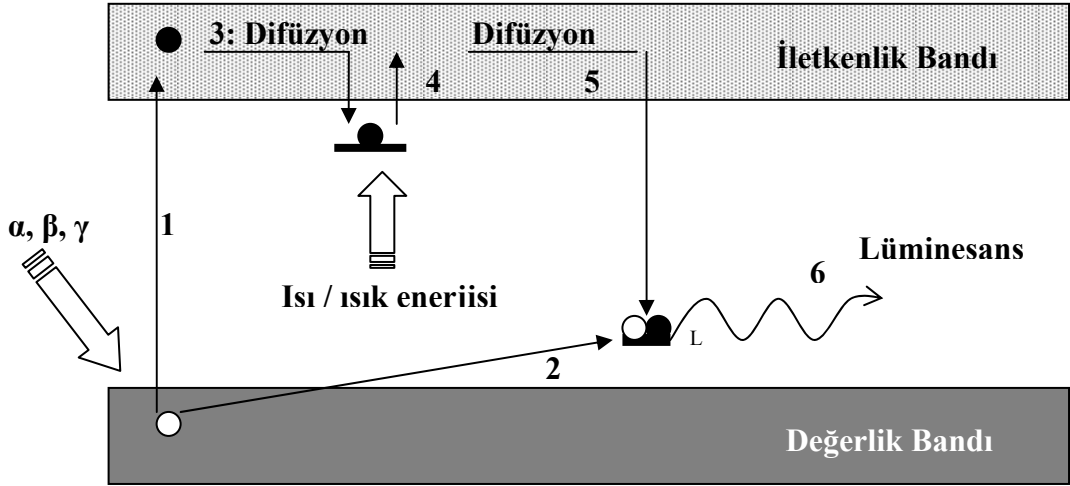
teknikleri ile tarihlemeler yapıldığından katıhal fiziğinde enerji band modeliyle bu mekanizmalar anlatılacaktır. İdeal bir kristal bir örgü içinde atomlar belirli aralıklarla ve açılarla “sonsuz” mesafede dizilim arz ederler. Ancak doğada çoğunlukla “kusur” adı verilen kristal içinde olması gereken bir atom veya iyonun yerinde olmamasından kaynaklanan boşluklar, farklı bir atomun kristal örgü içinde bulunması (katlı, safsızlık), örgü noktaları arasında kristalin kendi atomunun bulunması (Frenkel kusuru), örgü noktasında fazladan elektron veya elektron boşluğunun (hole) bulunması; bu kristal kusurlarına örnek gösterilebilir.



Şekil 2.1 Farklı tipte kristal kusurları

Bir molekül içinde atomların enerji düzeyleri birbirlerine çok yakın değerlerde oldukları için bu enerji durumları çoğu kez birbirlerinin içine geçmiş olarak kabul görür. Kristal yapısının anlaşılmasını kolaylaştırmak amacıyla katıhal fiziğinde enerji band modeli öne sürülmüştür.

Basit bir TL modelinde de bu enerji düzeylerinin iki temel banda ayrıldığı; ilk grup iletme katkıda bulunan yük taşıyıcıların enerji düzeylerinin “iletim bandı”nın tabanının altında yerleştiği ve moleküle bağlı yüklerin enerji düzeylerinin “değerlik bandı”nın tepesinin üzerinde yerleştiği varsayılmıştır. Yalıtkan ve yarı iletkenlerde bu iki band yasak enerji aralığı ile ayrılır, ancak yukarıda sözü edilen kusurlar bu yasak bölgede tuzak (T) denilen enerji düzeylerini oluşturur. Bu tuzaklar, dengedeki en yüksek enerji (Fermi enerji) düzeyinin üzerinde yer alır. Ayrıca bu tuzaklar denge durumunda yani radyasyona maruz bırakılmadan (elektron-deşik çiftleri yaratılmadan) önce boştur. R ile temsil edilen diğer seviye de potansiyel bir deşik tuzağıdır.



Şekil 2.2 Enerji band modeline göre lüminesans oluşum mekanizması

(1) Kristalin nükleer radyasyona maruz kalmasıyla değerlik bandındaki elektronlar iyonizasyon yoluyla iletim bandına geçerler, (2) ardında bıraktığı boşluklar (holler) değerlik bandının hemen üzerinde yasak bölgede lüminesans merkezleri (L) veya çakışık olan yeniden birleşme merkezleri (R) denilen enerji düzeylerini oluştururlar. (3) İletim bandına geçen bu elektronların difüzyonla, ortamın ısısal etkileriyle bu enerji bandında fazlaca beklemeden değerlik bandına düşerken birçoğu tuzaklara yakalanırlar. Tuzaklarda kapılan bu elektronları kurtarmak için ısı veya ışık enerjisi vermek gerekir. (4) Laboratuarda kontrollü biçimde verilen bu enerji ile kurtulan elektronlar yeniden iletim bandına çıkar ve difüzyonun (5) hemen ardından aşağıdaki lüminesans merkezlerindeki boşluklarla yeniden birleşir. (6) Bu birleşme, kristalin lüminesans salınımı olarak dışarıdaki fototüplerle sayılır. Uyarılan elektronun iletim bandından difüzyon süresi o kadar kısadır ki lüminesansın anlık oluştuğu düşünülebilir. İyonizasyonu, elektron- hole çiftlerinin oluşumu; lüminesans da bu çiftin lüminesans merkezinde yeniden birleşimi gibi düşünülebilir. Bu mekanizma kristalde elektronlar yerine bazen hollerin tuzaklanmasıyla gerçekleşir, ancak pratikte sonuç değişmez. Bu yüzden bazı yazarlarca anlatımında elektron yerine yük kelimesi tercih edilen bu olgu; tuzaklardan elektronların kurtarmak için ışık kullanıldığında OSL, ısı kullanıldığında TL adını alır. Eğer yeniden birleşme bu merkezlerde oluşmayıp da “ölü” merkezlerde oluşuyorsa ışık salınımı gerçekleşmez ve fazla enerji kristale ısı olarak dağılır. Kristal ne kadar süre nükleer radyasyona maruz kalırsa o kadar çok iyonizasyonla elektronların

tuzaklara yakalanma olasılığı artar ve ne kadar çok elektron bu tuzaklardan kurtulabilirse o ölçüde fazla lüminesans salınımı gerçekleşir. Toprağın altından çıkan malzemenin bir yılda çevresinden ve kendi içindeki radyoaktif izotoplardan soğurduğu dozun (yıllık doz) değişmez olduğu varsayılarak kontrollü uyarılan lüminesansın, bilinen bir doz hızına ölçeklendirilmesi ile tarihlendirme yapılır.

Yukarıda anlatılan mekanizmada, malzemenin (kristalin) toprak altında veya yapı içinde çağlar boyunca barındırdığı tuzak sayısının sabit olduğu varsayılır. Bununla birlikte çok büyük radyasyon dozlarına bırakılan kristaller içinde yeni tuzakların yaratılma olasılığı ortaya çıkar ancak belli bir radyasyon değerinden sonra boş tuzak kalmayacaktır. Bu durum kristalin doza karşı tepki vermediği doyum noktasına karşılık gelir.

2.3 Tuzakları Boşaltma Süreci

TL de ısıtma esnasında belli bir sıcaklığa ulaşıldığında tuzaklar çok hızlı boşalır. Mineral kristalinin karakteristiğini de yansıtan ve tuzak tipi ile değişen bu sıcaklık noktasından sonra, dolu tuzakların sayısı hızla azalır. OSL de tuzakların boşalım hızı fotonların sayısına bağlıdır. Uygulamada çoğunlukla belirli dalga boyunda ışık sabit bir şiddette verilerek OSL ölçümleri alınır. Bu tür sabit şiddet uyarımlarında tuzakların tüketim hızı, üstel bir şekle benzer olarak zamanla azalır. Bununla birlikte daha az uygulama alanı bulan, uyarma ışığının şiddeti lineer olarak artırıldığı durumlarda TL de olduğu gibi lüminesans salınımının, bir zaman noktasında pik yaptığı gözlenir.

2.4 Enerji Band Modeliyle Lüminesansa Kuramsal Özet Bakış

Lüminesans olgusu son birkaç yüzyıldır fizikçiler ve kimyacılar tarafından gözlenmesine karşın 1940 lı yıllardaki (hassas bir ışık detektörü olarak) foto çoğaltıcı tüpün icadı ile termolüminesans, jeoloji alanında mineralleri ayırt etmede kullanıldı. 1950 yılından bu yana ısı uyarmalı olarak bilinen TL tekniği önceleri radyasyon dozunun ölçümünde kullanılan sintilatör detektörlerin gelişimine paralel olarak 1960 ların başından itibaren arkeolojik malzemelerin tarihlendirilmesinde hızla yerini aldı. 1974 yanmış çakmak taşları üzerine TL uygulamaları radyo karbon

tekniklerinin tarihleyemediği paleolitik çağlara genişleme sağladı. Volkanik lav kalıntıları açıkça TL tarihlemeye aday idi ancak uygulamada beklenmedik zorluklarla karşılaşıldı (Aitken 1985). 1980 yılına gelindiğinde jeolojik çökellerin tarihlendirme çalışmalarında girilmiştiir.

TL çalışmalarında, önceden belirlenen önısıtma işleminden sonra sabit bir sıcaklık artışıyla değişen lüminesans sayımları alınır. Numunenin mineral özelliğine bağlı olarak tuzak tipleri değişkenlik gösterirken farklı tip tuzaklarındaki yükleri çıkartmak için de farklı değerlerde enerjiler gerekecektir. Dolayısıyla “ısı eğrisi”nde farklı sıcaklık noktalarında lüminesans pikleri gözlenecektir. Isı eğrisinde farklı sıcaklık değerlerinde pik gözlenmesinin sebebi; farklı sıcaklık değerine karşılık gelen enerjiye (derinliğe) sahip tuzakların boşalmasıdır. Bazen bu pikler iç içe geçmesiyle birbirlerini örter. Böyle durumlarda ya tek bir pik gözlenir ya da ısı eğrisi bir miktar düzgün devam eder. Derin tuzaklara yakalanan elektronların ömrü sığ tuzaklara yakalananlardan daha uzundur. Düşük sıcaklıklarda (<200 °C) boşalan tuzaklar çevre sıcaklığında uzun süre dolu kalamayacağından tarihlemede kullanılamazlar. Bu kararsız sığ tuzaklar bir dizi deneyle belirlenen önısıtma işlemiyle boşaltılırlar. Dozimetri ve tarihleme çalışmalarından genellikle 300 °C den sonraki lüminesans sayımları kullanılır. Ancak bazı materyaller de oda sıcaklığında uzun süre beklemeye yüksek sıcaklıktaki sıcaklık pikleri bir miktar boşalma sergileyebilir. Kuantum fiziğinde tünelleme olayı ile açıklanabilen bu olguya anormal (beklenmeyen) sönüm denir (Aitken 1985) . Diğer bir alternatif de önceden söz edilen yüksek sıcaklıklarda ışımanın olmadığı “ölü merkezlerde” yeniden birleşme olasılığının artmasıdır (Aitken 1985). TL tarihlemesinde çoğunlukla ısıma eğrisinde seçilen sıcaklık aralığında pik altında kalan toplam alan değerlendirmeye alınır. Bu aralığı seçimi bir diz deneyle belirlenen “plato testi” yardımıyla yapılır.

Mekanizmaları benzerlik gösteren TL ve OSL için bu kesimde TL kuramsal anlatımı esas seçilmiştir. TL, siyah cisim ışımasıyla karıştırılmamalıdır. Bir madde akkorkluk derecesine kadar ısıtılınca kendinden ışık yayar. Yüksek sıcaklıklarla çıkıldığında (örneğin 200 °C’ye) bir katı, kızılötesi bölgesinde ışık yayımlar. Sıcaklık arttıkça bu kızılötesi ışımanın şiddeti artar. Bu olay, termal veya siyah cisim ışımasıdır. Ancak TL ışıması, (iyonize) radyasyon ışımasına bırakılmasının sonrasında ısıl uyarmayla ortaya

çıkarm. Bu tanım TL nin oluşması için üç temel şartı gerektirir: i) Materyal yalıtkan veya yarı iletken olmalıdır. Saf metaller lüminesans özellik göstermezler. ii) Materyal, bir müddet iyonize edici radyasyona maruz kalmalıdır. iii) Lüminesans ışınımı materyalin ısıtılmasıyla tetiklenir (Bos 2007). Bir TL özelliğine sahip materyal iyonize radyasyona maruz kaldığında mineral kristal örgüsü belli bir enerji soğurur ve depo eder. Bu depolanan enerji, materyal ısıtıldığında görünür bölgede ışık biçiminde salınır. TL oluşumunda ısıl eksidasyon olmadığı, farklı yollarla doldurulan enerji tuzaklarının ısıl uyarılmayla boşaltılıp lüminesansın açığa çıktığı ayrımı önemlidir. Bu, bir TL materyalinin bir iyonize radyasyona bırakılmadığı sürece basitçe soğutulması ve yeniden ısıtılmasıyla ışık yaymayacağı anlamına gelir. Prensipde bir TL materyalin doz saklama kapasitesi dozimetrik uygulamalar için önemlidir.

Bu kesimin amacı; TL malzemelerin dozimetrik özelliğinin temel kavramlarını aydınlatmaktır. Bu kavramlar basit bir model yardımıyla verilecektir. Bu basit model gerçekçi olamamakla birlikte yine de TL olgusunun birçok yönü açıklığa kavuşturmakta ve tüm TL teorilerinin temelini oluşturmaktadır.

Malzemenin TL özelliklerinin bir açıklaması katıların enerji band modeliyle yapılabilir. İdeal bir yarı iletken veya yalıtkan kristalinde elektronların çoğu değerlik bandında bulunur. Elektronların bulunabildiği bir sonraki en yüksek (enerjili) band iletim bandıdır. Bu iki band, yasaklı (E_g) bir enerji aralığıyla birbirinden ayrılır. Ancak bir kristalde yapısal kusurlar oluştuğunda veya örgüde kirlilikler (safsızlıklar) bulunduğunda, bu mükemmel kristal örgüsünün yasaklı enerji aralığında elektronların bulunma olasılığı ortaya çıkar. Basit bir TL modelinde iki enerji düzeyinin arasındaki yasaklı bölgede bazı enerji düzeylerinin söz edilen kusurlardan kaynaklandığı varsayılır. Bunlardan ilki; iletim bandının tabanının altında yerleşen ve diğeri değerlik bandının tepesinin üzerinde yerleşen ikinci enerji düzeyidir. Elektron tuzağı olarak nitelendiren enerji düzeyleri (T), en yüksek seviye dengedeki Fermi enerji seviyesinin üzerinde yerleşirler ve radyasyona maruz bırakılmadan önceki denge durumunda boştur. Yani elektron- deşik çiftleri yaratılmadan önce bu tuzaklar boştur. R ile temsil edilen diğeri seviye potansiyel bir deşik tuzağıdır. Ve yeniden birleşme merkezi işlevini görebilir. $H_v > E_g$ radyasyon enerjisinin soğurulması, değerlik elektronlarının iyonizasyonu sonucu

enerjik elektronlar ve deşikler üretir. Isısal etkiden sonra iletim bandında serbest elektronlar ve değerlik bandında serbest deşikler üretilecektir. Serbest yük taşıyıcılar bir diğeriyle yeniden birleşecek veya tuzaklanacaktır.

Doğrudan yeniden birleşme halinde, bir miktar enerji bir lüminesans merkezi uyartılabilir (excite) (ki burası yeniden birleşme merkeziyle çakışıktır). Bu lüminesans merkezi ışık yayarak taban durumuna geri dönerek gevşer. Serbest elektron ve deşiklerin ışık yayarak doğrudan yeniden birleşme olgusuna ($<10^{-8}$ s) radyo lüminesans denir.

Bununla birlikte, yarı iletken ve yalıtkanlarda yük taşıyıcıların (belli) bir yüzdesi tuzaklara yakalanır. Bir elektronun birim zamanda tuzaktan kurtulma olasılığı Arrheniuss denklemiyle verilir (Bos 2007).

$$p = s \exp \left\{ -\frac{E}{kT} \right\} \quad (2.1)$$

Burada p, birim zamandaki olasılıktır. s; tuzaktan kurtulmak için girişim frekans faktörüdür. Basit bir modelde s; sıcaklıktan bağımsızdır ve örgünün titreşim frekansı mertebesinde (10^{12} - 10^{14} Hz). E; tuzak derinliği veya elektronu tuzaktan kurtarmak için gerekli aktivasyon enerjisidir. k Boltzmann sabiti(8×10^{-5} eV/K) dir. T; Kelvin biriminde sıcaklıktır. Tuzak derinliği $E \gg kT_0$ ise, T_0 dozlamaya maruz bırakıldıktan sonra bile tuzaktaki elektron sayısı değişmez. Elektron ve deşikler, çiftler halinde yaratılıp yok edildiklerinden, tuzaktaki elektron sayısı yeniden birleşme merkezindeki deşiklerin sayısına eşit olmalıdır. Tuzaklar, dengedeki Fermi düzeyinin (E_f) üzerinde, yeniden birleşme merkezleri altında yerleştiğinden tuzaktaki elektronların ve deşiklerin popülasyonu dengesiz bir durum arz eder. Örgünün denge durumuna dönmesinin yolu daima açıktır, fakat iyonize radyasyonda (E/k değerine kıyasen) düşük sıcaklıkta kaldığından, denklem 2.1 ile belirlenen durulma hızı yavaştır. Sonuçta bu dengesiz bu durum, E ve s hız parametreleriyle yönlendirilen belirsiz bir sürede yarı kararlı olacaktır.

Denge durumuna dönüş, örgü sıcaklığının yükseltilmesiyle hızlanabilir. Bu durum yeniden tuzaklanma olasılığını artıracak ve de tuzaktan kurtulan elektronlar iletim bandına gitmesini sağlayacaktır. Elektronlar, yeniden birleşme merkezlerine iletim bandından geçerek ulaşırlar. Basit bir modelde yeniden birleşme merkezi, bir lüminesans merkezidir. Bir lüminesans merkezi, daha yüksek enerjilere çıkartılan (excited) elektron ve deşğin temel hale döndüğünde bir araya gelerek foton (termolüminesans) saldıkları enerji düzeyleridir. Herhangi bir t süresince ısıtılmayla katıdan salınan fotonların bir saniyede sayısı (TL şiddeti), R merkezlerinde elektron ve deşiklerin yeniden birleşme hızıyla orantılıdır. m, R merkezinde hapsolunan deşiklerin konsantrasyonu (m^{-3}) olmak üzere TL şiddeti

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} \quad (2.2)$$

biçiminde yazılabilir. Negatif işareti deşiklerin zamanla azaldığına işaret eder. Burada her bir yeniden birleşme merkezinin bir foton ürettiği ve üretilen tüm fotonların sayıldığı varsayılmıştır. Yeniden birleşme hızı, iletim bandındaki serbest elektronların konsantrasyonu (n_c) ve deşiklerin konsantrasyonu (m) ile orantılı olacaktır.

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = n_c m A_m \quad (2.3a)$$

Burada A_m ; sıcaklıktan bağımsız olduğu varsayılan, birim zamanda birim hacimde yeniden birleşme olasılığıdır. Böylece tuzaktaki elektronların konsantrasyonunun değişim hızı; ısısal sebeple serbest kalanların sayısından tuzağa yeniden kapılanların sayısı kadar eksisine eşit olacaktır.

$$-\frac{dn}{dt} = n p - n_c (N - n) A_n \quad (2.3b)$$

burada N; tuzak sayısı, n; tuzaklanmış elektronların konsantrasyonu ve A_n ; yeniden tuzaklanma olasılığı olup birimi m^3/s dir. Benzer şekilde serbest elektronların

konsantrasyon deęişim hızı; ısısal sebeple kurtulanların hızı eksi tuzaęa yeniden kapılanların ve de yeniden birleşenlerin hızlarına eşit olur.

$$\frac{dn_c}{dt} = n p - n_c(N - n) A_n - n_c m A_m \quad (2.3c)$$

Son üç denklem tek bir elektron tuzaęından kurtulan elektronların tek bir merkezde yeniden birleşmeleri durumuna ilişkin yük taşıyıcı trafięini betimlemektedir. Deşiklerin serbest kalmasıyla oluşan TL için de hız denklemleri benzerlik gösterir. Bu denklemler TL olgusunun birçok analizinin temelini oluşturur. Genel analitik bir çözüm bulunmamaktadır. Analitik bir ifade geliştirmek için basitleştirici varsayımlar yapılmalıdır. Bunlar arasında önemlisi,, herhangi bir anda

$$\left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dn}{dt} \right| \quad ; \quad \left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dm}{dt} \right| \quad (2.4)$$

olması varsayımdır. İletim bandındaki serbest elektron konsantrasyonunun yarı dengede olmasını gerektirdiğinden Chen ve McKeever tarafından yarı denge varsayımı olarak adlandırılmıştır (Bos 2007). Dozlama sırasında tuzaęa yakalanmış elektronlar ve deşikler çiftler halinde yaratılmıştır. Bu yüzden yük nötrlüğü

$$n_c + n = m \quad (2.5)$$

eşitliğini gerektirir. $n_c \cong 0$ durumunda $n \cong m$ olur ve zamana baęlı şiddet için

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} \approx -\frac{dn}{dt} \quad (2.6)$$

yazılabilir. $dn_c / dt \approx 0$ olduğundan denklem 2.3a ve 2.3b den zamana baęlı şiddeti

$$I(t) = \frac{m A_m n s \exp\left\{-\frac{E}{kT}\right\}}{(N-n) A_n + m A_m} \quad (2.7)$$

biçiminde yazmak mümkündür.

2.4.1 Birinci mertebe kinetik

Denklem 2.7 dahi ilave basitleştirici varsayımlar yapmaksızın analitik olarak çözülemez. Randall ve Winkins ısıtma evresi sırasında yeniden tuzaklanmayı önemsiz varsaydılar (Bos 2007). $m A_m \gg (N-n) A_n$ varsayımıyla denklem 2.7

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = s n \exp\left\{-\frac{E}{kT}\right\} \quad (2.8)$$

olarak yazılabilir. Bu diferansiyel denklem kristal örgüsünde birinci mertebeden kinetik olarak yük akışını betimler. Sıcaklık sabit tutulursa $p = s \exp(E/kT)$ değişmeyeceğinden TL şiddetinin zamanla değişimi, denklem 2.8 in integralinin alınmasıyla

$$I(t) = I_0 \exp\{-tp\} \quad (2.9)$$

biçimini alır. Burada I_0 , $t=0$ anındaki ilk TL şiddetidir. Bu sonuç bozunumun sabit sıcaklıkta zamanın basit üstel bir fonksiyonu olduğunu söyler. Bu olguya fosferans denir. Ancak sıcaklık zamanla değiştiğinde, p artık sabit olamayacak ve diferansiyel denklemin çözümü

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = n_0 s \exp\left\{-\frac{E}{kT(t)}\right\} \exp\left\{-s \int_0^t \exp\left\{-\frac{E}{kT(t')}\right\} dt'\right\} \quad (2.10)$$

olacaktır. Burada n_0 , $t=0$ anındaki tuzağa yakalanmış toplam elektronların sayısıdır. Sıcaklık arttıkça TL şiddeti, başlarda artarak bir maksimum değere ulaşacak ve ardından azalma eğilimi gösterecektir. Çünkü tuzaktan kurtulan yük taşıyıcıların yeniden tuzaklanması ve yeniden birleşmesi gerçekleşecek ve bir noktadan sonra yük taşıyıcıları

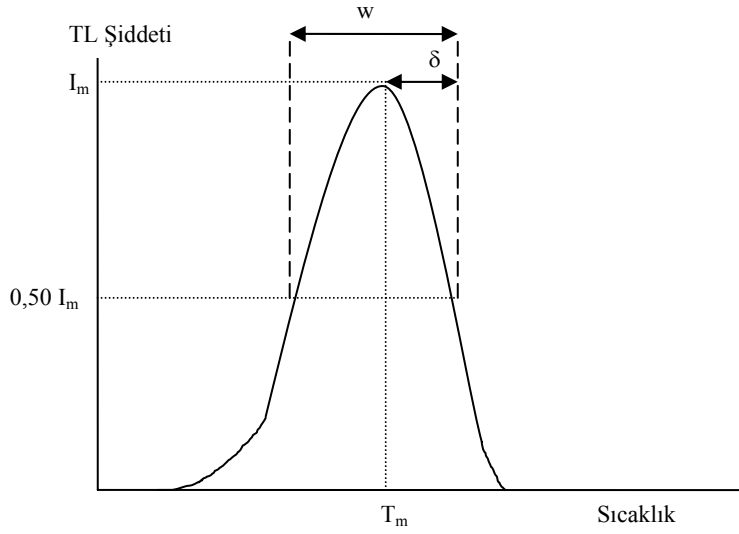
bitecektir. Çıkan şiddet pikine birinci mertebeden pik denir. Dozimetrik çalışmalarda genellikle

$$T(t) = T_0 + \beta t \quad (2.11)$$

biçiminde lineer sıcaklık artışıyla TL değişimi gözlenir. Burada β ısının sabit artış miktarı ve T_0 , $t=0$ anındaki sıcaklıktır. Denklem 2.10 da yerine yazılmasıyla

$$I(t) = -\frac{1}{\beta} \frac{dn}{dt} = n_0 \frac{s}{\beta} \exp\left\{-\frac{E}{kT}\right\} \exp\left\{-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left\{-\frac{E}{kT'}\right\} dT'\right\} \quad (2.10a)$$

tek bir ışıma pikinin birinci mertebeden Randall-Winkell ifadesi olarak bilinen denklem elde edilir. Pik asimetrik genişlikte şekle sahiptir. Yani düşük sıcaklık tarafında daha geniştir. Şekil 2.3'de gösterildiği gibi Halperin ve Braner, ısı eğrilerinden termal aktivasyon enerjilerini (E) hesaplamak için pikin yarı yüksekliğinin genişliği w ve pikin yüksek sıcaklık tarafı genişliği geometrik faktörlerine sahip bir pik için $\mu_g = \delta / w$ tanımını getirdiler. Temiz birinci mertebeden bir ışıma pikleri için μ_g nin tipik bir değeri 0,42 dir (Bos 2007). Pikin yükselmeye başladığı düşük sıcaklık tarafında TL şiddeti denklem 2.8'deki gibi üstel olarak artar. Pikin sol yanı için TL şiddet değerlerinin $1/T$ ye göre doğrusal değişimin eğimi $-E/k$ değerini verir. Buradan da aktivasyon enerjisi bulunur.



Şekil 2.3 Randall –Winkins birinci mertebeden TL denklemine göre normalize edilmiş TL piki (Bos 2007)

2.5 Optik Uyarımlı Lüminesans (OSL)

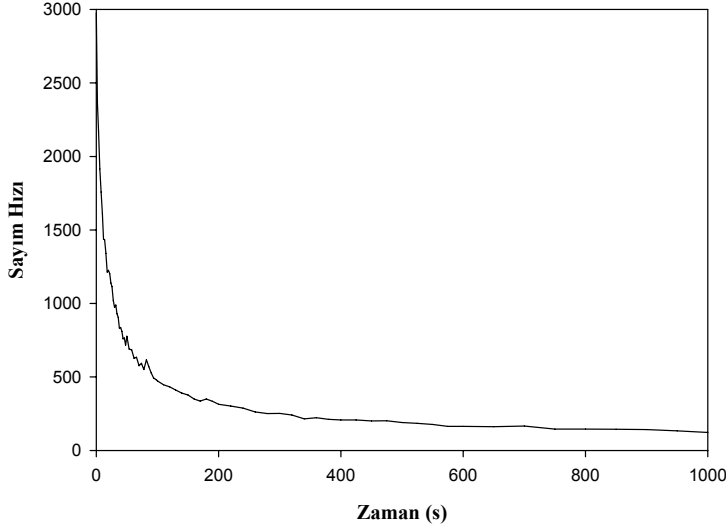
Fiziksel temelde TL ye benzerlik arz eden OSL nin ilk tanımı getiren Huntley ve arkadaşları, jeolojik çökellerden çıkardıkları kuvars mineralini argon lazeri ile (514,5 nm) uyararak ilk lüminesans sinyalini 1985 yılında elde etmeyi başardılar (Huntley *vd.* 1985).1988 yılında Hütt ve arkadaşları feldspat mineralinin lüminesansının kızılötesi ışıkla (880 nm) uyarılmasıyla çıkartılabileceğini keşfettiler. Bunu, Poolton ve Bailiff'in 1989'de, Spooner ve arkadaşlarının 1990'da ve Botter-Jensen ve arkadaşlarının 1991'de kızılötesi LED lerle tasarlanmış uyarma birimlerinin gelişimi izledi (Aitken 1998). Akkor ve ark lambaları gibi geniş geniş bandda ışık yayan kaynaklara, uygun filtreler yerleştirilerek hem feldspat hem de kuvars minerali üzerinde tarihlemeye imkân sağlayan ölçüm sistemleri geliştirildi (Botter-Jensen,2000).

TL de olduğu gibi iyonize radyasyona maruz kalma süresi ile tuzaklanmış yüklerin sayısı artacak ve tuzaklanmış yüklerin sayısı ile lüminesans şiddeti o derece büyük olacaktır. Lüminesans ölçümünün radyasyon dozuna ölçeklendirilmesiyle de malzemenin en son ne zaman gün ışığı veya ısı görmüş olduğu bulunabilmektedir. OSL tuzakları TL tarihlemede kullanılan tuzakların derin olmayanlarıdır. Yani sadece söz edilen dalga boyundaki ışığın boşaltabildiği tuzaklardır. Bu, deprem sırasında açılan fay

hatlarının en son ışık görmesine dayalı olarak OSL tekniği ile çökellerin tarihlenmesini olası kılar. Uyarıcı ışığın, kızılötesi, mavi ve yeşil olmasına göre OSL sırasıyla IRSL, BSL ve GSL isimlerini alır. Beklendiği gibi çıkan lüminesansın dalga boyu uyarıcı kaynağın dalga boyundan daima farklıdır. Uygun filtreler yardımıyla lüminesans ayrılır. Lüminesans sayımları genellikle sabit şiddetle bir ışık kaynağıyla uyarmasıyla saniye mertebesinde sürelerle alınır (Şekil 2.4). Çıkan eğriye “bozumun eğrisi” denir. Tarihlemeye çoğunlukla bu eğri altındaki alan değerlendirilir. Sabit şiddette uyarma sonucunda zamanla üstel olarak azalan sayımlar elde edilir. Buna literatürde sürekli dalga (CW) OSL denir. Özellikle dozimetrik çalışmalara yönelik Lineer modülasyonlu (LM-OSL) ve pulslu (POSL) uyarımlı sayımlar alınır (Botter –Jensen 2000). TL ve OSL de malzemenin doza tepkisi hemen hemen aynıdır. Bununla birlikte OSL nin TL tekniğine göre üstünlükleri şöyle sıralanabilir (Aitken 1998):

1. Oda sıcaklığında da yapılabilir olması özelliği, tekniğin sadece fırınlanmış malzemelerin tarihlenmesiyle sınırlı olmayıp numunenin en son ne zaman gün ışığı gördüğünün bulunabilmesine imkân sağlar. Böylelikle deprem fay hatlarının yaşları tespit edilebilmektedir. Burada, araziden çökel materyallerin jeologlarla titiz bir şekilde alınması çok önemlidir.
2. TL sayımlarında ısı, numunenin kristalinde yapısal bozuklulara yol açabilmektedir. Numune tabletinin ilk ölçümünden sonra TL duyarlılığı ve verimi değişebilmektedir. Bu, minimum hata paylı ölçümlerin çoklu disk yöntemi ile alınmasını gerekli kılar. Prensipde OSL tarihlenmesi tek bir numune tabletiyle yapılabilir, TL de yapılamaz. Farklı doza ölçeklendirme yöntemlerinin sonuçlarını kıyaslanarak bu üstünlük fark edilebilir. Optik tarihlemeye bir numune tableti birçok kez duyarlılığı ve verimi değişmeden okunabilir. SAR yönteminin kullanılabilir olması daha az miktarda malzemeyle tarihlendirmenin yapılabileceği anlamına gelir.
3. OSL ölçümünden sonra TL ölçümleri yapılabilir. Ancak bunun tersi olası değildir.
4. Her dalga boyunda OSL tarihlenmesi mümkündür. Ancak bu, numunenin mineral konsantrasyonu ile yakından ilişkilidir.
5. TL tarihlendirilmesinde paleodoz bulunurken düzeltme faktörünün de

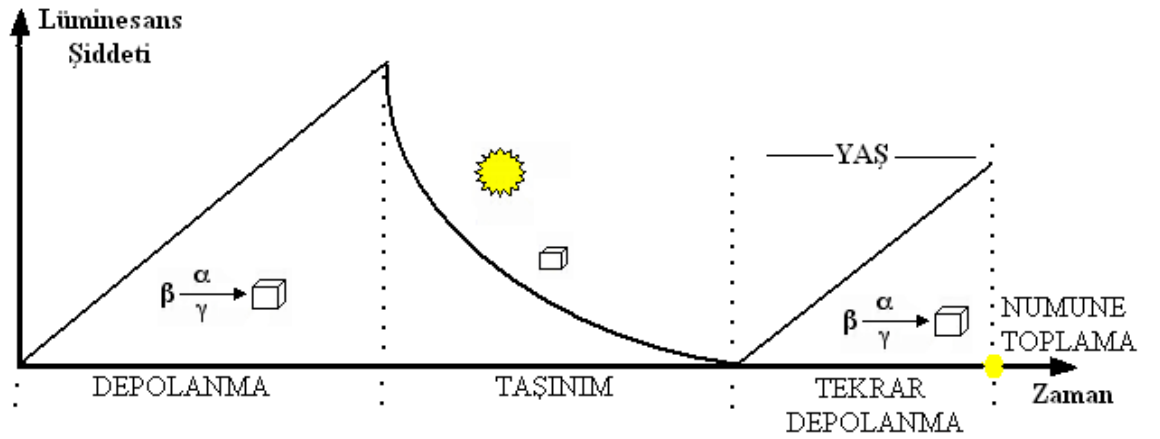
hesaplanması gerekmektedir.



Şekil 2. 4 Tipik bir OSL bozunum eğrisi

2.6 Lüminesans ile Tarihlendirme

Mekanizması ve modellenmesi verilen lüminesansın en yaygın kullanım yerlerinden biri tarihlendirmedir. Arkeolojik eserler (seramik, tuğla, çömlek v.b.) için lüminesans saati üretim gününde pişirilmesiyle başlar. Jeolojik malzemelerde ise tabiatta toprağın yer değiştirme sırasında yeryüzüne çıkıp gün ışığına maruz kaldığı en son gün başlar.



Şekil 2.5 Doğada Lüminesans saatinin sıfırlanması ve tekrar çalışması (Atlıhan 2008)

Tarihlenen malzemenin geçmişte bir zamanda, daha öncesinden kalan tüm tuzakların boşaldığı bir sıfırlanmanın sürecinden geçmiş olması gerekmektedir. Jeolojik ve

arkeolojik bir numunenin toprağa gömülmeye başlamasıyla, topraktaki, kendi içindeki radyoizotopların yaydığı radyasyon ve yukarıdan gelen kozmik radyasyon dozuyla (Y.D.) orantılı olarak numunenin tuzakları dolar. Bu dolu tuzaklar ışığa duyarlı olduğundan malzeme alma ve laboratuarda numune hazırlama süreçlerinde çok düşük şiddette kırmızı ışık kullanılır. Tuzaklar laboratuarda kontrollü ısı ve ışık uyarımlarıyla boşaltılır. Boşalan tuzakların sayısı ölçüsünde fotoçoğaltıcı tüplerin saydığı lüminesans şiddeti artar. Lüminesans şiddeti de soğurduğu doz eşdeğeri ile doğru orantılıdır. Dolayısıyla büyük bir lüminesans şiddeti arkeolojik eser için günümüzden ne kadar öncesinde pişirildiğini, jeolojik numune için en son ne zaman gün ışığı gördüğü ile doğrudan ilişkilidir. Yani sabit yıllık doz (Y.D.) varsayımıyla yaş basitçe doz eşdeğerinin yıllık doza bölünmesiyle bulunur (Aitken 1985).

Yaş =Doz Eşdeğeri/Yıllık Doz

(2.12)

Lüminesans tekniğiyle bulunan yaşlar onlarca yıldan bir milyon yılı aşan değişiklik göstermektedir (Wintle 1997).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Lüminesans Ölçümlerindeki Etkenler ve Alınan Önlemler

Lüminesans Ölçümleriyle yaş tayininde paleodoz eşdeğeri ve yıllık doz olmak üzere iki büyüklük ölçülür. Lüminesans ölçümleriyle paleodoz eşdeğeri bulunur. Öncelikle yapılardan alınan malzemelerin lüminesans tarihlendirmesinde yeterli dozimetrik davranışta bulunan feldspat ve kuvars mineralince zengin olmalıdır. Paleodoz eşdeğeri ölçümündeki etkenler laboratuvar ışık koşulları, ön ısıtma işlemi, TL için ısıtma hızı ve OSL için uyarılma süresi ve doz cevap eğrileridir.

Tarihlenecek toprak numunelerinin arkeolojik ve tarihi yapılardan alınımı esnasında çevreden gelen ışıktan azami ölçüde kaçmak için ortam karartıldı ve kazılarak yapının tabanına ulaşıldı. Biriken toprağın en dibinde yatay çakılan silindirler kullanılarak toprak malzeme alındı. Kazıdan çıkan tuğla ve çömlek parçaları da toplandı. Bazı yapılarda sıva altından da malzemeler karanlıkta alındı. Laboratuvar da ise numune hazırlanmasına görüş imkânı sağlayan düşük şiddette kırmızı ışık kullanıldı. Bu düşük şiddetteki ve enerjideki hafif kırmızı aydınlatmanın, lüminesans sinyallerini fark edilebilir ölçüde azaltmadığının kontrolü işlemlerden önce yapıldı.

Literatürdeki çalışmalardan tarihlendirme okumaları genellikle saniyede 2-20 °C sıcaklık artış hızlarıyla yapılmıştır (Leung vd. 2005, Gelian vd. 2006, Watanuki vd. 2001, Roque vd. 2002). Laboratuvardaki birkaç numunenin deneme okumaları sonucunda artış hızının çoğu çalışmalardaki gibi 5 °C/s olarak belirlenmiştir. Literatürdeki çalışmalarda OSL okumalarında süre 40 – 800 s arasında bir değer seçilmiştir (Zhou 2000, Jain 2001). Bu süre numuneye göre farklılık göstermektedir. Lüminesans şiddeti gürültü seviyesine inmeden okumaları kesmek hatalı okumalara sebebiyet verir, ancak birkaç yüz saniye gibi uzun süre uyarmanın numuneye zararı yoktur. Numunelerin doza verdiği lüminesans tepkisi bir doz değerinden sonra doyuma ulaşmaktadır. Bu doyum noktası her malzeme için farklıdır. Tarihleme bulunacak paleodoz, bu doyum noktasına ulaşmamış lineer doz bölgesinde olmalıdır. Tüm

tuzakları dolmuş olan malzemeler doz tepkisi vermediğinden lüminesans tarihlemesi yapılamamaktır. Çalışmalarda bu tür malzemelere de rastlanmıştır.

3.2 Plato Testi ve Ön Isıtma

TL parlama eğrilerinde sıcaklık artırdıkça daha derin tuzak tipleri boşalması lüminesansa sebep olmaktadır. Tipik olarak TL eğrilerinde 200 °C altı sıcaklıklarda boşalabilen tuzaklardaki elektronların yaşam süresi düşüktür. Bu yüzden bu derecenin altı sıcaklıklarda çıkan lüminesans sayımları tarihleme amaçlı kullanılamaz. Tarihlemeye değerlendirmeye alınacak sıcaklık aralığını belirlemek için çok kısa ve basit bir test yapılır. Bu test sonucunda bulunan sıcaklık aralığı aynı zamanda ön ısıtma ile atılacak olan kararsız tuzaklardan da kurtulmayı sağlar. Hazırlanan numune tabletlerinden biri hiç dozlamaya bırakılmadan düşük sıcaklıklardan (≈ 75 °C) itibaren TL okuması yapılır. Diğer tabletin doğal dozu silinmeden, öngörülen paleodoz miktarı kadar beta dozuna bırakılır. Dozlamamanın hemen ardından aynı koşullarda TL okuması yapılır. Çıkan iki TL eğrisi karşılaştırılır. TL verilerinin her bir sıcaklık noktası için doğal /doğal+yapay β ışınlaması oranına göre sıcaklık-sinyal değişim eğrisi elde edilir. Eğri 200 °C altında kararsızdır. Bu sıcaklık değerinden sonra kararlı bir şekilde yükselir ve sonrasında bir plato oluştuğu gözlenir. TL eğrilerinde verilen bir bölgenin sıcaklıkla çok hızlı biçimde değişiklik gösterir. 200 °C civarlarında tuzakların ömürleri sadece birkaç yıldır. Platonun başladığı noktadan sonra tuzakların gömü boyunca boşalmayacağı derin tuzaklara gelindiği anlamına gelir. 300 °C civarında olanlar birkaç bin yılın üzerindedir. 400 °C civarında olanlar 10 milyon yıldır. Yine bu plato bölgesi, yüzyıllar boyunca elektronların azalma miktarının göz ardı edilebileceği tüm derin tuzakların bozunmadan kaldığı bir bölgeye işaret eder. Bu sıcaklık aralığında tuzakların yaşam süresi, gömü boyunca numune sönüme uğrayıp kendiliğinden boşalamayacak kadar uzundur. Bu yüzden tarihleme kullanılacak sıcaklık aralığı bu plato bölgesinin genişliği kadar alınır.

OSL tekniğiyle tarihlemelerde yukarıda anlatılan biçimde bir plato testi yapmanın yerine bir dizi deney yaparak uygun ön ısıtma süresi ve sıcaklık değeri bulunması

gereklidir. OSL ölçümlerinden önce üzerinde doğal doz veya aynı miktarda yapay doz bulunun belli sayıdaki hazırlanan numune tabletleri ile yapılır. Önce süre parametresi sabit tutularak farklı derecelerde bekletilen tabletlerin OSL okumaları yapılır. Sıcaklıkla değişim grafiğinden elde edilen eğrideki platonun orta noktası ön ısıtma sıcaklık değeri olarak alınır. Ardından bu belirlenen sıcaklık değerinde sabit tutularak farklı sürelerde tutulan diğer grup numune tabletlerinin OSL okumaları yapılır. Bu okuma verilerinin de bırakılan sürelerle değişim grafiğinden elde edilen eğrinin platosunun orta noktası bu numunenin ön ısıtma için süresi olur. Ön ısıtma sıcaklığının değeri yüksek olduğunda daha kısa süre; ön ısıtma sıcaklığının düşük alındığında daha uzun süreler kullanılır. Çalışmalarda yüksek sıcaklık değerlerine kısa süreler tercih edilmiştir. Ön ısıtmanın amacı, çevre koşullarına aşırı duyarlı sığ tuzakların lüminesans sinyallerinden kaçınmaktır.

3.3 Paleodoz Değerlendirme Yöntemleri

Kuvars ve feldspat mineralince zengin taneciklerden çıkan lüminesans sinyalleri son 45 yıldır farklı laboratuvar protokolleri kullanılmaya gelmiştir. Bu protokollerde yaşlar birkaç on yıldan yaklaşık bir milyon yıla kadar uzanan bir aralıkta bulunabilmektedir (Ollerhead vd. 1994 ve Huntley vd..1993,1994).

3.3.1 Tek Tablet Yeniden Dozlama yöntemi (SAR)

Adından da anlaşılacağı üzere hazırlanan tek bir tablet ile paleodoz eşdeğeri belirlenebilir. Tarihlenecek malzeme az miktarda olduğunda kullanılması yerinde olan bu yöntemde İzlenecek adımlar sırasıyla şöyledir:

- Uygun koşullarda hazırlanan bir tek tablet, önısıtma işleminden geçirilmesinin ardından en az 30 dakika soğuması beklenilir. Ardından belirlenen okuma süresinde üzerindeki doğal dozunun OSL okuması yapılır.
- İlk okuma sonucunda üzerindeki tüm doğal dozunun tüketildiği düşünülen bu tablet kararlaştırılan değerde laboratuvar radyasyon dozuna bırakılır.

Önısıtmanın ardından tabletin OSL okuması yapılır. Bu işlemler doz değerleri artırılarak tekrarlanır.

- Aynı malzemededen farklı numune tabletleri üretilerek yukarıdaki tüm adımlar tekrarlanır. Her birinin yeniden eklenen doz değerlerine karşılık gelen OSL okuma değerlerinin ortalaması alınır.
- Düşey eksen OSL okuma şiddet değerleri, yatay eksen doz değerlerini gösteren grafik çiziminde ilgili yerlere işaretlenen noktalar lineer bir doğruya fit edilerek bulunan doğrunun ara bir yerindeki doğal okuma karşılık gelen doz değeri paleodoz eşdeğeri olarak kabul edilir.

Bu yöntemde, yeniden dozlama yapmadan önce her seferinde üzerindeki dozun tüketildiğinin kontrol edilmesi gereklidir. Bu ise üstel OSL şiddet eğrisinin kuyruğunun gösterdiği değer okuma cihazının gürültü düzeyine inmesiyle kontrol edilir.

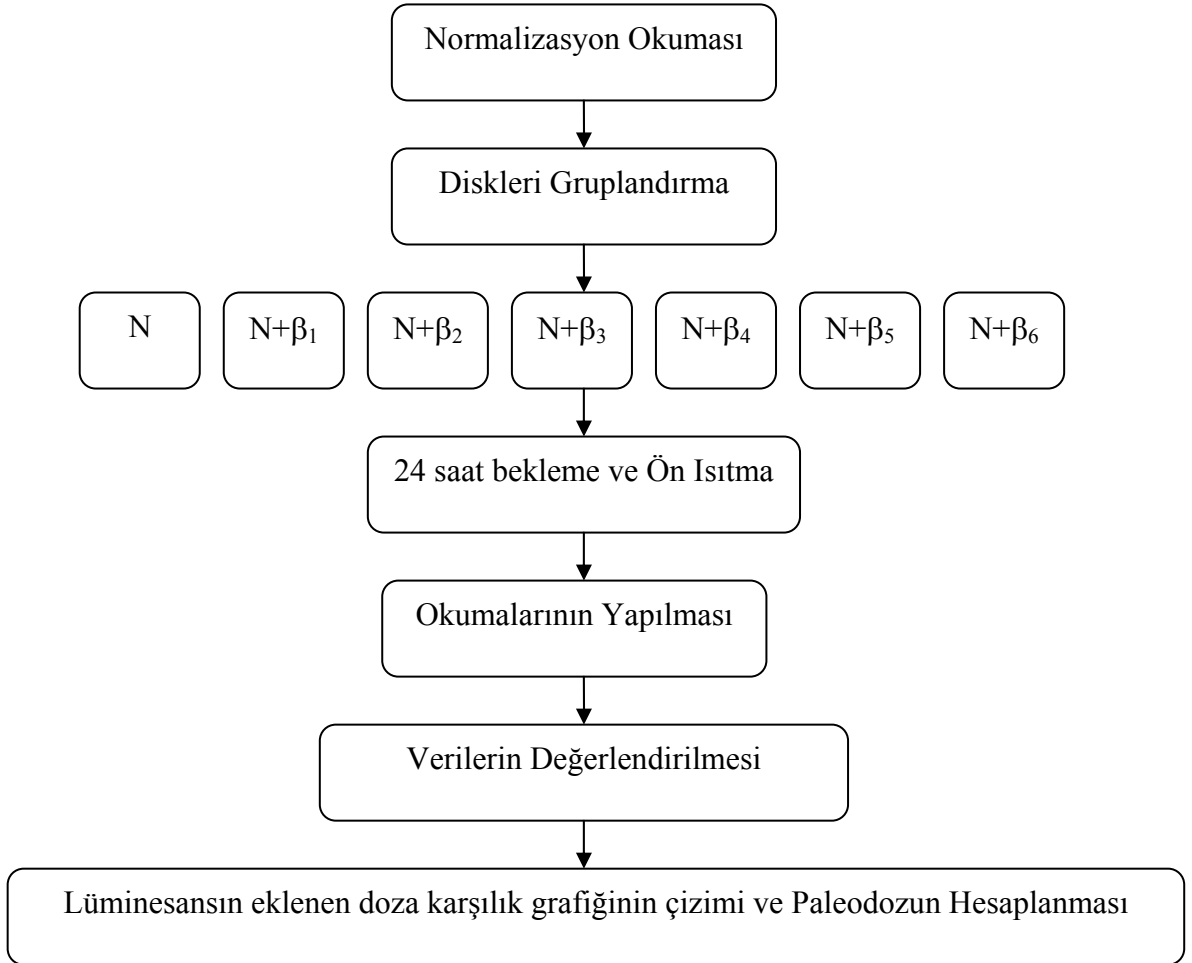
3.3.2 Çoklu Tablet İlave Doz Yöntemi (MAAD)

Paleodoz eşdeğeri bulunma yöntemlerinden biri de çoklu tablet yöntemidir (MAAD). Bu yöntem adından da anlaşılacağı üzere malzemenin bolca bulunduğu ve sürenin kısıtlı olmadığı dönemlerde uygulanması yerinde olur. Yöntemin adımları sırasıyla şöyledir:

- Her ne kadar özdeş hazırlanmasına dikkat edilen tabletler saniyeden çok kısa bir süre (0,1- 0,5 s) için uyarılarak lüminesans okumaları yapılır. Normalizasyon adı verilen işlemlerle her bir tablet için düzeltme faktörleri hesaplanır.
- Tabletler dörderli veya beşerli beş gruba ayrılır.
- İlk gruptaki tabletlere hiç ilave doz verilmeden yine karanlık bir köşede tutulur. Diğer gruptaki tabletler doğal dozu silinmeden üzerine belli değerlerde artış gösteren miktarlarda yapay ışınlamaya bırakılır.
- Belirlenmiş sıcaklık ve süre değerleri göre tüm gruptaki tabletler önısıtma işlemine tabi tutulmasının ardından TL veya OSL okumaları yapılır. Okuma değerlerine normalizasyon faktörleri ile çarpımının sonrasında her bir grubun tabletlerinin okuma değerleri kendi içinde ortalamaları alınır.
- İlave doz verilmeyen ilk grubun okuma lüminesans okuma değeri, ilave dozu gösteren grafik çiziminde düşey ekseni üzerinde sıfır noktasında düşey eksen üzerinde işaretlenir. Bu nokta ve işaretlenen diğer dört okuma değeriyle birlikte

lineer bir doğruya fit edilir. Doğrunun negatif x-ekseninde kestiği nokta paleodoz eşdeğerini verir.

Her tabletin sadece bir kez okumasını gerektiren MAAD yöntemi özellikle TL tarihlendirmelerinde kullanılır. Çünkü ısıyla uyarılan tabletlerin TL hassasiyeti bir kez okuma ile değişmektedir. Ancak TL okumalarında supralineerlik düzeltilmesi zorunludur. Yöntemde sıfırlama sorunuyla karşılaşılması avantaj sağlar.



Şekil 3.1 Çok tablet yönteminde izlenen adımların şematik gösterimi

3.4.Yıllık Doz

Yeryüzünün her köşesinde bulunan az miktardaki radyasyonun önemli bir yararı tarihlendirme çalışmalarında ortaya çıkmaktadır. Lüminesans ve spin rezonans tarihlendirme yöntemlerinde, bir yıl boyunca malzemenin maruz kaldığı radyasyon miktarının saptanması kaçınılmaz olarak gerekli olması, yıllık dozun önemini artırmıştır. Çoğu

zaman canlılara bir zararı bulunmayan bu düşük düzeydeki radyasyon, toprakta bulunan doğal serilerden, Rb^{87} ve uzaydan gelen ışınlardan kaynaklanmaktadır. Bu doğal seriler U^{235} , Th^{232} ve U^{238} dir. Bu serilerin her biri, uzun yarı ömürlü bir radyoaktif çekirdekle başlayıp kararlı bir çekirdek olan kurşunun izotoplarıyla son bulur. Dördüncü seri ise Np^{237} ile başlar ve kararlı Bi^{209} ile sona erer. Serilerin ortalarında da saniye mertebesinde yıllar mertebesine kadar uzanan yarı ömürlere sahip katı ve gaz hallerinde birçok farklı radyoaktif çekirdek yer alır. Toprağın kendisi ve altında bulunan malzemeler ve de malzemelerin kendisi bu radyoizotoplarca farklı oranlarda sabit, düşük bir dozda ışınlanır. Potasyum, toryum ve uranyumdan gelen katkılar, bölgeden bölgeye değişmekle birlikte kabaca eşittir. Hem beta parçacığı hem de gama ışını yayımlayan K^{40} radyoizotopu doğal potasyumun 0,01% i kadardır. Toryum ve uranyum bunlara ilaveten alfa parçacıkları da yayımlar. Rubidyumdan ve kozmik ışınlardan gelen katkı çok küçüktür.

Tanecik boyutuna göre alfa ve beta zayıflatma faktörlerinin doğru bir şekilde hesaba katılması önemlidir. Yıllık doza beta ve alfa katkıları numunenin kendisinden gama katkısı ise hem kendisinden hem de 40 cm civarındaki topraktan gelmektedir. Tipik bir toprak numunede alfa, beta ve gama bileşenlerinin yıllık doza katkıları sırasıyla yüzdelik olarak %45, %30 ve % 25 civarındadır. İnce taneli tarihlemeye bu değerlere yakındır. Ancak iri tane tarihlemeye ise alfa katkısı alınmadı. Bu değerler yine tipik bir toprak numunede beta katkısı %56 ve gama katkısı %44 civarındadır. Bu tipik sonuçlarda kozmik katkısı gama bileşeni içinde değerlendirilmiştir (Aitken 1985).

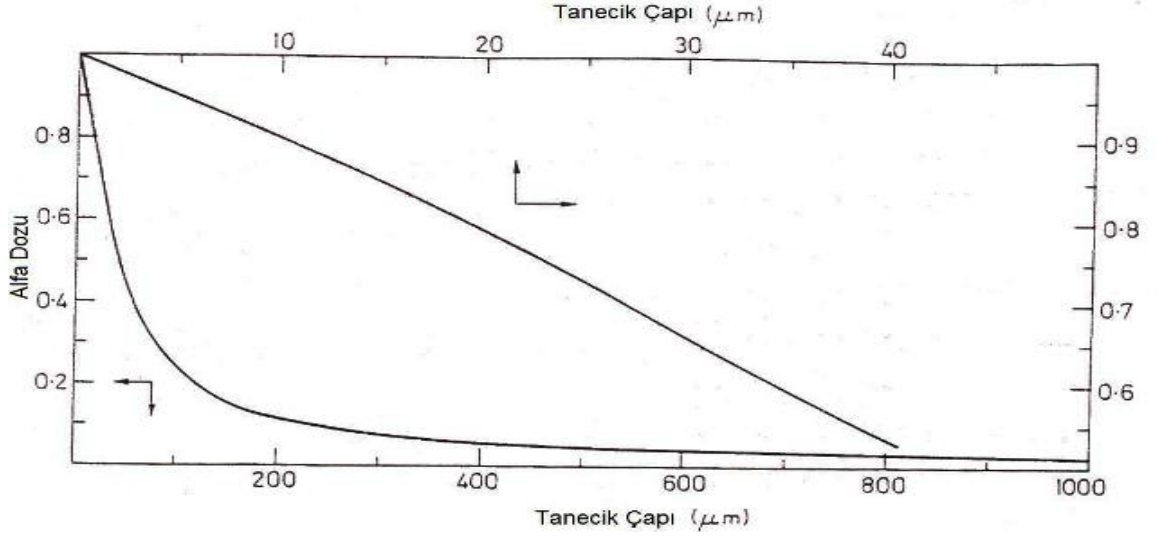
Tez çalışmasında düşük seviye alfa sayım cihazı ve koaksiyel tipi saf germanyum gama spektrometresi ve X- ışını flüoresans cihazı kullanıldı. Bu ölçüm sonuçları yöntemden yöntemine göre ya doğrudan doz birimleri, ya da radyoizotopların ppm (1mg/1kg) cinsinden miktarları veya bu çekirdeklerden yayınlanan alfa ve beta parçacıklarının sayıları (aktivite) cinsinden verilir. Yüzdelik olarak da verildiği görülmektedir. Doz, Gy (1Joule/1kg) biriminde elde edildikten sonra en sonunda yıllık dozun (doz hızının) mGy/ yıl veya Gy/binyıl biriminde bulunması gereklidir.

3.4.1 Yıllık dozda etkili faktörler

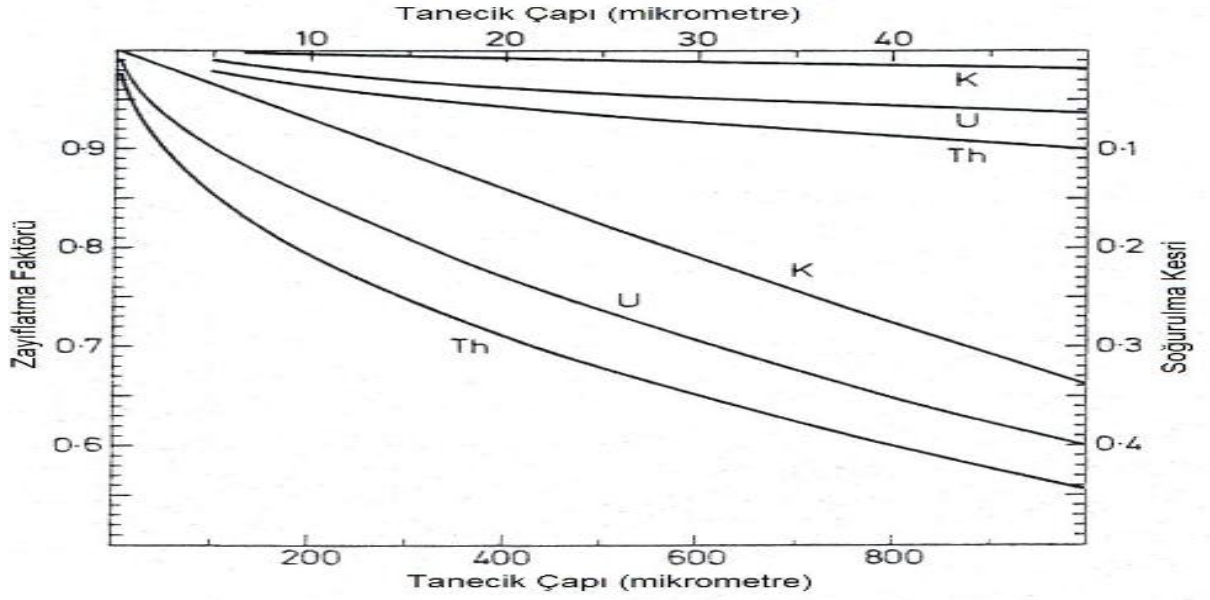
3.4.1.1 Alfa ve beta parçacıklarının toprak malzemelerde menzilleri ve katkılarının hesaplanması

Alfa ve beta parçacıklarının kütlelerinin farklı olması malzeme içinde menzillerini değiştirmektedir. Dolayısıyla doz hızına da katkıları, her biri için ayrı ele alınacak bir katsayı ile düzeltmeler yapılarak hesaplanmalıdır. Örneğin α -parçacıkları ağır parçacıklardır ve düzgün bir yolda hareket ederken yolları üstündeki atomlarla çarpışarak farklı yönlere saçılırlar. Girdikleri ortamda yavaş ilerlerler ve çok fazla iyonlaştırma yaparak enerjilerini hızla kaybederler. Bu nedenlerden ötürü numune içinde α parçacıklarının menzilleri oldukça kısadır. Havada 4–5 cm ilerleyebilen bu parçacıklar jeolojik çökel ve çömlek örneklerinde ise ortalama 20 μm ilerleyebilir. Yapılan çalışmalarda toprak içinde gama ışınının, beta ve alfa parçacıklarının menzilleri sırasıyla 30 cm, 3 mm ve 20 μm civarında olduğu ifade edilmiştir (Aitken 1985).

Alfa parçacıkları için “a” zayıflatma katsayısı literatürde 0,05 ile 0,20 arasında değişmekte olup bir dizi deneyle her malzeme için ayrı olarak bulunur. Bunun için ilgili malzemenin numunesi belli bir dozda bir alfa kaynağıyla ışınlanır. Sonra ışınlanan bu numunenin lüminesans sayımı yapılır. Ardından aynı numune aynı dozla bir beta kaynağıyla ışınlanır ve yeniden lüminesans sayımları yapılır. İlk sayımın ikinci sayıma oranı alfa zayıflatma katsayısını verir. Yalnızca numunenin tanecik boyutları 30 μm den küçük olduğunda, malzemenin etrafı kazınamayacaksa bu katsayı dikkate alınmalıdır. Ancak arkeolojik malzemelerde dış tarafı kazındığından yıllık doza alfa parçacıklarının katkısı olmayacaktır. Çünkü malzemenin içine sadece beta, gama ve kozmik ışınlar ulaşabilecektir. Eğer bir alfa kaynağı yoksa katsayı literatürden uygun olarak seçilmelidir (Zimmerman 1967, Aitken vd. 1968). Çalışmalarda 0,15 olarak alınmıştır (Aitken 1985).



Şekil 3.2 Soğurulan alfa dozunun numunedeki tanecik boyutuna göre değişimi (Aitken 1985)



Şekil 3.3 Beta zayıflatma faktörünün numunedeki tanecik boyutuna göre değişimi (Aitken 1985)

Beta parçacıkları için “b” zayıflatma katsayısı da benzer bir deneyle belirlenebilir. Bu katsayının numunedeki taneciklerin boyutuna göre değişimi Şekil 3.3 de verilmiştir.

3.4.1.2 Radon gazı etkisi

Doğal bozunma zincirlerinde Rn^{220} , Rn^{219} gazlarının yarı ömürleri çok kısa olduğundan numunenin dışına çıkamadan gaz olmayan başka bir ürüne dönüşürler, ancak Rn^{222} gazının 3.82 günlük yarı ömrü toprak içinden kaçışa imkân verir. Bu gazın kaçışı zincirin geri kalan kısmındaki izotopların da aynı miktarda az oluşması anlamına gelir. Bu durum toprak numunelere aktarılan dozu azaltır. Radon gazı %100 kaçmışsa yıllık dozda ince taneli (1–20 μm) numune tarihlemesinde %25, iri taneli numunelerde %20 azalmaya sebep olur (Aitken 1985). Bu faktör dikkate alınmadığında tarihlemeye 5% hata getirir. Aktivite sayımları veya izotop miktar analizleri çoğu kez kapalı numune kaplarında yapılarak yıllık doz hesaplarında radon kaçışı olmadığı durum gözëtilir. Radon kaçışının derecesini saptamak için en iyi yollardan biri foto çoğaltıcı tüpe gaz hücreleri eklemektir.

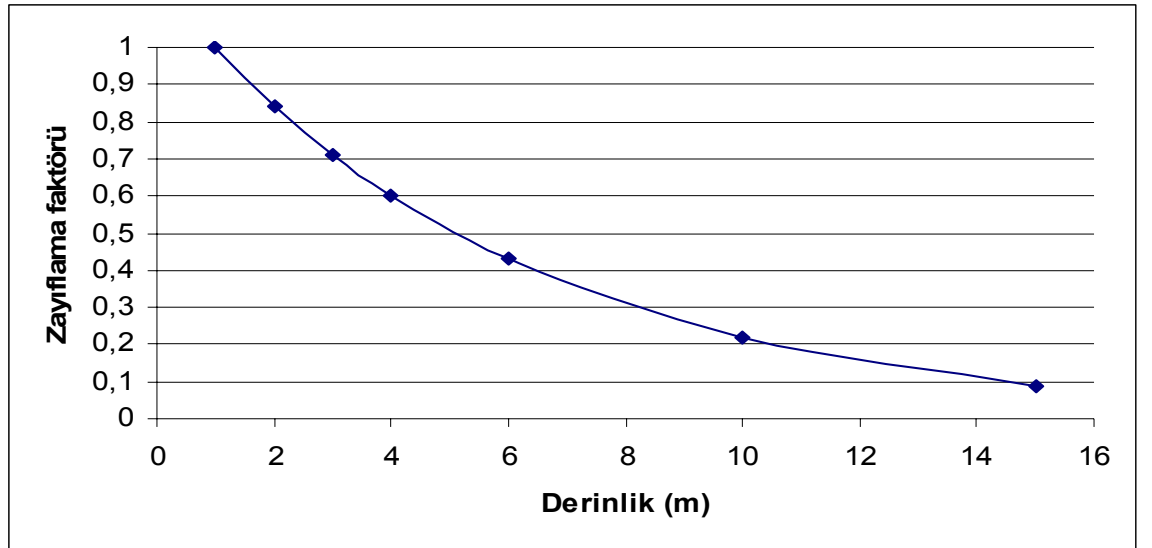
3.4.1.3 Nem etkisi

Nem toprak numunelerin kuru duruma göre daha fazla doz soğurmasına sebep olur. Ancak numunenin esas kendisinin soğurduğu doz payı kuru duruma göre azalmaktadır. Bu azalma, deneysel çalışmalar sonucunda yüzdesi alfa parçacıkların yıllık doza katkısında %50, beta parçacıkların katkısında %25 ve gama ışınların katkısında %14 dır. Toprağın veya toprak numunelerin yeraltında yıllarca gömü boyunca içerdiği nem yüzdesi bilinemeyeceğinden maksimum su tutma yüzdesi (W), laboratuarda basit bir sıra deneysel çalışmayla saptanıp, tüm gömü boyunca bu maksimum değerin %60 ile %80 (F) arasında nemli olduğu varsayılır (Aitken 1985).

Numunedeki nem içeriği Radon kaçışı üzerinde de etkili olmaktadır. Çömlek nemli olduğunda Radon kaçışı daha fazla olur. Geri teperek hava dolu gözeneğe ulaşan çekirdeğin(Radon) gözeneği aşarak karşıya geçip çömlek içine yerleşmesi daha olasıdır. Eğer gözenek su dolu ise çekirdek büyük olasılıkla gözenek içinde durdurulur ve bunun sonucunda difüzyonla gözeneğin dışına atılır.

3.4.1.4 Kozmik radyasyon

Uzaydan ulaşan bu radyasyon çok az iyonize edici özelliğe sahiptir ve çoğunlukla müyonlardan ve elektronlardan oluşur. Elektronların büyük bir kısmı toprağın yüzeyden ilk yarım metresinde soğurur. Kozmik ışınların lüminesans sinyalleriyle ilgili olan esas kısmı, toprağın daha derinlerine nüfus edici olan müyonlarıdır. Atmosferdeki gazlar ve dünyanın manyetik alanı kalkan görevini görmesiyle yeryüzüne çok az bir kısmı ulaşır. Bu kalkan etkisi dünyanın manyetik alanı ekvator bölgesinde ve düşük enlemlerde kozmik ışının enleme bağımlılığını doğurur. Bununla birlikte müyon bileşeninin deniz seviyesinde enleme bağılılığı çok zayıftır. Bu bileşenin şiddeti ekvatorundan 40°. enleme kadar sadece %7 artar. Daha yüksek enlemlerde sabit kalır. Bu durum atmosferin soğurma etkisinin baskın olmasından kaynaklanır. Toprağın altında derinliğe göre değişimi Şekil 3.4 de verilmiştir. Kozmik ışın toprağın 1 metre derinliğinde deniz seviyesi değerinin %14 civarı zayıflatılır. Bu derinlikte ortalama değer 150 μ Gy/yıl civarındadır. Doz hızına katkısı oldukça düşüktür. Sadece yüzde birkaçtır.



Şekil 3.4 Yeryüzünden derinliğe göre kozmik ışının etkisinin değişimi

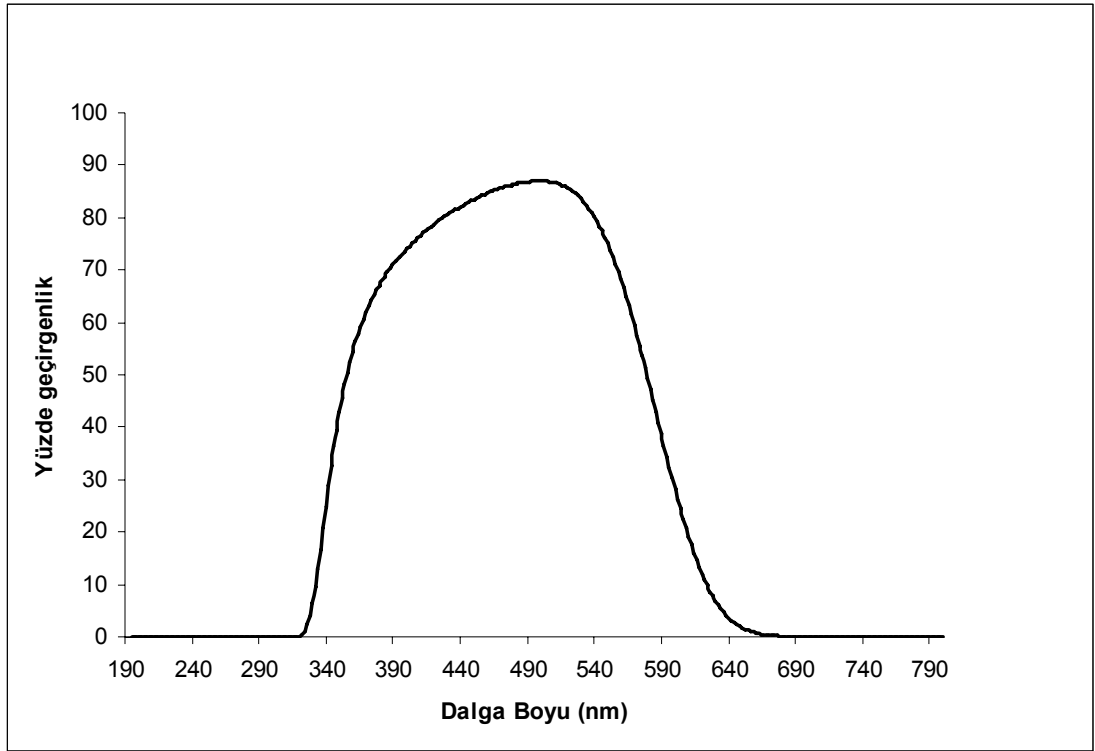
3.5.TL Sistemi

Esasında her türlü dozimetrenin okunması için geliştirilmiş olan Harshaw 3500 TLD okuyucusuna, platinyumdan üretilmiş üzerinde ısı-çift bulunan bir adet plançet, ısıtıcı platformun üzerine takılıdır. Toz dozimetrelerin okunabilmesi için de plançetine hep aynı miktarda toz dökülmesini sağlayan çevirici düzenekte kurulabilmektedir.. Ancak toprak ve tuğla gibi havadan kolaylıkla nem kapabilen doğal malzemeler, bu çevirici düzeneği tıkadığından kullanılamamıştır. Örneklerin plançetin üzerine nasıl yerleştirilip okuma yapılacağına ilişkin bir dizi sına okumaları yapılmıştır. Alüminyum disk üzerinde hazırlanmış tuğla örnekleri plançet üzerine konularak okundu, piklerin sıcaklıkları ve şiddetleri kaydedildi, ardından yine alüminyum disk üzerinde hazırlanmış numuneler disk üzerinden kazınarak tümü plançet üzerine yaydırıldı. Bu yalın olarak doğrudan plançet üzerindeki numuneler okumalarından çıkan piklerin sıcaklıkları ve şiddetleri kaydedildi. Piklerin yerlerinde ve şiddetlerinde belirgin bir değişim gözlenmedi.

Okuyucunun S-11 kodlu fotoçoğaltıcı tüpü lüminesansı algılayabileceği 300-650 nm arası en verimli 440 nm dalga boyunda çalışmaktadır. Okumalarda kullanılan numuneler için literatürde de uygun görülen Schott marka BG-39 (turkuaz) filtresi PM tüpünün önüne yerleştirilmiştir. Bu filtre yardımıyla yüksek sıcaklıklarda çıkan kızılötesi ışımalardan kaçınılmaya çalışıldı. PM tüpünün yüksek ve eşik gerilim kalibrasyonu üretici firma tarafından yapılmıştır.



Şekil 3.5 Harshaw 3500 TLD okuyucu



Şekil 3.6 TL okuyucundaki BG-39 filtresinin geçirgenlik spektrumu

3.6 OSL Sistemi

ELSEC 9010 OSL tarihlendirme sistemi, termoluminesans yaş tayini ile yapılan çalışmalar neticesinde 1990 yılında M.J. Aitken ve N.A.Spooner tarafından

geliştirilmiştir (Spooner vd. 1990). Temel lüminesans okuyucusu, Spooner ve arkadaşlarının tasarladığı gibi kızılötesi ışık veren 24 adet diyotun sadece ilgili tablete yönlendirilmesini ve diğer tabletlere saçılmamasını sağlayan uygun açılarda yerleştirilmiştir. Sistem polimineral ve feldspat içerikli örneklerin tarihlendirilmesine imkân vermektedir. Kızılötesi uyarmanın dışında yeşil veya mavi ışıkla uyarma yapabilen başlıklar da sisteme yerleştirildiğinde kuvars içerikli örnekler de tarihlenebilir. OSL sistemi TL sistemine göre daha basit ve ucuzdur. Ayriyeten vakum ve temizleme gazı gerektirmemesi pratiklik ve avantaj sağlamaktadır. Sistemin şu temel birimlerden oluşmuştur.

Kontrol Bilgisayarı:80386 işlemci, 40 MB hardisk PCL 186 sürücü kartı ve sayıcı kartlarına sahip PC'dir.

Ara yüzey Birimi: Fotoçoğaltıcı tüpe (PM) bağlanan yüksek ve düşük gerilimi sağlayan birim aynı zamanda LED'lerin akımını ve örnek sıcaklığını ayarlamaya ve sayısal göstermeye imkân sağlar.

Örnek Tepsisi: 9,7 mm çaplı standart örnek diskleri için 64 adet yuvası olan siyah anodised bir tepsidir. Tepsi 250 °C 'e kadar dayanıklıdır.

Örnek Tutucu Modül: Örnek tepsisini bilgisayar kontrolüyle iki boyutta hareket ettirerek istenilen örnek tabletinin beta ve PM tüpünün hizasına getirir. Olduğunca ışık geçirmeyecek biçimde kapatılan modül içerisinden geçen su akışıyla tepsinin altındaki bakır platformun oda sıcaklığında kalmasına imkan sağlar.

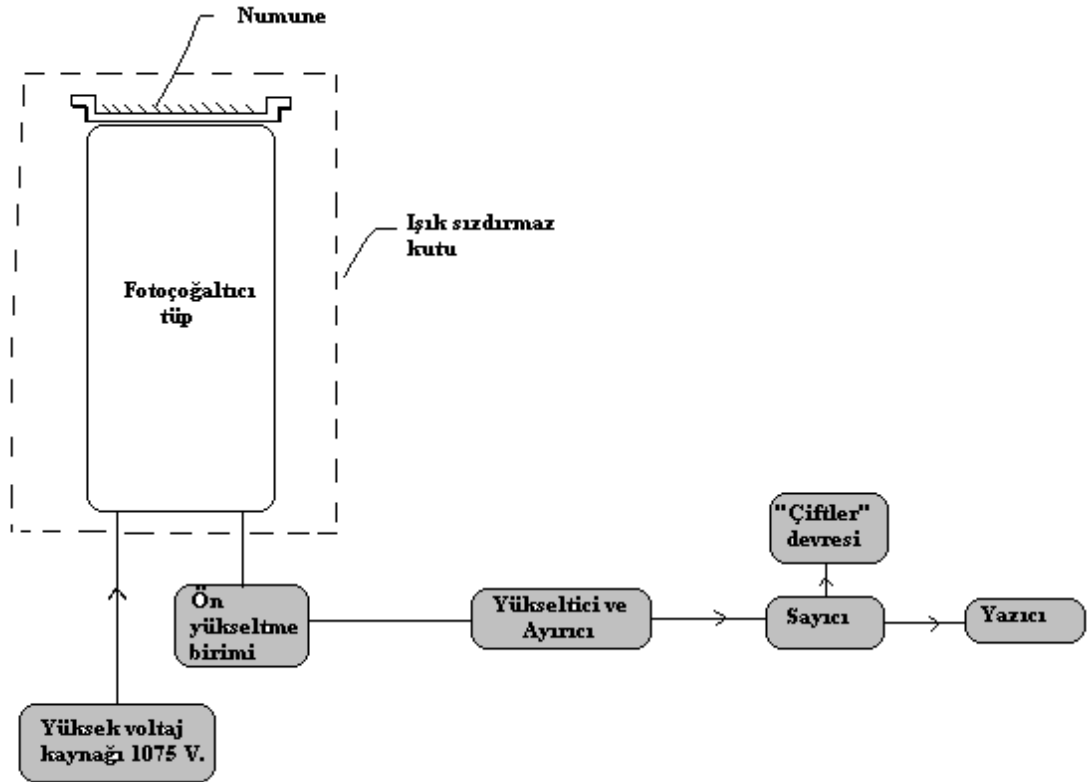
Örnek Aydınlatma (Uyarma) Sistemi: Örneklerin aydınlatılması için birkaç modülün sisteme takılması mümkündür. Bunlar; IR LED modülü, filtreli lamba modülü ve fiber optik modüldür. Laboratuardaki OSL sisteminde sadece IR LED modülü takılıdır. Kızılötesi ışık sağlayan ve birbirlerine seri bağlı, TEMT 484 tipi, 24 adet LED sıcaklık kararlılığı için alüminyum blok içine uygun açılarda yönlendirilerek yerleştirilmiştir. LED lerin aydınlatma şiddeti ayarlanabilir. LED ler bir halka gibi dizilmiş olup ortasında lüminesans ışığını seçen filtre bulunur. Bir ışık kılavuzu filtreden geçen lüminesansı yukarıdaki PM tüpüne ulaştırır.

Fotoçoğaltıcı (PM) Tüp: Optik filtrelerin kullanımına uygun olan tüp içerisinde yerleştirilmiş daynodlar üzerine düşen lüminesans, fotoelektrik etki sonucu elektronlara dönüşür. Laboratuardaki PM tüpünde (türkuaz) BG-39 filtresi takılıdır. (Bu filtre, daha düşük enerjili olan uyarma ışığından ve Raman saçılmasından çıkan fotonları

lümnesans fotonlarından ayırmaya yarar). Karşılıklı daynodlar arasına uygun değerde yüksek gerilim sayesinde foto elektronlar çoğaltılır ve hızlandırılır. Çoğaltılma oranı daynodların verimiyle ilişki olup elektronların toplam sayısı ulaşan lümnesans ile orantılıdır. Bir PM tüpü lineerlilik ve kararlılık göstermelidir. Lineerlilik her şiddetteki lümnesansın her zaman aynı oranda çıkışa elektrik sinyali olarak yansıtılması, kararlılık ise daynodlar arasına uygulanan DC yüksek gerilimin zamanla dalgalanma ve değişiklik göstermemesi anlamına gelir. PM tüplerinin verimi farklı dalga boyuna değişir. Sistemde kullanılan EMI 9235QA model fotoçoğaltıcı tüp, feldspat içerikli örneklerden çıkan lümnesans fotonlarını saymada etkindir. İlk defa kullanılacak her PM tüpünün kalibrasyonu yapılmalıdır.

Beta Işın (Doz) Kaynağı: Sistemde bilgisayarla kontrol edilebilen 28 yıl yarı ömürde Sr-90 beta kaynağı takılıdır. Radyoaktif kaynağın üretimdeki aktivitesi 100 mCuri olup çalışmalardan önce doz hızı veya aktivitesi bilinen bir doz kaynağına göre kalibrasyonu yapılmalıdır.

3.7 Düşük Seviye Alfa Sayım Cihazı



Şekil 3.7 Düşük seviye alfa sayım cihazının şematik gösterimi

Yıllık dozu ölçmede kullanılan düşük seviye alfa sayım cihazına takılan fotoçoğaltıcı tüp (EMI 6097B) bir sintilatör detektörü olarak çalışır. Bu foto çoğaltıcı tüpün hemen üzerine numune kabı konulmaktadır. Numune kabının içinde ZnS tabakalı bir kâğıda yedilerek sürülen numune tozu yer alır. Numuneden salınan alfa parçacıkları bu ZnS tabakasında sintilasyona sebep olmakta, çıkan sintilasyon ışığı da fotoçoğaltıcı tüpe ulaşarak fotokatoddan fotoelektronları çıkarmakta ve daynodlarda çoğaltılarak elektrik pulsu oluşturmaktadır. Ön yükselteç biriminde birkaç volt düzeyine getirilen puslar, ayırıcı devrede ayarlanan eşik potansiyelinden düşük genlikte olanlar ayıklanıp sayıcı biriminde ileride bahsedilen “çift sayım” tekniğiyle sayılmaktadır. Her fotoçoğaltıcı tüp farklı karakteristiklere sahip olduğundan aşağıda sıralanan bir kalibrasyon işleminden geçirilmesi zorunludur.



Şekil3.8 ELSEC 7286 düşük seviye alfa sayıcısı ve PM tüpü

3.8 Yıllık Doz Hesabı

3.8.1 Spesifik aktivite

Spesifik aktivite (C), bir kilogramlık herhangi saf bir radyoizotopun aktivite olup birimi Bq/kg dır. Her izotopun spesifik aktivitesi farklıdır. Bir örnek olarak toryum izotopunun spesifik aktivitesi şöyle hesaplanır.

$$C_{Th} = \frac{\lambda N}{t} \quad (3.1)$$

Burada λ ; toryumun bozunma sabiti, N; bir kilogram saf toryum içindeki izotop sayısı, t; saniye biriminde bir yıllık süredir. Th^{232} nin yarı-ömrü 14×10^9 yıldır. Bu durumda bozunma sabiti

$$\lambda = \frac{0,693}{14 \times 10^9} = 49,5 \times 10^{-12} \text{ yıl}^{-1} \quad (3.2)$$

olur. 1 kilogram saf Th^{232}

$$N = \frac{6,02 \times 10^{20}}{232} = 2,6 \times 10^{18} \quad (3.3)$$

tane izotop içermektedir. Numune içindeki izotop miktarları ppm (mg/kg) biriminde olacağından örnek olarak bir ppm Th' un spesifik aktivitesi;

$$C_{Th} = \frac{\lambda N}{t} = \frac{49,5 \times 10^{-12} \times 1 \text{ ppm} \times 2,6 \times 10^{18}}{365 \times 24 \times 3600} = 4,07 \text{ Bq / kg} \quad (3.4)$$

olarak bulunur. Benzer işlemlerle 1 ppm U^{238} in spesifik aktivitesi 12,44 Bq/kg, U^{235} in ise 79,98 Bq/kg bulunur. Doğal uranyumun içinde ağırlıkça bolluk açısından U^{238} %99,29, U^{235} ise %0,71 oranında bulunur. Doğal uranyumun spesifik aktivitesi

$$C_U = 0,9929 \times 12,44 + 0,071 \times 79,98 = 12,9 \text{ Bq/kg} \quad (3.5)$$

olacaktır.

3.8.2 Yıllık doz bileşenleri

Malzemenin kendisi ve çevresinden aldığı radyasyonun yıllık doz bileşenleri

$$D = (a \times D_\alpha + D_\beta + D_\gamma + D_c)_{kuru} \quad (3.6)$$

şeklindedir. Burada yıllık doza α parçacıklarından, β parçacıklarından ve γ ışınından gelen katkılar sırasıyla

$$\begin{aligned} D_{\alpha,kuru} &= D_{\alpha,Th} + D_{\alpha,U} \\ D_{\beta,kuru} &= D_{\beta,Th} + D_{\beta,U} + D_{\beta,K} \\ D_{\gamma,kuru} &= D_{\gamma} + D_{\gamma,Th} + D_{\gamma,U} + D_{\gamma,K} \end{aligned} \quad (3.7)$$

ile verilir. İri taneli ($> 20 \mu\text{m}$) numunelerle çalışıldığında yıllık doza alfa katkısı olmaz. Her bir radyasyon için bu dozlar, yayımlanan radyasyon tipinin taşıdığı enerjinin spesifik aktivite ile çarpılmasıyla bulunur. Bir örnek olarak Th'dan gelen alfa dozunu bu yolla hesaplanırsa

$$\begin{aligned} D_{\alpha,Th} &= C_{Th} \times (\text{Th serisinde yayımlanan toplam } \alpha \text{ enerjisi}) \\ &= 35,7 \times 1,6 \times 10^{-13} \times C_{Th} = 57,12 \times 10^{-13} \times C_{Th} \text{ joule/kg s} \\ &= 57,12 \times 10^{-13} \times C_{Th} \text{ Gy/s} \end{aligned} \quad (3.8)$$

Bu değer toryum sadece alfa parçacıklarından gelen bir saniyedeki doz hızıdır. Yıllık dozu bulmak için bir yılla çarpılır;

$$\begin{aligned} D_{\alpha,Th} &= 57,12 \times 10^{-13} \times 365 \times 24 \times 3600 \times C_{Th} \cong 1,80 \times 10^{-4} \times C_{Th} \text{ Gy/yıl} \\ &= 0,180 \times C_{Th} \text{ mGy/yıl} \\ &= 180 \times C_{Th} \text{ } \mu\text{Gy/yıl} \end{aligned} \quad (3.9)$$

bulunur. Benzer işlemler toryum serisinde yayımlanan 5 tane beta parçacıkları ve 10 kez yayımlanan gama ışınları için yapıldığında sırasıyla (Çizelge 3.1)

Çizelge 3.1 Th²³² doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları (MeV), (Aitken 1985)

İzotop	Yarı ömrü	Alfa	Beta	Gama
Th-232	14,05 milyar yıl	4,00	-	$<5 \times 10^{-4}$
Ra-228	5,75 yıl	-	0,01	0,001
Ac-228	6,15 saat	-	0,413	0,854
Th-228	1,91 gün	5,31	0,019	0,003
Ra-224	3,66 gün	5,57	0,002	0,010
Rn-220	55,6 saniye	6,28	-	0,001
Po-216	0,145 saniye	6,77	-	$<5 \times 10^{-4}$
Pb-212	10,6 saat	-	0,173	0,144
Bi-212	60,6 dakika	2,14	0,502	0,103
Po-212 (0.641)	0,299milisaniye	5,63	-	-
Tl-208 (0.359)	3,05 dakika	-	0,209	2,32
Toplam		35,7	1,33	2,32
Rn öncesi Top.		14,9	0,444	0,868

$$D_{\beta, Th} = 6,71 \times C_{Th} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.10)$$

$$D_{\gamma, Th} = 11,71 \times C_{Th} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.11)$$

bulunur. Benzer işlemler 8 tane alfa, 7 tane beta parçacığı ve 15 kez gama yayınlayan U^{238} için yapıldığında (Çizelge 3.2)

$$D_{\alpha, U} = 215,5 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.12)$$

$$D_{\beta, U} = 11,50 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.13)$$

$$D_{\gamma, U} = 8,98 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.14)$$

9 tane alfa, 6 tane beta parçacığı ve 13 kez gama ışınması yayınlayan U^{235} için (Çizelge 3.3).

$$D_{\alpha, U} = 207,4 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.15)$$

$$D_{\beta, U} = 6,41 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.16)$$

$$D_{\gamma, U} = 3,36 \times C_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.17)$$

Çizelge 3.2 U^{238} doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları (MeV),
(Aitken 1985)

İzotop	Yarı ömrü	Alfa	Beta	Gama
U-238	4,468 Milyar yıl	4,19	0,007	0,0011
Th-234	24,1	-	0,060	0,0093
Pa-234m	1,17 dakika	-	0,818	0,0161
Pa-234 (0.0016)	6,75 saat	-	0,001	0,0023
U-234	246 bin yıl	4,68	0,012	0,0015
Th-230	75,4 bin yıl	4,58	0,013	0,0014
Ra-226	1600 yıl	4,77	0,0038	0,0074
Rn-222	3,82 gün	5,49	-	0,0004
Po-218	3,11 dakika	6,00	-	-
Pb-214	26,8 dakika	-	0,294	0,2521
Bi-214	19,9 dakika	<0,005	0,652	1,4814
Po-214	164 milisaniye	7,68	<5x10 ⁻⁴	0,0001
Pb-210	22,3 yıl	-	0,033	-
Bi-210	5,01 gün	<0,005	0,389	-
Po-210	138,4 gün	5,31	<5x10 ⁻⁴	<5x10 ⁻⁵
Toplam		42,7	2,28	1,78
Rn öncesi Top.		18,2	0,906	0,037

Çizelge 3.3 U²³⁵ doğal bozunum serisinde serbest kalan enerji miktarları (MeV),
(Aitken 1985)

İzotop	Yarı ömrü	Alfa	Beta	Gama
U-235	704 Milyon yıl	4,27	0,037	0,180
Th-231	25,5 saat	-	0,1506	0,028
Pa-231	32,8 bin yıl	4,84	0,032	0,040
Ac-227	21,8 yıl	0,07	<5x10 ⁻⁴	<5x10 ⁻⁴
Th-227 (0.986)	18,7 gün	5,70	0,028	0,108
Fr-223 (0.014)	21,8 dakika	-	0,006	0,001
Ra-223	11,4 gün	5,67	0,066	0,137
Rn-219	3,96 saniye	6,63	0,007	0,058
Po-215	1,75 milisaniye	7,39	-	<5x10 ⁻⁴
Pb-211	36,1 dakika	<0,005	0,455	0,064
Bi-211	2,14 dakika	6,54	0,001	0,047
Tl-207 (0.997)	4,77 dakika	-	0,494	0,002
Toplam		41,1	1,27	0,665
Rn öncesi Top.		20,6	0,319	0,493

3.8.3 Alfa sayım cihazı için yıllık doz hesabı

Alfa sayım cihazı sadece alfa parçacıklarını sayabilen bir cihaz olmakla birlikte bu gelen alfa parçacıklarının U ve Th izotoplarının hangilerinden geldiğini de çift sayım tekniğiyle ayırt edebilmektedir. Bu özellik, izotopların yaydığı parçacıkların ve ışınların enerjilerin bilinmesi sayesinde izotopun yıllık doza beta ve gama katkısını da hesaplamaya imkân sağlar. Bu sistem, sayım hızının düşük olduğu çalışmalarda kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Arka kontrol panelinden dört foto çoğaltıcı tüp kontrol edilebilmektedir. Toprakta düşük miktarda bulunan uranyum ve toryum izotoplarında yayımlanan alfa parçacıklarını sayar. Daha önceden kalibre edilmiş foto tüpü üzerinde bulunan ZnS tabakalarının üzerine sadece alfa parçacıkları çarptığında ışımaya yapar. Diğer radyasyon tiplerine çok az duyarlıdır Alfa parçacıkları izotropik olarak dağıldıklarından dolayı bunların yalnız dörtte biri ekrana ulaşabilmektedir. Ulaşan bu parçacıkların ekrana olan uzaklıkları, numune içinde, ortalama bir R menzili kadardır. 2.6 g/cm³ yoğunluğundaki bir toprak içinde R ortalama olarak 25 µm dir. C_α bir saniyede bir kg saf radyoizotoptan kütesinden yayımlanan alfa parçacıklarının sayısı olmak üzere alfa sayım hızı;

$$\dot{\alpha} = \frac{1}{4} A R \rho C_{\alpha} \quad (3.18)$$

ile verilir. Burada $\dot{\alpha}$; alfa sayım hızı (sayım/1000 saniye biriminde ekranda okunan değer), A; ekranın yüzey alanı (mm²), R; alfa parçacıklarının menzili (μm), ρ; numunenin yoğunluğudur (g/cm³). Görüldüğü gibi sayım hızı alfa parçacıklarının menzili ile doğru orantılıdır. Çekirdekten yayılım enerjisi büyük olduğunda alfa parçacıklarının menzilleri artmaktadır. Yani verilen bir aktivitedeki sayım hızı yüksek enerjilerde büyük olurken aynı aktivitede düşük enerjilerde sayım hızı düşmektedir. Numune denge durumunda n tane alfa parçacığı yayınlayan radyoaktif bir seri içeriyorsa ve C ana çekirdeğin birim kütle başına aktivitesi (spesifik aktivite) ise bu durumda;

$$\begin{aligned} \dot{\alpha} &= \frac{1}{4} A (R_1 + R_2 + \dots + R_N) \rho C \\ &= \frac{1}{4} A \bar{R} \rho n C \end{aligned} \quad (3.19)$$

Burada R_1, R_2, \dots, R_N ; yayınlanan her bir alfa parçacığının menzilleri, \bar{R} ise ortalama menzildir.

Tipik bir çömlekte Th serisinde yayınlanan 6 tane alfa parçacığı için $\bar{R} \rho = 70 \mu\text{g}/\text{mm}^2$, U serisinde yayınlanan 8 tane alfa parçacığı için $\bar{R} \rho = 58 \mu\text{g}/\text{mm}^2$ dir. Bu değerler denklem (3.19) de yazılırsa;

$$\dot{\alpha} = \frac{1}{4} A [(70,6 \times C_h) + (58,8 \times C_u)] \times 10^{-6} \quad (3.20)$$

elde edilir. Burada C_h ve C_u sırasıyla Th ve U'un spesifik aktiviteleridir. Elektronik gürültüyü azaltmak için uygulanan threshold (eşik) ayarları eşik geriliminin uygulanmadığı durumuyla kıyaslandığında Th dan gelen katkı 0.85 oranında , U dan gelen katkı 0.82 oranında azalır (Aitken 1985). Ekranın yüzey alanı $A = 42\text{mm}^2$ dir. Tüm bu parametreler yazıldığında edildiğinde sayım hızı;

$$\dot{\alpha} = \frac{1}{4} 42 [(70,6 \times C_h) \times 0,85 + (58,8 \times C_u) \times 0,82] \times 10^{-6} \quad (3.21)$$

$$= 0,123 \times C_{Th} + 0,132 \times C_U \quad (3.22)$$

olarak bulunur. Toryum izotopu için denklem (3.9), son denklemde yerine yazılırsa

$$\frac{D_{\alpha,Th}}{\dot{\alpha}} = \frac{180 \times C_{Th}}{0,123 \times C_{Th}} \Rightarrow D_{\alpha,Th} = 1463 \times \dot{\alpha}_{Th} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.23)$$

ve benzer şekilde uranyum izotopu için denklem (2.12), bir önceki denklemde yerine yazılırsa

$$\frac{D_{\alpha,U}}{\dot{\alpha}} = \frac{215 \times C_U}{0,132 \times C_U} \Rightarrow D_{\alpha,U} = 1629 \times \dot{\alpha}_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.24)$$

olarak bulunur. Son denklemden açıkça görüldüğü gibi sayımdan (aktivite ölçümlerinden) yıllık doz değerleri türetirken ppm biriminde olan miktarlara bağlı olan spesifik aktivite değerleri ortadan kalkmış oldu. Bu denklemde yıllık doz sadece sayım değerlerine bağlıdır. Numunede U ve Th aktivitelerinin eşit olduğu kabul edilirse toplam alfa dozu için bu değerlerin ortalaması alınır:

$$D_{\alpha,Th,U} = \left(\frac{1463 + 1629}{2} \right) \times \dot{\alpha} = 1546 \times \dot{\alpha} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.25)$$

bulunur. Ancak alfa parçacıkları için gerçek etki $k=0.82$ ilişkisiyle efektif alfa dozu bulunmalıdır. Bu, “a” alfa zayıflatma katsayısıyla son denklemin çarpılmasıyla bulunur (Aitken 1985).

$$D_{\alpha,Th,U} = 0.82 \times a \times 1629 \times \dot{\alpha}_{\alpha,U}$$

$$D_{\alpha,Th,U} = 1336 \times a \times \dot{\alpha}_{\alpha,U} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.26)$$

Düşük seviye alfa sayım cihazı esasında alfa paracıklarını sayarak β ve γ dan yıllık doza katkılar hesaplanmadır. Beta katkısı açısından bakıldığında denklem (3.10) ve denklem

(3.13) oranından toryum serisinin spesifik aktivitesinin uranyum serisindekinin 0.59 katı olduğu görülür. Denklem (3.23) den toryum için

$$\frac{D_{\beta,Th}}{\dot{\alpha}} = \frac{6,71 x C_{Th}}{0,123 x C_{Th}} \Rightarrow D_{\beta,Th} = 55 x \dot{\alpha}_{Th} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.27)$$

denklem (3.24) den uranyum için

$$\frac{D_{\beta,U}}{\dot{\alpha}} = \frac{11,50 x C_U}{0,132 x C_U} \Rightarrow D_{\beta,U} = 87 x \dot{\alpha}_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.28)$$

bulunur. Basit bir alfa sayımından çoğunlukla bu iki seriden eşit aktivite içeren bu olduğu varsayılarak

$$D_{\beta} = 71 x \dot{\alpha} \quad (3.29)$$

yaklaşıklığı alınır. Gama katkısının bu cihazla ölçülmesi pek güvenilir olmamasına karşın toryum için denklem (3.11) in denklem (3.23) de yerine yazılmasıyla

$$\frac{D_{\gamma,Th}}{\dot{\alpha}} = \frac{11,71 x C_{Th}}{0,123 x C_{Th}} \Rightarrow D_{\gamma,Th} = 95 x \dot{\alpha}_{Th} \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.29)$$

denklem (3.24) den uranyum için

$$\frac{D_{\gamma,U}}{\dot{\alpha}} = \frac{8,98 x C_U}{0,132 x C_U} \Rightarrow D_{\gamma,U} = 68 x \dot{\alpha}_U \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.30)$$

Basit bir alfa sayımından çoğunlukla bu iki seriden eşit aktivite içeren bu olduğu varsayılarak

$$D_{\gamma} = 82 x \dot{\alpha} \quad (3.31)$$

bulunur.

3.8.4 Miktar (ppm) değerlerinden yıllık doz hesabı

Birçok durumda ölçüm sonuçları ppm biriminde alınır. Bu durumda yıllık doz, her bir zincir için denklem (3.4) ve (3.5) de spesifik aktivite değerleri denklem (3.8), (3.9), (3.10), (3.11), (3.12), (3.13) ve (3.14) ü oluşturmak için kullanılan düşünceyle kolaylıkla bulunur. Böylelikle denklem (3.6) deki tüm ışınlama tiplerinin yıllık doza katkıları hesaplanır ve toplamı alınır. İşlemlerin sonuçları aşağıdaki verilmiştir:

$$D_{\alpha,U} = 2779 \times a \times (U \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.32)$$

$$D_{\alpha,Th} = 733 \times a \times (Th \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.33)$$

$$D_{\beta,U} = 146 \times (U \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.34)$$

$$D_{\beta,Th} = 27 \times (Th \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.35)$$

$$D_{\gamma,U} = 113 \times (U \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.36)$$

$$D_{\gamma,Th} = 48 \times (Th \text{ un miktarı, ppm}) \quad \mu\text{Gy/yıl} \quad (3.37)$$

Çizelge 3.4 Potasyum ve Rubidyum için yıllık doz verileri (Aitken 1985)

	K-40	Rb-87
Atomik bolluğu	117 ppm	%27,8
Yarı ömrü	1,25	49
Doğal K ₂ O un %1 konsantrasyonunun ve 50 ppm doğal Rb miktarının spesifik aktivitesi (Bq/kg) ^a	β : 284 γ : 33,3	β : 43,4 -----
Bırakılan enerji (MeV) ^a	β : 0,583 γ : 1,461	β : 0,104 -----
3. satırda konsantrasyonlar için yıllık doz (mGy/ yıl) ^a	β : 0,830 γ : 0,241	β : 0,023 -----
%1 K ₂ O ve 50 ppm Rb ₂ O için yıllık doz (mGy/ yıl)	β : 0,689 γ : 0,200	β : 0,019 -----

K⁴⁰ toprak numunelerde K₂O bileşiği içinde yer alır. Bu bileşik atomik absorpsiyon veya X-ışını flüoresans cihazıyla yüzdelik olarak bulunabilir. Bulunan yüzdelik değer %83 ünü K⁴⁰ oluşturur. Doğal rubidyum izotopu Rb₂O bileşiği içinde yar alır. Doğada çok az bulunduğundan yıllık doza katkısı çok düşüktür. Numunedeki rubidyum içeriği ölçülmemişse Çizelge 3.4 ün 3., 5. ve 6. satırlarında tavsiye edildiği gibi potasyumun iki

yüzde biri oranında alınabilir. Ancak beta parçacıklarının kısa menziline ötürü iri taneli tanecik tarihlemede rubidyumun katkısı atılmalıdır. K^{40} un yıllık doza katkısı, β ve γ için sırasıyla yukarıdaki tablonun son satırındaki 0.689 ve 0.200 katsayılarının K_2O yüzdesiyle çarpılarak bulunur. Rubidyumunki de çizelgeye uygun olarak benzer yolla bulunur.

Yer altı suları ve nem, çömlek, tuğla, seramik ve toprağın içinde tutunabilir. Kuru numunelerin radyoaktivite ölçümlerinden D_α , D_β ve D_γ doz hızları hesaplanmıştır (Zimmerman 1971).

$$D_\alpha = \frac{D_{\alpha,kuru}}{1 + \left(\frac{\text{numunenin nemli ag.}}{\text{numunenin kuru ag.}} - 1 \right) \left(\frac{\text{suyun spesifik durdurma gücü}}{\text{numunenin spesifik durdurma gücü}} \right)} \quad (3.38)$$

$$D_\beta = \frac{D_{\beta,kuru}}{1 + \left(\frac{\text{numunenin nemli ag.}}{\text{numunenin kuru ag.}} - 1 \right) \left(\frac{\text{suyun spesifik durdurma gücü}}{\text{numunenin spesifik durdurma gücü}} \right)} \quad (3.39)$$

$$D_\gamma = \frac{D_{\gamma,kuru}}{1 + \left(\frac{\text{numunenin nemli ag.}}{\text{numunenin kuru ag.}} - 1 \right) \left(\frac{\text{suyun soğurma kat.}}{\text{numunenin soğurma kat.}} \right)} \quad (3.40)$$

Spesifik durdurma gücü ve soğurma katsayılarının bulunduğu çizelgelerden, son üç denklemin paydasındaki ikinci oranlar hesaplandığında, alfa parçacığı için 1,50; beta parçacığı için 1,25 ve gama ışını için 1,14 olarak hesaplanmıştır. Bu değerler seramik, toprak gibi tüm numuneler için aynı varsayılmıştır. Suyun malzeme içinde alfa parçacığının menziline daha küçük gözeneklere nüfus edebildiği varsayılmıştır. Birçok seramikte gözeneklerin çapı 10 μm den daha küçüktür (Zimmerman 1971). Malzemenin nemli olması numunenin nemli olması kesim 3.4.1.3 de söz edildiği toprağın kendisinin soğurduğu dozu payını azaltır. Bu azalma (3.7) denklemlerinin paydalarında aşağıdaki verildiği gibi ortaya çıkar. Zimmerman söz konusu makalesinde, İngiltere gibi ülkelerde F değeri $\frac{3}{4}$ kabul edildiğini ve bunun da %5 lik bir belirsizlikle tarihlendirmede %15 lik bir düzeltmeyi çıkardığı belirtmiştir. Malzemenin alındığı

bölgenin iklim şartları göz önüne alınarak uygun değer seçilebilir (Kuzmin vd. 2001).
Mardin için bu değer $0,6 \pm 0,2$ olarak seçilmiştir.

$$D_{\alpha} = \frac{D_{\alpha,kuru}}{1+1,50WF} \quad (3.38)$$

$$D_{\beta} = \frac{D_{\beta,kuru}}{1+1,25WF} \quad (3.39)$$

$$D_{\gamma} = \frac{D_{\gamma,kuru}}{1+1,14WF} \quad (3.40)$$

4. DENEYSEL İŞLEMLER

Tarihi yapılardan malzemelerin toplanması ve hazırlanması, OSL sistemindeki ve düşük seviye alfa sayıcısının fotoçoğaltıcı tüplerinin kalibrasyonu, paleodoz eşdeğer ve yıllık doz ölçümüne yer verilmiştir. Polimineral ve kuvars mineralince zengin numune hazırlama teknikleri, numune tipine göre yaş sonuçları verilmiştir.

4.1 Malzemelerin Toplanması

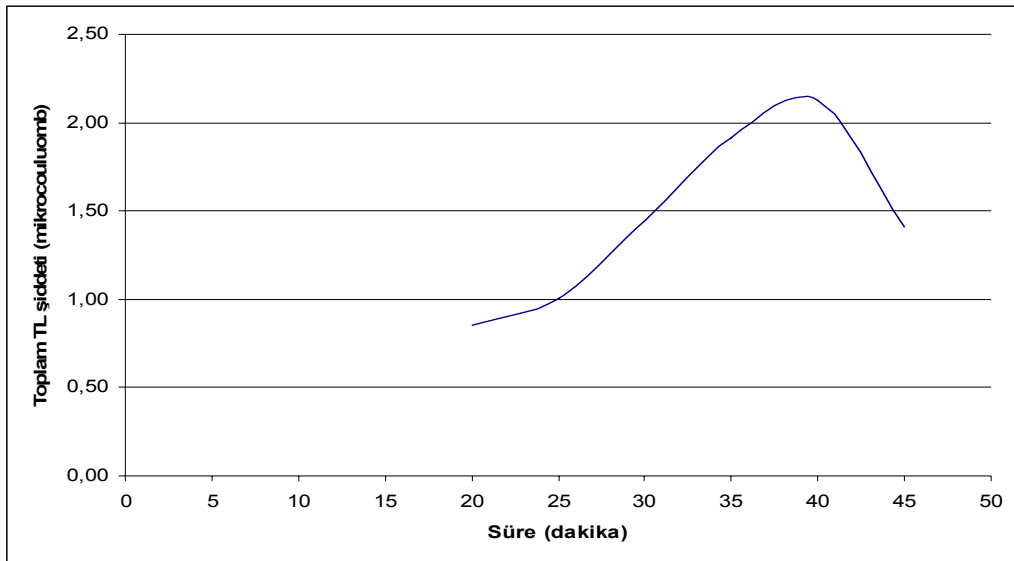
Ölçülen lüminesans sinyalleri gün ışığına duyarlı olduğundan malzemeler, karartılan ortamda kazıdan çelik borular çakılarak alındı. Sıva altından alınan harç ve toprak malzemeler için de bina içi aydınlatması kapatıldı. Malzemeler kapaklı metal kaplar içinde laboratuara getirildi. Kazılarda veya yapının bir köşesinden alınan tuğlaların ışık görmüş olması önemsenmemiştir. Bu tuğlalar laboratuarda zayıf kırmızı ışıklı ortamda tüm dış yüzeyleri dikkatlice kazınıp sadece orta kısımları eşdeğer doz, dış kısmı yıllık doz ölçümleri için ayrılmıştır.

4.2 Numunelerin Hazırlanması

Tuğla malzemeler orta kısmı kesme şeker boyutlarına getirildikten sonra el havanı ile ezilmiş. Ezilen seramik, tuğla ve toprak malzemeler her biri ayrı zaman ve kaplarda içerdikleri kalsit bileşenlerinden arındırmak için %10 HCl ve organik bileşenlerden arındırmak için ise %30 H₂O₂ asitlerinde tepkimeleri bitene kadar bekletilmiştir. Asit tepkimesinden kaynaklanan fazlaca ısıdan kaçınmak amacıyla kaplar soğuk su içinde tutuldu. Her bir asit uygulaması sonrasında malzemeler üçer kez saf su ile yıkandı ve tüm asit işlemlerinden sonra etüvde 45 °C'de kurutulmaya bırakıldı. Kuruyan malzemeler el havanı ve gerektiğinde elektrikli öğütücüde aşırı kuvvet uygulamadan yeniden ezildi. Elekler yardımıyla 20 µm den küçük tanecikli polimineral taneciklerden 1cm³ lük miktarı 200 ml lik asetonla bir erlen içinde karıştırıldı. Bu karışım, otomatik cam pipet yardımıyla tabanında 10 mm çapında ve 0,5 mm kalınlığındaki alüminyum disklerin bulunan cam tüplere 4 er ml hacimlerle paylaştırıldı. Bu tüpler etüvde 45 °C'de asetonun uçması için bekletildi. Asetonun tamamıyla uçmasından sonra

alüminyum diskler üzerinde numuneler dikkatlice çıkarıldı. Böylelikle polimineral ince tanelerden oluşan numune tabletleri hazırlandı. Alüminyum disk üzerindeki bu tabletlerin kütlesi ortalama 7-8 mg dır. Kuruköyün'deki yer altı yerleşim merkezinden getirilen kemik parçaları üzerindeki toprak dikkatlice kazınarak yukarıdaki işlemlerden geçirilerek numune hazırlanmıştır.

Kuvars mineralince zengin numune hazırlamak için ise yukarıda bahsedilen asitlerin kullanılmasının ardından elekler yardımıyla 90–125 µm arası seçilen tanecikler plastik bir kabın içine konuldu. Bu kaba önce az bir miktar %10 HF asidi katıldı, birkaç dakika sonra bekledikten sonra tüm numuneyi kapatacak miktarda %40 HF asidi eklendi. Bu asit numunedeki feldspat mineralleri yakmak ve kuvars mineralli tanelerin dış yüzeyinin aşındırılması için kullanılır. HF asidi içerisinde bekleme süreleri bu tür çalışmalarda 40 ila 60 dakika arasında değişmektedir. Bu sürenin belirlenmesi için bir dizi deney yapıldı ve uygun süre DZ1 kodlu tuğla malzemesi için 40 dakika olarak belirlendi (Şekil 4.1). Kuvars mineralince zenginleştirilecek numuneler belirlenen sürelerde HF asidinden bırakıldı. Numunenin fazlaca ısınmaması için kap yine soğuk su içinde tutuldu. Ardından flor artıklarından temizlemek için yeniden %10 HCl asidinde 1 saat tutuldu. Bu işleminin sonunda üçer kez saf sudan geçirilen numune 45 °C de etüvde kurumaya bırakıldı. Etüvde kuruyan numuneler birbirlerine yapıştıklarından yeniden el havanı ile topları ezildi. Silikon sprej yardımıyla alüminyum disklere dikkatlice yapıştırıldı.



Şekil 4.1 DZ1 numunesinin doğal TL şiddetinin HF asidinde bekleme süresine göre değişimi

4.3 Alfa Sayım Cihazının Fotoçoğaltıcı (PM) Tüpünün Kalibrasyonu

Fototüpün kalibrasyonunda iki parametrenin ayarlanması gerekir. Bunlardan ilki; eşik gerilim ayarı, diğeri yüksek gerilim ayarıdır. Uygun değerde ayarlanan eşik gerilimi, düşük enerjilerdeki elektronların engellenerek sayımlarda gürültü seviyesinin minimumda tutulmasını sağlar. Fototüpün daynodlarında çoğaltılan elektronların hızlanmasını sağlayan DC yüksek geriliminin uygun değerde ayarlanmasıyla üretilen elektron sayısının, bu yüksek gerilimin değişiminden etkilenmeyip, sadece sintilasyon ışığıyla orantılı olması sağlanır. Kalibrasyon işleminde ilkin bu parametrelerden eşik gerilimi 0,25 volt değerinde sabit tutulur. İşlem sırası şöyledir:

- Güçlü bir alfa kaynağı olarak görülen lüks fitili yakılıp ZnS tabakaya yedirilerek sürüldü. Elde edilen alfa kaynağı fototüpün üzerine yerleştirildi. Yüksek gerilimi 1250 V den başlayarak 800 V e kadar 25 V adımlarla düşürülerek 10 saniye periyotla ölçümler alındı ve her ölçüm arası 5 dakika beklenildi Veriler Çizelge 4.1 de verildi.

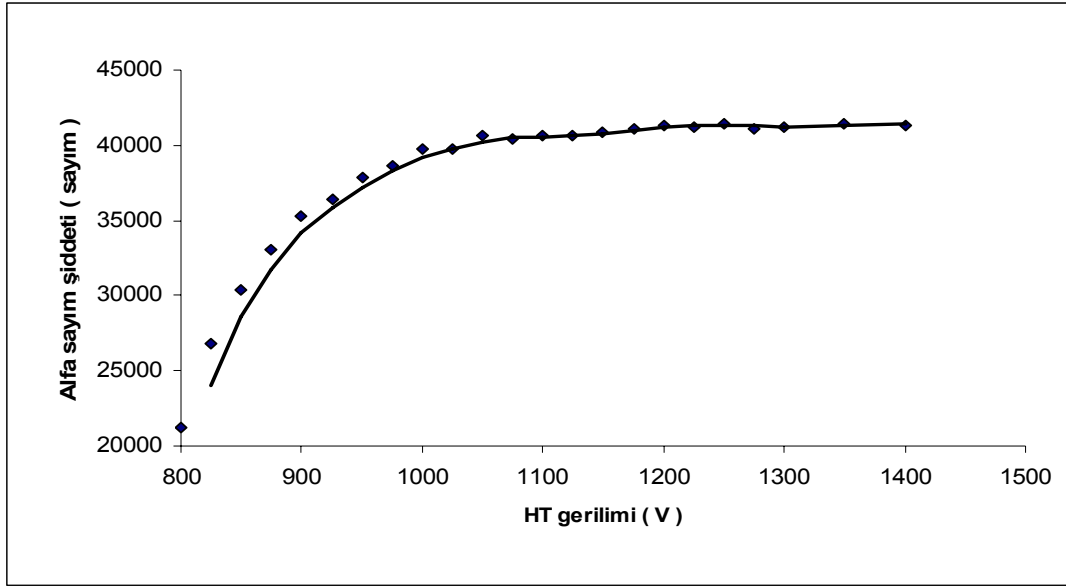
Çizelge 4.1 Alfa sayım sisteminin PM tüpünün HT geriliminin kalibrasyonu için veriler

HT gerilimi (V)	Alfa sayım şiddeti (sayım)	HT gerilimi (V)	Alfa sayım şiddeti (sayım)
800	21199	1100	40636
825	26816	1125	40609
850	30353	1150	40890
875	33069	1175	41135
900	35253	1200	41340
925	36386	1225	41234
950	37905	1250	41456
975	38603	1275	41085
1000	39764	1300	41235
1025	39766	1350	41441
1050	40626	1400	41355
1075	40382		

- Yüksek gerilim değeri için eğrinin plato kısmının orta noktası (1075 volt) seçildi

(Şekil 4.2). Bu şekilde bulunan yüksek gerilimin sıcaklık katsayısı derece başına % 0,5 civarındadır. Yani ölçümün sıcaklıkla değişimi en aza indirgenmiştir.

- Yüksek gerilim 1075 volt ayarlandı ve eşik gerilimi sıfırdan 10 volta kadar birer volt adımlarla artırılarak 10 saniye periyotlarla sayımlar yapıldı ve her sayım arası 5 dakika beklenildi (Çizelge 4.3). Eşik potansiyelinin ayarlandığı potansiyemetre 0 – 4 volt arası ölçekli olduğundan eşik gerilim değeri işlemler sonucu 3,2 volt olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.2. Yüksek gerilime göre alfa sayımının değişim eğrisi

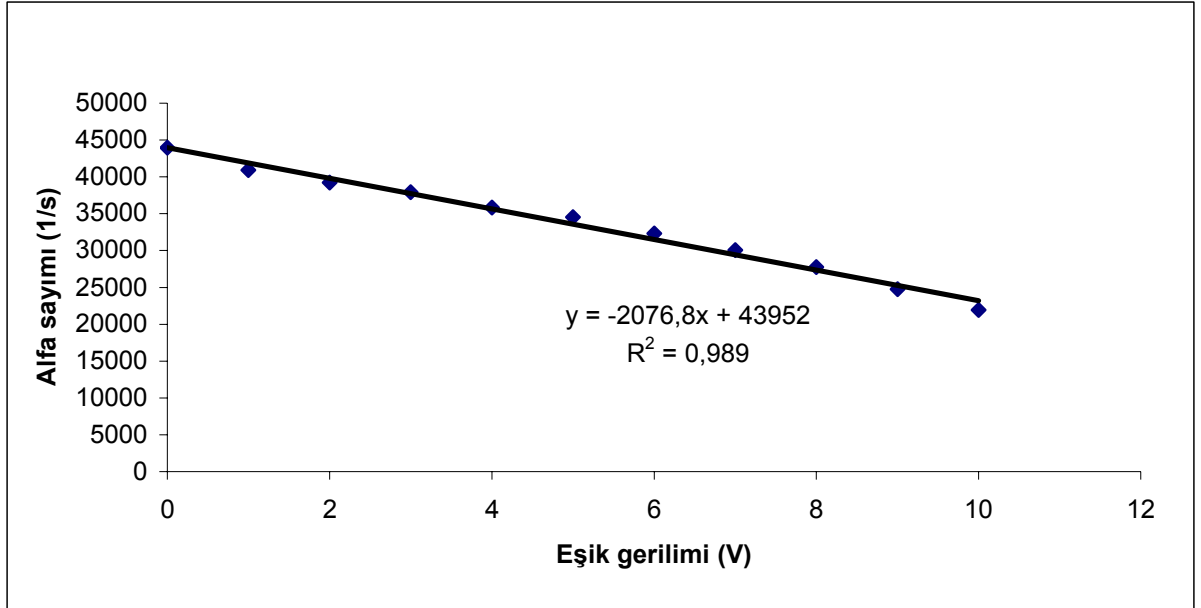
Çizelge 4.2 Alfa sayım sisteminin PM tüpünün TH geriliminin kalibrasyonu için veriler

TH gerilimi (V)	Alfa sayım şiddeti (sayım)	TH gerilimi (V)	Alfa sayım şiddeti (sayım)
0	43954	6	32339
1	40940	7	30076
2	39245	8	27751
3	37906	9	24750
4	35835	10	21945
5	34514		

- Düşük eşik gerilim değerlerinde (0,25 volt altı) ve 1 volt civarının üzerindeki noktalarda eğri doğrusallıktan sapabilecektir, fakat mantıklı bir düz çizgi elde edilmelidir. Eğer sistemdeki elektronik gürültü veya diğer kusurlar olmasaydı bu değer, sıfır eşik değerinde elde edilmesi gereken sayım değeri olacağı temel düşüncesi esas alınarak; veri noktalarının lineer fit edilmesiyle bulunan

doğrunun, sayım değerini gösteren, y-eksenini üzerinde kestiği nokta bulunur.

- Doğrunun y-ekseninde kestiği noktadaki değer ile gerekli eşik kesri değerinin çarpımından çıkan sonuca karşılık yatay eksenindeki değeri eşik değerini verir (Aitken,1985, sayfa 88). Toryum serileri için bu kesir değeri 0,88; uranyum serileri için 0,82 dir. Genellikle kesir değeri için 0,85 kullanılır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3 Eşik gerilime göre alfa sayımının değişim eğrisi

4.4 Optik Tarihleme Sisteminin Fotoçoğaltıcı (PM) Tüpünün Kalibrasyonu

OSL sistemine takılı EMI 9235QA model PM tüpünün kalibrasyonu ölçümlerin daha güvenilir yapılması açısından önemlidir. Bu işlem, foto çoğaltıcı tüpün eşik ve yüksek voltajlarının, yapay ışınlamada kullanılan beta kaynağının aktivitesinin belirlenmesinden oluşur.

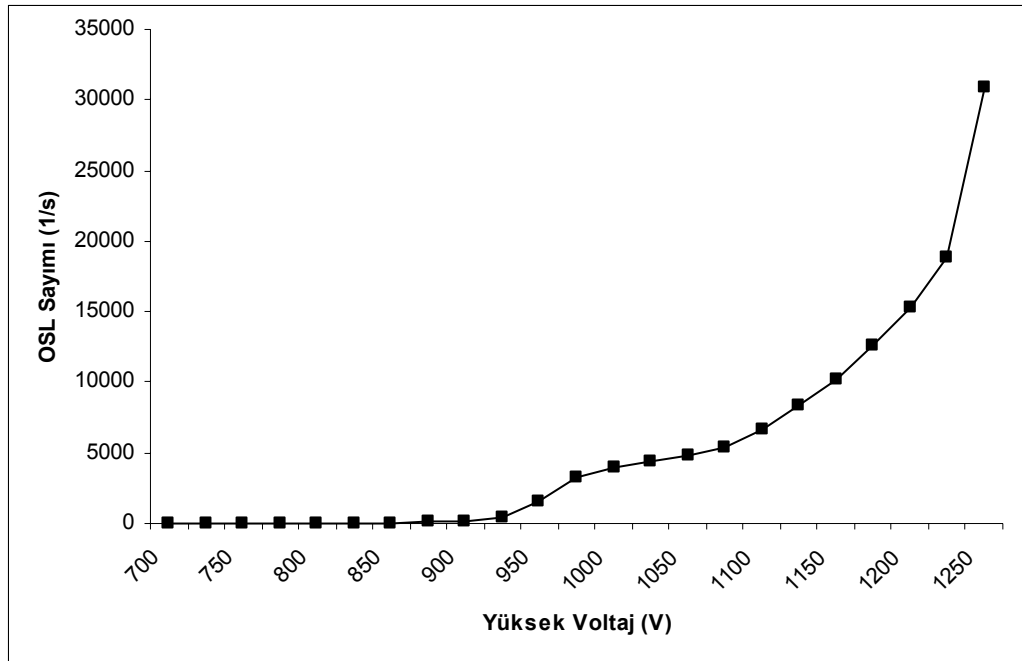
Yüksek Gerilimin Ayarlanması

Lüminesans sayımı yapan foto çoğaltıcı tüpün, verimini ve duyarlılığını artıran yüksek gerilimin ayarlanması esnasında eşik potansiyeli 3-4 volt aralığında tutulur ve numune tepsisine C-14 katkılı fosfordan mamul ışık kaynağı yerleştirilerek sayımlar alınır. Bu

gerilimin gereğinden yüksek olması tütün gürültü sayımını artırır. Sayımlar, gerilimin 700 volttan 1400 volta kadar 25 volt adımlarla değiştirilmesiyle tekrarlanır. Sayımların gerilime göre değişimini veren grafikteki (Şekil 4.4) düzlüğün orta kısmı yüksek gerilim değeri olarak alınır. Bu prosedürde yüksek gerilim değeri 1045 ± 25 volt bulundu.

Çizelge 4.3 OSL sisteminin PM tütünün HT geriliminin kalibrasyonu için veriler

HT gerilimi (V)	OSL şiddeti (sayım)	HT gerilimi (V)	OSL şiddeti (sayım)
700	0	1075	5444
725	0	1100	6677
750	1	1125	8342
775	4	1150	10244
800	7	1175	12597
825	22	1200	15289
850	26	1225	18863
875	80	1250	30843
900	137	1275	53301
925	425	1300	94601
950	1612	1325	159252
975	3200	1350	214331
1000	3986	1375	648106
1025	4430	1400	1128510
1050	4861		



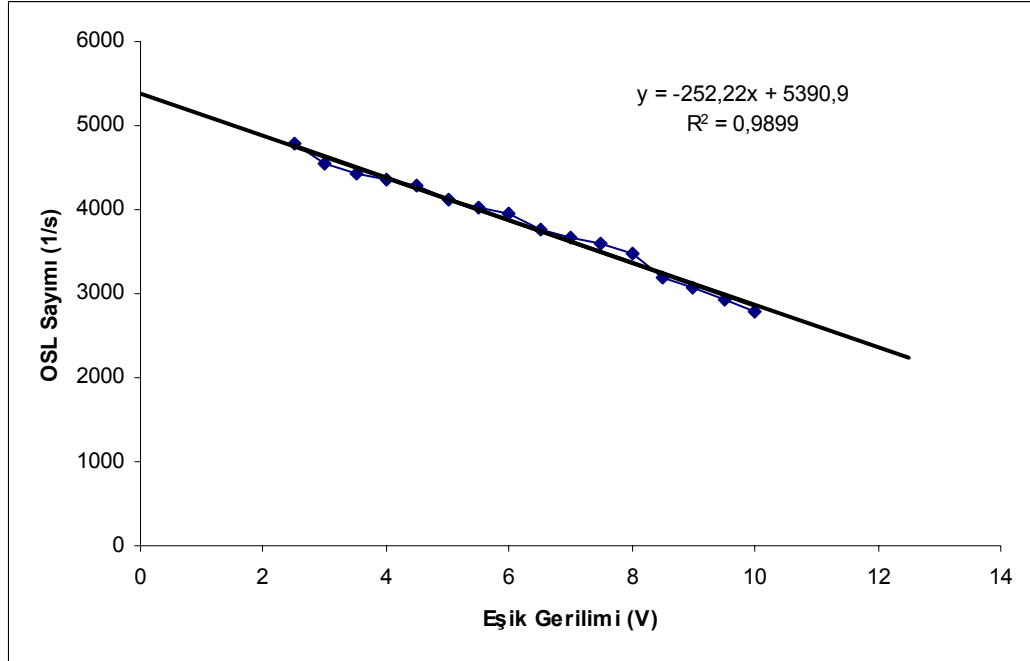
Şekil 4.4 OSL sisteminin yüksek gerilimine göre C-14 katkılı fosfor tabletinin lüminesans sayımının değişim eğrisi

Eşik Potansiyelinin Ayarlanması

Bu potansiyelin ayarlanmasındaki amaç tütün verimini ve duyarlılığını fazlaca etkilemeden istenmeyen gürültü seviyesini en aşağıya çekmektir. Bunun için yüksek gerilim 1045 voltta sabit değerde ayarlanarak eşik gerilimi 2,5–10 volt arasında yarım volt adımlarla değiştirilerek lüminesans sayımları alındı (Çizelge 4.5). Şekil 4.4 deki grafikteki doğrunun y-ekseninde kestiği hesaplanarak bulunan değerın %85 ne karşılık gelen 3,2 volt değeri eşik gerilimi olarak alındı (Aitken 1985).

Çizelge 4.4 OSL sisteminin PM tütünün TH geriliminin kalibrasyonu için veriler

TH gerilimi (V)	OSL şiddeti (sayım)	TH gerilimi (V)	OSL şiddeti (sayım)
2,5	4774	6,5	3770
3	4559	7	3663
3,5	4431	7,5	3604
4	4367	8	3474
4,5	4289	8,5	3201
5	4120	9	3076
5,5	4024	9,5	2940
6	3951	10	2790



Şekil 4.5 OSL sisteminin eşik gerilimine göre C-14 katkılı fosfor tabletinin lüminesans sayımının değişim eğrisi

4.5 Nem Tayini

Kesim 3.4.1.3 de yıllık doz hesabında nemin etkisi anlatılmıştır. Burada yapılan numunelerin mevcut halindeki nem miktarlarını bulmak değildir. Yüzyıllar boyunca toprağın ve içindeki nem miktarı mevsim şartlarına göre değişiklik göstermektedir. Malzemeleri alınan yörenin iklim şartlarını ve numunenin konumunu bilmek önem arz etmektedir. Mardin, yağış ve nem bakımından düşük bir yöresidir. Bu bakımdan numunelerin kütlece maksimum nem tutma yüzdeleri ölçülmüş ve gömü boyunca su tutma miktarı (F) 0,6 olarak alınmıştır. Yani iklim şartlarına göre malzemenin daime bu maksimum nemi tutmayıp bu değerin %60 kadar nemli olduğu varsayılmıştır. Literatürde kuzey ülkeleri için bu değer $0,8 \pm 0,2$ olarak verilmektedir (Aitken 1985).

Malzemenin neme doyma yüzdesi aşağıda sıralanan işlemlerle bulunmuştur. Sonuçlar Çizelge 4.5 de verilmiştir.

- Öncelikle içine malzemenin konulacağı krozeler fırında $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ derecede 30 dakika bekletilerek nemi alındı. Bu sıcak krozeler desikatörde soğutulduktan sonra tartımı yapıldı ve sonuç (m_1) kaydedildi.
- Daha sonra krozeler içine 3–4 gr malzeme konuldu ve üzerine doyum kıvamına ulaşıncaya kadar damlalıklarla saf su eklendi. Burada suyun malzemenin üzerinde yüzmemesi gerekir. Hemen sonrasında tartımı yapıldı, sonuç (m_2) kaydedildi.
- Ardından suya doymuş numune, fırında $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ derecede 30 dakika bekletildi ve sonrasında desikatörde nem kapmadan soğumaya bırakıldı. Yarım saat bekleyen numunenin tartımı yapıldı, sonuç kaydedildi. Fırınlama işlemi ve desikatörde bekletme işlemi, tartım sonuçlarının sabitlendiği değere (m_3) ulaşıncaya kadar tekrarlandı.
- m_2 değerinden m_3 değeri çıkartılarak neme doymuş malzemenin nem miktarı (m_4) bulundu. m_3 değerinden m_1 değeri çıkartılarak kuru numunenin kütlesi (m_5) bulundu.
- m_4 ün m_5 'e oranından da numunenin içereceği maksimum su yüzdesi hesaplanmıştır.

Ayrıca bir seferinde tek bir numune için deneyler tekrarlanmış ve maksimum su tutma değerlerinde yüzdelik değerlerinde virgülden sonra farklı sonuçlar bulunmuştur.

Çizelge 4.5 Malzemelerin kütlece maksimum su tutma yüzdeleri. (NSB kodlu numunelerin maksimum su tutma yüzdeleri hesaplandıktan sonra diğer bir bilgiler saklanmadığından boş bırakıldı)

Numune Kodları	Boş Kroze Kütlesi (m_1) g	Kroze ve nemli örnek kütlesi (m_2) g	Kroze ve kuru örnek kütlesi (m_3) g	Nem Miktarı (m_4)	Maksimum su tutma yüzdesi
DZ1	15,87	21,41	19,72	1,69	44
NSB1	--	--	--	--	41
DZ4	21,56	27,33	25,90	1,43	33
KM2	21,64	25,22	24,13	1,09	44
MY1	25,41	29,91	28,68	1,23	38
Z1	26,25	30,03	28,89	1,14	43
SA2	24,86	28,96	27,79	1,17	40
NSB2	--	--	--	--	38
NSB3	--	--	--	--	37
NSB4	--	--	--	--	38

4.6 Ön Isıtma Sıcaklığının ve Süresinin Belirlenmesi

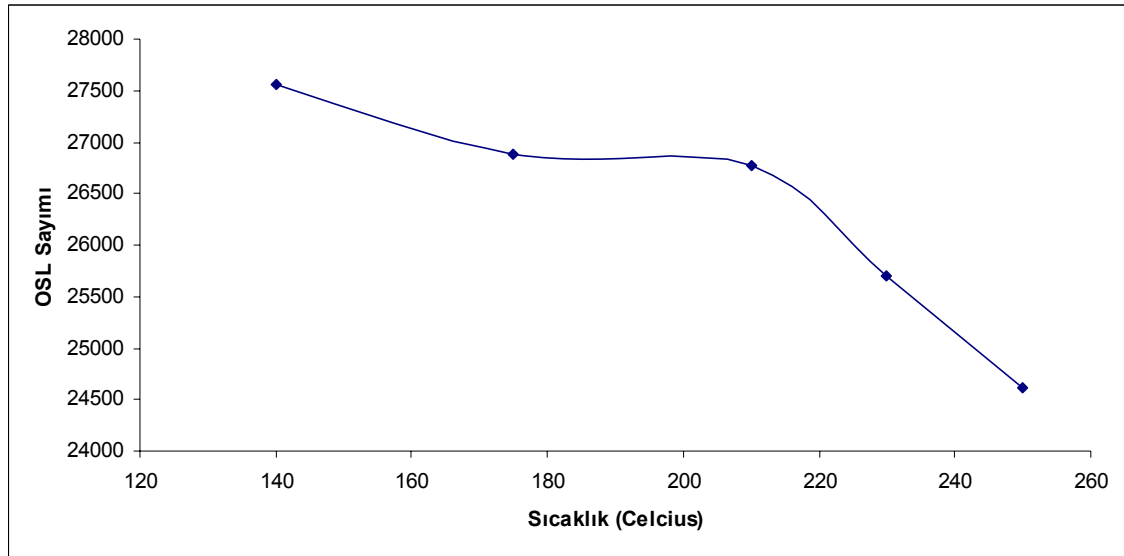
Ön ısıtma parametreleri (sıcaklık ve süre) her malzeme için biraz değişmektedir. Literatürde rastlanılan tarihleme çalışmalarında ön ısıtma sıcaklığı 140 °C ila 270 °C arasında değişmekte, süre birkaç dakikadan saatler mertebesinde değerlere rastlanılmıştır (Watanuki 2001, Leung 2005, Gelian 2006, , Atlıhan 2008). Bu değerlerde fark edilen numunelerin ölçümler öncesinde düşük sıcaklıklarda uzun süreler, yüksek sıcaklıklarda kısa sürelerde ön ısıtmaya bırakılmış olmasıdır. Bu, tek bir numune için tek bir sıcaklık ve sürenin olmayacağı anlamına gelir. Tez çalışmasında kısa sürelerle yüksek sıcaklık değerleri seçildi. İşlem adımları aşağıdaki sıralanmıştır:

Yarısı süre diğer yarısı sıcaklık parametresini bulmak için 50 adet numune tableti hazırlandı. Tüm tabletlere 5 Gy doz verildi. 0,2 s OSL okumalarıyla normalize katsayıları bulundu. İlk yarıdaki tabletler 3-4 er gruplara ayrıldı. İlk yedi grup 140 °C ila 275 °C arası farklı sıcaklıklarda sabit bir sürede fırında tutuldu. Numuneler fırına konduğu teptiden hemen alınarak soğumaya bırakıldı. 30 dakika sonra bu 7 grubun OSL okumaları yapıldı. OSL sayımlarının sıcaklığa göre değişim grafiğinde çıkan platonun orta noktası ön ısıtma sıcaklığı olarak seçildi (Şekil 4.6). İkinci yedi grup

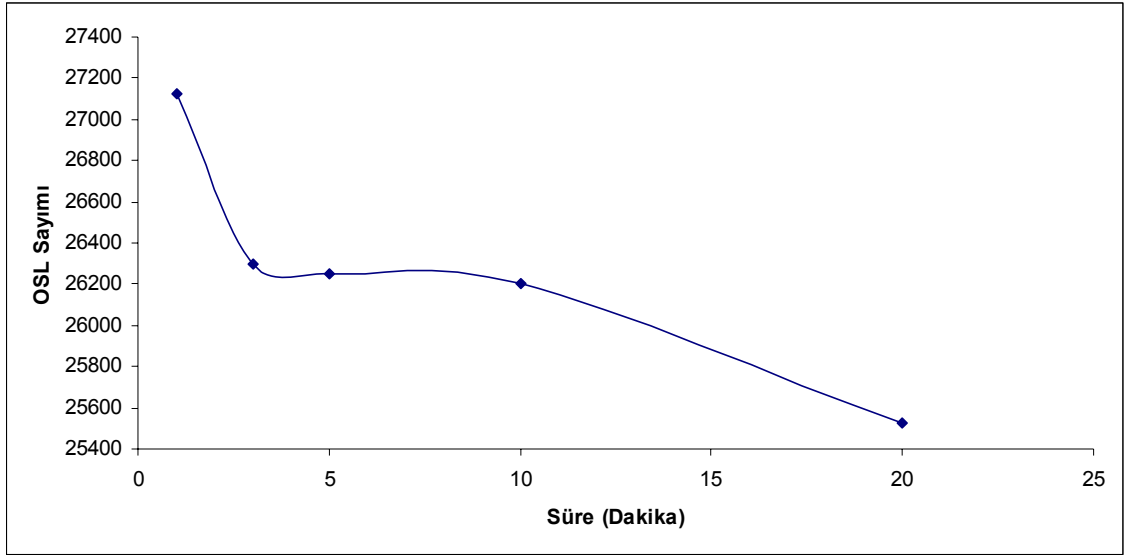
belirlenen sıcaklık deęerinde farklı sürelerde fırında tutuldu. Numuneler fırına konduęu tepside hemen alınarak soęumaya bırakıldı. 30 dakika sonra bu 7 grubun OSL okumaları yapıldı. OSL sayımlarının süreye göre deęişim grafięinde çıkan platonun orta noktası ön ısıtma süresi olarak seçildi (Şekil 4.7).

1 ila 45 dakika aralıęında farklı sürelerde 200 °C sıcaklıkta fırında bekletildi. Her bir grup için ortalama sayım deęerleri bulundu. OSL sayımlarının sürelerle göre deęişimi çizildi. Çıkan platonun orta noktası ön ısıtma süresi olarak seçildi (Şekil 4.6).

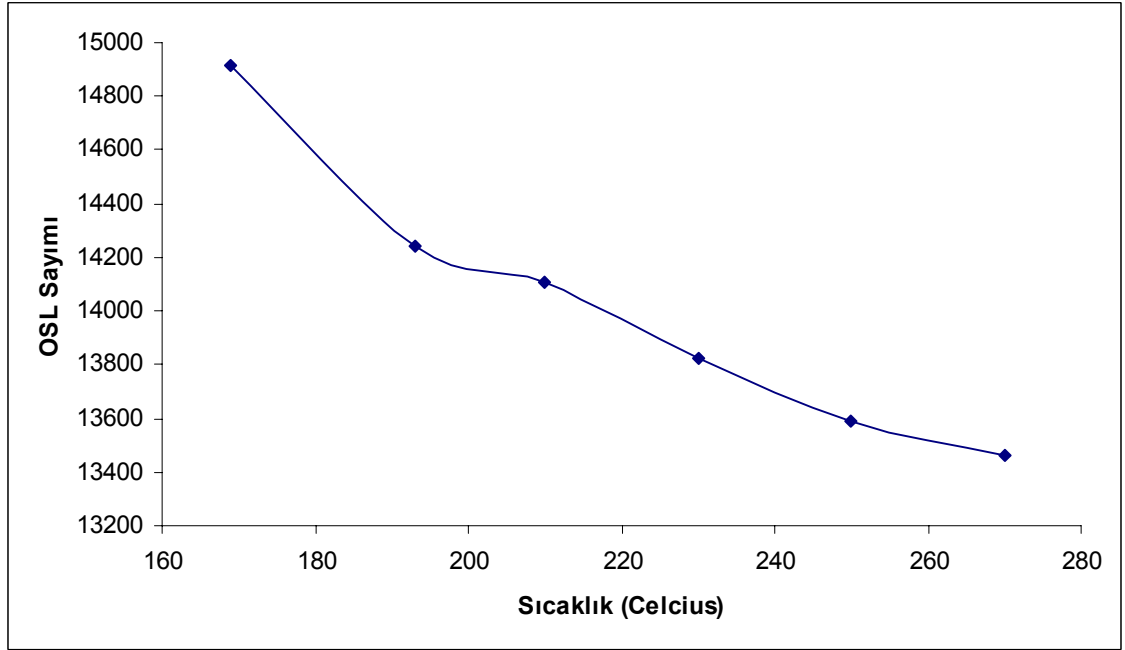
Dięer yarıdaki tabletlere de 5 Gy doz verildi. 0,2 s OSL okumalarıyla normalize katsayıları bulundu. 3-4 erli gruplara ayrılan tabletler 130 °C -250 °C aralıęında 6 farklı sıcaklık deęerinde yukarıda belirlenen sürede fırında bekletildi. OSL sayımlarının sıcaklıęa göre deęişimi çizildi. Çıkan platonun orta noktası ön ısıtma sıcaklıęı olarak seçildi (Şekil 4.7).



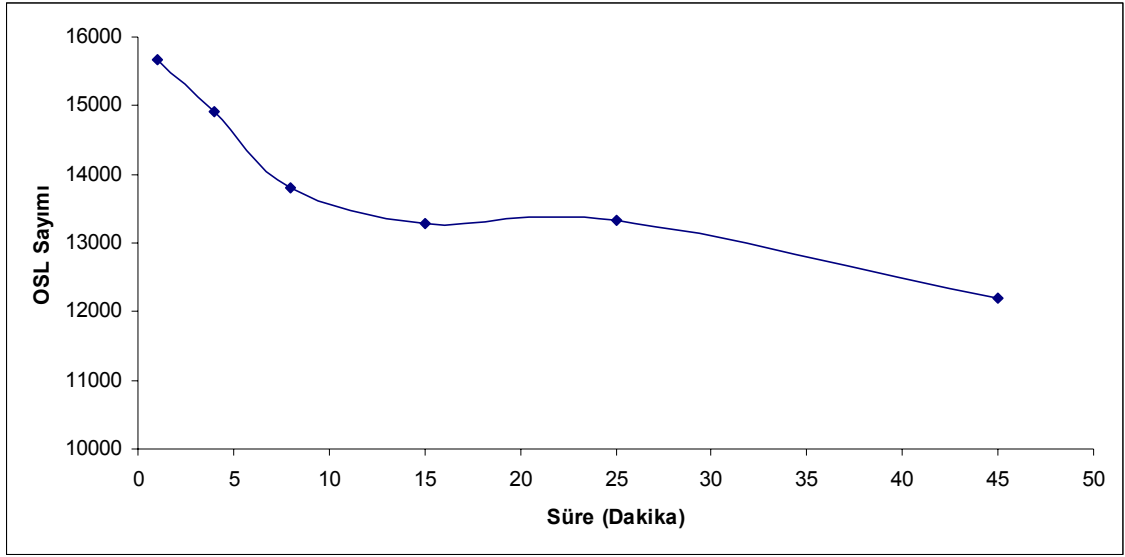
Şekil 4.6 DZ4 numunesinin önısıtma sıcaklık deęerinin 200 °C olarak belirlendięi grafik



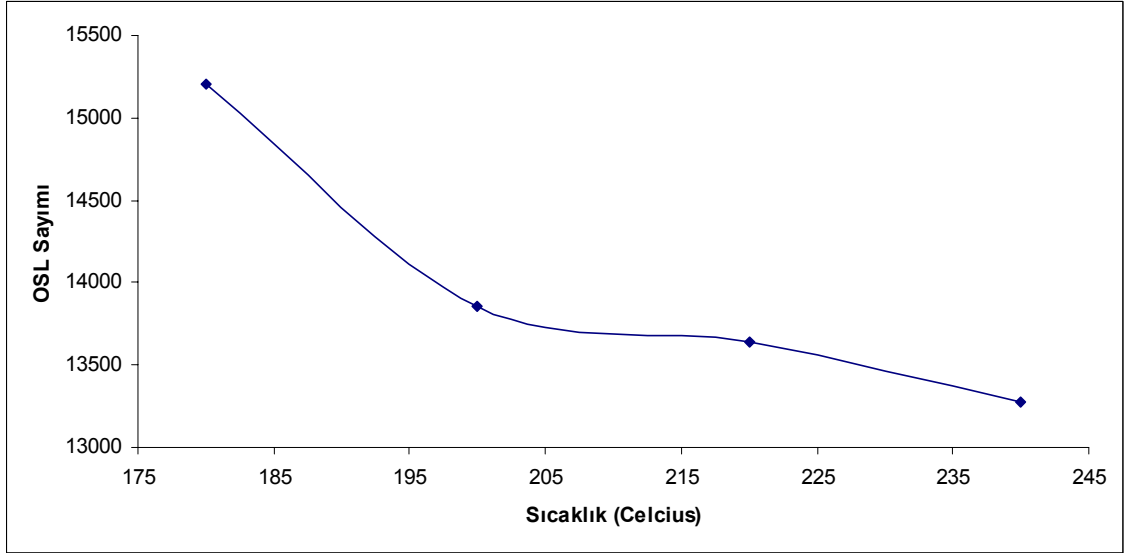
Şekil 4.7 DZ4 numunesinin önısıtma süresin 6 dakika olarak belirlendiği grafik



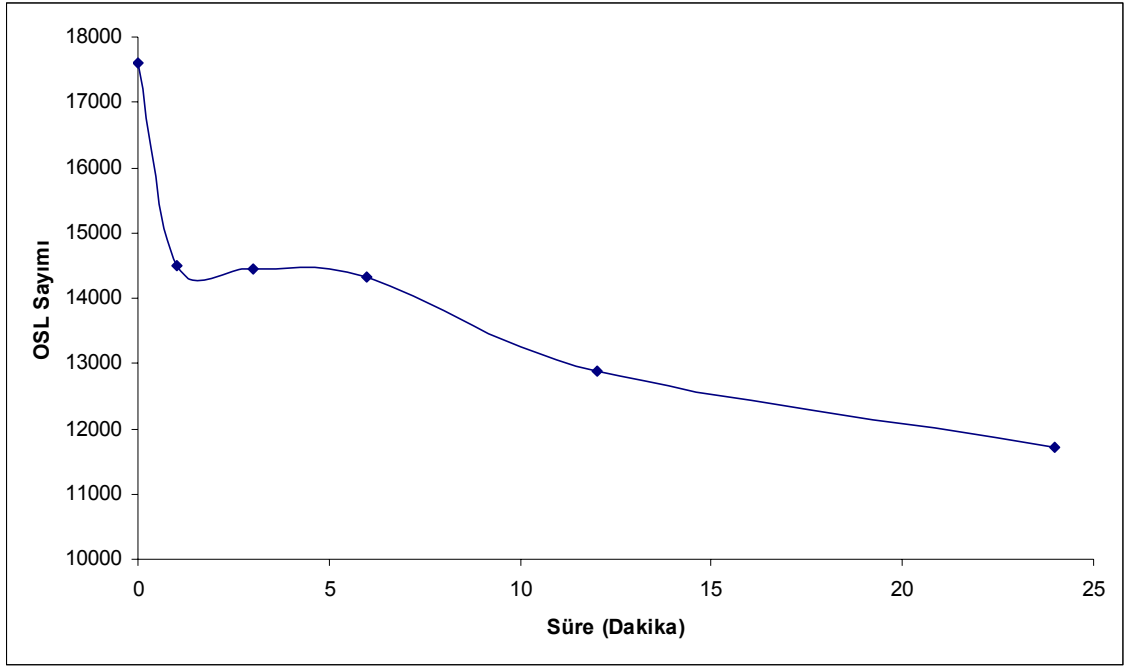
Şekil 4.8 MY1 numunesinin önısıtma sıcaklık değerinin 205 °C olarak belirlendiği grafik



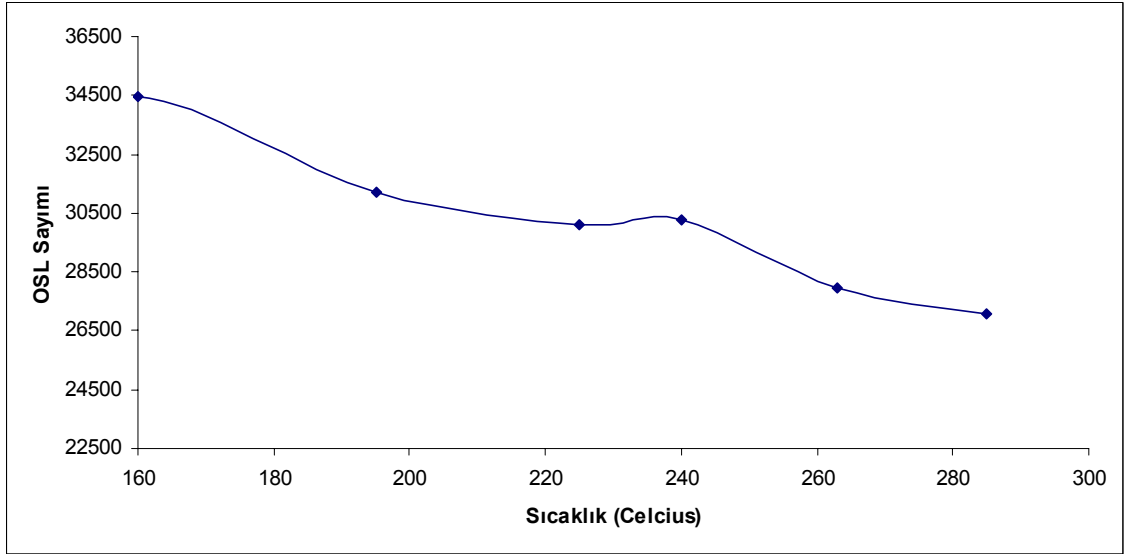
Şekil 4.9 MY1 numunesinin önisıtma süresin 20 dakika olarak belirlendiđi grafik



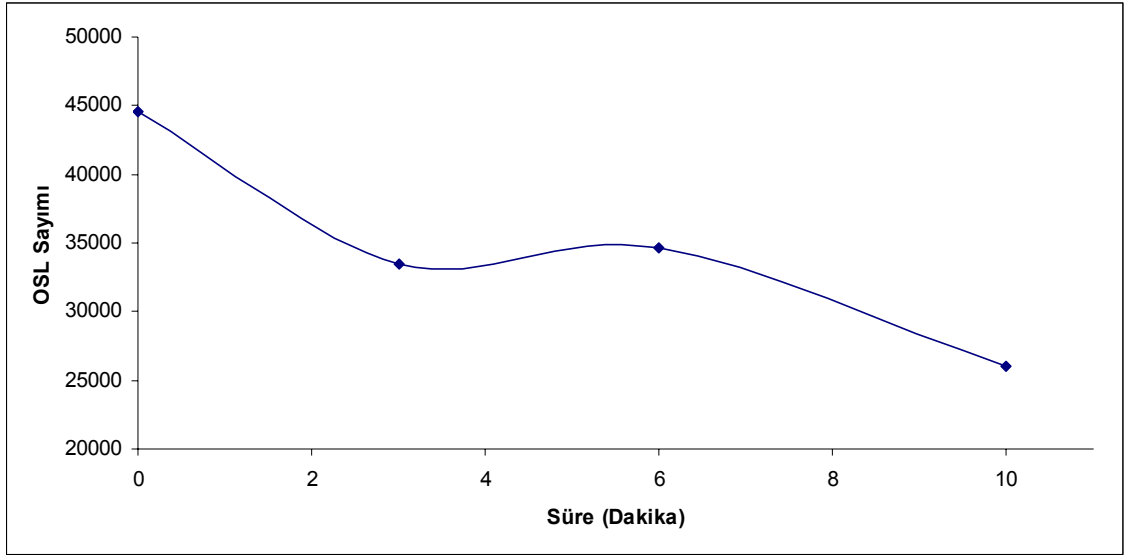
Şekil 4.10 SA2 numunesinin önisıtma sıcaklık değerinin 210 °C olarak belirlendiđi grafik



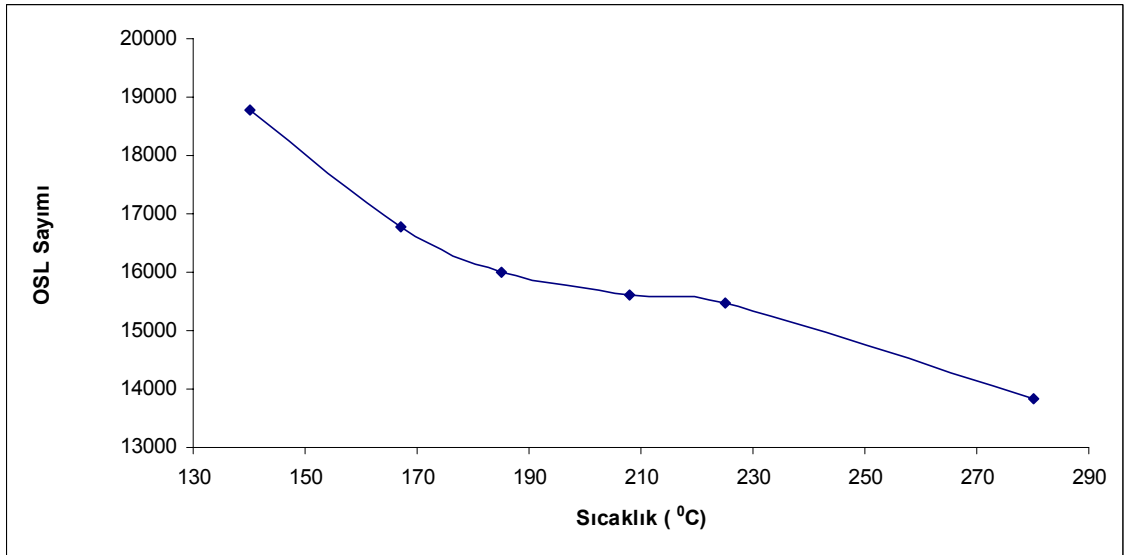
Şekil 4.11 SA2 numunesinin önisıtma süresin 4 dakika olarak belirlendiđi grafik



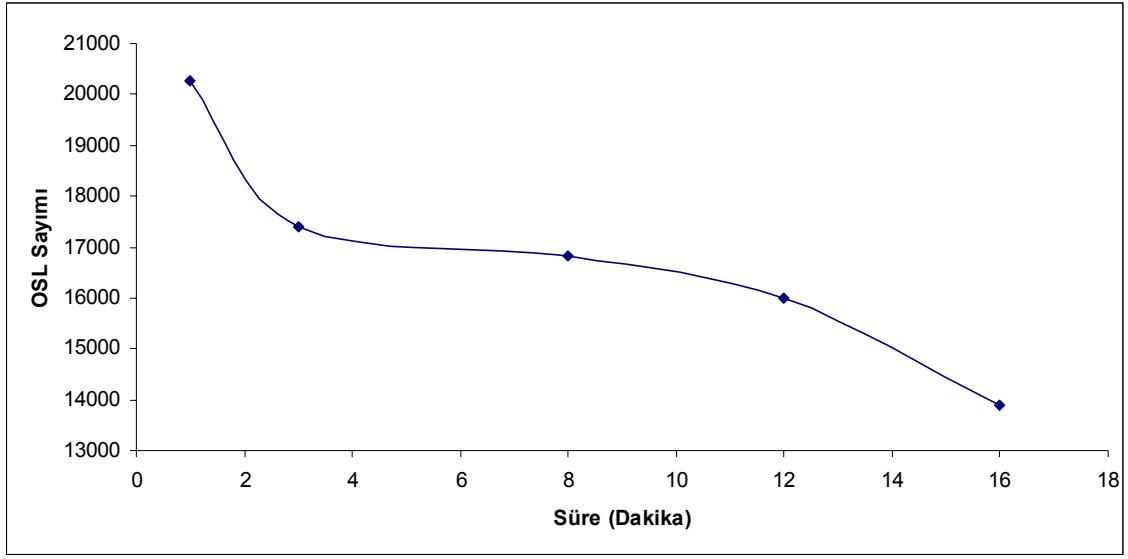
Şekil 4.12 Z1 numunesinin önisıtma sıcaklık değerinin 230 °C olarak belirlendiđi grafik



Şekil 4.13 Z1 numunesinin önisıtma süresin 5 dakika olarak belirlendiđi grafik



Şekil 4.14 KM1 numunesinin önisıtma sıcaklık değeriinin 220 °C olarak belirlendiđi grafik



4.15 KM1 numunesinin önısıtma süresin 6 dakika olarak belirlendiği grafik

Yukarıda önısıtma grafikleri verilen toprak numunelerin sıcaklık değeri 200 °C civarında, süreler ise 4 ila 20 dakika arası değişmektedir.

4.7 Yıllık Doz Hesabı için Alfa Sayım Çalışmaları

Alfa sayımları kesim 3.7 ayrıntısıyla verilen Elsec 7286 cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Alfa parçacıklarına duyarlı bir sintilatör tabaka (ZnS) ve fototüpü karanlık sürekli kapalı bir kutu içerisinde tutulmaktadır. Toprak içinde menzilleri çok kısa ($\approx 30 \mu\text{m}$) olduğundan havanda (herhangi asit işleminden geçmemiş) numuneler özel mika kapları içinde ZnS tabakasına yedirilerek homojen olarak sürülmüştür. Tabaka görünmeyecek şekilde üstü tümüyle numuneye kaplanmıştır. Kapların ağzı açık bir gün boyunca alfa sayımları yapılmıştır. Sonrasında ağzuları kapatılarak 3 hafta sonra yeniden bir gün boyunca alfa sayımları yapılmıştır. Çizelge 4.6 da verilen sayım değerleri OSL programındaki ince tanecikler için hazırlanan kısmında yerine yazılarak yıllık doz değerleri hesaplanmıştır. Programın bu kısmının yazımında referans verilen denklemler kesim 3.8 de ayrıntısıyla açıklanmıştır. Bununla ilgili hazırlanan Excel programında benzer sonuçlar hesaplanmıştır.

Çizelge 4.6 Numunelerin alfa sayıcı ile sayım/1000 saniye biriminde alınan ölçümleri

Numune Kodu	Açık Sayım			Kapalı Sayım		
	Toplam Sayım	Th'dan kaynaklanan sayım	U'dan kaynaklanan sayım	Toplam Sayım	Th'dan kaynaklanan sayım	U'dan kaynaklanan sayım
NSB1	9,92	4,88	4,94	8,86	2,32	6,54
NSB2	10,74	1,61	9,13	8,96	3,15	5,81
NSB3	9,06	1,03	8,03	8,37	3,39	4,98
NSB4	6,79	1,85	4,94	5,18	1,05	4,13
DZ1	9,92	3,01	6,91	6,72	3,44	3,28
DZ4	1,30	0,83	0,47	3,68	0,93	2,75
Z1	2,44	0,66	1,78	2,75	1,42	1,33
MY1	4,33	2,66	1,67	4,50	2,18	2,32
SA2	2,82	0,81	2,02	3,11	0,59	2,52
KM1	5,02	3,38	1,64	5,47	3,60	1,87

4.8 X Işını Floresans (XRF) Spektroskopisi Çalışmaları

Malzemeler içerisinde yıllık doza katkıda bulunan diğer bir doğal radyoizotop da K^{40} dır. K^{40} beta ve gama salınımı yapmaktadır. Düşük seviye alfa sayıcısı içerisindeki ZnS tabaka sadece alfa parçacıklarına duyarlı olduğundan malzememe içerisinde alfa parçacığı salınımı yapmayan K^{40} radyoizotopunun ölçümü için XRF spektrometresi kullanılmıştır. Aside bırakılmayan numuneler için sırasıyla şu işlemler gerçekleştirildi:

- i) Tuğla ve seramik parçaları toprak taneleri büyüklüğüne kadar ezilmiştir.
- ii) Ezilen malzemeler ve diğer toprak malzemeler etüvde 50 °C de kurutulmuştur.
- iii) Numuneler kurutulduğundan havana yapışmadan kolaylıkla 38 µm tanecik boyutuna getirilmiştir.
- iv) 4 gr lik numune ile wax homojen şekilde karıştırılmış ve belirli basınç altında 32 mm çapında tablet haline getirilmiştir.

Analizler Ankara Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümünde laboratuvarında XLAB-2000 PEDXRF spektrometresinde yapılmıştır. Cihaz içerisinde Si(Li) yarıiletken bir detektör takılıdır. Sonuçlar çizelge 4.7’de verilmiştir.

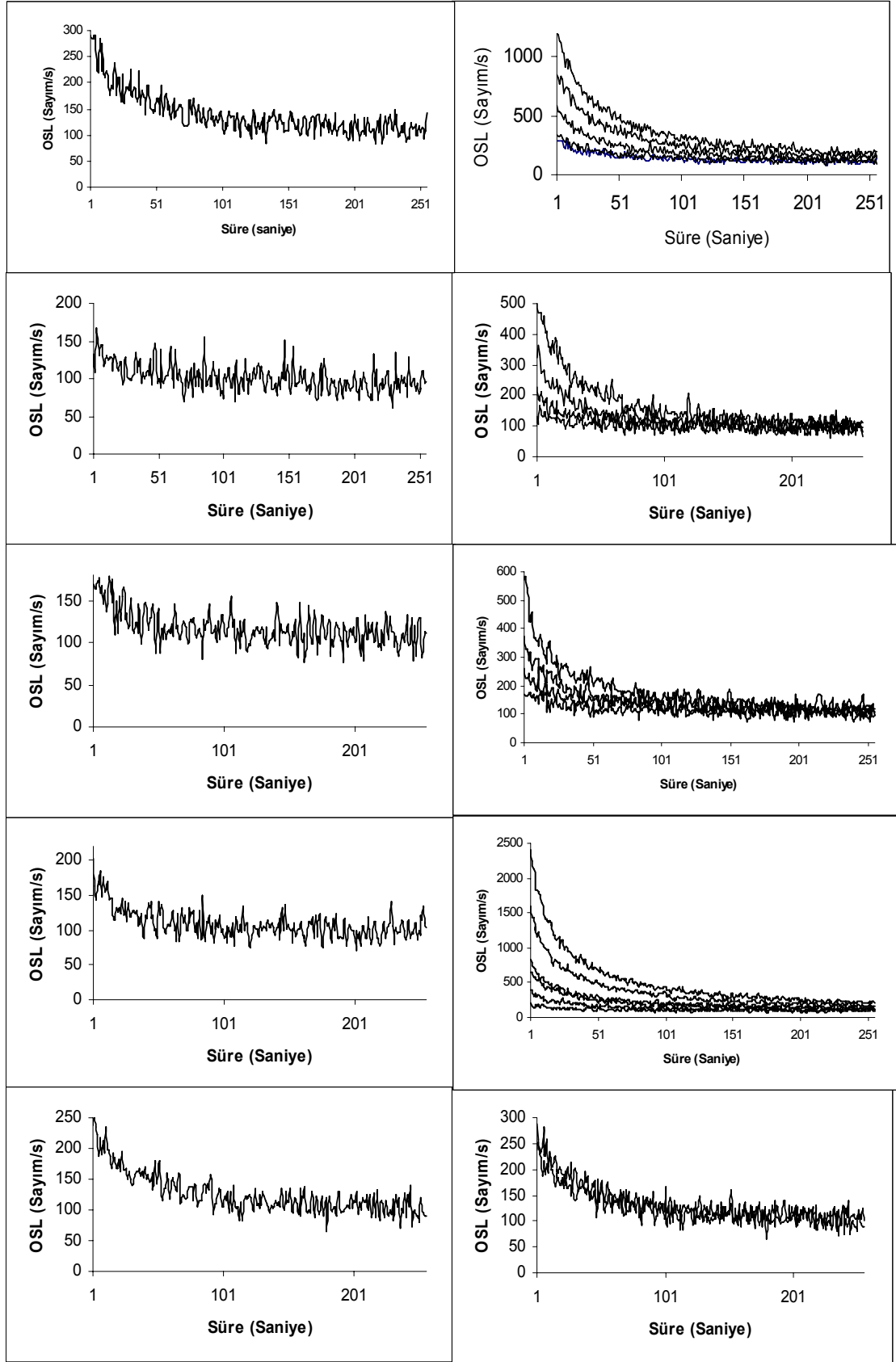
Çizelge 4.7 Numunelerin XRF spektrometresi ile bulunan %K ve %K₂O değerleri

Numune Kodu	K derişimi (%)	K ₂ O derişimi (%)
NSB1	1,02 ±0,02	1,23 ±0,02
NSB2	1,26 ±0,02	1,52 ±0,03
NSB3	0,96 ±0,02	1,16 ±0,02
NSB4	0,95 ±0,02	1,14 ±0,02
DZ1	2,09 ±0,04	2,52 ±0,05
DZ4	0,21 ±0,04x10 ⁻¹	0,25 ±0,05x10 ⁻¹
Z1	1,22 ±0,03	1,47 ±0,03
MY1	1,28 ±0,03	1,54 ±0,03
SA2	0,30 ±0,07x10 ⁻¹	0,36 ±0,07x10 ⁻¹
KM1	0,56 ±0,01	0,65 ±0,01

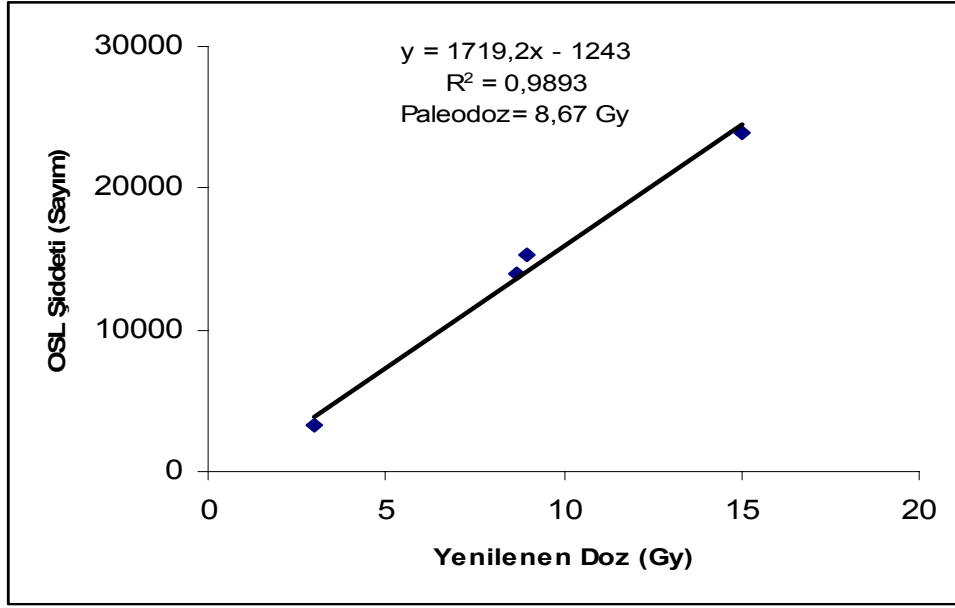
4.9 OS� Tarihlendirme Çalışmaları

Toprak malzemelerin tarihlendirme çalışmalarını iki ayrı farklı amaç doğrultusunda gerçekleştirildi. İlki Nusaybin yer altı yerleşim merkezinde oda mezarlarından (kurum görevlilerince) alınan ve diğeri bir buçuk yıl sonra aşağıda bahsedilen yapılardan özellikle Deyruzzaferan Manastırı görevlileri gözetiminde alınanlardır. Deyruzzaferan Manastırından temel taşları arasından kazılarak alınan DZ4 kodlu toprak numunenin, Mor Yakup Manastırının inziva kovuğundan alınan MY1 kodlu toprak numunenin, halk arasında Dara mevkiindeki “zindan” olarak adlandırılan Roma dönemi yapının taş duvarlarının arasından çıkarılan Z1 kodlu toprak numunenin, Savur Kapı Hamamının temel taşları arasından çıkarılan SA2 kodlu toprak numunenin ve Kasimiye Medresesinin havuzunun besleyen su kaynağının iç kanal yolundan alınan KM1 kodlu numunenin polimineral OS� tarihlenmesi yapıldı. Z1 numunesi dışında tüm numunelere hem tek tablet doz yenileme yöntemi (SAR) hem de çoklu tablet doz ekleme yöntemi

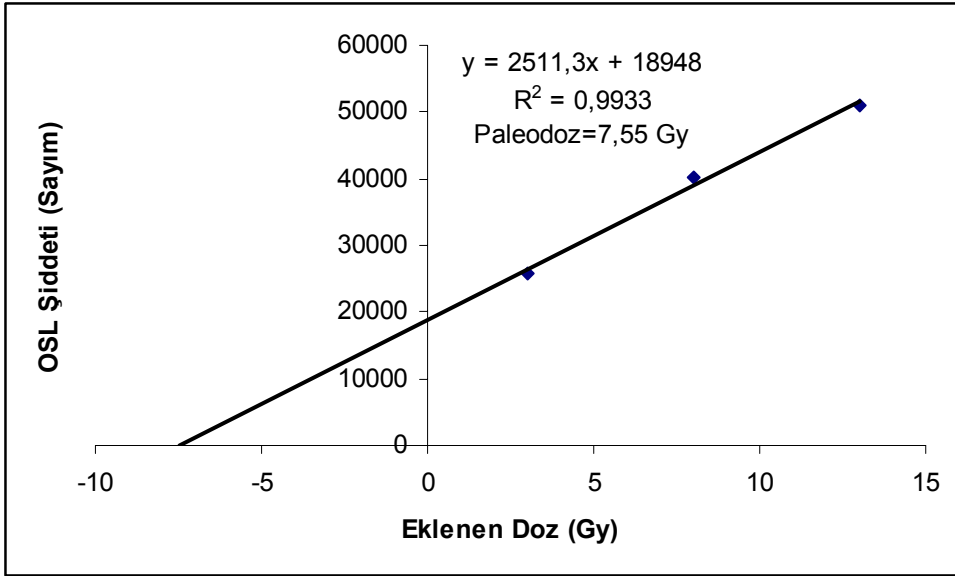
(MAAD) uygulandı. SAR yönteminde disklere yeniden verilen doz değerleri ve MAAD yönteminde ilave doz değerleri şekil 4.17'den 4.27'e kadar gösterilen büyüme eğrileri üzerinde noktalarla gösterilmektedir. Sayılan numunelere ait OSL büyüme eğrileri çıkartıldı. Tek tablet yöntemi izlenirken 5-6 tablet ile deney tekrarlandı. Numunenin her SAR yöntemi sonucunun ortalaması tek bir büyüme eğrisinde gösterilmiştir. Z1 numunesi dışında tüm numunelere SAR yönteminde OSL okumaları için 200 saniye uyarma seçilmiş, bozunum sinyalinin cihazın gürültü seviyesine kadar inmesi sağlanmıştır. Her bir doz yenileme işlemi arası tabletler normal gün ışında yaklaşık bir saat tutulmuştur. Ayrıca eğrilerin başlangıç noktalarının orijinden geçmesi için bir sınırlama konulmamıştır. Yine de eğrilerin doğrultuları orijine çok yakın noktadan geçmektedir. Ayrıca boş diskin 200 saniye okumalardan çıkan sayım değerleri numuneli disk okuma değerlerinden çıkarılmıştır. Z1 numunesi dışında toprak numunelerin MAAD yöntemiyle çizilen OSL büyüme eğrileri aşağıda verilmiştir. Bu OSL okumaları 500 saniye uyarma ile yapılmıştır. Boş disk okuması gürültü okuması olarak yapılmış ve tüm tablet okumalarından çıkarılmıştır. Ardından normalizasyon düzeltmesi ile doz büyüme eğrileri elde edilmiştir. Şekil 4.16'da doğal ve ilave dozlar için bozunum eğrileri verilmektedir. Bozumun ilk yarı uyarma süresinde sayım, gürültü düzeyine indiğinden devam eden sayım değerleri çizime katılmamıştır.



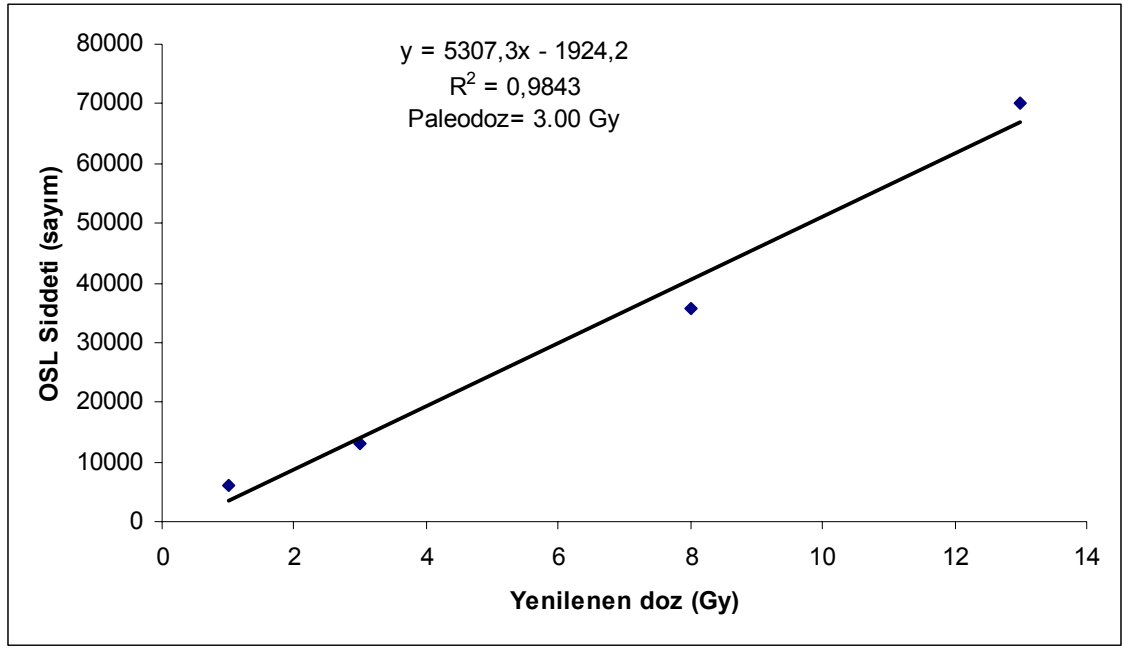
Şekil 4.16 Yukarıdan aşağıya sırasıyla DZ4, MY1, SA2, Z1 ve KM1 numunelerin OSL bozunum eğrileri, yanlarında artan dozlarla bozunum eğrilerinin büyümesi



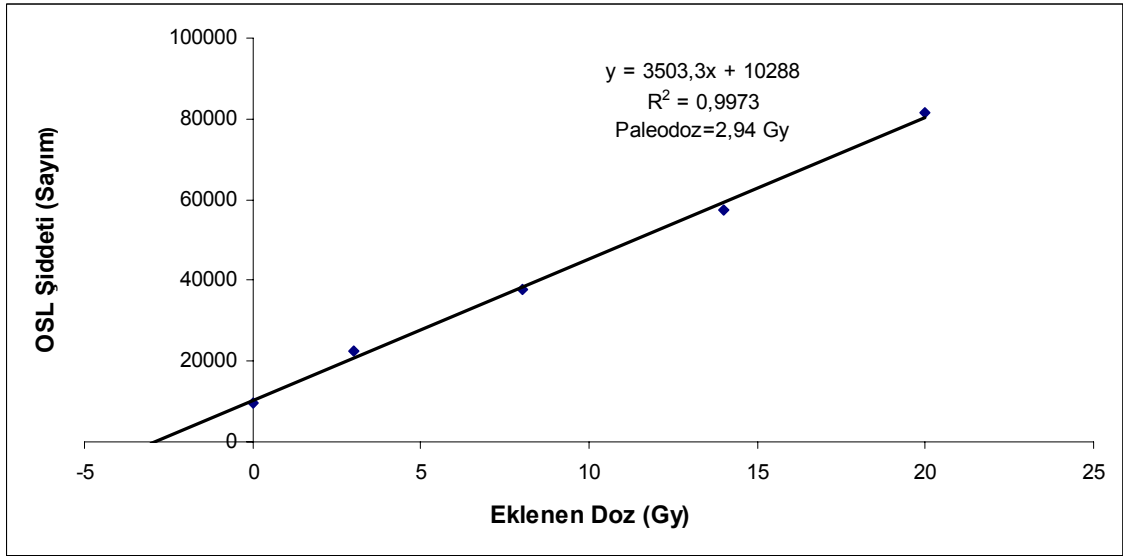
Şekil 4.17 NSB4 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen büyüme eğrilerinden biri



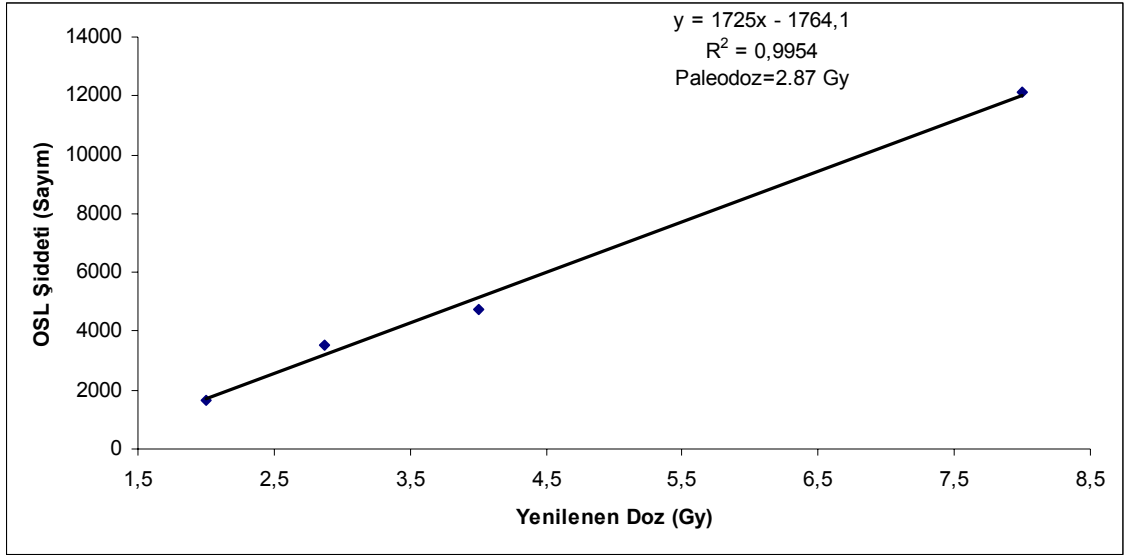
Şekil 4.18 NSB1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi



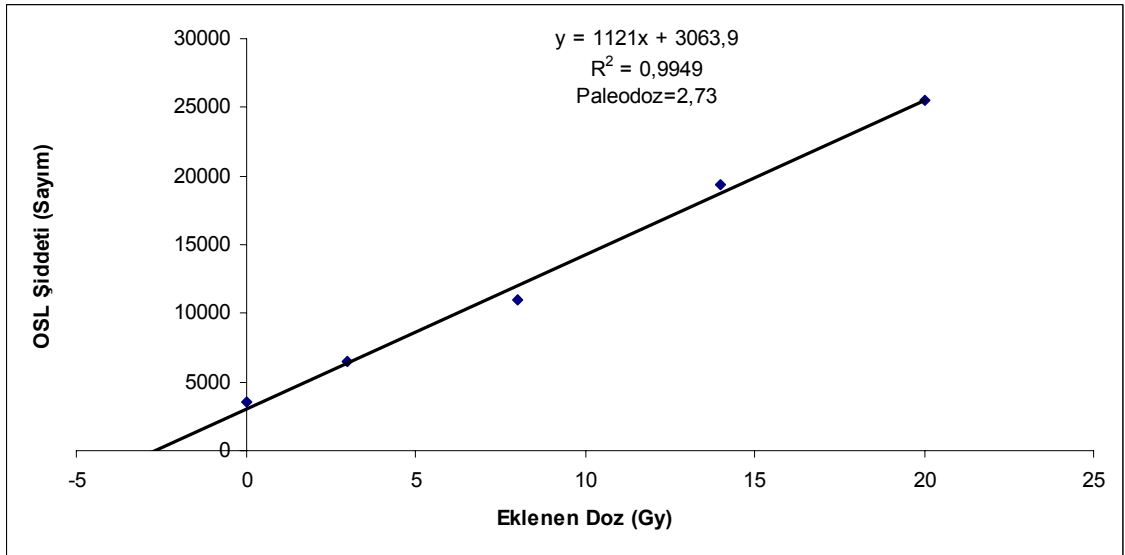
Şekil 4.19 DZ4 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi



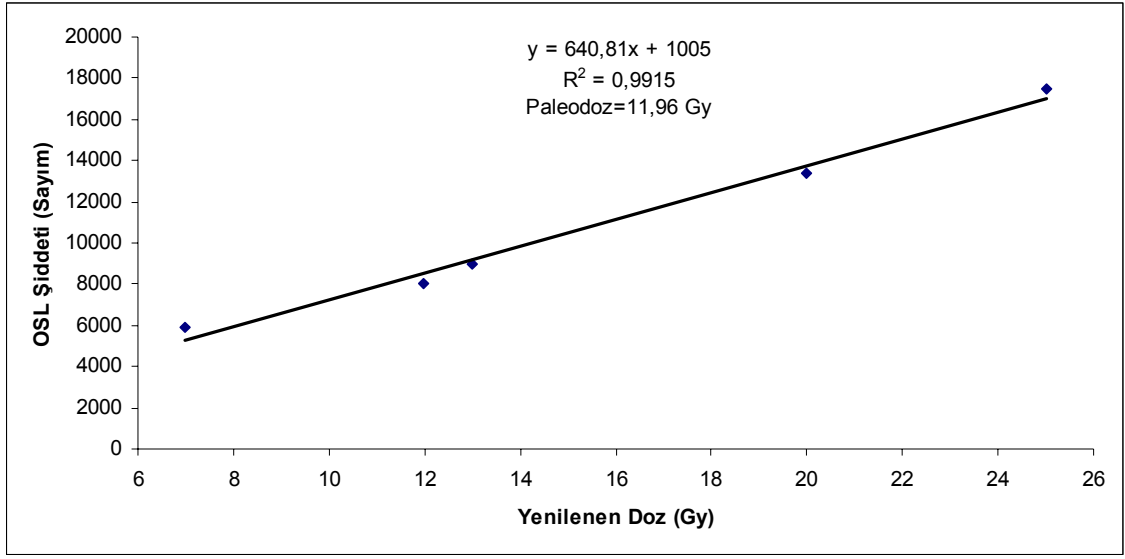
Şekil 4.20 DZ4 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi



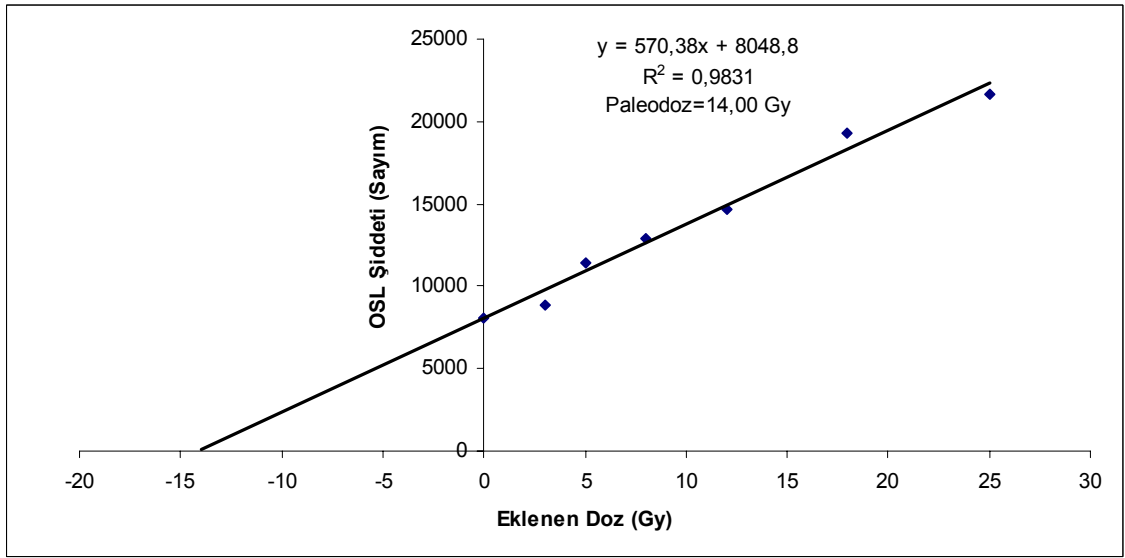
Şekil 4.21 MY1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi



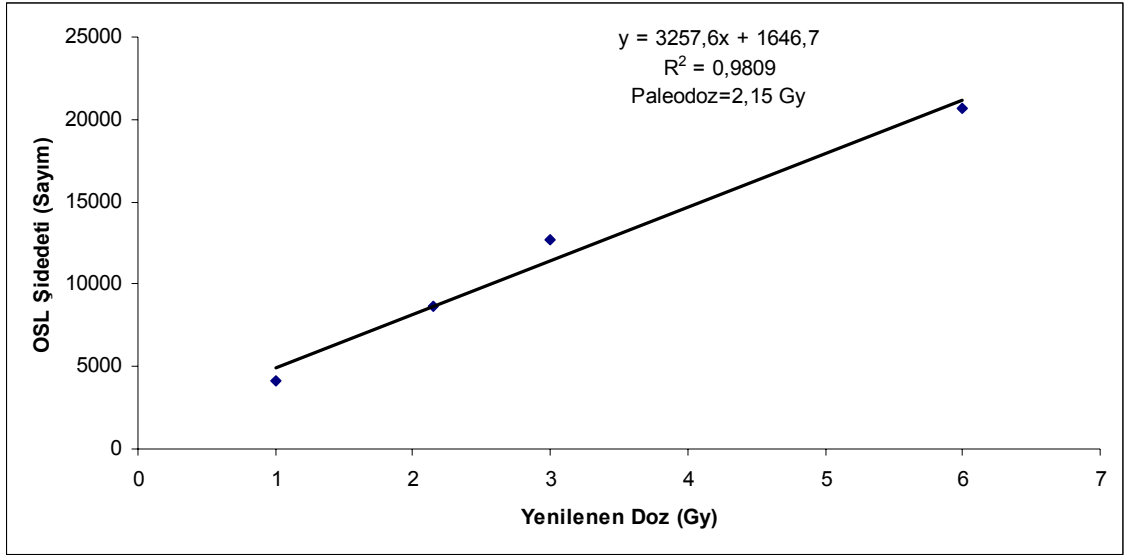
Şekil 4.22 MY1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi



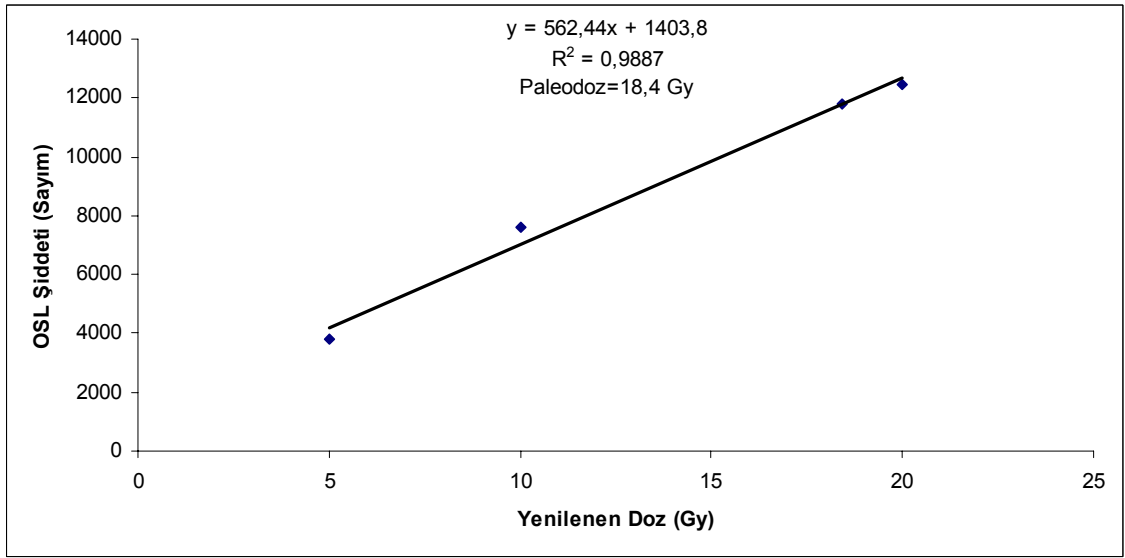
Şekil 4.23 SA2 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi



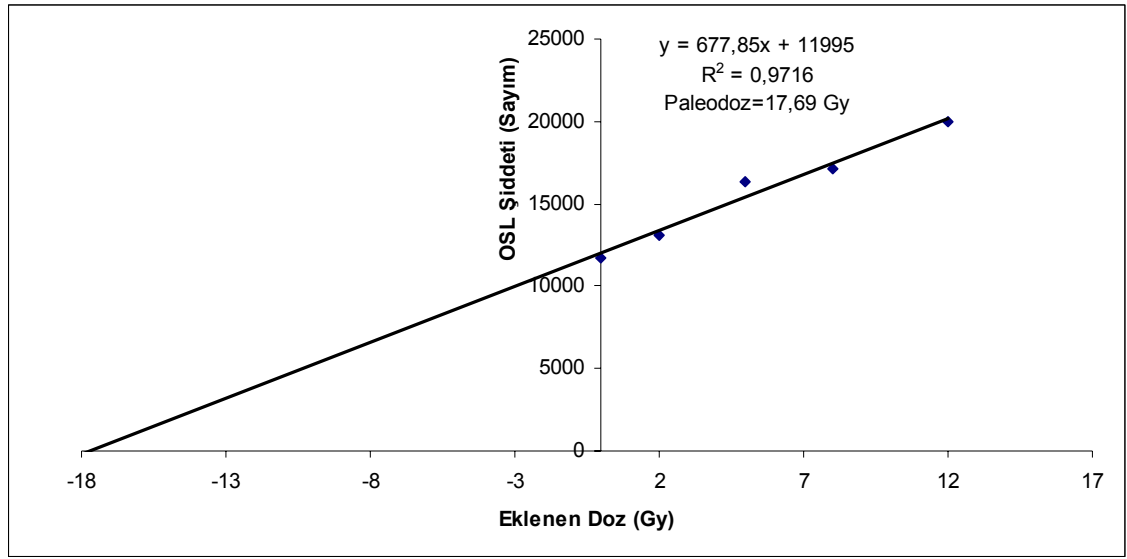
Şekil 4.24 SA2 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi



Şekil 4.25 Z1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi



Şekil 4.26 KM1 numunesinin SAR yöntemiyle belirlenen ortalama büyüme eğrisi



Şekil 4.27 KM1 numunesinin MAAD yöntemiyle belirlenen büyüme eğrisi

Çizelge 4.8 OSL ile belirlenen yaşlar

Numune kodu	Numunenin Yeri	SAR ile bulunan Paleodoz (Gy)	MAAD ile bulunan Paleodoz (Gy)	Yıllık Doz (mGy/yıl)	SAR ile bulunan yaşı (yıl)	MAAD ile bulunan yaşı (yıl)
NSB1	Nusaybin Kuruköy	---	7,55 ±0,38	3,42 ±0,18	---	2208 ±155
NSB4	Nusaybin Kuruköy	8,64 ±0,43	---	3,55 ± 0,18	2440 ±170	---
DZ4	Deyruzzaferan Manastırı	3,00 ±0,15	2,94 ±0,15	0,78 ± 0,04	3830 ±300	3765 ±295
MY1	Mor Yakup Kilisesi	2,87 ±0,14	2,73 ±0,14	2,04 ± 0,10	1406 ±100	1338 ±95
SA2	Savur Kapı Hamamı	11,96 ±0,71	14,00 ±1,00	1,04 ±0,05	11500 ±1000	13460 ±1210
Z1	Dara Mevkii Zindan	2,15 ±0,11	---	1,38 ±0,07	1560 ±110	---
KM1	Kasımiye Medresesi, su kanalı	18,4 ±1,1	17,7 ±1,1	1,92 ±0,10	9600 ±750	9220 ±720

4.10 Tuğla ve Seramik Parçalarının TLD Okuyucu ile Tarihlendirme Çalışmaları

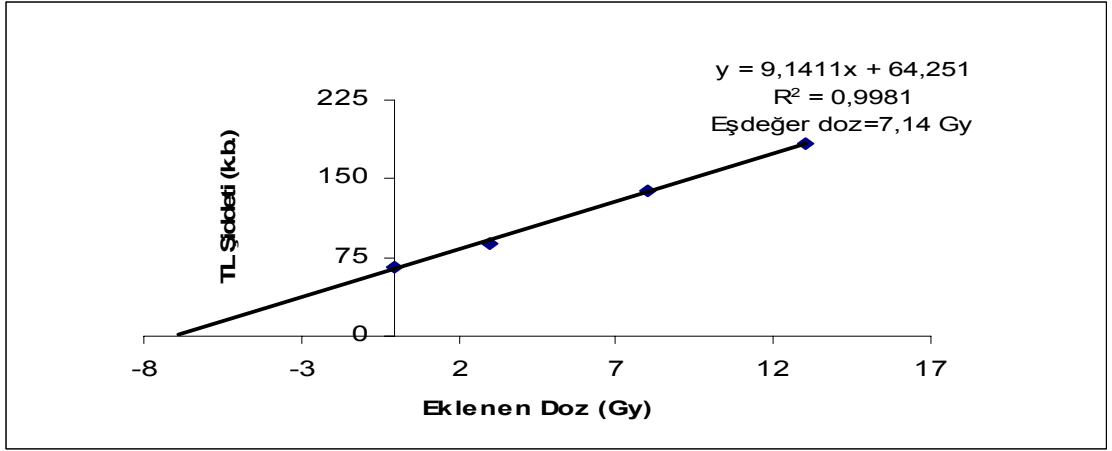
TL çalışmalarından önce deneyi etkileyebilecek faktörlerin olup olmadığını kontrolü için bir dizi deneyler yapılmıştır. Bu deneyler ilki; numunenin doğrudan platinyum

plançet üzerinde ve plançet üstünde alüminyum disk üzerinde TL okumalarının farklı olup olmadığının denenmesidir. Sonunda 10 derece civarında bir sıcaklık kaymasının gözlenmiştir. Bu sıcaklık kayma değeri dozimetrik bir çalışma olmadığından önemsenmemiştir. İkinci; kullanılan alüminyum disklerin doz kaynağıyla ışınlama neticesinde lüminesans sayımlarına katkısının olup olmayacağı kontrol edilmesidir. Bu amaçla birkaç alüminyum disk 5 Gy ışınlanarak zaman kaybetmeden TL okumaları yapıldığında gürültü TL sayımları beklenildiğinden yüksek ölçülmüştür. TL cihazının da plançeti 20 Gy ışınlanarak zaman kaybetmeden TL okumaları yapılmış ve alüminyum kadar olmasa da beklenmedik düzeyde yüksek gürültü TL sayımları alınmıştır. Buradaki amaç; ışınlanmış ve ışınlanmamış alüminyum disklerin arasında numunenin TL okumalarında farkının olup olmadığını araştırılmasıdır. Bu doğrultuda aşağıda aşamaları kısaca anlatılan deney hazırlandı. 1 cm çaplı ve 1 mm kalınlıkta temiz yüzeyli 60 tane alüminyum disk seçildi. Bu diskler ilk önce tartıldı. Bu tartımlar kütle normalizasyonunda kullanılmıştır. Sonra ilk 20 li grup hiç ışınlanmadı, sonraki 20 şerli grup 25 Gy ve sonraki 20 şerli grup 75 Gy ile ışınlandı Bu amaçla 2 kat katman kalınlıkta numuneler diskler üzerinde hazırlandı ve numuneler hiç ışınlanmadı. Işınlamadan sonra ne alüminyum diskler ne de hazırlanan numuneler ışık görmedi. 150 °C de 1 saniye bekledikten sonra 3 °C/s artışla 450 °C kadar disklerin TL okuması yapılmıştır. Isı (glow) eğrisinin altındaki tüm alan dikkate alınmıştır. Her disk ikişer defa okunmuş net alan hesaplanmıştır. Alüminyum diskler ile TL okumaları arasında birkaç gün süre bırakıldı.

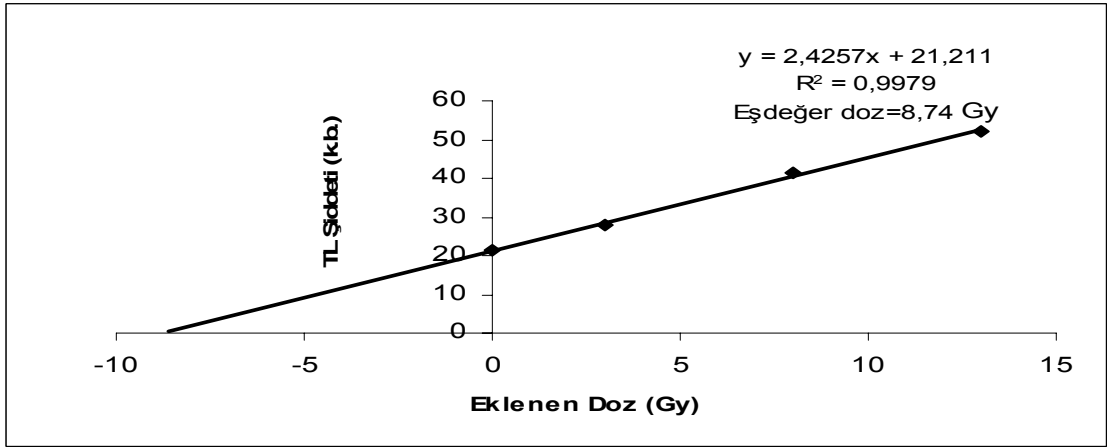
İki disk üzerinde numunenin bir kısmı düştüğünden üzerinde daha az miktarda numune olmasına karşın TL alanları sırasıyla $6,77 \times 10^6$ ve 6×10^6 birim ölçülmüştür. Bu değerler diğer 58 diskin ortalama TL değerinden ($7,8 \times 10^6$ birim) fazla sapma göstermemektedir. Hiç ışınlanmamış ilk 25 diskin ortalama TL net alanı $7,45 \times 10^6$ birim, 25 Gy ışınlanan disklerin ortalama TL alanı $8,05 \times 10^6$ birim ve 75 Gy ışınlanan disklerin ortalama TL alanı $7,79 \times 10^6$ birim ölçülmüştür. Bu ikinci küçük deneyden i) diskleri doğrudan ışınlamanın numunelerin TL okumalarında önemli ölçüde değiştirmedeği, ii) diskler üzerinde numune kalınlığının tüm yüzeyi kapatacak şekilde olması gerektiği çok ince katmanlı hazırlanan numunelerde disklerden de katkı gelebileceği sonucu çıkartılmıştır. Ancak BG 39 gibi bir filtre yardımıyla bu tür sorunlardan kurtulmak mümkündür.

Çünkü bu filtre en fazla lüminesans sayımlarımdan gelen fotonları geçirecek, metallere gelen kızılötesi bölgedeki fotonları engelleyecektir. Bunların sonucunda OSL okumalarında numune aynı numune hazırlama tekniği uygulanmıştır. TL okumalarında TL sayımlarının daha yüksek olması için Kesim 4.2 açıklanan işlemlerle numune hazırlanmıştır. Tek fark ince tanecikli ($\leq 20\mu\text{m}$) numuneler diskler üzerine asetonla çöktürme yapılarak yapılmasıdır.

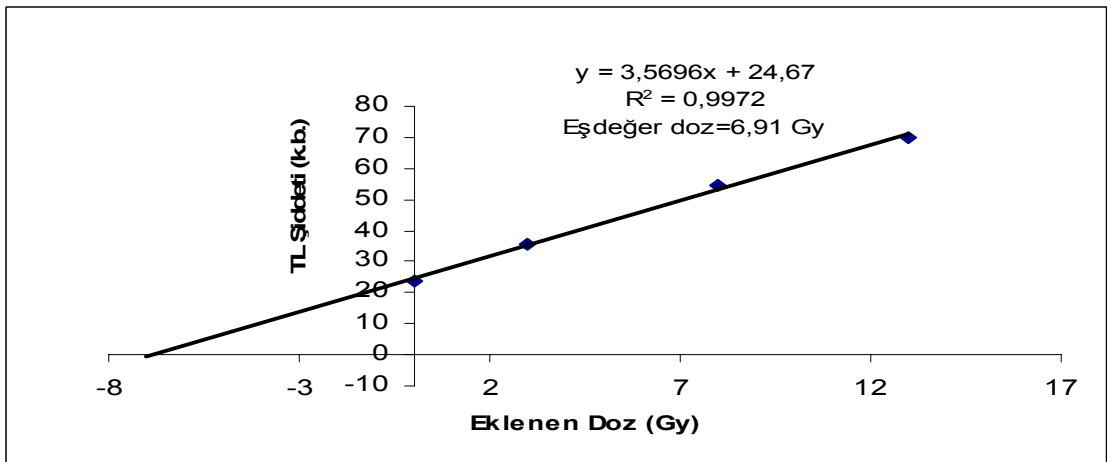
Üçüncü olarak TL okumalarında sıcaklık artış hızının belirlenmesidir. Literatürdeki çalışmalarda bu değer $2\text{ }^\circ\text{C/s}$ ile $20\text{ }^\circ\text{C/s}$ arasında değişmektedir. Yapılan denemeler sonucunda sıcaklık artış hızı $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ olarak belirlendi ve tüm okumalar bu okuma hızında gerçekleştirildi. NSB kodlu numunelerde okumalara $500\text{ }^\circ\text{C}$ kadar devam edildi. Düşük ısıtma hızlarında pik geniş, hızlı ısıtma hızlarında daha yüksek fakat dar çıkmaktadır. Ayrıca bu çalışmaların çoğunda azot gazı kullanılmaktadır. Ancak okuyucunun tarihleme çalışmalarında %99 saflıkta azot gazı kullanılarak okuma denemelerinde beklenmedik kötü sonuçlar alındı. Bu sebepten TL tarihleme okumalarında azot gazı kullanılmamıştır. Düşük doz değerlerinde TL ışın şiddetindeki artış doğrusal değilse paleodoz, eşdeğer dozdan bir miktar büyük olacaktır. Bunun böyle olup olmadığı doğal dozları okunan disklerin $400\text{ }^\circ\text{C}$ 'de fırında 2 saat tavlandıktan sonra artan dozlar vererek yeniden aynı parametreler ile TL okumasının sonuçlarıyla kontrol edilmelidir. NSB kodlu seramik parçalarında numuneler için supralineerlikten gelen düzeltme faktörü $0,84\text{ Gy}$ bulunmuştur. DZ1 kodlu tuğla parçası için bu değer $0,37\text{ Gy}$ bulunmuştur. Kesim 3.2 de açıklanan plato testi sonuçları NSB kodlu numuneler ve DZ1 kodlu numune için sırasıyla Şekil 4.29 ve 4.31'de gösterilmiştir. DZ1 numunesi için TL okumaları, yapay dozlamalardan bir gün sonra yapılmıştır. Okumalar $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ sıcaklık artış hızı ile $550\text{ }^\circ\text{C}$ kadar yapılmıştır. Herhangi bir ön ısıtma işlemi yapılmayıp plato testinden çıkan $290\text{ }^\circ\text{C}$ ile $410\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığındaki TL şiddetleri seçilip hesaplamalara katılmıştır. Deyruzzaferan Manastırının tabanında temeline ulaşmak için yapılan kazıda çıkan DZ1 kodlu numunenin polimineral TL tarihlendirmesi yapıldı.



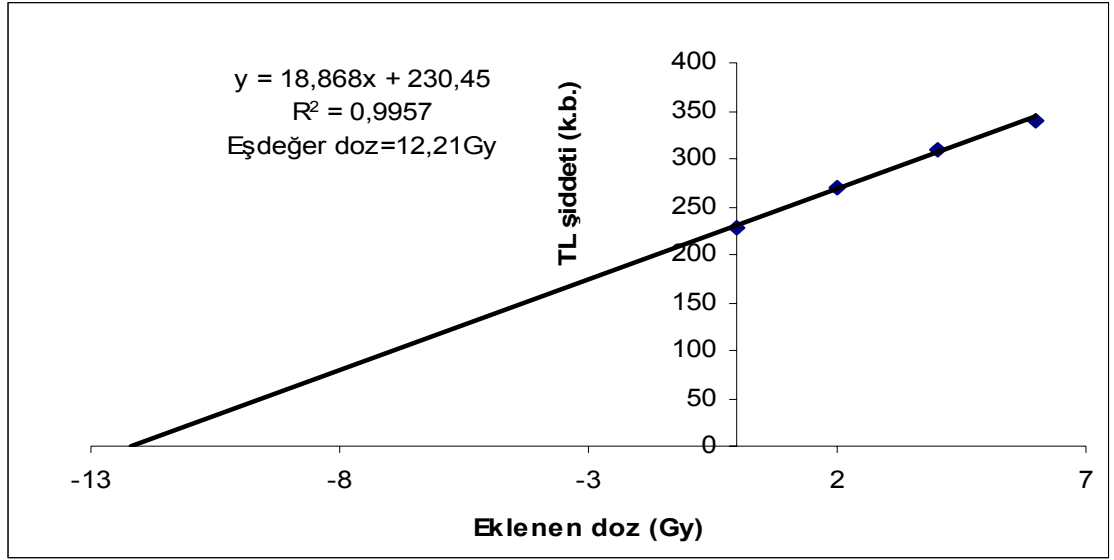
Şekil 4.28 NSB1 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi



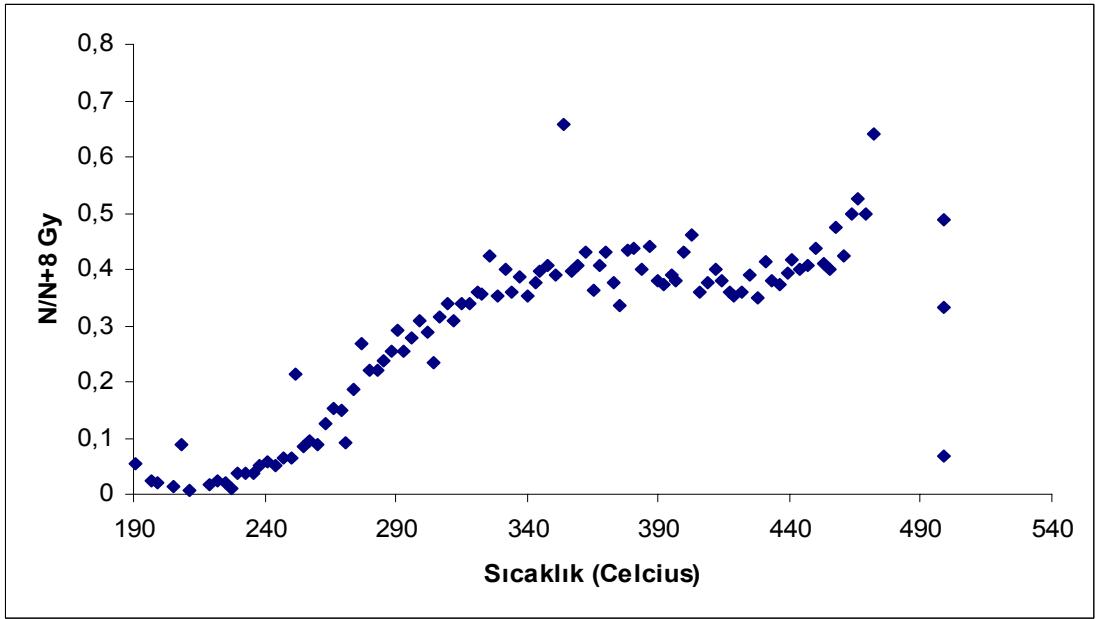
Şekil 4.29 NSB2 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi



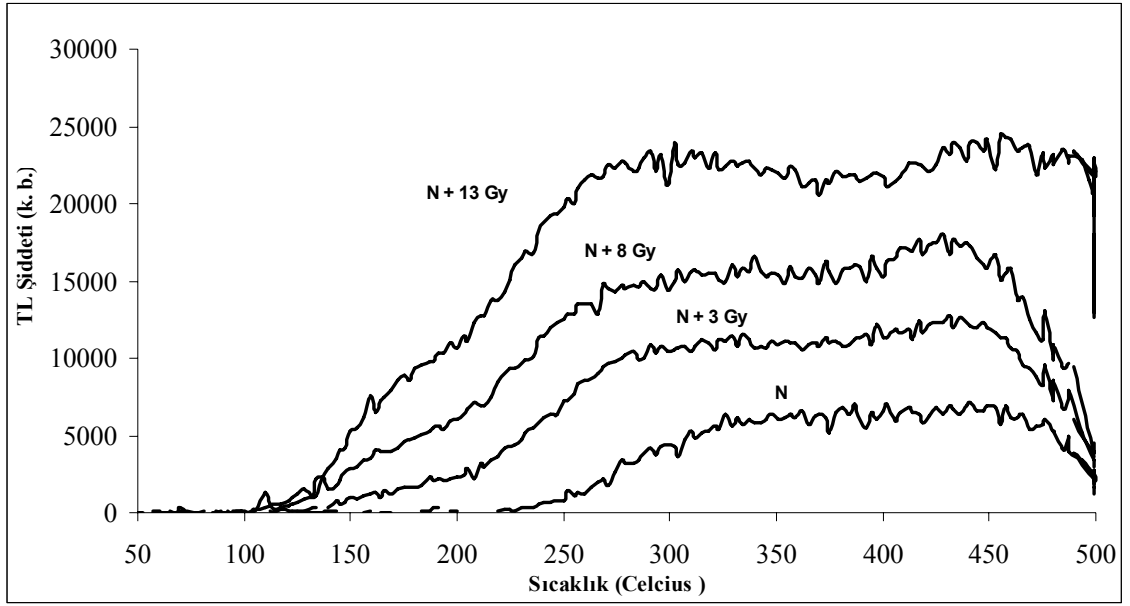
Şekil 4.30 NSB3 numunesinin 330 °C ile 450 °C arasında TL okumalarından elde edilen büyüme eğrisi



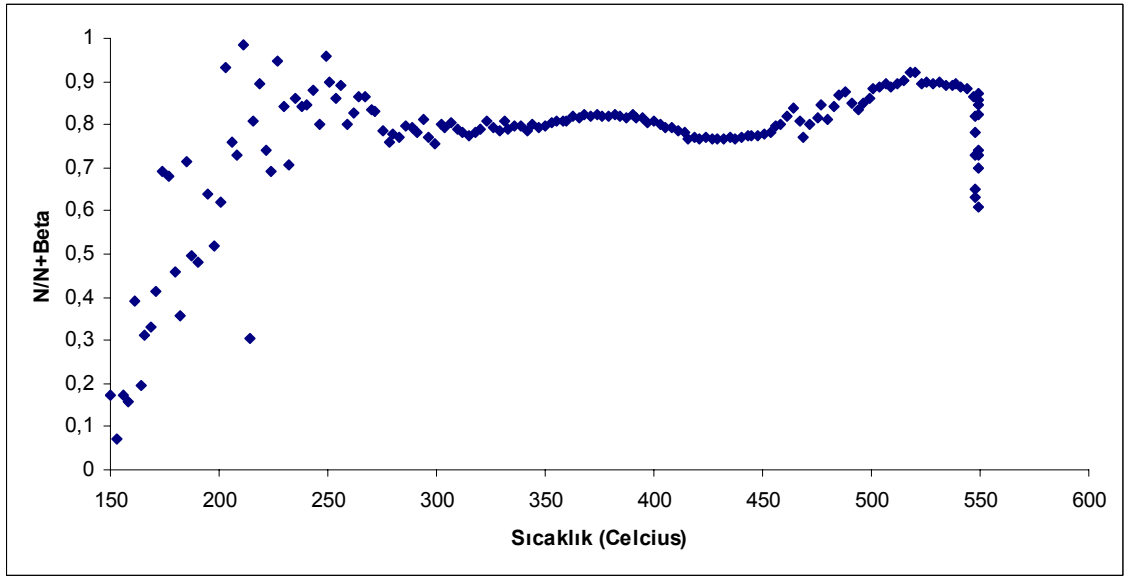
Şekil 4.31 DZ1 numunesinin 290 °C ile 410 °C arasında okumalardan elde edilen büyüme eğrisi



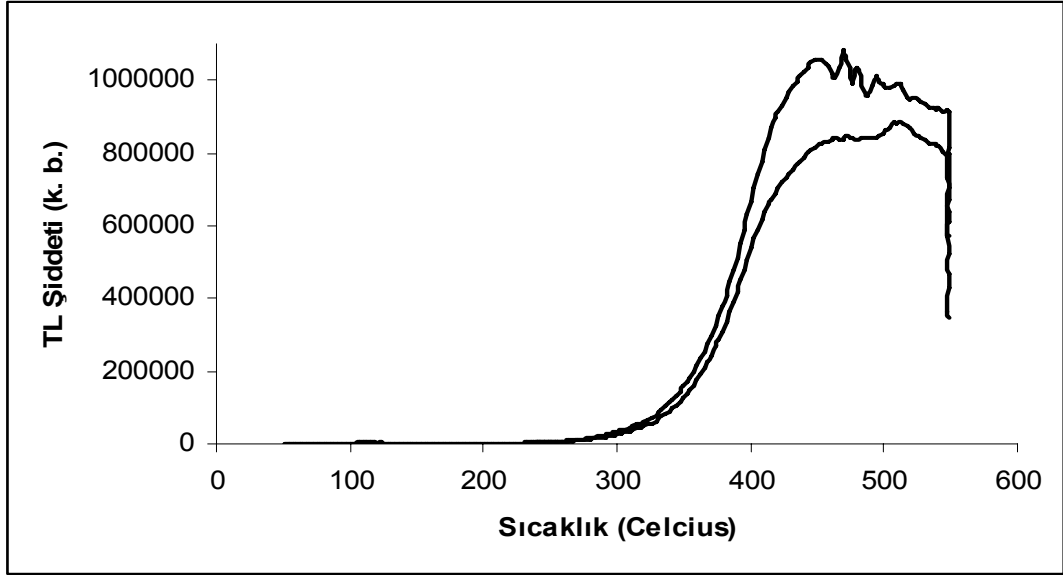
Şekil 4.32 NSB kodlu numuneler için plato testi deneyinden çıkan 330 °C ile 450 °C sıcaklık aralığındaki plato



Şekil 4.33 NSB2 kodlu numunenin gürültüsü çıkartılmış doğal ve ilave dozlu disklerin örnek TL ısıma (glow) eğrileri (5 °C /s)



Şekil 4.34 DZ1 kodlu numune için plato testi deneyinden çıkan 290°C ile 410 °C sıcaklık aralığındaki plato



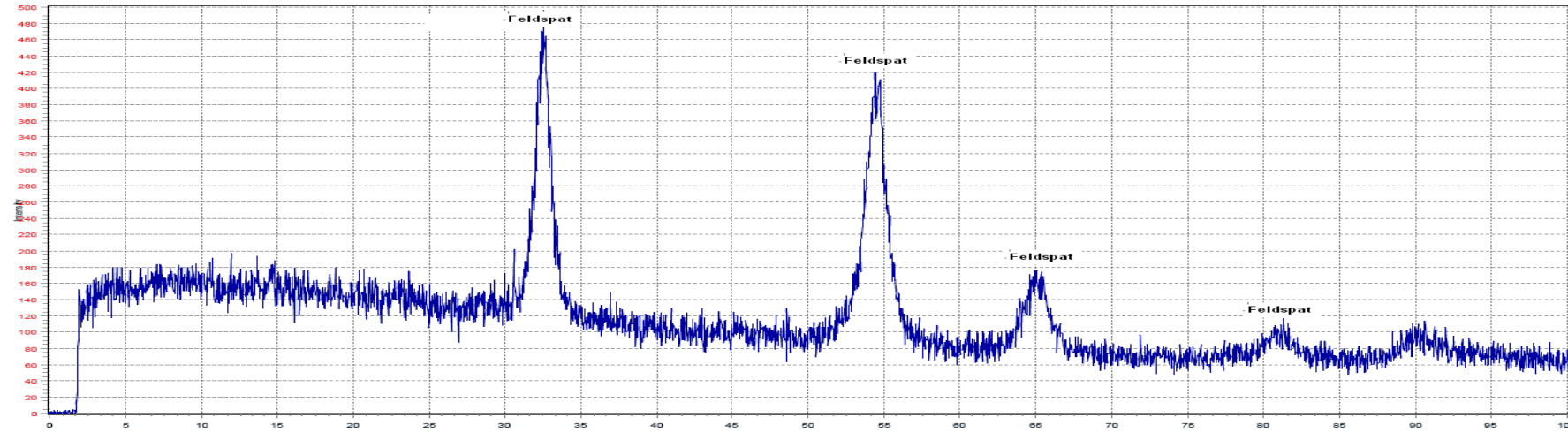
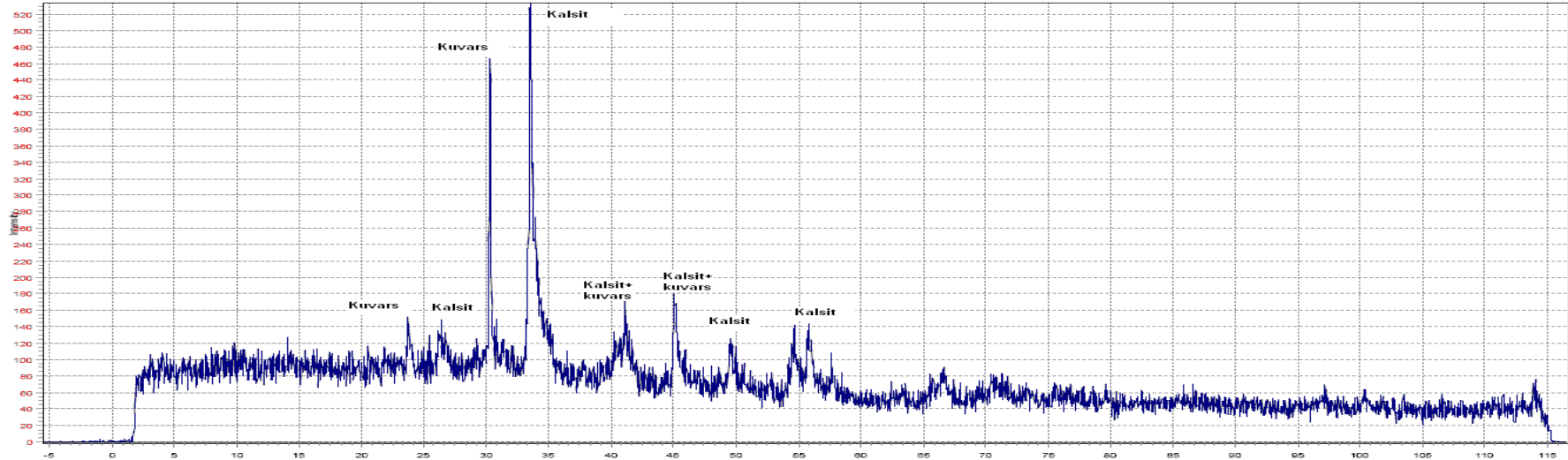
Şekil 4.35 DZ1 kodlu numunenin gürültüsü çıkartılmış doğal ve 10 Gy ilave edilmiş disklerin örnek TL ısı (glow) eğrileri (5 °C /s)

Çizelge 4.9 TL ile belirlenen yaşlar

Numune kodu	Numune Yeri	Paleodoz (Gy)	Yıllık Doz (mGy/yıl)	Bulunan yaş (yıl)
NSB1	Nusaybin Kuruköy	7,98 ±0,40	3,42 ±0,18	2333 ±169
NSB2	Nusaybin Kuruköy	9,58 ±0,48	3,73 ±0,20	2568 ±187
NSB3	Nusaybin Kuruköy	7,74 ±0,39	3,24 ±0,17	2389 ±172
DZ1	Deyruzzaferan Manastırı	12,58 ±0,70	3,50 ±0,18	3594 ±260

Deyruzzaferan’da kazıda çıkartılan çömlek parçaları arkeolog tarafından İslami döneme ait olduğu söylendiğinden tarihlendirilmemiş, yapı malzemeleri seçilmiştir. Ancak bu yapı malzemelerinden bazıları laboratuarda çalışmalar neticesinde tarihlenememiştir. X ışınları kırınımı (XRD) spektrumu çekilmiş içerisinde feldspat mineralinin çok az olduğu kuvars mineralinin bulunduğu anlaşılmıştır. Kuvars mineralinin kristal yapısındaki tuzakların yıllar içinde tümüyle dolduğu ilave dozlar ile TL şiddetlerinin artmadığı gözlenmiştir. Bununla birlikte yapay ışınlamada kullanılan beta kaynağının doz hızının ince tanecikli (≤ 20) feldspat minerali için geçerli olduğundan bu tür numunelerin tarihlenmesi bırakılmıştır. Bu tür numunelerin doğal OSL bozumun eğrileri de gözlenmemiştir. Ancak birkaç Gy ışınlama sonunda herhangi bir önısıtma işlemine

tutulmaksızın OSL okumalarında bozunum eğrisi gözlenmiştir. Böyle bir malzemenin içerisinde kızılötesi uyarmaya tepki veren çok az miktardaki feldspat mineralinin tuzaklarının sönüm neticesinde boşaldığı ve günümüze doğal dozu ulaştıramadığı düşünülmüştür. Çünkü yapay dozlamadan bir hafta sonra yapılan OSL okumalarında bozunum eğrisi gözlenmemiştir. Diğer malzemelerdeki feldspat mineralinin sıcaklığa bağlı olmayan anormal sönümünün %4 ün altında olduğu düşünülmüştür (Zink 2008). Şekil 4.28 de DZ4 kodlu toprak numunenin ve çoğunlukla kuvars minerali bulunduran ve tarihlendirilemeyen DZ2 kodlu tuğla numunesinin XRD spektrumları verilmiştir. DZ4 numunesini içeriğinde feldspat minerali çokça bulunmaktadır. Ancak asit işleminden geçmemiş DZ2 kodlu numunenin içeriğinde kuvars minerali ve kalsit bol miktarda bulunmaktadır. DZ4 numunesi ise %10 HCl ve %30 H₂O₂ asitlerinde 24 saat tepkime bitene kadar bekletilmiştir. Asitten geçmemiş numune içindeki kalsit yoğunluğu açıkça görülmektedir. %10 HCl asidi malzeme içindeki kalsiti giderdiğinden bu asit işleminin numune hazırlama önemini göstermektedir. DZ4 numunesi ise asitlerden geçirildiğinden OSL sayımlarının alınmasına engel olan kalsit içeriğinin büyük ölçüde ortadan kalktığı göstermektedir.



Şekil 4.36 DZ2 ve DZ4 numunelerinin XRD spektrum analizleri

5.TARTIŞMA ve SONUÇ

Lüminesans tarihlendirme çalışmalarında iki temel büyüklüğün ölçülmesi gerekmektedir. Bu çalışmada paleodoz OSL ve TL sistemleriyle, yıllık doz düşük seviye alfa sayıcısıyla ölçülmüştür.

Yıllık doz ölçümünde doz değerlerinin tüm gömü boyunca değişmediği kabul edilmiştir. Doğal radyoizotop zincir ana çekirdeklerinin (U ve Th) ve ürün çekirdeklerinin dengede bulunduğu düşünülmüştür. Deneysel hatalar içerisinde numune nem doyum ölçümünden ve toprak altında binlerce yıl boyunca nem miktarının aynı kalmamasından yıllık doz hesabına %5 civarında hata gelebileceği kabul edilmiştir. Numuneler ince taneciklerden oluştuğu için yıllık doz hesabında alfa zayıflatma katsayısı 0,15 olarak alınmıştır (Aitken 1985). Alfa sayımlarında kapalı ve açık sayımlar sonuçlarına göre önemli düzeyde radon gazı kaçıışı gözlenmemiştir. Bu sebepten yıllık doz hesabına etkisi çok azdır.

Nusaybin yer altı yerleşim alanındaki mezar odalarından getirilen NSB1 kodlu seramik parçasının OSL ve TL paleodoz değerleri sırasıyla $7,55 \pm 0,38$ Gy ve $7,98 \pm 0,40$ Gy bulunmuştur. Numunenin tanecik boyutu aynı olduğundan her ikisinde de yıllık doz değerleri ortaktır. Belirlenen yaş değerleri deneysel hata sınırları içerisinde örtüşmektedir. Harshaw TL okuyucusu esasında dozimetrik özelliği daha iyi olan numuneler için tasarlandığından bu sistemdeki hata değerleri daha yüksektir. Ancak TL okumalarında her ilave doz değeri için ölçülen okuma değerlerinin ortalamasından %10 sapan okuma değerleri dikkate alınmamıştır. Çalışmada TL sistemi ile paleodoz değerleri ortalama standart hata %8 civarındadır. OSL okumalarında okumalardan sonra okuma ekranında, her doz grubu için standart hata değerlerinin %1 ila %5 arasında değerler okunmaktadır. Çalışmada ise paleodoz ölçümlerinde hata üst sınır kabul edilmiştir. Yaş deneylerinde istatistiksel ve sistematik hatalar ortalama %8 civarındadır. Hata hesabına ilişkin ayrıntılar ekte verilecektir.

Nusaybin'deki yer altı mezarlarından getirilen tüm seramik parçalarının tarihi birbirine yakın olup günümüzden ortalama 2375 yıl öncesindeki Helenistik döneme işaret

etmektedir (Bartl 1993 ve Burney 1985). Malzemeyi getiren arkeolog uzmanlar tarafından yakınındaki kale duvarlarının, sütun parçalarının mimari yapısının Roma eserleriyle bezerlik gösterdiği ifade edilmiştir. M.Ö. 333 de Makedonyalı İskender bölgedeki saltanata son vermesiyle bölgenin kapıları Yunan kültürüne açılmıştır (Çelik 1993).

Mezar odalarından getirilen kemik parçalarının üzerine yapışan toprak malzemede (NSB4) laboratuarda özenle çıkartılmış ve OSL tarihlendirilmesi yapılmıştır. Bu malzeme az olduğundan SAR protokolü izlenmiş. Deney üç kez tekrarlanmış paleodoz değerleri 8,82; 8,67 ve 8,42 Gy ölçülmüştür. Bu değerler %5 lik paleodoz hata payı içerisindedir. Bu numuneye ait yıllık doz değeri ise 3,55 mGy dir ve hesaplanan yaş değeri günümüzden 2440 ±170 yıl öncesine karşılık gelmektedir. Yani aynı yerden çıkartılan seramik parçalarının yaşlarına çok yakındır. Böylelikle organik malzemelerin gömü zamanı kendisine yapışan toprağın OSL yaşlandırılmasıyla bulunabilir. Çünkü bu durumlarda çıkan seramik parçalarının imalat tarihi, mezarın kapatılma tarihine çok yakındır. Bu sonuç antik mezarlar içerisinde organik materyal bulunmadığında kemiğin etrafındaki toprağın OSL yaşlandırılmasıyla mezarın kapatılma tarihinin bulunabileceği anlamına gelmektedir. Bu, numune hazırlama tekniklerinin ve OSL okuma sistemlerinin tasarımındaki ilerlemelerle ulaşılabilecek daha küçük zaman dilimleri için yaşlandırmayı mümkün kılmaktadır. Bu sitede ölçülen ortalama yıllık doz değeri 3,45 mGy dir. Ortamın yıllık doz değerleri dolaylı olarak ölçülmüştür. Yani siteye TLD çipleri yerleştirilememiştir. Getirilen numunelerin bir kısmı alfa sayımları için ayrılmıştır. Alfa sayımlarından U ve Th ayırımı yapan sayıcının sayım değerlerinden beta ve gama katkıları da hesaplanabilmiştir. Toprakta gama katkısı kendisinin kuşatan toprağın gama katkısıyla aynı olduğu varsayılmıştır. Seramik ve tuğla parçaları çok büyük olmadıklarından yıllık doza gama ışını katkısı gömülü olduğu topraktan da hesaplanmıştır. Örneğin DZ1 için yıllık doza gama katkısı kendisinden gelen 1 mGy olmayıp, çevresindeki toprağın hesaplanan gama doz değeri 0,45 mGy katılarak yıllık dozu bulunmuştur. Dolayısıyla tuğla ve seramik parçalarının tarihlemesinde çevresinden toprak alınmalı ve seramik parçasının kalınlığına göre gama doz bileşeni hesaplanmalıdır. Kozmik radyasyonun yıllık doza katkısı, malzemenin alındığı

konumun üzerindeki taş ve toprak kalınlığına göre, yılda ortalama 150 μGy olarak kabul edilmiştir.

Toprak malzemelerin OSL tarihlemesinde temel şart, gün ışığında birkaç saat içinde kolaylıkla üzerindeki jeolojik dozu sıfırlamasıdır. Tüm toprak malzemelerin SAR protokolü ile tarihleme adımlarında bir saat gün ışığına bırakılmıştır. Bunun dışında deney sonunda tabletlere birkaç Gy doz verilip gün ışığında bir saat bekletildiğinde lüminesans sayımları alınmamıştır. Bu, numunelerin jeolojik doz kalıntılarının olmadığını göstermektedir. Ayrıca numune hazırlama esnasında numunelerin düşük şiddette kırmızı ışık altında birkaç tutulmasının lüminesans sayımlarının azaltmadığı belirlenmiştir.

Paleodoz ölçümlerinde kararsız tuzakların bir önısıtma işlemiyle boşaltılması gerekmektedir. Numuneden numuneye ön ısıtma sıcaklığı 200 $^{\circ}\text{C}$ ile 230 $^{\circ}\text{C}$ arasında değişmektedir. Süreler ise 4 ile 20 dakika arasında değişiklik arz etmektedir. Belirlenen bu sıcaklık ve süredeki önısıtmaların kararsız tuzakları boşaltmada yeterli olmuştur.

Normalizasyon işlemi numune tabletlerinin özdeş hazırlanmamasından kaynaklanan ve MAAD protokolünde her tablet ait katsayılarından oluşmaktadır. Numunelerin doğal dozlarını etkilediği azalttığı gözlenmiş ve normalizasyon katsayıları, tüm tarihleme okumaları bitirildikten sonra tüm tabletlere 5 Gy verilmiş, bir gün sonra yapılan 110 saniye OSL okuma değerleri üzerinden hesaplanmıştır. Böylelikle yaş hesaplarındaki olası yaş azalmasının önüne geçilmiştir. TL okumalarında ağırlık normalizasyonu ve bir şekilde grup içinde TL şiddetleri ortalamadan %10 dan fazla sapanlar hesaplamadan çıkarılmıştır. Bu sebeple TL okumalarında her bir grup için dört beş tablet hazırlanmıştır.

Deyruzzaferan Manastırında temelinden alınan toprak numunesinin SAR ve MAAD protokollerinden bulunan yaş değerleri kazıdan çıkartılan sırasıyla günümüzden 3830 ± 300 ve 3765 ± 295 yıl öncesine karşılık gelmektedir. Sonuçlar hata sınırları içerisinde örtüşmektedir. Benzer durum diğer sitelerden alınan toprak numunelerde de geçerlidir. İzlenen protokollerden bağımsız olarak bulunan yaşlar birbirine çok yakın çıkmıştır. Bu

sonuç tarihlendirmede, her iki protokolün üstün ve dezavantajlı durumlarına göre deneysel kolaylıklar sağlar.

Tarihlendirmede çalışmalarında malzemenin ne şekilde alındığının çok önem olduğu anlaşılmıştır. Örneğin Savur Kapı Hamamından alınan toprak malzemelerin uygun yerlerden alınmaması binanın inşa tarihinden (M.S.1176) çok daha eskilere tarihlendirilmiştir. Numune gün ışığında birkaç saatte sıfırlanabilmesine karşılık yüksek bir paleodoz bulunmuştur. Bu, temeli sıradan taşlarla şekillenmiş bir yapıdan malzemenin temel taşından mı yoksa oradaki herhangi bir taş çevresinden mi alınmış olabildiğini belirsizliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı şekilde Kasimiye Medresesinin (M.S.1469) su kanalına girilerek iç duvarların yumuşak kısımları kazınarak alınan malzemelerin, hemen bitişiğindeki yapının tarihi ile uygunluk göstermektedir. Su kanalının yapımı sırasında o günkü kazma aletleriyle açılan tünel yolunun duvar içinden alınan toprağın yeterince ışık görmediği ve jeolojik dozunun sıfırlanmadığı düşünülmüştür.

Kesme taşlardan yapılan binaların tarihinde bu beklenmedik büyük yaşlar görülmemektedir. Dara mevkiinde halk arasında zindan denilen yaşı bilinmeyen yapı, büyük kesme taşlardan yapılmıştır. Yapının inşa tarihi M.S. 448 ±110 çıkmaktadır. Dara şehri Persler tarafından M.S. 442 tarihine kadar gelişmeler olmuş, sonrasında 100 sene boyunca Romalılar tarafından yeniden inşa edilmiştir. OSL tarihlendirmesi sonucu, bu yapının da o sıralar gelişme ve yenilenme sonucu inşa edildiği düşündürmektedir. Ayrıca bu yapının hemen yakınında şehrin su ihtiyacını sağlayan bir su sarnıcı vardır. M.S.506 tarihinde inşa edilen sarnıcın günümüzde tavanının büyük kısmı yıkılmıştır. Arazi çalışmalarında sarnıçtan da inşa malzemesi alınmış, ancak tuğlaya çok benzer olan malzemenin, düzgün kesilmiş taşlar oldukları anlaşılmıştır. Zindan denilen yapının su sarnıcı ile aynı dönemde yerden aşağıya doğru sağlam bir şekilde inşa edildiği sonucu çıkartılmıştır.

Deyruzzaferan Manastırının 5. y.y.dan bu yana Süryani toplumunun bir din merkezi olagelmiştir. Manastırının mutfak bölümünden alınan tuğla parçasından hazırlanan numuneler üzerinde ne OSL ne de TL okuyucuyla doğal doz ölçülebilmıştır. Bu, şu

ihtimalleri ortaya çıkarmaktadır. Malzeme geçen yüzyıllarda mutfak bölümünde ateşe yakın kullanılmış olabilir. İçeriği dozu biriktirmeye uygun olmayabilir. Bu malzemenin verileri çalışmaya katılmamıştır. Manastırın bodrum katındaki taş döşeli zemine kadar inilen küçük çaplı kazıdan çıkan tuğla parçalarından birinin (DZ1) TL tarihleme sonucu günümüzden 3594 ±260 yıl öncesine işaret etmektedir. Bu tarihi destekleyecek şekilde yine aynı kazıda, iç yan duvardaki büyük kesme taşların ara boşluğundan çıkarılan toprağın OSL sonucu, günümüzden 3880 ±300 yıl öncesine işaret etmektedir. Bu iki tarihin birlikte düşünülmesi yapının M.Ö. 19. y.y. civarından kalmış olduğu fikrini uyandırmaktadır.

Nusaybin ilçesinde sınırda yer alan Mor Yakup kilisesinin M.S. 7. y.y. da inşa edildiğini veya tadilat gördüğü sonucuna varılmıştır. Zamanında fen ve dini ilimlerin öğreniminin verildiği bir okul olarak faaliyet gösteren kurum birkaç yapıdan müteşekkildi. Günümüzde sadece bodrumunda mezar bulunan ana yapı ayakta kalmıştır. Tarihlendirme, manastırın ikinci parlak döneminde tadilat geçirdiğine işaret etmektedir. Manastırın kurucusunun ölüm tarihinden (M.S.338) yaklaşık 300 yıl sonra yapının duvarlarının yenilendiği sonucuna varılmıştır. Girişteki üst katta, 3 metre boyunda taş kapılar vardır. Kapı taşların üzerindeki işlemler yapının Roma dönemine ait olduğunu kanıtlamaktadır. Roma İmparatorluğunun doğuda uzandığı son topraklarda yer alan yapının giriş üst katının 6. y.y ın sonlarında veya 7. y.y.ın başlarında elden geçirildiğine işaret etmektedir. Bir ana kubbeyi destekleyen yarım kubbelerin ve büyük taş kapıların bulunduğu üst kat yenilenirken bodrum katının duvarları da kuvvetlendirilmiş olması muhtemeldir.

TL çalışmalarında doğal dozun düşük olduğu durumlarda numuneyi belli bir süre %10 luk HF asidinde bekletmek lüminesans sayımlarını artırıcı yönde etkilemektedir. Sayım değerlerinin artması da istatistiksel hataları azaltmaktadır. Tarihleme çalışmalarından önce malzemenin XRD spektrum analizi ile lüminesansa duyarlı minerallerinin varlığı kontrol edilmesinde yararlı olacaktır. Lüminesans tarihlendirmede malzemelerin mineral içeriği ve alındığı konum önem taşımaktadır. İleri bir çalışma olarak U, Th ve K⁴⁰ miktarları germanyum yarı iletken detektörlerle belirlenerek yıllık dozdan gelen hata azaltılabilir.

KAYNAKLAR

- Adamiec, G. and Aitken, M.J. 1998, Dose-rate Conversion factors:Update,Ancient TL, Vol.16,37-50.
- Aitken, M.J. 1985. Thermoluminescence dating. Academic Press, 351 s., England.
- Aitken, M.J. 1998. An introduction to optical dating. Oxford University Press, 267 s.,
- Aitken, M.J., Zimmerman, D.W. and Fleming, S.J. 1968. Thermoluminescent Dating of Ancient Pottery, Nature,Vol.219,442-446.
- Aitken, M.J., Zimmerman D.W.and Fleming, S.J.1968. Thermoluminescent Dating of Ancient Pottery. Nature, 219, 442- 445.
- Akyüz, G.1998. Nusaybin'deki Mor Yakup Klisesi ve Nusaybin Okulu. Kırklar Klisesi Yayını, 45 s., Mardin.
- Atlıhan M.A. and Meriç, N, 2008. Luminescence dating of a geological sample from Denizli, Turkey. Applied Radiation and Isotopes, 66, 69-74.
- Bartl, K. 1993. Some Remarks on the Early Iron age in Eastern Anatolia. Anatolica, 21: 205-212.
- Bos, A.J.J. 2007.Theory of Thermoluminescence. Radiation Measurement, 41, 45-56.
- Botter- Jensen, L., 2000.Development of Optically Stimulated Luminescence Techniques using Natural Minerals and Ceramics, and their Application to Retrospective Dosimetry. Doktora Tezi. Risø National Laboratory,186 s.,Roskilde
- Burney, C.A. 1958. Eastern Anatolia in the Chalcolithic and Early Bronze Age. Anatolia Studies, 30, 157-167.
- Çelik, M. 1993. Süryani Tarihi. Ayraç Yayınevi,350 s., Ankara.
- Gelian, G., Bin, X. and Shunsheng,L.2006. Study on feldspar thermoluminescence spectra and its luminescence dating implication. Nuclear Inst. and Methods in Phys. Research B, 251, 143-147.
- Huntley, D.J., Hutton, J.T. and Prescott, J.R. 1993. Optical dating using inclusions within quartz grains.Geology, 21, 1087-1090.
- Huntley, D.J., Hutton, J.T. and Prescott, J.R.1994. Further thermoluminescence dates from the dune sequence in tehe southeast of Austrail. Quaternary Science Re, 13, 201-207.

- Jain, M. and Singhvi, A.K. 2000. Limits to depletion of blue-green light stimulated luminescence in feldspars: implications for quartz dating. *Rad. Meas.*, 33, 883-892.
- Kuzmin, Y.V., Hall, S., Tite, M.S., Bailey, R., O'Malley, J.M. and Medvedev, E.V. 2001. Radiocarbon and thermoluminescence dating of the pottery from the early Neolithic site of Gasya (Russian Far East): initial results. *Quaternary Science Reviews*, 20, 945-948.
- Leung, P.L., Qiang, T., Li, M. and Zhang, C. 2005. The preliminary application of OSL in comparison with TL for authentication of ancient Chinese bricks. *Radiation Measurements*, 40, 1-4.
- Ollerhead, J., Huntley, D.J. and Berger, G.W. 1994. Luminescence dating of sediments from Buctouche Spit, New Brunswick. *Canadian Jour. Earth Sci.*, 31, 523-531. Oxford.
- Özçoşar, İ. 2007. 19. Yüzyılda Mardin Süryanileri. *Beyan Yayınları*, 480s., İstanbul.
- Roque, C., Guibert, P., Vartanian, E. and Bechtel, F. 2002. The Chronology of The Neolithic Sequence at Dikili Tash, Macedonia, Greece: TL Dating of Domestic Ovens. *Archaeometry*, 44, 613-633.
- Spooner, N.A., Aitken, M.J., Smith, B.W., Franks, M. and McElroy, C. 1990. Archaeological dating by infrared-stimulated luminescence using a diode array. *Radiation Protection Dosimetry*, 34 (1/4), 83-86.
- Spooner, N.A., Aitken, M.J., Smith, B.W., Franks, M. and McElroy, C. 1990. Archaeological dating by infrared-stimulated luminescence using a diode array. *Radiation Protection Dosimetry*, 34, 83-86.
- Watanuki, T. and Tsukamoto, S. 2001. A comparison of GLSL, IRSL and TL dating methods using loess deposits from Japan and China. *Quaternary Science Reviews*, 20, 847-851.
- Wintle, A.G. 1997. Luminescence dating: Laboratory procedures and protocols. *Radiation Measurement*, 27, 769-817.
- Zimmerman, D.W. 1967. Thermoluminescence from Fine Grain from Ancient Pottery. *Archaeometry*, 10, 26-28
- Zink, A. 2008. Uncertainties on the luminescence ages and anomalous fading. *Geochronometria*, 32, 47-50.
- Zhou, L.P. and Andel, T.H. 2000. A Luminescence Dating Study of Open-Air Palaeolithic Sites in Western Epirus, Greece. *Journal of Archaeological Science*, 27, 609-620.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Mehmet KOŞAL
Doğum Yeri : Kalecik
Doğum Tarihi : 01.05.1971
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Yenimahalle Endüstri Meslek Lisesi (1988)

Lisans : Atatürk Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü
(1993 Şubat)

Yüksek Lisans : Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim
Dalı (2001)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Harran Üniversitesi 1993- 1999
Ankara Üniversitesi 2002

Yayımları

Makaleler (SCI ve diğer) ve Sunumlar:

1. Niyazi Meriç, **Mehmet Koşal**, M. Altay Atlıhan, Ülkü Rabia Yüce. OSL properties of anthropological bone and tooth. Radiation Physics and Chemistry, (2008); 77/6 pp. 685-689,
2. Niyazi Meriç, M. Altay Atlıhan, **Mehmet Koşal**, Ülkü R. Yüce and Aykut Çınaroğlu. Geochronometria (kabul edildi).
3. Niyazi Meriç, M. A. Atlıhan ve **M. Koşal**. 2006. Optik Uyarımlı Lüminesansın İnorganik Materyallerin Tarihlendirilmesinde Kullanımı. Adli Bilimler Dergisi, 5(3), 29-33.
4. **Mehmet Koşal**, Süleyman Bozdemir, MOS Yapılarda SiO₂'nin kompleks dielektrik sabitinin frekansa bağlı değişiminin C-V ölçüm yöntemiyle belirlenmesi, Ç.Ü. Fen Bilimleri Dergisi cilt 11 sayı 1, 2000.
5. Mehmet Altay Atlıhan, **Mehmet Koşal**, Niyazi Meriç. The Determination of Equivalent Dose And Annual Dose in Geological Samples. Özetler Kitabı, Nükleer Bilimler ve Uygulamaları IV. Avrasya Konferansı, 31 Ekim- 3 Kasım 2006, Bakü, Azerbaycan.

6. **M. Koşal**, N. Meriç. Mardin'deki Bazı Tarihi Yapılardan Alınan Örneklerin Lüminesans Yöntemlerle Yaş Tayini. Özetler Kitabı, Avrasya Konferansı, 28- 30 Eylül 2009, Bodrum.

7. **M. Koşal**, N. Meriç. The Determination of Equivalent Dose And Annual Dose in Archaeological Sherds. Özetler Kitabı, Nükleer Bilimler ve Uygulamaları IV. Avrasya Konferansı, 31 Ekim- 3 Kasım 2006, Bakü, Azerbaycan

8. N. Meriç, **M. Koşal**, M. A. Atlıhan. İyonize Radyasyonla Işınlanan Organik Maddelerin (Kemik, İlik, Diş vb) Lüminesans Tepkisi. Özetler Kitabı, V.Anadolu Adli Bilimler Kongresi, 8-10 Eylül 2006, Samsun.

Çalıştığı Projeler:

1. Pamukkale Fayı Kocedere Hendeğindeki Farklı Deprem İzlerinin Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL) Yöntemiyle Tarihlenmesi, 20060745041-**BAP**, A.Ü.,2007.

2. Anadolu Medeniyetleri Müzesindeki bazı tabletlerin tarihlendirilmesi, 2005K120140-**BİYE**P.