



T.C.

**BATMAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Cizre Kalesi Kazılarında Ele Geçen 12.-14.
Yüzyıla Ait Bir Grup Sırlı Seramiğin
Arkeometrik Karakterizasyonu**

İzzeddin CAN

YÜKSEK LİSANS

Arkeometri Anabilim Dalı

**Mayıs-2019
BATMAN
Her Hakkı Saklıdır**

TEZ KABUL VE ONAYI

İzzeddin CAN tarafından hazırlanan **Cizre Kalesi Kazılarında Ele Geçen 12. Ve 14. Yüzyıla Ait Bir Grup Sırlı Seramiğin Arkeometrik Karakterizasyonu** adlı tez çalışması 02/05/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Batman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Arkeometri Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Doç. Dr. Mahmut AYDIN

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Murat BAYAZIT

Üye

Dr. Öğr. Üyesi Uftade MUŞKARA

İmza



Yukarıdaki sonucu onaylıyorum.



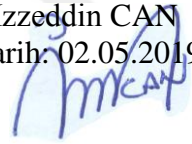
TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

İzzeddin CAN
Tarih: 02.05.2019



ÖZET

YÜKSEK LİSANS

Cizre Kalesi Kazısında Ele Geçen 12.-14. Yüz Yıla Ait Bir Grup Sırlı Seramiğin Arkeometrik Karakterizasyonu

İzzeddin CAN

**Batman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Arkeometri Anabilim Dalı**

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Murat BAYAZİT

2019, 131 Sayfa

Jüri

Dr. Öğr. Üyesi Murat BAYAZİT

Doç. Dr. Mahmut AYDIN

Dr. Öğr. Üyesi Uftade MUŞKARA

Bu tez çalışmasında Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde Cudi ve Gabar Dağ sıralarının kesiştiği alanın güneyinde ve Dicle Nehri'nin güney kıyısında yer alan ve bilimsel danışmanlığını Prof. Dr. Gülriiz Kozbe'nin yapmış olduğu Cizre Kalesi kazısında (Şırnak, Cizre) ele geçen 12. ve 14. yüzyıllara tarihlenen 25 adet temsili seramik numunesinin arkeometrik incelemesi yapılmıştır. Bu amaçla, numunelerin karakterizasyonunda XRD (X-ray Difraksiyon), portatif X-ışını floresans (p-XRF) spektroskopisi, petrografi, SEM/EDX (taramalı elektron mikroskobu/enerji saçınımlı X-ışını spektroskopisi), FTIR (Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi) ve TG-DTA (Termogravimetri-Diferansiyel termal analiz) yöntemleri kullanılarak seramiklerin üretim özelliklerinin belirlenmesi hedeflenmiştir.

Elde edilen sonuçlar ışığında seramiklerin kimyasal ve mineral/faz içerikleri belirlenmiş ve üretim teknolojileri hakkında öngörülerde bulunulmuştur. Seramik bünyelerin çoğunda genel olarak yüksek miktarda saptanan CaO miktarı ve mineralojik içerik olarak belirlenen kalsit ve/veya yüksek sıcaklık mineralleri (piroksen, gehlenit) bu örneklerin kalkerli hammadde ile üretildiğine işaret etmiştir. XRD analizinde belirlenen mineral ve fazlar örneklerin (tüm örnek seti dikkate alındığında) 700-950°C'de pişirildiklerini ve çoğunlukla bu aralığın 900°C dolaylarında olduğunu göstermiştir. Yeterli büyüklükteki bazı temsili seramiklerdeki renklendiricilerin belirlenmesi amacıyla kullanılan portatif XRF analizinde elde edilen sonuçlar seramiklerdeki yeşil ve mavi renkleri veren elementlerin sırasıyla bakır ve kobalt olduğuna işaret etmiştir. Ayrıca, sarı/kahve/zeytin yeşili tonlarının oluşumunda demir içeriğinin etken olduğu ve sırların genel olarak yüksek kurşun içerdiği saptanmıştır. FTIR ve TG-DTA analizleri ile belirlenen birincil ve ikincil kalsit içerikleri XRD sonuçlarını teyit edici olarak arkeometrik yorumlamaya katkı sağlamıştır. TG-DTA analizinde 950-1000°C'den sonra görülmeyen (veya ihmal edilebilir düzeydeki) entalpi değişimleri pişirim sıcaklığının bu aralıkları geçemediğini göstermiştir. Buna paralel olarak, SEM-EDX analizinde elde edilen veriler de seramiklerde vitrifikasyonun çok belirgin olmadığına işaret etmiştir. Ayrıca mikro düzeyde yapılan incelemelerde temsili bazı örneklerdeki bünye-astar-sır ara yüzeylerinin mikro yapısal ve mikro kimyasal özellikleri belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Arkeometri, Sırlı Seramik, Cizre Kalesi (Şırnak)

ABSTRACT

MS

Archaeometric Characterization of a Group of Glazed Ceramics (12th-14th century) from Cizre Castle Excavations

İzzeddin CAN

**THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF
BATMAN UNIVERSITY
ARCHAEOOMETRY DEPARTMENT**

Advisor: Asst.Prof.Dr. Murat BAYAZİT

2019, 131 Pages

Jury

**Asst.Prof.Dr. Murat BAYAZİT
Assoc. Prof. Dr. Mahmut AYDIN
Asst.Prof.Dr. Uftade MUŞKARA**

In this thesis, an archaeometric investigation of 25 representative ceramic (tile) samples (12.-14. century) uncovered from Cizre Castle archaeological excavations (located in the south of the Cudi-Gabar mountain ranges in southeastern Anatolia and south coast of the Tigris River, Şırnak/Cizre, Turkey), which were carried out under the scientific consultancy of Prof. Dr. Gülriş Kozbe, has been realized. For this purpose, it was aimed to determine the production features of the ceramics using XRD (X-ray diffraction), p-XRF (portable X-ray fluorescence spectrometer), petrography, SEM-EDX (scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectrometer), FTIR (Fourier transformed infrared) spectrometer and TG-DTA (thermogravimetric-differential thermal analysis) in characterization process.

In the light of the obtained results, the chemical compositions and mineral/phase contents of the ceramics were identified, and predictions regarding the production technologies of the samples were made. The high amounts of CaO and calcite and/or high temperature minerals (i.e. pyroxene, gehlenite) determined for most of the tile fabrics indicated that such ceramics would have been produced from calcareous raw materials. Taking into account the whole sample set, the mineral and phases identified through the XRD analysis suggested a firing temperature range of 700-950°C, but particularly around 900°C in general. The results obtained by portable XRF, which was employed in order to examine the coloring agents in some of the representative samples having sufficient sizes, indicated that the elements providing the colors of green and blue were copper and cobalt, respectively. Additionally, it was seen that iron was effective in generation of the colors of yellowish, brown and/or olive drab, and the glazes had high lead content in general. Confirming the XRD data, the primary and secondary calcite identified through the FTIR and TG-DTA analyses have contributed to the archaeometric assessment. The absence (or ignorable effects) of enthalpy changes after 950-1000°C suggested that the firing temperature could not exceed this range. Likewise, SEM-EDX results indicated that the vitrification was not so evident in the micro structures of the samples. Additionally, the micro structural and micro chemical features of the fabric-slip-glaze interlayers were examined for some of the representative samples in micro-scale investigation.

Keywords: Archaeometry, Glazed Ceramics, Cizre Castle (Şırnak, Turkey)

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca tecrübe ve bilgilerini paylaşan, kullandığı her kelimenin hayatıma kattığı önemi asla unutmayacağım saygıdeğer danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Murat Bayazit'e (Batman Üniversitesi), tez kapsamında incelemesi yapılan seramik örnekleri temin eden ve literatür katkısıyla çalışmamın içeriğini zenginleştiren sayın Prof. Dr. Gülriz Kozbe'ye (Batman Üniversitesi), arkeometri alanında yüksek lisans tezi yapma fırsatını sağlayan bölüm kurucularından Doç. Dr. Mahmut Aydın'a (Batman Üniversitesi), tez çalışmasında yer alan analizlerin gerçekleşmesinde katkıları olan Doç. Dr. Ali Akın Akyol'a (Ankara Hacı Bayram Veli Üniversitesi), Doç. Dr. Sema Tetiker'e (Batman Üniversitesi), Prof. Dr. Yusuf Kağan Kadioğlu'na (Ankara Üniversitesi, Yerbilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezi; YEBİM), Gülşen Albuz Geren'e (Ankara Hacı Bayram Veli Üniversitesi, Malzeme Araştırma ve Koruma Laboratuvarı; MAKLAB) ve Arş. Gör. Dr. Kıymet Deniz'e (Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü), ayrıca analizlerin gerçekleştirildiği laboratuvar yetkilileri ve çalışanlarına (Batman Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı, Ankara Üniversitesi Yerbilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezi, Dicle Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi), analiz verilerinin yorumlanmasındaki katkılarından dolayı Öğr. Gör. Gürbüz Taşkiran'a (Batman Üniversitesi), tez çalışmam süresince yaptığı katkılardan dolayı Dr. Öğr. Üyesi Hüseyin Gürbüz'e (Batman Üniversitesi), çalışmam boyunca benden bir an olsun yardımlarını esirgemeyen arkadaşım Cuma Sönmezsoy'a ve çalışma süresince tüm zorlukları benimle göğüsleyen ve hayatımın her evresinde bana destek olan değerli aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İzzeddin CAN
BATMAN-2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
1. GİRİŞ	1
1.1. Seramik	1
1.2. Sırlı Seramikler	3
1.3. Arkeometri	4
1.4. Cizre Kalesi Kazıları Hakkında Bilgiler	7
1.5. Literatür Araştırması	12
2. MALZEME VE YÖNTEM	16
2.1. Malzeme.....	16
2.1.1. Seramik Örneklerinin Belirlenmesi	16
2.2.2 Seramik Örneklerin Tanımlanması	19
2.2. Yöntem.....	21
2.2.1. Portatif X-ışını Floresans (p-XRF) Analizi	21
2.2.2. X-ışını Difraksiyon (XRD) Analizi	21
2.2.3. İnce Kesit-Optik Mikroskop Analizi	21
2.2.4. Fourier Dönüştümlü Kızılötesi (FTIR) Spektrometresi Analizi	22
2.2.5. Termogravimetrik Analiz ve Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA)	22
2.2.6. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Saçınımlı X-ışını Spektroskopisi (SEM-EDX) Analizi	22
3. SONUÇ VE DEĞERLENDİRME	23
3.1. Portatif XRF (p-XRF) Analiz Sonuçları	23
3.2. Mineralojik/Faz Analiz (XRD) Sonuçları.....	33
3.3. Petrografi Analizi (Optik Mikroskop) Sonuçları	47
3.4. FTIR Analiz Sonuçları.....	52
3.5. Termal Analiz (TG-DTA) Sonuçları	66
3.6. SEM-EDX Analiz Sonuçları.....	81
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	104
4.1. Sonuçlar	104
4.2. Öneriler	107
KAYNAKLAR	108
EKLER	114
ÖZGEÇMİŞ	120

ŞEKİLLER VE ÇİZELGELER DİZİNİ

Şekiller Dizini

Şekil	Sayfa
Şekil 1. 1. Cizre Kalesi kazı alanının konumu (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).....	10
Şekil 1. 2. Cizre Kalesi genel görünüm (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).	10
Şekil 1. 3. Cizre Kalesi kazısı medrese yanı (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).	11
Şekil 1. 4. Cizre Kalesi kazıları (2013-2016) çalışılan alanlar (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).	11
Şekil 2. 1. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.	16
Şekil 2. 2. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.	17
Şekil 2. 3. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.	17
Şekil 2. 4. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar (CZR-16 sırsız).....	18
Şekil 2. 5. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.	18
Şekil 3. 1. Numunelere ait p-XRF sonuçlarını gösteren grafik.	26
Şekil 3. 2. Çini hamurlarındaki eser element dağılımı (ppm).....	30
Şekil 3. 3. CZR-1 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	33
Şekil 3. 4. CZR-2 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	33
Şekil 3. 5. CZR-3 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	34
Şekil 3. 6. CZR-4 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	34
Şekil 3. 7. CZR-5 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	35
Şekil 3. 8. CZR- 6 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	35
Şekil 3. 9. CZR-7 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	36
Şekil 3. 10. CZR-8 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	36
Şekil 3. 11. CZR-9 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	37
Şekil 3. 12. CZR-10 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	37
Şekil 3. 13. CZR-11 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	38
Şekil 3. 14. CZR-12 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	38
Şekil 3. 15. CZR-13 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	39
Şekil 3. 16. CZR-14 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	39
Şekil 3. 17. CZR-15 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	40
Şekil 3. 18. CZR-16 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	40
Şekil 3. 19. CZR-17 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	41
Şekil 3. 20. CZR-18 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	41
Şekil 3. 21. CZR-19 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	42
Şekil 3. 22. CZR-20 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	42
Şekil 3. 23. CZR-21 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	43
Şekil 3. 24. CZR-22 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	43
Şekil 3. 25. CZR-23 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	44
Şekil 3. 26. CZR-24 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	44
Şekil 3. 27. CZR-25 kodlu örneğe ait XRD paterni.....	45
Şekil 3. 28. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 1-5). 48	
Şekil 3. 29. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 6-10).	49
Şekil 3. 30. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 11-15).	49

Şekil 3. 31. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 16-20).	50
Şekil 3. 32. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 21-25).	50
Şekil 3. 33. CZR-1 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	52
Şekil 3. 34. CZR-2 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	52
Şekil 3. 35. CZR-3 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	53
Şekil 3. 36. CZR-4 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	53
Şekil 3. 37. CZR-5 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	54
Şekil 3. 38. CZR-6 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	54
Şekil 3. 39. CZR-7 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	55
Şekil 3. 40. CZR-8 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	55
Şekil 3. 41. CZR-9 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	56
Şekil 3. 42. CZR-10 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	56
Şekil 3. 43. CZR-11 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	57
Şekil 3. 44. CZR-12 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	57
Şekil 3. 45. CZR-13 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	58
Şekil 3. 46. CZR-14 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	58
Şekil 3. 47. CZR-15 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	59
Şekil 3. 48. CZR-16 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	59
Şekil 3. 49. CZR-17 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	60
Şekil 3. 50. CZR-18 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	60
Şekil 3. 51. CZR-19 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	61
Şekil 3. 52. CZR-20 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	61
Şekil 3. 53. CZR-21 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	62
Şekil 3. 54. CZR-22 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	62
Şekil 3. 55. CZR-23 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	63
Şekil 3. 56. CZR-24 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	63
Şekil 3. 57. CZR-25 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.	64
Şekil 3. 58. CZR-1 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	66
Şekil 3. 59. CZR-2 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	67
Şekil 3. 60. CZR-3 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	67
Şekil 3. 61. CZR-4 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	68
Şekil 3. 62. CZR-5 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	68
Şekil 3. 63. CZR-6 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	69
Şekil 3. 64. CZR-7 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	69
Şekil 3. 65. CZR-8 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	70
Şekil 3. 66. CZR-9 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	70
Şekil 3. 67. CZR-10 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	71
Şekil 3. 68. CZR-11 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	71
Şekil 3. 69. CZR-12 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	72
Şekil 3. 70. CZR-13 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	72
Şekil 3. 71. CZR-14 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	73
Şekil 3. 72. CZR-15 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	73
Şekil 3. 73. CZR-16 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	74
Şekil 3. 74. CZR-17 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	74
Şekil 3. 75. CZR-18 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	75
Şekil 3. 76. CZR-19 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	75
Şekil 3. 77. CZR-20 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	76
Şekil 3. 78. CZR-21 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	76

Şekil 3. 79. CZR-22 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	77
Şekil 3. 80. CZR-23 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	77
Şekil 3. 81. CZR-24 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	78
Şekil 3. 82. CZR-25 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.	78
Şekil 3. 83. CZR-1 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	83
Şekil 3. 84. CZR-1 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	84
Şekil 3. 85. CZR-3 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	84
Şekil 3. 86. CZR-8 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	85
Şekil 3. 87. CZR-9 kodlu örneğe ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	85
Şekil 3. 88. CZR-12 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	86
Şekil 3. 89. CZR-18 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	86
Şekil 3. 90. CZR-25 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.	87
Şekil 3. 91. CZR-1 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	89
Şekil 3. 92. CZR-2 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	89
Şekil 3. 93. CZR-3 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	90
Şekil 3. 94. CZR-4 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	90
Şekil 3. 95. CZR-5 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	91
Şekil 3. 96. CZR-6 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	91
Şekil 3. 97. CZR-7 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	92
Şekil 3. 98. CZR-7 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	92
Şekil 3. 99. CZR-8 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	93
Şekil 3. 100. CZR-9 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	93
Şekil 3. 101. CZR-9 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	94
Şekil 3. 102. CZR-10 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	94
Şekil 3. 103. CZR-11 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	95
Şekil 3. 104. CZR-12 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	95
Şekil 3. 105. CZR-13 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	96
Şekil 3. 106. CZR-14 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	96
Şekil 3. 107. CZR-15 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	97
Şekil 3. 108. CZR-16 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	97
Şekil 3. 109. CZR-17 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	98
Şekil 3. 110. CZR-18 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	98
Şekil 3. 111. CZR-19 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	99
Şekil 3. 112. CZR-20 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	99
Şekil 3. 113. CZR-21 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	100
Şekil 3. 114. CZR-22 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	100
Şekil 3. 115. CZR-22 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	101
Şekil 3. 116. CZR-23 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	101
Şekil 3. 117. CZR-24 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	102
Şekil 3. 118. CZR-25 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	102
Şekil 3. 119. CZR-25 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.	103

Çizelgeler Dizini

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2. 1. Seramiklerin tanımlanması	19
Çizelge 2. 2. Numunelerin renk ölçüm değerleri.....	20
Çizelge 3. 1. CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4 ve CZR-5 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).	23
Çizelge 3. 2. CZR-6, CZR-7, CZR-8, CZR-9 ve CZR-10 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).	23
Çizelge 3. 3. CZR-11, CZR-12, CZR-13, CZR-14 ve CZR-15 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).	24
Çizelge 3. 4. CZR-16, CZR-17, CZR-18, CZR-19 ve CZR-20 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).	24
Çizelge 3. 5. CZR-21, CZR-22, CZR-23, CZR-24 ve CZR-25 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).	24
Çizelge 3. 6. CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4 ve CZR-5 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).	26
Çizelge 3. 7. CZR-6, CZR-7, CZR-8, CZR-9 ve CZR-10 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).	27
Çizelge 3. 8. CZR-11, CZR-12, CZR-13, CZR-14 ve CZR-15 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).	27
Çizelge 3. 9. CZR-16, CZR-17, CZR-18, CZR-19 ve CZR-20 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).	28
Çizelge 3. 10. CZR-21, CZR-22, CZR-23, CZR-24 ve CZR-25 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).	28
Çizelge 3. 11. Temsili örnekler için Alloy modunda yapılan p-XRF analiz sonuçları... 31	
Çizelge 3. 12. Petrografi sonuçları.....	47
Çizelge 3. 13. Seramik örneklerin ait oldukları gruplar.	47
Çizelge 3. 14. Belirli sıcaklık aralıklarında örneklerde meydana gelen ağırlık kayıpları.	80
Çizelge 3. 15. Seramik buluntulara ait % ağırlıkça yarı kantitatif EDX sonuçları.....	81

1. GİRİŞ

1.1. Seramik

Seramik kil, kuvars ve feldspat gibi organik olmayan hammaddelerin belirli oranlarda bir araya getirilerek çeşitli yöntemlerle şekillendirilip pişirilmesi sonucu elde edilen malzemelerdir. “Seramik” köken itibarıyla Yunanca “keramos” sözcüğünden türeyerek Almanca’ya “keramik”, İngilizce’ye “ceramic”, Fransızca’ya “ceramique”, Rusça’ya “keramika” ifadeleri ile geçmiştir (Şen, 2010; Turani, 2010; Arseven, 1965; Ökse, 1999; Şahin, 1983; Bengisu, 2006; Burdeyniy, 2005).

Kimi zaman Almandada olduğu gibi “keramik” biçiminde kullanılan “seramik” sözcüğü genel olarak fırınlanmış kilden yapılan nesnelere, teknik açıdan ise nesnenin biçimlendirilmesinde plastikliği (yoğrulabilirliği) sağlayan kil ile fırınlama sırasında parçanın kırılmasını ya da çatlamasını önleyen kuvars ve bu ikisini bağlayan ergitici feldspat karışımından oluşan hamurla yapılan nesnelere nitelemektedir (Eczacıbaşı Sanat Ansiklopedisi, 1997).

Seramik üretiminin uzun tarihi sürecine ev sahipliği yapan bereketli Anadolu toprakları asırlar boyunca çok çeşitli uygarlıklara kapılarını açmış, topraklarında farklı kültürleri konuk etmiş ve insanlık tarihinin en önemli dönüşümlerine tanık olmuştur. Anadolu’da Neolitik Çağ’dan Roma ve Bizans’a, Selçuklu ve Osmanlı’dan günümüze uzanan tarih yolculuğunun her adımında karşımıza yeni buluşlar, farklı formlar ve arayışlarla seramiğin izleri çıkmaktadır. Çanak-çömlek yapımının ilk kez nerede gerçekleştirildiğine dair kesin verilere ulaşamamakla birlikte Anadolu ve Yukarı Mezopotamya’da birçok yerleşmede gerçekleştirilen arkeolojik kazılarda M.Ö. 6000’lere tarihlenen örneklerle rastlanmıştır. Seramikli Neolitik Çağ ile başlayan pişmiş toprak eşya üretimi sadece günlük kap ve kullanım eşyası ile sınırlı kalmamıştır. Çamurun plastik özelliği karşısında büyülenen Anadolu insanı kille şekillendirdiği ana tanrıça heykelticlerinde inancına dair sembelleri elle tutulur hale getirerek sanatsal yaratım gücünü ele veren uğraşlara da girişmiştir. Konya-Çatalhöyük’te, Diyarbakır Çayönü Höyük’te ve Burdur Hacılar’da gün ışığına çıkarılan ana tanrıça idolleri belki de çamurun insan eliyle aldığı en naif ve en güzel biçimlerdir (Seramik Tanıtım Komitesi, 2003).

Tarihi bir miras olarak karşımıza çıkan seramikler genel olarak hammadde hazırlama, şekillendirme, kurutma ve pişirme gibi dört ana başlık altında toplanan bir üretim sürecine sahiptir. Seramik hammaddeleri genel olarak özlü ve özsüz olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Bu hammaddeler aşağıdaki gibi özetlenebilir;

Özlü Seramik Hammaddeleri

Özlü seramik hammaddeleri su ile yoğrulabilen, dağılmadan kolaylıkla şekillendirilebilen, kurudukları zaman verilen şekli muhafaza eden hammaddeler olarak tanımlanabilir. Kendi aralarında bu plastiklik özelliklerinin derecesine göre alt sınıflar oluşturabilmektedir. Bu bağlamda, oluşum koşullarına göre içerdikleri tane irilikleri ve yoğrulmaları için alabildikleri su miktarı önemli etkenlerdendir. En özlü hammadde olarak bentonit, daha az özlü olarak çeşitli grupsal yapılara sahip killer ve sonuncu olarak kaolenler sıralanabilir (Arçasoy, 1983).

Özsüz Seramik Hammaddeleri

Özsüz seramik hammaddeleri çok ince öğütülebilseler bile su ile kolayca şekil verilemeyen, şekil alsada dahi bir dış etken ile formunu kaybedip dağılan hammaddeler olarak tanımlanabilmektedir (Kılıç, 2003).

Seramikli Neolitik Çağ'dan itibaren üretimine başlanan seramikler çanak çömlek olarak nitelendirilen kaplardır. Baskı, boyama ve kazıma gibi çeşitli tekniklerle üretilen kapların yüzeylerine renkli astar veya boya ile bezeme uygulanmış, erken dönem üretimlerinde sır uygulanmamıştır (Bakırer, 2009).

1.2. Sırlı Seramikler

Seramik sırları genel olarak seramik ürünlerin yüzeyine çeşitli amaçlarla (hijyen, dayanım, estetik vb.) uygulanan ve ürün türüne göre farklı yöntemlerle gerçekleştirilen (daldırma, püskürtme vb.) sonrasında yeterli sıcaklıklarda pişirildiğinde bünye yüzeyini saran kararlı camsı katman olarak tanımlanabilir. Uygulandıkları malzeme ve maruz kaldıkları pişirim sıcaklıklarına bağlı olarak seramik sırları uygulandıkları yüzeylere çeşitli özellikler kazandırabilmektedir (aşınma direnci, mekanik dayanım, geçirimsizlik, asit/bazlara karşı gösterilen direnç vb.). Sır genel olarak bünyesinde çoğunlukla camsı (amorf) faz içerirken az miktarda kristal fazları da içerebilmektedir. Geleneksel seramikler için uygulanan sırların bünyeye kazandırdığı mat, şeffaf, opak veya parlak görünümler başlıca sır hammaddeleri (reçetesi) ve uygulanan sırnın pişirim sıcaklık aralıklarına bağlı olarak oluşmaktadır (Sarışık ve ark., 2011; Sheikhattar ve ark., 2016).

Sırnın genel olarak çatısı altında bulunduğu cam malzemelere tarihi süreç içerisinde bakıldığında ilk cam ürünlerin Doğu Akdeniz bölgesinde M.Ö. 3500 dolaylarında (değerli mavi taş olarak da tanımlanan) lapis lazuliyi taklit etmeye çalışan seramik üreticileri tarafından ortaya konulduğu söylenebilir. Seramik ve cam gibi ürünler bir süs eşyasından ziyade daha çok insanların ihtiyaçlarına göre şekillenen ve buna göre çeşitli amaçlara uygun olarak üretilen malzemeler olmuştur. Örneğin, sıvı maddelerin/gıdaların (süt, su, yağ vb.) depolanması ve/veya taşınması amacıyla üretilen seramiklerde gözenekliliğin minimuma indirgenmesi amacıyla ürünlerin sırlanarak kullanıldıkları bilinmektedir. Günlük ihtiyaçların karşılanmasının ardından ise cam ve sır artık estetik bir değer kazanarak dekor ve süslemeler için de kullanılmaya başlanmıştır (Casasola ve ark., 2012; Reben ve ark., 2016).

Seramiklerin sırlı olarak üretilmelerinde farklı metotlar bulunmaktadır. Çizim ve desen gibi bezemeler sır altı ve sır üstü olarak uygulanabilmektedir veya ürün yüzeyine yapılacak süslemeler/çizimler direkt olarak renkli sırlarla gerçekleştirilebilmektedir. Sırlı seramik ürünlerin üretimine genel olarak bakıldığında; *i*: uygun reçeteye sahip sır hammaddeleri ile sırnın hazırlanması, *ii*: uygulama biçimine göre (püskürtme, daldırma, akıtma vb.) sırnın hazır hale getirilmesi, *iii*: sırnın seramik bünye yüzeyine uygulanması, *iv*: kurutma, *v*: pişirim/soğutma (sırlı pişirim bazı ürünlerde iki kez tekrarlanabilmektedir). Sırlı seramik üretiminde dikkat edilmesi gereken başlıca parametrelerden biri de ısı

genleşme katsayısıdır. Bünye ve bünyeye uygulanan sırn ısı genleşme katsayılarının birbirine yakın olması olası gerilim ve/veya çatlakları engelleyebilmektedir. İkinci önemli faktör de pişirim sıcaklığıdır. Uygulanan sırn gelişme aralığı özellikle sır hatalarının önlenmesinde önemli bir husustur (Lahlil ve ark., 2013).

Sırn içerdiği hammadde türleri/miktarları ve buna bağılı olarak sahip olunan oksit ihtivaları sırn yapısını ve fiziksel özelliklerini kontrol etmektedir. Sırlarda özellikle renk oluşumunu etkileyen bazı elementler (Mn, Co, Cu, Fe vb.) sağladıkları farklı tonlardaki renklerle uygulandıkları malzemeye estetik bir özellik de katmaktadır. Elbette ki, sır bileşiminde yer alan renklendirici oksitlerin/elementlerin verdiği tonlar pişirim atmosferi ve sıcaklığına da bağılı olarak değişebilmektedir. Böylelikle farklı pişirim proseslerinde çeşitli renk tonlarını yakalamak mümkün olabilmektedir. Sırların alkali veya kurşun içerikli olma durumları da sırlardaki renk oluşumuna etki eden diğere bir faktördür. Örneğin; mangan kurşunlu sırlarda kahverengiye çalan mor tonunda renkleri verirken, alkali içeriğı yüksek olan sırlarda mor, mavi veya erik rengini vermektedir. Demir oksitler kırmızı, kahverengi, ten rengi, tuğla kırmızısı ve sarı tonlarındaki renkleri farklı reçeteler ve pişirim şartları altında verebilmektedir (Rhodes, 2015; Scott, 1988).

1.3. Arkeometri

Arkeometri kazı bilimi araştırmalarında elde edilen bulguların ve ulaşılan arkeolojik verilerin analitik olarak da desteklenerek yorumlanmalarında yol gösteren ve bağlayıcılığı olan çok disiplinli (fen, mühendislik vb.) yeni bir bilim alanı olarak karşımıza çıkmaktadır (Uçankuş, 2000).

Arkeometri çalışmaları ilk olarak 18. yüzyılda yeniden doğuş olan Rönesans döneminde İtalya'da yapılmış olup çözümleme uzmanı Alchorn'un İrlanda bronz çağı kılıçlarını analiz etmesi ile başlamaktadır. Daha sonra Roma dönemine ait olan cam ve bronz aynaların kimyasal analizlerini 1798'de kimyacı Martin Klaproth yayınlamıştır. Arkeometrinin önemli bilim adamlarından Michael Faraday ve Humprey Davy ilk analitik incelemelerini arkeolojik malzemeler üzerinde gerçekleştirmişlerdir (Henderson, 2000).

Seramiklerin incelenmesinde tercih edilen bazı teknikler aşağıdaki gibi sıralanabilir (Loehman, 1993);

Kimyasal ve Faz Analizi

- X-ışını difraksiyonu (XRD)
- X-ışını floresansı (XRF)
- İndüktif çift plazma emisyon spektroskopisi (ICP)
- Nötron aktivasyon analizi (NAA)
- Atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS)

Yüzey/ Arayüzey Kimyası

- Raman spektroskopisi
- X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS, ESCA)
- Kızılötesi spektroskopisi (IR)
- İyon saçınım spektroskopisi (ISS)
- Auger elektron spektroskopisi (AES)

Isıl Analizler

- Termogravimetrik analiz (TGA)
- Diferansiyel termal analiz (DTA)
- Dilatometre
- Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)

Yüzey Alanı/Porozite

- Küçük açı nötron saçınımı (SANS)
- Geçirgenlik
- BET gaz adsorpsiyon
- Küçük açı X-ışını saçınımı (SAXS)

Faz tanımlama/ Moleküler yapı

- X-ışını difraksiyonu (XRD)
- Raman spektroskopisi
- Nötron difraksiyonu
- Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

Elementel Dağılım/ Bölgesel Kimyasal Bileşim

- Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji Saçınımlı X-ışını spektroskopisi (EDS)
- Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)
- X-ışını absorpsiyon spektroskopisi (XAS)
- Optik mikroskop (OM)

Yoğunluk Homojenitesi

- Taramalı elektron mikroskobu (SEM),
- Optik mikroskop
- Civa porozimetre

Tane Boyutu, Dağılımı, Morfolojisi, ve Dokusu

- Taramalı elektron mikroskobu(SEM)
- Geçirimli elektron mikroskobu(TEM)
- Optik mikroskop (OM)

Yoğunluk

- Piknometre
- Hidrostatik ağırlık (Arşimed metodu)

Yoğunlaşma

- Dilatometre,
- Termomekanik analiz (TMA)

Isıl Olaylar (faz geçişleri ve dönüşümleri)

- Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)
- Diferansiyel termal analiz (DTA)

Porozite

- Civa porozimetre

1.4. Cizre Kalesi Kazıları Hakkında Bilgiler

Cizre ilçesi Şırnak iline bağlı olup Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde Cudi ve Gabar Dağları sıralarının kesiştiği alanın güneyinde ve Dicle Nehrinin güney kıyısında yer almaktadır (Şekil 1.1). Türkiye'nin güneydoğusunda ve Suriye'nin kuzeybatısında, tarihsel süreç içerisinde ise Yukarı Mezopotamya olarak adlandırılan bölgenin doğusunda kalan Cizre stratejik önemli ticari ve askeri yolların kavşak noktasında kurulmuştur. Fetihlerle adı geçen bu bölge Dicle Nehri'nin kıvrılarak bir su adası görüntüsü oluşturmasından dolayı Arapça "ada" anlamına gelen el-Cezire ismiyle anılır. Cizre şehri, şehrin yöneticisi Ömer'den yola çıkarak Cezire-i İbn-i Ömer olarak adlandırılmıştır (Kozbe [baskıda], Kozbe ve Güngör [baskıda]; Erdoğan ve ark., 2014).

Cizre Kalesi'nin sahip olduğu surlar ile özdeş bir tarihe sahip olduğu bilinmektedir. Kalenin yer aldığı (Şırnak iline bağlı) Cizre ilçesinde "Bezzabde" adında bir yerleşim alanının (şehrin) olduğu hakkındaki en eski kaynağın Ptolemy olduğu bilinmektedir. Bu şehrin yanı sıra aynı isimde bir de kalenin olduğuna işaret eden ilk kaynak ise A. Marcellinus'a aittir. Cizre Kalesi'nin yapımı ile ilgili olarak kimi tarihçiler bu yapının İmparator Diocletianus (d. 245-ö. 312) tarafından yapıldığını belirtmektedir (Diyarbakır ve Hasankeyf kalelerinde olduğu gibi). Mustayfi şehrin Sasani Kral Ardeşir (I) Babakan (226-241) tarafından kurulduğunu belirtmiştir, buna göre Cizre Kalesi'nin de belirtilen bu tarih aralığında yapılmış olma olasılığının yüksek olduğu düşünülmektedir. Diğer bazı kaynaklara göre; *i*: Sasanilerden kalma bir yerleşim alanında 816 senesinde Arap Tağlibileri tarafından yapıldığı, *ii*: VIII. Emevi Halife Ömer bin Abdulaziz (717-720) tarafından yapıldığı ifade edilmektedir (Kozbe ve Güngör, [baskıda]).

Kent tarihinin önemli bir alanı olan ve stratejik bir konumda yer alan Cizre Kalesi (yerel adıyla Birca Bellek Kalesi) ise 135 yıl kadar askeri bölge olarak kullanım gördüğü için güvenlik tedbirleri nedeniyle araştırılmamış ve bilim dünyasına kazandırılmamıştır. 2010 yılında Cizre Kalesi'nin Hudut Tabur Komutanlığı olarak kullanılmasına son verilerek ordu güçleri tarafından boşaltılması sonrasında Şırnak Valiliği ve Cizre Kaymakamlığı'nın yürüttüğü "Şehri Nuh Diriliyor" başlıklı proje kapsamında 2013 yılında sur duvarlarında restorasyon çalışmaları başlatılması hedeflenmiştir. Bu kapsamda, Cizre Kaymakamlığı'nın Mardin Müze Müdürlüğü'ne yapmış olduğu başvuruyla, I. Derece Arkeolojik Sit Alanı olan Cizre Kalesi'nde yapılacak restorasyon ve yıkım çalışmalarının

daha sağlıklı gerçekleştirilebilmesi için bir kurtarma kazısı talep edilmiştir. Bu başvurunun sonucu olarak Mardin Müzesi Müdürlüğü, Prof. Dr. Gülriz Kozbe'nin bilimsel sorumluluğu altında 2013-2017 yılları arasında Cizre Kalesi kazılarını yürütmüştür (kazı alanına ait fotoğraflar; Şekil 1.2 ve Şekil 1.3) (Kozbe, [baskıda]; Kozbe ve Güngör [baskıda]; Erdoğan ve ark., 2014; BİMTAŞ Mimari ve Kültürel Miras Bölümü, Proje Ekibi, 2014).

Cizre ilçe merkezinde (Dicle Nehri kenarında) düz bir alanda 50 hektar alana kurulmuş olan kale, Anadolu'nun birçok kalesinde olduğu gibi iki bölümden oluşmaktadır. Bunlar dışkale ve içkale olarak adlandırılır. Kalenin çevresinde savunmayı kolaylaştırma amaçlı bir yükselti bulunmamaktadır. Bunun yerine savunma açısından doğal bir engel olan Dicle Nehri bu amaç için kullanılmıştır. Siyah bazalt taşlardan yapılmış sur duvarları Diyarbakır surlarıyla aynı karakteristik özellikleri taşımaktadır. Dışkale'ye ait surlar İçkale'den başlayarak şehri güney tarafını tamamen kuşatmaktadır. Günümüzde maalesef az bir bölümü ayakta kalabilmiştir ve sadece merkezde Mezarlık Alanı'nın güney kesiminde izlenebilmektedir. Doğu yönündeki Deşt Kapısı'ndan batıdaki Abdaliye Medresesi'ne kadar 800 metrelik bir sur duvarı kavisli bir şekilde bu iki yapı arasında devam etmektedir (Şekil 1.3). Genel itibariyle damla motifini andıran kalenin sur duvarları üzerinde dört adet yarım daire planlı burç yer almaktadır (Kozbe ve Güngör [baskıda]; Erdoğan ve ark., 2014).

Asıl yapısını Ortaçağ İslam devletleri tarafından alan bu önemli kaleden günümüze Sultan Abdülhamit Han zamanında Cizre Miran Aşiretleri Reisi Mustafa Paşa tarafından yaptırılan Hamidiye Kışlası, seramik buluntuların bazılarının ele geçtiği Sarayburnu Aslanlı Kapı, Mem u Zin Zindanı, 360 odalı olduğu rivayet edilen kalenin residans kısmı, medrese, dönüşümlü olarak bir sıra beyaz ve siyah kesme taştan yapıldığı için Belek Burcu olarak adlandırılan burç ile sur duvarlarının bir kısmı kalmıştır. Bunun yanı sıra İçkale'de, zamanında kervan develerinin barındığı, sütunlar üzerinde yükselen, Hanadeva olarak bilinen yapı gibi veya içinde çeşitli ağaç ve hayvanları barındıran "Beyler Bahçesi" (Rezimran) gibi tarihte var olup ancak günümüze dek ulaşamayan yapılardan da söz edilmektedir (Kozbe ve Güngör [baskıda]; Tüzün, 2014; Erdoğan ve ark., 2014).

Cizre Kalesi 2013 kazıları toplam 25 adet 10x10 m.lik plan karede ve 16 adet 2x5 metrelik sondaj çukurunda (kalenin kuzeyinde 9, doğusundaki nehir yatağında 7 adet) yürütülmüştür (Şekil 1.4). Çalışmaların ilk etabı kalenin doğusunda bulunan alanda bir

kültür dolgusunun olup olmadığının araştırılması için açılan 7 adet sondaj çukuru açılarak gerçekleştirilmiştir. İki haftalık bir çalışma sonrasında zemin seviyesinden itibaren 4 m kadar aşağıya inilmesine rağmen herhangi bir kültür dolgusuna rastlanılmamıştır. Kale içinde diğer alanlarda sürdürülen kazı çalışmalarıyla ise taşın, tuğlanın ve bir tür kaba alçı sıva olan yerel adıyla “CAS”ın kullanıldığı mekânlar, avlular, su kanalları ve kuyuları, foseptik çukurlar, sur duvarları, işlik alanları, hamam ve medrese bir başka deyişle kalenin mimari topolojisi açığa çıkarılmaya çalışılmıştır. Ayrıca basit toprak gömü tarzının yanı sıra tuğla mezar ve ahşap tabutun da kullanıldığı 32 adet gömü ile İçkale Mezarlık Alanı da kısmen gözler önüne serilmiştir (Erdoğan ve ark., 2014).

İlk olarak, batısında kale ve sur üstü meskenlerin, doğusunda çay bahçelerinin, kuzeyde Dicle Nehri'nin ve güneyde karayolunun yer aldığı alanda yüzey araştırması ve çalışmaları yapılarak kültür kalıntıları araştırılmıştır. Bu çalışma sonucunda yüzeyde herhangi bir kültürel bulguya rastlanılmamıştır. Ayrıca, alanın yüzeyinde akıntı toprak ve modern yapı molozları gözlemlenmiştir. Çalışma alanından daha net bir sonuç elde edilebilmesi için tüm alan 10x10m'lik açmalara bölünüp, olası bulgu elde edilebilecek toplam 7 açmada (10x10m kareler; B4, D3, D4, D5, D6, D7 ve H7) 2x2m'lik sondaj çukurları açılmıştır. 10.06.2013 tarihinde sona eren bu alandaki sondaj çalışmaları sonucunda alanda yer alan dört açma (B4, D4, D6, D7) dışında arkeolojik kültür verisine rastlanılmamıştır. Alanda arkeolojik sondaj kazıları tamamlanmıştır. Yaklaşık olarak nehir yatağı seviyesine ulaşıldığında alanın herhangi bir kültür dolguyu barındırmaması nedeni ile arkeolojik sit alanı özelliğinde olmadığı yapılan çalışmalar sonucunda tespit edilmiştir (Erdoğan ve ark., 2014).

Cizre Kalesi'nde sürdürülen arkeolojik kazı çalışmalarında sırlı ve sırsız (kalıba baskı bezemeli ve barbutin) seramik parçaları ele geçmiştir. Sahip oldukları form ve bezemeleri ile İslam seramik sanatında karakteristik bir özelliğe sahip olan barbutin ve kalıba baskı tekniği ile üretilen seramikler kuzey Mezopotamya seramiklerinin karakterini ortaya koyması bakımından önemli buluntular olarak kabul edilmektedir. Bu tekniğin tek başına kullanıldığı seramiklere ek olarak baskı tekniği ve kazıma tekniklerinin de yer aldığı bezeme yöntemlerinin birlikte uygulanması ile üretilen seramiklere de rastlanılmıştır. Bu seramiklere ek olarak Cizre Kalesi'nde özellikle (genel olarak) 12.-14. yüzyıl aralığına tarihlenen sırlı seramik parçaları da ele geçmiştir (Kozbe ve Gök., 2015).



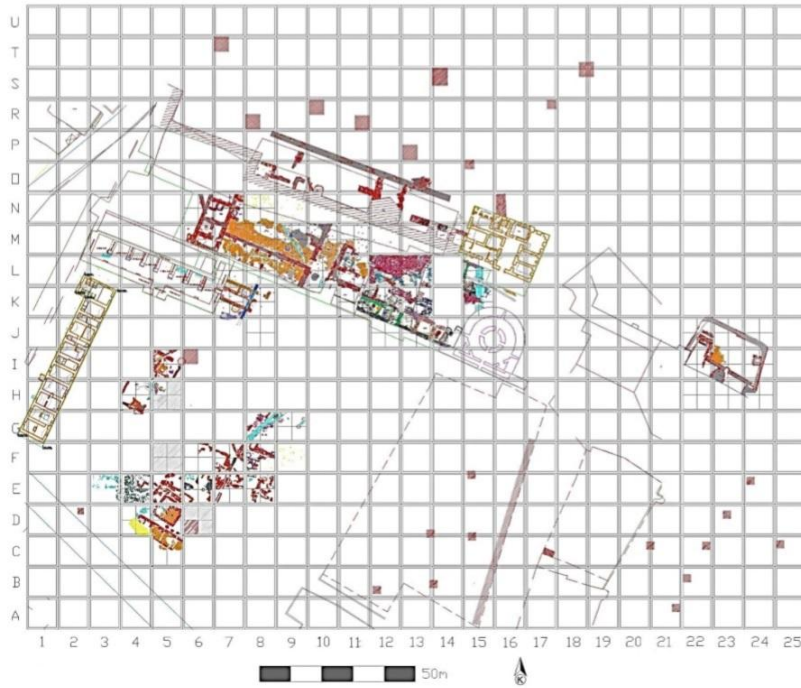
Şekil 1. 1. Cizre Kalesi kazı alanının konumu (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).



Şekil 1. 2. Cizre Kalesi genel görünüm (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).



Şekil 1. 3. Cizre Kalesi kazısı medrese yanı (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).



Şekil 1. 4. Cizre Kalesi kazıları (2013-2016) çalışılan alanlar (Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi).

1.5. Literatür Araştırması

Bu tez çalışmasında yer alan arkeometrik tekniklerin uygulamaları ile ilgili yerli ve yabancı kaynaklar taranmış olup literatür araştırması aşağıda verilmiştir;

--“*FTIR, XRD and SEM-EDS studies of archaeological pottery samples from recently excavated site in Tamil Nadu, India*” (G. Velraj, S. Tamilarasu, R. Ramya-2015)

Bu çalışmada Tamil Nadu’daki Pilaiyarpalaiyam bölgesinde yapılan kazıda ele geçen çömlek parçaları incelenmiştir. İnceleme konusu olan çömlek parçaları üzerinde FTIR, XRD, SEM-EDS yöntemleri uygulanmıştır. Çalışmanın sonucunda kuvars, kaolinit, illit, klorit, feldispat ve demir mineralleri belirlenmiştir. Ayrıca çömlek parçalarının yaklaşık 800°C’de pişirildiği belirlenmiş ve buna ek olarak çömlüklerin iki farklı hammadde kaynağı kullanılarak üretildiği saptanmıştır.

--“*Spectroscopic characterization of recently excavated archaeological potsherds of Taquara/Itararé tradition from Tobias Wagner site (Santa Catarina – Brazil)*” (Thiago G. Costa, Marcelino D. de M. Correia, Lucas Bond Reis, Sailer S. dos Santos, Juliana Salles Machado, Lucas Bueno, Isabela da Silva Müller-2017)

Bu çalışmanın konusunu Tobias Wagner bölgesinde Taquara / Itararé geleneğini yansıtan arkeolojik çömlek parçaları oluşturmaktadır. Çalışmada FTIR, mikro Raman ve SEM-EDS yöntemleri uygulanmıştır. Çalışmanın sonucunda kuvars, kaolinit ve hematit majör mineral olarak belirlenmiştir. Bütün örneklerin morfolojik yapısı heterojen yapıdadır. Ayrıca belirlenen mineraller doğrultusunda seramik örneklerin maksimum 850°C’de pişirildiği öngörülmüştür.

--“*Multi-analytical study of ceramic pigments application in the study of Iron Age decorated pottery from SW Iberia*” (Lúcia Rosado, Jolien Van Pevenage, Peter Vandabeele, António Candeias, Maria da Conceição Lopes, Deolinda Tavares, Rafael Alfenim, Nick Schiavon, José Mirão-2018)

Bu çalışmanın konusunu Portekiz’de bulunan Garvão arkeolojik kentinde ele geçen demir çağına ait seramik örnekler oluşturmaktadır. Çalışmada OM, mikro XRD, XRF, VP-SEM-EDS ve mikro Raman yöntemleri kullanılmıştır. İlk aşamada seramik pigmentlerinin kimyasal kompozisyonları belirlenmiştir. Örneklerde kırmızı, siyah ve beyaz pigmentlerin dekoratif olarak kullanıldığı belirlenmiştir. Sonuçlar, kırmızı ve siyah renk için sırasıyla Fe ve Mn kromofor iyonlarının ana mineral taşıyıcıları olan hematit (Fe_2O_3) ve pirolüsit (MnO_2) olduğunu göstermektedir. Ayrıca beyaz pigmentin kil mineralinden geldiği görülmüştür. Batı toplumlarındaki antik zamanlarda illitin dekoratif pigment olarak kullanıldığı ilk burada görülmüştür. Son olarak üretimde bölgesel hammaddenin kullanıldığı belirlenmiştir.

--“*The combined use of spectroscopic techniques for the characterisation of late Roman common wares from Benevento (Italy)*” (C. Germinario, G.Cultrone, A. De Bonis, F. Izzo, A. Langella, M. Mercurio, V. Morra, A. Santoriello, S. Siano, C. Grifa - 2018)

Bu çalışmada, Antik Appia Manzaraları projesi kapsamında gerçekleştirilen arkeolojik araştırmalar sırasında ortaya çıkarılan Geç Roma dönemine ait 19 seramik örneğin analizi yapılarak incelenmiştir. Kolorimetri, FTIR ve Raman spektroskopi teknikleri kullanılarak örnekler karakterize edilmiş ve seramik üretim teknolojisi belirlenmiştir. Yapılan çalışmada incelenen seramiklerin farklı hammadde kaynaklarından üretildiği tespit edilmiştir. Diğer bir yandan örneklerin genel olarak yaklaşık $900^{\circ}C$ ’de pişirim sıcaklığına sahip olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca XRD analizi sonucundan elde edilen mineral değişikliği fırınlama teknolojisinin değiştiğini göstermiştir. İncelenen örneklerde hamurların kaba yapısı ve renk zonlanması, üretim ve fırınlama koşulları açısından iyi standardize edilmemiş bir üretim olduğunu ortaya koymuştur. Raman analizi ve FTIR analizi ile seramik örneklerin mineralojik analizleri yapılmış ve sonuçlar karşılaştırılmalı değerlendirme yapılarak yorumlanmıştır.

--“*Micro-Raman and FT-IR spectroscopic studies of ceramic shards excavated from ancient Stratonikeia city at Eskihisar village in West South Turkey*” (Semiha Bahçeli, Gamze Güleç, Hasan Erdoğan, Bilal Söğüt - 2016)

Bu çalışmada Muğla yatağan bölgesinde Stratonekia antik kentinde yapılan arkeolojik kazı çalışmalarında elde edilen bazı seramik örneklerin analizi yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda mikro-Raman, FTIR, XRD ve SEM-EDX analizleri ile seramik örneklerdeki pigmentlerin mineralojik yapıları karakterize edilmiştir. İncelenen seramiklerin birinin Helenistik döneme, diğer üç seramik örneğin ise Geç Roma dönemine ait olduğu belirlenmiştir. Yapılan incelemelerde, çeşitli fazlar tanımlanmıştır: kuvars, kaolinit, albit (Na-feldspar), kalsit, anataz, hematit ve manyetit. Ayrıca elde edilen bulgular fırın pişirim sıcaklığının yaklaşık 800-850°C arasında olduğunu göstermiştir.

--“*Archeometric characterization of the Kubad Abad tiles in Konya and the investigation of the simillar tiles*”(Şerife Yalçın Yastı-2011)

Bu çalışmada Konya Kubad Abad sarayından alınan çinilerin pişirim sıcaklığı, hammaddeleri, pişirim atmosferi gibi üretim teknolojisi araştırılmıştır. Yapılan bu çalışmada XRD, XRF, FTIR, SEM-EDX cihazlarıyla kimyasal, mineralojik ve mikro yapısal özellikler incelenmiştir. Çinilerin pişirim sıcaklıklarının 950-1050°C aralığında olduğu ön görülmüştür.

--“*Material characterization of ceramic tile mosaic from two 17th-century Islamic monuments in northern India*”(Maninder Singh Gill, Thilo Rehren, 2011)

Bu çalışmada Kuzey Hindistan'da 17. yüzyıl İslam anıtlarından iki mozaik örneğinin malzeme özellikleri incelemiştir. Bu amaçla, çalışmada SEM-EDS, XRF, elektron mikroprobe ve elektron probe mikro analiz teknikleri kullanılmıştır. Yapıtlarda alkali sırlı bir bünye içeren üç farklı kiremit grubunun kullanıldığı tespit edilmiştir. Birinci kiremit grup Hintli cam grubuyla güçlü benzerlikler gösteren yüksek alümina mineralli natron cam, diğer iki kiremit grup ise çok daha düşük kireç içeriğine sahip Batı ve Orta Asya bitki külü camları olarak belirlenmiştir.

--“*Portuguese tin-glazed earthenware from the 16th century: A spectroscopic characterization of pigments, glazes and pastes*”(Luis Filipe Vieira Ferreira, Isabel Ferreira Machado, Ana Maria Ferraria, Philippe Colomban, 2013)

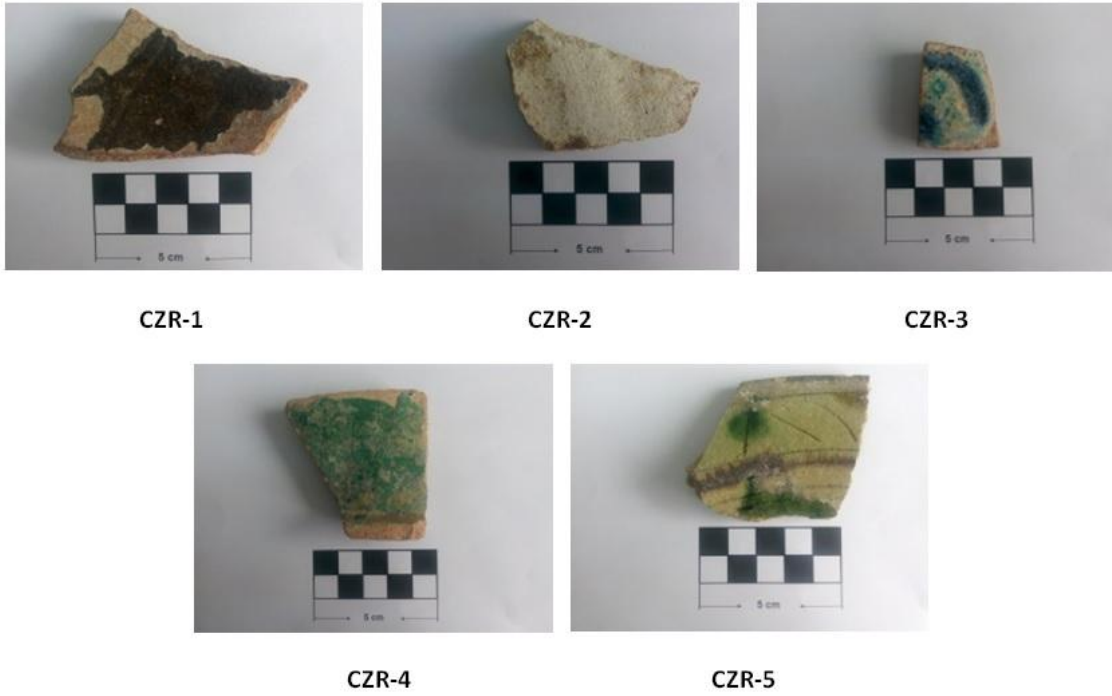
Bu çalışmada Ferreira ve arkadaşları 15. yüzyılın başlarından 16. yüzyılın başlarına ait olan Aveiro kentindeki küçük bir kentsel alanda yapılan arkeolojik kazılardan ve o yüzyıla ait olan “Mata da Machada” isimli bir fırından Portekiz fayans üretimini temsil eden çanak çömlek parçalarını incelemiştir. İncelemelerde mikro-Raman, Fourier dönüşümü kızılötesi (FT-IR) ve proton kaynaklı X-ışını (PIXE) gibi spektroskopik teknikler kullanılmıştır. Elde etmiş oldukları sonuçlar ışığında, “Mata da Machada”da üretilen Portekiz seramiklerinin kil içeriği ile Aveiro'daki Homem Cristo Filho (HCF) caddesindeki ortaçağ evinde bulunan çanak çömleklerin sır bileşimleri arasında belirgin bir benzerlik olduğu görülmüştür. Aveiro'nun evindeki numunedeki mavi pigmentin kobalt oksit olduğu belirlenmiştir.

2. MALZEME VE YÖNTEM

2.1. Malzeme

2.1.1. Seramik Örneklerinin Belirlenmesi

Çalışma kapsamında öncelikli olarak temsili seramik örnekler belirlenmiştir. Bu adımda Cizre Kalesi kazısından 25 adet amorf sırlı seramik örnek kazının bilimsel danışmanlığını yürüten Prof. Dr. Gülriz KOZBE (Batman Üniversitesi) danışmanlığında belirlenmiştir. Seramik örnekler ölçekli olarak fotoğraflanarak boyutları belirginleştirilmiş ve kayıt altına alınmıştır (Şekil 2.1.- 2.5.).



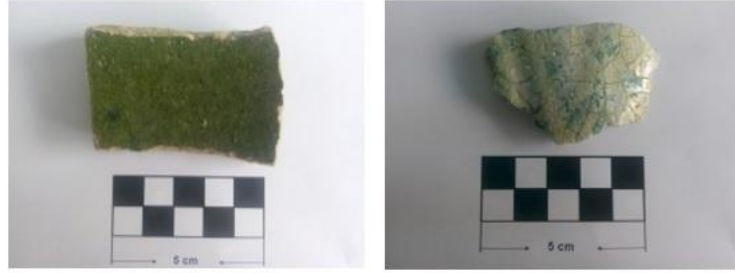
Şekil 2. 1. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.



CZR-6

CZR-7

CZR-8



CZR-9

CZR-10

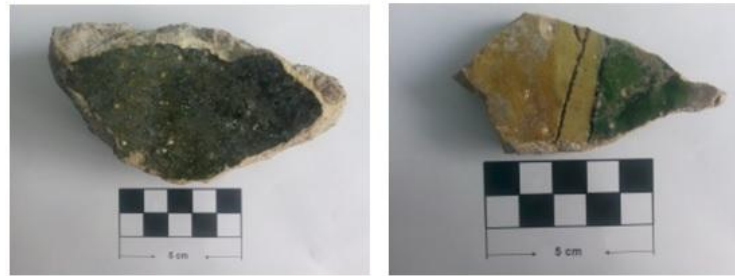
Şekil 2. 2. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.



CZR-11

CZR-12

CZR-13



CZR-14

CZR-15

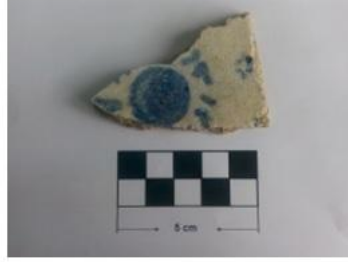
Şekil 2. 3. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.



CZR-16

CZR-17

CZR-18



CZR-19



CZR-20

Şekil 2. 4. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar (CZR-16 sırsız).



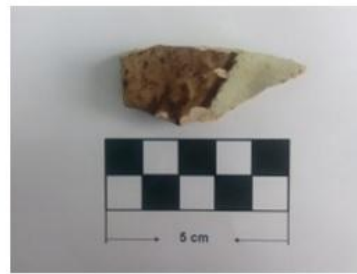
CZR-21

CZR-22

CZR-23



CZR-24



CZR-25

Şekil 2. 5. Cizre kalesi kazısından sırlı seramik örneklerine ait fotoğraflar.

2.2.2 Seramik Örneklerin Tanımlanması

Tez çalışmasında yer alan seramiklerin numune kodları, buluntu yerleri ve temsil ettikleri parça türleri Çizelge 2.1’de, örneklere ait L, a, b renk değerleri ise Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2. 1. Seramiklerin tanımlanması

Numune Kodu	Buluntu Yeri (Lokus numarası)	Numunenin Temsil Ettiği Parça Türü
CZR-1	BIL-1	Gövde parçası
CZR-2	BIL-2	Gövde parçası
CZR-3	BET-1	Gövde parçası
CZR-4	BET-2	Ağız parçası
CZR-5	BET-3	Ağız parçası
CZR-6	BEV-1	Kulp parçası
CZR-7	BEV-2	Gövde parçası
CZR-8	BIM-1	Gövde parçası
CZR-9	BIM-2	Gövde parçası
CZR-10	BIM-3	Gövde parçası
CZR-11	BIM-4	Ağız parçası
CZR-12	APB	Gövde parçası
CZR-13	ARR	Gövde parçası
CZR-14	BII-1	Gövde parçası
CZR-15	BII-2	Gövde parçası
CZR-16	BIL-1	Gövde parçası
CZR-17	BIL-2	Kulp parçası
CZR-18	BIZ	Gövde parçası
CZR-19	AZJ	Gövde parçası
CZR-20	APM	Gövde parçası
CZR-21	ACJ	Gövde parçası
CZR-22	AIJ	Ağız parçası
CZR-23	BIV	Gövde parçası
CZR-24	AAH	Ağız parçası
CZR-25	ANU	Gövde parçası

Çizelge 2. 2. Numunelerin renk ölçüm değerleri.

Kod	Açıklama	¹ L	² a	³ b	Renk	Eşdeğer renk
CZR-1	Sır	8,9205	10,5206	-1,0735	Koyu yeşil	
CZR-1	Hamur	33,2922	9,6319	19,4090	Kahverengi	
CZR-2	Sır	47,1291	1,8396	12,4644	Beyaz	
CZR-2	Hamur	37,1731	6,2186	21,4981	Kahverengi	
CZR-3	Sır	37,7031	3,8756	11,7635	Beyaz	
CZR-3	Sır	26,2428	-5,4985	-6,6819	Turkuaz	
CZR-3	Sır	12,5439	1,7561	-3,2019	Lacivert	
CZR-3	Hamur	33,0489	14,8624	22,3346	Kahverengi	
CZR-4	Sır	22,0793	-10,8527	7,7945	Yeşil	
CZR-4	Hamur	44,9226	11,8506	26,7730	Kahverengi	
CZR-5	Hamur	28,2837	7,2102	18,7872	Kahverengi	
CZR-6	Sır	20,1398	-5,6636	0,9946	Koyu yeşil	
CZR-6	Hamur	42,2109	11,3300	20,7397	Kahverengi	
CZR-7	Sır	15,3339	-7,1206	5,8165	Koyu yeşil	
CZR-7	Hamur	41,1128	6,9498	20,8850	Kahverengi	
CZR-8	Sır	15,4980	0,4088	11,8139	yeşil	
CZR-8	Hamur	37,0973	11,0274	20,3485	kahverengi	
CZR-9	sır	1,1073	-1,6868	8,9174	koyu yeşil	
CZR-9	hamur	41,3315	9,2821	24,2156	kahverengi	
CZR-10	Sır	32,1046	-6,7125	-5,5806	mavi	
CZR-10	Hamur	42,2698	3,4281	16,3901	krem	
CZR-11	Sır	28,6744	-1,7508	8,1927	yeşil	
CZR-11	Hamur	28,4451	7,9109	17,7725	kahverengi	
CZR-12	Sır	10,8906	-0,2711	8,0386	yeşil	
CZR-12	Hamur	28,7149	7,1667	18,7377	kahverengi	
CZR-13	Sır	15,1332	-3,4272	9,1299	koyu yeşil	
CZR-13	Hamur	22,5329	15,5367	19,7260	kahverengi	
CZR-14	Sır	10,1814	1,7174	1,4005	koyu yeşil	
CZR-14	Hamur	32,2109	10,5579	17,9664	kahverengi	
CZR-15	Hamur	34,8459	7,2303	20,2069	kahverengi	
CZR-16	Hamur	40,9990	2,9136	21,1995	kahverengi	
CZR-17	Sır	17,3429	0,0475	12,9371	yeşil	
CZR-17	Hamur	25,8182	11,4200	18,1646	kahverengi	
CZR-18	Sır	13,1774	-3,4011	7,0979	yeşil	
CZR-18	Hamur	45,2787	10,1729	24,8795	kahverengi	
CZR-19	Sır	17,3361	2,3615	-8,0161	mavi	
CZR-19	Hamur	38,3913	2,6239	18,8262	kahverengi	
CZR-20	Hamur	29,2628	5,9880	16,2954	kahverengi	
CZR-21	Hamur	39,3350	15,4409	32,1405	kahverengi	
CZR-22	Sır	17,6914	-10,0475	9,0786	yeşil	
CZR-22	Hamur	28,8759	7,8679	17,7237	kahverengi	
CZR-23	Hamur	31,6904	4,8639	20,7736	kahverengi	
CZR-24	Hamur	38,6941	7,3736	19,9895	kahverengi	
CZR-25	Sır	41,8520	-0,2507	15,7060	krem	
CZR-25	Hamur	37,9827	6,0408	21,9823	kahverengi	

¹Beyaz/siyah (L: 0/100), ²yeşil (a: 0/-60), ²kırmızı (a: 0/+60), ³mavi (b: 0/-60), ³sarı (b: 0/+60).

2.2. Yöntem

2.2.1. Portatif X-ışını Floresans (p-XRF) Analizi

Bu teknik ile seramiklerin üzerinde bulunan renkli sırların analizi gerçekleştirilerek renk verici elementlerin tespiti yapılmıştır. Bu amaçla, yeterli büyüklüğe sahip seramiklerin renkli sır yüzeyleri OLYMPUSX Marka INNOVX model portatif XRF cihazı ile analiz edilmiştir. Analiz “alloy” modunda gerçekleştirilmiştir. Renk verici elementlerin belirgin biçimde ayırt edilebilmesi amacıyla seramik örneklerin hamur kompozisyonları da yine “alloy” modunda analiz edilmiştir. Böylelikle, hamur ve sır arasındaki kimyasal kompozisyon farklılıkları/benzerlikleri karşılaştırılarak renklendirici elementlerin belirlenmesine katkı sağlanmıştır. Tüm seramik hamurları ayrıca GeoChem modunda da analiz edilmiştir (bakınız Ek-1).

2.2.2. X-ışını Difraksiyon (XRD) Analizi

Bu teknik seramiklerin mineral faz içeriği ve pişirim sıcaklık aralığı tespiti için yapılmıştır. Bu amaçla örnekler toz olarak kullanılmıştır. Örnekler porselen havanda dövülerek hazırlanmıştır. Mineralojik yapı ve faz değişimi analizi için Rigaku marka Miniflex-2 model X-ışınları difraktometresi (XRD) kullanılmıştır. Analiz 5-50 2-theta aralığında 2°/dk’lık gonyometrik hız ile gerçekleştirilmiştir (anot: $CuK_{\alpha}=1.541871 \text{ \AA}$, gerilim: 35 kV, akım: 15 mA).

2.2.3. İnce Kesit-Optik Mikroskop Analizi

İnce kesit analizi ile seramik malzeme içerisindeki agrega, porozite (gözenek), mineral kayaç türü, temper malzeme (mevcut ise) içeriği belirlenmiştir. Petrografik analiz görüntülü bir yöntem de olduğu için malzemenin hamur yapısı görüntülenmiştir (tane boyut, şekil ve dağılımı). Ayrıca görüntülerin renkli olmasından faydalanılarak pişirme atmosferi hakkında öngörülerde bulunulmuştur. Yapılan çalışmada alt ve üstten aydınlatmalı olarak çalışan LEICA Research Polarizan marka ve DMLP model optik mikroskop kullanılmıştır. Örneklerdeki mineral, kayaç gibi içeriklerin belirlenmesinde Point Counting metodu kullanılmıştır. Analizler süresince buluntular üzerinden x25 büyütme tek ve çift nikole sahip Leica DFC280 marka dijital kamera ile görüntü alınmış ve yorumlamalar Leica Qwin digital görüntüleme ile yapılmıştır.

2.2.4. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektrometresi Analizi

FTIR analizi seramik hamurlarının kimyasal ve mineralojik içeriklerinin teyit edilmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Bu teknik ile mevcut literatürde yer alan karakteristik band değerleri ışığında değerlendirme yapılmıştır. Analiz PERKİN marka ELMER Model FTIR cihazı kullanılarak 500-1800 cm^{-1} band aralığında (parmak izi bölgesinde) gerçekleştirilmiştir.

2.2.5. Termogravimetrik Analiz ve Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA)

Bu teknik ile seramiklerde 25-1000°C arasında meydana gelen endotermik ve ekzotermik reaksiyonlar ile bu reaksiyonlar sonucu oluşan ağırlık kayıpları tespit edilmiştir. Bu amaçla, çalışmada DTG-60H model, SHIMADZU marka TG-DTA analiz cihazı kullanılmış olup analiz 20 ml/dk akışa sahip N₂ (g) atmosferinde dakikada 20°C artan ısıtma oranı ile gerçekleştirilmiştir.

2.2.6. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Saçınımlı X-ışını Spektroskopisi (SEM-EDX) Analizi

Seramiklerin mikro yapısal ve kimyasal özelliklerini detaylı olarak incelemek amacıyla elektron mikroskobu kullanılmıştır. Seramiklerin SEM görüntülerinin net olabilmesi amacıyla örnekler Qourum marka, Q150R ES model kaplama cihazı ile altın/paladyum ile kaplanarak iletkenlikleri arttırılmıştır. Kaplaması yapılan numuneler Carl Zeiss marka, Supra 40VP model SEM/EDX cihazı ile karakterize edilmiştir. Elde edilen SEM görüntülerinde genel ve bölgesel EDX spektrumları alınmıştır. EDX sonuçları element formunda alınmış ve ardından oksit formuna da çevrilerek yorumlanmıştır.

3. SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

3.1. Portatif XRF (p-XRF) Analiz Sonuçları

Seramik örneklerin hamurlarından hazırlanan toz örneklere GeoChem modunda uygulanan p-XRF analizinde ağırlıkça % seviyesinde tespit edilen oksitler sırasıyla Çizelge 3.1, Çizelge 3.2., Çizelge 3.3., Çizelge 3.4, Çizelge 3.5'te verilmiştir (bakınız Ek-2).

Çizelge 3. 1. CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4 ve CZR-5 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).

Oksit	Numune Kodu				
	CZR-1	CZR-2	CZR-3	CZR-4	CZR-5
SiO ₂	49,47	48,20	49,60	47,21	50,08
Al ₂ O ₃	14,09	11,49	12,86	12,11	11,76
CaO	10,65	18,23	11,18	15,12	16,06
Fe ₂ O ₃	13,71	10,66	13,76	13,54	11,66
K ₂ O ₅	4,75	2,54	3,97	3,70	2,89
MgO	4,32	3,47	6,10	5,22	3,83
P ₂ O ₅	1,74	1,61	1,27	1,33	1,58
TiO ₂	1,01	0,94	1,01	0,97	0,92
MnO	0,19	0,16	0,21	0,19	0,16

Çizelge 3. 2. CZR-6, CZR-7, CZR-8, CZR-9 ve CZR-10 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).

Oksit	Numune Kodu				
	CZR-6	CZR-7	CZR-8	CZR-9	CZR-10
SiO ₂	43,33	47,14	44,13	42,68	80,41
Al ₂ O ₃	9,71	11,93	8,88	9,50	3,68
CaO	27,93	15,08	30,04	29,14	9,02
Fe ₂ O ₃	9,92	13,01	9,65	9,51	2,90
K ₂ O ₅	2,63	3,68	3,49	2,48	1,86
MgO	3,78	6,33	-	2,94	-
P ₂ O ₅	1,42	1,45	2,18	2,06	1,68
TiO ₂	0,82	0,95	0,73	0,81	0,25
MnO	0,14	0,20	-	0,14	-

Çizelge 3. 3. CZR-11, CZR-12, CZR-13, CZR-14 ve CZR-15 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).

Oksit	Numune Kodu				
	CZR-11	CZR-12	CZR-13	CZR-14	CZR-15
SiO ₂	42,98	45,55	47,67	47,14	45,49
Al ₂ O ₃	8,50	11,77	10,90	10,36	10,16
CaO	29,64	20,50	24,06	21,42	22,65
Fe ₂ O ₃	8,50	11,97	11,32	10,94	10,61
K ₂ O ₅	2,71	3,31	3,08	3,86	3,75
MgO	4,23	3,95	-	3,13	3,99
P ₂ O ₅	1,69	1,85	1,51	1,82	1,73
TiO ₂	0,79	0,88	1,03	1,13	1,03
MnO	-	0,18	0,16	0,15	0,15

Çizelge 3. 4. CZR-16, CZR-17, CZR-18, CZR-19 ve CZR-20 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).

Oksit	Numune Kodu				
	CZR-16	CZR-17	CZR-18	CZR-19	CZR-20
SiO ₂	50,43	50,71	48,94	75,50	48,74
Al ₂ O ₃	10,69	11,19	11,11	3,64	11,62
CaO	19,36	19,49	18,71	0,15	18,85
Fe ₂ O ₃	10,40	11,90	11,09	3,12	11,75
K ₂ O ₅	2,08	4,11	3,14	0,90	3,54
MgO	4,65	-	3,75	-	3,01
P ₂ O ₅	1,45	1,40	1,40	1,87	1,28
TiO ₂	0,75	0,98	0,99	0,23	1,01
MnO	0,14	0,19	0,15	0,19	0,16

Çizelge 3. 5. CZR-21, CZR-22, CZR-23, CZR-24 ve CZR-25 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ağ. %).

Oksit	Numune Kodu				
	CZR-21	CZR-22	CZR-23	CZR-24	CZR-25
SiO ₂	52,84	47,45	47,13	42,68	45,71
Al ₂ O ₃	16,11	11,04	12,41	9,30	10,79
CaO	4,93	18,91	15,04	27,41	18,88
Fe ₂ O ₃	13,66	12,36	13,01	10,01	11,87
K ₂ O ₅	6,55	3,58	3,28	3,10	3,22
MgO	2,60	3,55	5,20	4,70	5,69
P ₂ O ₅	2,03	1,70	1,34	1,26	1,34
TiO ₂	1,04	0,86	0,94	0,88	0,80
MnO	0,19	0,20	0,16	0,14	0,16

Elde edilen sonuçlara göre örneklerdeki SiO_2 miktarının ağırlık % 42.68-80.41, Al_2O_3 miktarının ağırlık % 3.64-16.11, CaO miktarının ağırlık % 0.15-30.04, Fe_2O_3 miktarının ağırlık % 3.12-13.76, K_2O miktarının ağırlık % 0.90-6.55, MgO miktarının ağırlık % 2.60-6.33 (CZR-19 hariç), P_2O_5 miktarının ağırlık % 1.26-2.18, TiO_2 miktarının ağırlık % 0.23-1.13 ve MnO miktarının ağırlık % 0.14-0.21 aralığında değiştiği belirlenmiştir.

Numune bazında oksit içeriklerinin minimum ve maksimum değerlerine bakıldığında;

SiO_2 miktarı en düşük CZR-24'te, en yüksek CZR-10'da,

Al_2O_3 miktarı miktarı en düşük CZR-19'da, en yüksek CZR-21'de,

CaO miktarı en düşük CZR-19'da, en yüksek CZR-8'de,

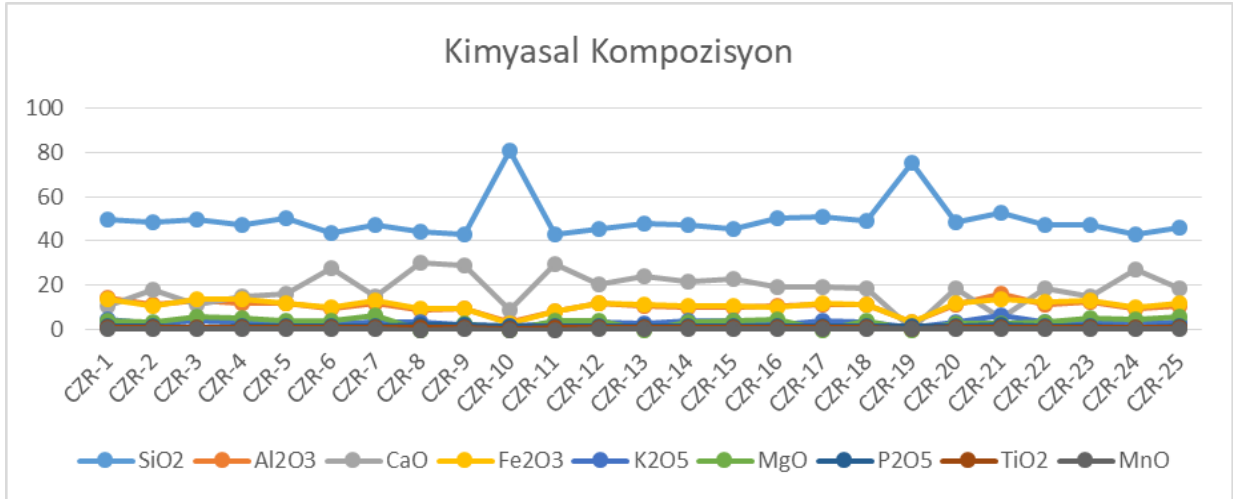
MgO miktarı en düşük CZR-8, CZR-10, CZR-13, CZR-17 ve CZR-19'da (gözlemlenmedi veya tarama limitinin altında), en yüksek CZR-7'de,

K_2O miktarı en düşük CZR-19'da, en yüksek CZR-21'de,

Fe_2O_3 miktarı en düşük CZR- 10'da, en yüksek CZR-1'de,

TiO_2 miktarı en düşük CZR-19'da, en yüksek CZR-14'te olduğu saptanmıştır.

Uygulanan p-XRF analizi sonuçları dikkate alındığında, (CaO miktarına bağlı olarak) seramiklerin çoğunlukla kalkerli hammadde ile üretildikleri öngörülmüştür. Portatif XRF sonuçları ile hazırlanan grafikte (Şekil 3.1.) seramiklerdeki oksit içeriklerinin (CaO dışında) genel olarak birbirine paralel olduğu görülmektedir. Bu durum, üretimde yer alan hammaddelerin benzer veya aynı olabileceğine işaret etmektedir. Numune seti içerisinde yer alan CZR-10 ve CZR-19 kodlu seramiklerde belirlenen yüksek SiO_2 içeriği (sırasıyla ağırlık % 80.41 ve % 75.50) bu örneklerin diğerlerinden farklı olarak silika esaslı bir bünyeye sahip olduğuna işaret etmiştir.



Seramik örneklerin hamurlarından hazırlanan toz örneklere GeoChem modunda uygulanan p-XRF analizinde ppm seviyesinde tespit edilen elementler sırasıyla Çizelge 3.6-3.10'da verilmiştir.

Çizelge 3. 6. CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4 ve CZR-5 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).

Element	Numune Kodu				
	CZR-1	CZR-2	CZR-3	CZR-4	CZR-5
Sr	288	258	273	306	335
Zr	169	162	173	192	184
Zn	157	87	139	160	104
Ni	139	69	204	207	-
Cu	119	1480	291	700	254
Rb	94	56	81	81	59
Y	33	71	42	44	59
Nb	30	-	37	26	22
Pb	27	-	230	3716	6301
As	12	-	-	-	-
S	-	6656	-	1083	1982
Mo	-	-	-	10	-
Bi	-	-	-	-	-
Sn	-	-	-	-	-
Br	-	-	-	-	-
V	-	-	-	-	-

Çizelge 3. 7. CZR-6, CZR-7, CZR-8, CZR-9 ve CZR-10 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).

Element	Numune Kodu				
	CZR-6	CZR-7	CZR-8	CZR-9	CZR-10
Sr	1243	379	1047	596	165
Zr	178	187	173	147	23
Zn	105	126	106	95	22
Ni	76	230	-	43	-
Cu	99	238	73	97	288
Rb	53	85	51	52	12
Y	24	42	28	35	9
Nb	13	18	16	20	-
Pb	89	1737	1611	2383	505
As	-	-	-	-	-
S	1050	512	3365	2861	1161
Mo	-	-	-	-	-
Bi	20	-	-	-	-
Sn	-	66	-	-	-
Br	-	-	3	3	-
V	-	-	-	-	-

Çizelge 3. 8. CZR-11, CZR-12, CZR-13, CZR-14 ve CZR-15 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).

Element	Numune Kodu				
	CZR-11	CZR-12	CZR-13	CZR-14	CZR-15
Sr	720	588	558	443	474
Zr	97	196	196	191	165
Zn	56	134	113	109	114
Ni	-	-	48	85	92
Cu	254	171	87	67	90
Rb	43	80	54	66	69
Y	35	29	25	24	38
Nb	14	26	19	26	23
Pb	2811	903	232	177	2004
As	-	-	-	68	-
S	3655	857	1677	447	1201
Mo	-	-	-	-	-
Bi	-	-	-	-	-
Sn	-	-	-	-	-
Br	-	-	-	-	-
V	-	-	-	-	-

Çizelge 3. 9. CZR-16, CZR-17, CZR-18, CZR-19 ve CZR-20 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).

Element	Numune Kodu				
	CZR-16	CZR-17	CZR-18	CZR-19	CZR-20
Sr	245	420	297	215	543
Zr	152	174	219	18	143
Zn	65	123	125	30	111
Ni	88	149	88	-	165
Cu	-	90	330	59	250
Rb	46	79	77	8	76
Y	15	25	46	8	32
Nb	23	27	20	-	14
Pb	-	685	4097	695	312
As	-	-	-	-	-
S	320	728	1572	1227	767
Mo	-	-	-	-	-
Bi	-	-	-	14	-
Sn	-	-	-	-	215
Br	-	-	-	1	-
V	-	-	-	-	-

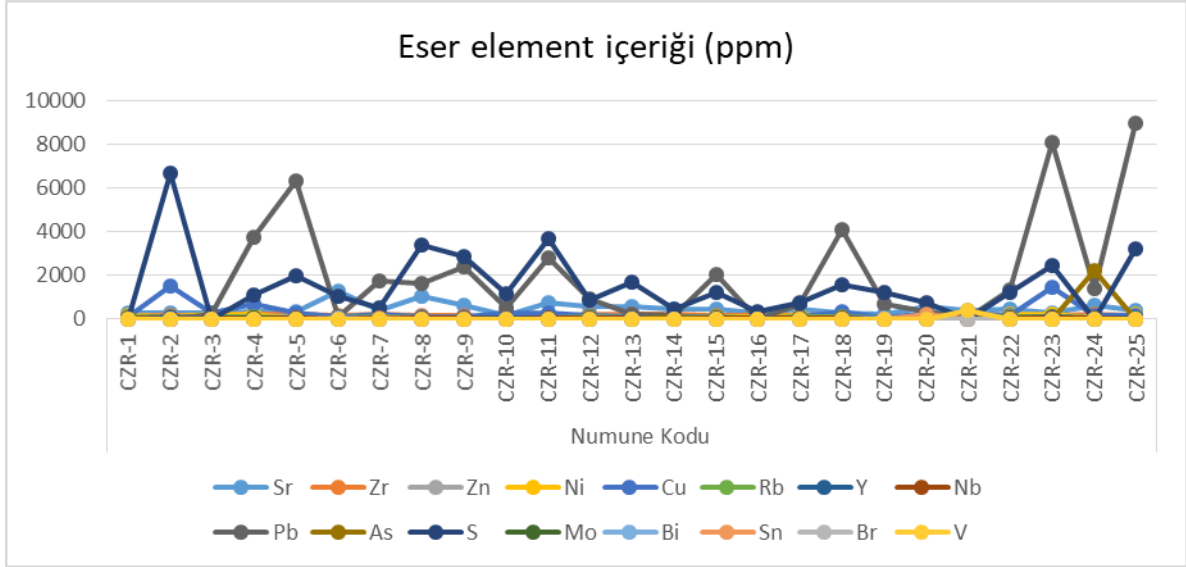
Çizelge 3. 10. CZR-21, CZR-22, CZR-23, CZR-24 ve CZR-25 kodlu örneklerin p-XRF sonuçları (ppm).

Element	Numune Kodu				
	CZR-21	CZR-22	CZR-23	CZR-24	CZR-25
Sr	379	465	269	653	400
Zr	218	168	175	194	171
Zn	201	145	129	83	121
Ni	56	202	184	54	191
Cu	284	152	1447	129	158
Rb	135	67	81	53	62
Y	39	38	71	38	61
Nb	40	26	25	17	-
Pb	41	1343	8055	1378	8951
As	119	-	-	2198	-
S	-	1183	2428	-	3225
Mo	-	-	-	-	-
Bi	-	-	-	-	-
Sn	-	-	-	-	-
Br	-	-	-	-	-
V	376	-	-	-	-

GeoChem modunda uygulanan p-XRF analizinde elde edilen sonuçlar incelendiğinde seramik hamur örneklerinin bazılarında kurşun içeriği (27-8951 ppm) olduğu görülmüştür. Geleneksel seramiklerin sır ile kaplanırken sıvı haldeki sırnın katı haldeki ürün yüzeyine yapışması sırasında sırnın bir bölümü de seramik bünye tarafından absorbe edilebilmektedir. Dolayısıyla bazı sır bileşenlerinin seramik hamuruna (sırnın uygulandığı yüzeye yakın bir derinlikte) geçmesi beklenen bir durum olarak değerlendirilebilir. Mevcut çalışmada seramik bünyelerinden hazırlanan toz örneklerle ait p-XRF analizinde gözlemlenen kurşun içeriği, seramiğin sırlanması (ya da renkli sırla boyanması) veya pişirim prosesinde sır tabakasının bünye ile olan etkileşimi sırasında tabakalar arasında Pb elementinin büyük ihtimalle difüze olduğuna işaret etmiştir. Bu durumun netleşmesi amacıyla yeterli büyüklükte sır yüzeyine sahip temsili bazı çiniler için p-XRF analizi Alloy modunda tekrar uygulanmıştır.

Seramik bünyelerdeki eser elementler arasında yer alan Sr ve Zr elementleri örneklerin hammadde kaynağı hakkında da bilgiler sunabilmektedir. Bünyesinde 400 ppm seviyesinin üstünde Sr elementi içeren örnekler ile (CZR-6, CZR-8, CZR-9, CZR-11, CZR-12, CZR-13, CZR-14, CZR-15, CZR-17, CZR-20, CZR-22, CZR-24 ve CZR-25) 160 ppm seviyesinin altında Zr elementi içeren örneklerin (CZR-9, CZR-10, CZR-11, CZR-16, CZR-19, CZR-20) üretiminde denizsel hammaddelerin kullanıldığı öngörülmüştür. Bünyesinde 400 ppm seviyesinin altında Sr elementi içeren örnekler ile (CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4, CZR-5, CZR-7, CZR-10, CZR-16, CZR-18, CZR-19, CZR-21, CZR-23) 160 ppm seviyesinin üstünde Zr elementi içeren örneklerin (CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4, CZR-5, CZR-6, CZR-7, CZR-8, CZR-12, CZR-13, CZR-14, CZR-15, CZR-17, CZR-18, CZR-21, CZR-22, CZR-23, CZR-24, CZR-25) üretiminde karasal hammaddelerin kullanıldığı öngörülmüştür. Yapılan bu değerlendirme neticesinde Sr ve Zr elementlerinin ppm seviyesindeki içerikleri numune bazlı olarak dikkate alındığında, bazı örneklerin baskın olarak denizsel hammadde içerdiği (CZR-9, CZR-11, CZR-20), bazı örneklerin baskın olarak karasal hammadde içerdiği (CZR-1, CZR-2, CZR-3, CZR-4, CZR-5, CZR-7, CZR-18, CZR-21, CZR-23), bazılarının ise hem denizsel hem de karasal hammadde içerdiği (CZR-6, CZR-8, CZR-10, CZR-12, CZR-13, CZR-14, CZR-15, CZR-16, CZR-17, CZR-19, CZR-22, CZR-24, CZR-25) ortaya konulmuştur (Çalışkan Kılıç ve ark., 2017; Akyol ve Aydın, 2016; Freestone ve ark., 2003).

Seramik bünyelerinde belirlenen eser element içeriklerinin dağılımını gösteren grafik Şekil 3.2.'de verilmiştir.



Şekil 3. 2. Çini hamurlarındaki eser element dağılımı (ppm).

Yeterli büyüklükteki temsili seramik örneklerin sırlı yüzeyleri üzerinde Alloy modu kullanılarak gerçekleştirilen p-XRF analizinde ppm seviyesinde tespit edilen başlıca elementler Çizelge 3.11’de verilmiştir.

Çizelge 3. 11. Temsili örnekler için Alloy modunda yapılan p-XRF analiz sonuçları.

Numune kodu	Element										
	Si	Pb	Fe	Al	Cu	Ti	P	Mn	Zr	As	Co
CZR-4 Yeşil Sır	13,78	75,99	0,96	1,62	1,98	-	5,66	-	-	-	-
CZR-4 Hamur	48,99	5,42	23,15	19,01	0,18	1,94	0,65	0,37	0,13	-	-
CZR-6 Yeşil Sır	40,69	38,29	3,95	4,41	11,58	0,71	0,15	-	0,21	-	-
CZR-6 Hamur	59,49	-	18,99	19,60	-	1,36	-	0,36	0,19	-	-
CZR-7 Yeşil Sır	17,89	76,15	0,63	1,51	3,23	-	0,59	-	-	-	-
CZR-7 Hamur	46,00	1,72	29,92	18,44	-	1,84	1,01	0,49	0,14	-	-
CZR-8 Yeşil Sır	35,55	50,86	1,46	3,37	1,18	-	5,55	-	0,05	1,16	-
CZR-8 Hamur	56,65	1,39	20,72	17,16	-	1,34	2,12	0,38	0,23	-	-
CZR-9 Yeşil Sır	29,17	62,86	2,40	2,41	1,54	-	1,27	-	-	-	-
CZR-9 Hamur	59,36	2,26	17,77	17,82	-	0,85	1,37	0,43	0,13	-	-
CZR-11 Yeşil Sır	36,98	57,74	0,73	2,78	1,21	-	0,28	-	-	-	-
CZR-11 Hamur	59,76	1,55	18,49	17,71	-	1,50	0,52	0,33	0,14	-	-
CZR-12 Yeşil Sır	22,04	71,07	1,03	2,29	3,29	-	0,28	-	-	-	-
CZR-12 Hamur	51,57	0,69	23,00	20,21	-	1,71	1,56	0,49	0,16	-	-
CZR-13 Yeşil Sır	30,44	63,69	0,99	1,79	2,30	-	0,80	-	-	-	-
CZR-13 Hamur	57,05	0,10	18,58	19,67	-	1,84	1,03	0,31	0,13	-	-
CZR-14 Yeşil Sır	24,53	70,36	1,87	1,84	1,18	-	0,22	-	-	-	-
CZR-14 Hamur	52,89	0,25	24,50	17,01	-	2,07	1,52	0,58	0,18	-	-
CZR-17 Yeşil Sır	-	85,46	3,33	3,31	2,41	-	1,15	-	-	2,45	-
CZR-17 Hamur	55,58	0,10	20,89	19,38	-	2,02	0,65	0,39	0,12	-	-
CZR-18 Yeşil Sır	29,32	58,03	2,91	4,24	2,44	-	2,05	-	-	-	-
CZR-18 Hamur	55,34	3,39	19,64	19,01	0,20	1,57	0,33	0,35	0,13	-	-
CZR-19 Mavi Sır	68,71	17,09	4,16	6,17	-	-	0,66	-	-	1,50	0,44
CZR-19 Hamur	79,06	0,89	8,94	7,91	-	-	1,03	0,68	0,04	-	-
CZR-22 Yeşil Sır	30,64	62,56	0,59	2,82	3,13	-	0,26	-	-	-	-
CZR-22 Hamur	53,98	0,26	22,03	19,60	-	1,83	1,19	0,55	0,12	-	-
CZR-25 Beyaz Sır	-	86,98	1,52	5,13	-	-	0,31	-	0,10	3,67	-
CZR-25 Hamur	45,09	14,19	21,21	16,49	--	1,39	0,85	0,24	0,18	-	-

Örneklere genel olarak bakıldığında;

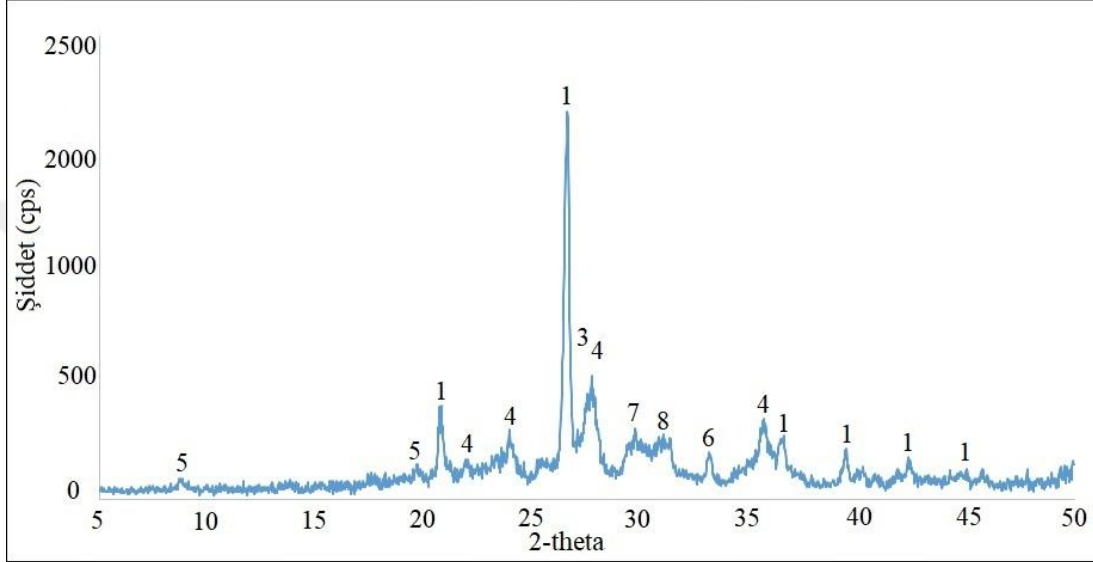
CZR-4 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 75.99 ve hamurda ağ. % 5.42, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 1.98 ve hamurda ağ. % 0.18, CZR-6 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 38.29 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 11.58 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-7 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 76.15 ve hamurda ağ. % 1.72, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 3.23 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-8 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 50.86 ve hamurda ağ. % 1.39, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 1.18 ve hamurda 0 (tarama limitinin altında), CZR-9 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 62.86 ve hamurda ağ. % 2.26, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. %

1.54 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-11 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 57.74 ve hamurda ağ. % 1.55, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 1.21 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-12 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 71.07 ve hamurda ağ. % 0.69, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 3.29 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-13 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 63.69 ve hamurda ağ. % 0.10, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 2.30 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-14 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 70.36 ve hamurda ağ. % 0.25, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 1.18 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-17 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 85.46 ve hamurda ağ. % 0.10, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 2.41 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-18 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 58.03 ve hamurda ağ. % 3.39, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 2.44 ve hamurda ağ. % 0.20, CZR-19 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 17.09 ve hamurda ağ. % 0.89, Co miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 0.44 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-22 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 62.56 ve hamurda ağ. % 0.20, Cu miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 3.13 ve hamurda ağ. % 0 (tarama limitinin altında), CZR-25 kodlu numunede Pb miktarı sırlı yüzeyde ağ. % 86.98 ve hamurda ağ. % 14.19 (renk veren element saptanmamıştır) olduğu tespit edilmiştir.

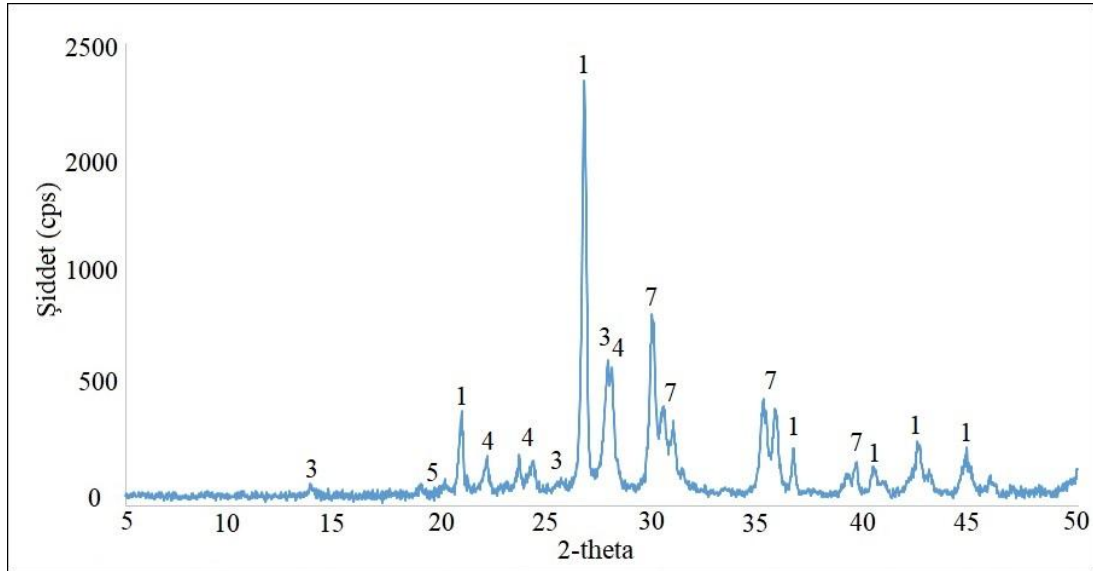
Seramiklerdeki sırlı yüzeyler için uygulanan p-XRF analizinde genel olarak kullanılan sırların kurşun içeriği bakımından zengin olduğu saptanmıştır. Analizler esnasında seramiklerin hem sırlı yüzeyleri hem de hamurları karakterize edilerek sıra renk veren elementler tespit edilmeye çalışılmıştır. Buna göre yeşil ve mavi rengin olduğu sırlı seramiklerde bu renkleri veren elementlerin sırasıyla bakır ve kobalt olduğu görülmüştür. Bu elementlerin aynı seramikteki hamur bileşiminde olmaması veya sıra göre çok daha az miktarlarda olması renk oluşumunda bu elementlerin etkili olduğuna işaret etmiştir. Bazı örneklerde sarıya çalan yeşil veya kahverengi tonları ile zeytin yeşili tonlarının oluşmasında Fe varlığının etken olduğu öngörülmüştür.

3.2. Mineralojik/Faz Analiz (XRD) Sonuçları

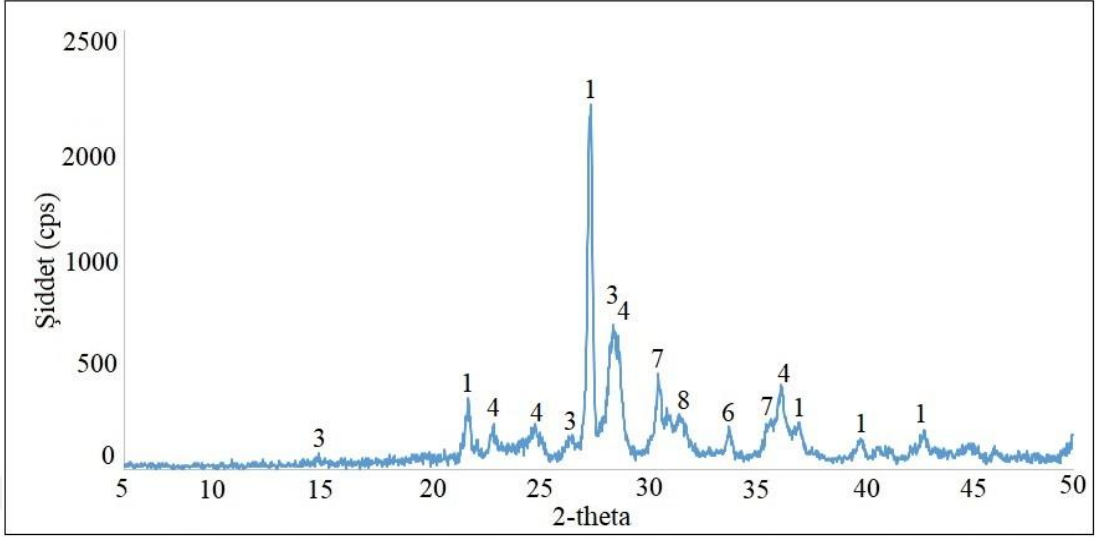
Seramiklerin mineral/faz içeriklerinin belirlendiği XRD analiz sonuçları sırasıyla Şekil 3.3 – Şekil 3.27’de verilmiştir (1: kuvars, 2: kalsit, 3: feldspat, 4: plajiyoklaz, 5: illit/muskovit, 6: hematit, 7: piroksen, 8: gehlenit) (bakınız Ek-3).



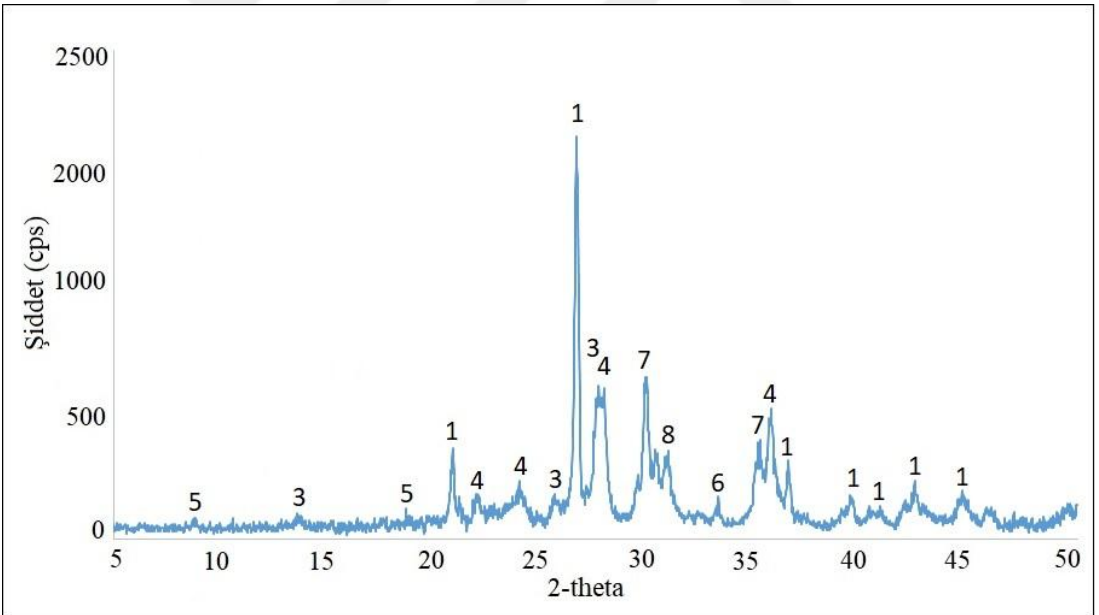
Şekil 3. 3. CZR-1 kodlu örneğe ait XRD paterni.



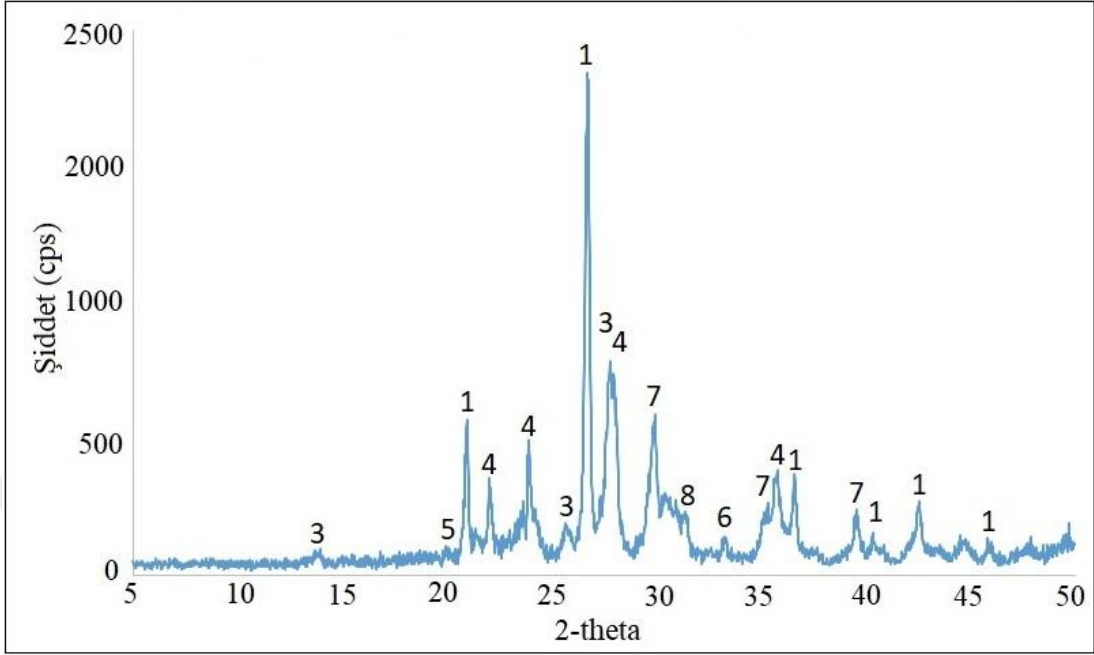
Şekil 3. 4. CZR-2 kodlu örneğe ait XRD paterni.



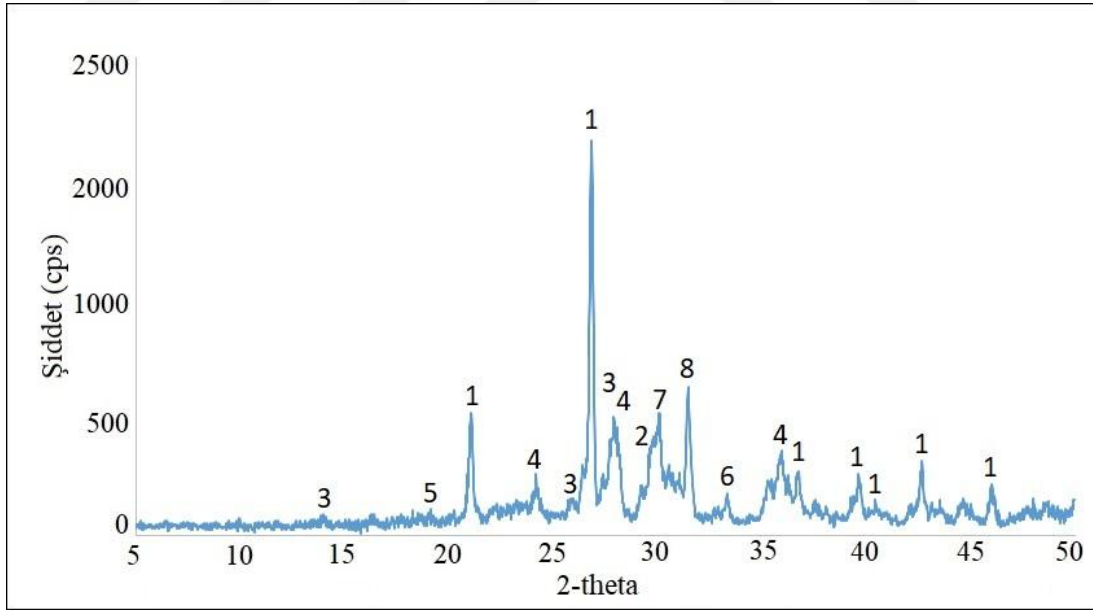
Şekil 3. 5. CZR-3 kodlu örneğe ait XRD paterni.



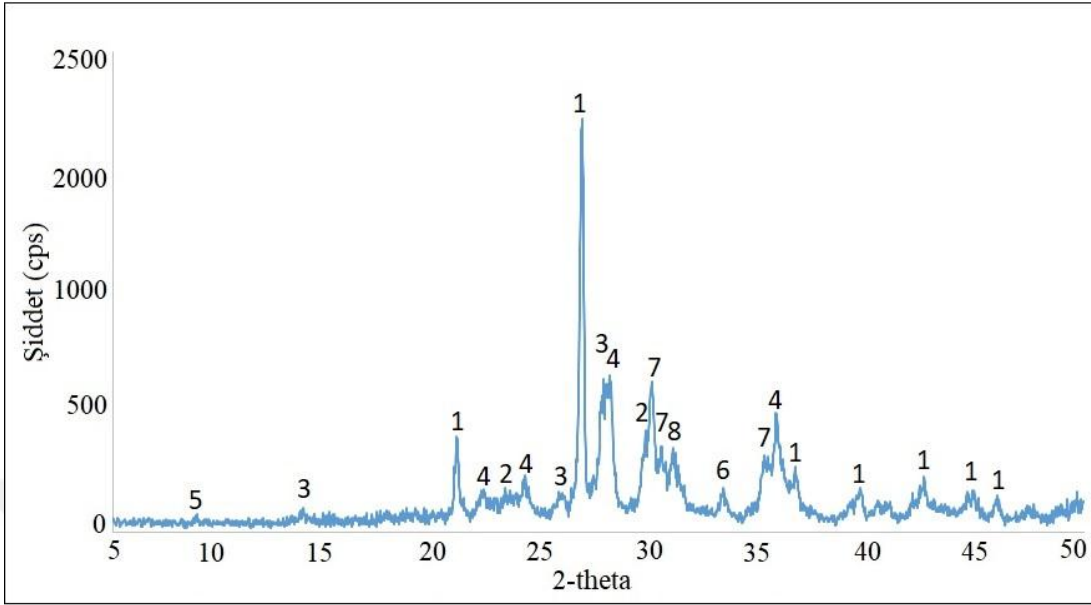
Şekil 3. 6. CZR-4 kodlu örneğe ait XRD paterni.



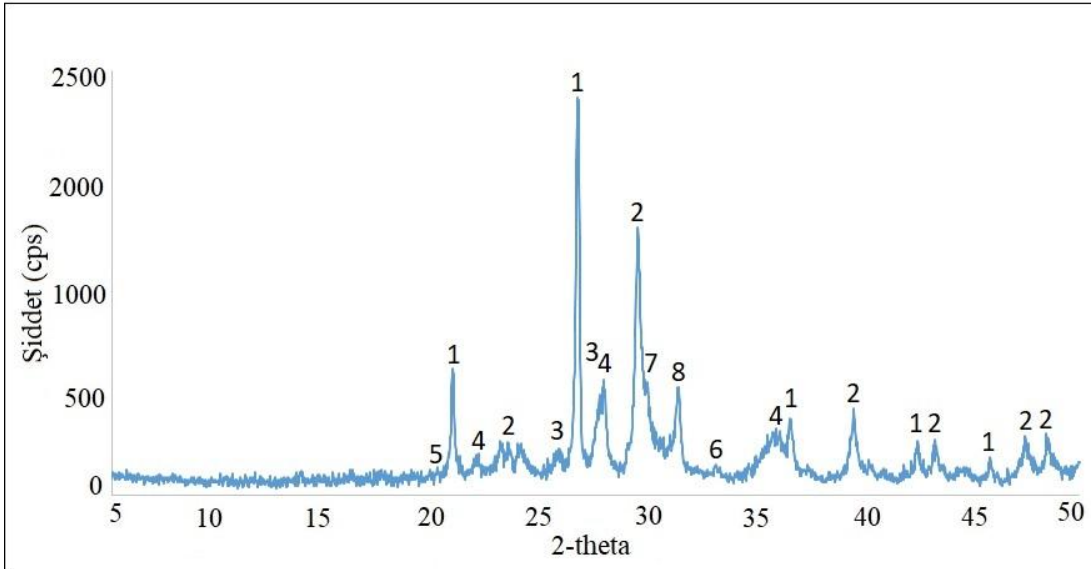
Şekil 3. 7. CZR-5 kodlu örneğe ait XRD paterni.



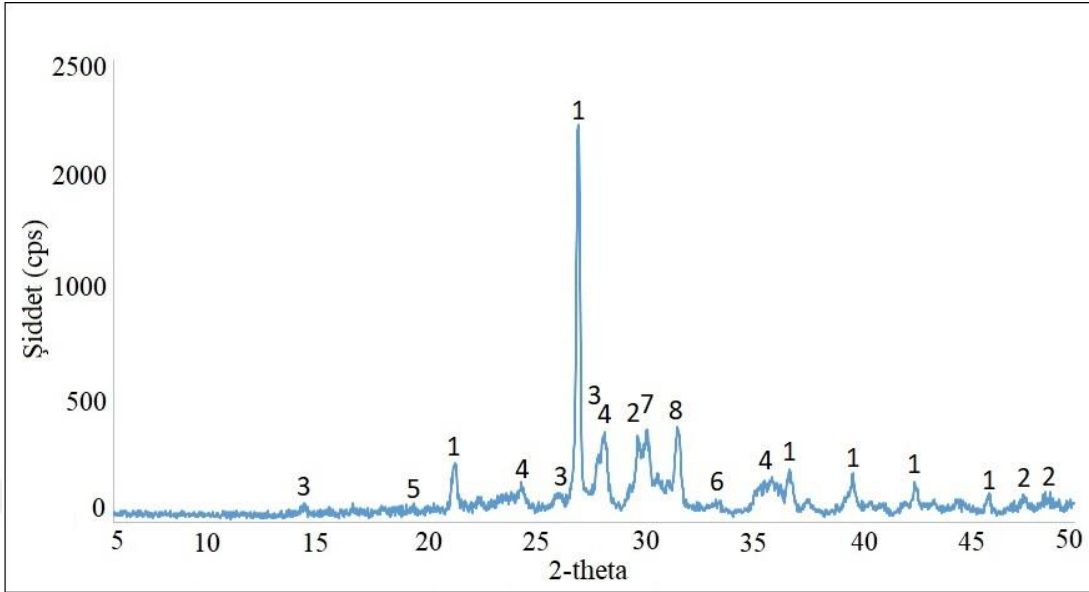
Şekil 3. 8. CZR- 6 kodlu örneğe ait XRD paterni.



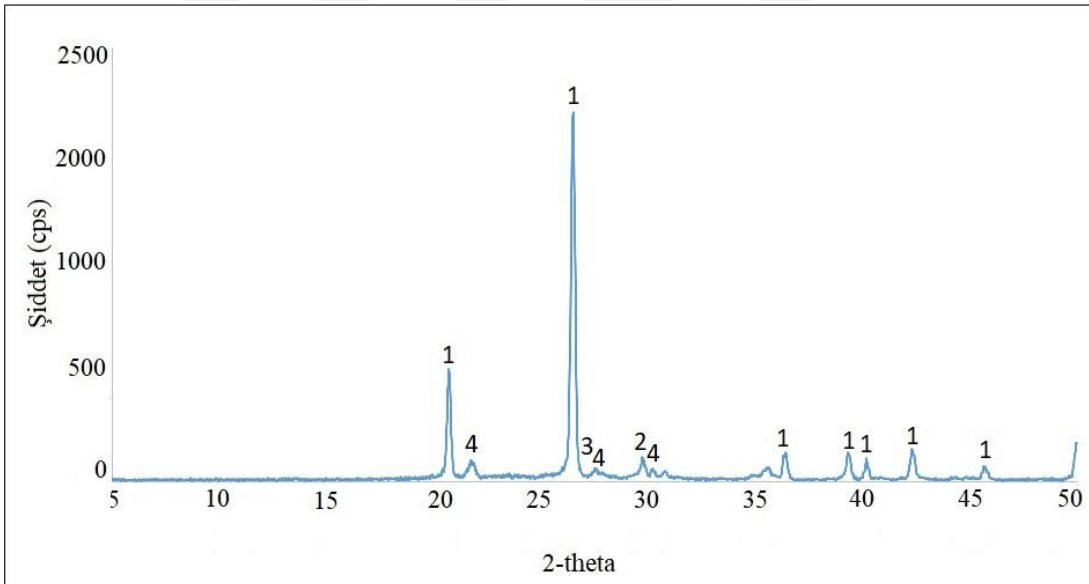
Şekil 3. 9. CZR-7 kodlu örneğe ait XRD paterni.



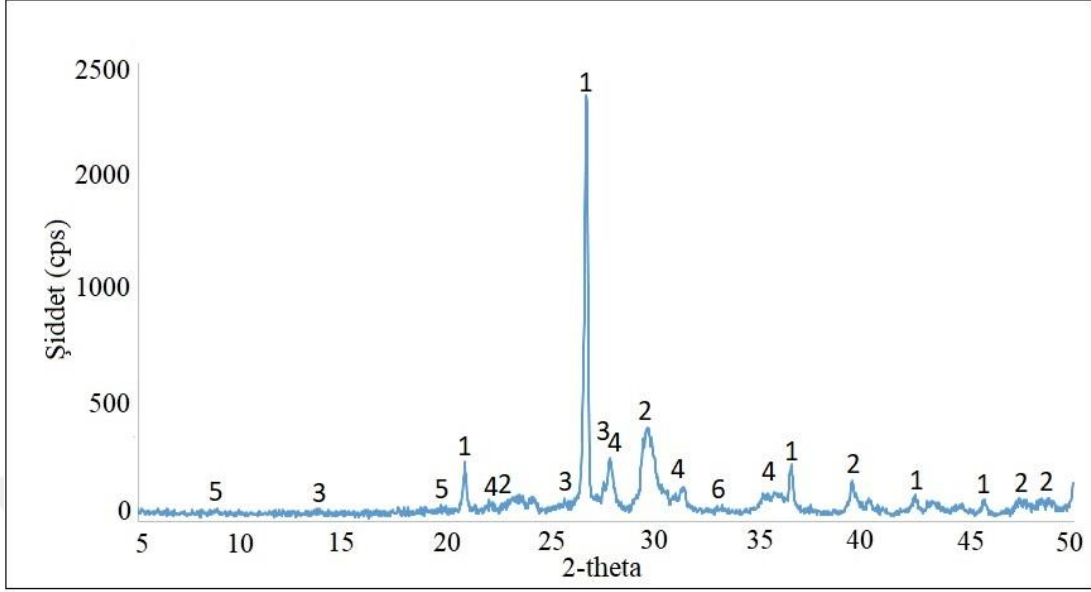
Şekil 3. 10. CZR-8 kodlu örneğe ait XRD paterni.



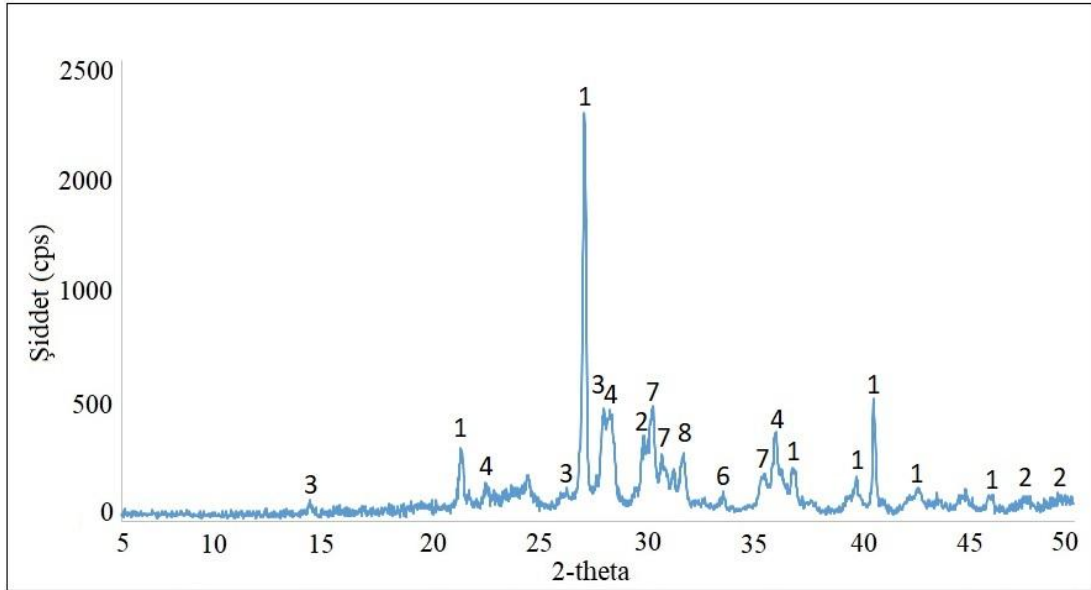
Şekil 3. 11. CZR-9 kodlu örneğe ait XRD paterni.



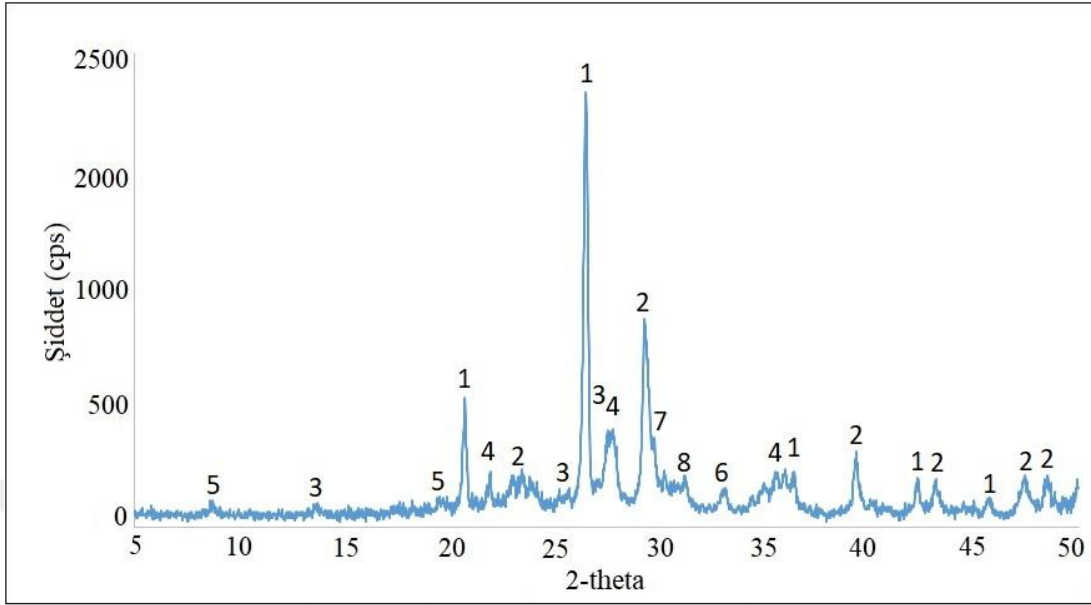
Şekil 3. 12. CZR-10 kodlu örneğe ait XRD paterni.



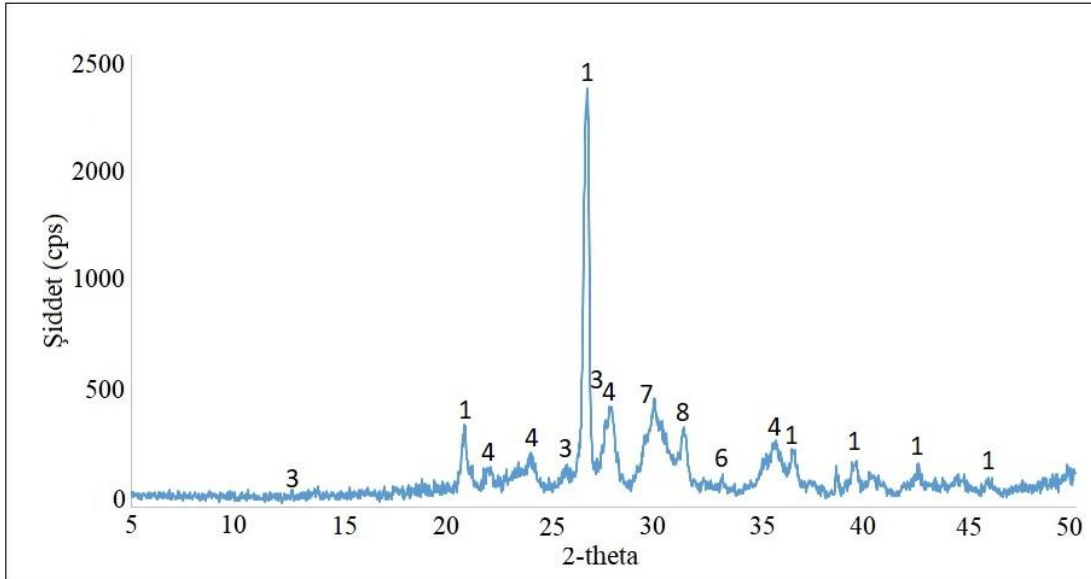
Şekil 3. 13. CZR-11 kodlu örneğe ait XRD paterni.



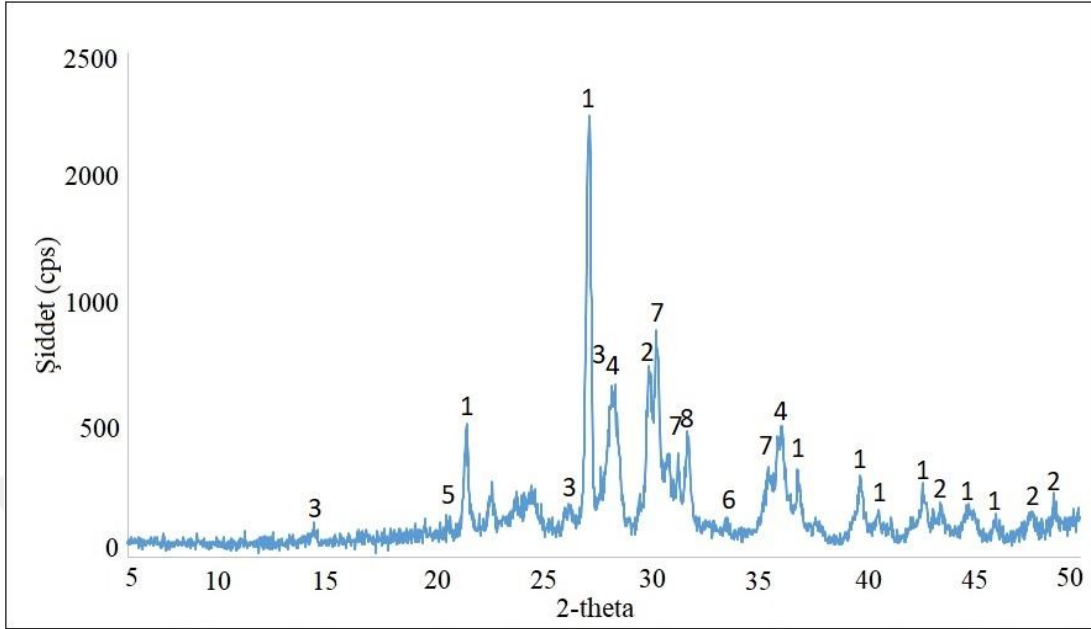
Şekil 3. 14. CZR-12 kodlu örneğe ait XRD paterni.



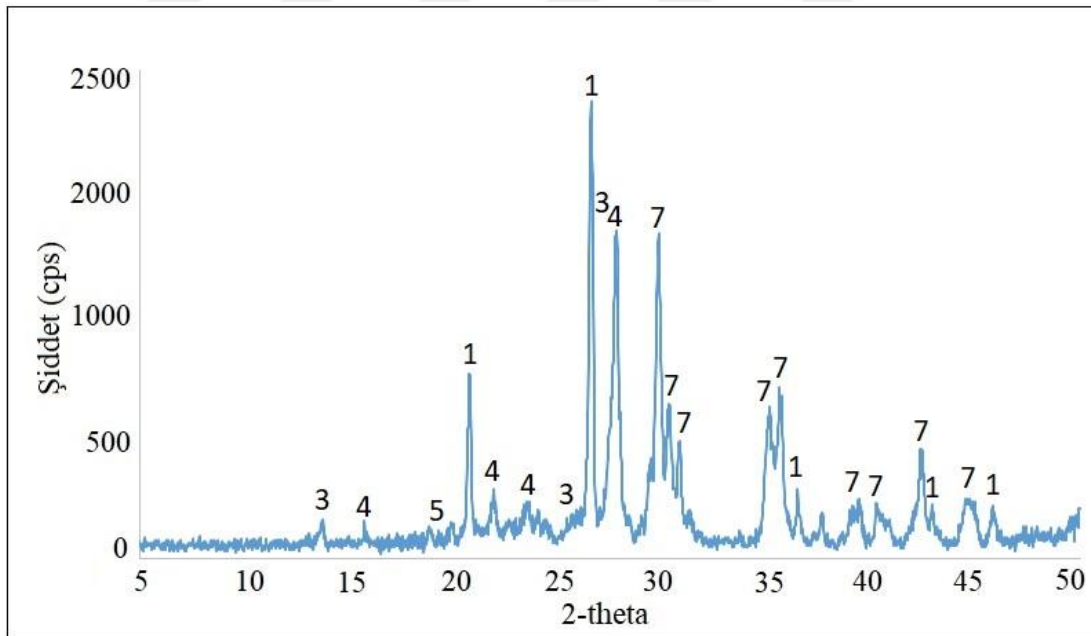
Şekil 3. 15. CZR-13 kodlu örneğe ait XRD paterni.



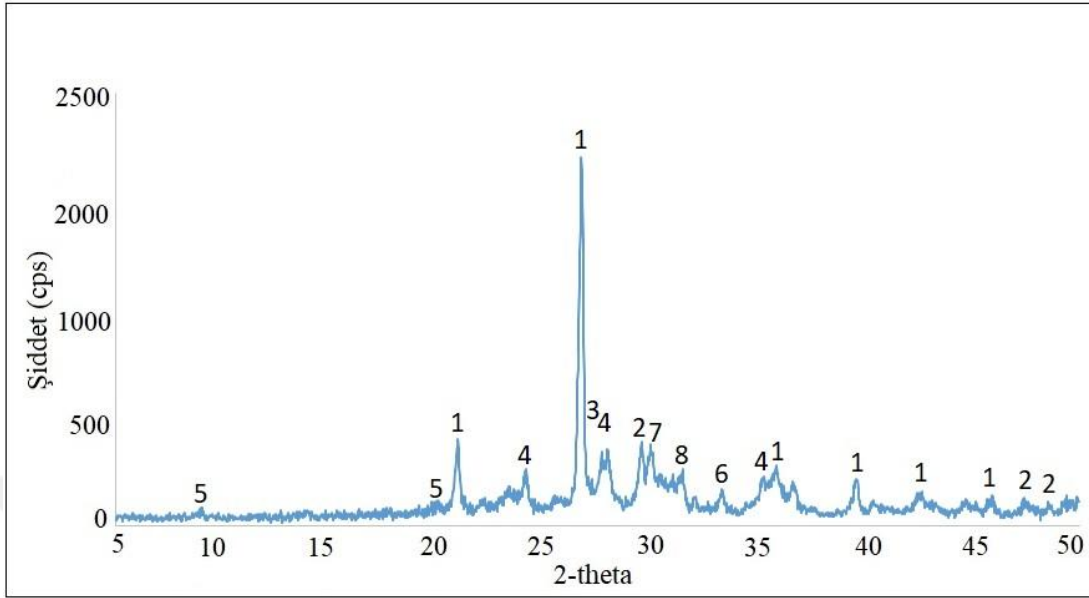
Şekil 3. 16. CZR-14 kodlu örneğe ait XRD paterni.



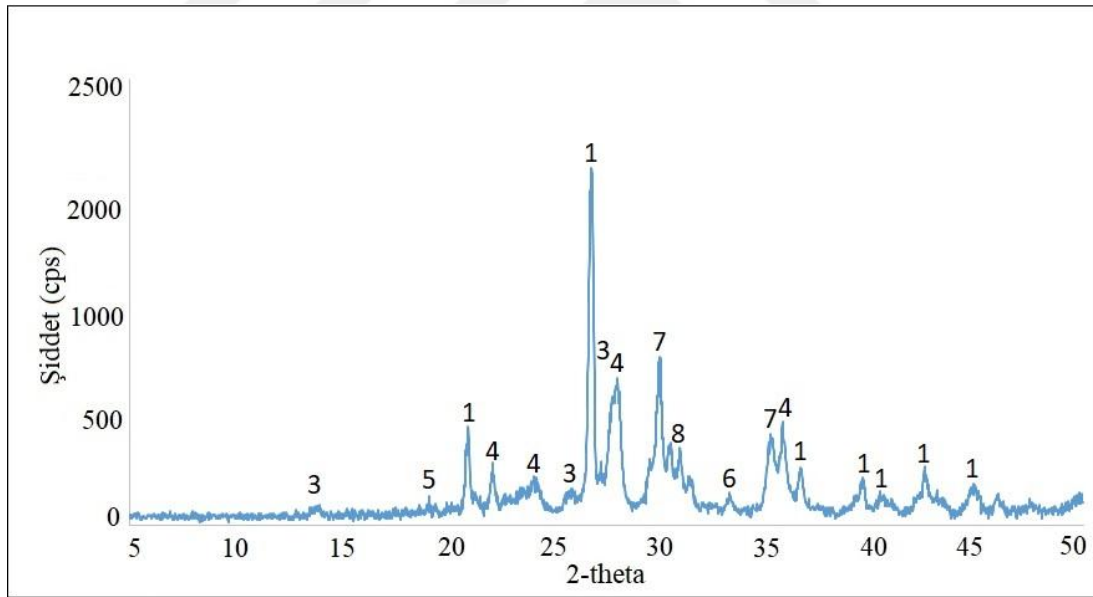
Şekil 3. 17. CZR-15 kodlu örneğe ait XRD paterni.



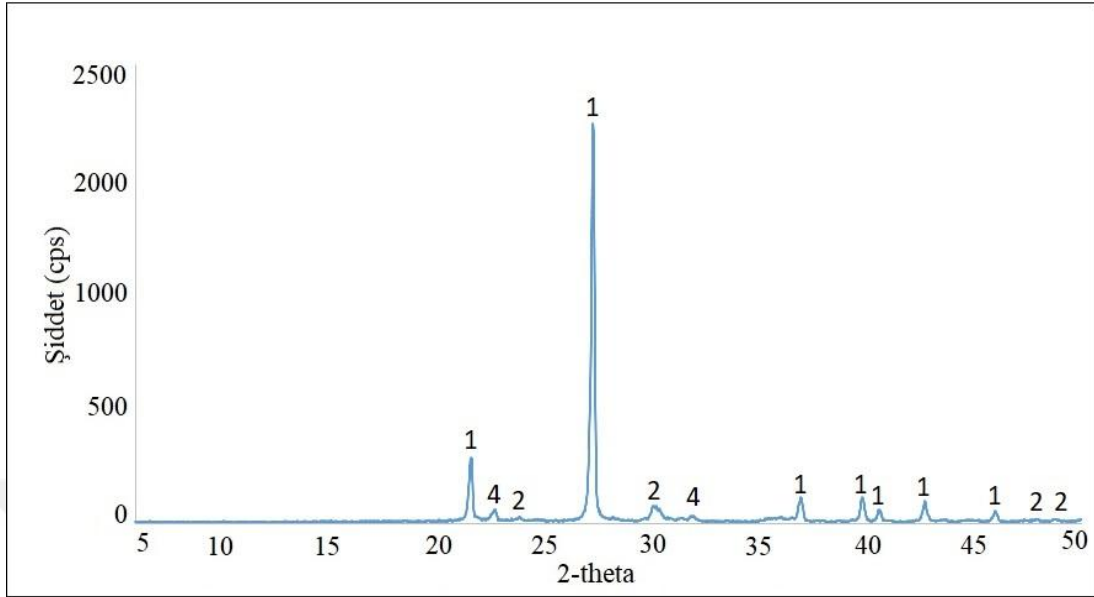
Şekil 3. 18. CZR-16 kodlu örneğe ait XRD paterni.



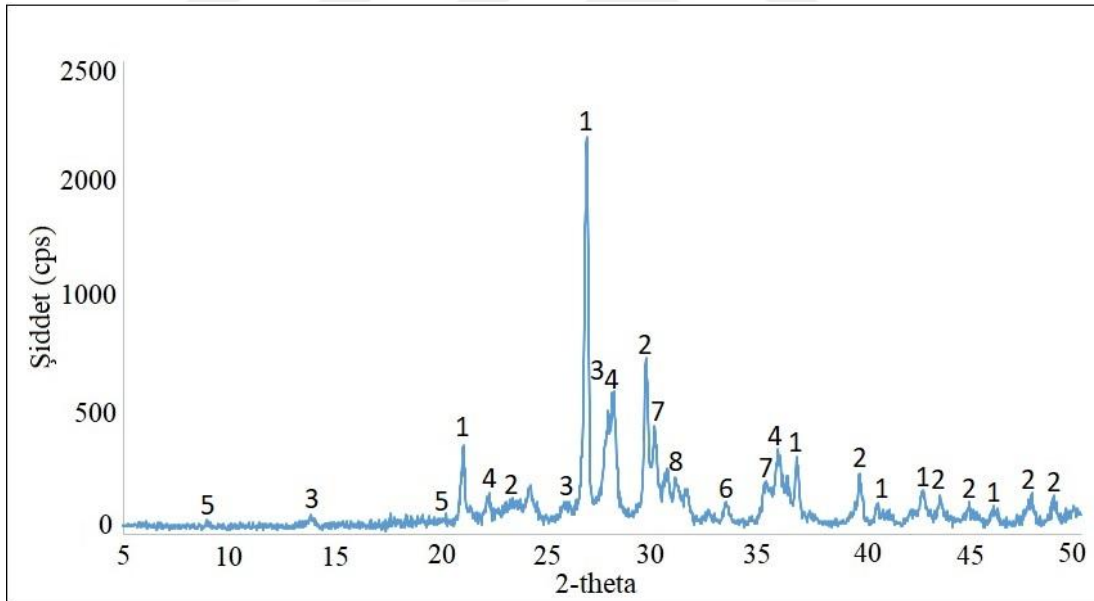
Şekil 3. 19. CZR-17 kodlu örneğe ait XRD paterni.



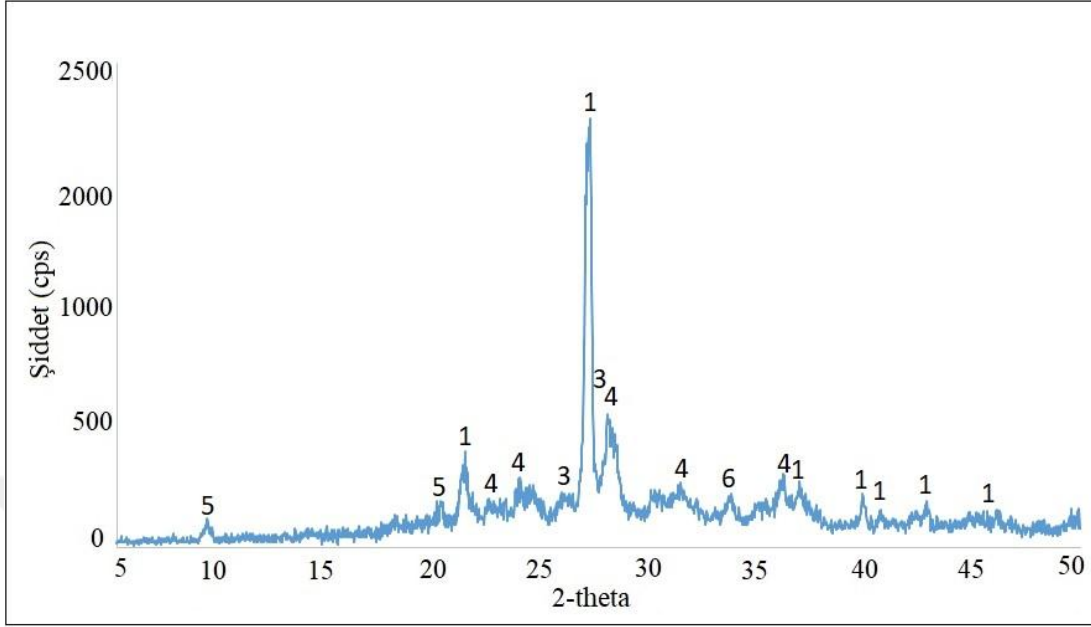
Şekil 3. 20. CZR-18 kodlu örneğe ait XRD paterni.



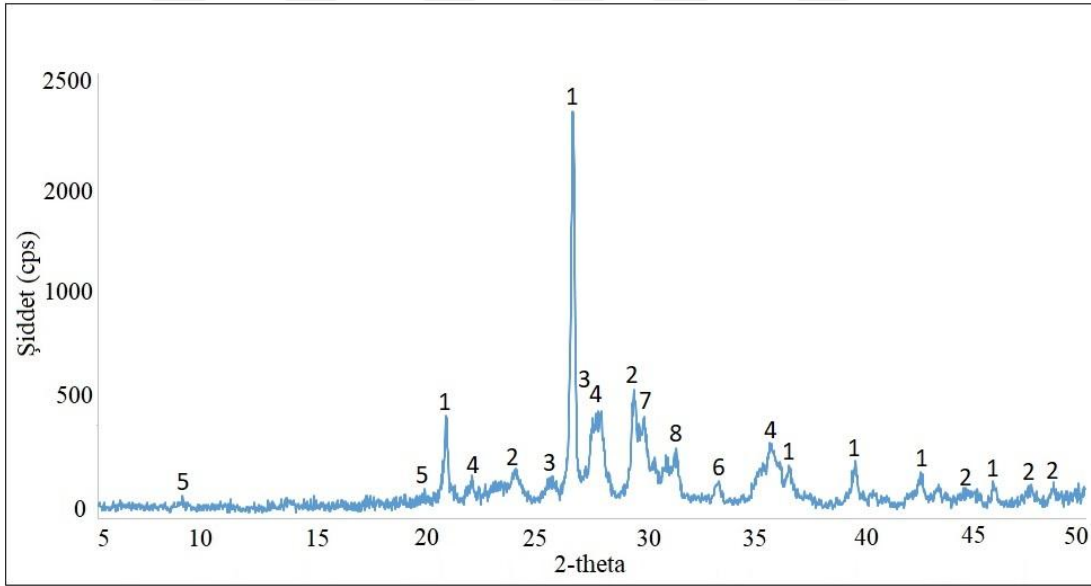
Şekil 3. 21. CZR-19 kodlu örneğe ait XRD paterni.



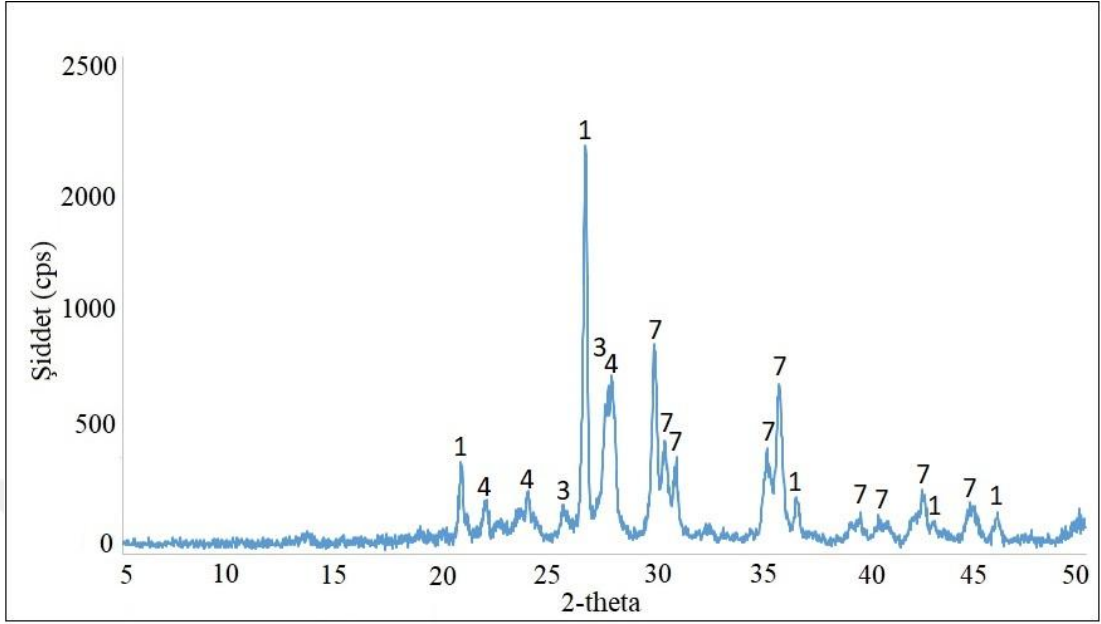
Şekil 3. 22. CZR-20 kodlu örneğe ait XRD paterni.



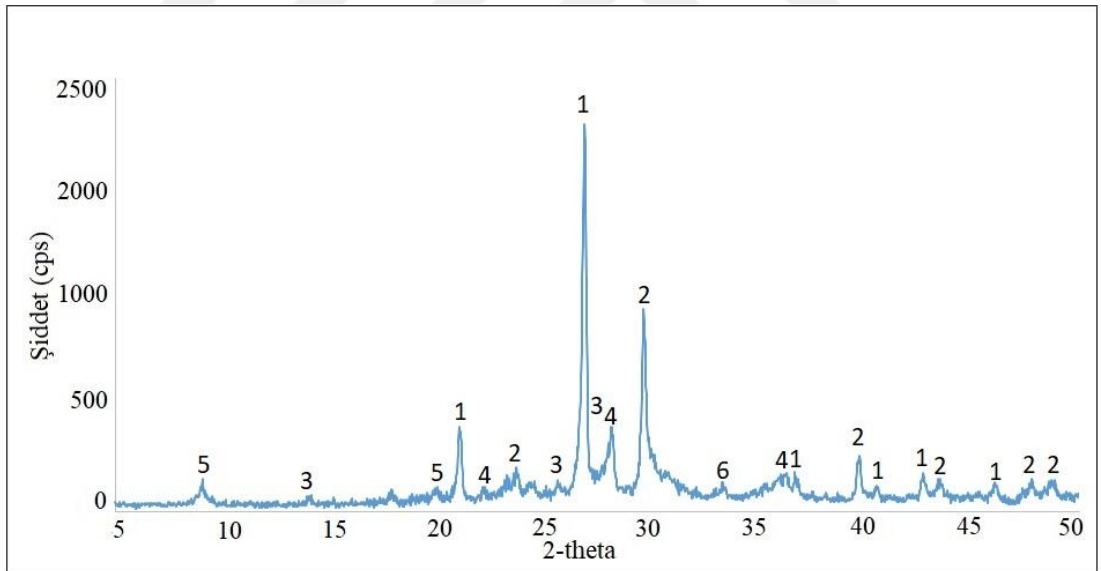
Şekil 3. 23. CZR-21 kodlu örneğe ait XRD paterni.



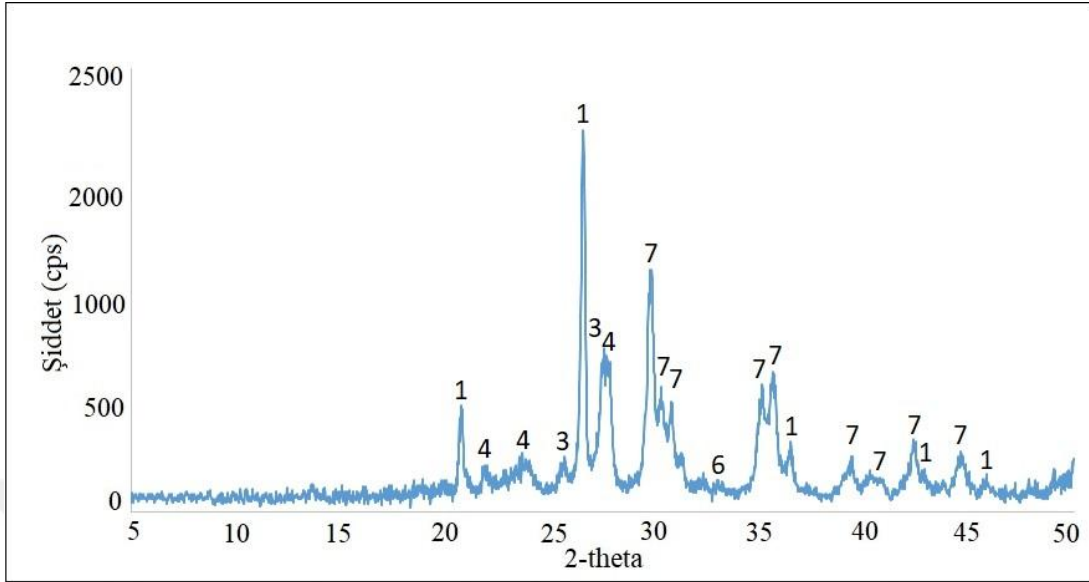
Şekil 3. 24. CZR-22 kodlu örneğe ait XRD paterni.



Şekil 3. 25. CZR-23 kodlu örneğe ait XRD paterni.



Şekil 3. 26. CZR-24 kodlu örneğe ait XRD paterni.



Şekil 3. 27. CZR-25 kodlu örneğe ait XRD paterni.

Örnekler için uygulanan XRD analizi neticesinde genel olarak saptanan mineraller kuvars ve feldspat/plajiyoklaz olmuştur. Bunlara ek olarak değişik örneklerde yüksek sıcaklık mineralleri olan piroksen ve/veya gehlenit tespit edilmiştir. Bu yüksek sıcaklık fazlarının bulunduğu bazı seramiklerde ise birincil veya ikincil olduğu öngörülen kalsit minerali saptanmıştır. Örneklerin çoğunda belirlenen hematit minerali bu seramiklerin oksijen difüzyonunun gerçekleştiği yükseltgen ortamda pişirildiklerine işaret etmiştir (İssi, 2012).

Bilindiği üzere dolomit ve kalsit gibi kalkerli hammadde içeren seramik bünyelerde sıcaklığın artmasıyla birlikte bazı değişimler meydana gelmektedir. Bunlardan bazıları mineralojik değişimlerdir. Seramik içerisinde yer alan karbonatlı hammaddelerin 800°C civarında kil mineralleri ile reaksiyona girmeleri sonucunda oluşan melilit grubu minerali olan gehlenit, ve 850-900°C civarında karbonatlı hammaddelerin kuvars ile etkileşimi sonucu oluşan (diopsit veya öjit gibi) piroksen mineralleri seramiklerin pişirim sıcaklıkları hakkında önemli bilgiler vermektedir (Fabbri ve ark., 2014; Shoval ve ark., 1993). Bu minerallere ek olarak killerin bozunum sıcaklığı da göz önüne alınmalıdır. Kil minerallerinde öncelikle 700°C civarında dehidroksilasyon meydana gelmekte ve sonrasında 900°C dolaylarında yapısal bozunum olmaktadır (Cultrone ve ark., 2001). Karbonatlı hammadde içermeyen seramiklerde ise yüksek sıcaklıklarda ($\geq 950-1000^{\circ}\text{C}$)

spinel ve müllit fazları oluşmakta buna bağlı olarak da camlaşmanın göreceli olarak daha yüksek olması beklenmektedir (Er, 2011). Sayılan bu oluşum ve bozunum reaksiyonlarında hammadde içeriği, agrega boyutu, pişirim koşulları gibi farklı parametrelerin de etken olabileceği unutulmamalıdır.

Çalışma kapsamında incelenen seramiklerin mineralojik içerikleri dikkate alınarak yapılan değerlendirmede aşağıdaki sonuçlara ulaşıldığı söylenebilir;

- i.* Yüksek sıcaklık minerallerinin görülmediği ve birincil kalsitin belirgin biçimde saptandığı seramikler için belirlenen pişirim sıcaklık aralığı 700-800°C (CZR-11, CZR-24),
- ii.* Yüksek sıcaklık mineralleri ve kalsitin olmadığı, kilin gözlemlendiği seramikler (CZR-21) için pişirim sıcaklık aralığı 800-900°C,
- iii.* Yüksek sıcaklık fazlarının ve kilin olmadığı (büyük ihtimalle kalkersiz hammadde içerikli), majör mineral olarak saptanan kuvarsin yanında ikincil kalsitin görüldüğü veya (X-ışınları şiddetine dikkate alınarak) birincil kalsitin çok az miktarda bulunduğu seramikler (CZR-10, CZR-19) için pişirim sıcaklık aralığı 900-950°C,
- iv.* Birincil kalsit ile birlikte piroksen ve gehlenitin belirlendiği seramikler (CZR-8, CZR-13, CZR-15, CZR-20) ve piroksen ile gehlenitin kalsit olmadan düşük şiddette belirlendiği seramikler (CZR-1) için pişirim sıcaklık aralığı 800-900°C,
- v.* Piroksen ve gehlenitin belirgin biçimde saptandığı ve kimi durumlarda ikincil kalsitin de minör olarak yer aldığı seramikler (CZR-3, CZR-4, CZR-5, CZR-6, CZR-7, CZR-9, CZR-12, CZR-14, CZR-17, CZR-18, CZR-22) için pişirim sıcaklık aralığı 850-900°C,
- vi.* Piroksen mineralinin kalsit ve gehlenit pikleri olmadan belirgin biçimde tespit edildiği seramikler (CZR-2, CZR-16, CZR-23, CZR-25) için pişirim sıcaklık aralığı 900-950°C olarak öngörülmüştür.

3.3. Petrografi Analizi (Optik Mikroskop) Sonuçları

Seramiklerin petrografi analiz sonuçları ve bu sonuçlara göre belirlenen gruplar sırasıyla Çizelge 3.12 – 3.13’te verilmiştir.

Çizelge 3. 12. Petrografi sonuçları

Seramik Örnekler	P*	MTA**	Kayaç ve Mineraller***	Açıklamalar****
Grup-1	5	27	Q,Pl,By,Op,A	Orta boyutta agregalı yapı andezit kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-2	7	15	Q,Pl,By,Op,Py	Orta boyutta agregalı yapı andezit kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-3	8	30	Q,Pl,Ç,By,Op,Py,A	Orta boyutta agregalı yapı kumtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-4	8	24	Q,Pl,Ç,By,Op	İnce boyutta agregalı yapı kumtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-5	7	26	Q,Pl,Ç,By	Orta boyutta agregalı yapı kumtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-6	7	28	Q,C,Ç,By,Op	Orta boyutta agregalı yapı killi kireçtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-7	7	35	Q,Pl,Ç,Op,Py	Orta boyutta agregalı yapı kumtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-8	5	8	Q,K,By,Pl,Ş	İri boyutta agregalı yapı kumtaşı kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-9	3	10	Q,Pl,Op,Py,B	İnce boyutta agregalı yapı bazalt kayaç kökenli agregalar içeriyor.
Grup-10	3	5	Q,Pl,Op,Py	İnce boyutta agregalı yapı bazalt kayaç kökenli agregalar içeriyor.

*P: Porozite (hacimce %), **MTA: Matris Toplam Agregasyon Oranı (hacimce %).

(***) A: Andezit, B: Bazalt, By: Biyotit, C: Kalsit, Ç: Çört, K: Kireçtaşı, Op: Opak Mineraller, Pl: Plajiyoklas, Py: Piroksen, Q: Kuvars, Ş: Şist.

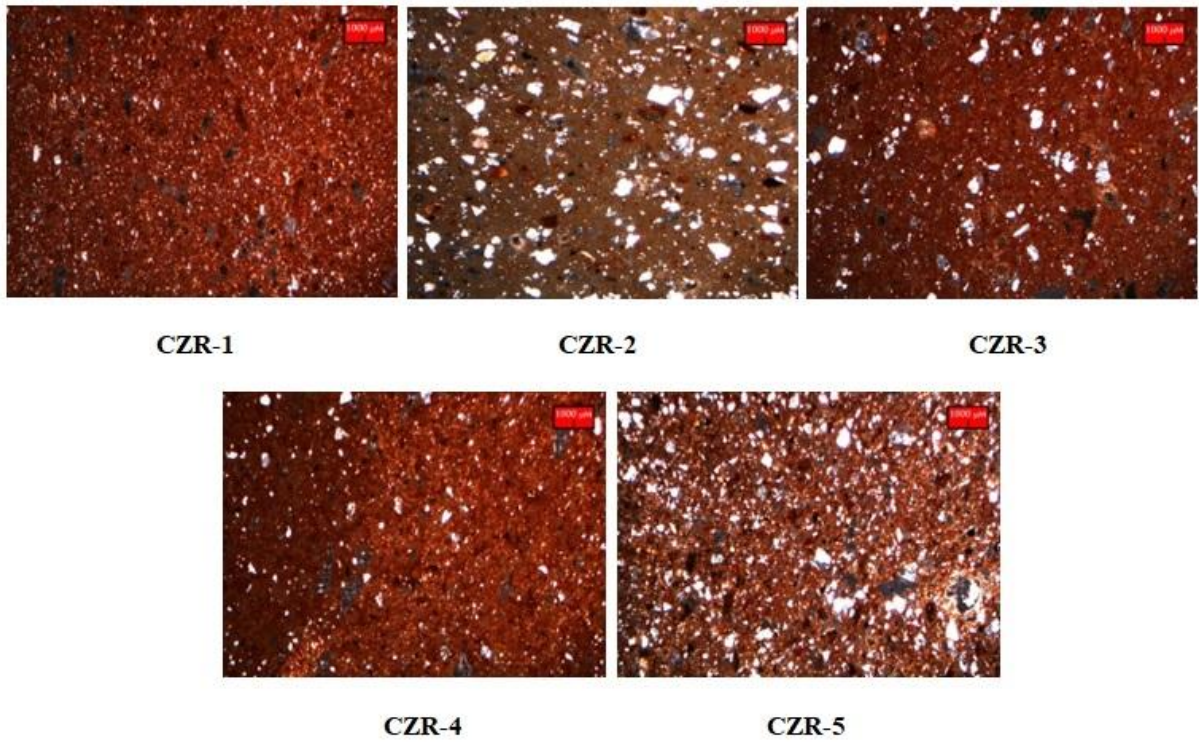
**** İnce / Orta / İri Boyutlu Agregasyon (mm) : <0,5 / 0,5-1,0 / >1,0

Çizelge 3. 13. Seramik örneklerin ait oldukları gruplar.

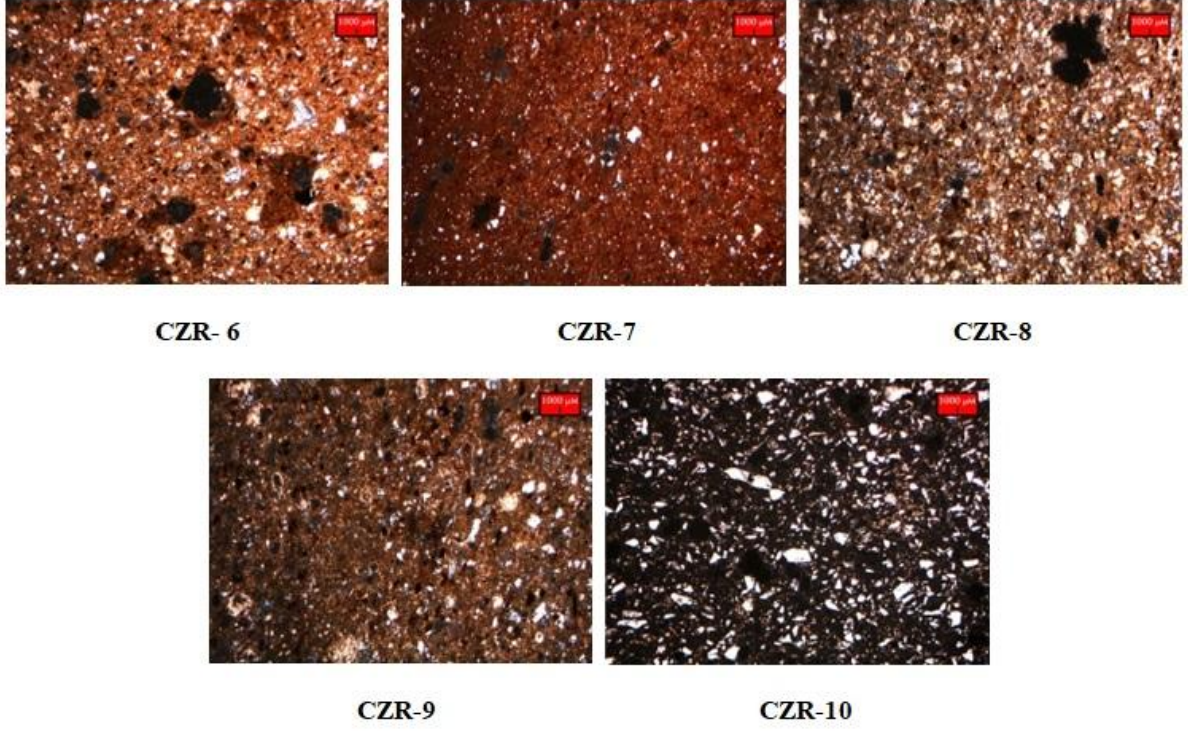
Seramik Örnek Grupları	Numune Kodu
Grup-1	CZR-1, CZR-4, CZR-7, CZR-13
Grup-2	CZR-2
Grup-3	CZR-3, CZR-12, CZR-14, CZR-17, CZR-20, CZR-24
Grup-4	CZR-5, CZR-18
Grup-5	CZR-6, CZR-15
Grup-6	CZR-8, CZR-9, CZR-11
Grup-7	CZR-10, CZR-19
Grup-8	CZR-16
Grup-9	CZR-21, CZR-22
Grup-10	CZR-23, CZR-25

Örneklere ait petrografi analiz sonuçlarına göre seramikler 10 gruba ayrılmıştır. Numunelerin genel olarak orta boyutta (0,5-1,0 mm) agregalar içerdiği, bazı örneklerin ise daha iri ve daha ince boyutta agregalardan oluştuğu görülmektedir. Seramiklerde kullanılan hammaddelerin genel olarak andezit, kum taşı ve killi kireçtaşı kökenli olduğu, az sayıda örneğin ise bazalt kayaç esaslı minerallerden oluştuğu saptanmıştır. Numunelerin tamamında kuvars tespit edilmiş olup genelinde plajiyoklaz, biyotit, opak mineraller, çört ve piroksen görülmektedir. Numune seti içerisinde yalnızca bir numunede (CZR-16) ise şist içeriği belirlenmiştir. Seramiklerde hacimce porozite ve matris toplam agrega oranlarının sırasıyla hacimce % 3-8 ve % 5-35 değerlerinde olduğu görülmüştür.

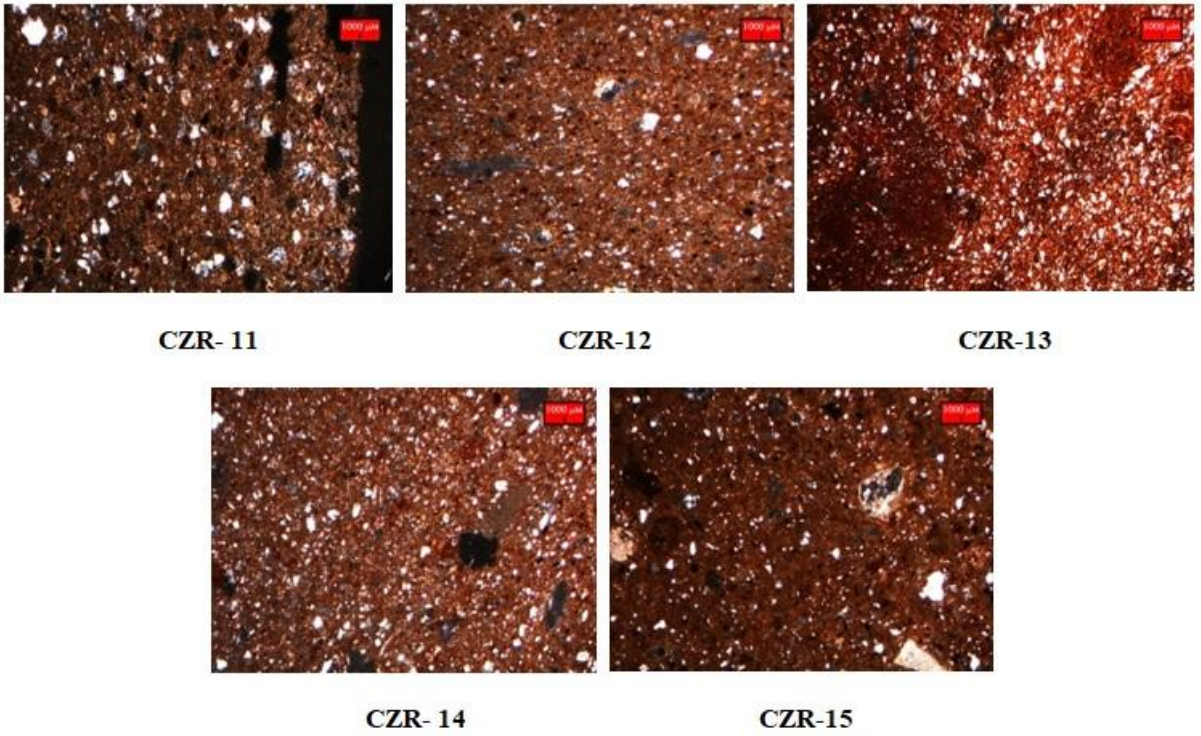
Seramiklere ait ince kesit görüntüleri Şekil 3.28. ve Şekil 3.32.'de verilmiştir.



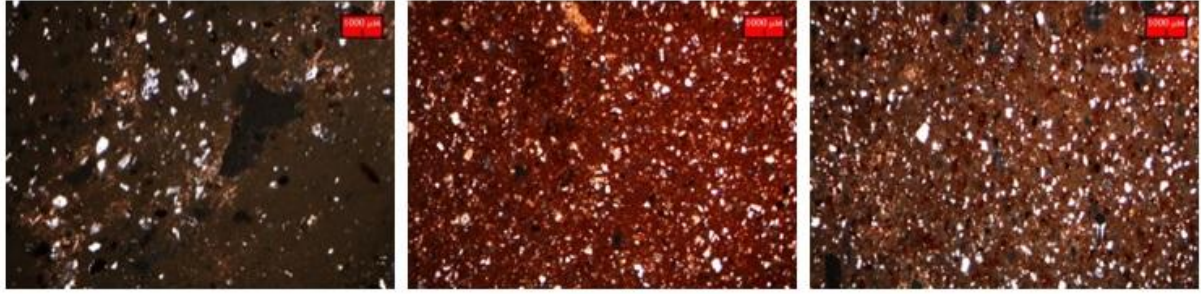
Şekil 3. 28. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 1-5).



Şekil 3. 29. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 6-10).



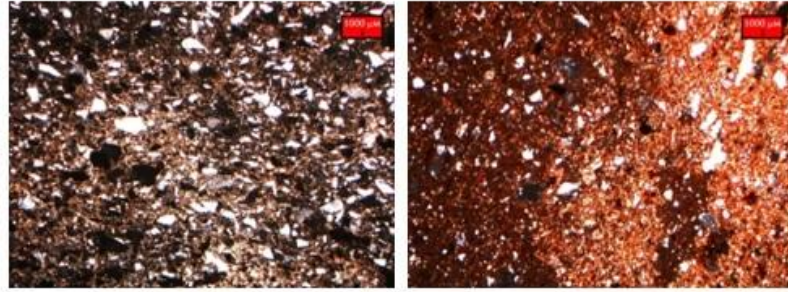
Şekil 3. 30. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 11-15).



CZR-16

CZR-17

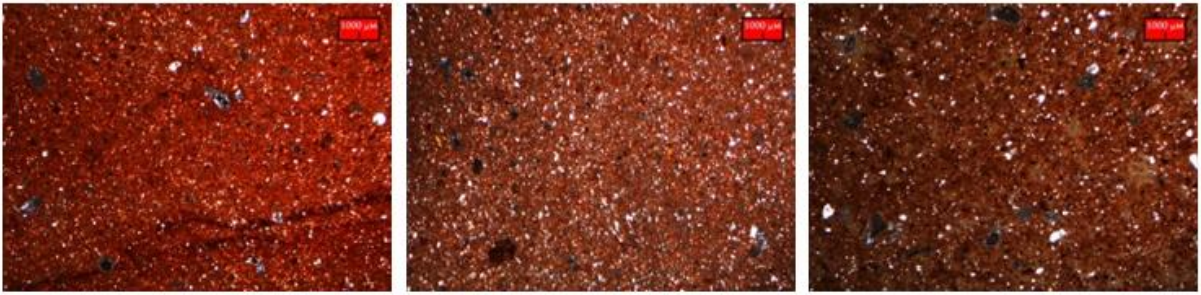
CZR18



CZR- 19

CZR-20

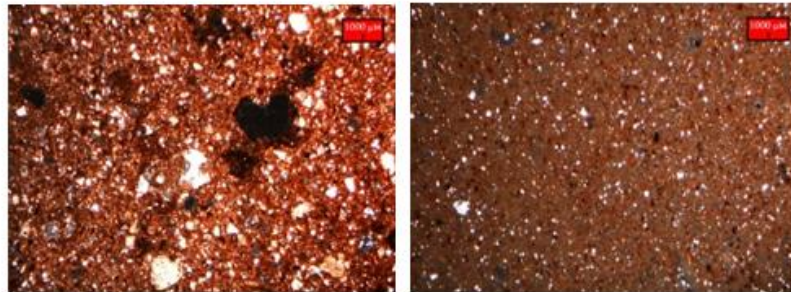
Şekil 3. 31. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 16-20).



CZR-21

CZR-22

CZR-23



CZR- 24

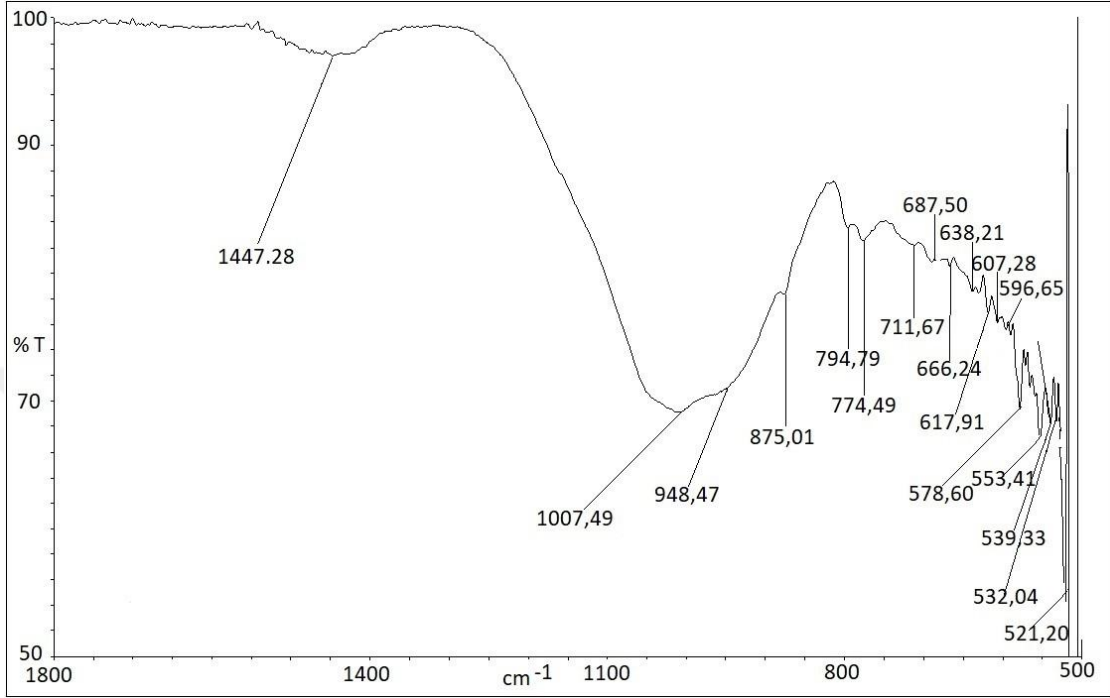
CZR-25

Şekil 3. 32. Cizre Kalesi kazısından seramik örneklerin mikro fotoğrafları (CZR 21-25).

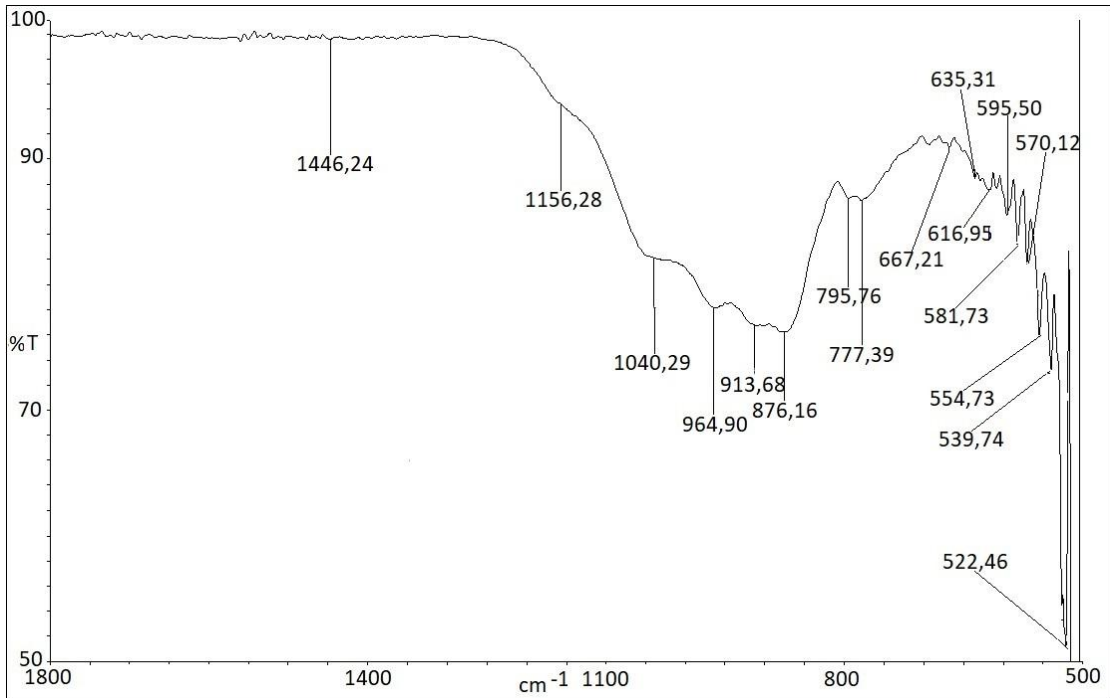
Seramiklerin ince kesit görüntüleri incelendiğinde bünyelerin genel olarak çok büyük olmayan agregalardan oluştuğu ve tanelerin matris içerisinde kimi zaman homojen kimi zaman ise heterojen dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Bünyedeki boşlukları dolduran kalsit içeriğinin gözlemlendiği bazı ince kesit görüntülerinde (örneğin; CZR-9, CZR-15) bu içeriğin gömü koşulları neticesinde oluşabilecek ikincil kalsit olduğu öngörülmüştür. İkincil kalsit varlığı bazı örneklerde ise matris içerisine yayılmış olarak belirlenmiştir (örneğin; CZR-2, CZR-5). Geleneksel seramiklerin üretiminde kullanılan organik temper malzemelerin varlığına işaret edebilecek bazı kalıntılar (boşluklar) da birkaç seramik için belirlenmiştir (örneğin CZR-6). Bu tip katkıların seramiklerin dayanımını arttırmak amacıyla kullanıldığı bilinmektedir (Rice, 1987; Tite ve ark., 2001). Benzer biçimde, bazı örneklerde (örneğin; CZR-15, CZR-24) saptanan grog benzeri oluşumların da yine seramik bünyenin sağlamlığını arttırmak ve kuruma veya pışme esnasında çatlak oluşumunu engellemek amacıyla bünyede yer aldığı öngörülmüştür (Rice, 1987; Tite ve ark., 2001).

3.4. FTIR Analiz Sonuçları

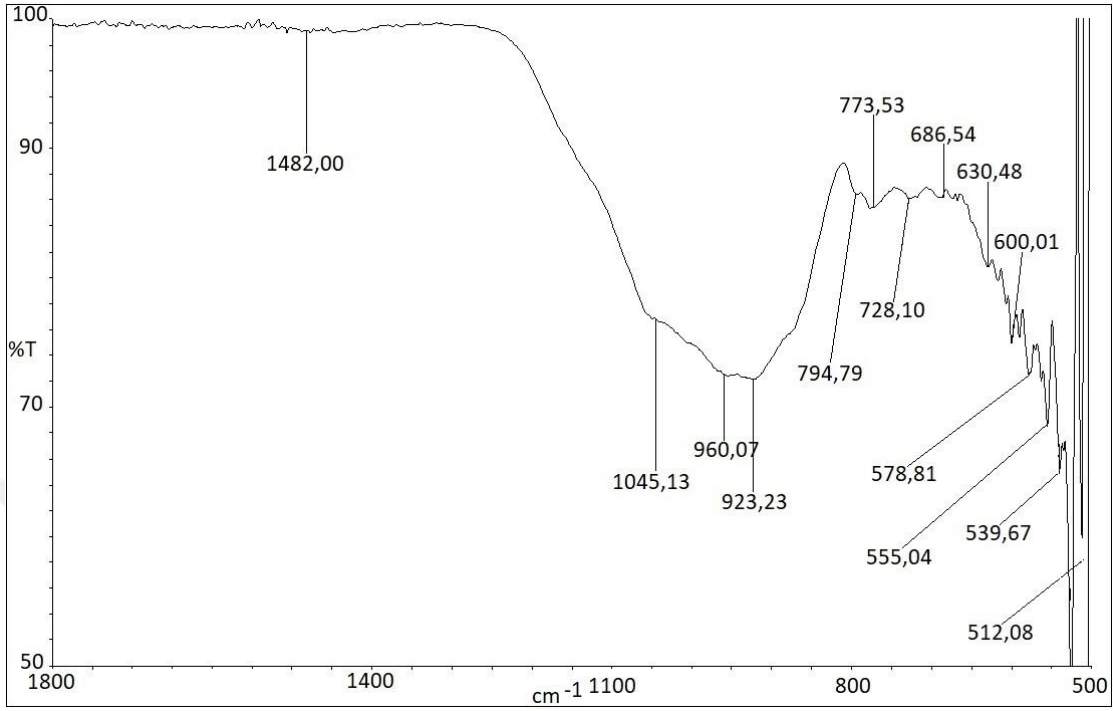
Seramiklere ait FTIR spektrumları sırasıyla Şekil 3.33- Şekil 3.57’de verilmiştir.



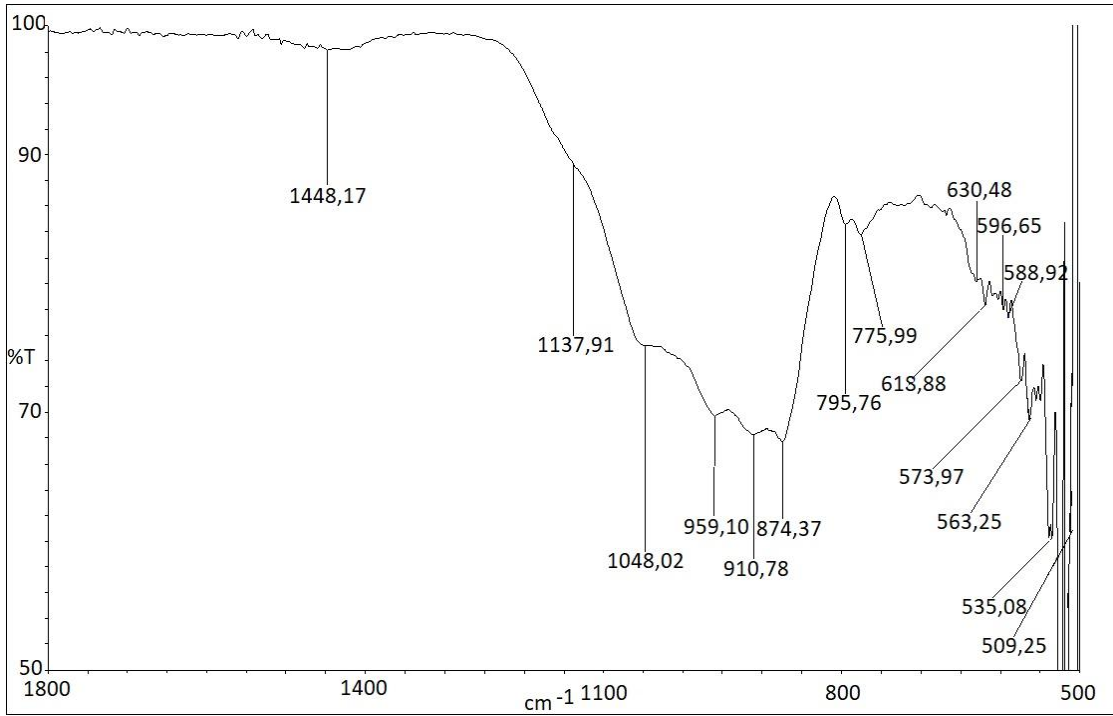
Şekil 3. 33. CZR-1 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



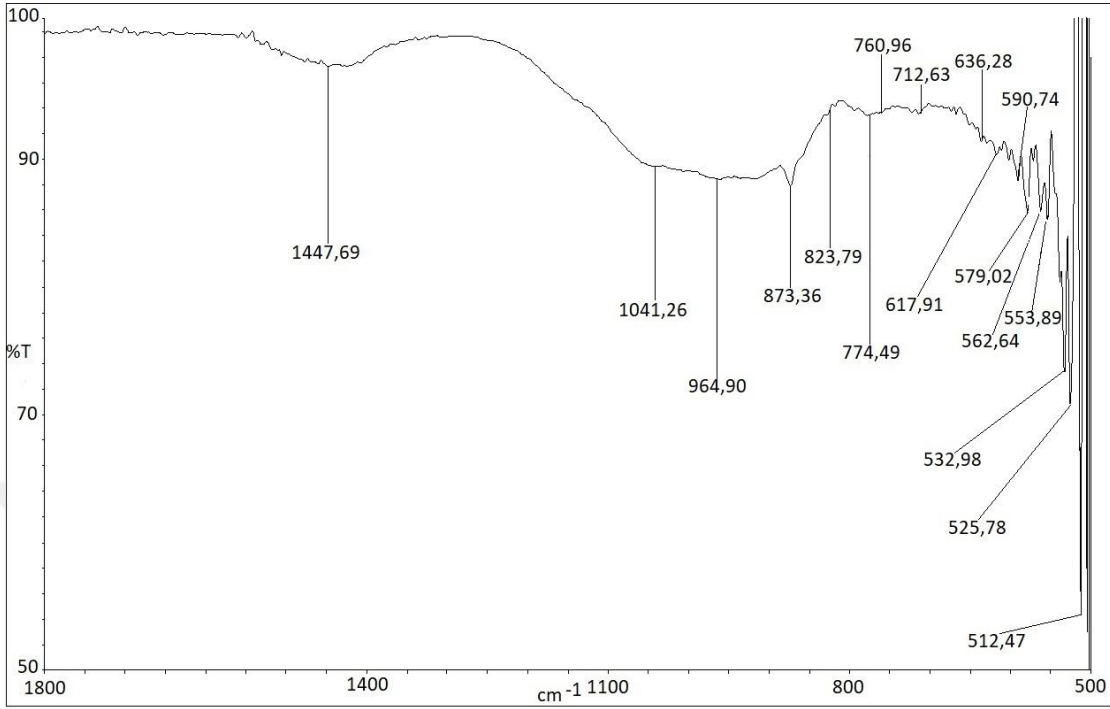
Şekil 3. 34. CZR-2 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



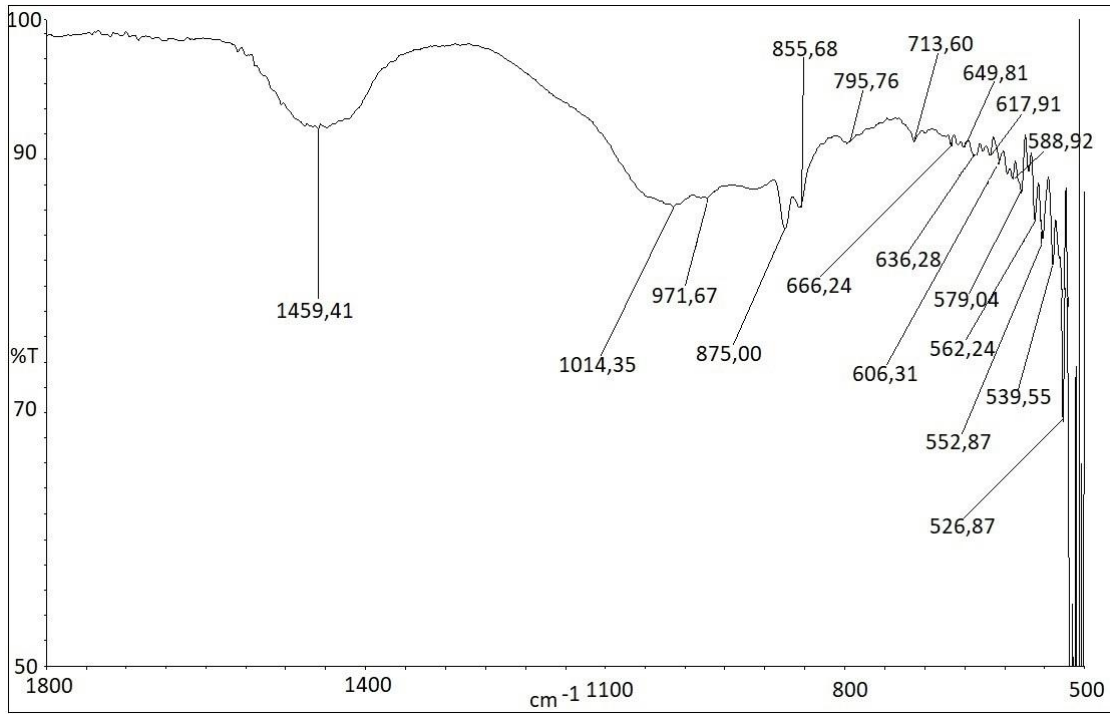
Şekil 3. 35. CZR-3 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



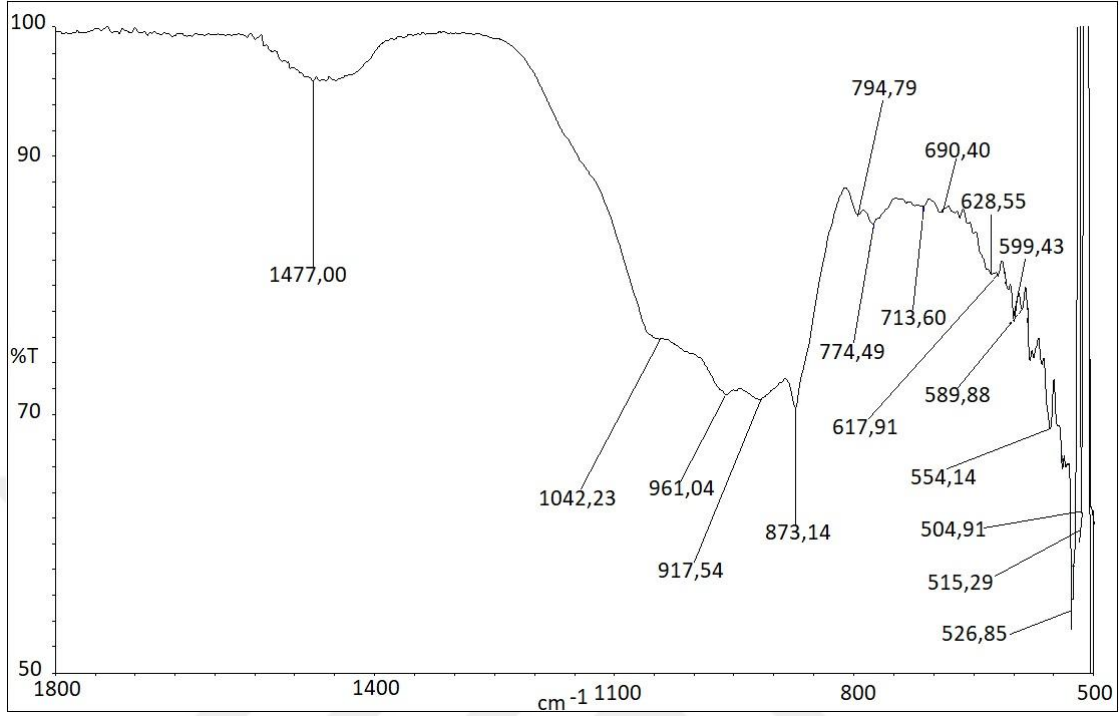
Şekil 3. 36. CZR-4 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



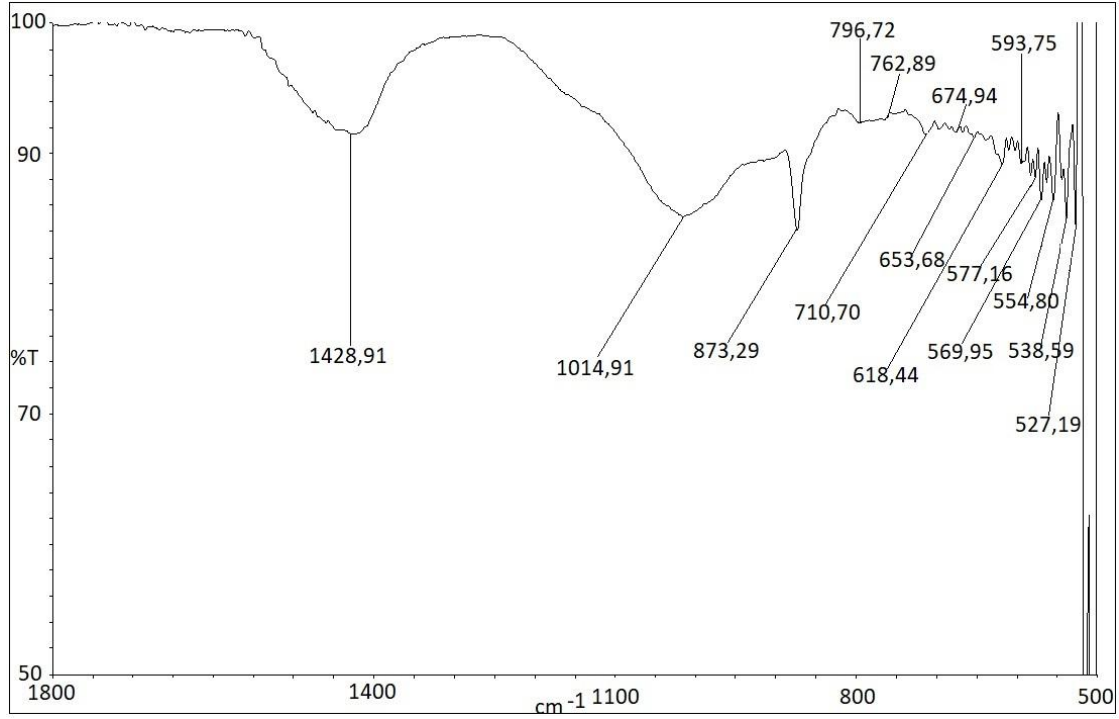
Şekil 3. 37. CZR-5 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



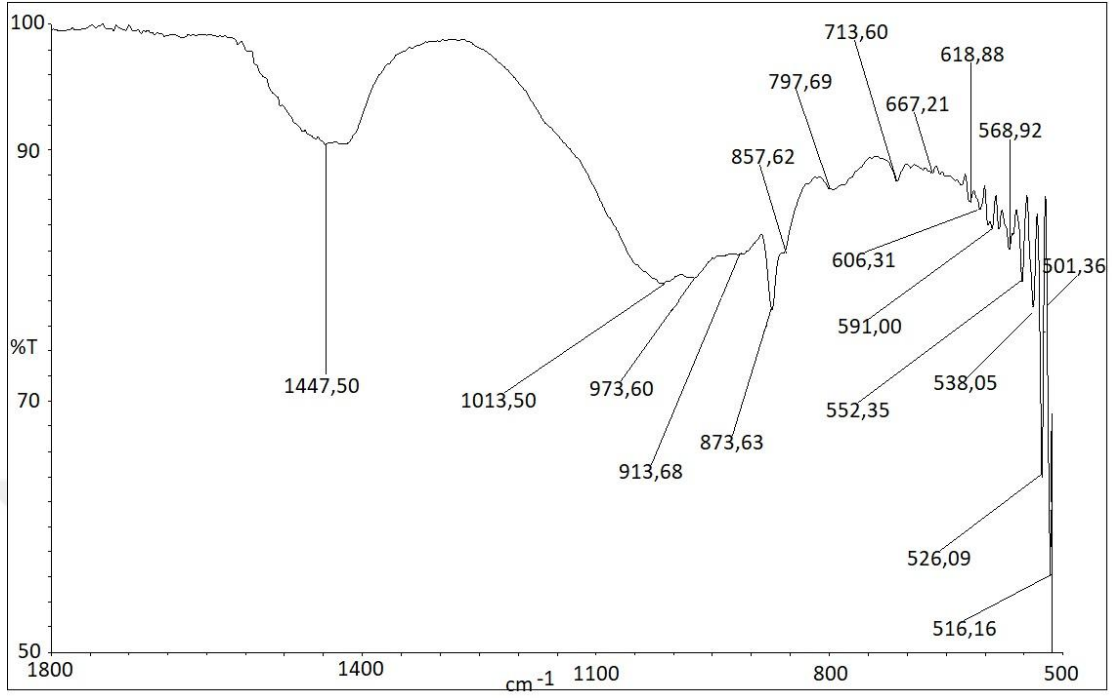
Şekil 3. 38. CZR-6 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



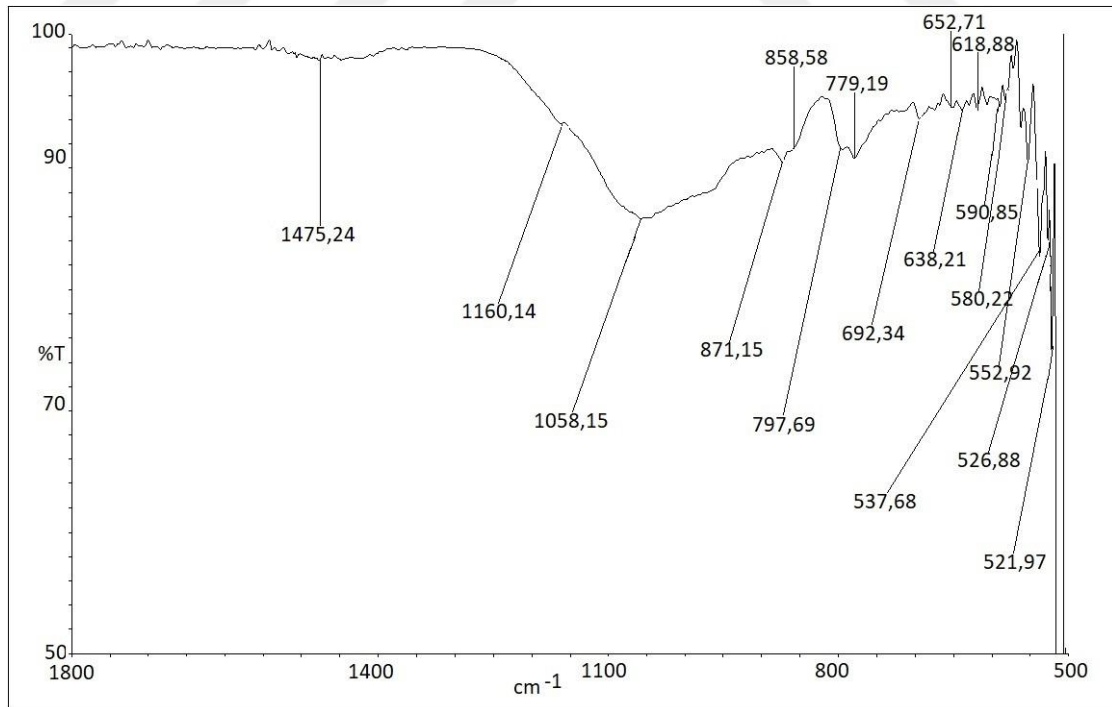
Şekil 3. 39. CZR-7 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



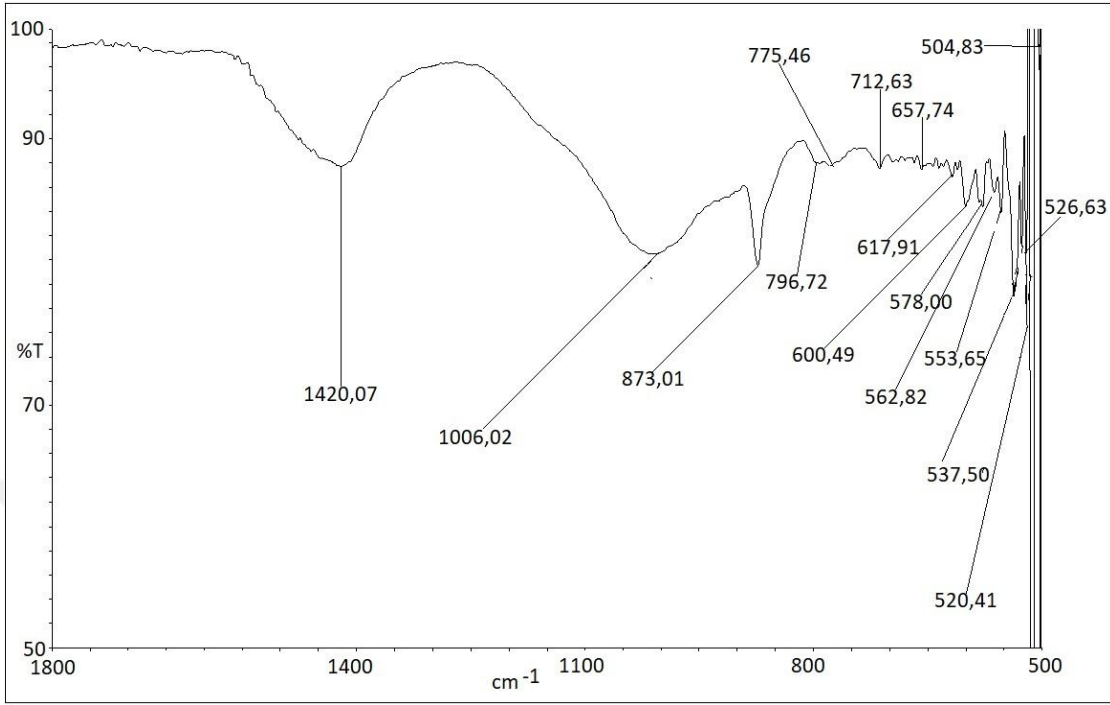
Şekil 3. 40. CZR-8 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



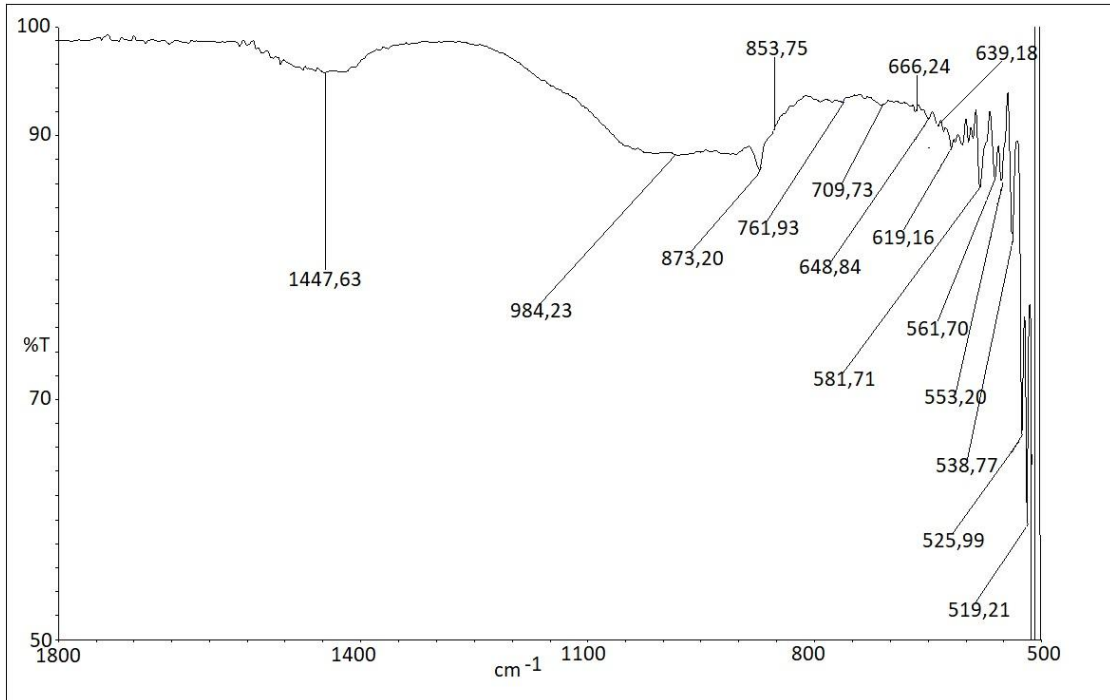
Şekil 3. 41. CZR-9 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



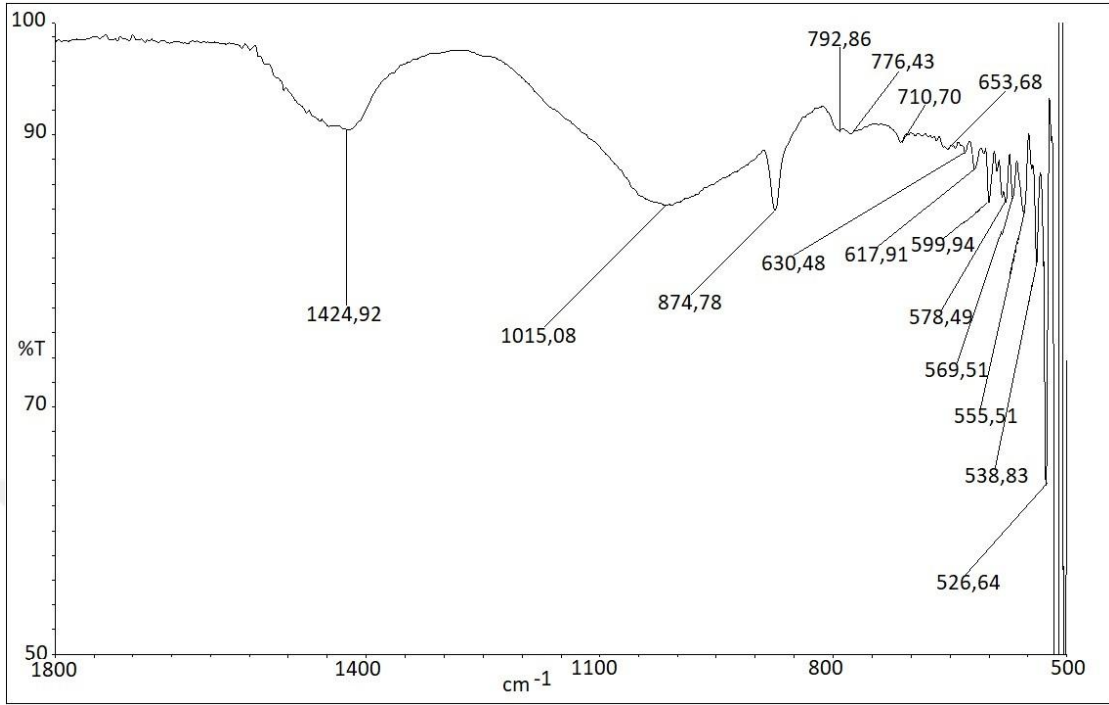
Şekil 3. 42. CZR-10 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



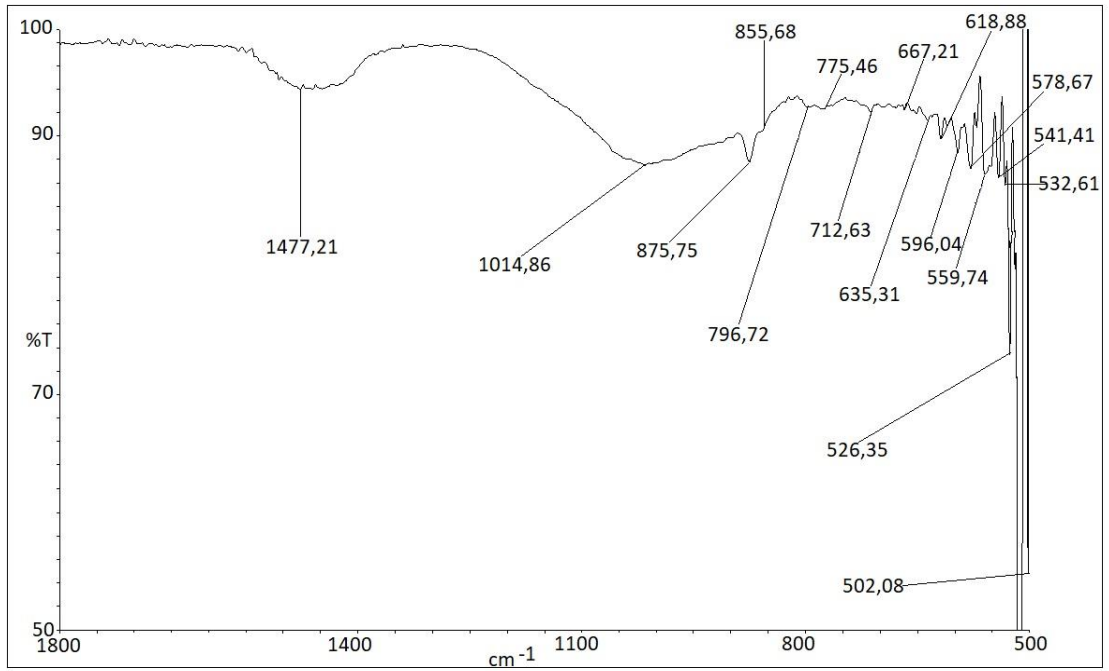
Şekil 3. 43. CZR-11 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



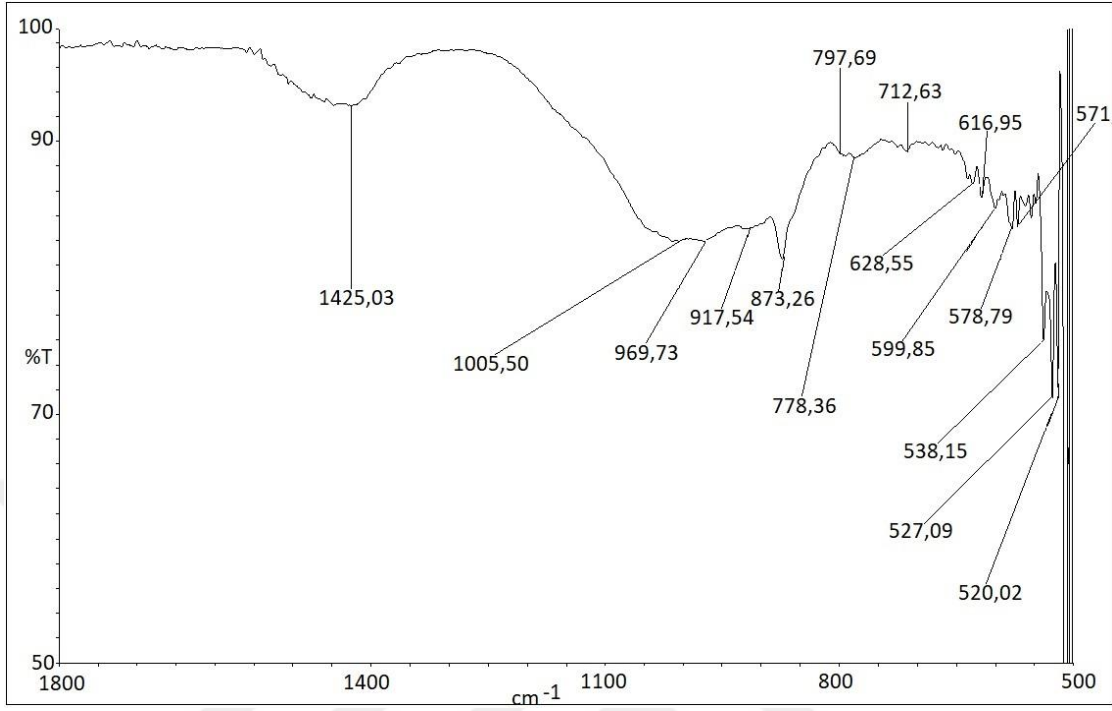
Şekil 3. 44. CZR-12 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



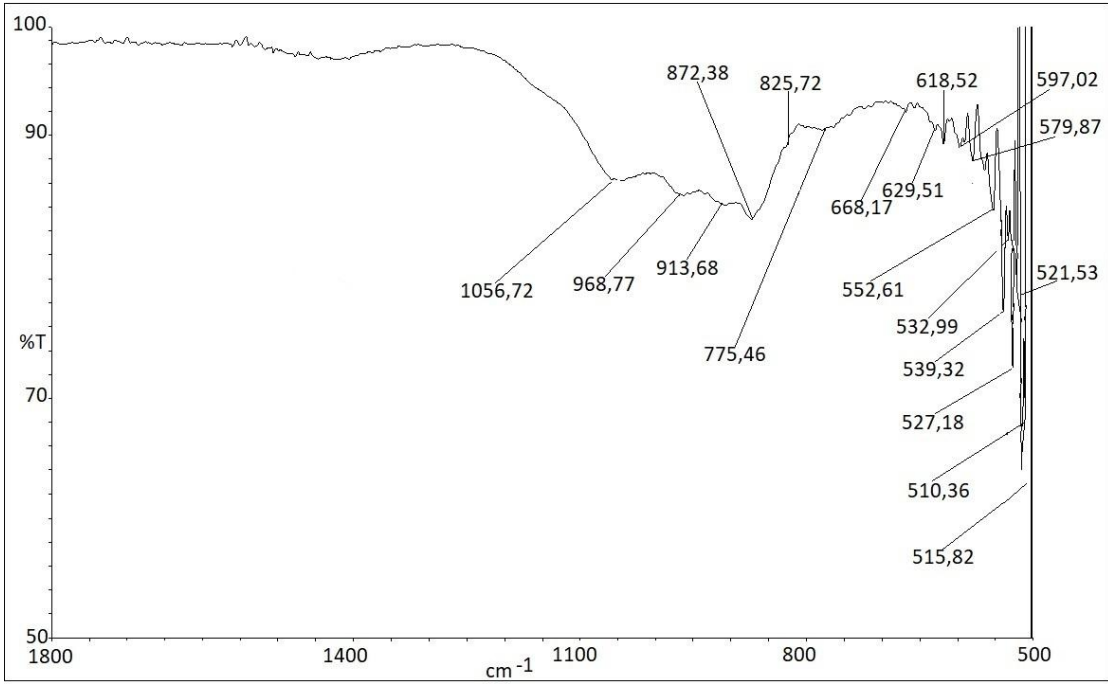
Şekil 3. 45. CZR-13 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



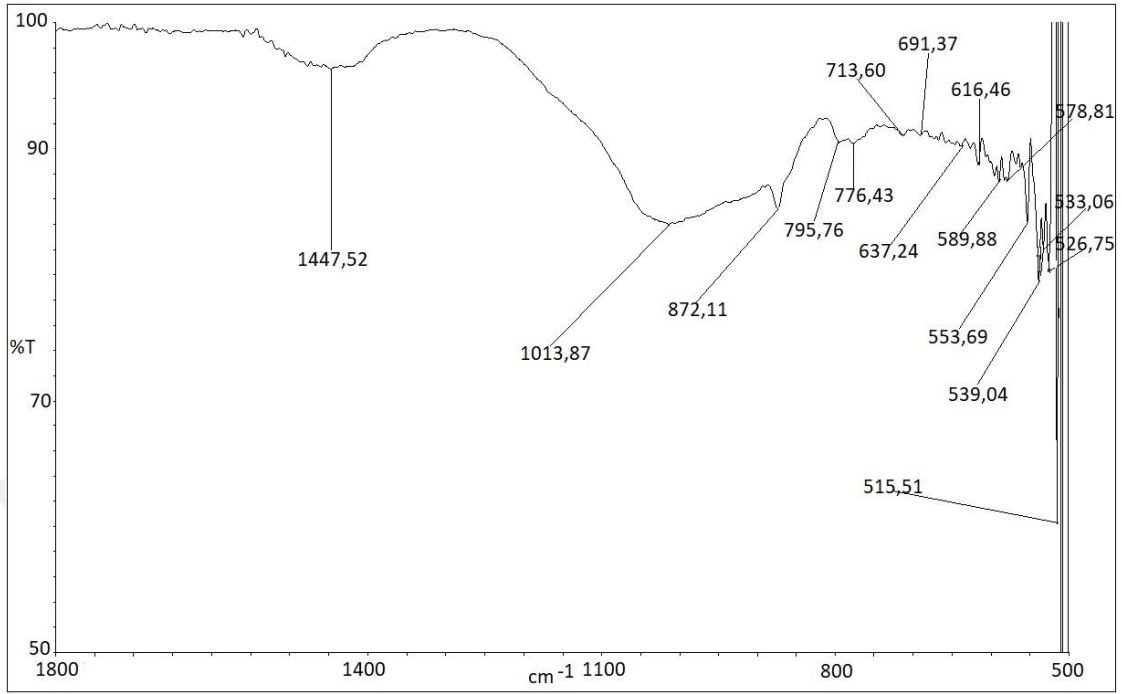
Şekil 3. 46. CZR-14 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



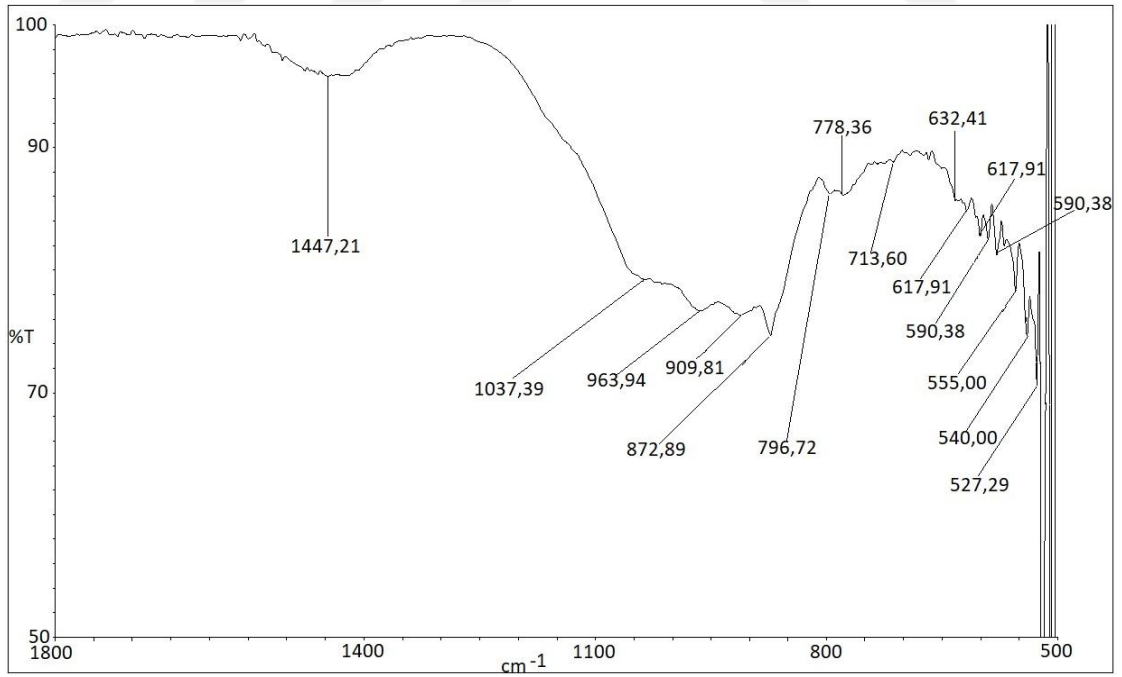
Şekil 3. 47. CZR-15 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



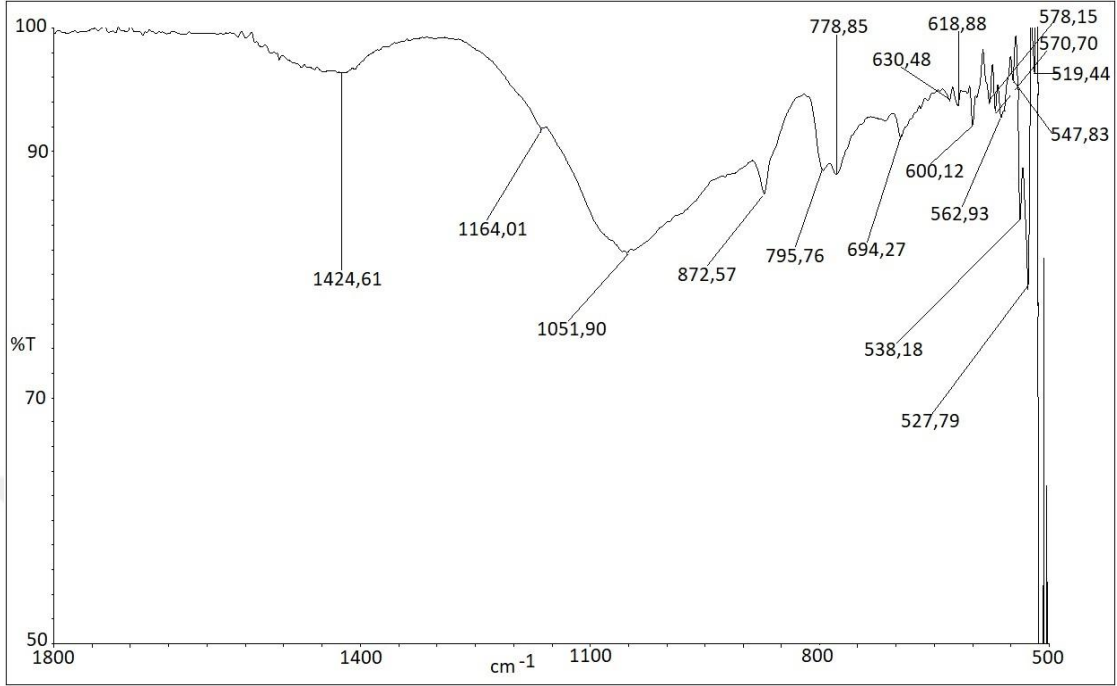
Şekil 3. 48. CZR-16 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



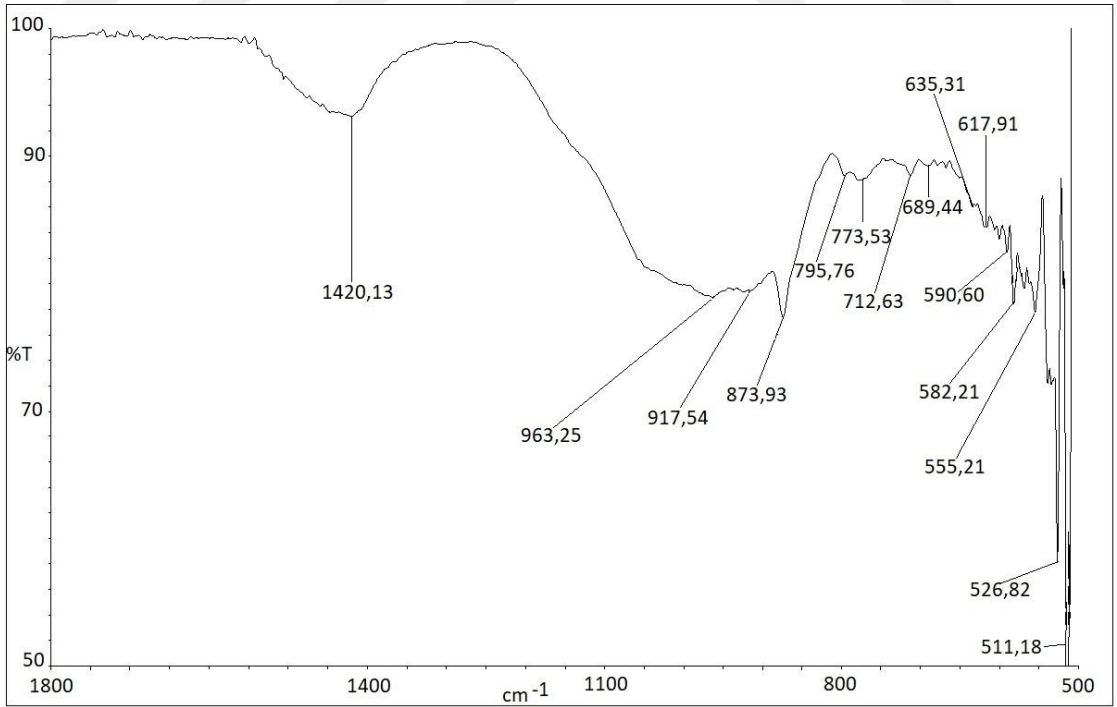
Şekil 3. 49. CZR-17 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



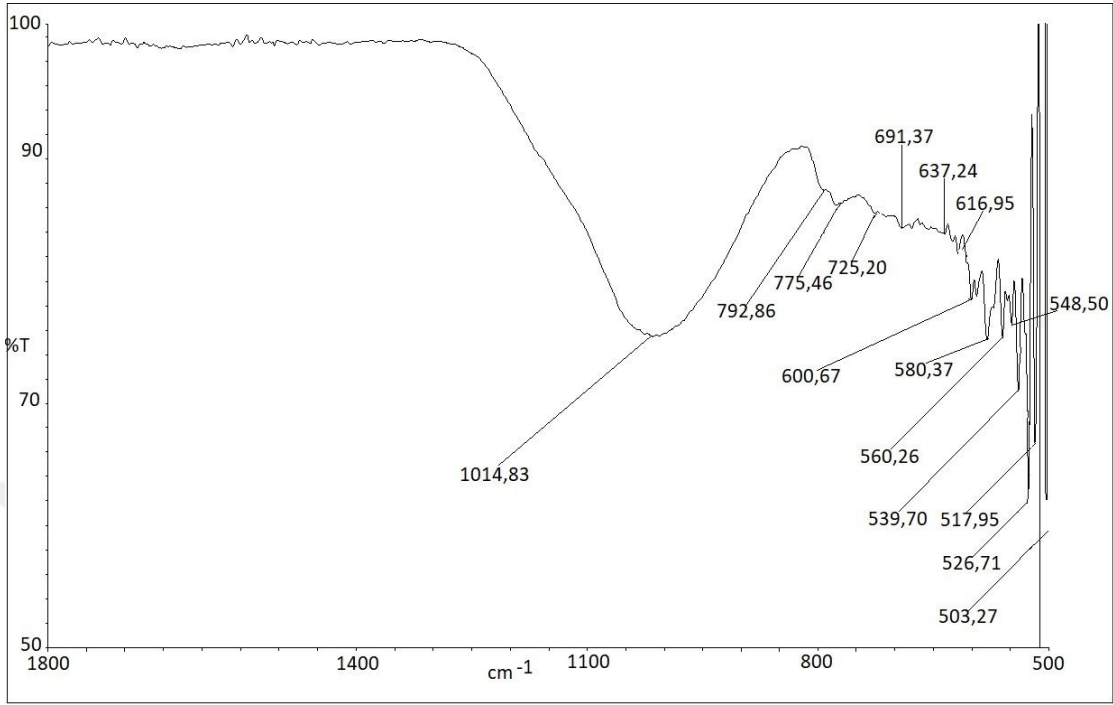
Şekil 3. 50. CZR-18 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



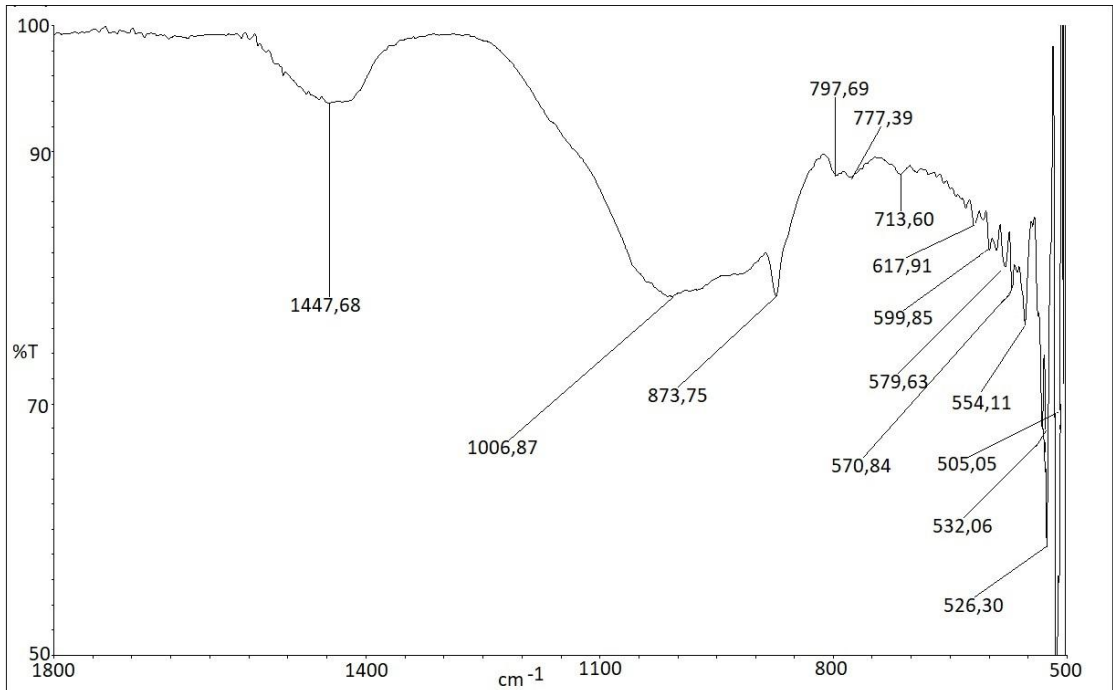
Şekil 3. 51. CZR-19 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



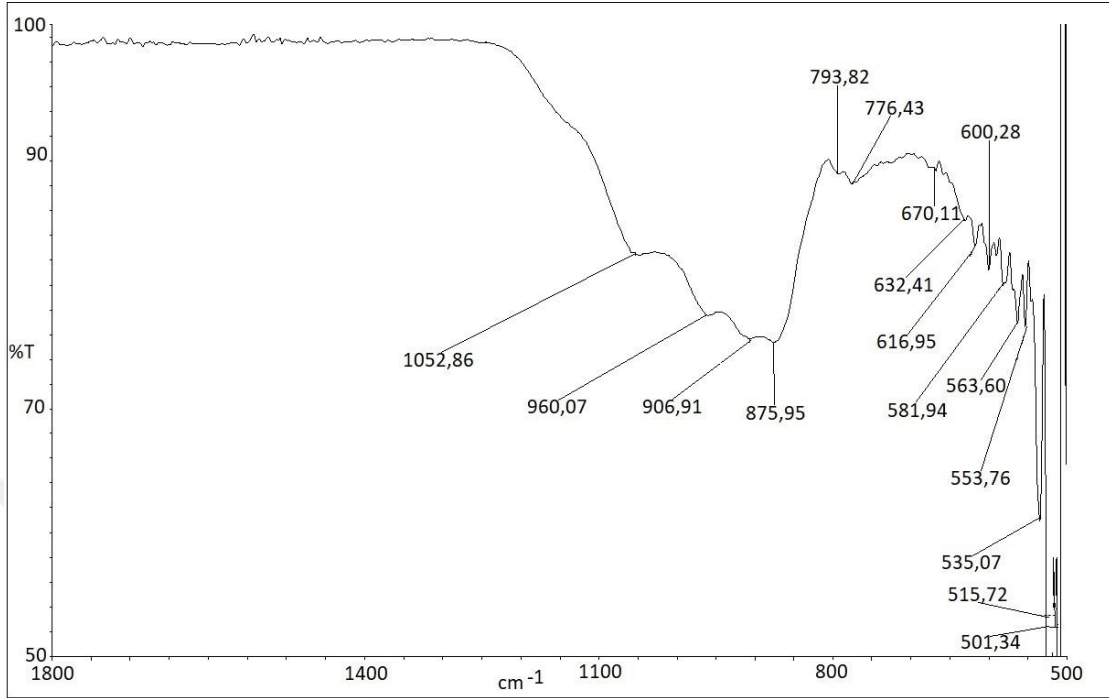
Şekil 3. 52. CZR-20 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



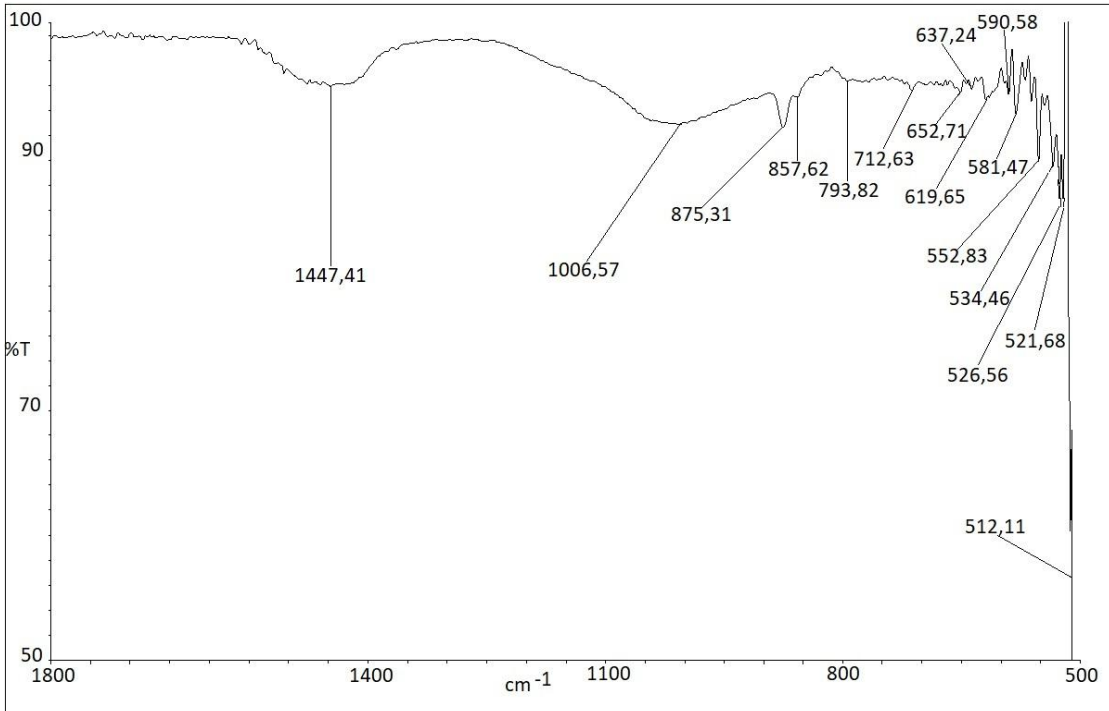
Şekil 3. 53. CZR-21 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



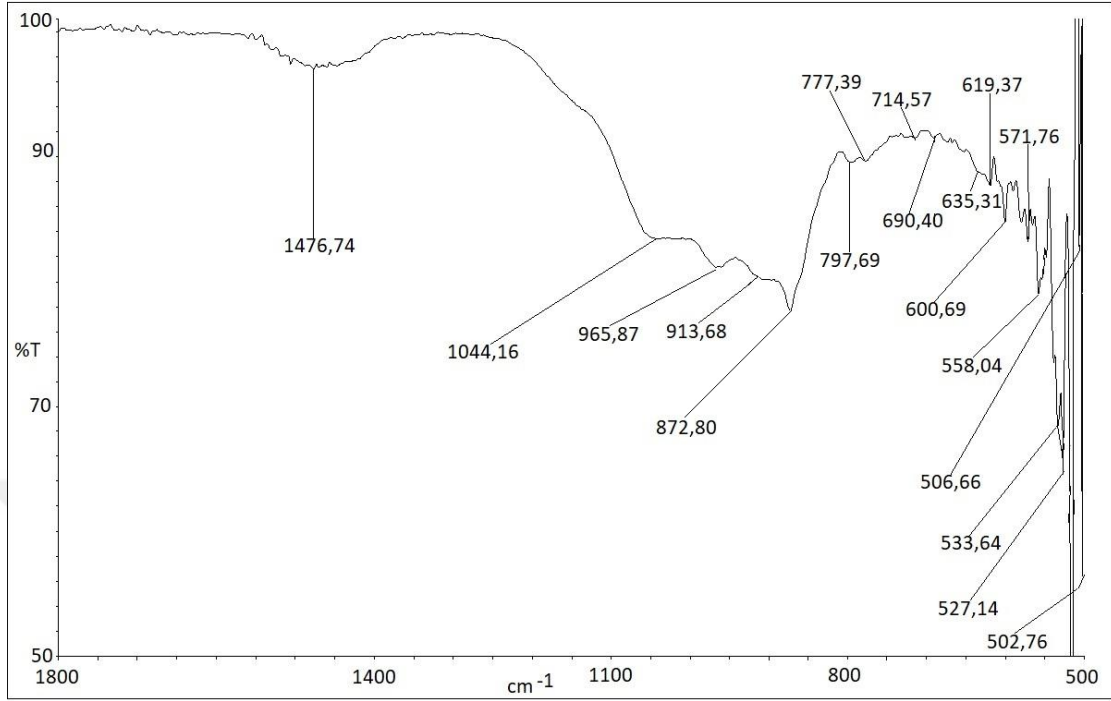
Şekil 3. 54. CZR-22 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



Şekil 3. 55. CZR-23 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



Şekil 3. 56. CZR-24 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.



Şekil 3. 57. CZR-25 kodlu seramik örneğe ait FTIR spektrumu.

Seramik hamurları için yapılan FTIR analizinde XRD sonuçlarına paralel olarak mineraller karakteristik bant değerleri ile ortaya konulmuştur. Bazı bantların birbirine çok yakın değerde olması veya bantların üst üste gelmesi gibi durumlarda net bir yorum yapılmamıştır. Sonuçların değerlendirilmesinde XRD verilerinden de faydalanılmıştır. FTIR analizinde elde edilen bant değerlerinin işaret ettiği mineral içerikleri literatürde yer alan karakteristik mineral bant değerleri (Mazzocchin ve ark., 2003; Ellid ve ark., 2003; Faust, 1953; İssi, 2012; Gadsden, 1975; De Benedetto ve ark., 2002; Dubrawski ve Warne, 1988; Ravisankar ve ark., 2011; Iglesias ve ark., 1990; Hamadi ve Nabih, 2012; Shillito ve ark., 2009; Maravelaki-Kalaitzaki ve Kallithrakas-Kantos 2003; Barone ve ark., 2011; Kurap ve ark., 2010; Yokomori ve Idaka, 1998; Edreira ve ark., 2001; Yariv ve Mendelovici, 1979; Madejova ve Komadel, 2001; Nakamoto, 1970; Farmer, 1974; Iglesias ve Serna, 1985; Rutstein ve White, 1971) dikkate alınarak aşağıdaki şekilde yorumlanmıştır;

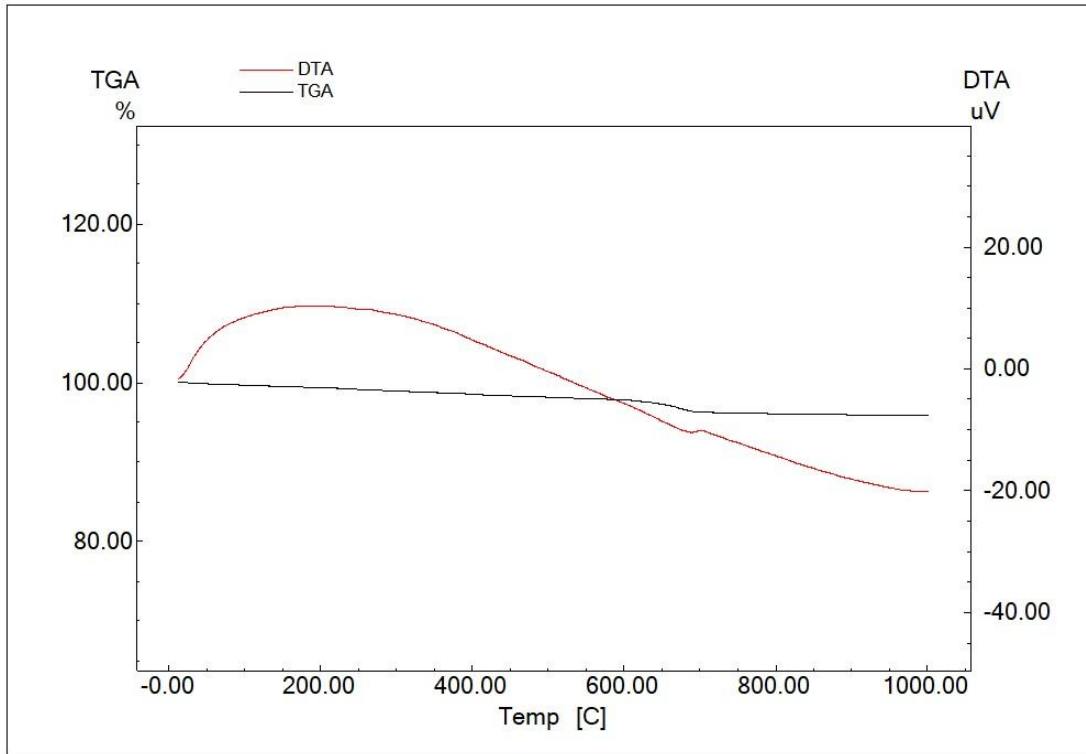
Yapılan analizlerde seramiklerdeki kuvars içeriği sırasıyla 1157-1163 cm^{-1} , 791-797 cm^{-1} , 776-781 cm^{-1} ve 512-518 cm^{-1} aralıklarındaki bant değerleri ile belirlenmiştir. Seramiklerdeki kil içeriğine işaret ettiği düşünülen bant değerleri sırasıyla şu şekilde tespit edilmiştir; 1037-1043 cm^{-1} , 1007-1013 cm^{-1} , 981-987 cm^{-1} , 943-951 cm^{-1} , 910-916 cm^{-1} , 822-828 cm^{-1} , 759-765 cm^{-1} , 723-731 cm^{-1} , 645-651 cm^{-1} , 635-641 cm^{-1} , 556-562 cm^{-1} , 550-556 cm^{-1} , 536-541 cm^{-1} , 523-526 cm^{-1} ve 498-504 cm^{-1} . Örneklerdeki feldspat ve plajiyoklaz içeriğine işaret ettiği öngörülen bant değerleri 1157-1163 cm^{-1} , 1134-1140 cm^{-1} , 1055-1061 cm^{-1} , 1045-1051 cm^{-1} , 1037-1043 cm^{-1} , 1007-1013 cm^{-1} , 981-987 cm^{-1} , 945-951 cm^{-1} , 759-765 cm^{-1} , 725-731 cm^{-1} , 671-677 cm^{-1} , 663-669 cm^{-1} , 645-651 cm^{-1} , 635-641 cm^{-1} , 627-633 cm^{-1} , 604-610 cm^{-1} , 597-603 cm^{-1} , 593-600 cm^{-1} , 585-591 cm^{-1} , 575-581 cm^{-1} , 536-541 cm^{-1} ve 523-529 cm^{-1} Aralıkları şeklinde belirlenmiştir. Seramiklerdeki piroksen içeriğine işaret ettiği düşünülen bant değerleri 970-976 cm^{-1} , 961-967 cm^{-1} , 916-926 cm^{-1} , 872-878 cm^{-1} , 671-677 cm^{-1} , 663-669 cm^{-1} , 635-641 cm^{-1} , 627-633 cm^{-1} , 523-529 cm^{-1} , 512-518 cm^{-1} ve 498-504 cm^{-1} aralıkları şeklinde belirlenmiştir. Gehlenit mineralinin varlığına işaret edebileceği düşünülen bant değerleri 1055-1061 cm^{-1} , 981-987 cm^{-1} , 854-860 cm^{-1} , 725-731 cm^{-1} , 635-641 cm^{-1} ve 627-633 cm^{-1} aralıkları olarak tespit edilmiştir. Demir minerallerine (hematit ve/veya manyetit) işaret ettiği öngörülen bant değeri ise 593-599 cm^{-1} , 575-581 cm^{-1} , 567-573 cm^{-1} , 550-556 cm^{-1} , 536-541 cm^{-1} , 529-535 cm^{-1} ve 523-529 cm^{-1} aralıklarında belirlenmiştir.

Elde edilen FTIR spektrumlarının genel olarak seramiklerin mineral/faz içerikleri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Gözlemlenen bazı bant çakışmaları için kesin kanıtlarda bulunulmazken, bazı örnekler için XRD dataları da dikkate alınarak yorumlar yapılabilmektedir. Buna örnek olarak; CZR-12 ve CZR-14 kodlu numunelerde belirlenen 526 cm^{-1} ve 638 cm^{-1} civarındaki bant değerleri kil ve piroksen minerallerine işaret etmekteyken, bu örneklerde kil piklerine rastlanılmaması adı geçen bant değerlerinin piroksene işaret ettiğini göstermiştir. Zira bu örneklerin XRD paternlerinde piroksen minerali belirgin biçimde tespit edilmiştir. Benzer bir durum ise demir mineralleri olan hematit ve manyetit için de gözlemlenmiştir. Hematit ile manyetite ait bazı bant değerlerinin çakıştığı durumlarda XRD paterninde hematitin belirgin biçimde görüldüğü numuneler için bandın hematite ait olduğu öngörülmüştür.

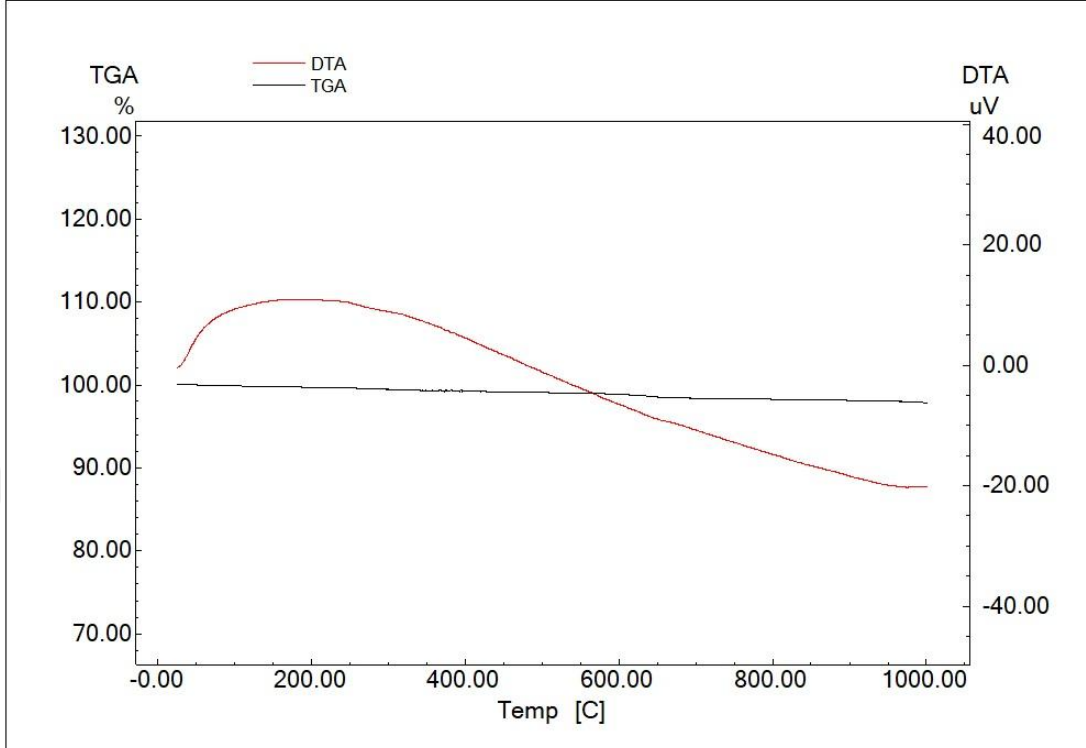
Son olarak, XRD analizinde kalsit pikine rastlanmayan örneklerin FTIR spektrumlarında genel olarak 1440 cm^{-1} dolaylarında belirlenen zayıf ve kimi zaman ise ihmal edilebilir şiddetteki bant değerlerinin seramiklerde gömü koşulları neticesinde oluşabilecek ikincil kalsite işaret ettiği düşünülmüştür. 1420 cm^{-1} dolaylarında tespit edilen ve çoğunlukla daha belirgin biçimde ortaya çıkan spektrumların ise birincil kalsite işaret ettiği öngörülmüştür. Kalsitin birincil veya ikincil olma durumu özellikle seramiklerin pişirim sıcaklık aralıkları açısından önem arz etmektedir. Bu bağlamda, FTIR analizinin çalışma kapsamında yol gösterici bilgiler sunduğu görülmektedir (Fabbri ve ark., 2014).

3.5. Termal Analiz (TG-DTA) Sonuçları

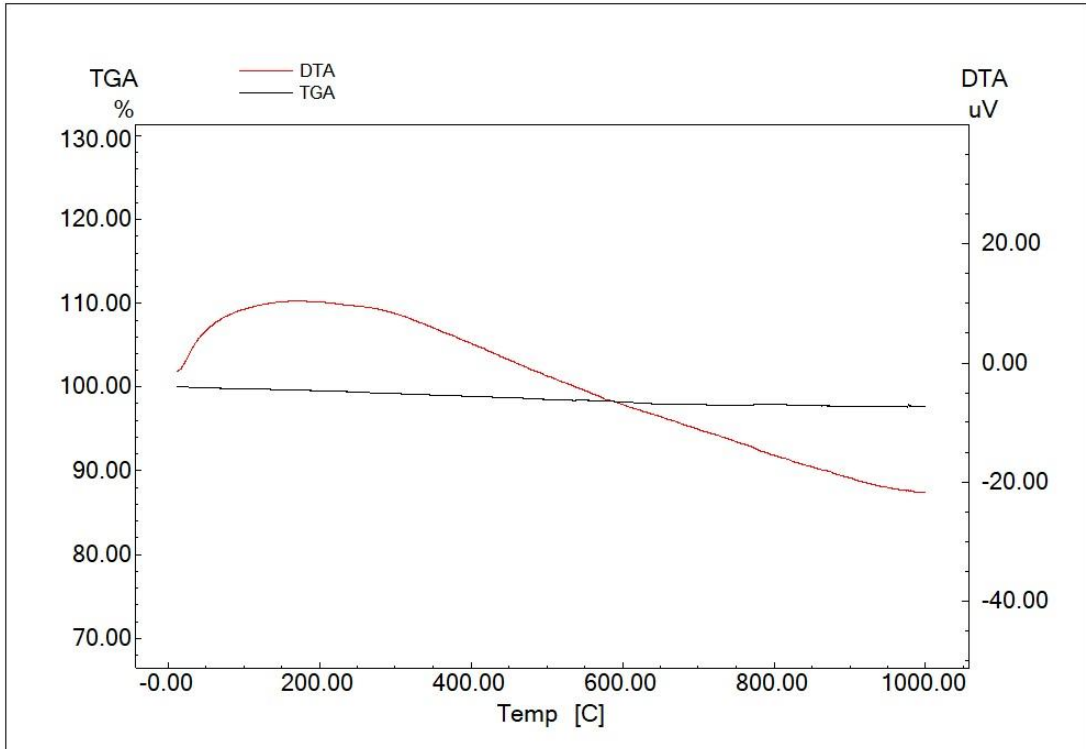
Seramiklere ait TG-DTA diyagramları sırasıyla Şekil 3.58 - Şekil 3.82'de verilmiştir.



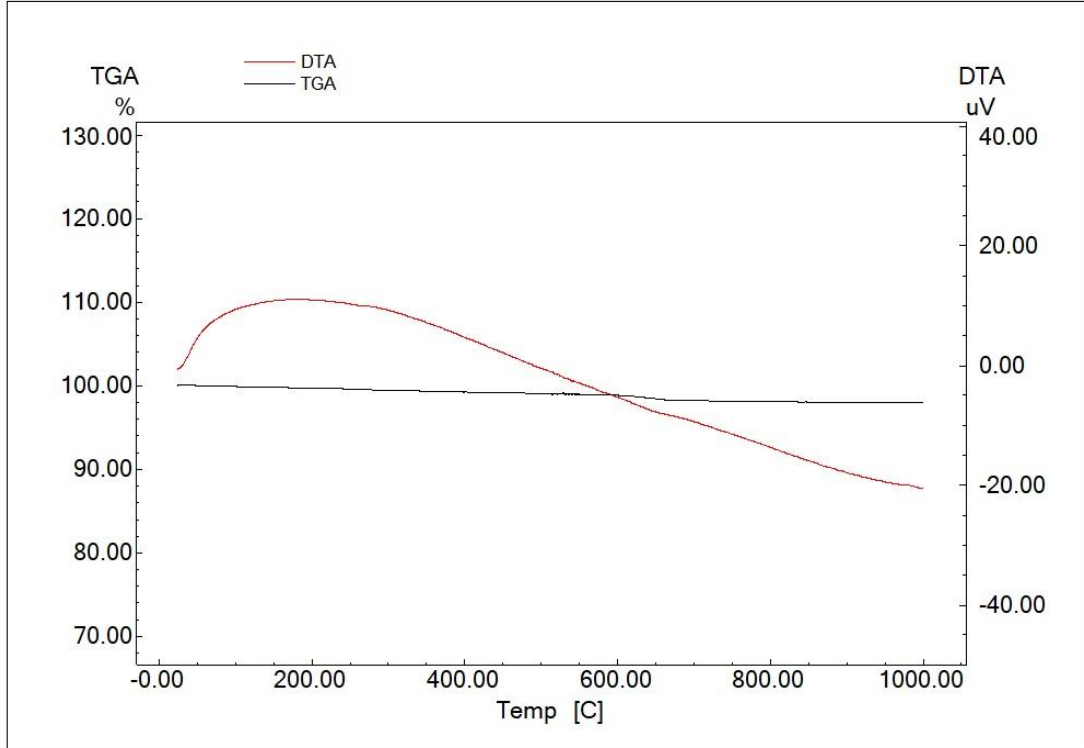
Şekil 3. 58. CZR-1 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



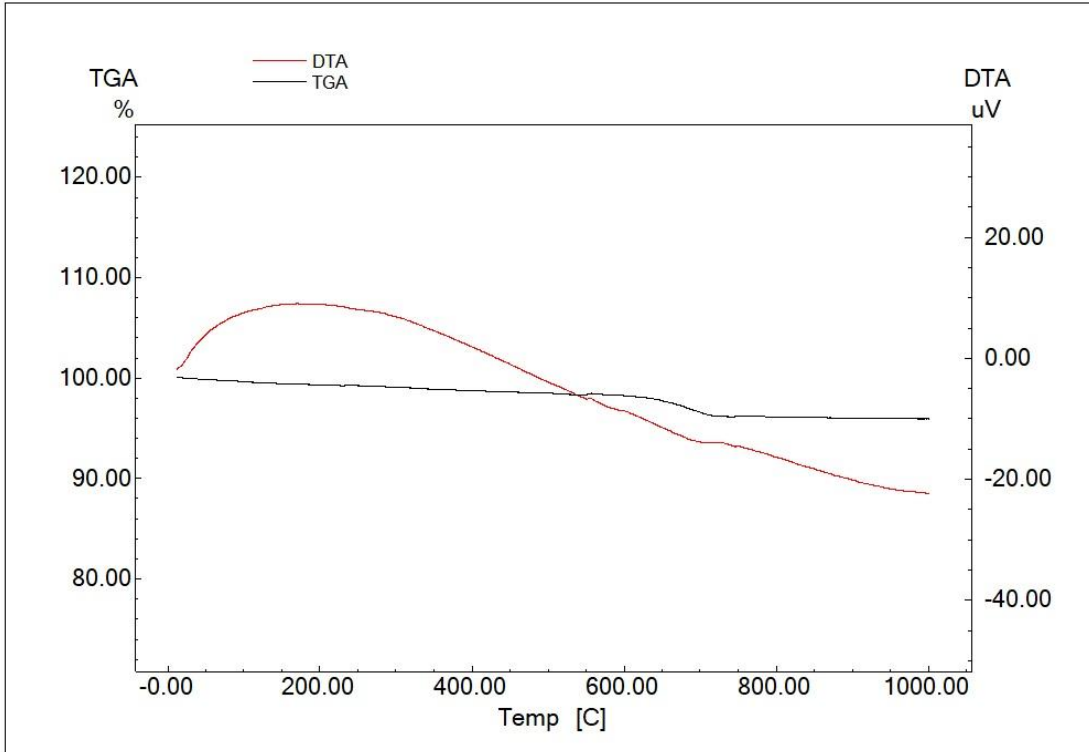
Şekil 3. 59. CZR-2 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



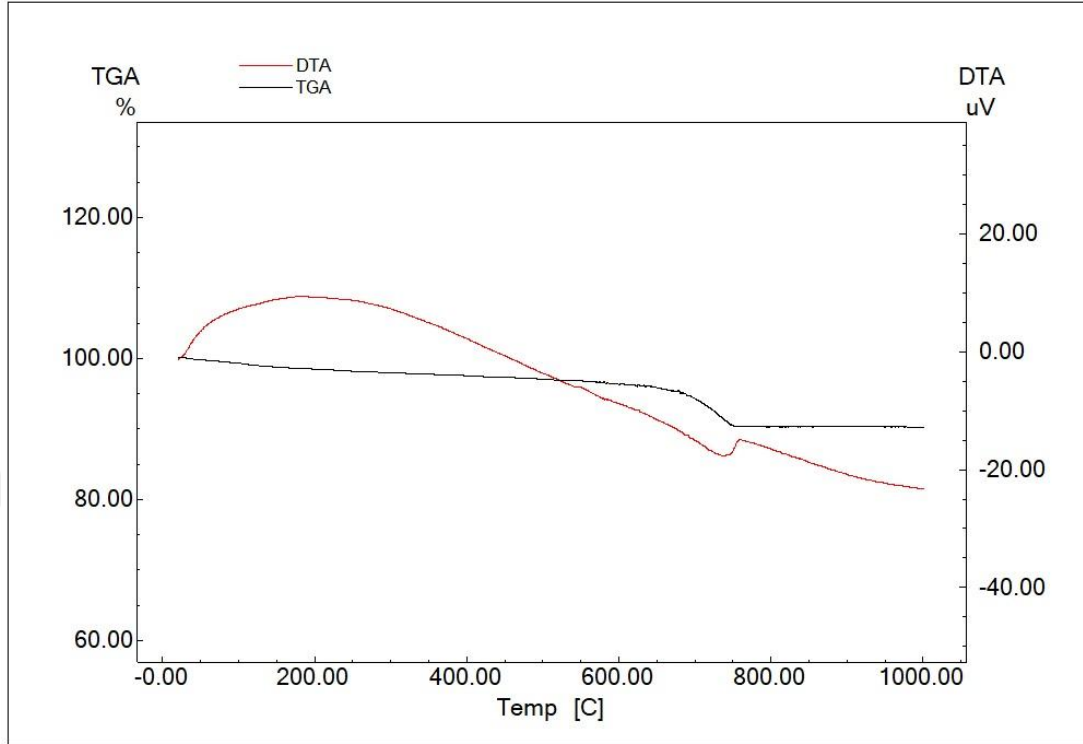
Şekil 3. 60. CZR-3 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



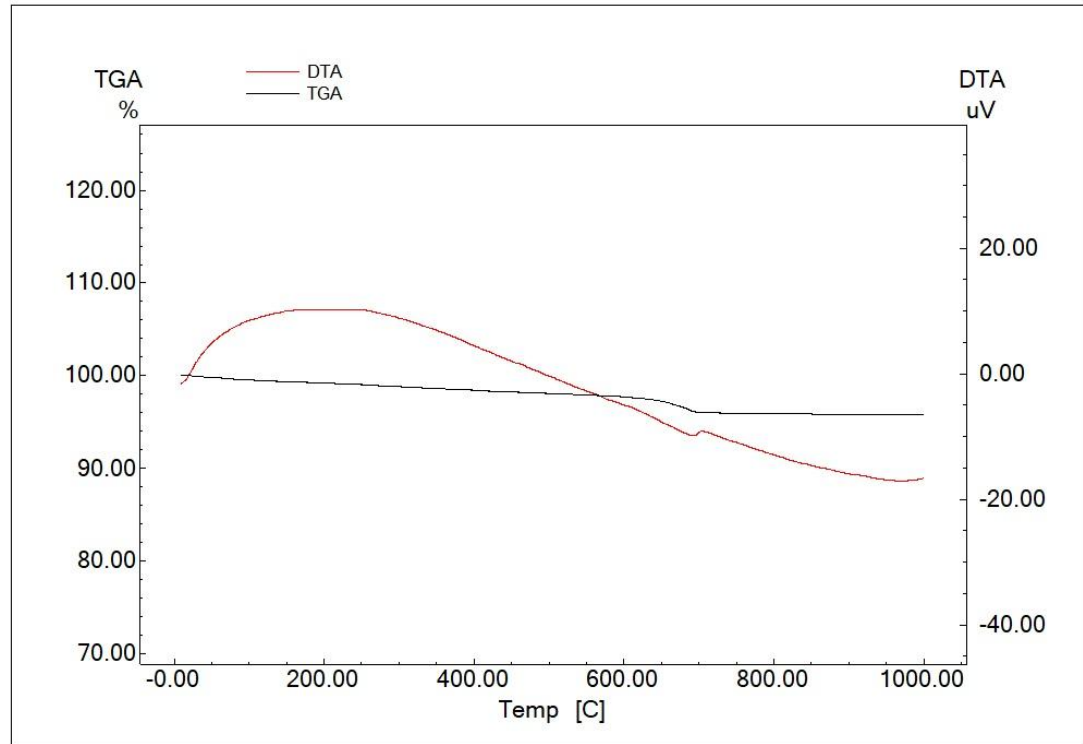
Şekil 3. 61. CZR-4 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



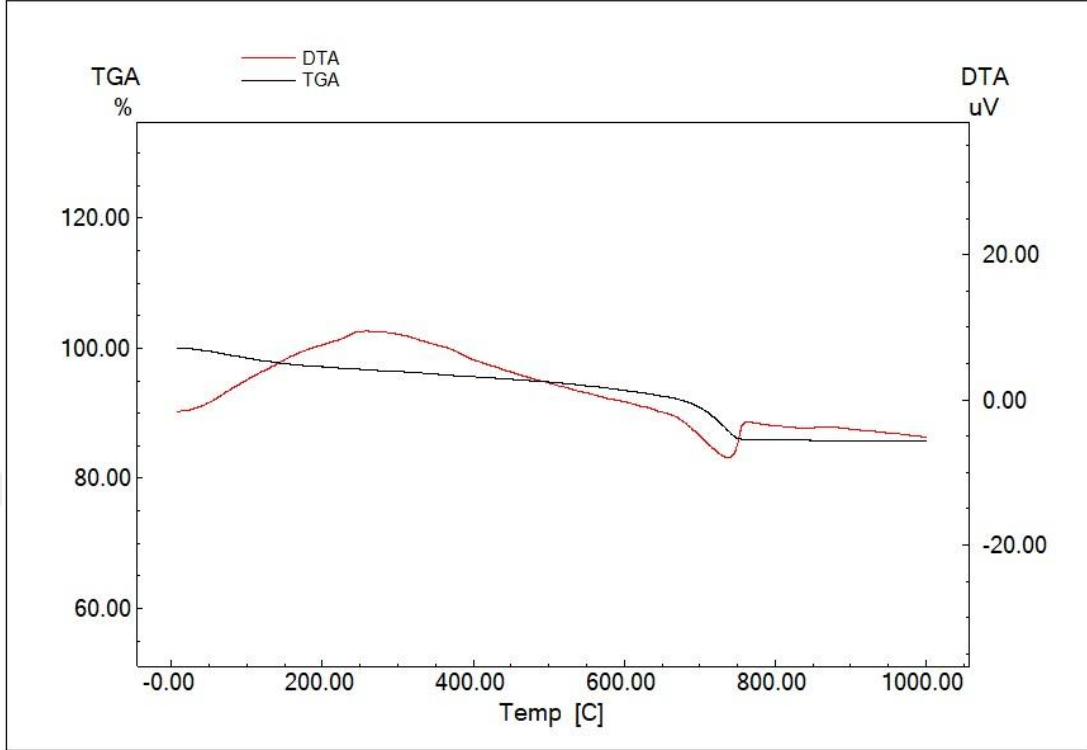
Şekil 3. 62. CZR-5 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



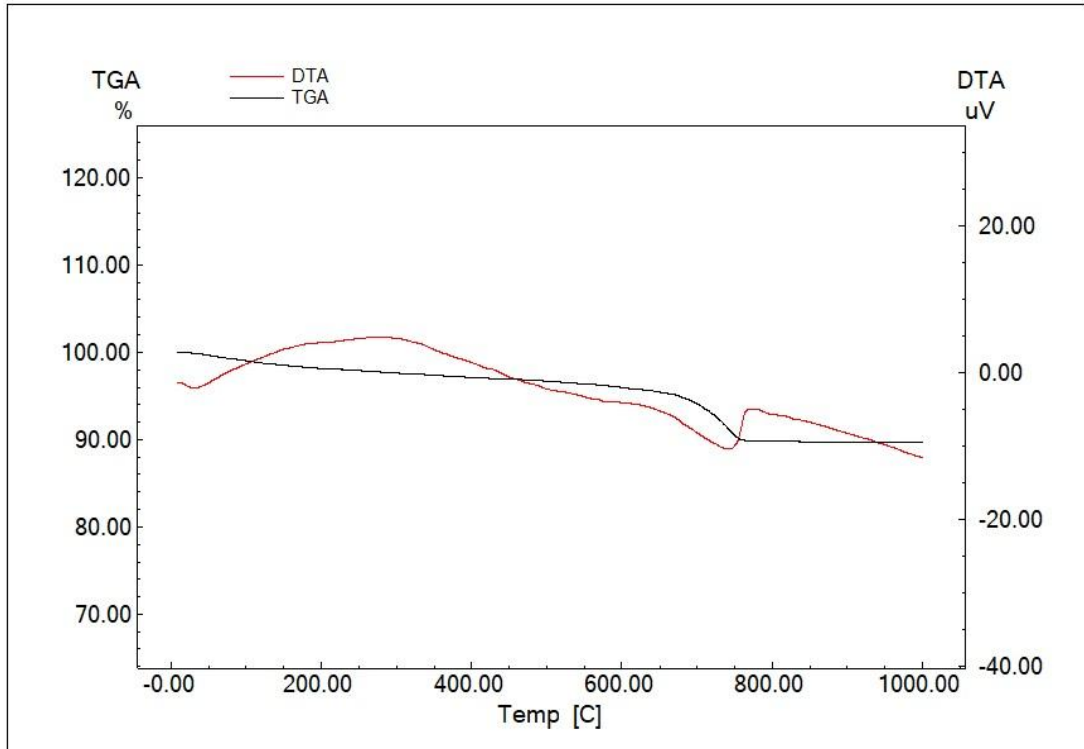
Şekil 3. 63. CZR-6 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



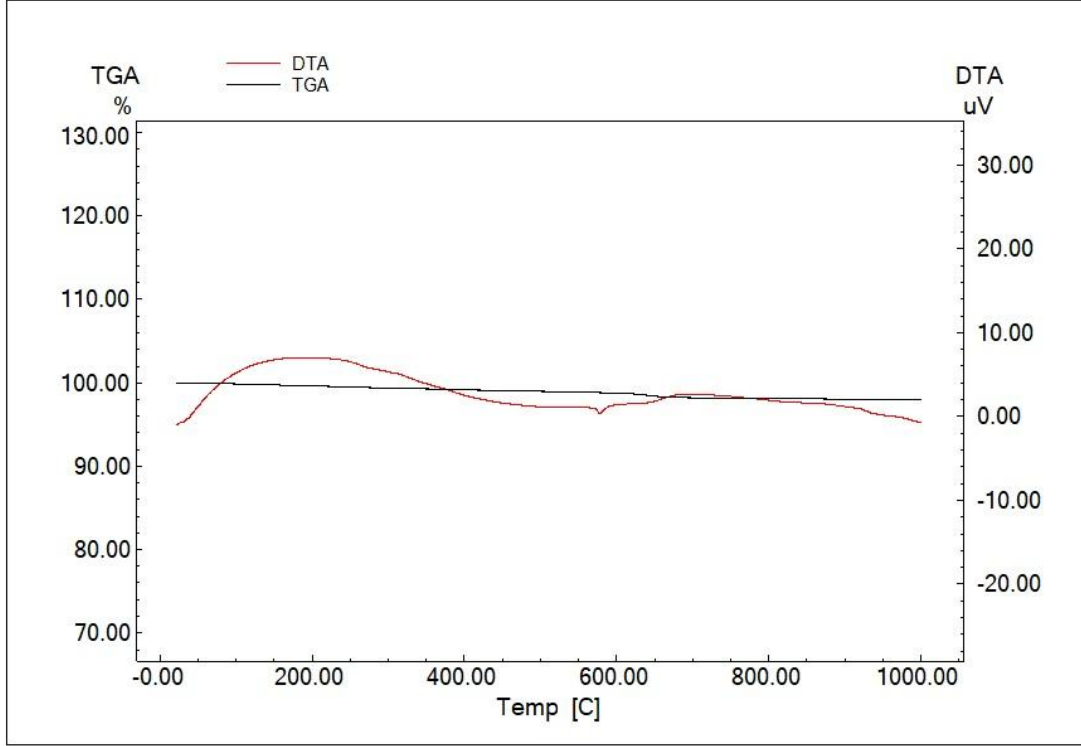
Şekil 3. 64. CZR-7 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



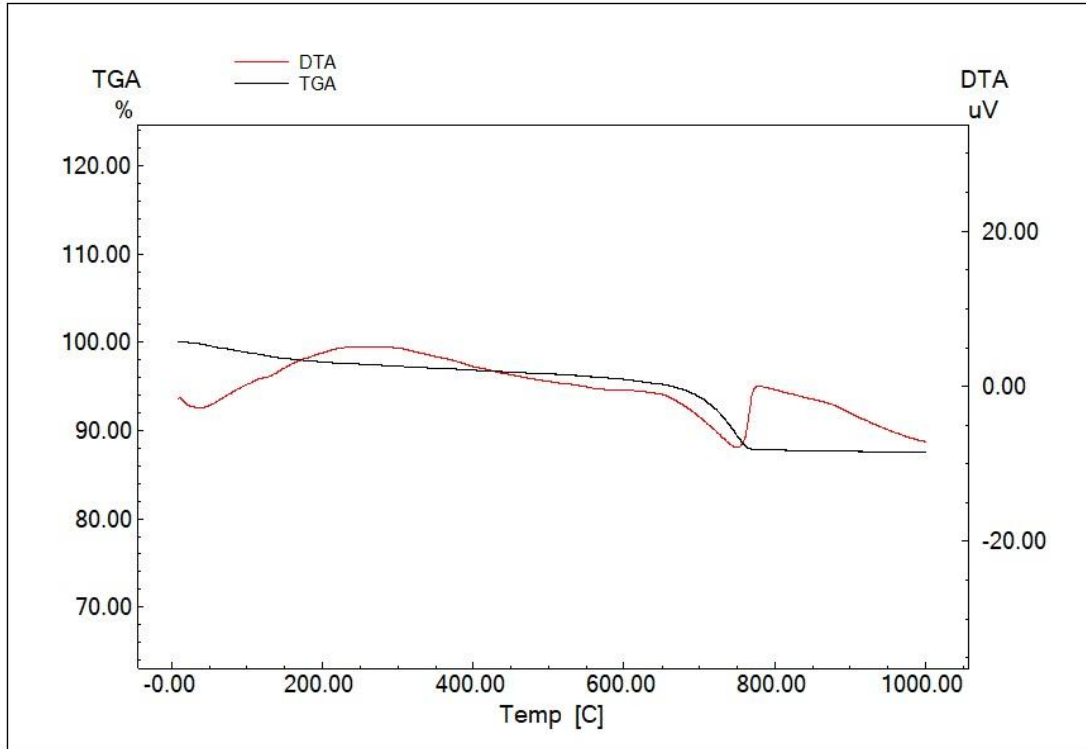
Şekil 3. 65. CZR-8 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



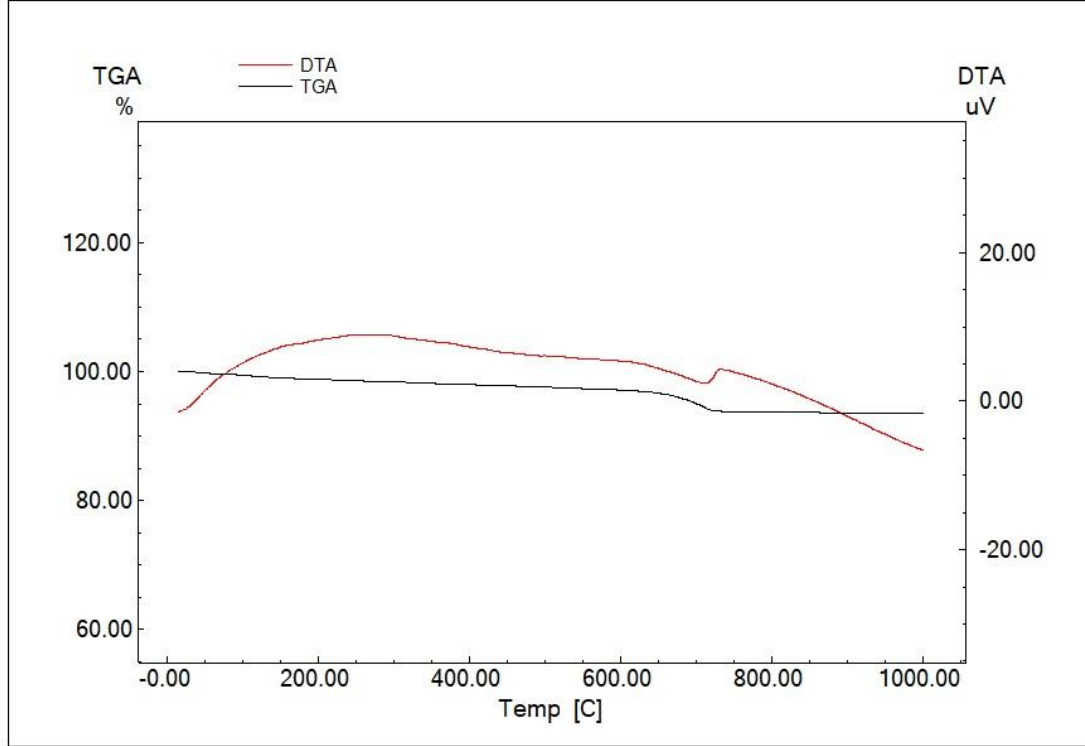
Şekil 3. 66. CZR-9 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



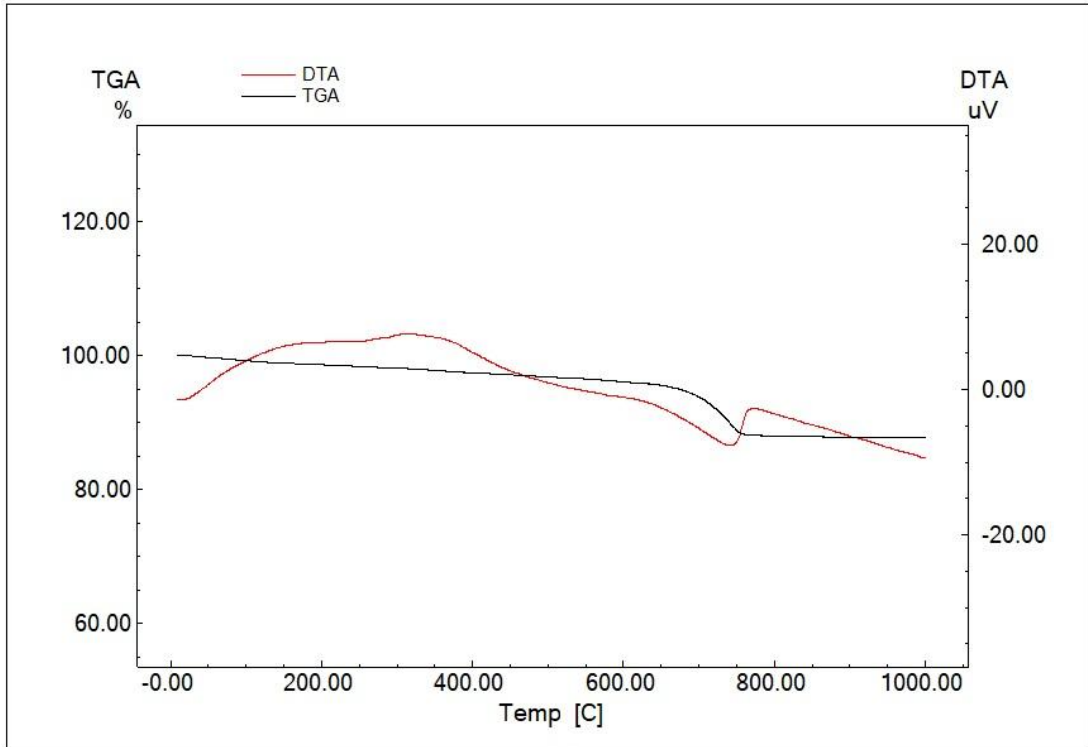
Şekil 3. 67. CZR-10 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



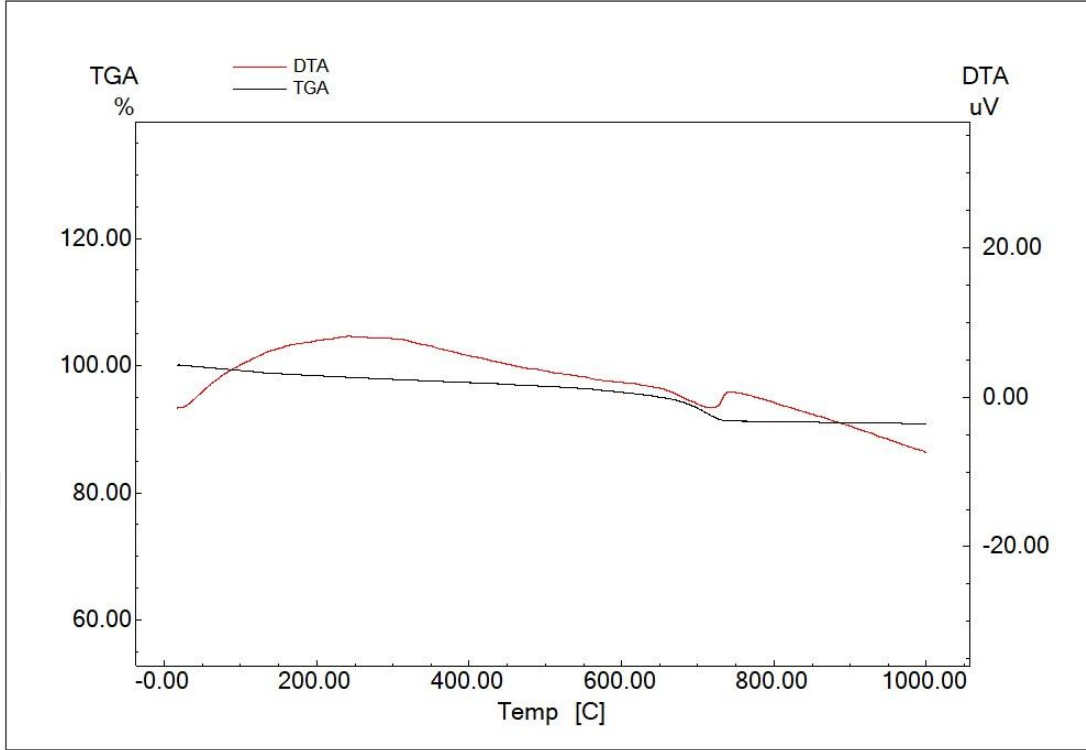
Şekil 3. 68. CZR-11 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



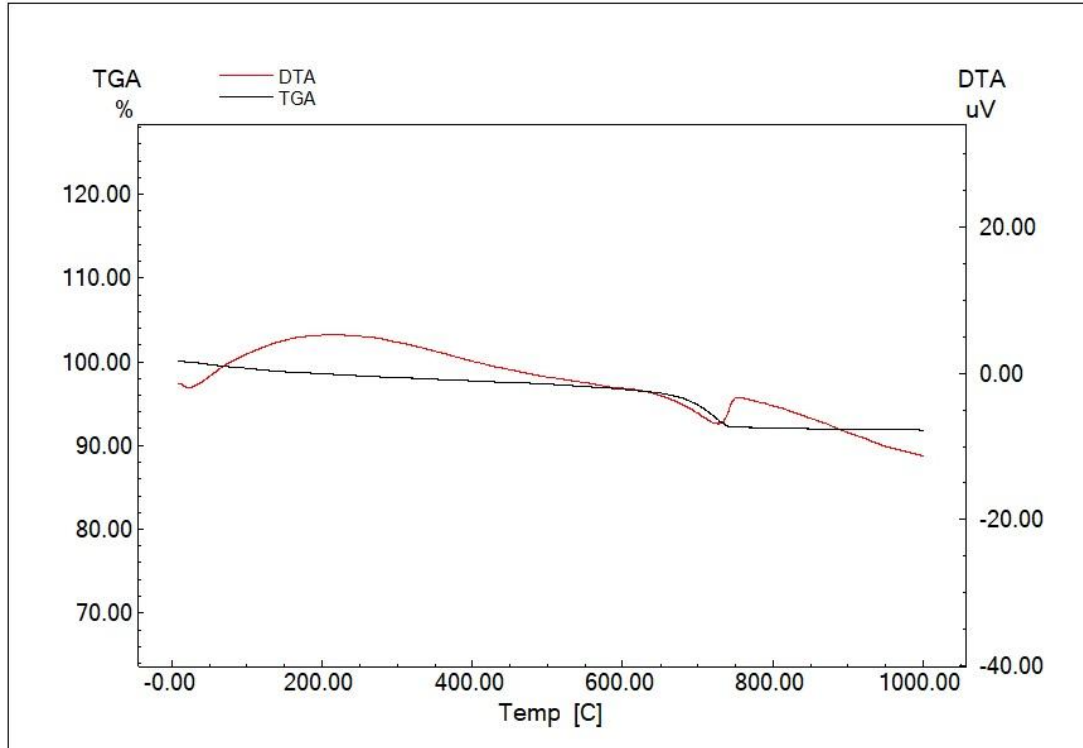
Şekil 3. 69. CZR-12 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



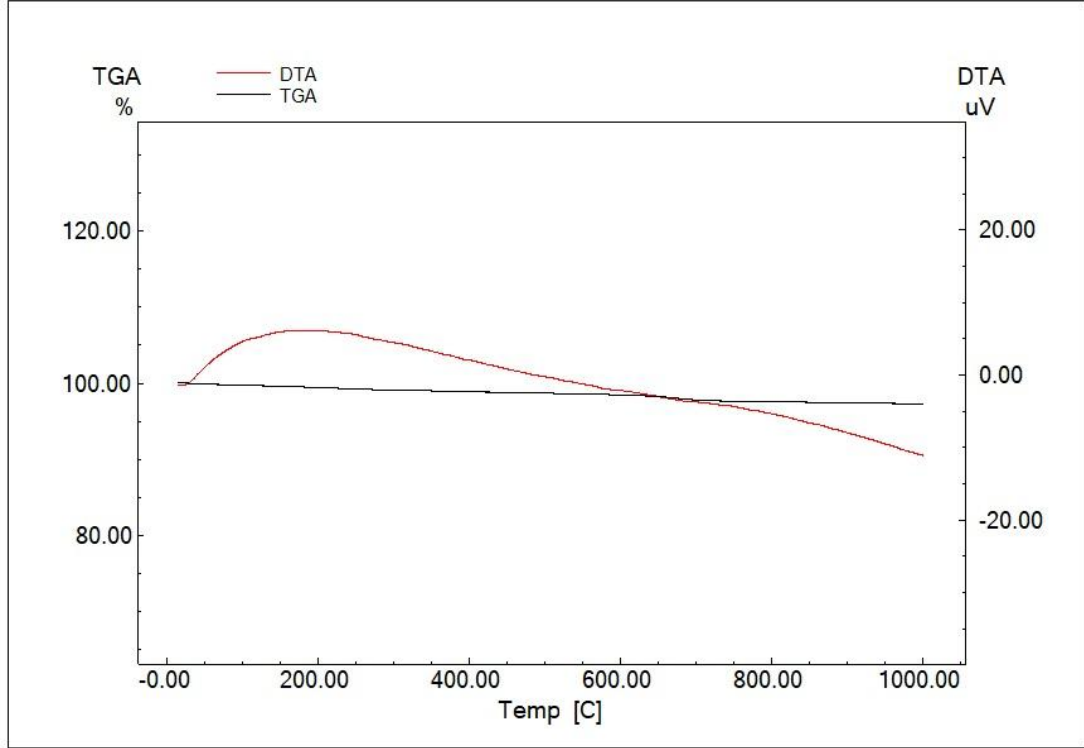
Şekil 3. 70. CZR-13 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



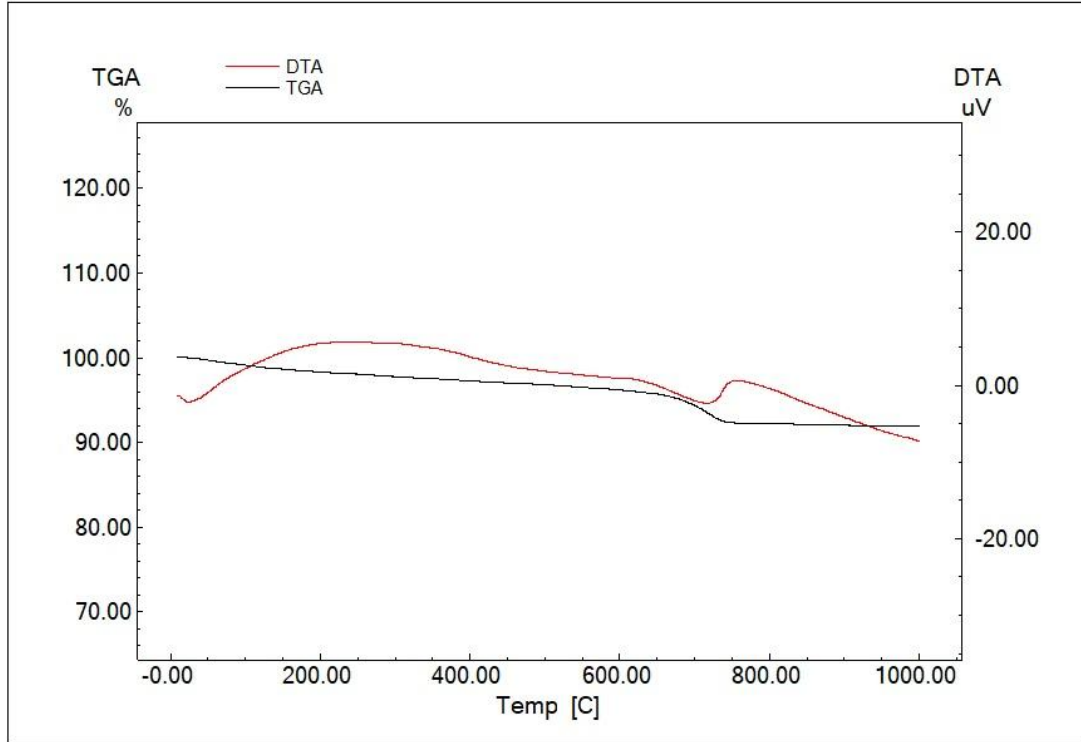
Şekil 3. 71. CZR-14 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



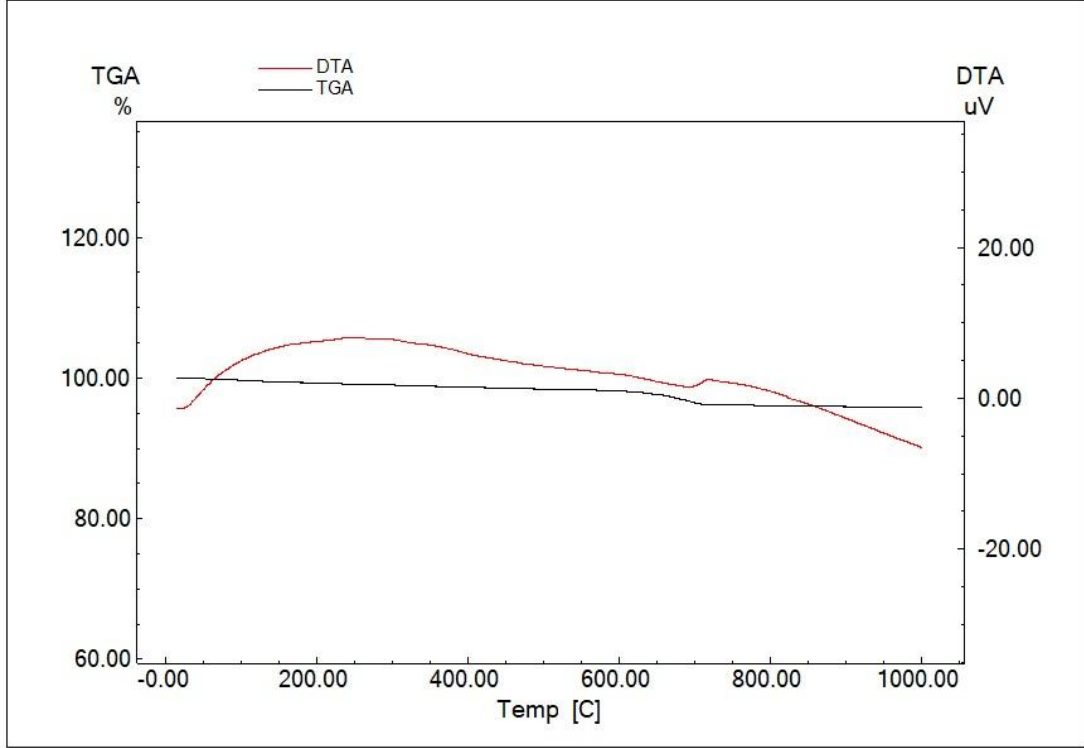
Şekil 3. 72. CZR-15 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



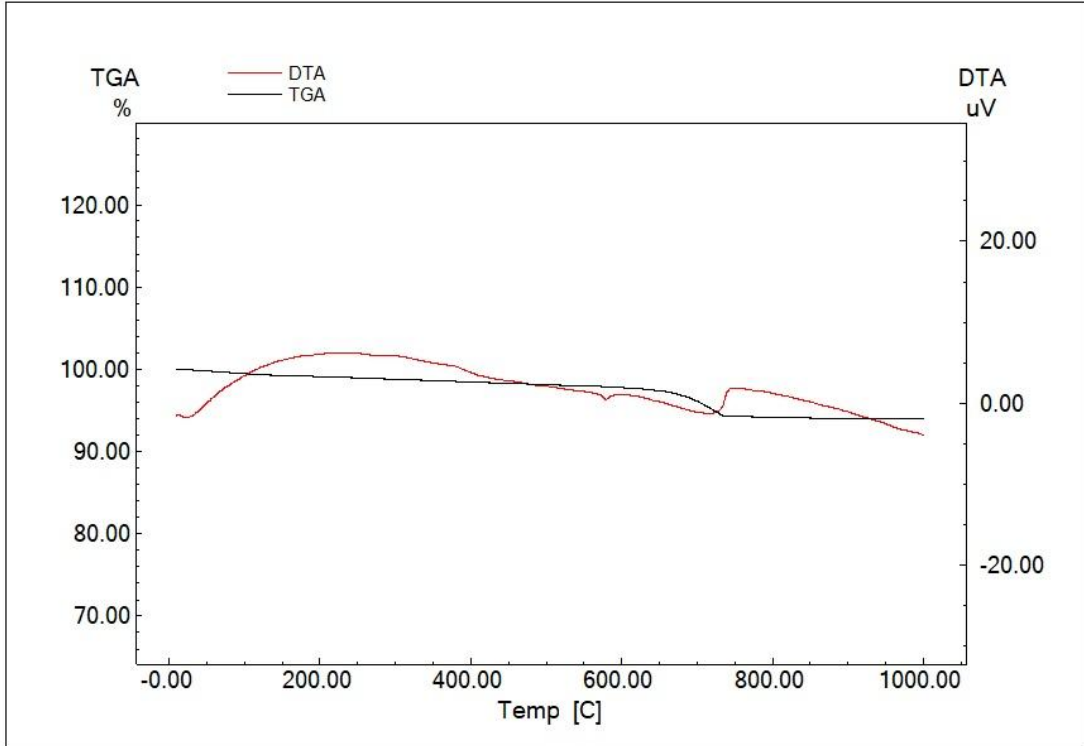
Şekil 3. 73. CZR-16 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



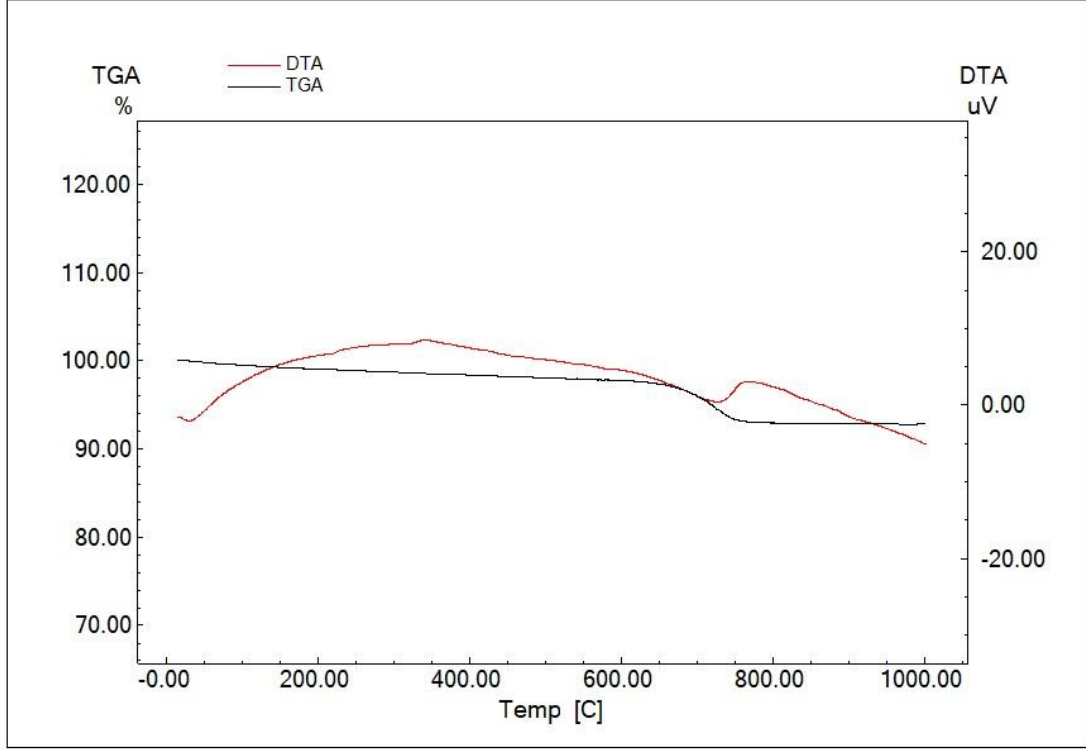
Şekil 3. 74. CZR-17 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



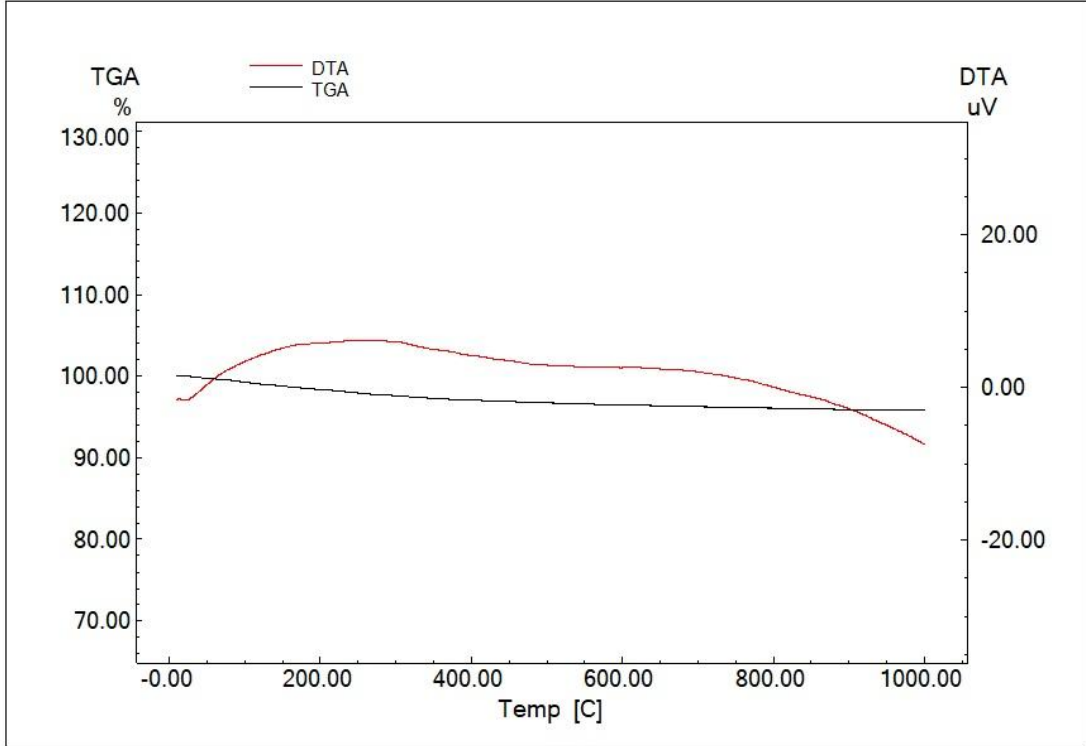
Şekil 3. 75. CZR-18 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



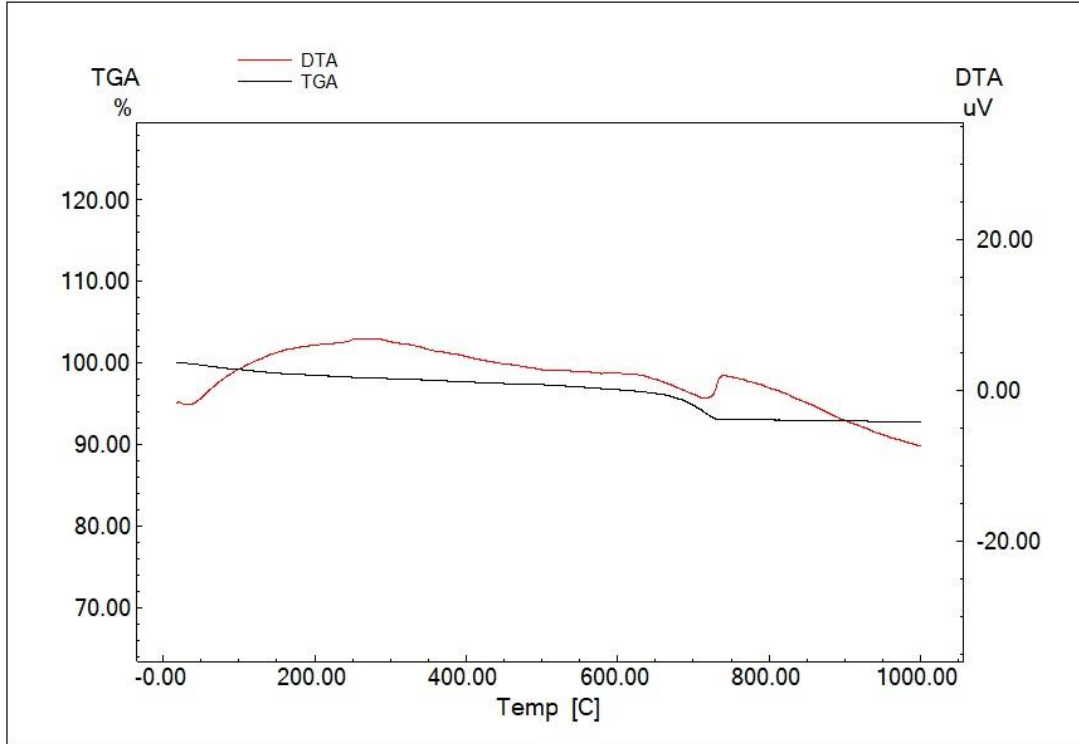
Şekil 3. 76. CZR-19 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



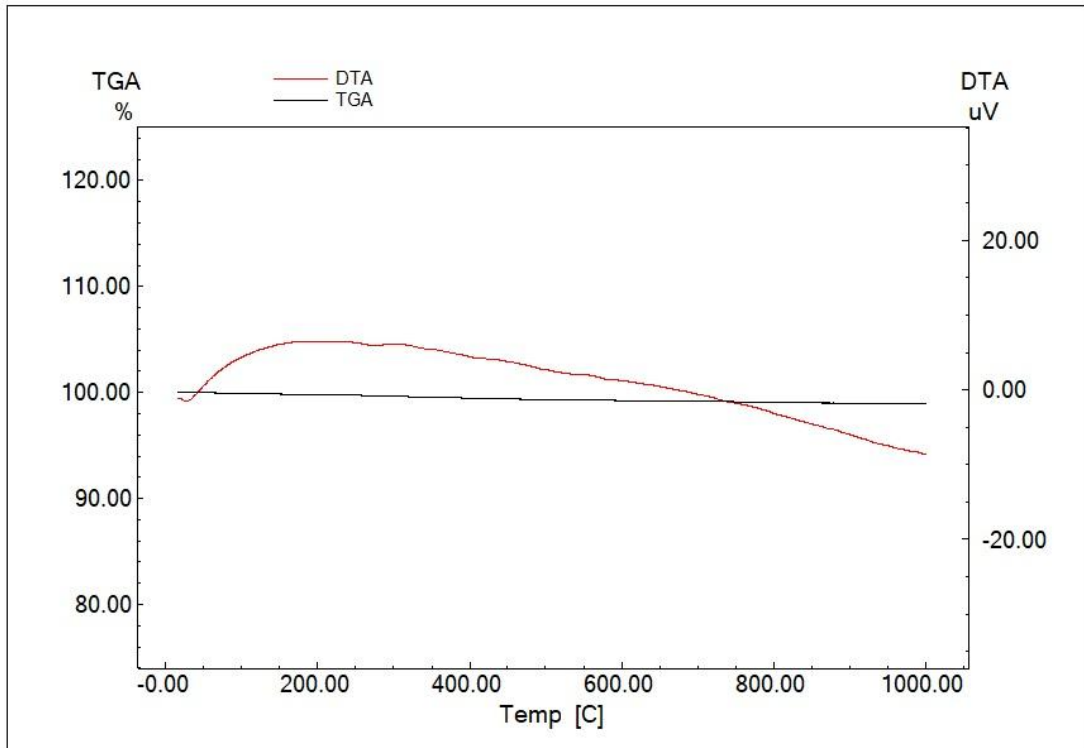
Şekil 3. 77. CZR-20 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



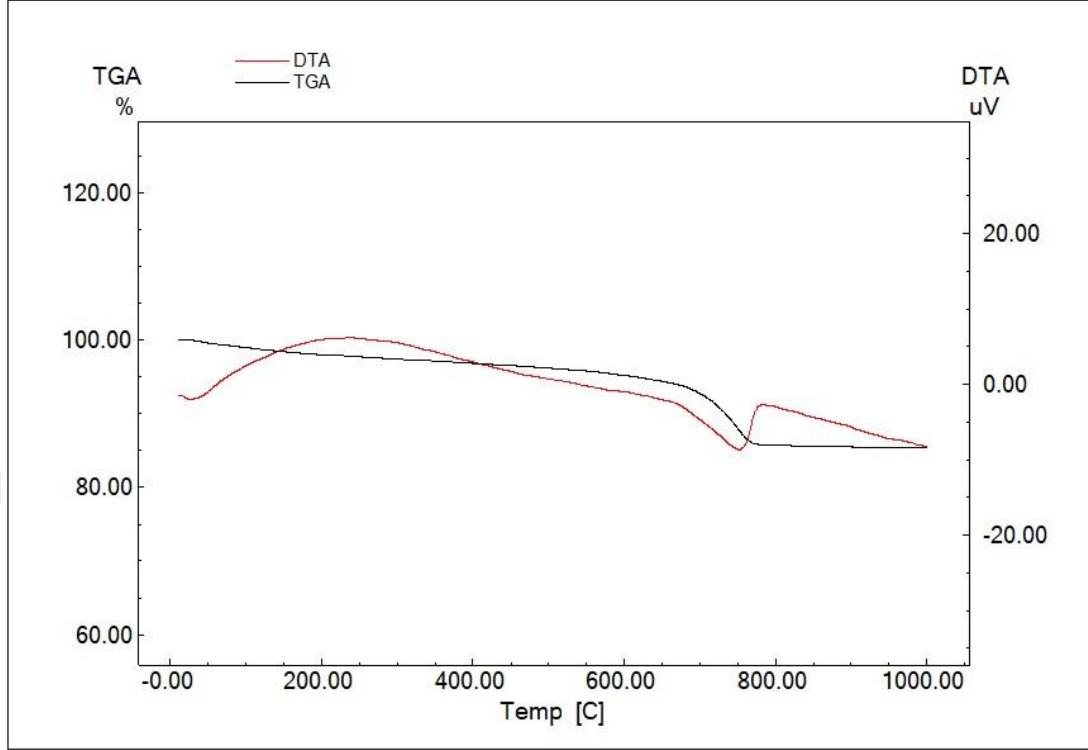
Şekil 3. 78. CZR-21 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



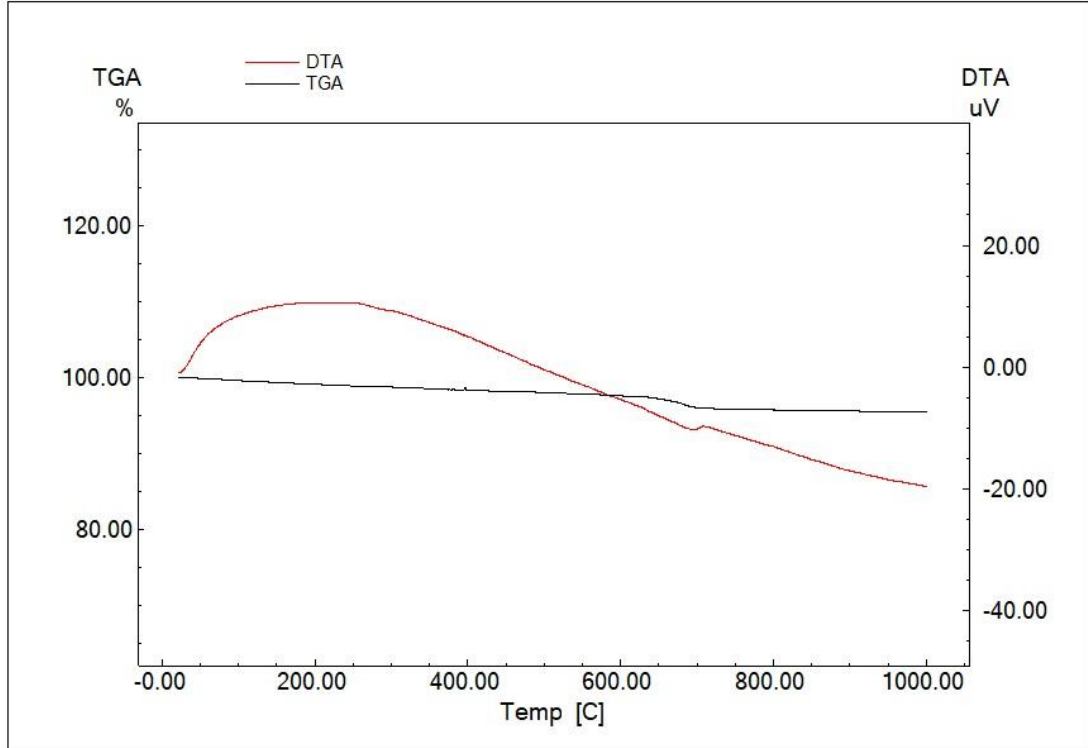
Şekil 3. 79. CZR-22 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



Şekil 3. 80. CZR-23 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



Şekil 3. 81. CZR-24 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.



Şekil 3. 82. CZR-25 kodlu seramik örneğe ait TG-DTA diyagramı.

TG-DTA analizi seramiklerin arkeometrik olarak incelenmesinde genellikle tamamlayıcı bir teknik olarak tercih edilebilmektedir. Bu teknik ile (seramiğin ihtiva ettiği minerallere ve pişirim sıcaklığına bağlı olarak) fiziksel su, kimyasal su, organik madde, karbonatlı hammadde gibi içeriklerin belirlenmesinde, ayrıca ikincil kalsitin ayırt edilmesi hususlarında oldukça faydalı veriler elde edilebilmektedir. Bunlara ek olarak, TG-DTA analizi ile sıcaklık artışına bağlı olarak oluşan reaksiyonlar ve ağırlık kaybı değerleri ile maksimum pişirim sıcaklığı hakkında da yorumlar yapılabilmektedir (Drebushchak, ve ark., 2005; Palanivel ve Kumar, 2011; Bayazit ve ark., 2014; Clark ve ark., 2008).

Tez çalışması kapsamında yapılan TG-DTA analizinde elde edilen DTA eğrileri incelendiğinde 0-200°C aralığında belirgin bir etkiye rastlanılmaması seramiklerde higroskopik suyun bulunmadığı veya çok az olduğuna, 600°C'ye kadar yalnızca bazı örneklerde (CZR-8, CZR-13, CZR-20) görülen hafif entalpi değişimi organik madde içeriğine işaret etmiştir. 600-850°C aralığında görülen endotermik etki ve buna bağlı olarak meydana gelen ağırlık kaybı (Çizelge 3.14) karbonatlı hammadde içeriğine, özellikle 950-1000°C'den sonra ihmal edilebilir düzeyde gözlemlenen ağırlık kayıpları (ve endotermik-ekzotermik reaksiyonlar) seramiklerin 1000°C'yi aşmayan sıcaklık aralıklarında pişirildiklerine işaret etmiştir (Maritan ve ark., 2006; Palanivel ve Kumar, 2011; Krapukaityte ve ark., 2008; Fabbri ve ark., 2014; Meyvel ve ark., 2012).

XRD analizlerinde kalsitin belirlendiği seramiklerde (örneğin CZR-11, CZR-13) bu içeriğin gömü süreci neticesinde değil, başlangıç hammaddesinden geldiği (diğer bir deyişle birincil kalsit olduğu) FTIR analizinden sonra TG-DTA tekniği ile de belirlenmiştir. DTA eğrisinde genel itibariyle ikincil kalsit, birincil kalsite kıyasla nispeten daha düşük sıcaklıklarda endotermik etki göstermiş ve bu durum seramiklerdeki karbonatlı hammadde içeriğinin (XRD sonuçları da dikkate alınarak) niteliği hakkında önemli bilgiler vermiştir. Çoğu örnekte FTIR analizi ile belirlenen ikincil kalsit varlığı TG-DTA analizinde ~750°C'nin altındaki (çoğu zaman ihmal edilebilir) endotermik etki ve bu aralıktaki yine çok az veya ihmal edilebilir ağırlık kayıp değerleri ile ortaya konulmuştur (Fabbri ve ark., 2014; Bayazit ve ark., 2014).

Çizelge 3. 14. Belirli sıcaklık aralıklarında örneklerde meydana gelen ağırlık kayıpları.

Numune	Ağırlık kaybı (ağ. %)				
	25-200 °C	200-400 °C	400-600 °C	600-850 °C	850-1000°C
CZR-1	0.66	0.79	0.73	1.77	0.18
CZR-2	0.32	0.46	0.37	0.67	0.31
CZR-3	0.45	0.67	0.66	0.43	0.13
CZR-4	0.32	0.45	0.42	0,81	0.03
CZR-5	0.68	0.56	0.49	2.20	0.12
CZR-6	1.60	0.93	0.25	5.96	0.02
CZR-7	0.75	0.77	0.72	1.85	0.11
CZR-8	2.78	1.53	2.07	7.69	0.15
CZR-9	1.80	1.03	1.15	6.21	0.09
CZR-10	0.40	0.48	0.37	0.71	0.14
CZR-11	2.18	0.95	1.04	8.08	0.12
CZR-12	1.22	0.82	0.85	3.45	0.13
CZR-13	1.35	1.20	1.34	8.17	0.07
CZR-14	0,61	0,54	0,39	0,99	0,18
CZR-15	1.40	0.83	1.01	4.74	0.14
CZR-16	0.61	0.54	0.39	0.99	0.18
CZR-17	1.68	1.05	1.07	4.06	0.16
CZR-18	0.74	0.61	0.54	2.14	0.22
CZR-19	0.89	0.64	0.69	3.69	0.11
CZR-20	0.93	0.70	0.61	4.85	0.07
CZR-21	1.60	1.31	0.57	0.47	0.15
CZR-22	1.53	0.79	0.97	3.76	0.15
CZR-23	0.23	0.32	0.24	0.20	0.09
CZR-24	1.97	1.17	1.63	9.64	0.17
CZR-25	0.91	0.77	0.73	1.91	0.22

3.6. SEM-EDX Analiz Sonuçları

Çizelge 3. 15. Seramik buluntulara ait % ağırlıkça yarı kantitatif EDX sonuçları

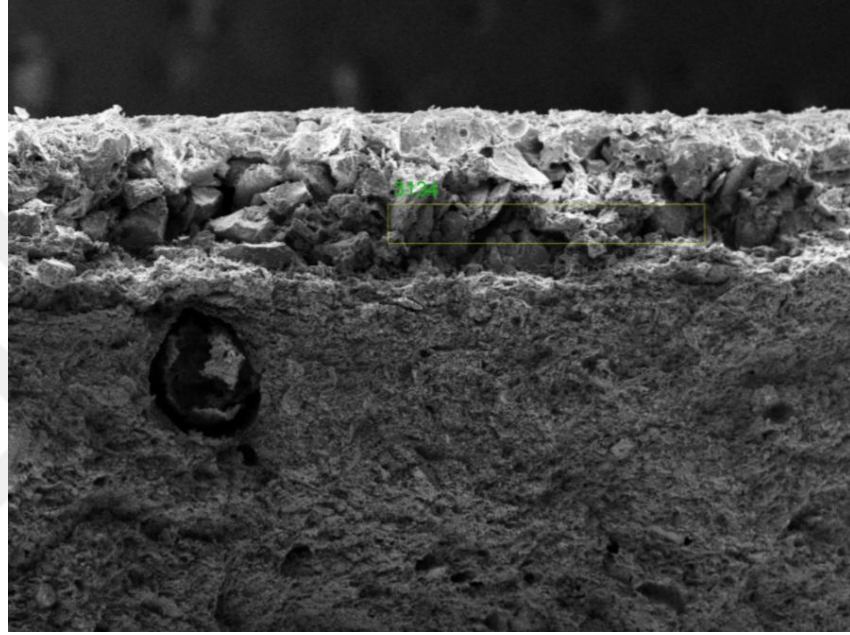
Numune Kodu	Oksit						
	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	FeO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
CZR-1	51,53	12,10	16,92	11,88	3,76	1,82	-
CZR-2	49,84	18,42	16,25	6,58	7,07	-	1,83
CZR-3	50,95	13,09	16,88	8,46	7,91	1,46	1,25
CZR-4	46,37	15,88	15,16	9,12	9,17	1,40	1,08
CZR-5	53,24	15,02	15,25	8,33	6,43	-	1,73
CZR-6	33,83	45,49	8,35	7,89	4,44	-	-
CZR-7	42,98	34,68	11,96	4,11	6,27	-	-
CZR-8	43,94	32,02	11,16	6,02	4,53	1,17	1,16
CZR-9	42,69	33,21	10,29	8,10	4,39	0,81	0,51
CZR-10	67,86	11,89	4,71	6,97	4,77	-	3,81
CZR-11	43,29	34,10	11,11	5,55	4,35	1,60	-
CZR-12	43,45	28,51	12,91	7,73	5,20	0,70	1,49
CZR-13	47,86	20,34	14,94	10,07	4,89	0,91	0,99
CZR-14	45,64	27,24	12,53	7,78	4,80	1,29	0,72
CZR-15	47,78	22,82	14,82	6,97	5,01	1,53	1,07
CZR-16	47,36	24,10	12,87	9,24	4,36	0,63	1,45
CZR-17	50,84	18,53	13,99	11,62	3,86	1,17	-
CZR-18	48,19	22,30	13,87	9,16	4,86	0,59	1,02
CZR-19	65,98	20,93	6,87	-	3,76	0,07	2,40
CZR-20	45,19	24,78	12,82	10,51	4,73	0,73	1,24
CZR-21	55,34	5,52	20,76	10,46	3,90	3,27	0,76
CZR-22	49,01	22,01	13,75	7,82	5,75	1,13	0,54
CZR-23	45,17	18,93	12,30	16,27	5,83	0,26	1,24
CZR-24	47,23	24,58	13,99	6,74	6,36	1,10	-
CZR-25	47,55	21,71	13,00	9,19	7,11	0,95	0,51

Seramik örnekleri için uygulanan p-XRF analizinde elde edilen sonuçların genel olarak EDX sonuçları (Çizelge 3.15) ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Az sayıdaki numunelere ait kimyasal kompozisyon içeriklerinin farklılık göstermesinin kullanılan iki tekniğin uygulama esaslarına bağlı olarak meydana geldiği düşünülmektedir. Bu duruma örnek olarak gösterilebilecek iki numune bulunmaktadır; CZR- 7 ve CZR-19. CZR-7 kodlu

numuneye ait p-XRF analiz sonuçlarında CaO miktarı ağırlık % 15.08 olarak belirlenirken, EDX analizinde CaO miktarı ağırlık % 34.68 olarak saptanmıştır. Aynı numunede SiO₂ ve Al₂O₃ miktarlarının p-XRF analizinde sırasıyla ağırlık % 47.14 ve ağırlık % 11.93 ve EDX analizinde sırasıyla ağırlık % 42.98 ve ağırlık % 11.96 olarak tespit edilmesi hammadde içeriği bakımından sonuçların paralellik gösterdiğini, ancak bünye içerisinde mineral tanelerinin homojen olmayan bir dağılım göstermesinden dolayı özellikle CaO içeriği bağlamında muhtemel farklılıkların oluşabileceğine işaret etmiştir. Diğer bir deyişle, p-XRF analizi göreceli olarak homojen hazırlanmış toz numuneler kullanılarak yapılırken, EDX analizi bulk numune üzerinde alınan SEM görüntüsündeki alanlar üzerinde uygulanmakta ve bu uygulama farklılığı sonuçların kimi zaman (özellikle bünyede heterojen olarak yer alan mineral/oksitlere bağlı olarak) standart sapmasını etkilemektedir. Bu bağlamda bakıldığında, portatif XRF analizinin toz numuneler kullanılarak yapılmasının bir bakıma kimyasal kompozisyonun optimum bir şekilde belirlenmesi açısından avantaj sağladığı söylenebilir. CZR-19 kodlu numune için de aynı durum olduğu gözlemlenmiştir. Bu numunede CaO miktarı ağırlık % 0.15 olarak belirlenirken, EDX analizinde CaO miktarı ağırlık % 20.93 olarak saptanmıştır. Aynı numunede SiO₂ ve Al₂O₃ miktarları p-XRF analizinde sırasıyla ağırlık % 75.50 ve ağırlık % 3.64 ve EDX analizinde sırasıyla ağırlık % 65.98 ve ağırlık % 6.87 olarak tespit edilmiştir. Portatif XRF ve EDX analizlerinin uygulama biçimlerine bağlı olarak bu numunede demir içeriği p-XRF analizinde ağırlık % 3.12 olarak bulunurken EDX analizinde demir içeriği (SEM görüntüsü üzerinde) belirlenmemiştir (veya tarama limitinin altındadır). Bu durum seramikte demir olduğuna ancak EDX analizinin gerçekleştirildiği SEM görüntüsü alanında demirin yer almadığına işaret etmiştir. Yapılan bu değerlendirmeyi farklı açıdan ele almak gerekirse; CZR-7 kodlu örneğe ait XRD paterninde yüksek sıcaklık fazlarının (piroksen ve gehlenit) yer alması ve aynı örneğe ait FTIR spektrumunda 1477 cm⁻¹ bant değeri ile ikincil kalsit varlığının tespit edilmesi numunede CaO ihtivasının olduğuna fakat bu içeriğin yalnızca yüksek sıcaklıkta oluşan kalsiyum silikatlara bağlı olarak değil ikincil kalsite de bağlı olarak bünyede yer aldığına işaret etmiştir. Dolayısıyla, gömü koşulları neticesinde bünyede yer alan ikincil kalsitin seramik matris içerisinde homojen bir şekilde dağılmasının mümkün olmadığı da göz önüne alınmalıdır. Son olarak, p-XRF analizinin tarama limiti altında yer aldığından dolayı seramiklerde belirlenemeyen Na₂O içeriği EDX analizinde ağırlık % 0.51 - % 3.81 aralığında

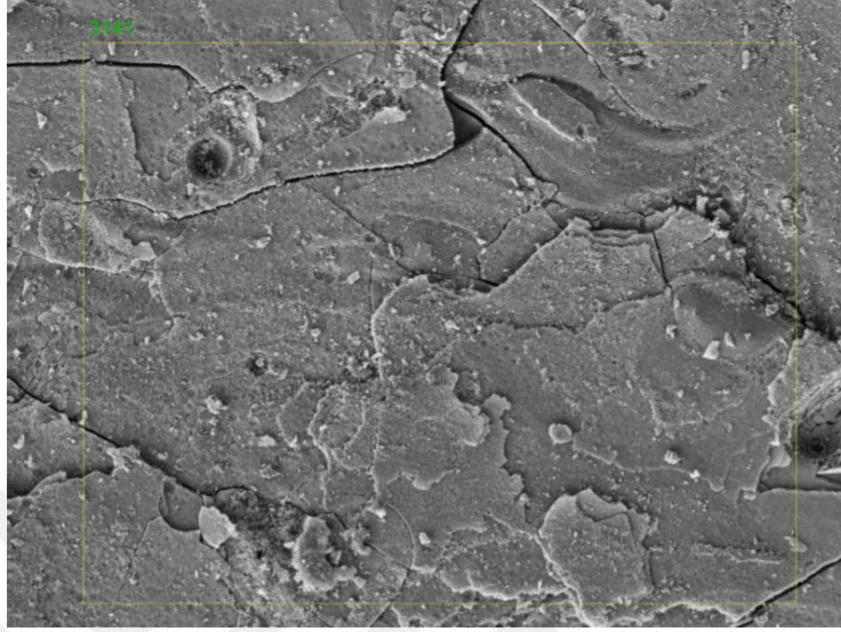
saptanmıştır. Bu içeriğin (XRD sonuçları dikkate alındığında) feldspat kaynaklı olduğu öngörülmektedir.

Seçilen bazı numunelere ait temsili SEM görüntüleri ve görüntüler üzerindeki alanların yarı kantitatif EDX sonuçları Şekil 3.83 – Şekil 3.90’de verilmiştir.



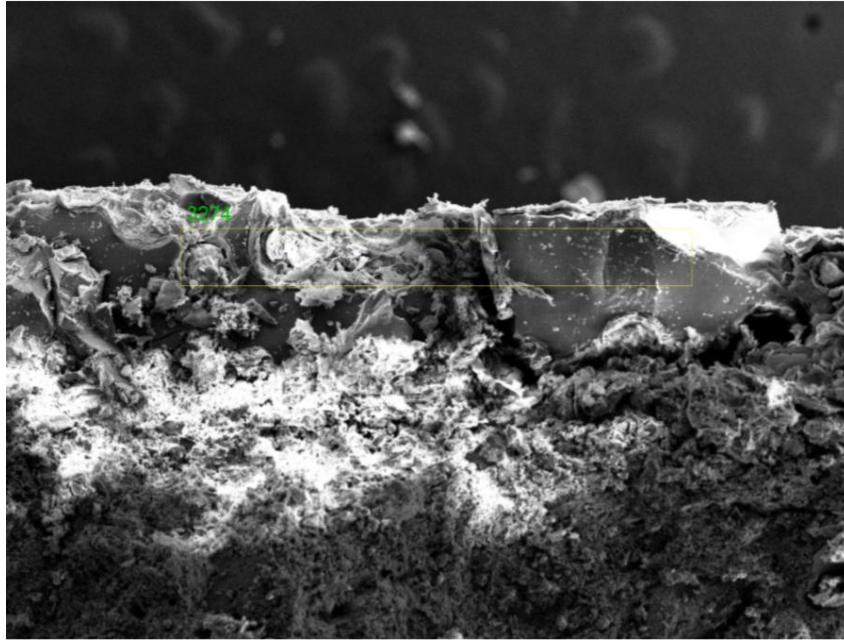
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)			
Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	K ₂ O
2.86	85.52	8.47	3.15

Şekil 3. 83. CZR-1 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



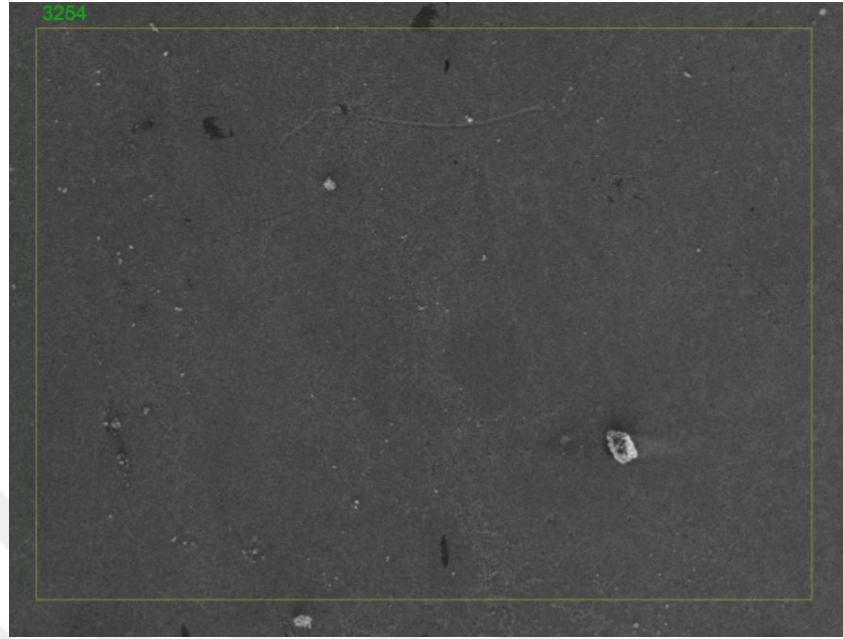
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)							
Al ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	MnO	Zr
4.87	51.88	0.51	5.74	1.06	0.64	23.76	11.54

Şekil 3. 84. CZR-1 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



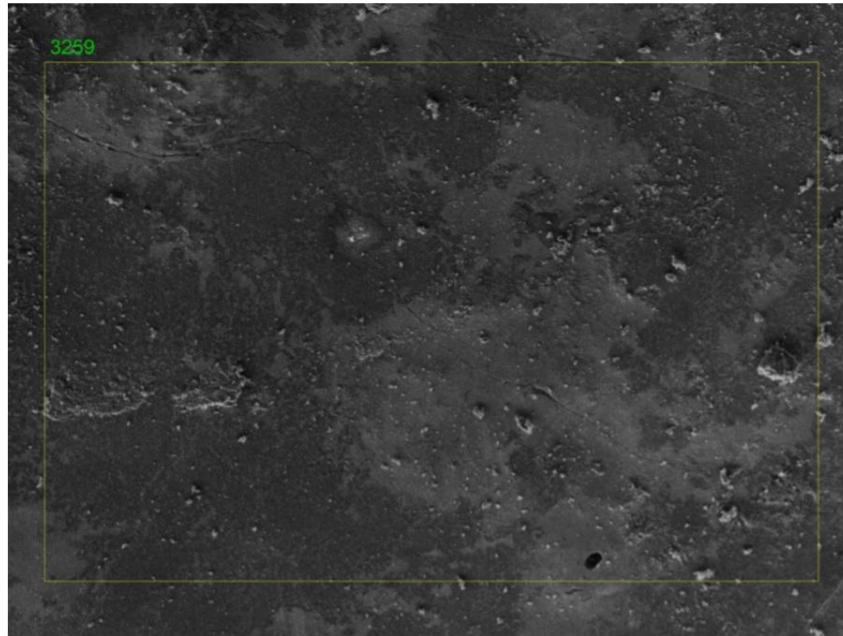
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)						
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Cu	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	MnO
7.82	70.58	3.30	5.95	1.26	2.71	8.38

Şekil 3. 85. CZR-3 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



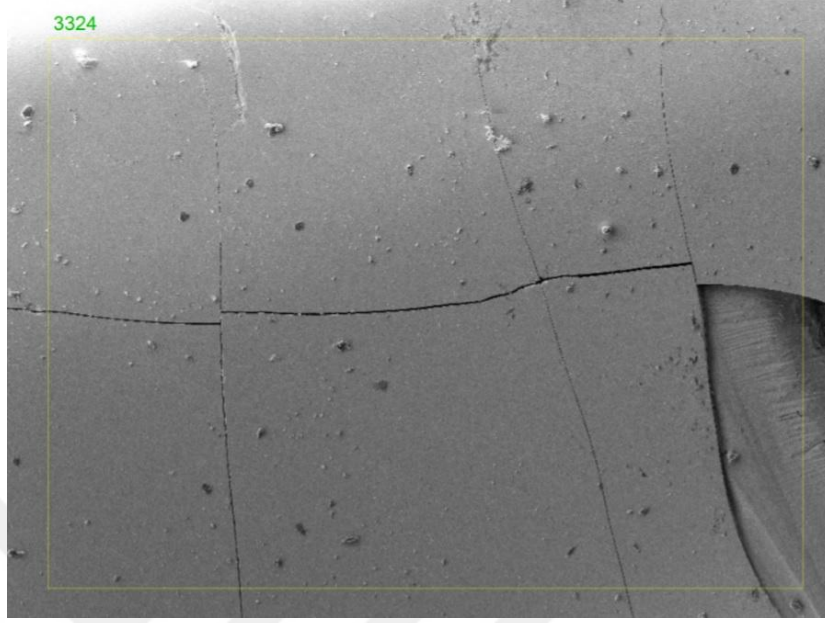
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)						
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Cu	CaO	MgO	NiO	FeO
2.22	69.06	12.53	5.21	1.67	4.03	5.27

Şekil 3. 86. CZR-8 kodlu örnekte sırt yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



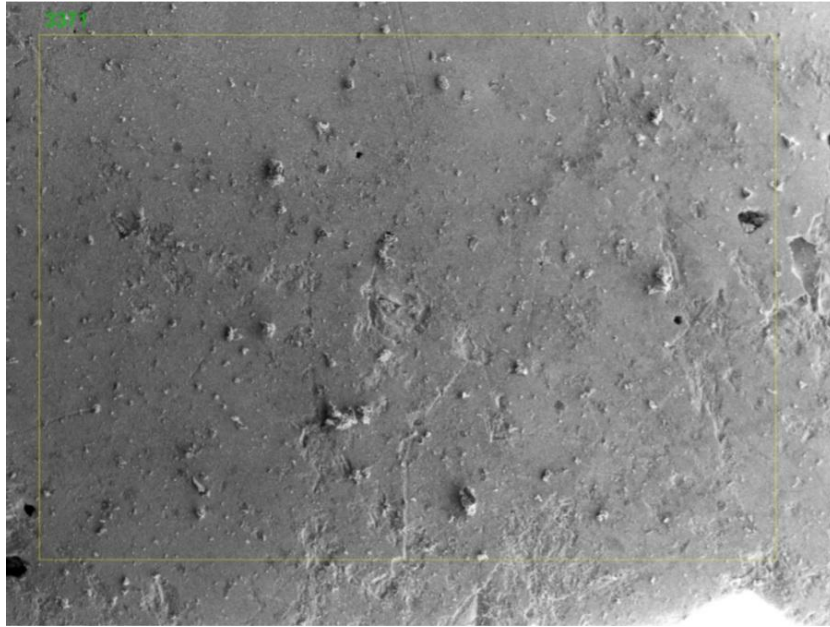
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)						
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Zr	CaO	MgO	Na ₂ O	FeO
4.99	62.43	7.18	15.06	7.01	0.43	2.89

Şekil 3. 87. CZR-9 kodlu örneğe ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



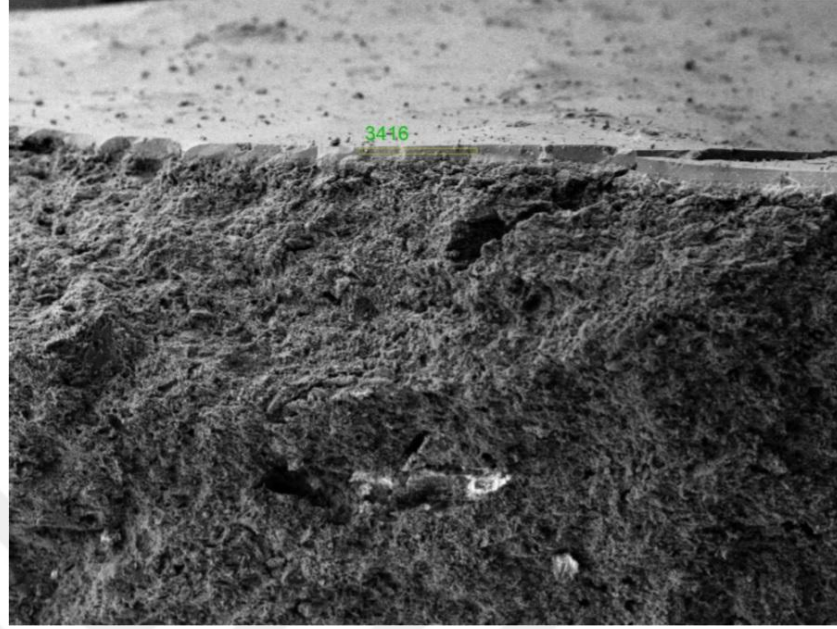
Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)						
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Cu	CaO	MgO	Cl	SO ₃
8.94	54.39	3.80	1.69	1.27	0.41	29.50

Şekil 3. 88. CZR-12 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)							
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Cu	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Zr
7.07	70.69	4.61	5.38	0.86	1.79	2.32	7.28

Şekil 3. 89. CZR-18 kodlu örnekte sır yüzeyine ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.



Seçili alana ait EDX sonucu (ağ. %)					
Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Zr
8.54	75.06	6.00	1.41	3.03	5.96

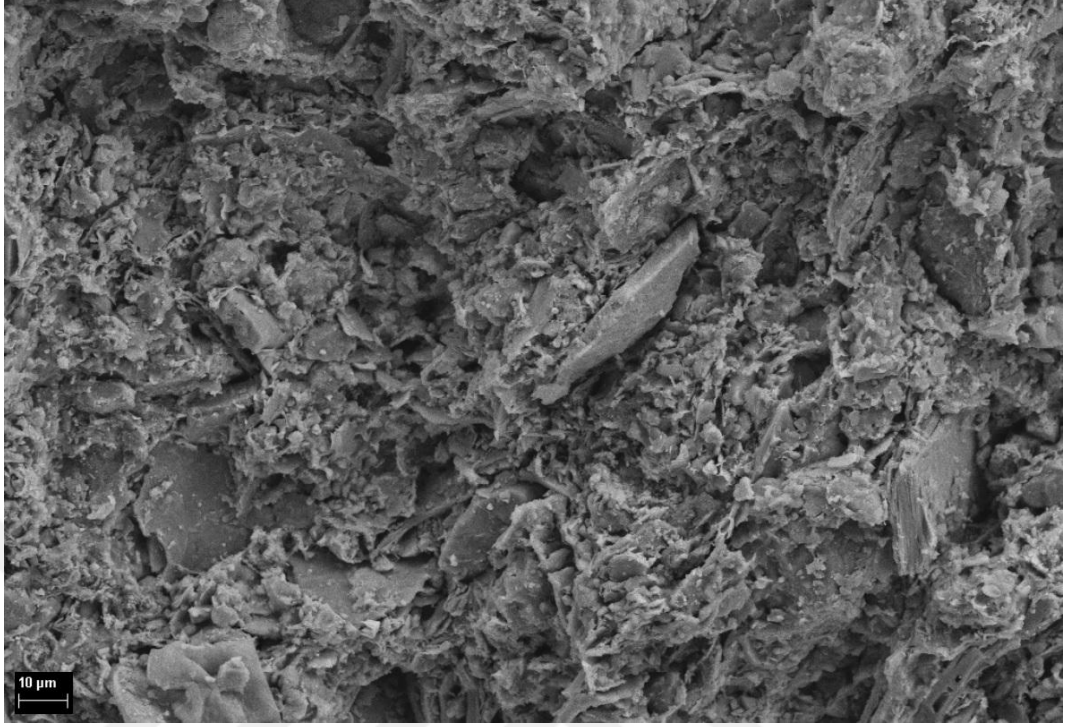
Şekil 3. 90. CZR-25 kodlu örnekte ara yüzeye ait SEM görüntüsü ve seçili alanın EDX sonucu.

Seramik örneklerin kimyasal kompozisyonlarının p-XRF ve EDX analizleri ile belirlenmesinin ardından bazı temsili örneklerin SEM görüntüleri üzerinde yapılan EDX incelemeleri ile ayrıntılı bir çalışma yapılmıştır (Şekil 3.83.-Şekil 3.90.). CZR-1 kodlu örneğe ait sır yüzeyinde yapılan EDX analizinde MnO miktarı ağ. % 23.76 ve Zr miktarı ağ. % 11.54 olarak saptanmıştır (Şekil 3.84.). Elde edilen bu sonuç CZR-1 kodlu örneğin yüzeyinde yer alan koyu kahverenginin (metalik bakır rengi) mangan ile sağlandığına ve sır tabakasındaki matlığın ise zirkon ile elde edildiğine işaret etmiştir. CZR-3 kodlu örneğin sır tabakasına yakın ara yüzeyinden alınan EDX analizi sonucunda Cu ağ. %3.30 ve MnO ağ. %8.38 olarak belirlenmiştir (Şekil 3.85.). Bu numune yüzeyinde yer alan açık ve koyu tondaki mavi (turkuaz) renklerinin sırasıyla bakır ve bakır+mangan ile sağlandığı öngörülmektedir. Yeşil renkli sır yüzeyine sahip CZR-8 kodlu numunede bu rengin EDX analizinde (ağ. % 5.27 FeO içeriği de dikkate alındığında) ağ. % 12.53 olarak saptanan Cu ile sağlandığı saptanmıştır (Şekil 3.86.). CZR-9 kodlu numune yüzeyinde yapılan p-XRF analizinde Cu belirlenmiş Zr belirlenmemiştir. Bu numunenin sır yüzeyinde yapılan EDX analizinde ise Cu görülmezken Zr ağ. % 7.18 olarak saptanmıştır (Şekil 3.87). Farklı iki analizle elde edilen sonuçlar bu numunedeki yeşil rengin Cu ile (ağ. % 2.89 FeO içeriği de

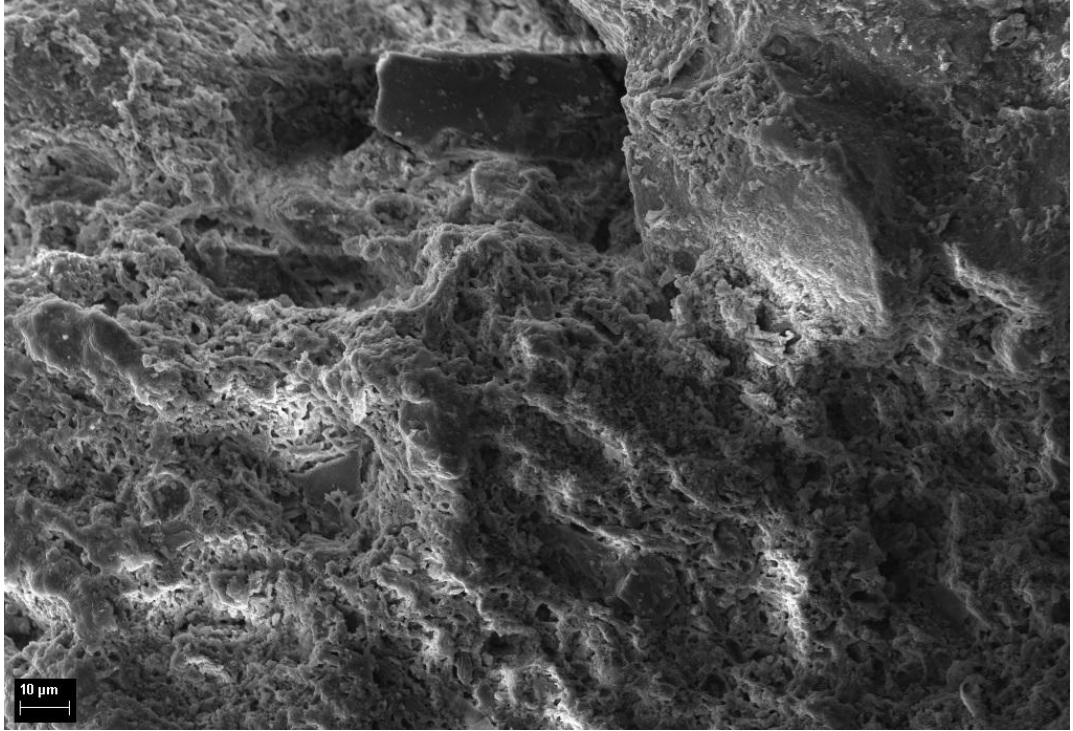
dikkate alındığında), sırdaki matlığın ise Zr ile sağlandığı öngörüsünü ortaya koymuştur. CZR-12 kodlu numune için yapılan p-XRF analizinde belirlenen Cu içeriği sır yüzeyinde yapılan EDX analizinde de saptanmıştır (Şekil 3.88). Bu numune yüzeyindeki yeşil rengin Cu ile sağlandığı ve p-XRF analizinde belirlenen kurşun ve demir içeriklerinin ise sırn oluşumu ve renk tonunun ortaya çıkmasında etken olduğu gözlemlenmiştir. CZR-18 kodlu numunedeki yeşil rengin EDX analizinde belirlenen Cu içeriği (ağ. %4.61) sağlandığı tespit edilmiştir (Şekil 3.89.). Aynı numunenin EDX analizinde tespit edilen Zr içeriğinin ise sırn sertliğini arttırdığı ve bir miktar da matlığa neden olduğu öngörülmüştür. Kahverengi ve mat beyaz tonlarında iki farklı yüzeye sahip olan CZR-25 kodlu numunede kahverengi tonuna sahip alanda yapılan p-XRF analizinde bu rengin demir ile sağlandığı tespit edilmiştir. Aynı numunenin mat beyaz renge sahip yüzeyinde yapılan EDX analizinde ise renk veren oksitlerin bulunmaması ve Zr içeriğinin saptanması bu rengin matlaşmasında zirkonun etken olduğuna işaret etmiştir (Şekil 3.90.) (Perez-Arategui ve ark., 2008; Roldan ve ark., 2004; Tite, 2011).

Portatif XRF analizinde sırlı yüzeyler için belirlenen kurşun elementinin SEM-EDX analizindeki enerji değeri (numunelerin analiz öncesi kaplandıkları) altın ve paladyum elementlerinin enerji değerleriyle neredeyse bire bir çakıştığından dolayı bu elementler kurşun elementinin spektrumda görünmesini engellemiştir.

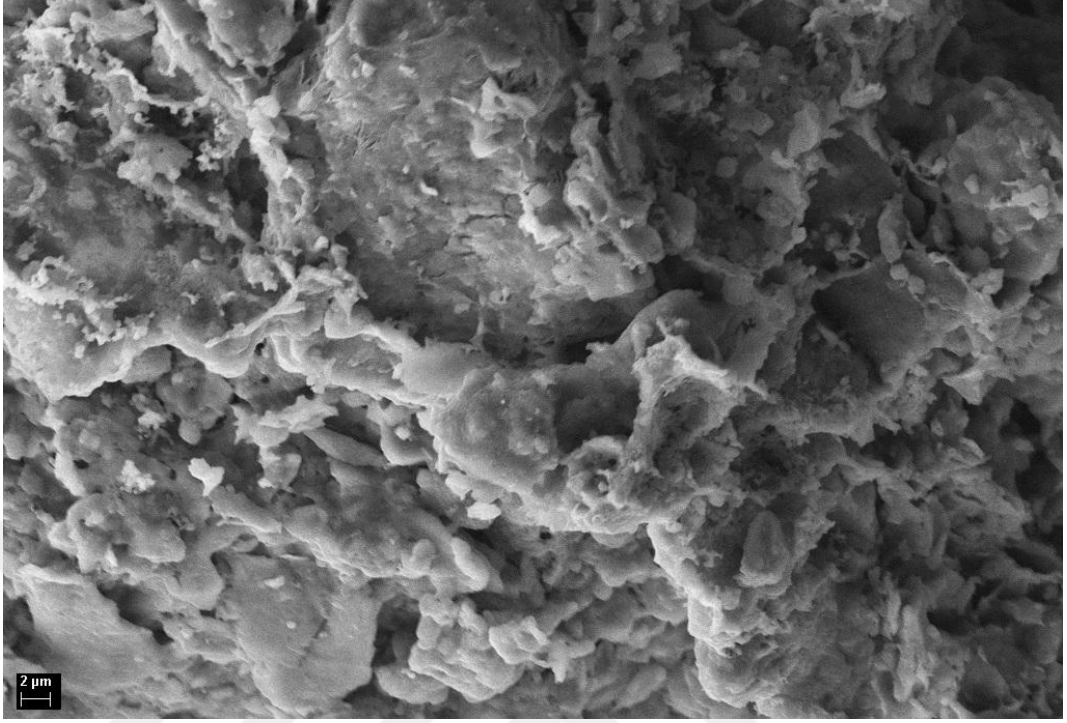
Örneklerin mikro yapısal özelliklerinin gözlemlendiği ayrıntılı SEM görüntüleri Şekil 3.91 - Şekil 3.119'de verilmiştir. Numunelerin mikro yapılarına göz atıldığında genel olarak vitrifikasyonun zayıf olduğu ve bazı örneklerde ise bölgesel olarak camlaşmanın meydana geldiği gözlemlenmiştir. Seramik bünyeleri için uygulanan XRD analizinde belirlenen pişirim sıcaklık aralıkları dikkate alındığında elde edilen bu sonuçların mineralojik içerik ve pişirim sıcaklık değerleri bağlamında uyumlu oldukları tespit edilmiştir.



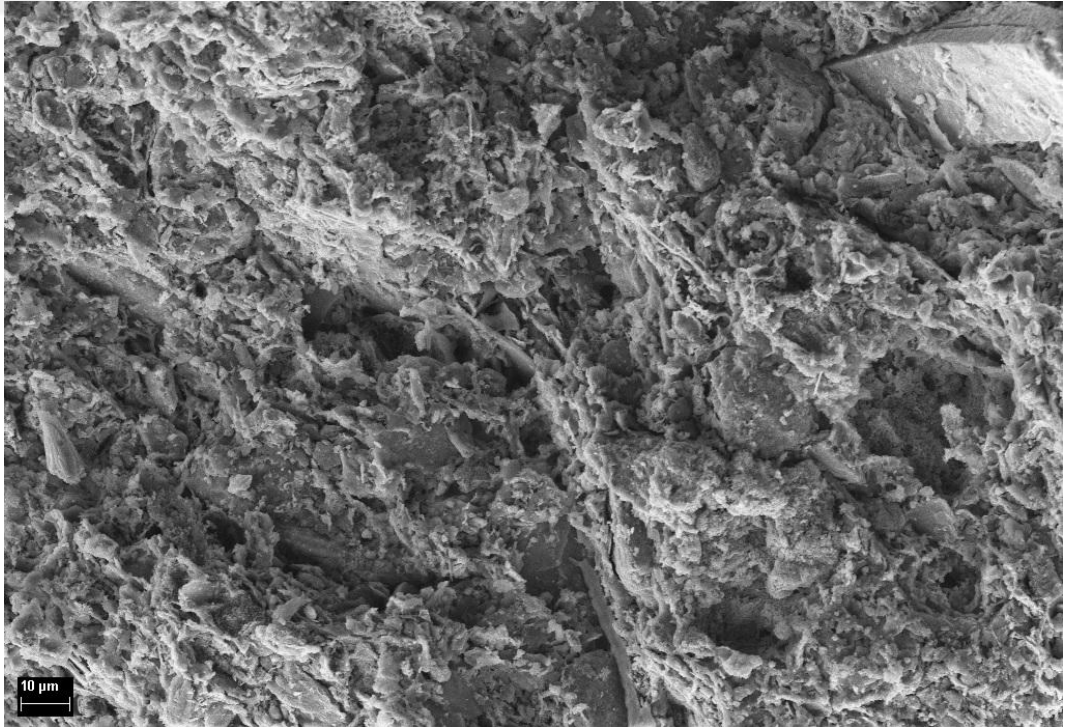
Şekil 3. 91. CZR-1 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



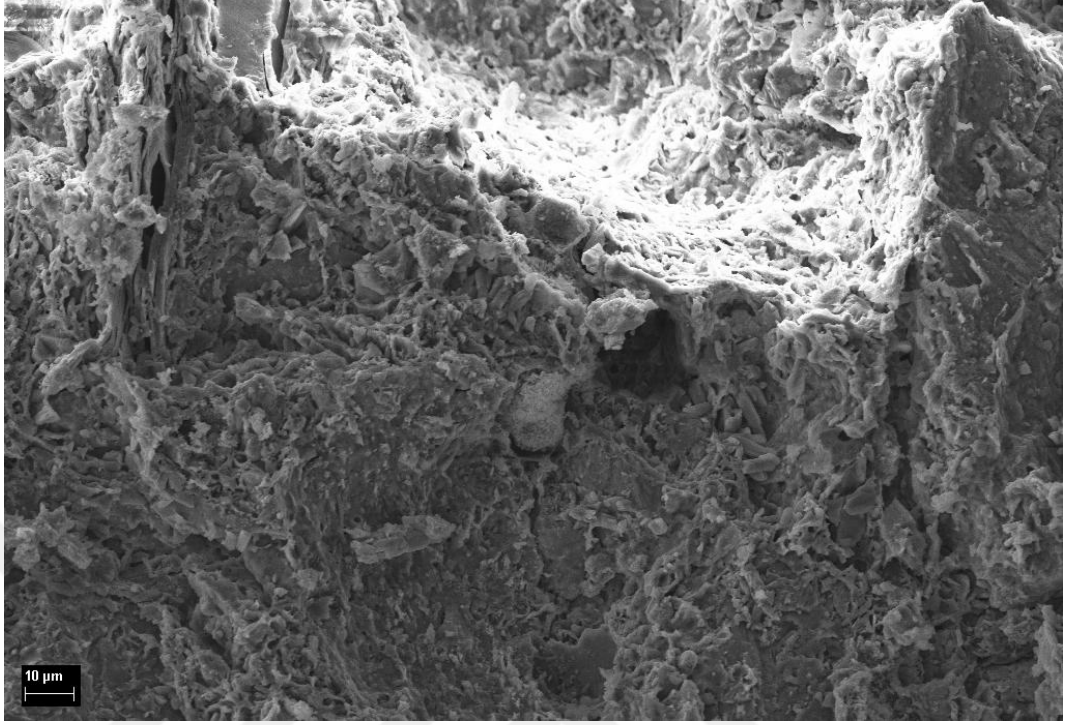
Şekil 3. 92. CZR-2 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



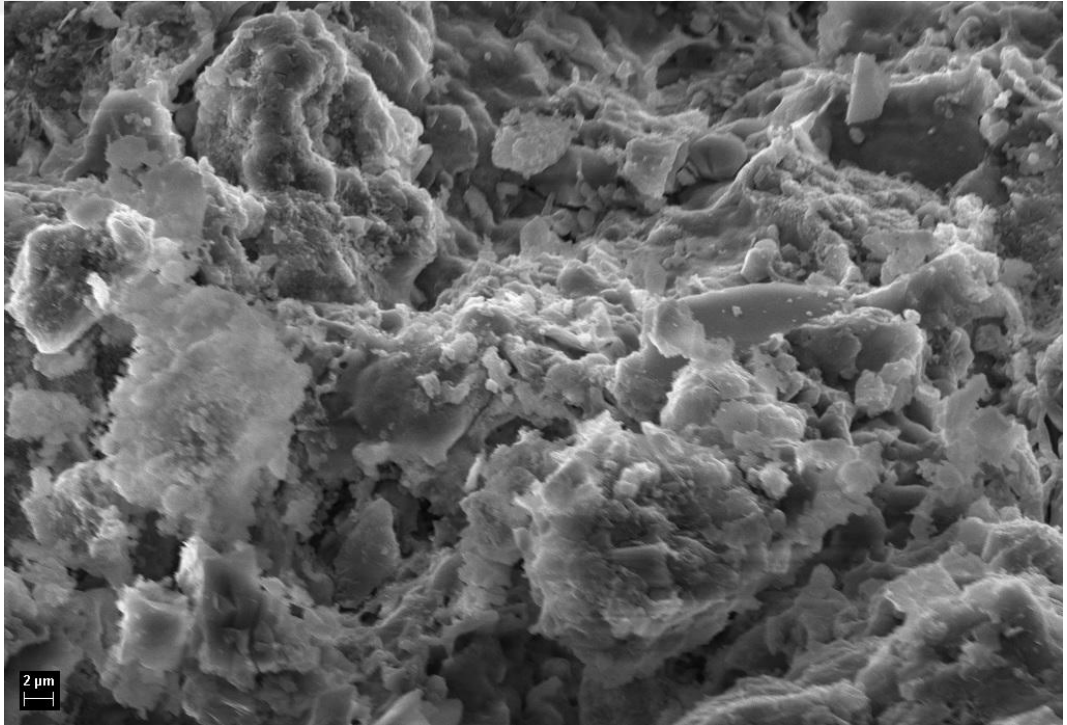
Şekil 3. 93. CZR-3 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



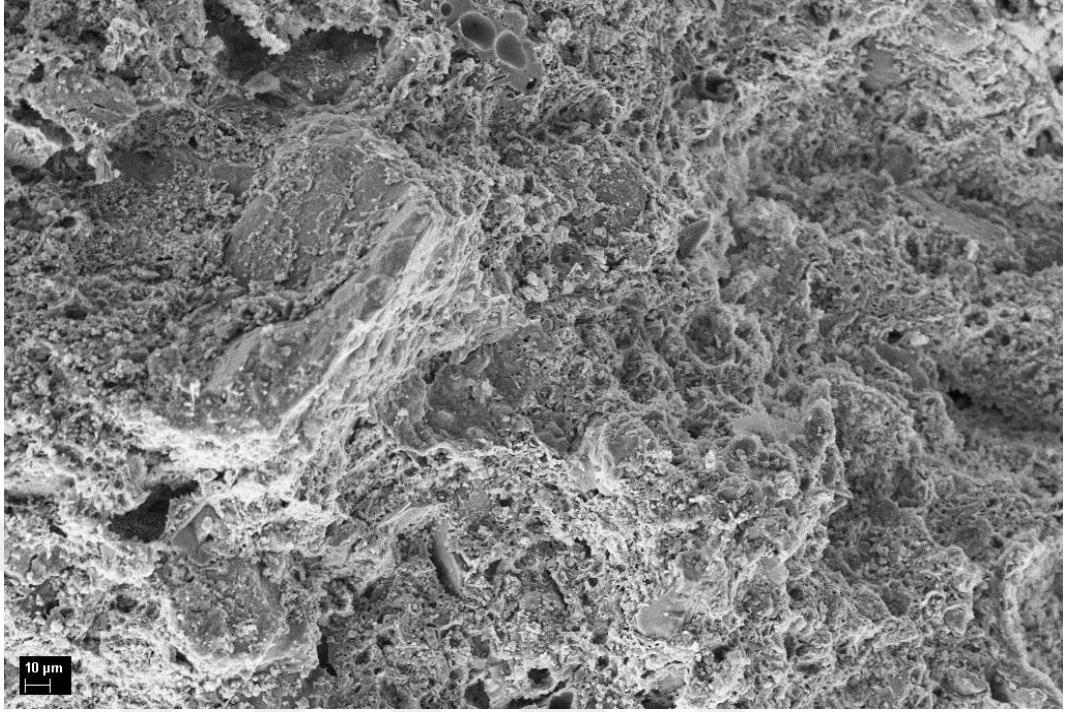
Şekil 3. 94. CZR-4 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



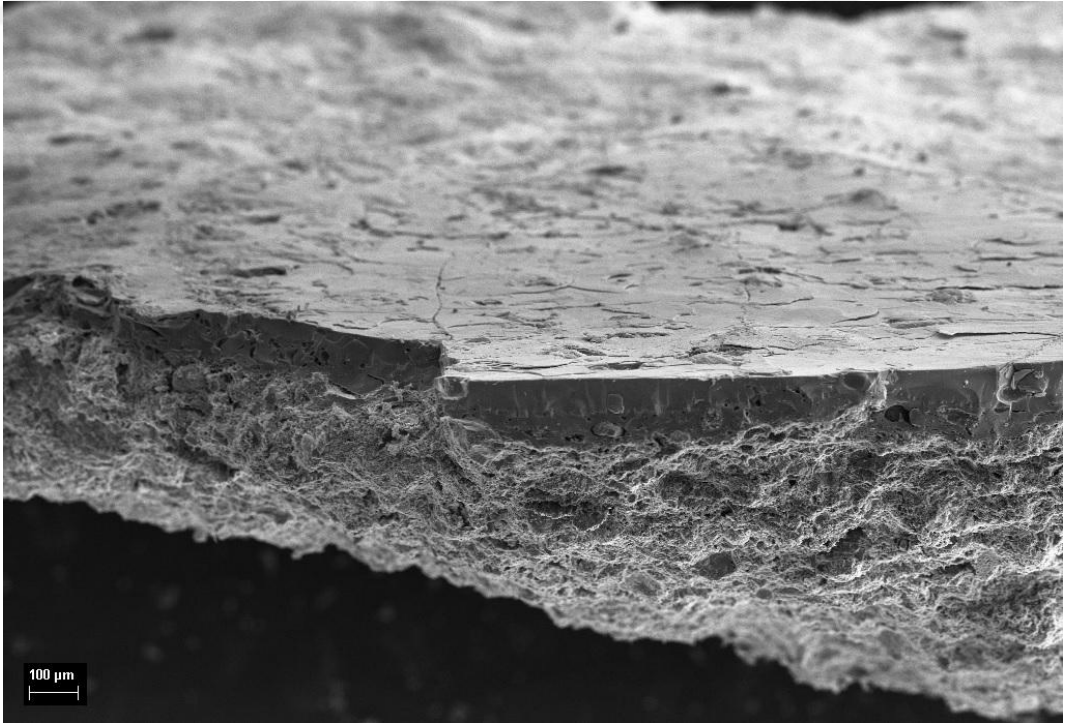
Şekil 3. 95. CZR-5 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



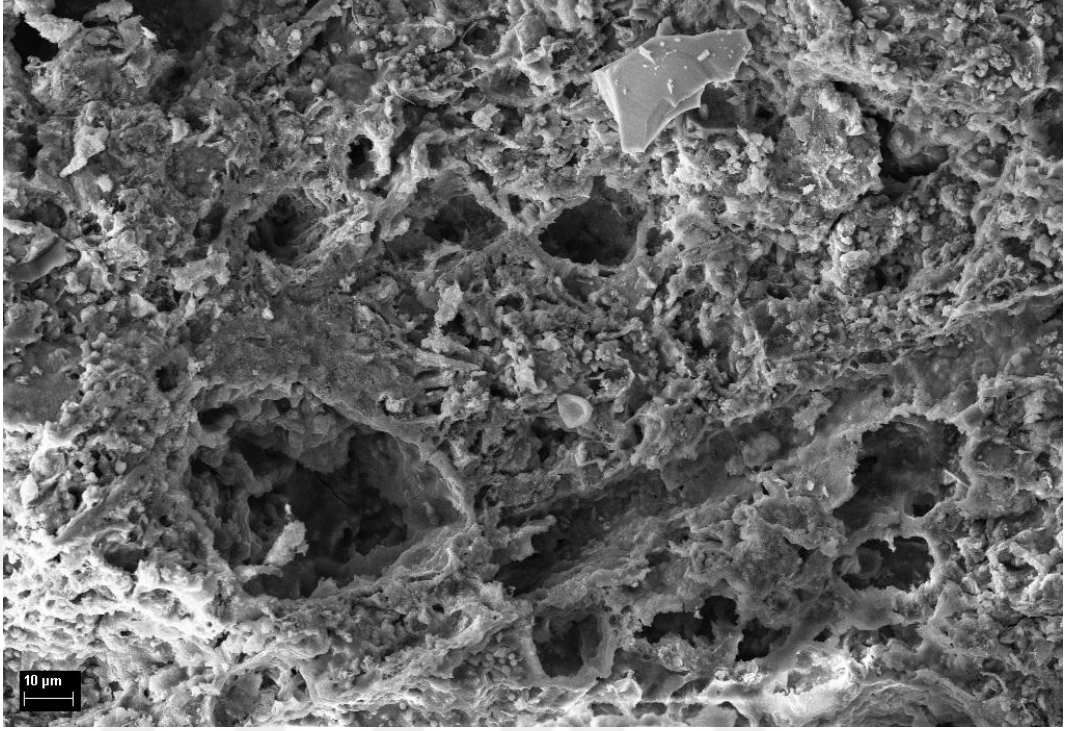
Şekil 3. 96. CZR-6 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



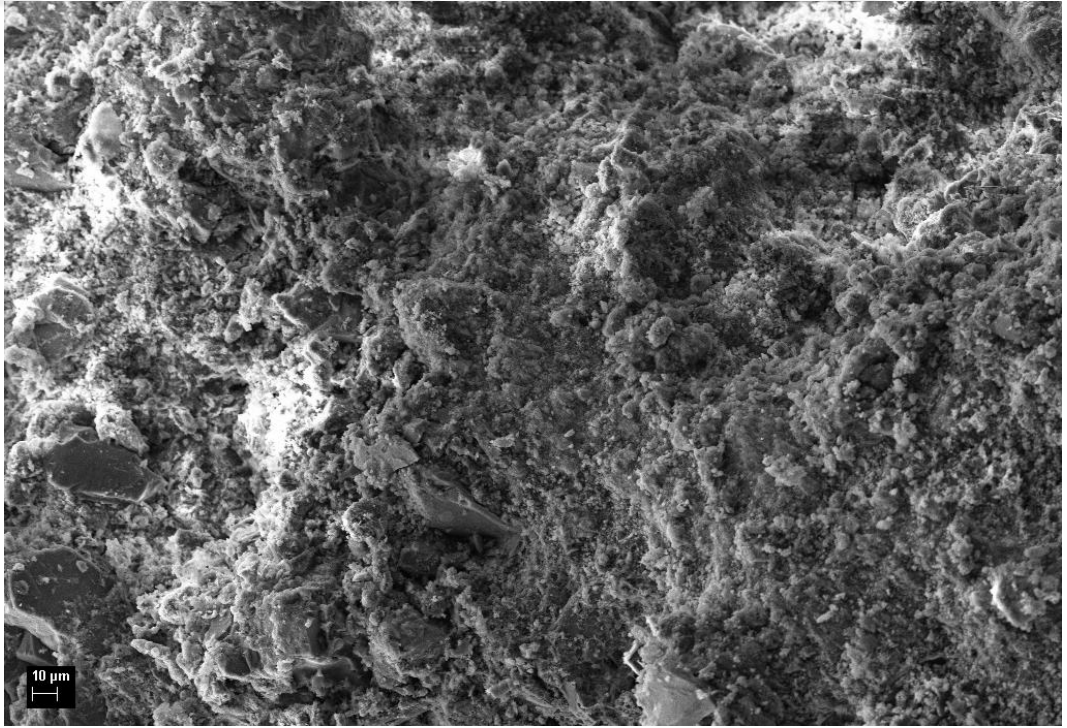
Şekil 3. 97. CZR-7 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



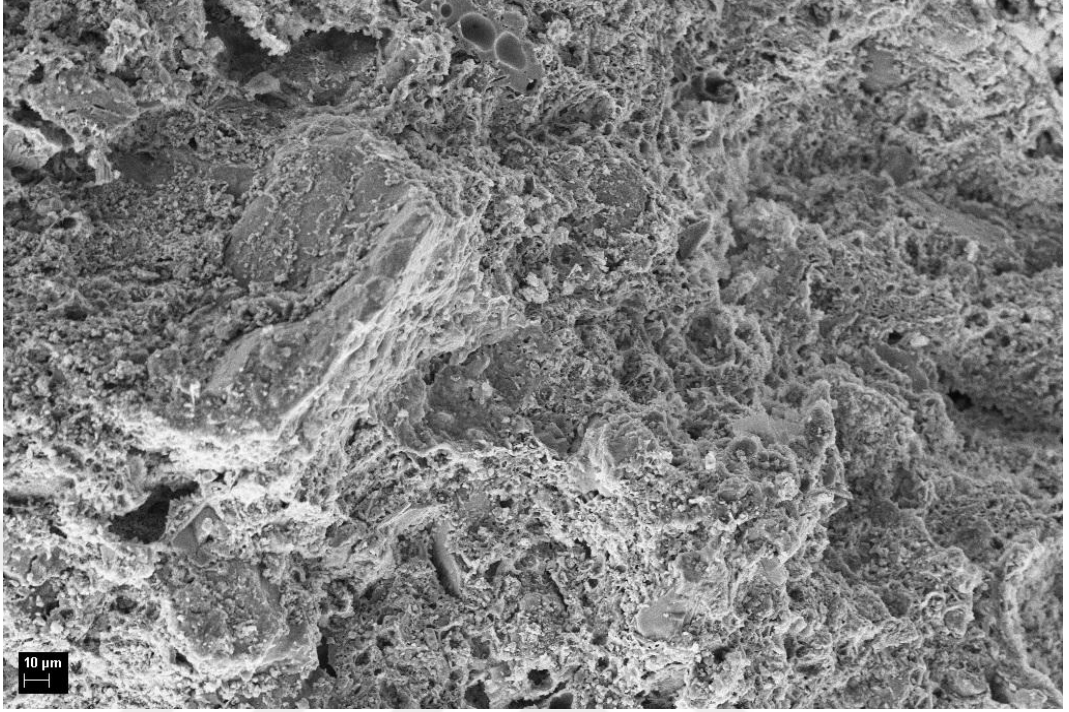
Şekil 3. 98. CZR-7 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



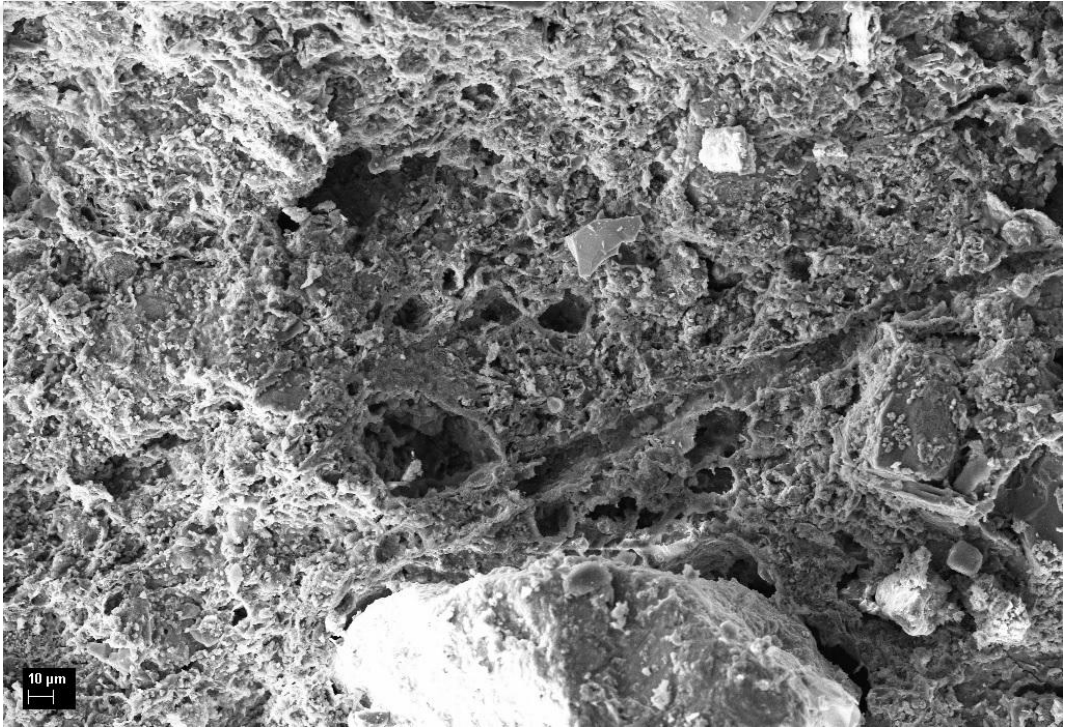
Şekil 3. 99. CZR-8 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



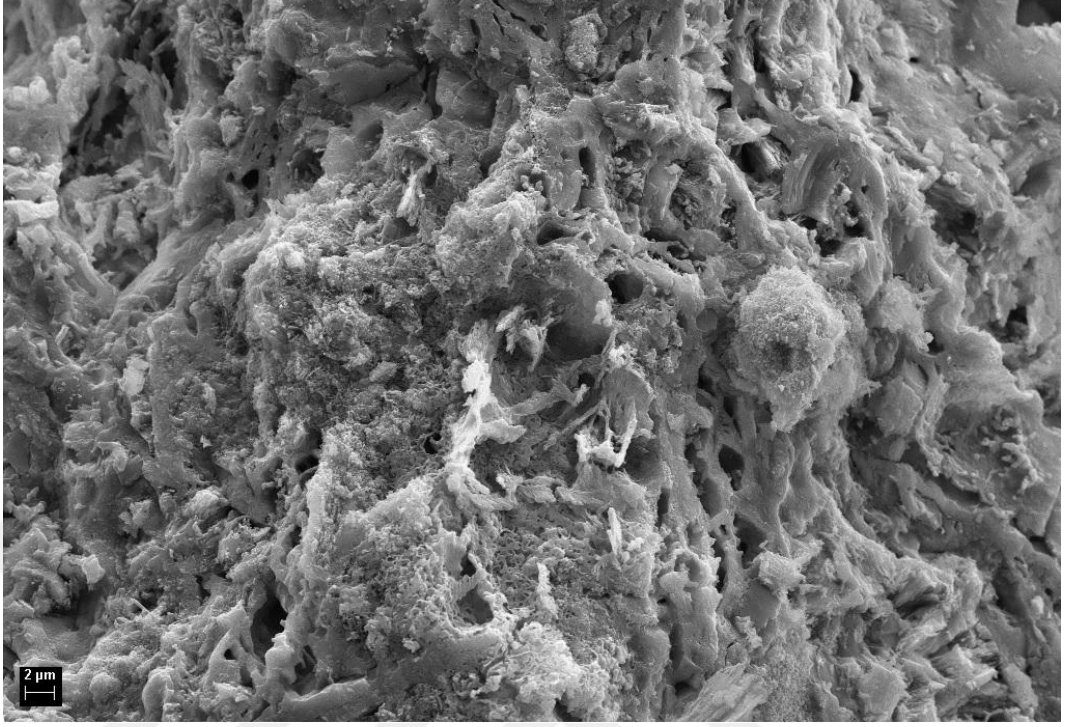
Şekil 3. 100. CZR-9 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



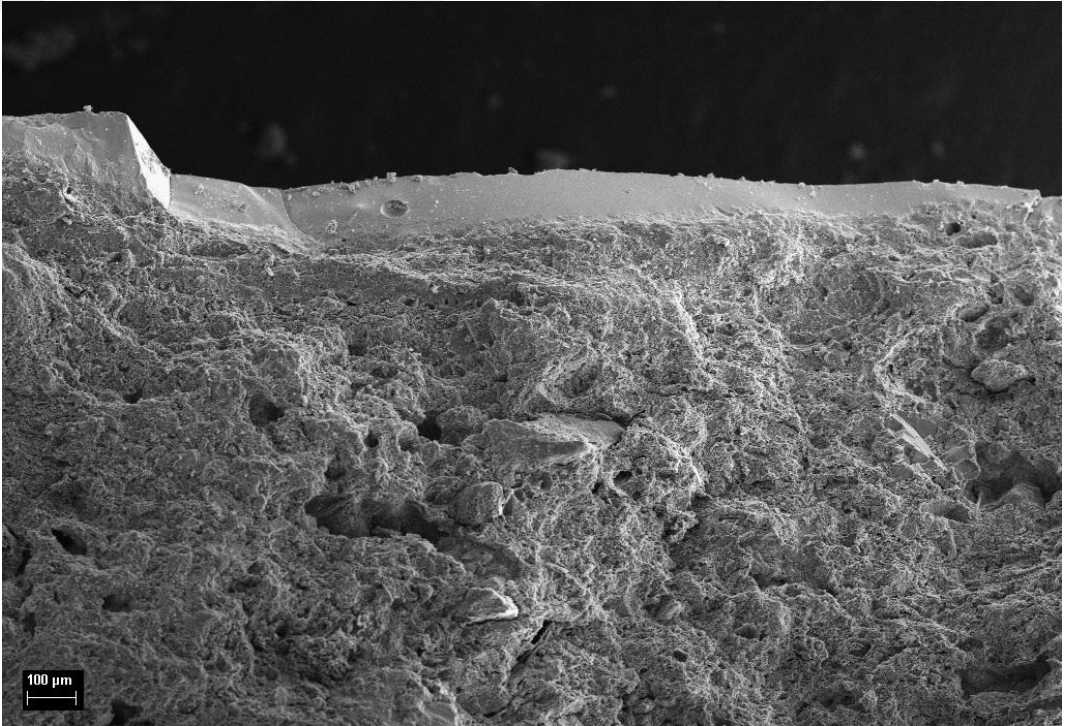
Şekil 3. 101. CZR-9 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



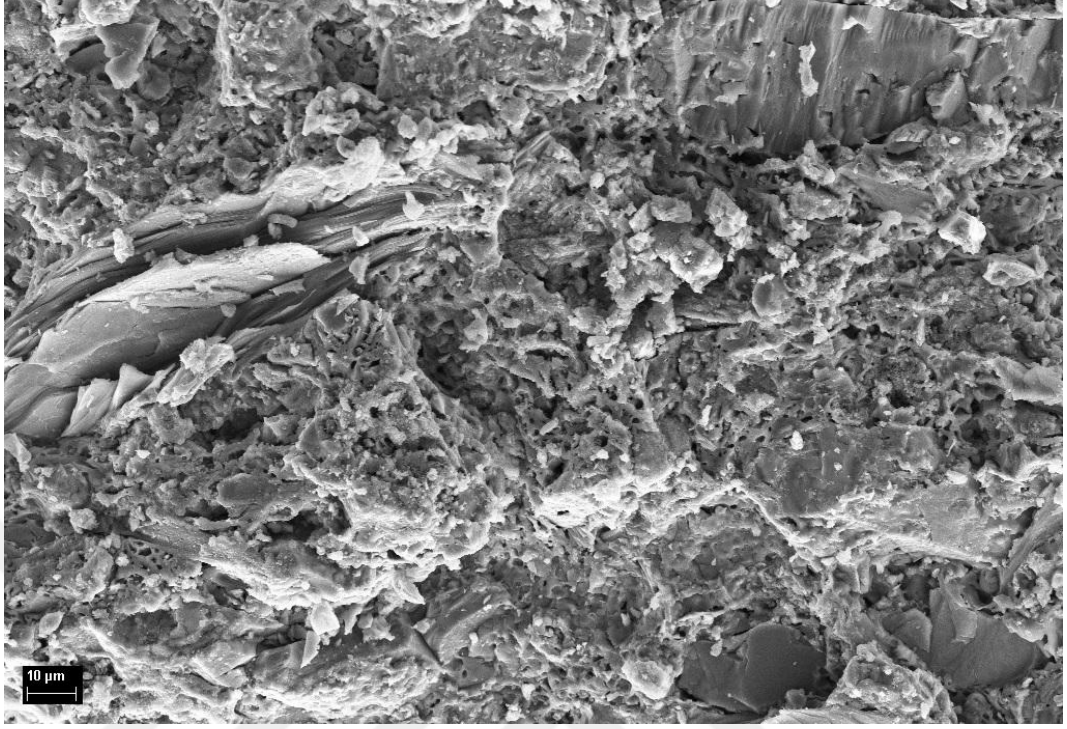
Şekil 3. 102. CZR-10 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



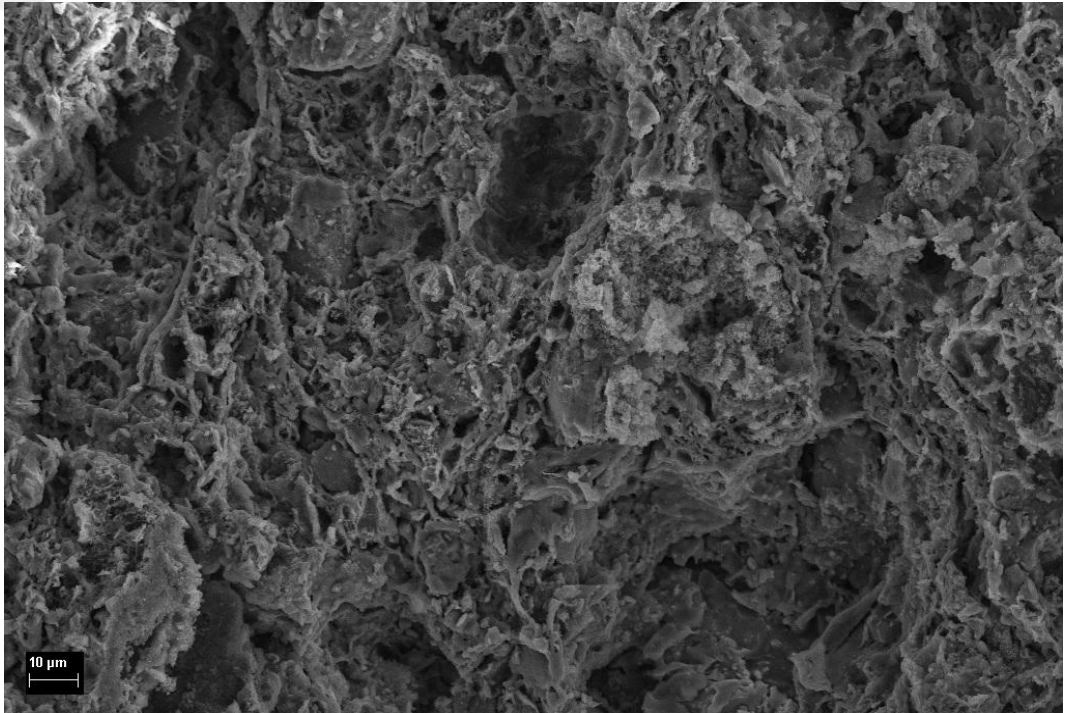
Şekil 3. 103. CZR-11 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



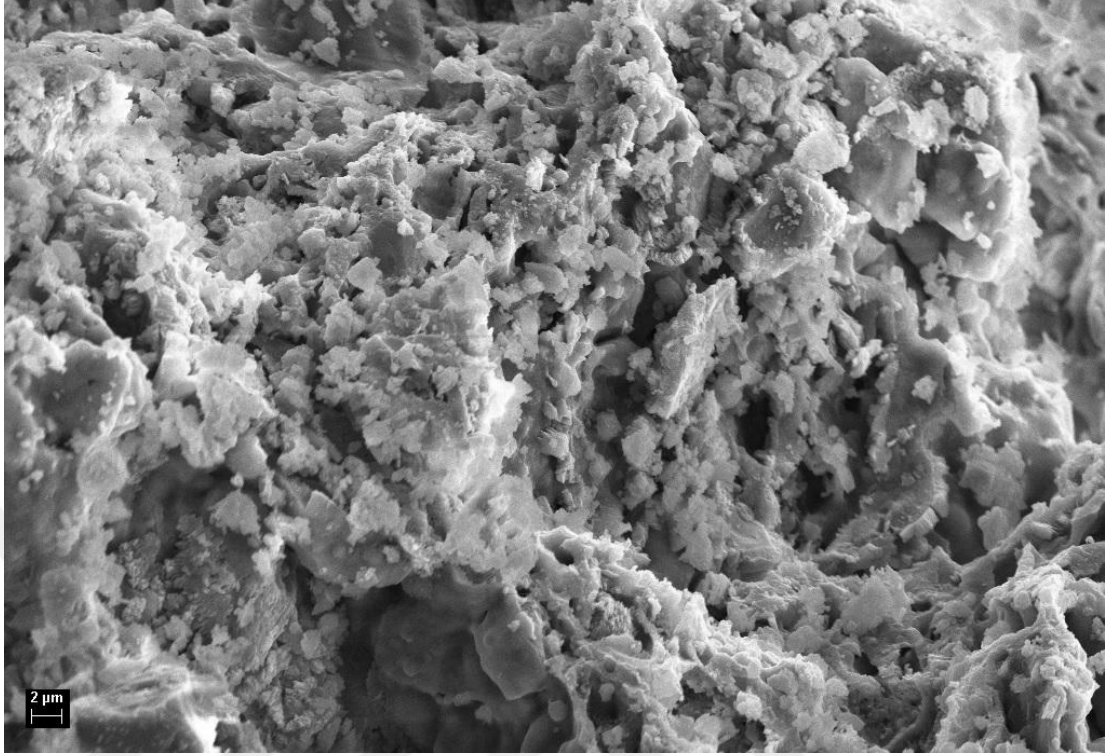
Şekil 3. 104 CZR-12 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



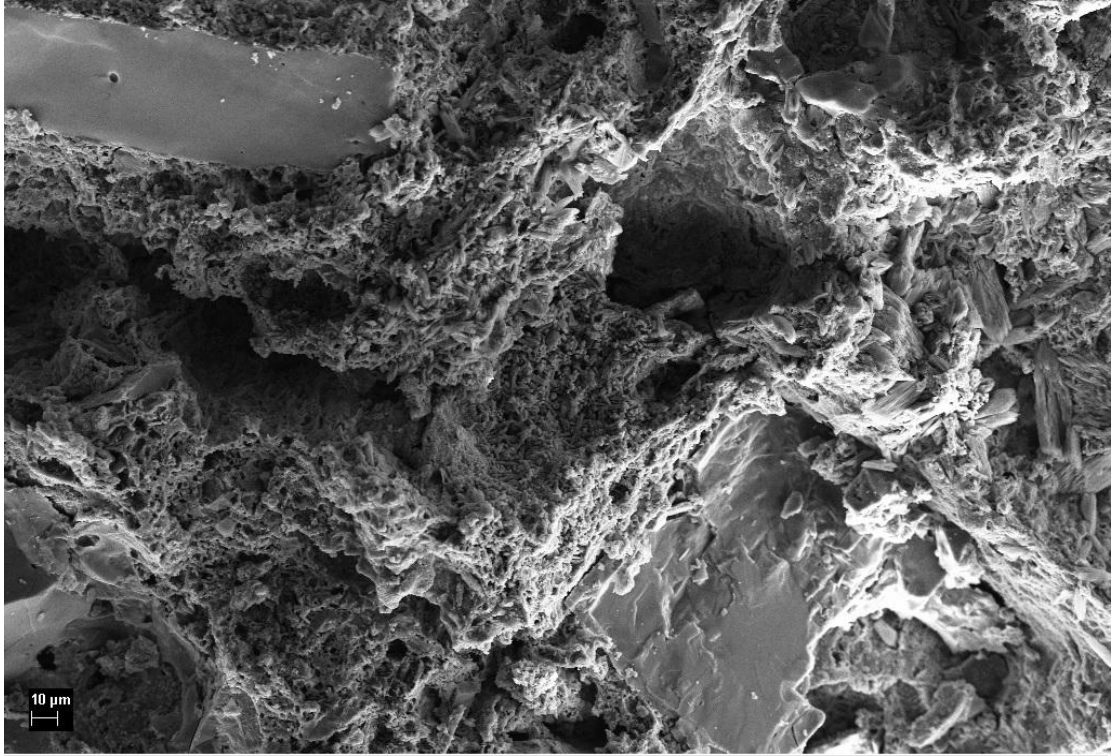
Şekil 3. 105. CZR-13 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



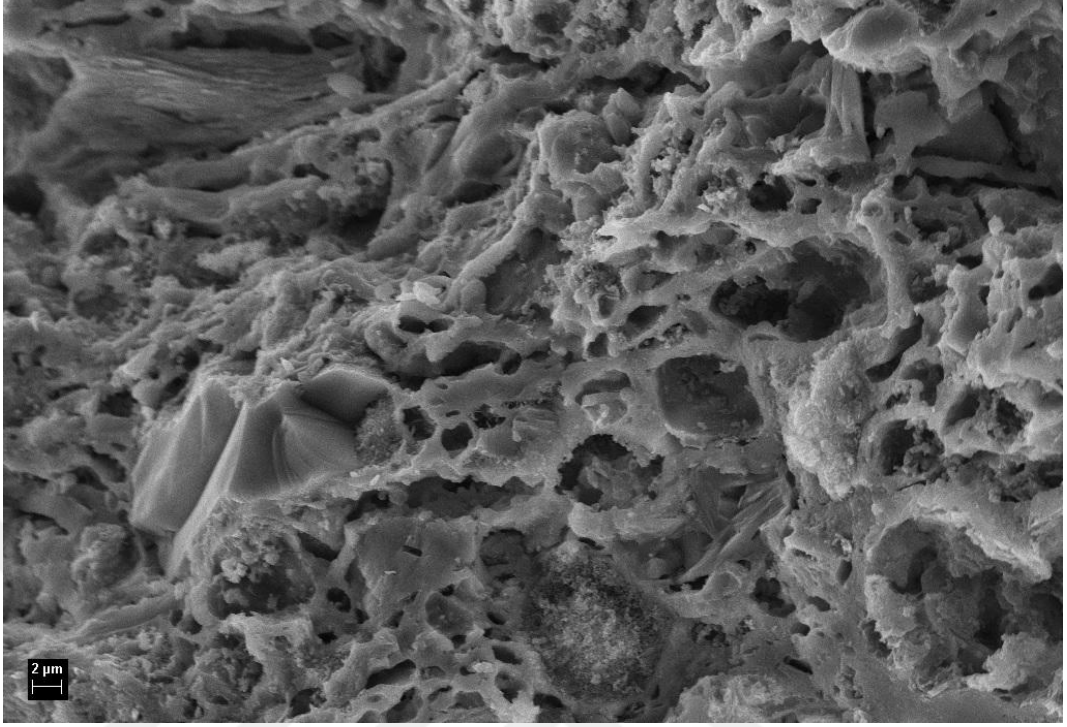
Şekil 3. 106. CZR-14 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



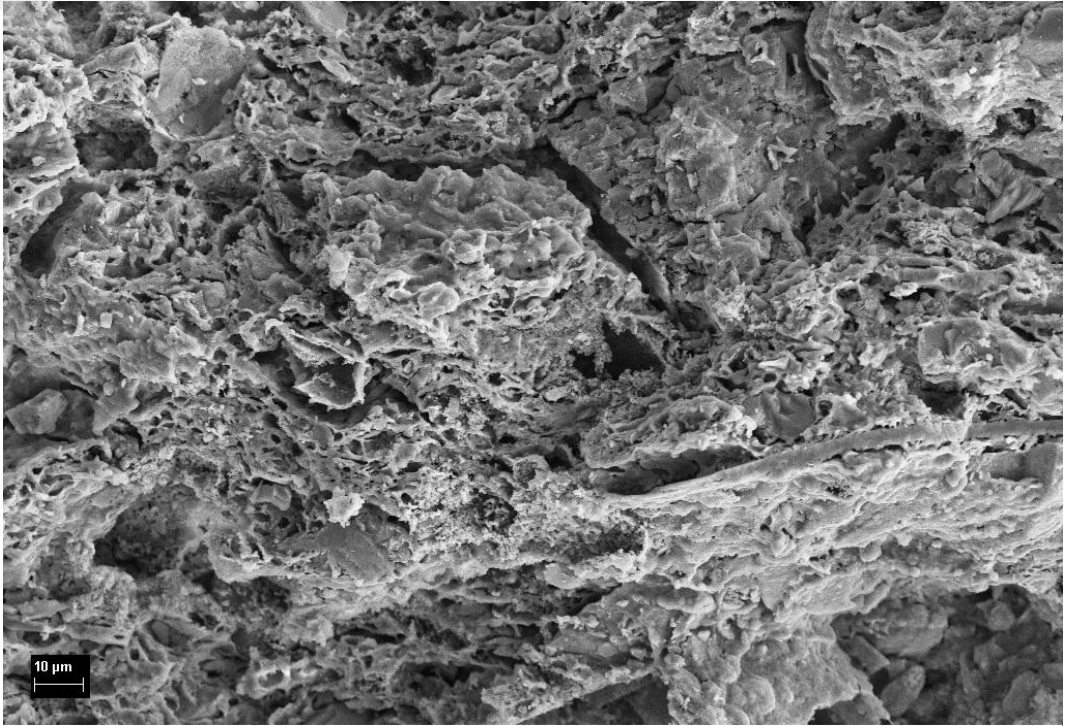
Şekil 3. 107. CZR-15 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



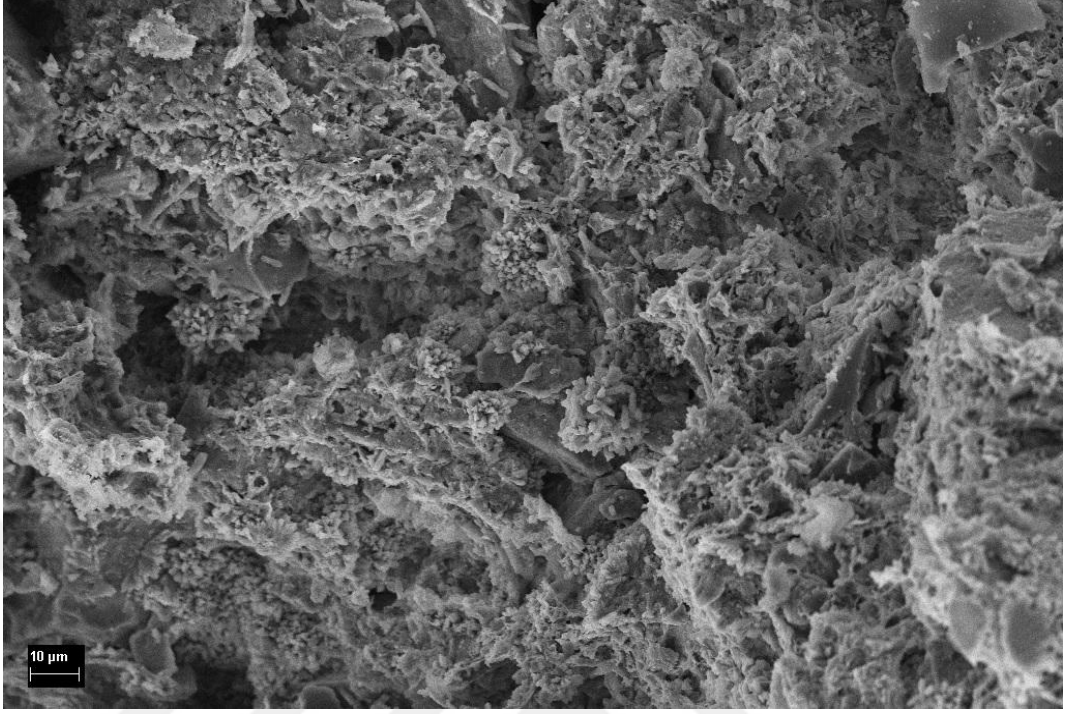
Şekil 3. 108. CZR-16 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



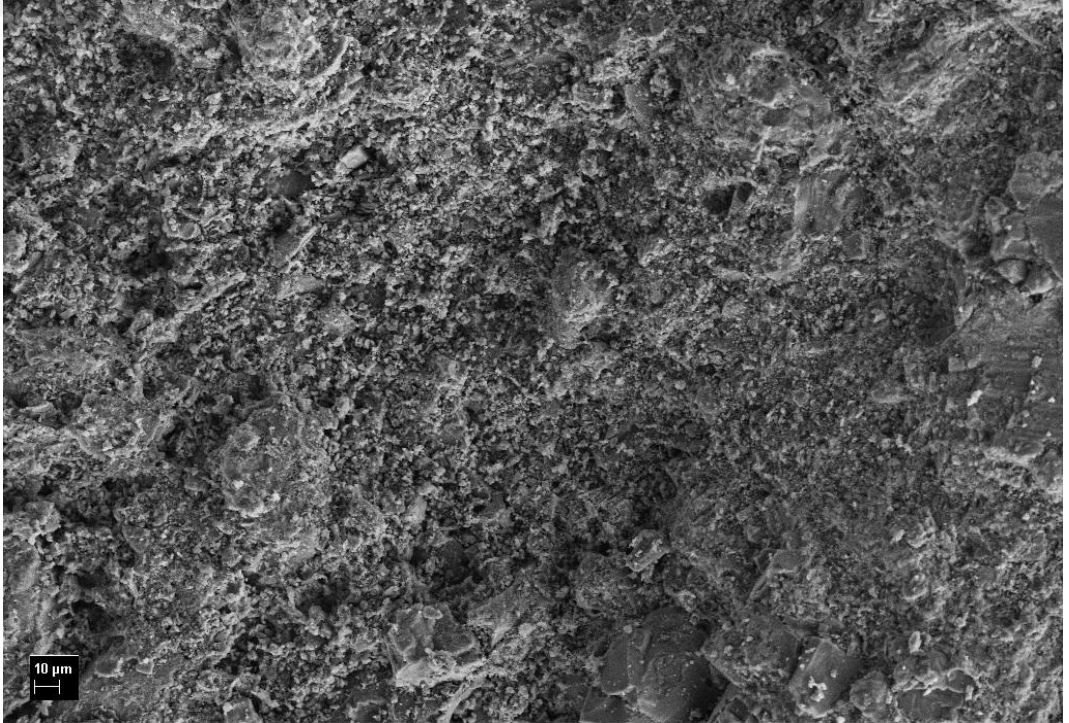
Şekil 3. 109. CZR-17 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



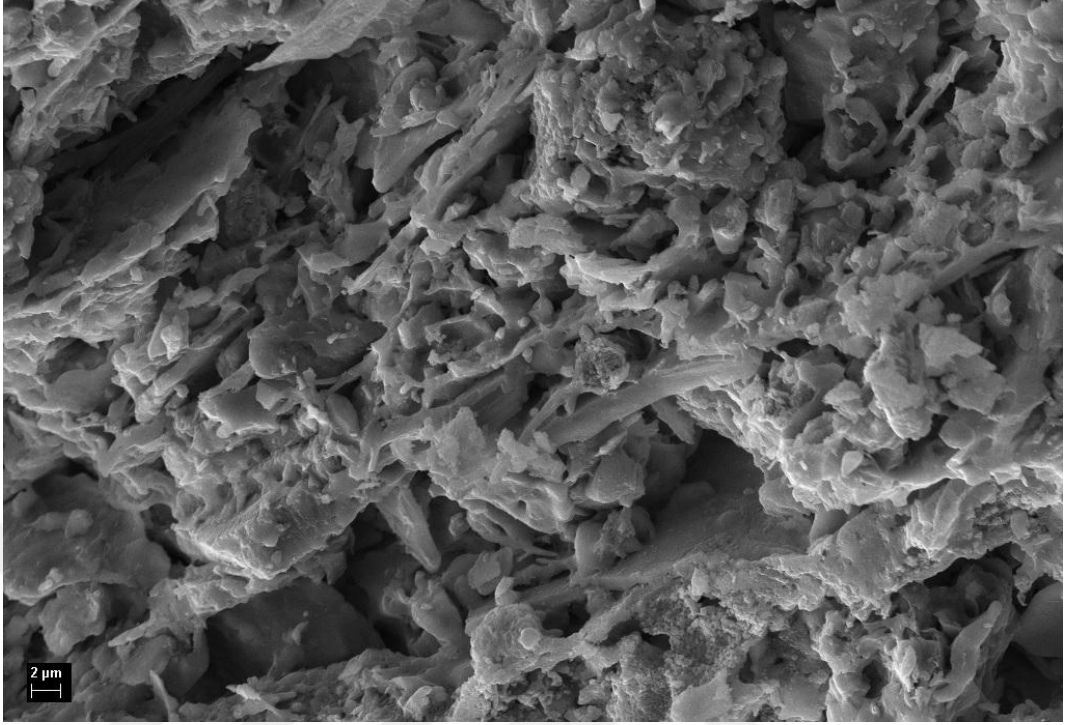
Şekil 3. 110. CZR-18 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



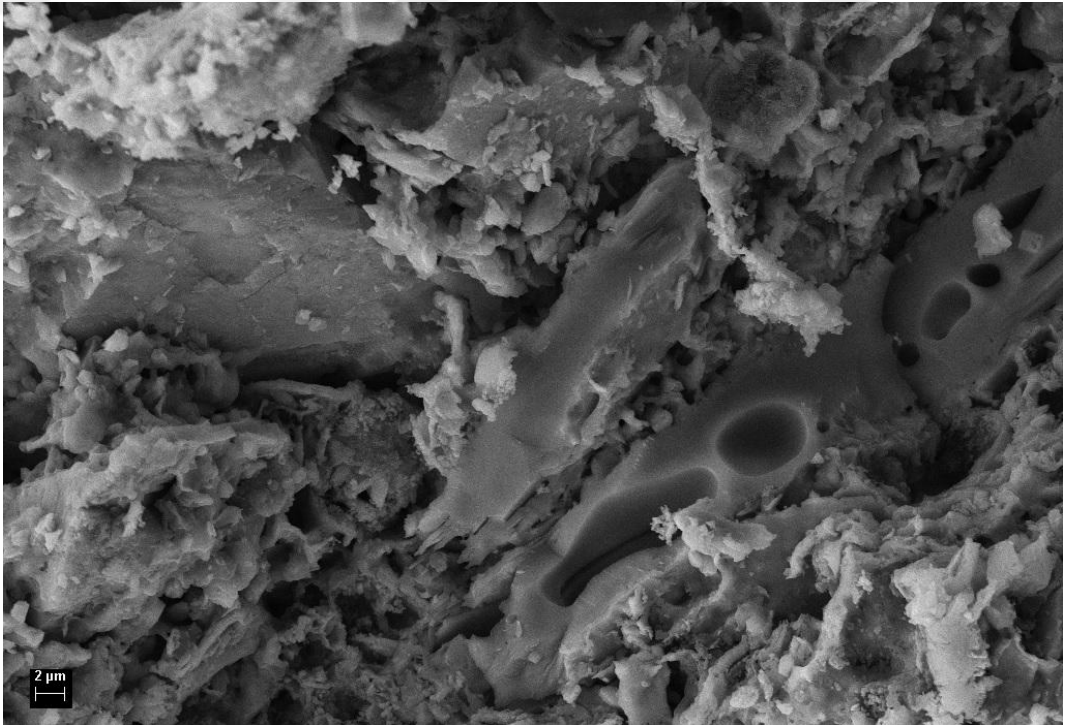
Şekil 3. 111. CZR-19 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



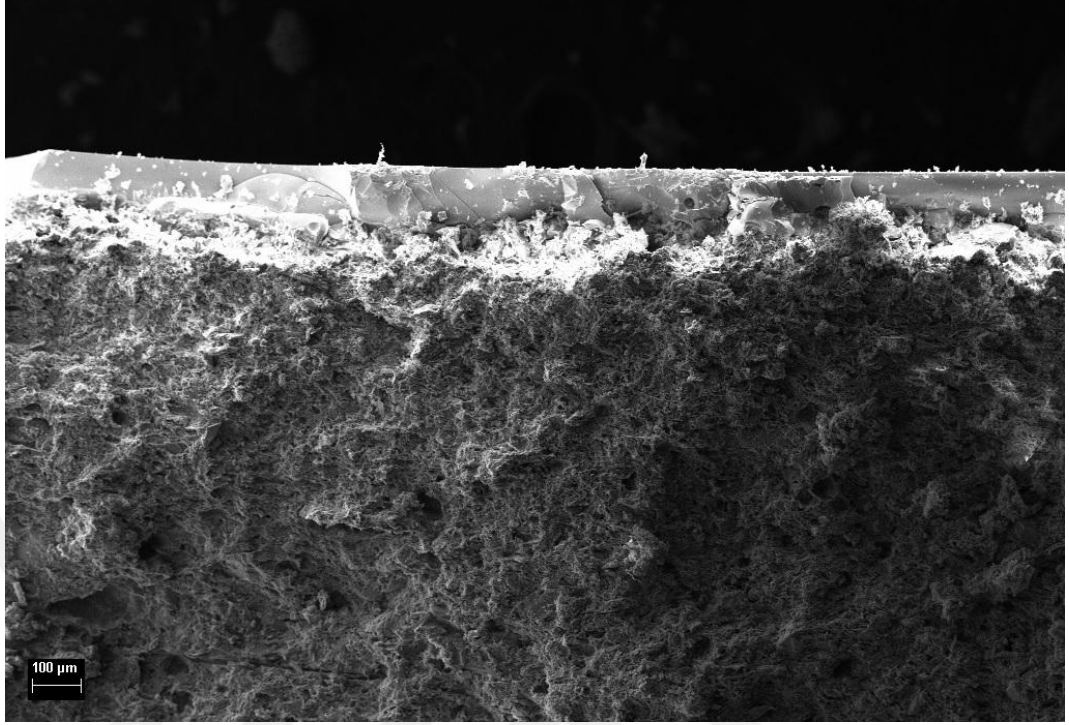
Şekil 3. 112. CZR-20 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



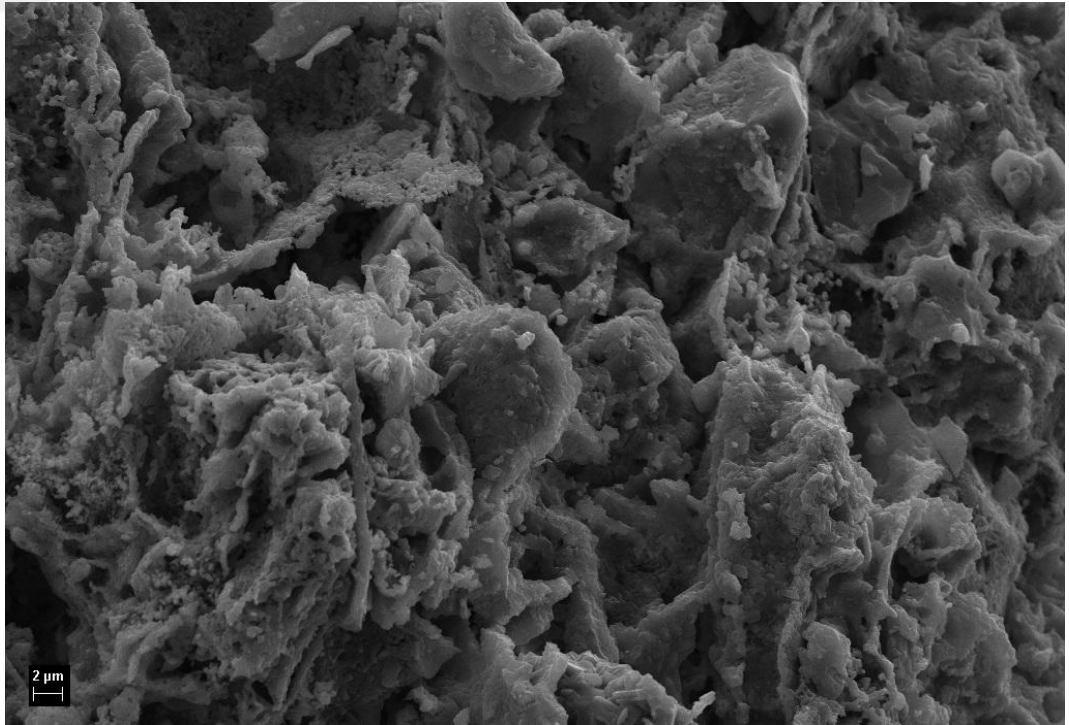
Şekil 3. 113. CZR-21 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



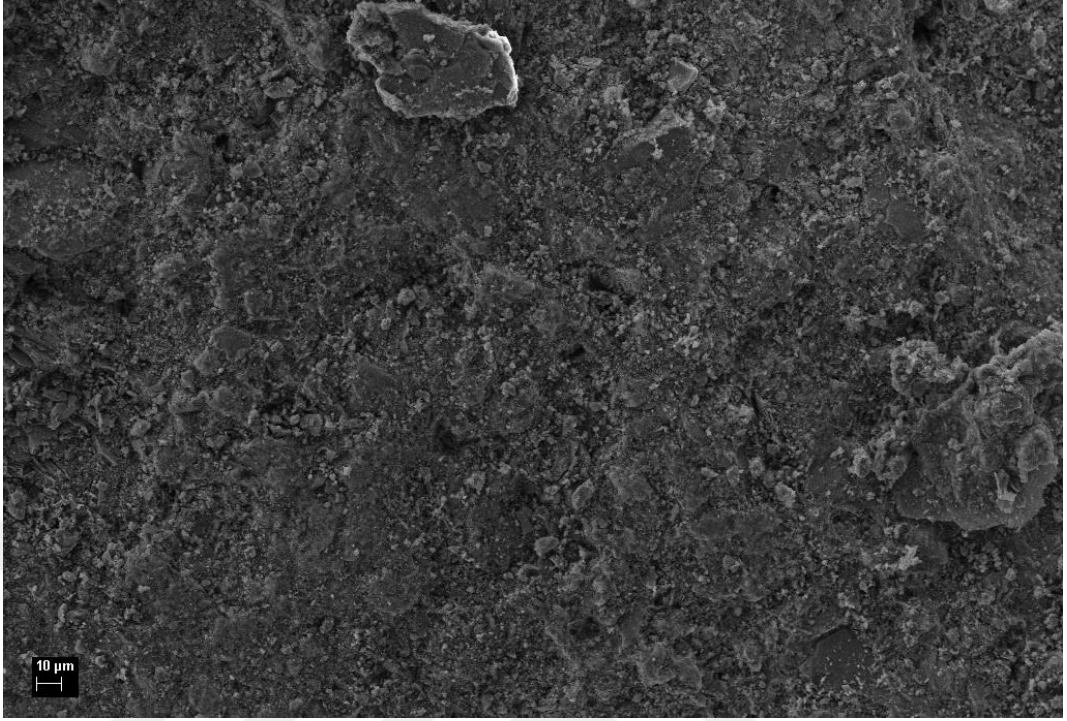
Şekil 3. 114. CZR-22 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



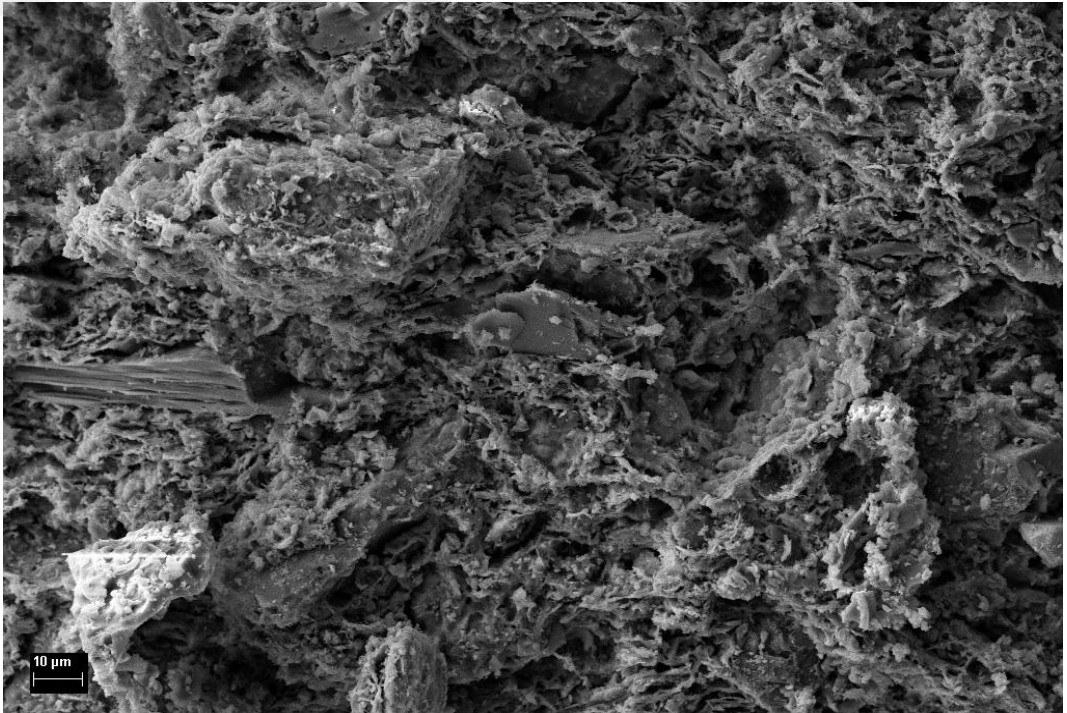
Şekil 3. 115. CZR-22 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



Şekil 3. 116. CZR-23 kodlu örneğe ait 2 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



Şekil 3. 117. CZR-24 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



Şekil 3. 118. CZR-25 kodlu örneğe ait 10 mikron ölçekli SEM görüntüsü.



Şekil 3. 119. CZR-25 kodlu örneğe ait 100 mikron ölçekli SEM görüntüsü.

4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar

Cizre Kalesinde (Şırnak, Cizre) ele geçen ve 12.-14. yüzyıllara tarihlenen 25 adet temsili sırlı seramik numunesinin arkeometrik incelemesi sonucunda örneklerin genel olarak benzer hammaddeler ile üretildikleri ortaya konulmuştur. Çoğu örnek için portatif XRF ile belirlenen yüksek CaO ihtivası seramik çamurunda karbonatlı hammadde kullanıldığını göstermiştir. Yalnızca iki adet örnekte (CZR-19 ve CZR-21) görülen nispeten daha düşük seviyedeki CaO miktarı bu seramiklerin diğerlerinden başlangıç hammaddesi bakımından farklı olduğuna işaret etmiştir. Diğer taraftan, CZR-10 ve CZR-19 kodlu numunelerde belirlenen yüksek SiO₂ içeriği bu seramiklerin hammadde içeriği bakımından silika esaslı olduğunu göstermiş ve bu iki seramiği diğer örneklerden ayırmıştır.

Seramikler için yapılan portatif XRF analizi örneklerin hem hamur içeriğini hem de bazı temsili örnekler için sırlardaki etken elementleri ortaya çıkarmıştır. Seramik hamurlarında belirlenen Sr ve Zr elementleri dikkate alınarak yapılan değerlendirmede üç adet örneğin denizsel, dokuz adet örneğin karasal kalan diğerlerinin ise hem karasal hem de denizsel hammadde kullanılarak üretildiğine işaret etmiştir. Sırlı yüzeyler için yapılan p-XRF analizinde (Alloy modunda) seramiklerdeki yeşil rengin oluşumunda bakır, mavi rengin oluşumunda kobalt, sarı/kahve/zeytin yeşili tonlarının oluşumunda ise demir içeriğinin etken olduğu, ayrıca sırların genel olarak yüksek kurşun içerdiği saptanmıştır.

XRD analizi ile yapılan mineralojik analizde seramiklerin kimyasal kompozisyonlarına paralel sonuçlar elde edilmiştir. Buna göre, seramik hamurlarında kuvars ve feldspat/plajiyoklaz içeriği saptanırken çoğu örnekte yüksek sıcaklık mineralleri belirlenmiştir. Ortaya çıkan mineralojik içeriklere göre seramiklerin 700-950°C'de pişirildikleri ve genel olarak çoğu örneğin ortalama 900°C sıcaklığa maruz kaldığı ortaya konulmuştur. Kimyasal kompozisyon açısından numune setinden ayrılan CZR-10, CZR-19 ve CZR-21 kodlu örnekler mineral/faz içeriği bakımından da farklılık göstermiştir. Dolayısıyla, bu seramiklerin üretim teknolojisi bakımından diğerleri ile benzerlik göstermediği saptanmıştır. Genel olarak kalkerli hammadde içerdiği belirlenen seramiklerin pişirim sıcaklık aralıkları dikkate alındığında, p-XRF ile belirlenen kurşunun sırn

olgunlaşma sıcaklığını aşağı çekmek ve aynı zamanda daha canlı renkler elde etmek amacıyla tercih edilmiş olabileceğini akla getirmiştir.

Seramiklerin mineral içeriklerinin incelendiği bir diğer teknik olan petrografi analizinde çini hammaddelerinin genel olarak orta boyutta, yer yer daha iri ve daha ince boyutta agregalardan oluştuğu, başlangıç hammaddelerinin genel olarak andezit, kum taşı ve killi kireçtaşı kökenli olduğu, az sayıda örneğin ise bazalt kayaç esaslı minerallerden oluştuğu saptanmıştır. XRD ve p-XRF analiz sonuçlarına göre numune seti içerisinde farklılık gösterdiği belirlenen CZR-10, CZR-19 ve CZR-21 kodlu örnekler için bir değerlendirme yapıldığında; CZR-10 ve CZR-19 kodlu seramiklerin petrografi analizinde farklı bir grup oluşturması bu numunelerin yerel üretim olmama ihtimalini arttırmıştır. Fakat kayaç kökeni bakımından diğer bazı örneklerle paralellik göstermesi bu iki seramik için bölgeden benzer hammaddelerin temin edilmiş olabileceğini de akla getirmiştir. Diğer bir olasılık ise bu çinilerin başka bir üretim noktasından gelmiş olabileceğidir.

Çalışma kapsamında uygulanan FTIR ve TG-DTA analizleri ile seramiklerin mineralojik içerikleri teyit edilmiştir. FTIR analizinde kuvars, kil, feldspat/plajiyoklaz, demir mineralleri ve yüksek sıcaklık mineralleri (piroksenler ve gehlenit) karakteristik bant değerleri ile belirlenmiştir. FTIR spektrumlarının XRD paternleri ile genel olarak uyumlu bir şekilde sonuç verdiği gözlemlenmiştir. Seramiklerdeki kalsit içeriği de (birincil veya ikincil olarak) ortaya konulmuştur. Seramiklerin pişirim sıcaklık aralıkları ve kalsitin birincil/ikincil olma durumları hakkında TG-DTA analizi ile de detaylı bilgiler elde edilmiştir. Özellikle 950-1000°C'den sonra ihmal edilebilir düzeyde gözlemlenen ağırlık kayıpları (ve endotermik-ekzotermik reaksiyonlar) seramiklerin 1000°C'yi aşmayan sıcaklık aralıklarında pişirildiklerine işaret etmiştir.

Son olarak, seramiklerin mikro yapısal ve mikro kimyasal özelliklerinin incelendiği SEM-EDX analizinde seramik hamurları ve bazı temsili örnekleri için ise yüzeydeki sır tabakaları karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçların genel anlamda p-XRF ile uyumlu olduğu görülmüştür. Az sayıdaki örnekte p-XRF ile belirlenen bazı içeriklerin EDX analizinde nispeten daha düşük seviyede çıkması ve/veya tespit edilmemesi gibi durumlar

bu iki analiz tekniğinin uygulama ve çalışma prensibine bağlı olarak bu örnekler için değişken sonuçlar verebileceğine işaret etmiştir. Bu noktadaki diğer bir husus ise p-XRF analizinde toz numune kullanılırken, SEM-EDX analizinde bulk numune kullanılmasıdır (oksit/minerallerin homojen/heterojen dağılımı). SEM görüntülerinde vitrifikasyon davranışının zayıf olması XRD ile belirlenen pişirim sıcaklık aralıklarını teyit edici nitelikte olmuştur.

Yapılan bu çalışma ile Cizre Kalesi'nde ele geçen ve 12.-14. yüzyıllara tarihlenen temsili Sırlı Seramik örnekleri için kapsamlı bir arkeometrik veri tabanı oluşturulmuştur. Bu bağlamda, gerek bölgesel gerek yerel olarak kısıtlı sayıda bulunan arkeometrik çalışmalara ve literatüre önemli bir katkı sağlandığı öngörülmektedir.

4.2. Öneriler

- * Yapılan çalışmada seramikler için elde edilen kapsamlı arkeometrik verilere ek olarak bölgeden temin edilecek kil/hammadde örneklerinin de incelenmesi ile provenans çalışması yapılması üretim menşesinin tespit edilmesi bakımından faydalı olacaktır.
- * Bölgede ve/veya yakın çevrede ele geçen diğer (aynı veya farklı döneme ait) seramik buluntular için yapılacak detaylı arkeometrik çalışmalar bu tip buluntular arasında karşılaştırma yapılabilmesi açısından faydalı olacaktır.
- * Mevcut çalışmada toz örnekler için kullanılan taşınabilir XRF cihazı ile elde edilen sonuçların parça numuneler için uygulanan EDX analizi sonuçları ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir (bakınız Ek-4). Son yıllarda güvenilirliği artan taşınabilir XRF cihazlarının seramik ve diğer pişmiş toprak buluntularının karakterize edilmesinde faydalı olacağı öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

- Akyol, A.A., Aydın, M., 2016, "Archaeometric Analysis of Ceramic Finds from Olba Excavations," *Seleucia*, vol. 6, pp. 413-431.
- Arcasoy, A., 1983, *Seramik Teknolojisi*, Marmara Ün. Yayınları, İstanbul.
- Arseven, C.E., 1965, *Sanat Ansiklopedisi*, İstanbul :MEB Yay.
- Bahçeli, S., Güleç, Gamze., Erdoğan, H., Söğüt, B., 2016, Micro-Raman and FT-IR spectroscopic studies of ceramic shards excavated from ancient Stratonikeia city at Eskihisar village in West-Sout Turkey, *Journal of Molecular Structure* (1106) 316-321.
- Bakırer, Ö., 2009, "Çanak-Çömlek Ve Seramik Yapım Tekniklerine Genel Bakış", *Seramik ve Arkeometrik Çalışmalar*, Prof. Dr. Ufuk Esin Anısına, 7-9 Mayıs 2009, Ankara, s.21-32.
- Barone, G., Crupi, V., Longo, F., Majolino, D., Mazzoleni, P. , Tanasi, D. ve Venuti, V., 2011, FT-IR spectroscopic analysis to study the firing process of prehistoric ceramics, *Journal of Molecular Structure* 993, s. 147-150.
- Bayazit, M., Isik, I., Issi, A., Genc, E., 2014, Spectroscopic and thermal techniques for the characterization of the first millennium AD potteries from Kuriki-Turkey, *Ceramics International*, 14769-14779.
- Bengisu, M., 2006, *Seramik bilimi ve mühendisliği*, Ankara: Nobel Yay.
- BİMTAŞ Mimari ve Kültürel Miras Bölümü, Proje Ekibi, 2014, Cizre İç Kalesi'nin Tarihi Süreçteki Yeri ve Önemi (1), Cizre Kaymakamlığı Kültür Yayınları, Ed. Metin Eriş, Seçil Ofset, İstanbul.
- Burdeyniy, M.A., 2005, *İskusstvo keramiki*, Moskva Profizdat.
- Casasola, R., Rincón, J.Ma., Romero, M., 2012 Glassceramics glazes for ceramic tiles-a review, *Journal of Material Science*, 47, 553-582; doi: 10.1007/s10853-011-5981-y.
- Cizre Kalesi Kazısı proje arşivi.
- Clark, G., Leach, B.F., and O'Conner, S., 2008, *Islands of inquiry: Colonization, Seafaring, and the Archaeology of Maritime Lanscape papers in honor of Atholl Anderson* (Ed), Terra Australia, Australian National University press, 435-45.

- Costa, G.T., Correia, M.M., Reis, L., Santos, S., Machado, J., Bueno, L., Müller, I., 2017, Spectroscopic Characterization of Recently Excavated Archaeological Potsherds of Taquara, *Journal of Archaeological Science* (12) 561-568.
- Cultrone, G., Rodriguez-Navarro, C., Sebastian, E., Cazalla, O., De La Torre, M.J., 2001, Carbonate and silicate phase reactions during ceramic firing, *Eur. J. Miner.*, 13, 621-634.
- Çalışkan Kılıç, N., Kılıç, S., Çalışkan Akgül, H., 2017, “An archaeometric study of provenance and firing technology of Halaf pottery from Tilkitepe (eastern Turkey), *Mediterranean Archaeology and Archaeometry*, vol. 17, no. 2, pp. 35-48.
- De Benedetto, G.E, Laviano, R., Sabbatini, L. ve Zambonin, P.G., 2002, Infrared spectroscopy in the mineralogical characterization of ancient pottery, *Journal of Cultural Heritage* (3), 177-186.
- Drebushchak, V.A., Mylnikova, L.N., Drebushchak, T.N. and Boldyrev, V.V., 2005, The investigations of Ancient pottery, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* (82), 617–626.
- Dubrawski, J. V., Warne, S. St. J., 1988, Differential Scanning Calorimetry of Minerals of the Dolomite-Ferroan-Dolomite-Ankerite Series in Flowing Carbon Dioxide, *Mineralogical Magazine*, 52 : 627-635.
- Eczacıbaşı Sanat Ansiklopedisi., 1997, İstanbul: Yem Yayınları, 1634-1635. III.Cilt.
- Edreira, M.C., Feliu, M.J., Fernández-Lorenzo, C. ve Martin, J., 2001, Roman wall paintings characterization from Cripta del Museo and Alcazaba in Mérida (Spain): chromatic, energy dispersive X-ray fluorescence spectroscopic, X-ray diffraction and Fourier transform infrared spectroscopic analysis, *Analytica Chimica Acta* (434), 331–345.
- Ellid, M.S., Murayed, Y.S., Zoto, M.S., Music, S., Popovi, S., 2003, Chemical reduction of hematite with starch, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, Vol. 258, No. 2, 299-305.
- Er, M.B., 2011, Mineralogy And Production Technology Of Değirmentepe (Malatya) Pottery, Master’s Thesis, Middle East Technical University, Ankara.
- Erdoğan, N., Alp, M., Kozbe, G., 2014, Cizire İç kale 2013 Yılı Kazıları Müze Çalışmaları ve Kurtarma Kazıları Sempozyumu Mardin.

- Fabbri, B., Gualtieri, S., Shoal, S., 2014., The presence of calcite in archeological ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 34, 1899-1911.
- Farmer, V.C., 1974, *Infrared Spectra of Minerals*, Ed. Mineralogical Society, London, 539 p.
- Faust, G.T., 1953, Huntite, $Mg_3Ca(CO_3)_4$, a New Mineral, *American Mineralogist*, 38: 4–24.
- Ferreira, L.F.V., Machado, I.F., Ferrariaa, A.M., Colomban, P., 2013, “*Portuguese tin-glazed earthenware from the 16th century: Aspects of spectroscopic characterization of pigments, glazes and pastes*” , *Applied Surface Science*, Volume 285, Part B, 15 November, Pages 144-152.
- Freestone, I.C., Leslie, K.A., Thirlwall, M. and Gorin-Rosen, Y., 2003, “Strontium Isotopes in the Investigation of Early Glass Production: Byzantine and Early Islamic Glass from the Near East,” *Archaeometry*, vol. 45, no. 1, pp. 19-32.
- Gadsden, J.A., 1975, *Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds*, Butter worth & Co Publishers, London, 277 p.
- Germinario, C., Cultone, G., De Bonis, A., Izzo, F., Langella, A., Mercurio, M., Morra, V., Santoriello, A., Siano, S., Grifa, C., 2018, The Combined Use Of Spectroscopic techniques For the Characterisation Of Late roman common wares from benevento (Italy), *Measurement* (114) 515-525
- Gill, M.S., Rehren T., 2011 “*Material Characterization of Ceramic Tile Mosaic From Two 17th-Century Islamic Monuments In Northern INDIA*”, *Archaeometry* 53, 1 22–36.
- Hamadi, A. ve Nabih, K., 2012, Alkali Activation of Oil Shale Ash Based Ceramics, *E-Journal of Chemistry*, 9 (3), 1373-1388.
- Henderson, J., 2000, *Techniques of Scientific Analysis, The Science and Archaeology of Materials*, Taylor&Francis Group, Glasgow, Great Britain, 8-21.
- Iglesias, J.E., Ocaña, M., Serna, C.J., 1990, *Appl. Spectr.*, (44), 418.
- Iglesias, J.E., Serna, C.J., 1985, *Miner. Petrogr. Acta*, 29A, 363.
- Issi, A., 2012, “Estimation of ancient firing technique by the characterization of semi-fused Hellenistic potsherds from Harabebezikan/Turkey”, *Ceramics International*, Vol.38, Issue 3, 2375-2380.

- Kılıç, A., 2003, Doğal Seramik Hammaddelerden Porselen Diş Yapımı Ve Metal Seramik Arayüzey Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Kozbe, G., 2014, The Excavations in the Citadel of Cizre Castle (Bir- ca Belek), (ed.) Rolf A. Stucky, Oskar Kaelin, Hans-Peter Mathys, Proceedings of the 9th International Congress on the Archaeology of the Ancient Near East, University of Basel, (baskıda).
- Kozbe, G ve Güngör, A., (baskıda), Cezire Bölgesinin Muhkem Kalesi: Cizre, Selçuklu Kaleleri ve Savunma Yapıları Sempozyumu, 20-22 Kasım, 2015, Sinop.
- Kozbe, G., Gök S., 2015, Cizre Kalesi Orta Çağ Barbutin Ve Kalıba Baskı Bezemeli Sırsız Seramikleri, XI. Akademi Uluslararası Orta Çağ Ve Modern Akdeniz Dünyası Seramik Kongresi Bildirileri, 19-24 Ekim 2015, Antalya, Cilt 1.
- Krapukaityte, A., Tautkus, S., Kareiva, A., Zalieckiene, E., 2008, Thermal Analysis – A powerful tool for the characterization of pottery, *Chemija*, 19 (2): 4-8.
- Kurap, G., Akyuz, S., Akyuz, T., Basaran, S. ve Cakan, B., 2010, FT-IR spectroscopic study of terra-cotta sarcophagi recently excavated in Ainos (Enes) Turkey, *Journal of Molecular Structure (976)*, 161-167.
- Lahlil, S., Li, W., Xu, J.M., 2013, Crack Patterns Morphology of Ancient Chinese Wares, The Old Potter's Almanack, Volume Eighteen, number One: June. ISSN 0965-7479.
- Loehman, R.E., 1993, Characterization of Ceramics, Butterworth-Heinemann, Reed-Elsevier Inc, 312p.
- Madejova, J., Komadel, P., 2001, Clays and Clay Minerals (49), 410.
- Marvelaki-Kalaitzaki, P. ve Kallithrakas-Kontos, N., 2003, Pigment and terra cotta analyses of Hellenistic figurines in Crete, *Analytica Chimica Acta (497)*, 209-225.
- Maritan, L., Nodari, L., Mazzoli, C., Milano, A., Russo, U., 2006, Influence of firing conditions on ceramic products: Experimental study on clay rich in organic matter, *Applied Clay Science (31)*, 1–15.
- Mazzocchin, G.A., Agnoli, F. ve Colpo, I., 2003, Investigation of roman age pigments found on pottery fragments, *Analytica Chimica Acta (478)*, 147–161.
- Meyvel, S., Sathya, P., Velraj, G., 2012, Thermal characterization of archaeological pot sherds recently excavated in Nedunkur, Tamilnadu, India, *Cerâmica (58)*, 338-341.

- Nakamoto, K., 1970, *Infrared Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, 2nd edition, Wiley-Interscience, London
- Ökse, T.A., 1999, “*Önasya Arkeolojisi Seramik Terimleri*”, İstanbul: Arkeoloji ve Sanat Yay.
- Palanivel, R. and Kumar, U.R., 2011, Thermal and Spectroscopic Analysis of Ancient Potteries, *Rom. Journ. Phys.*, Vol. 56, Nos. 1–2, P. 195–208, Bucharest.
- Perez-Arantegui, J., Resano, M., Garc'ia-Ruiz, E., Vanhaecke, F., Roldan, C., Ferrero, J., Coll, J., 2008, Characterization of cobalt pigments found in traditional Valencian ceramics by means of laser ablation-inductively coupled plasma mass spectrometry and portable X-ray fluorescence spectrometry, *Talanta* 74, 1271-1280.
- Ravisankar, R., Kiruba, S., Naseerutheen, A., Chandrasekaran, A., Annamalai, G.R., Seran, M. ve Balaji, P.D., 2011, Estimation of the firing temperature of archeological pottery excavated from Thiruverkadu, Tamilnadu, India by FT-IR spectroscopy, *Archives of Physics Research*, 2(4):108-114.
- Reben, M., Kosmal, M., Pałczyńska N., Pichniarczyk, P., 2016, Waste immobilization and environmental sustainability in glass-ceramics glazes development, *E3S Web of Conferences* 10, 00071, SEED 2016, DOI: 10.1051/ e3sconf/20161000071.
- Rhodes, D., 2015, *Clay and Glazes for the Potter*, Ravenio Books. 248 sayfa.
- Rice, P.M., 1987, *Pottery analysis: A sourcebook*, University of Chicago Press, Chicago.
- Roldan, C., Coll, J., Ferrero, J.L., Juanes, D., 2004, Identification of overglaze and underglaze cobalt decoration of ceramics from Valencia (Spain) by portable EDXRF spectrometry, *X-Ray Spectrom.*, 33, 28-32.
- Rosado, L., Van Pevenage, J., Vandenberghe, P., Canderias, A., Conceição Lopes, M., Tavares, D., Alfenim, R., Schiavon, N., Mirao J., 2018, Multi-analytical study of ceramic pigments application in the study of iron Age decorated pottery from SW Iberia, *Measurement* (118) 262-274.
- Rutstein, M.S. ve White, W.B., 1971, *Am. Mineral.* (56), 877–887.
- Sarıışık, A., Sarıışık, G., Şentürk., 2011 A. Applications of glaze and décor on dimensioned andesites used in construction sector, *Constr. Build. Mater.*, 25 , pp. 3694-3702.
- Scott, D., 1988 *Clays and Glazes in Studio Ceramics*, The Crowood Press, s.112.

- Seramik Tanıtım Komitesi., 2003, İstanbul Toprakla Ateşin Öyküsü, Grup 7 İletişim Hizmetleri, s. 15.
- Sheikhattar, M., Attar, H., Sharafi, S., Carty, W.M., 2016 Influence of surface crystallinity on the surface roughness of different ceramic glazes, *Mater. Charact.*, 118, pp. 570-574.
- Shillito, L.M., Almond, M.J., Wicks, K., Marshall, L.-J.R. ve Matthews, W., 2009, *Spectrochim. Acta A* (72), 120.
- Shoval, S., Gaft, M., Beck, P., Kirsh, Y., 1993, The thermal behavior of limestone and monocrytalline calcite tempers during firing and their use in ancient vessels, *J. Therm. Anal.*, 40, 263-73.
- Şahin, F.,1983, *Seramik sözlüğü*, İstanbul: Anadolu Sanat Yay.
- Şen, G., 2010, *Seramik ve Cam Materyallerin Sanat Objelerinde Birlikte Kullanım Özelliklerinin Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Seramik Anabilim Dalı, Adana.
- Tite, M.S., Kilikoglou, V., Vekinis, G., 2001, *Archaeometry*; 43/3, 301.
- Tite, M.S., 2011, The technology of glazed Islamic ceramics using data collected by the late Alexander Kaczmarczyk, *Archaeometry* 53 (2) 329-339
- Turani, A., 2010, *Sanat Terimleri Sözlüğü*, İstanbul, Remzi Kitapevi,13.Basım.
- Türk Ansiklopedisi., 1964, C XII, Ankara.
- Tüzün, M., 2014, *Cizre Tarihi II. Arkeoloji, Bilim ve Sanat*, İstanbul.
- Uçankuş, Hasan T., 2000, *Bir İnsan ve Uygarlık Bilimi ARKEOLOJİ-* Kültür Bakanlığı Yayınları, 2508.
- Velraj, G., Tamilarasu, S., Ramya, R., 2015, FTIR, XRD and SEM-EDS studies of archaeological pottery samples from recently excavated site *5th International Conference on Perspectives in Vibrational Spectroscopy* , Tamil Nadu İndia, 934-942.
- Yariv, S.H., Mendelovici, E., 1979, *Appl. Spectr.*, 33, 410.
- Yastı Yalçın, Ş., 2011, *Konya Kubad Abad Çinilerinin Arkeometrik Karakterizasyonu ve Benzer Çinilerinin Araştırılması*, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Yokomori, Y., Idaka, I., 1998, *Micropor Mesopor Mater.* (21), 365-370.

EKLER**EK-1**

Çalışmada kullanılan Olympus, Delta Premium marka taşınabilir X ışınları Floresans (P-EDXRF) spektrometresi Geochem modunda taranan elementler;

Geochem**Analysis Elements in Beam 1---40KV**

Primary: V Cr Fe Co Ni Cu Zn Pt W Hg As Se Au

Br Pb Bi Rb U Sr Y Zr Th Nb Mo LE Ag

Cd Sn Sb

Also: Ti Mn

Analysis Elements in Beam 2---10KV

Primary: Mg Al Si P S K Ca Ti Mn

Çalışmada kullanılan Olympus, Delta Premium marka taşınabilir X ışınları Floresans (P-EDXRF) spektrometresi Alloy modunda taranan elementler;

Alloy Plus**Analysis Elements in Beam 1---40KV**

Ti V Cr Mn Fe Co Ni Cu Zn Hf Ta W Re Pt Au Hg

Pb Bi Zr Nb Mo LE Pd Ag Cd Sn Sb

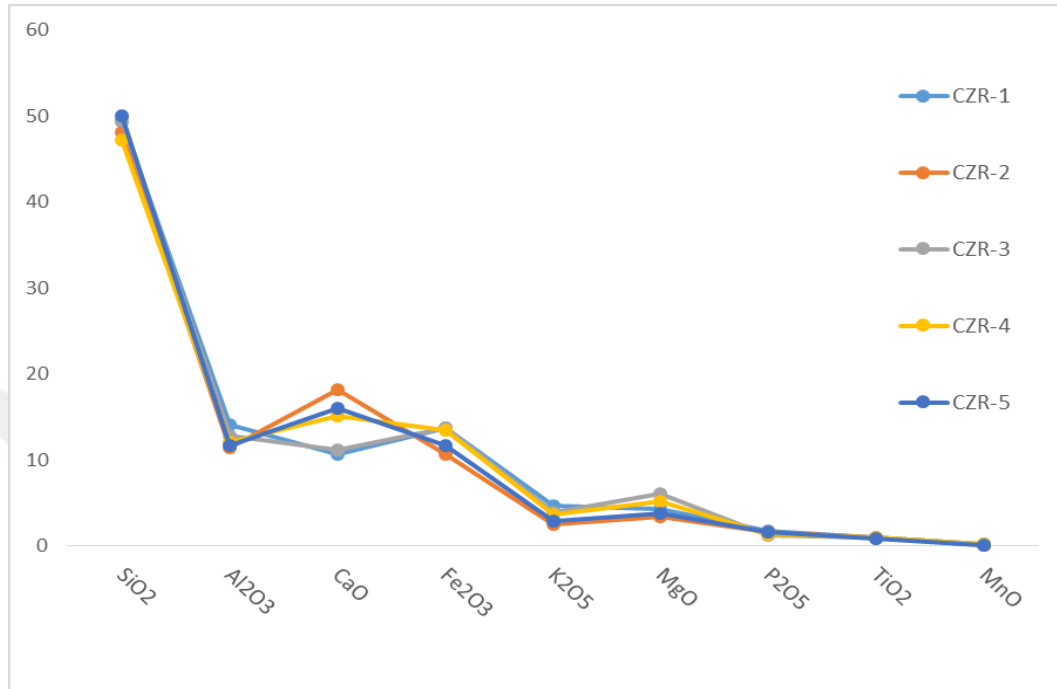
Analysis Elements in Beam 2---13KV

Mg Al Si P S Mo Sn Ti V Cr Mn Fe Co Ni Cu Zn

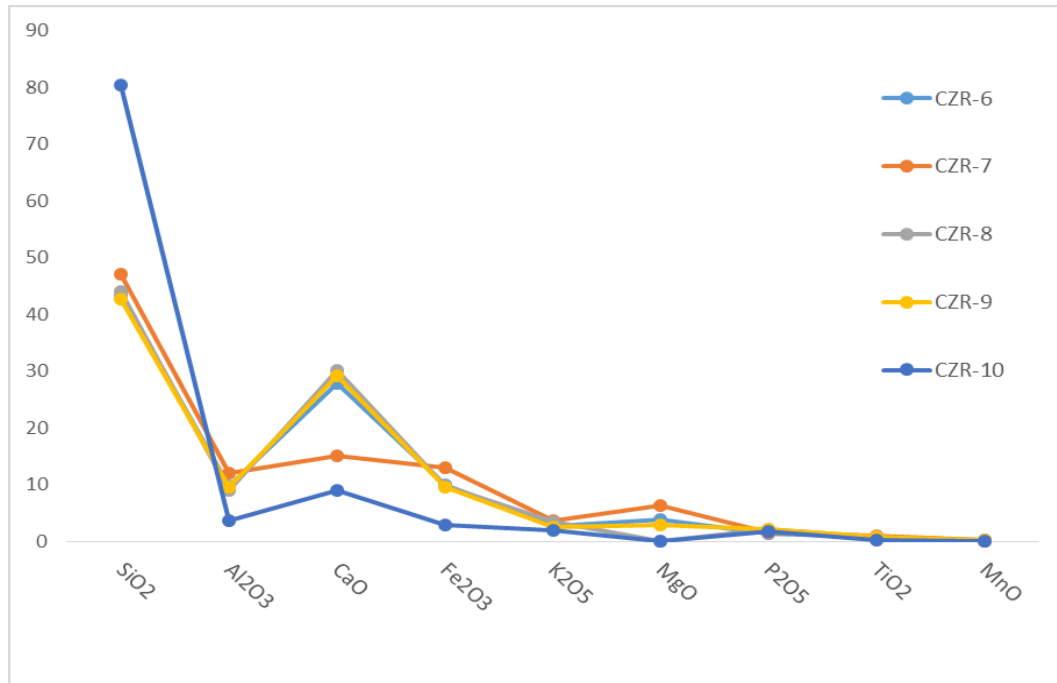
Analysis Elements in Beam 3---8KV

Mg Al Si P S Mo Sn Ti V Cr Mn Fe

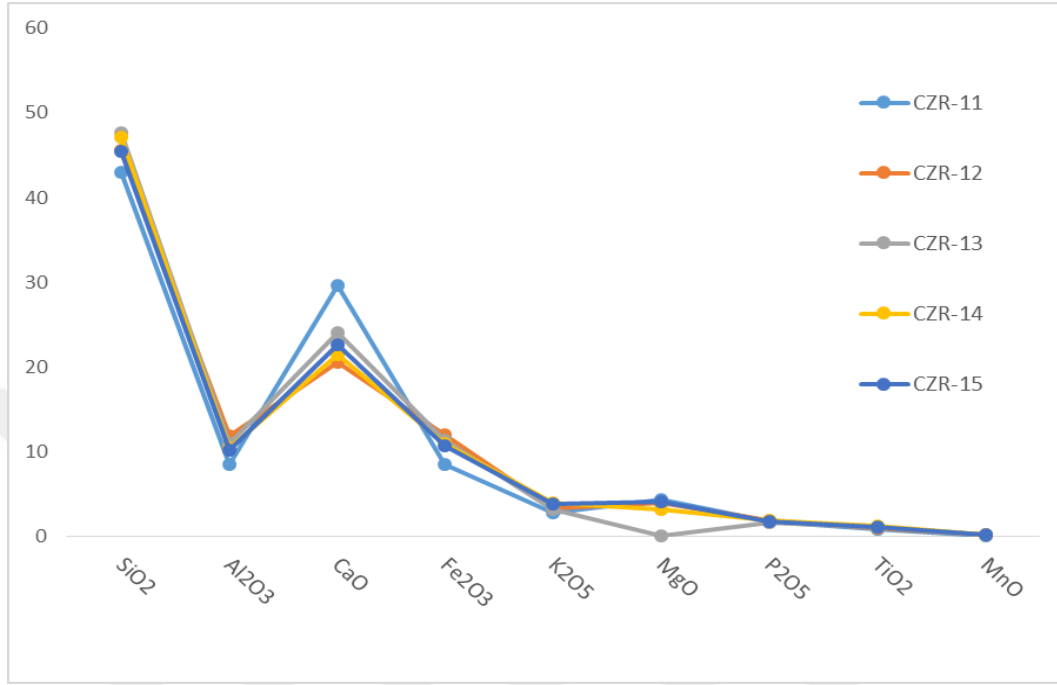
EK-2 Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımı.



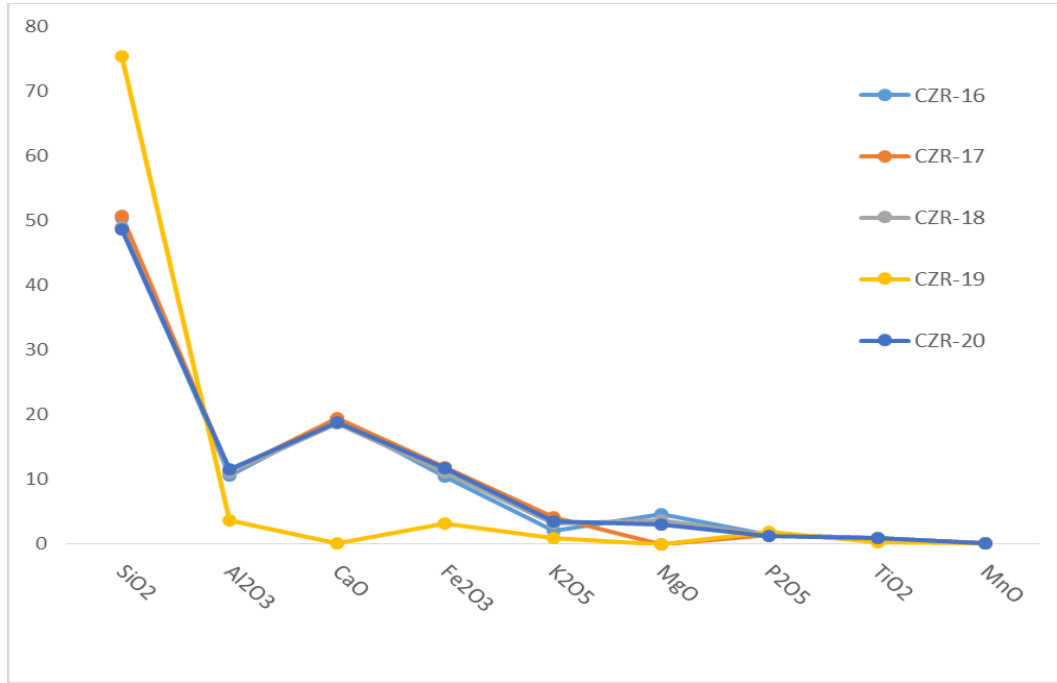
Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımını gösteren grafik (CZR-1 / CZR-5).



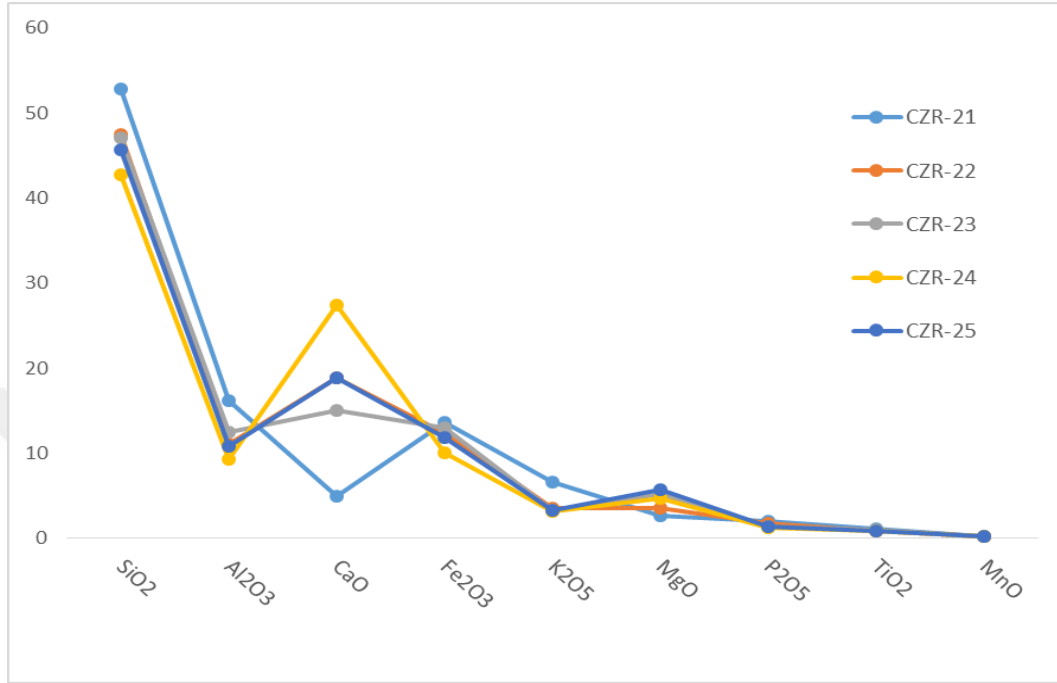
Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımını gösteren grafik (CZR-6 / CZR-10).

EK-2 (devamı)

Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımını gösteren grafik (CZR-11 / CZR-15).



Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımını gösteren grafik (CZR-16 / CZR-20).

EK-2 (devamı)

Portatif XRF analizinde tespit edilen oksit içeriklerinin numunelere göre dağılımını gösteren grafik (CZR-16 / CZR-20).

EK-3 Numunelerin mineral/faz içerikleri (XRD sonuçları).

Numune	Belirlenen Mineral/Faz İçeriği
CZR-1	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-2	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Piroksen
CZR-3	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-4	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-5	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-6	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-7	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-8	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-9	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-10	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz,
CZR-11	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit
CZR-12	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-13	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-14	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-15	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-16	Kuvars, Feldspat, plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Piroksen
CZR-17	Kuvars, Kalsit, Feldspat, plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen Gehlenit
CZR-18	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-19	Kuvars, Kalsit, Plajiyoklaz
CZR-20	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-21	Kuvars, feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit
CZR-22	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit, Piroksen, Gehlenit
CZR-23	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, Piroksen
CZR-24	Kuvars, Kalsit, Feldspat, Plajiyoklaz, İllit/Muskovit, Hematit,
CZR-25	Kuvars, Feldspat, Plajiyoklaz, Hematit, Piroksen

EK-4 Numunelerin SEM ve p-XRF analiz sonuçlarını bir arada gösteren çizelge.

Numune Kodu	Cihaz	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	FeO	MgO	K ₂ O
CZR-1	SEM	51,53	12,10	16,92	11,88	3,76	1,82
	P-XRF	49,47	10,65	14,09	13,71	4,32	4,75
CZR-2	SEM	49,84	18,42	16,25	6,58	7,07	-
	P-XRF	48,20	18,23	11,49	10,66	3,47	2,54
CZR-3	SEM	50,95	13,09	16,88	8,46	7,91	1,46
	P-XRF	49,60	11,18	12,86	13,76	6,10	3,97
CZR-4	SEM	46,37	15,88	15,16	9,12	9,17	1,40
	P-XRF	47,21	15,12	12,11	13,54	5,22	3,70
CZR-5	SEM	53,24	15,02	15,25	8,33	6,43	-
	P-XRF	50,08	16,06	11,76	11,66	3,83	2,89
CZR-6	SEM	33,83	45,49	8,35	7,89	4,44	-
	P-XRF	43,33	27,93	9,71	9,92	3,78	2,63
CZR-7	SEM	42,98	34,68	11,96	4,11	6,27	-
	P-XRF	47,14	15,08	11,93	13,01	6,33	3,68
CZR-8	SEM	43,94	32,02	11,16	6,02	4,53	1,17
	P-XRF	44,13	30,04	8,88	9,65	-	3,49
CZR-9	SEM	42,69	33,21	10,29	8,10	4,39	0,81
	P-XRF	42,68	29,14	9,50	9,51	2,94	2,48
CZR-10	SEM	67,86	11,89	4,71	6,97	4,77	-
	P-XRF	80,41	9,02	3,68	2,90	-	1,86
CZR-11	SEM	43,29	34,10	11,11	5,55	4,35	1,60
	P-XRF	42,98	29,64	8,50	8,50	4,23	2,71
CZR-12	SEM	43,45	28,51	12,91	7,73	5,20	0,70
	P-XRF	45,55	20,50	11,77	11,97	3,95	3,31
CZR-13	SEM	47,86	20,34	14,94	10,07	4,89	0,91
	P-XRF	47,67	24,06	10,90	11,32	-	3,08
CZR-14	SEM	45,64	27,24	12,53	7,78	4,80	1,29
	P-XRF	47,14	21,42	10,36	10,94	3,13	3,86
CZR-15	SEM	47,78	22,82	14,82	6,97	5,01	1,53
	P-XRF	45,49	22,65	10,16	10,61	3,99	3,75
CZR-16	SEM	47,36	24,10	12,87	9,24	4,36	0,63
	P-XRF	50,43	19,36	10,69	10,40	4,65	2,08
CZR-17	SEM	50,84	18,53	13,99	11,62	3,86	1,17
	P-XRF	50,71	19,49	11,19	11,90	-	4,11
CZR-18	SEM	48,19	22,30	13,87	9,16	4,86	0,59
	P-XRF	48,94	18,71	11,11	11,09	3,75	3,14
CZR-19	SEM	65,98	20,93	6,87	-	3,76	0,07
	P-XRF	75,50	0,15	3,64	3,12	-	0,90
CZR-20	SEM	45,19	24,78	12,82	10,51	4,73	0,73
	P-XRF	48,74	18,85	11,62	11,75	3,01	3,54
CZR-21	SEM	55,34	5,52	20,76	10,46	3,90	3,27
	P-XRF	52,84	4,93	16,11	13,66	2,60	6,55
CZR-22	SEM	49,01	22,01	13,75	7,82	5,75	1,13
	P-XRF	47,45	18,91	11,04	12,36	3,55	3,58
CZR-23	SEM	45,17	18,93	12,30	16,27	5,83	0,26
	P-XRF	47,13	15,04	12,41	13,01	5,50	3,28
CZR-24	SEM	47,23	24,58	13,99	6,74	6,36	1,10
	P-XRF	4,68	27,41	9,30	10,01	4,70	3,10
CZR-25	SEM	47,55	21,71	13,00	9,19	7,11	0,95
	P-XRF	45,71	18,88	10,79	11,87	5,69	3,22

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : İzzeddin CAN
Uyruğu : T.C.
Doğum Yeri ve Tarihi : Batman/06.08.1988
Telefon : 0554 828 17 10
Faks :
e-mail : izzeddincan@gmail.com

EĞİTİM

Derece	Adı	İlçe	İl	Bitirme Yılı
Lise	:	Batman Merkez	BATMAN	2005
Üniversite	:	Batman Merkez	BATMAN (Kültür Varlıklarını Koruma ve Onarım)	2015
Yüksek Lisans	:	Batman Merkez	BATMAN (Arkeometri)	2019

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2008	Batman Bölge Hastanesi	Bilgi-İşlem
2011	Türkiye Petrolleri	Elektrik-Elektronik

UZMANLIK ALANI

--Arkeometri, Seramik

YABANCI DİLLER

İngilizce (Başlangıç)

YAYINLAR