

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**DİŞ ve KEMİK ÖRNEKLERİNİN LÜMİNESANS TEKNİKLERDE GERİYE
DÖNÜK (RETROSPEKTİF) DOZİMETRE OLARAK KULLANIMININ
GELİŞTİRİLMESİ**

Ülkü Rabia YÜCE

FİZİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**ANKARA
2010**

Her hakkı saklıdır

ÖZET

Doktora Tezi

DİŞ ve KEMİK ÖRNEKLERİNİN LÜMİNESANS TEKNİKLERDE GERİYE DÖNÜK (RETROSPEKTİF) DOZİMETRE OLARAK KULLANIMININ GELİŞTİRİLMESİ

Ülkü Rabia YÜCE

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Niyazi MERİÇ

Tez çalışmasının ilk kısmında arkeolojik bir mezardan çıkarılan insan kemikleri üzerine yapışmış toprak örneklerinin kızıl ötesi uyarmalı lüminesans (IRSL) tarihlendirme çalışmalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı. Kemik üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihlendirmesi literatürde bilinen bir uygulama değildir. Bu nedenle toprak örneklerinin kemiklerin gömü zamanını verip vermediğinin kontrolü yapıldı. Bunun için toprak örneklerinin IRSL yaşı ile aynı mezardan çıkarılan çanak çömlek örneklerinin IRSL ve Termolüminesans (TL) yaşları karşılaştırıldı. Toprak örnekleri için belirlenen yaştan (2440 ± 170 yıl), hem çanak çömlek örneklerinin yaşları (2375 ± 170 year) hem de arkeolojik tarihçe (hellenistik dönem) ile uyum içinde olduğu görüldü. Sonuç olarak bu tür mezarların IRSL tarihlendirmesinde çanak çömlek örneği bulunamadığı zaman antropolojik kemiklerin üzerine yapışan toprak örnekleri kullanılarak kemiklerin gömü yaşı bulunabilir.

Tezin ikinci kısmında yine arkeolojik bir mezardan çıkarıldıktan sonra sırasıyla hidroklorik asit + hidrojen peroksit, hidrazin ve etilendiamin kimyasalları ile deproteinize edilen antropolojik insan kemikleri ile domuz ve insan dişlerinin optik uyarmalı lüminesans (OSL) tekniğinde tarihlendirme çalışmalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı. Hidroklorik asit + hidrojen peroksit ile deproteinize edilen insan kemiklerinin diş kısımlarından 200 Gy'e kadar lineer ve oda sıcaklığında kararlı IRSL sinyalleri alınabildi. Bu sonuca göre yeterince eski insan kemikleri ışılandıktan sonra hidroklorik asit ve hidrojen peroksit ile deproteinize edildiğinde de yüksek hassasiyette ve oda sıcaklığında kararlı OSL sinyalleri alınabilir ise insan kemiklerinin diş kısımlarının OSL tekniğinde tarihlendirme amaçlı kullanımı ümit vericidir. Aynı zamanda 90 Gy ışılandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik insan diş minesinde mavi uyarma altında işlem görmemiş örneklerle kıyasla 7 kat daha fazla yüksek hassasiyette ve oda sıcaklığında kararlı OSL sinyalleri gözlemlendi. Eğer daha düşük beta dozlarında ışılanan yeterince eski insan diş minesini örnekleri hidrazin ile deproteinize edildiğinde de oda sıcaklığında kararlı ve yüksek hassasiyette OSL sinyalleri alınabilir ise antropolojik diş minesini örneklerinin OSL tekniğinde tarihlendirme amaçlı kullanımı ümit vericidir.

Tezin son kısmında ise hidrazin, etilendiamin ve sodyum hidroksit kimyasalları ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesini örneklerinin OSL tekniğinde in vitro kaza dozimetresi olarak potansiyel kullanımı araştırıldı. Hidrazin ile deproteinize edilen mine örneklerinden 1.53 Gy ve üzerindeki beta dozlarında, sodyum hidroksit ile deproteinize edilen örneklerde 7.5 Gy ve üzerindeki beta dozlarında etilendiamin ile deproteinize edilen örneklerde ise ancak 76 Gy beta dozundan sonraki dozlamalarda yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlemlendi. En etkili deproteinizasyon yöntemi hidrazin olmasına rağmen 90 Gy beta dozlandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edilen mine örneklerinde yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlenmedi. Bu nedenle taze (genç) diş minesini örneklerinin OSL tekniğinde in vitro kaza dozimetresi olarak kullanımının araştırılmasında düşük sıcaklıklarda örnekleri deproteinize edebilecek ancak radyasyonun neden olduğu sinyalleri koruyacak yeni deproteinizasyon yöntemleri ve/veya farklı uyarma ve filtre kombinasyonları denenmelidir.

Mayıs 2010, 96 sayfa

Anahtar Kelimeler: Lüminesans, Geriye dönük dozimetre, Tarihlendirme, Diş, Kemik, OSL, IRSL

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

DEVELOPMENT OF USING TOOTH AND BONE SAMPLES AS RETROSPECTIVE DOSIMETER IN LUMINESCENCE TECHNIQUES

Ülkü Rabia YÜCE
Ankara University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Engineering Physics

Supervisor : Asst. Prof. Dr. Niyazi MERİÇ

In this study, firstly the potential using of the soil samples adhered to surface of human bone taken from a Necropolis for Infrared Stimulated Luminescence (IRSL) dating was investigated. IRSL dating of the soil samples adhered to surface of human bone isn't a conventional application in literature. Therefore, it was controlled whether soil samples indicate the burial time. For this control IRSL age of soil sample was compared with the IRSL and Thermoluminescence (TL) ages of the shreds taken from same necropolis. The IRSL age (2440 ± 170 year) of the soil sample adhered to surface of human bone was found to be compatible with average IRSL and TL ages of the shreds (2375 ± 170 year) and archaeological evidences (Hellenistic period). In conclusion, the soil sample which adhered to surface of human bone can be used in IRSL dating especially when the availability of optically stimulated luminescence (OSL) datable material is limited in a Necropolis.

In the second chapter, it was investigated whether deproteinized anthropological human bone, human teeth and pig teeth taken from a necropolis can be used OSL dating studies. The radiation dose response of anthropological human cortical bone deproteinized with hydrochloric acid and hydrogen peroxide was obtained using IRSL. The IRSL signal show to be linear with a radiation dose until 200 Gy and stable at ambient temperature. However, it is necessary to carry out additional research to investigate whether the deproteinization treatment with hydrochloric acid and hydrogen peroxide preserves the radiation-induced IRSL signal. If the significant increase in sensitivity obtained with human cortical bone irradiated after deproteinization treatment is also obtained on human cortical bone irradiated before deproteinization treatment, a very important result can be obtained for the use of OSL with human cortical bone. It was also observed that hydrazine deproteinization treatment increases the OSL sensitivity of anthropological tooth enamel samples irradiated 90 Gy beta dose about 7 times and also results in a slower fading of the OSL signal compared to untreated tooth enamel irradiated 90 Gy beta dose. If the significant increase in sensitivity obtained with human anthropological tooth enamel irradiated lower beta doses is also obtained, a very important result can be obtained for the use of OSL on anthropological tooth enamel for dating studies.

In the last chapter, the potential using of fresh (young) human tooth enamel as in vitro accident dosimeter subsequently deproteinized by hydrazine, sodium hydroxide and ethylenediamine reagents was investigated for OSL. It were observed that high sensitivity OSL signals at 1.53 Gy and higher beta doses on tooth enamel samples deproteinized by hydrazine, at 7.5 Gy and higher beta doses on tooth enamel samples deproteinized by sodium hydroxide and after 76 Gy on tooth enamel samples deproteinized by ethylenediamine. Although most effective deproteinization method was hydrazine, the significant increase in sensitivity obtained with tooth enamel irradiated after hydrazine deproteinization treatment wasn't obtained on tooth enamel irradiated before deproteinization treatment. Therefore, new deproteinization methods at lower temperatures and/or different stimulation methods and filter combinations which should preserve the signal and its sensitivity to radiation should be investigated.

May 2010, 96 pages

Key Words: Luminescence, Retrospective Dosimeter, Dating, Tooth, Bone, OSL, IRSL

TEŞEKKÜR

Araştırmalarımın her safhasında yardımını ve desteğini esirgemeyen danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Niyazi MERİÇ'e, çalışmalarım esnasında bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım Sayın Prof. Dr. Güneş TANIR, Sayın Prof. Dr. Ali Ulvi YILMAZER, Sayın Prof. Dr. Ayşe ATAÇ, Sayın Prof. Dr. Orhan ATAKOL, Sayın Yrd. Doç. Dr. Fusun YAŞAR ve Sayın Prof. Dr. Sema AKA'ya, çalışmalarım sırasındaki yardımları ve güzel arkadaşlıkları için Fiz.Yük.Müh.Eren ŞAHİNER ve Gül Bayramiye ÖZPEK'e, Ankara Üniversitesi Tarihlendirme Araştırma Laboratuvar'ındaki çalışma arkadaşlarım Dr. Mehmet KOŞAL, Dr. Mehmet Altay ATLIHAN, Fiz Yük. Müh. Çağın GÜNEŞ ve Aylin KARAGÖZ'e, çalışmalarımı gerçekleştirebilmem için imkan tanıyan Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi'ne, manevi destekleri için kardeşlerim Gönül YÜCE ve Gülden YÜCE'ye, son olarakta eğitim hayatım boyunca bana hep destek olarak bugünlere gelmemi sağlayan annem Türkan YÜCE ve babam Nurullah YÜCE'ye teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Bu tez çalışmasının bir kısmı “ OSL ve TL Teknikleri ile İnsan Dişlerinin Retrospektif Dozimetre Olarak Kullanımının ve Tarihlendirilmesinin Geliştirilmesi (108T042 - TUBİTAK)' konulu proje tarafından desteklenmiştir.

Ülkü Rabia YÜCE
Ankara, Mayıs 2010

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
TABLolar DİZİNİ.....	xi
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	9
2.1 Lüminesansın Tanımı.....	9
2.2 Band Modeli.....	10
2.3 Termolüminesans (TL).....	14
2.3.1 Termolüminesansın matematiksel ifadesi	15
2.4 Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL).....	18
2.4.1 Optik uyarmalı lüminesansın matematiksel ifadesi.....	21
2.5 Tarihlendirmede Lüminesans	23
2.6 Kaza Dozimetrisinde Lüminesans.....	25
2.7 Diş ve Kemiklerin Yapısı.....	27
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	30
3.1 Antropolojik İnsan Kemikleri Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirilmesi	30
3.1.1 Tarihlendirmede Kullanılan Mineraller	31
3.1.2 Eşdeğer Doz (De)	33
3.1.3 Yıllık Doz (Da)	38
3.2 Deproteinize Edilmiş Antropolojik Diş ve Kemiklerin Lüminesans Ölçümleri.....	45
3.3 Deproteinize Edilmiş Taze (Genç) Diş minesini Örneklerinin Lüminesans Ölçümleri.....	46
3.4 Deneylerde Kullanılan Sistemler ve Özellikleri	47
3.4.1 Elsec 9010 OSL sistemi	47
3.4.2 Riso TL/OSL DA 20 OSL sistemi	51
3.4.3 Elsec 7286 düşük seviye alfa sayma sistemi	54
3.4.4 X ışın floresans spektroskopisi (XRF)	56
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	58
4.1 Antropolojik Kemiklerin Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirmesi	58
4.2 Antropolojik Diş ve Kemiklerin Lüminesans Ölçümleri	61
4.2.1 Hidroklorik asit ve hidrojen peroksit ile deproteinize edilmiş domuz dişi ve insan kemiklerinin lüminesans ölçümleri	61
4.2.2 Hidrazin ile deproteinize edilen insan diş ve kemiklerinin lüminesans ölçümleri	64
4.2.3 Etilendiamin ile deproteinize edilen insan diş ve kemiklerinin lüminesans ölçümleri.....	68
4.3 Deproteinize Edilmiş Taze (Genç) Diş Minesini Örneklerinin Lüminesans Ölçümleri	70
4.3.1 Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesini örneklerinin	

lümİnesans ölçümleri.....	70
4.3.2 Etilendİamin İle deproteinize edilen taze (genç) diş minesİ örneklerinin lümİnesans ölçümleri.....	75
4.3.3 Sodyum Hidroksit İle deproteinize edilen taze (genç) diş minesİ örneklerinin lümİnesans ölçümleri.....	76
4.4 Işınlandıktan Sonra Hidrazin İle Deproteinize Edilen Taze (Genç) ve Antropolojik Diş Minesinin OSL Cevabı	77
4.5 Taze ve Antropolojik Diş Minesinin TL Ölçümleri.....	79
5. SONUÇ.....	84
5.1 Antropolojik Kemiklerin Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirilmesi.....	84
5.2 Antropolojik Kemik ve Dişlerin Lümİnesans Ölçümleri	84
5.3 Taze (Genç) Diş Minesİ Örneklerinin Lümİnesans Ölçümleri	86
KAYNAKLAR.....	89
ÖZGEÇMİŞ.....	94

SİMGELER DİZİNİ

C^{14}	Karbon-14
ESR	Elektron Spin Rezonans
TL	Termolüminesans
OSL	Optik Uyarmalı Lüminesans
MAAD	Çok Disk İlave Doz
SAR	Tek Disk Yenileme
τ	Ortalama ömür
s	Frekans faktörü
E	Tuzak enerjisi
k	Boltzman sabiti
T	Sıcaklık
η	Verim
P_L	Lüminesanslı geçiş yapma olasılığı
P_S	Lüminesanssız geçiş yapma olasılığı
E_S	Işımasız geçiş için gerekli enerji
$\mu(t)$	Dolu tuzakların toplam konsantrasyonu
$n(\gamma_1, \dots, \gamma_m, t)$	Dolu tuzak konsantrasyonu
$\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m$	Tuzak parametreleri
$N(\gamma)$	Toplam tuzak konsantrasyonunu
$f(\gamma, t)$	Dolu tuzakların tüm tuzaklara oranı
I	Lüminesans şiddeti
$P(t)$	Birim zamanda tuzak bozunma olasılığı
ν	Fonon-örgü titreşim frekansı
κ	Geçiş olasılık sabiti
F	Helmholtz enerji potansiyeli
ΔS	Geçişlerle ilgili entropi değişimi
$P(F)$	Termal uyarma için olasılık fonksiyonu
$P(E_0)$	Optik uyarma için olasılık fonksiyonu
Φ	Işık şiddeti
$\sigma(E_0)$	Fotoiyonizasyon kesiti
ED	Eşdeğer doz
YD	Yıllık doz
ε	Işık fotonlarının enerjisi
λ	Dalgaboyu
h	Planck sabiti
c	Işık hızı
IRSL	Kızılötesi Uyarmalı Lüminesans
BSL	Mavi Uyarmalı Lüminesans
N_i	i'inci disk için normalizasyon sayısı
F_i	i'inci disk için normalizasyon faktörü
S_i	i'inci disk için normalize edilmemiş lüminesans sayımı
L_i	i'inci disk için normalize edilmiş lüminesans sayımı
L	Lüminesans sayımı
D	Doz
D_α	Alfa doz hızı

D_{β}	Beta doz hızı
D_{γ}	Gama doz hızı
D_c	Kozmik doz hızı
$D_{\alpha(U)}$	Uranyumdan kaynaklanan alfa katkısı
$D_{\beta(U)}$	Uranyumdan kaynaklanan beta katkısı
$D_{\gamma(U)}$	Uranyumdan kaynaklanan gama katkısı
$D_{\alpha(Th)}$	Toryumdan kaynaklanan alfa katkısı
$D_{\beta(Th)}$	Toryumdan kaynaklanan beta katkısı
$D_{\gamma(Th)}$	Toryumdan kaynaklanan gama katkısı
$D_{\beta(K)}$	Potasyumdan kaynaklanan beta katkısı
$D_{\gamma(K)}$	Potasyumdan kaynaklanan gama katkısı
a	Alfa zayıflatma katsayısı
$D_{\alpha(nemli)}$	Nemli toprak için alfa doz hızı
$D_{\beta(nemli)}$	Nemli toprak için beta doz hızı
$D_{\gamma(nemli)}$	Nemli toprak için gama doz hızı
W	Numunenin kütlece maksimum su tutma oranı
F	Gömu sırasında maksimum su tutma oranının kesri
PM	Fotoçoğaltıcı
HT	Yüksek gerilim
TH	Eşik gerilimi
LED	Işık yayan diyot
ppm	Milyonda bir kısım
GS	Gama Işını Spektroskopisi
XRF	X Işın Floresans Spektroskopisi
AAS	Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi
$Al_2O_3:C$	Aliminyum oksit dozimetre
TLD	Termo lüminesans dozimetre
$\alpha_{U,Th}$	Uranyum ve toryumdan kaynaklanan alfa parçacıklarının sayım hızı
m	Potasyumun yüzde miktarı
V	Volt
mCi	milicurie
y	Yıl
AST	Alfa Sayım Tekniği

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1	Floresans ve fosforesans olaylarının enerji band diagramı ile şematik gösterimi.....	10
Şekil 2.2	Lüminesans olayının enerji band diyagramı	11
Şekil 2.3	Değişik tipte kristal kusurları.....	11
Şekil 2.4	Bir sediment örneğinden çıkarılan feldspat mineralinin TL ışıma eğrisi	15
Şekil 2.5	Bir sedimentten çıkarılan kuvars mineralinin OSL bozunum eğrisi.....	19
Şekil 2.6	Elektromanyetik spektrum.....	19
Şekil 2.7	OSL okuma yöntemlerinin gösterimi.....	21
Şekil 2.8	Doğada lüminesans saatinin sıfırlanması ve tekrar çalışması.....	24
Şekil 2.9	Diş yapısı.....	27
Şekil 2.10	Kemik yapısı.....	28
Şekil 3.1	Kuvars ve feldspat mineralleri.....	31
Şekil 3.2	Eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer dozun belirlenmesi.....	34
Şekil 3.3	SAR yöntemiyle eşdeğer doz hesabı için çizilen doz cevap eğrisi.....	36
Şekil 3.4	Farklı tipteki nükleer radyasyonların topraktaki mineral taneciklerine giricilik güçleri	40
Şekil 3.5	ELSEC 9010 OSL okuyucu.....	47
Şekil 3.6	ELSEC 9010 OSL okuyucunun şematik gösterimi.....	48
Şekil 3.7	BG-39 filtre için geçirgenliğin dalga boyuna bağlı olarak değişimi.....	49
Şekil 3.8	OSL okuyucuya yerleştirilmiş olan beta ışınlama kaynağı.....	51
Şekil 3.9	Riso TL/OSL-DA-20 okuyucu.....	51
Şekil 3.10	Riso TL/OSL-DA-20 okuyucunun şematik gösterimi.....	52
Şekil 3.11	TL/OSL okuyucularda kullanılan filtreler.....	53
Şekil 3.12	Beta ışınlama sisteminin şematik gösterimi.....	54
Şekil 3.13	Elsec 7286 alfa sayım cihazı.....	55
Şekil 3.14	Elsec 7286 alfa sayım cihazının şematik gösterimi.....	55
Şekil 4.1	Toprak örneklerinin IRSL doz cevap eğrisi.....	59
Şekil 4.2	İnsan kemiklerinin dış (a) ve iç (b) kısımları ile domuz dişi (c) örneklerinin 20, 40 ve 80 Gy beta dozlarında IRSL bozunum eğrileri...	62
Şekil 4.3	Deproteinize edilmiş insan kemikleri ve domuz dişinin IRSL doz cevap eğrileri.....	63
Şekil 4.4	Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik tibia kemiklerinin OSL cevabı.....	66
Şekil 4.5	Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik kafatası kemiklerinin OSL cevabı.....	66
Şekil 4.6	Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik tüm dişin OSL cevabı.....	67
Şekil 4.7	Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik mine örneğinin OSL cevabı.....	67
Şekil 4.8	Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik mine örneğinin OSL doz cevap eğrisi.....	68
Şekil 4.9	Etilendiamin ile deproteinize edilen antropolojik tibia örneğinin OSL cevabı.....	69
Şekil 4.10	Etilendiamin ile deproteinize edilen antropolojik diş örneğinin OSL cevabı.....	69
Şekil 4.11	Etilendiamin ile deproteinize edilmiş antropolojik kafatası örneğinin	

	OSL cevabı.....	69
Şekil 4.12	Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı...	72
Şekil 4.13	Hidrazinden önce ve sonra taze (genç) diş minesinin 46 Gy deki OSL cevabı.....	72
Şekil 4.14	Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL doz cevap eğrisi.....	73
Şekil 4.15	Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin optik kararlılığı.....	75
Şekil 4.16	Etilendiamin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı.....	75
Şekil 4.17	Sodyum hidroksit ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı.....	76
Şekil 4.18	90 Gy beta dozlandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edilmiş ve edilmemiş antropolojik diş minesi örneğinin OSL cevabı.....	79
Şekil 4.19	Işınlanmamış ve işlem görmemiş taze ve antropolojik diş minesinin TL cevabı.....	81
Şekil 4.20	İşlem görmemiş ve 90 Gy ışınlanmış taze ve antropolojik diş minesi örneklerinin TL ısıma eğrileri.....	82
Şekil 4.21	Hidrazinden önce ve sonra 90 Gy ışınlanmış taze diş minesi örneğinin TL ısıma eğrisi.....	83
Şekil 4.22	İşlem görmemiş ve deproteinize edilmiş antropolojik diş minesi örneklerinin 90 Gy beta dozlamasından sonra TL cevabı.....	83

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1	İnsan kemiği, dentin ve minenin yüzde olarak bileşen miktarları.....	29
Çizelge 3.1	Toryum, uranyum ve potasyum için radyoaktif bozunum şemaları....	39



TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 2.1	Dozu yeniden belirleme yöntemlerinin uygulama alanları.....	26
Tablo 4.1	Toprak örneklerinin alfa sayım sonuçları.....	60
Tablo 4.2	XRF spektrometresi ile belirlenen potasyum derişimleri.....	60
Tablo 4.3	İnsan kemikleri üzerine yapışmış toprak örnekleri ile aynı mezardan çıkarılmış çanak çömlek örneklerinin OSL ve TL yaşları.....	61
Tablo 4.4	HCl ve H ₂ O ₂ asitleri ile deproteinize edilen kemik örneklerinin ve işlem görmemiş toprak örneklerinin XRF sonuçları.....	64
Tablo 4.5	Kullanılan deproteinizasyon yöntemleri ve antropolojik örnekler üzerindeki OSL hassasiyeti.....	70
Tablo 4.6	Kullanılan deproteinizasyon yöntemleri ve taze (genç) diş minesi üzerindeki OSL hassasiyeti	77

1. GİRİŞ

Geriye dönük (retrospektif) dozimetri radyasyon ışınlaması sırasında ticari (sentetik) dozimetrelerin olmadığı yerde lokal veya çevresel olarak elde edilebilen materyallerde soğurulan radyasyon dozunu belirleme işlemi için kullanılan bir terimdir. Lüminesans tekniklerde geriye dönük dozimetri uygulamaları iki ana başlık altında incelenebilir (Botter- Jensen vd. 2003).

1) Jeolojik ve arkeolojik tarihlendirme

2) Kaza dozimetrisi

Lüminesans tekniklerde jeolojik ve arkeolojik materyallerin tarihlendirilmesinde amaç, materyaldeki doğal minerallerin (kuvars ve feldspat) geçmişten bugüne kadar soğurduğu radyasyon dozunun belirlenmesidir. Materyalin soğurduğu radyasyon dozu, materyalin kendi içerisindeki ve çevresindeki çoğunlukla uranyum-238, toryum-232 ve potasyum-40 elementlerinin radyoaktif bozunumu sırasında iyonize radyasyondan (alfa, beta parçacıkları ve gama ışınları) ve çok küçük bir katkı ile de kozmik radyasyondan (gama ışınları) kaynaklanır (Aitken 1998). Materyalin kendi içerisindeki ve çevresindeki bu doğal radyasyon, kristal yapıya sahip kuvars ve feldspat minerallerinin değerlik bandındaki elektronları iyonize ederek serbest hale geçirir. Serbest hale geçen bu elektronların bazıları kristal yapı bozukluklarının oluşturduğu tuzaklarda depolanır. Bu mineraller ışık veya ısıyla uyarılırsa depolanan elektronlar tuzaklardan ayrılarak lüminesans merkezleriyle birleşebilir. Bunun sonucunda bir lüminesans ışığı salınır. Buradaki lüminesans, mineralin uyarılmasında ışık kullanılırsa Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL), ısı kullanılırsa Termolüminesans (TL) olarak adlandırılır (Aitken 1985, Bøtter-Jensen 1997).

Tarihlendirme uygulamalarında, geçen zaman boyunca materyalin çevresindeki dozun materyale sabit bir hızda geldiği kabul edilir. Geçmişten günümüze kadar materyalin soğurduğu doz, doğal radyasyon ışınlaması ile orantılı olarak artacağından materyalin yaşı ile orantılı olur ve bu yaklaşım ile materyal tarafından soğurulan doz yaşa dönüştürülür.

Kaza dozimetrisi uygulamalarında ise amaç, herhangi bir radyasyon kazası sonrasında bireylerin veya bireylerinin çevresindeki materyallerin soğurduğu radyasyon dozunu belirleyebilmektir. Lüminesans tekniklerde herhangi bir radyasyon kazası sonrasında bireylerin aldığı radyasyon dozu, eğer bireyin üzerinde ticari bir TL dozimetre (TLD) yok ise bireyin çevresinde bulunan duvar veya zemin yapılarından çıkarılan mineraller ile veya bazı elektronik materyaller kullanılarak bulunur (Inrig vd. 2008, Botter-Jensen vd. 2003). TLD' ler genelde nükleer ve radyolojik kuruluşlarda çalışan bireylerde bulunur. Bu nedenle sivil halkın üzerinde ve çevresinde bulunan ve TL/OSL tekniklerinde kullanılabilecek dozimetrik materyaller araştırılır. Lüminesans tekniklerde kaza dozimetrisi ve tarihlendirme uygulamalarında soğurulan dozu belirlerken kullanılan mineraller ve yapılan işlemler benzerdir. Temel fark, kaza dozu, doğal doz ile (yani tarihlendirme uygulamalarında belirlenen doz) üst üste binmektedir. Bu durumda doğal doz ölçülerek toplam dozdan çıkarılmakta ve kaza dozu belirlenmektedir (Thomsen 2004).

Lüminesans tarihlendirme, Aitken vd. (1964, 1968), Mejdahl (1969) , Fleming (1966, 1970) ve Zimmerman (1966, 1971) tarafından 1960' lı yıllarda ve 1970' lerin başında TL tekniği ile antik seramiklerin tarihlendirmesi için geliştirilmiştir. Aitken (1985), Stoneham (1991), Roberts (1997) ve Wagner (1998) tarafından yapılan daha sonraki uygulamalar çakmak taşı, değerli taşlar ve sanat eseri olan seramikler gibi ısıtılmış arkeolojik materyallerin tarihlendirilmesini içermektedir. TL tekniği ile sedimentlerin depolanma zamanının belirlenmesi ise ilk olarak Wintle ve Huntley (1979, 1980) tarafından gerçekleştirilmiştir. 1985'lerde sedimentlerin tarihlendirilmesi lüminesans tarihlendirme araştırmalarının popüler bir alanı olmaya başlamıştır. Bunun üzerine Huntley ve arkadaşları (1985) sediment tarihlendirmede TL tekniğine alternatif olarak minerallerin ışıkla uyarılabileceğini göstermişler ve OSL uygulamalarını başlatarak OSL'ın TL'a göre ilave pratik ve metodolojik avantajlarını ortaya koymuşlardır (Vandenberghe 2004).

OSL'ın kullanılmaya başlanmasından sonra özellikle geçtiğimiz son 10 yılda OSL cihaz tasarımı, ölçüm protokolleri ve ölçülebilen mineraller açısından büyük gelişmeler göstermiştir. OSL tarihlendirme TL' e göre göreceli olarak daha genç bir yöntemdir ve

halen gelişme göstermektedir. Sonuç olarak genç bir teknik olmasına rağmen arkeoloji ve quaterner jeolojide oldukça fazla uygulama alanına sahiptir ve günümüzde bu alanda rutin bir tarihlendirme tekniği olarak kullanılmaktadır.

OSL tekniğinde tarihlendirme ve kaza dozimetrisi çalışmalarında kullanmak üzere birçok materyal ile çalışılmıştır (sediment, tuğla, porselen, kiremit vb.). Kullanılabilen mineral çeşidi ve uygulama alanı araştırmaları ise halen devam etmektedir (Bøtter-Jensen 2001). Kemik ve diş örneklerinin lüminesans tekniklerde geriye dönük dozimetre olarak kullanımı ise literatürde bilinen rutin bir uygulama değildir.

İnsan kemik ve dişlerinin yapısında organik ve inorganik bileşenler bulunmaktadır. Kemik ve dişlerin inorganik bileşeni, radyasyonu depolayabilecek kristal yapıda olan hidroksiapatit minerallerinden oluşmaktadır. Hidroksiapatit kristalleri radyasyon ışınlamasına maruz kaldığında soğurduğu dozu oda sıcaklığında yıllarca muhafaza edebilme özelliğine sahiptir. Bu özelliği ile de diş ve kemik örneklerinin ESR (Electron Spin Resonance) tekniğinde geriye dönük dozimetre olarak kullanımına imkan sağlamaktadır. Diş minesindeki hidroksiapatit, 0.1 Gy ve daha yüksek dozlarda ölçülebilir ve oda sıcaklığında yıllarca kararlı kalabilen ESR sinyalleri vermektedir (Egesrsdörfer vd. 1996, Güttler ve Wieser 2008). Kemiklerdeki ESR sinyal hassasiyeti dişlerdeki kadar olmasa da binlerce yıllık fosil kemikleri bu teknik ile tarihlendirilebilmektedir (Dennison ve Peake 1992, Wencka vd. 2005).

Diş ve kemik örneklerinin içerisinde bulunan radyasyona hassas hidroksiapatit kristallerinden faydalanılarak bu tür biyolojik materyallerin lüminesans tekniklerde geriye dönük dozimetre olarak kullanımının araştırılmasına yönelik çok az sayıda yayın ve bilgi vardır. Biyolojik materyallerin TL tarihlendirilmesi ilk olarak Jasinka ve Niewiadowski (1970) tarafından önerilmiştir. Jasinka ve Niewiadowski (1970) fosil kemiklerinin TL tekniği ile analizi sırasında örneklerin içerisinde bulunan organik bileşenlerin yüksek sıcaklıklarda yanması nedeni ile ortaya çıkan ve radyasyonun neden olduğu sinyalleri ölçmeyi zorlaştıran kemilüminesans ve tribolüminesans etkilerini gözlemlemiş ve bu tür örneklerin TL tarihlendirilmesinde önemli zorluklar olduğunu ifade etmiştir. Bu zorlukları gidermeye yönelik daha sonraki denemeler yetersiz

kalmıştır (Christodoulide ve Fremlin, 1971). Bu tür örneklerin içerisinde bulunan organik kısımların TL ölçümlerini olumsuz etkilediğinin anlaşılmasından sonra lüminesans ölçümler, örneklerdeki organik yapının çeşitli kimyasallar yardımı ile kaldırılması esasına dayanan deproteinizasyon işleminden faydalanılarak yapılmaya başlanmıştır.

Deproteinize edilmiş insan dişleri ve hayvan kemikleri üzerinde TL tekniğinin kullanılabilirliği ilk olarak 2N NaOH (sodyum hidroksit) ile 60 dakika deproteinize edilmiş kemik ve diş örnekleri üzerinde gerçekleştirilmiş ve bu materyallerin doğal bir lüminesansa sahip olduğu gösterilmiştir. Deproteinize edilmiş diş minesi ve kemik örneklerinin TL analizleri sonucunda 300 °C sıcaklıktan sonra örneklerin yanmaya başladığı gözlenmiştir. Bu nedenle sodyum hidroksit ile 60 dk deproteinize edilen diş ve kemik örneklerinin TL tekniğinde geriye dönük dozimetri çalışmalarına uygunluğu kesinleştirilememiştir (Kolberg ve Prydz 1974).

Bu ölçümlerin yapılmaya başlandığı yıllarda Cathrine ve arkadaşları (1972) tarafından etilendiamin kimyasalının kemik örneklerinde kristal yapıya zarar vermeden organik maddeyi kaldırabildiği çeşitli fiziksel yöntemlerle gösterilmiştir. Bu sonucun ardından mercan iskeletleri ve deniz kabukları gibi organik kökenli örnekler etilendiamin ile deproteinize edilerek TL tekniği ile incelenmiş ancak geriye dönük dozimetri çalışmalarına uygunluğu kesinleştirilememiştir (Driver 1979).

İnsan diş minesi örneklerinin tarihlendirme çalışmalarına uygunluğunun araştırılması konusunda yapılan ilk çalışma ise Benkö ve Koszorus (1980) tarafından yapılmıştır. Bu çalışmada mine örnekleri mekanik olarak dişten ayrıldıktan sonra ışığın neden olduğu TL sinyallerini elimine etmek için örnekler etanol ve %30' luk fosforik asit ile yıkanmıştır. Çalışmada yoğunluğu 2.9 g/cm³ olan mine örnekleri, 2.5 g/cm³ olan dentin örneklerinden 2.84 g/cm³ yoğunluktaki bromoform ile ağır sıvı ayırıştırma yöntemi kullanılarak ayırıştırılmıştır. Çalışmada 100-6000 yıl yaş aralığındaki insan dişlerinden ayrılan mine örnekleri ,örneklerin yanmaması için 300 °C ye kadar ısıtılarak TL tekniği ile incelenmiştir. Pre-doz teknik kullanılarak 70°C civarındaki bir TL piki ile tarihlendirilme yapılmaya çalışılmış ancak olumsuz çıkan sonuçlar nedeni ile diş

örneklerinin TL tekniğinde geriye dönük dozimetre olarak kullanımının ciddi bir problem olduğu vurgulanmıştır. Çalışmada aynı zamanda sentetik hidroksiapatit örneklerinin Sr-90 beta kaynağı ile ışınlaması sonucu 60°C, 285°C ve 440 °C de 3 TL piki olduğu belirlenmiştir. Sentetik hidroksiapatit minerallerinin 285 °C deki TL pikinin 40-300 Gy arasında lineer olduğu rapor edilmiştir. Bu çalışmaların ardından TL tekniğinde kemiklerden gelen sinyalin zayıf olduğu ama yinede üzerinde çalışılması gereken bir konu olduğu Aitken (1985) tarafından vurgulanmıştır.

Tüm bu araştırmalar, diş ve kemiklerin mineral fazının TL'a hassas olduğunu ancak kemiklerin TL tarihlendirmesini yaparken üstesinden gelinemeyen birtakım problemlerin olduğunu vurgulamışlardır. TL' daki ısıtma sırasında ortaya çıkan sahte TL piklerinin radyasyona hassas olan sinyalleri maskelediğini rapor etmişlerdir. Organik fazı kaldırma ve asitle yıkama işlemleri düşük sıcaklıktaki sahte TL piklerini azaltsada aynı problem 275-450°C sıcaklık aralığındaki yüksek sıcaklık bölgesinde tekrarlanmaktadır (Mc Cutcheon 1996).

Bu tür organik kökenli örnekler günümüzde sodyum hidroksit (NaOH) kimyasalı ile deproteinize edilerek ESR tekniğinde kaza dozimetrisi ve tarihlendirme uygulamalarında rutin olarak kullanılmaktadır. Ancak OSL tekniğinin ESR ve TL'a göre birçok avantajı vardır. İlk olarak OSL sinyali ESR sinyalinden daha kolay yorumlanır. Geniş bir kapsamda devamlı veya ayarlanabilir optik uyarma seçenekleri içerir. Uyarmanın dalga boyu çalışılan mineralin özelliğine göre ayarlanabilir. TL yöntemine göre üstünlüğü ise optik uyarma kolayca kontrol edilebilir ve uyarma şiddeti devamlı, pulslu veya lineer artmalı olabildiği için TL' daki ısıtmadan daha uygundur.

OSL'ın TL ve ESR'a göre bu tür avantajları göz önünde bulundurularak diş örneklerinin OSL tekniği ile kaza dozimetresi olarak kullanımı konusunda yapılan ilk çalışma Godfrey -Smith ve Pass (1997) tarafından gerçekleştirilmiştir. Godfrey -Smith ve Pass (1997) 2 M sodyum hidroksit (NaOH) ile 80 °C' de 1 saat deproteinize edilmiş diş minesinde kızılötesi (IR) uyarmalı ve yeşil ışık uyarmalı lüminesansın doza bağımlı olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu çalışma radyasyon dozimetresi olarak diş minesinin OSL' da kullanımının uygunluğunu ve hassasiyet 2-3 katına çıkarılabilirse OSL' ın

insanlarda tahripsiz, basit ve güvenilir bir geriye dönük dozimetri aracı olabileceğini ifade etmiştir.

OSL okuma teknolojisindeki gelişmeler ile işlem görmemiş diş minesinin analizi mavi ışıkla uyarma altında yapılmış ve daha hassas OSL sinyallerini elde etmekte mavi ışığın kızlötesi ve yeşil uyarmadan daha etkili oluşu gözlenmiştir (Godfrey- Smith, 2008; Yuki-hara vd. 2007). Her iki çalışmada da işlem görmemiş diş minesi örneklerinde aynı okuma teknolojisi kullanılmasına rağmen Yuki-hara vd. (2007) işlem görmemiş diş minesi örneklerinde 20-30 Gy civarında minimum ölçülebilir doz gözlemiş ve bu tür çalışmalarda kullanılmak üzere yüksek hassasiyette bir OSL sistemi (HS-OSL) dizayn etmiştir. Ancak Godfrey-Smith (2008) azı dişi üzerinde 1.4 Gy' den başlayan beta dozlarında önemli OSL sinyalleri gözlemlemiş ve elde edilen sonuçların diş minesi dozimetrisinde kullanılmak üzere bir in vivo (dişler canlının üzerinde iken) portable (taşınabilir) OSL sisteminin gelecekteki dizaynının ümit verici olduğunu rapor etmiştir. Ancak her iki çalışmada da elde edilen OSL sinyallerinin çok yüksek dozlardan sonra bile kısa süre içerisinde; saatler hatta saniyeler mertebesinde bir zaman diliminden sonra taban seviyeye düştüğü gözlenmiştir. Bu çalışmalarda amaç in vivo diş dozimetrisi geliştirmek olduğu için örneklerin kasıtlı olarak deproteinize edilmediği belirtilmiştir. Ancak in vitro koşullarda OSL sinyalinin hassasiyet ve optik kararlılığı konusu henüz çözülememiştir. Bu alanda yapılması gerekenleri Yuki-hara vd. (2007) özetlemiş ve laboratuvar şartlarında OSL sinyalinin hassasiyetini yükseltecek ve radyasyonun neden olduğu sinyalleri koruyabilecek yeni örnek yöntemlerinin denenmesi gerektiğini vurgulamıştır.

Diş ve kemik örneklerinde lüminesans yöntemlerin uygulanabilirliğinin gösterilmesi, maliyeti yüksek olan, atmosferdeki karbon miktarının değişmiş olması nedeniyle artık doğru sonuçlar alınamayan ve elli bin yıldan daha eski örneklerin tarihlendirilmesinde kullanılamayan Karbon-14 yöntemine bağımlılığı ortadan kaldırması bakımından önemlidir. Çünkü kemik ve diş örneklerinin tarihlendirilmesinde en sık kullanılan yöntem Karbon-14 yöntemidir. Literatür taramalarımız sonucunda toprak altında gömülü kemik örneklerinin üzerine yapışmış toprak örneklerinin OSL tarihlendirilmesinin denenmediği gözlenmiş ve bu alanda yapılan çalışmalarda Karbon-

14 yöntemi uygulansa bile mutlaka sediment örneklerinin OSL ile tarihlendirilerek sonuçların güvenilir hale getirilmeye çalışıldığına rastlanmıştır (Feathers ve Migliorini 2001). Bu nedenle antropolojik kemik örnekleri üzerine yapışmış toprak örneklerinin OSL tarihlendirilmesi ilk kez tarafımızca yapılmış ve Bölüm 4.1’ de ayrıntıları ile anlatılmıştır (Meric vd. 2009).

Aynı zamanda deproteinize edilmiş diş ve kemik örneklerinin OSL tekniğinde geriye dönük dozimetre olarak kullanılıp kullanılamayacağı araştırılmıştır. Bu konuda yapılan ve yukarıda anlatılan geçmiş çalışmalarda çoğunlukla deproteinize edilmiş bu tür organik kökenli örnekler TL tekniğinde incelenmiştir. Ancak TL’ da deproteinize edilmiş olsalar bile örneklerin ısıtılmasının sonuçları olumsuz etkilediği gözlenmiştir. Bu nedenle TL’ daki ısıtma yerine deproteinize edilmiş örnekler ışıık ile uyarılarak OSL özellikleri incelenmiştir. Bu kapsamda antropolojik insan kemik ve domuz dişi örneklerinin OSL tekniğinde kullanımı ile ilgili ilk çalışma yine tarafımızca yapılmıştır. Hidrojen peroksit ve hidroklorik asit kimyasalları ile deproteinize edilen antropolojik insan kemikleri ve domuz dişlerinin OSL özellikleri incelenerek Bölüm 4.2.1’de ayrıntıları ile anlatılmıştır (Meric vd. 2008).

Bununla birlikte antropolojik diş ve kemik örnekleri hidrazin ve etilendiamin kimyasalları ile deproteinize edilerek OSL tekniğinde incelenmiş ve bu konuda yapılan deneysel işlemler ve elde edilen bulgular bölüm 4.2.2 ve 4.2.3’de ayrıntıları ile anlatılmıştır.

Literatürde mavi uyarma altında deproteinize edilmiş diş minesi örneklerinin OSL tekniğinde kaza dozimetresi olarak kullanılıp kullanılamayacağı merak edilen bir konudur. Bu kapsamda bu çalışma yine tarafımızca başlatılmış ve hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin mavi uyarma altında OSL analizleri yapılarak bölüm 4.3.1’ de ayrıntıları ile sunulmuştur (Yüce vd.2010). Bununla birlikte taze (genç) diş minesi örnekleri, sodyum hidroksit ve etilendiamin kimyasalları kullanılarak deproteinize edilmiş ve yine ilk kez OSL analizleri yapılmıştır. Yapılan deneysel işlemler ve elde edilen bulgular bölüm 4.3.2 ve 4.3.3’ de ayrıntıları ile

sunulmuştur. Bölüm 4.5’ de ise deproteinize edilen örneklerin TL analizlerine yer verilmiştir.

Tezin diğer bölümlerinde kuramsal temeller başlığı altında lüminesansın genel bir tanımı yapılarak band modeli ile lüminesans mekanizması açıklanmıştır. TL ve OSL teknikleri hakkında temel bilgilere ve TL/OSL mekanizmalarının matematiksel ifadelerine yer verilmiştir. Materyal ve yöntem başlığı altında bu tez çalışması sırasında kullanılan antropolojik kemik örneklerinin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihlendirmesi sırasında eşdeğer doz ve yıllık doz hesaplama yöntemlerine, deneylerde kullanılan ölçme ve okuma sistemlerinin genel özelliklerine, hidrazin, etilendiamin ve sodyum hidroksit kimyasalları ile deproteinizasyon yöntemlerine yer verilmiştir. Son bölümde ise araştırma bulgularının yorumlanarak ifade edildiği sonuçlar kısmı yer almaktadır.

2. KURAMSAL TEMELLER

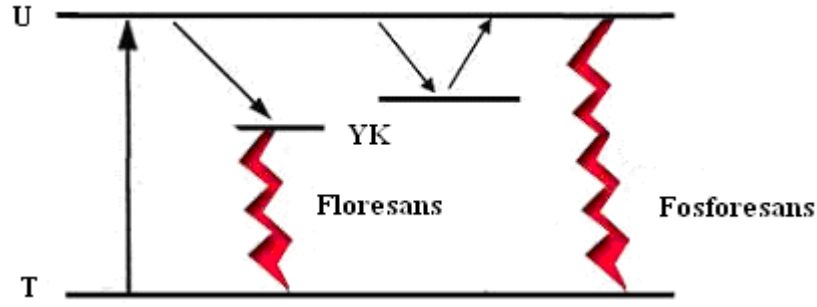
2.1 Lüminesansın Tanımı

Lüminesans, görünür bölgede bir ışık olup, atom veya molekülün dışarıdan verilen bir enerji ile uyarılması sonucu oluşan elektromanyetik radyasyon için kullanılan genel bir terimdir. Lüminesansın diğer elektromanyetik ışınlardan temel farkı, atom veya molekülün ısısında bir değişme olmadan yayımlanabilmesidir. Bu özelliği nedeni ile soğuk ışık olarak da adlandırılır (Thomsen 2004).

Lüminesans en geniş kapsamda floresans ve fosforesans olarak iki şekilde sınıflandırılabilir. Lüminesansın bu iki tipi, lüminesans ışımada gerçekleşen atomik mekanizmalar tarafından birbirlerinden ayrılırlar.

Floresans : Uyarılmış bir elektronun yarı kararlı bir enerji seviyesinden taban seviyeye geçişi sırasında yaptığı ışımadır. Floresansın gerçekleşme zamanı elektronun yarı kararlı enerji seviyesinde kalma süresi ile belirlenir. Duruma göre bu süre pikosaniyeler mertebesinde kısa olabileceği gibi milisaniyeler mertebesinde uzunda olabilir. Fotolüminesans, katotlüminesans, kemilüminesans, biyolüminesans ve tribolüminesans farklı uyarıcıların etkisiyle (sırasıyla foton, elektron, kimyasal enerji, biyokimyasal ve mekanik enerji) farklı süreçlerde gerçekleşen floresans olayına örnek olarak verilebilir.

Fosforesans : Fosforesans olayında ise enerji alarak uyarılmış bir elektron, elektronun temel seviyeye direkt olarak geçişinin yasak olduğu bir yarı kararlı enerji seviyesine geçer ve oradan tekrar uyarılmış seviye çıkarak taban seviyeye döner. Böylece floresans olayı ile kıyaslandığında uyarılmış seviyeye çıkan elektronların taban seviyeye dönmeleri belli bir zaman gecikmesiyle olur. Bu zamanın ne kadar uzun olacağı ise floresanda olduğu gibi elektronun yarı kararlı seviyede kalma süresine bağlıdır. Fosforesansda uyarılmış ve yarı kararlı seviye arasındaki enerji farkı genellikle o kadar küçüktür ki dışarıdan bir enerji verilmeksizin ortam sıcaklığı sayesinde kristal örgü titreşimleri ile temel seviyeye geçiş gerçekleşebilir (Şekil 2.1, Thomsen 2004).



Şekil 2.1 Floresans ve fosforesans olaylarının enerji band diagramı ile şematik gösterimi (Thomsen 2004'den değiştirilerek alınmıştır)

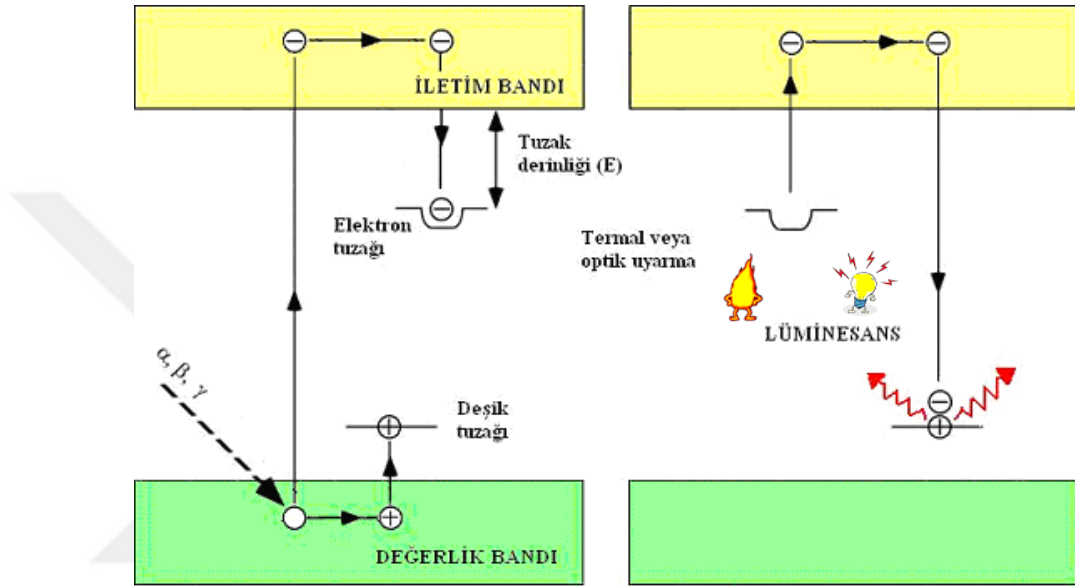
(U:Uyarılmış seviye, T: Taban seviye, YK:Yarı kararlı enerji seviyesi)

Ancak TL ve OSL' da uyarılmış seviye ile yarı kararlı seviye arasındaki enerji farkı oldukça büyüktür ve elektronları bu yarı kararlı seviyeden çıkarmak için mutlaka dışarıdan enerji verilmesi gereklidir. TL da elektronları yarı kararlı seviyeden çıkarmak için ısı enerjisi kullanılırken OSL da ışık enerjisi kullanılır.

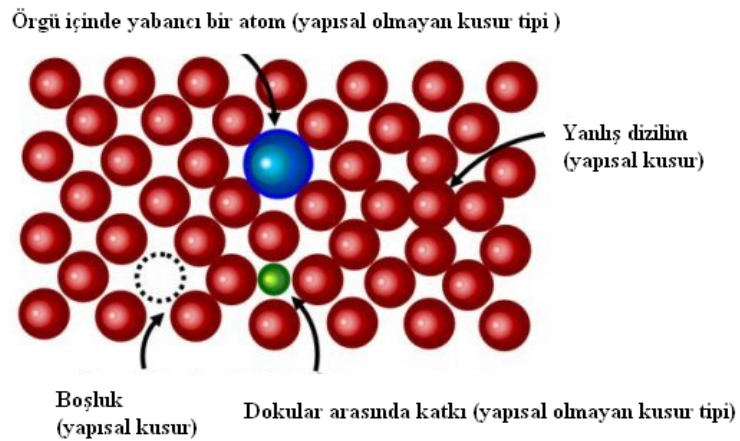
2.2 Band Modeli

Oluşma şekli aslında tam olarak anlaşılamayan lüminesansın ana mekanizması yalıtkan iyonik bir kristalin enerji band modeli ile açıklanabilir (Şekil 2.2). Bu modelde elektronların, band olarak adlandırılan farklı enerji seviyelerinde olduğu kabul edilir. En düşük enerji bandı değerlik bandı (valans band), en yüksek enerji bandı iletim bandı (conduction band) ve bu iki band arasındaki boşluk yasaklı bölge olarak adlandırılır. Kusursuz bir kristalde bu yasaklı bölgede hiç elektron bulunmaz. Ancak doğada bir takım kristaller (kuvars ve feldspat gibi) bu ideal durumu her zaman sağlamazlar ve kristal yapılarının içinde bir takım kusurlar barındırabilirler (Vandenberghe 2004). Gözlenen kusurlardan en geneli nokta kusurlardır. Noktasal kusur tipleri, yapısal (intrinsic) ve yapısal olmayan (extrinsic) kusur tipleri olarak sınıflandırılabilir. Yapısal kusurlar, herhangi bir atomun olması gereken yerde olmaması sonucu oluşan boşluklar veya herhangi bir atomun olması gereken yerden başka bir yerde olması sonucu yani yanlış dizilim sonucu oluşan kusurlardır. Yapısal olmayan kusurlar ise dışarıdan kristal yapıya gelen katkılar veya yabancı bir atomun kristal yapı içerisine yerleşmesi sonucu

oluşan kusurlardır (Şekil 2.3). Bir kristal kusuru eğer elektron veya onun geride bıraktığı boşluk olan deşik yakalama özelliğine sahip ise yük taşıyıcı bir kusur merkezi (tuzak) olarak davranır ve karışit yükü çeker. Bu tür kusurlar yasaklı bölgede yarı kararlı enerji seviyelerinin oluşmasına neden olurlar. Bu yarı kararlı enerji seviyeleri de nükleer radyasyon ışınlamasını hafızalarında taşırlar ve böylece lüminesansın gerçekleşebilmesini sağlarlar (Thomsen 2004).



Şekil 2.2 Lüminesans olayının enerji band diyagramı (Aitken 1985'den değiştirilerek alınmıştır)



Şekil 2.3 Değişik tipte kristal kusurları

Doğada nükleer radyasyon hemen her yerde vardır. Bu radyasyon iyonize etme özelliğine sahiptir ve kristal ile etkileşmeye girdiğinde değerlik bandaki elektronların iletim bandına geçmesine neden olur. İyonize edilen elektronların geride bıraktıkları boşluklara deşik (hole) adı verilir. İyonize olmuş elektron ve geride bıraktığı deşik kristal içerisinde serbest durumda bulunurlar. Bu yolla nükleer radyasyon enerjisi soğurulmuş olur. Soğurulan bu enerji elektron ve deşiğin yeniden birleşmesi ile ısı enerjisi olarak dışarı verilebilir. Birçok yük taşıyıcı aslında direk olarak bu şekilde birleşmesine rağmen bir diğer ihtimalde elektron ve deşiğin yukarıda bahsedilen herhangi bir kusur merkezinde tuzaklanmasıdır. Böylece nükleer enerji, kristal yapısında geçici olarak depo edilir ve sistem yarı kararlı bir halde kalır. Sistemin kararlı hale gelebilmesi için elektronların bu tuzaklardan çıkarılması gerekir. Bunun içinse sisteme dışarıdan bir enerji verilmesi gerekir. Gereken enerjinin miktarı elektronun tuzaklandığı enerji seviyesi ile iletim bandının enerji seviyesi arasındaki fark (E) başka bir deyişle tuzak derinliği hesaplanarak belirlenir.

Kristalin ısı veya ışıkla uyarılması ile yeterince enerjiyi alabilmiş bir elektron, tuzaktan kurtularak iletim bandına geçer. Bir kere tuzaktan kurtulan elektron yeniden tuzaklanabilir veya deşiklerin tuzaklandığı elektronları çekme özelliği olan yeniden birleşme merkezlerinde deşik ile tekrar birleşebilir. Yeniden birleşme ya ısı açığa çıkması ile ki buna ışımsal (radyasyona bağlı) olmayan yeniden birleşme ya da ışık açığa çıkması ile (ışımsal yeniden birleşme) gerçekleşebilir. Işımsal yeniden birleşme merkezleri lüminesans merkezleri olarak adlandırılırlar ve açığa çıkan lüminesans ışıma, ısı enerjisi verilerek gerçekleşti ise termolüminesans, ışık enerjisi verilerek gerçekleşti ise optik uyarmalı lüminesans adını alır. Yani lüminesans elektronları tuzaklardan çıkarmak için kullanılan enerji kaynağına göre isimlendirilir (Şekil 2.2 ,Vandenberghe 2004).

Yayınlanan lüminesans ışıma miktarı (lüminesans şiddet) tuzaklarda depolanan elektronların miktarı ve böylece de nükleer radyasyondan gelen soğurulan enerji miktarı ile orantılıdır. Yayınlanan lüminesansın rengi (dalga boyu) ise yeniden birleşmenin meydana geldiği lüminesans merkezinin tipine bağlıdır (Vandenberghe 2004).

Lüminesans verimi (η) birim zamanda lüminesans yayan merkez sayısının birim zamanda yayan ve yaymayan toplam merkez sayısına oranı olarak tarif edilir.

$$\eta = \frac{P_L}{P_L + P_S} \quad (2.1)$$

Burada P_L lüminesans merkezinin lüminesanslı (ışımali) geiş yapma olasılığı, P_S lüminesans merkezinin ışımsız geiş yapma olasılığıdır (Larsen 1999).

Bir elektronun birim zamanda tuzaktan ıkma olasılığı ise boltzman faktörü kullanılarak

$$p = s \exp(- E/kT) \quad (2.2)$$

şeklinde verilir. Burada E iletim bandı ile tuzağın bulunduğu enerji seviyesi arasındaki enerji farkı yani tuzak derinliği, k Boltzmann sabiti, T mutlak sıcaklık ve s frekans faktörü yani elektronların tuzaklardan ıkma sıklığıdır (Becker 1973).

Elektronun herhangi bir uyarıcıdan etkilenmeden tuzakta kaldığı süre ise ortalama ömür olarak isimlendirilir. Ortalama ömür (τ):

$$\tau = \frac{1}{s} \exp\left(\frac{E}{kT}\right) \quad (2.3)$$

eşitliği ile verilir (Aitken 1985). Burada s; frekans faktörü, E; tuzak derinliği, k; Boltzman sabiti, T ise lüminesansın gözleendiği sıcaklıktır.

Sonuç olarak ortalama ömür, tuzağın derinliği ile orantılıdır. Derin tuzaklar, iletim bandı ile enerji farkı, sığ tuzaklara nazaran oldukça fazla olan yarı kararlı enerji seviyeleridir. Derin tuzakları boşaltmak için daha fazla enerji gerekirken sığ tuzaklar ortam sıcaklığında belli bir süre sonra kendiliğinden boşalabilirler (anormal sönüm). Bu nedenle elektronların derin tuzaklardaki ömrü sığ tuzaklardaki ömründen daha uzundur.

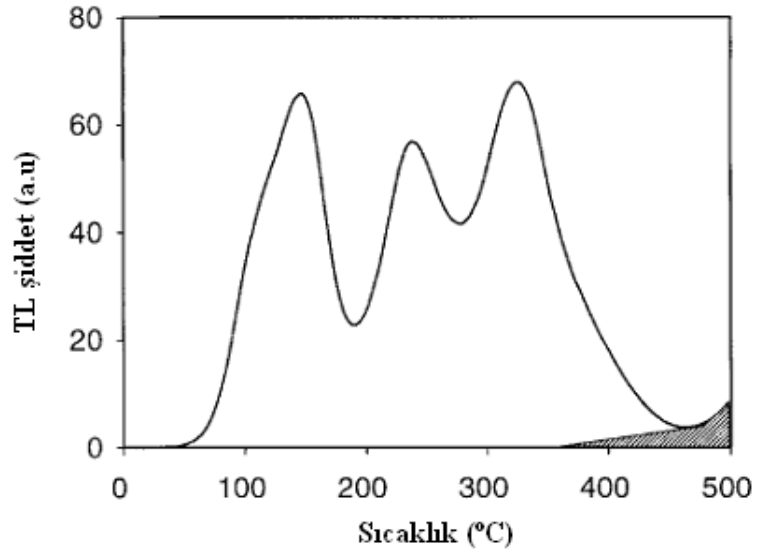
Tarihlendirme için ortalama ömrü en az birkaç milyon yıl yani derinliği 1.6 eV ve daha fazla olan tuzaklarla ilgilenilir.

2.3 Termolüminesans (TL)

Genellikle kristal yapıda olan lüminesans materyaller, verilen enerjiyi soğurma, yapısındaki tuzaklar sayesinde bu enerjinin bir kısmını depolama ve depoladığı enerjiyi lüminesansa dönüştürebilme özelliğine sahiptirler.

Termal uyarmalı lüminesansda iyonize radyasyona maruz kalmış bir lüminesans bir materyal belli bir sıcaklığa kadar (genellikle 500°C) sabit bir ısıtma hızında ısıtılır ve yayınlanan lüminesansın şiddeti hassas bir fotoçoğaltıcı tüp yardımı ile ölçülerek sıcaklığın bir fonksiyonu şeklinde kaydedilir. Bir TL sinyali, farklı sıcaklıklarda belirgin piklerin gözlendiği ışıma eğrisi (glow curve) ile değerlendirilir. Işıma eğrisinde görülen bu belirgin pikler ısıtılan materyalin içerisindeki elektron tuzaklarının enerji seviyeleri ile ilişkilidir. Bir TL ışıma eğrisindeki pikler sürekli bir şekilde sıra sıra dizilmesine rağmen bir pik, farklı enerji seviyelerindeki ve kararlılıktaki birden fazla pikin üste gelmesi ile oluşur (Şekil 2.4, Bøtter-Jensen 2000).

Genellikle 200°C sıcaklığın altındaki ışıma pikleri sıg tuzaklarda gerçekleşen elektron geçişleri ile gerçekleştiğinden dozimetri (herhangi bir sistemle dozun ölçülmesi işlemi) için uygun değildir. 300 °C ve üzerindeki kararlı ışıma pikleri dozimetri için uygundur. Ancak bu yüksek sıcaklık piklerinde de düşük sıcaklık piklerinde olduğu gibi oda sıcaklığında anormal (beklenmeyen) sönüm (fading) gözlemlenebilir. Bu durum kuantum mekaniksel tünelleme etkisi ile açıklanmaktadır. TL ölçümlerinde gözlenebilen bir diğer sönüm şeklide termal sönüm (thermal queching) dır. Termal sönüm materyal sıcaklığının arttırılması ile lüminesans etkinliğin azalması olarak tanımlanır. Tarihlendirme ve kaza dozimetrisi alanında sıkça kullanılan ve toprakta bol miktarda bulunan kuvars ve feldspat minerallerinde bazı yüksek sıcaklık piklerinde görülen bu termal sönüm, yüksek sıcaklıklarda ışımalı olmayan yeniden birleşmeler ile açıklanmaktadır (Bøtter-Jensen 2000).



Şekil 2.4 Bir sediment örneğinden çıkarılan feldspat mineralinin TL ışıma eğrisi (Botter-Jensen 2000'den değiştirilerek alınmıştır)

(Bu eğride doğal doz yaklaşık 200Gy olup doğal dozun üzerine 8 Gy beta laboratuvar dozu verilmiştir. 150 °C'deki pik son eklenen beta dozundan kaynaklanmaktadır ve sık bir tuzaktan geldiği için zamanla sönmeye uğrayacaktır. Siyah bölge ise materyalin ısıtılması ile oluşan siyah cisim (black-body) ışımasını temsil etmektedir).

2.3.1 Termoluminesansın matematiksel ifadesi

Herhangi bir t anında sistemdeki yarı kararlı durumların (tuzakların) toplam yoğunluğu $\mu(t)$, 2.4 eşitliği ile verilir (Botter-Jensen vd. 2003).

$$\mu(t) = \int_{\gamma_1} \int_{\gamma_2} \dots \int_{\gamma_m} n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t) d\gamma_1 d\gamma_2 \dots d\gamma_m \quad (2.4)$$

Burada $n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t)$, $\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m$ tuzak parametreleri ile tanımlanan dolu tuzak yoğunluğu ($1 \rightarrow m$) dur. En genel hali ile $n(\gamma, t) = N(\gamma) f(\gamma, t)$ ifade edilir. $N(\gamma)$ mevcut tuzak yoğunluğu, $f(\gamma, t)$ ise tuzakların doluluk oranıdır ($f=1$ ise tuzak tamamen dolu ve $f=0$ ise boş demektir).

Tuzak parametreleri, tuzakların kararlılığını (ısı ve ışık gibi etkenlerin hakim olduğu ortamda elektronların tuzakta kalma süresi) ve birim zamanda sistemin kararlı duruma dönme olasılığını (elektronların tuzaklardan kurtularak luminesans merkezlerine ulaşma

olasılığı) belirleyen parametrelerdir. Örneğin tuzak derinliği bir tuzak parametresidir. Ve bu durumda $\gamma=E$ ile ifade edilir.

Lüminesans ölçümlerinde sistem kararlı duruma geçerken oluşan lüminesans ışığının şiddeti ölçülür. Denklem 2.5 ile verilen lüminesans şiddeti ($I(t)$), birim zamanda elektronların dolu tuzaklardan kurtulma hızı (tuzakların boşalma hızı) ile orantılıdır .

$$I(t) = \left| \frac{d\mu(t)}{dt} \right| \quad (2.5)$$

Lüminesans şiddetini değerlendirebilmek için tuzakların boşalma hızı ($\left| d\mu(t)/dt \right|$) ile dolu tuzakların yoğunluğu ($n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t)$) arasındaki ilişkinin incelenmesi gerekir.

$$\frac{d\mu(t)}{dt} = -\mu^l(t)P(t) \quad (2.6)$$

$l=1$ için bu denklem birinci mertebeden bir kinetiktir. Yani tuzaklardan kurtulan elektronların tekrar aynı tuzaklara yakalanmadan yeniden birleşme merkezlerine gitmesi ve lüminesans oluşturmaya olasılığı durumudur. $P(t)$ ise tuzakların ($\mu(t)$) birim zamanda bozunma olasılığıdır. Eğer her durum ($n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m)$) kendi olasılık fonksiyonuna ($p(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m)$) sahip ise

$$I(t) = \left| \frac{d\mu(t)}{dt} \right| = \int_{\gamma_1} \int_{\gamma_2} \dots \int_{\gamma_m} n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t) p(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m) d\gamma_1 d\gamma_2 \dots d\gamma_m \quad (2.7)$$

eşitliği elde edilir. Bu eşitlik tuzakların birbirleriyle etkileşmeye girmedikleri yani bir tuzaktan diğerine herhangi bir geçişin olmadığı varsayılarak ($l=1$) elde edilmiştir.

Eğer olasılık fonksiyonu $P(t)$, zamana bağlı olarak yazılırsa

$$I(t) = \left| \frac{d\mu(t)}{dt} \right| = \int_{\gamma_1} \int_{\gamma_2} \dots \int_{\gamma_m} n(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t) p(\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_m, t) d\gamma_1 d\gamma_2 \dots d\gamma_m \quad (2.8)$$

şeklinde verilebilir. Olasılık fonksiyonunun şekli uyarmanın türüne göre değişiklik göstermektedir. Yani termal veya optik uyarma olması durumunda değişmektedir. Termal uyarma için olasılık fonksiyonu eşitlik 2.9 ile tanımlanır.

$$p(F) = \nu \kappa \exp\left(-\frac{F}{kT}\right) \quad (2.9)$$

Denklemde ν ; fonon-örgü titreşim frekansı, κ ; geçiş olasılık sabiti, F ; Helmholtz enerji potansiyeli (engeli), k ; Boltzman sabiti, T ise sıcaklıktır.

Tuzak bozunumu için, Helmholtz enerji potansiyeli aşılabilmelidir. Helmholtz enerji potansiyeli,

$$F = E - \Delta S.T \quad (2.10)$$

eşitliği ile ifade edilir. Burada ΔS ; geçişlerle ilgili entropi değişimi, E ; iç enerji bariyeri (tuzak derinliği) ve T ise bu bariyeri aşmak için gerekli sıcaklıktır. Denklem 2.9 ve 2.10 kullanılarak 2.9 eşitliği 2.11deki gibi yazılabilir.

$$p(E, s) = \nu \kappa \exp\left(\frac{\Delta S}{k}\right) \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.11)$$

Bu denklemde $\nu \kappa \exp\left(\frac{\Delta S}{k}\right)$ terimi, frekans faktörü (s) olarak tanımlanır. Boltzman

terimi $\exp\left(-\frac{E}{kT}\right)$ ise E enerji bariyerinin aşılması olasılığını ifade eder.

$$p(E, s) = s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.12)$$

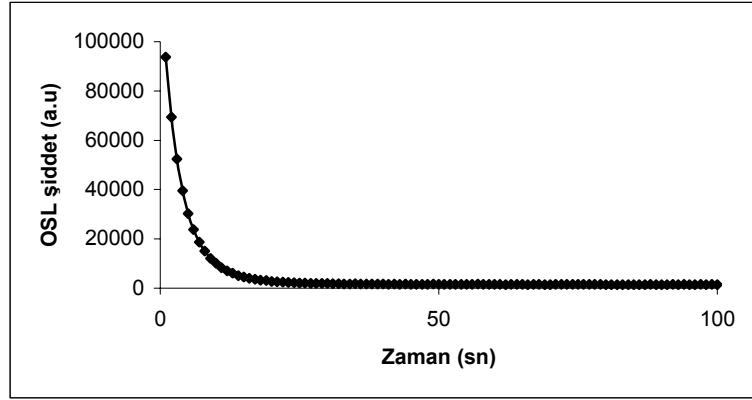
Böylece bir tuzak iki parametre ($m=2$) ile tanımlanabilir. Birincisi tuzak derinliği ($\gamma_1 = E$) ikincisi ise s frekans faktörü yani elektronların tuzaktan çıkma ve lüminesans oluşturma sıklığıdır ($\gamma_2 = s$).

Tuzaklanan bir elektron kristaldeki ısısal titreşimlerle çıkartılabilir. Böylece eşitlik 2.12 bir elektronun birim zamanda tuzaktan çıkma ve sistemin kararlı duruma gelme olasılığını ifade eder (Bøtter-Jensen vd. 2003). Eşitlik 2.12’de görülebileceği gibi sıcaklık yükseldikçe fonon örgü titreşimleri güçlenir ve olasılık fonksiyonunun değeri yani elektronların tuzaklardan çıkarılması olasılığı artar.

2.4 Optik Uyarmalı Lüminesans (OSL)

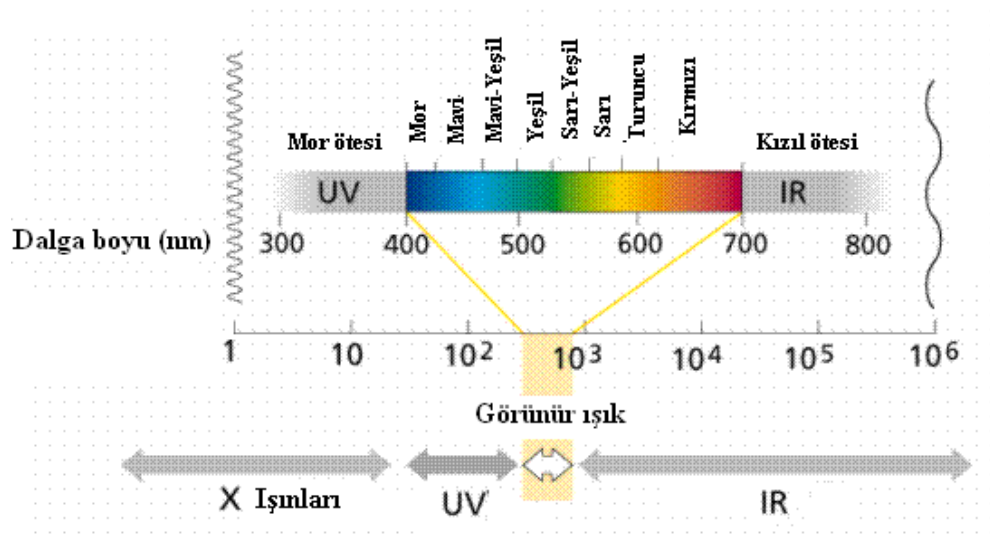
Optik uyarmalı lüminesans ile termal uyarmalı lüminesansın fiziksel kavramları aynıdır. Aradaki temel fark, OSL’ da elektronları tuzaklardan çıkarmak için ısı yerine ışık fotonları kullanılmasıdır. OSL’ da lüminesans materyaller özel dalga boylu ışıklar ile uyarılır ve kristal yapıda tuzaklanan elektronların tuzaklardan çıkması ve yeniden birleşme merkezlerinde bir lüminesans ışıma gerçekleştirmesi sağlanır. Buradaki tuzaklar TL piklerinin gözlemlendiği tuzaklarla ilişkili olabilir veya olmayabilir (Bøtter-Jensen 2000).

Lüminesans bir materyalin tuzaklarındaki elektron yoğunluğu, materyalin radyasyon ışınlaması sonucu oluşur ve böylece OSL şiddeti soğurulan radyasyon dozu ile orantılı olur. Deneysel olarak bir OSL sinyali, materyalin farklı dalga boylarında ışıyla uyarılması ile uyarma ışığından farklı bir spektral bölgede olan (genellikle görünür bölgede) lüminesans ışımının şiddetinin ölçülmesi ile elde edilir. TL sinyali materyalin ısıtılması boyunca farklı tuzak seviyelerini ifade eden çeşitli sıcaklık piklerinden oluşan bir ışıma eğrisi iken OSL sinyali, uyarma ışığının materyale verilmesi boyunca tuzaklanan elektronların tuzaklardan kurtulmasıyla elektron sayısının giderek azalması ve bu azalma sonucu lüminesans şiddetin daha düşük bir seviyeye inmesini ifade eden bir bozunum eğrisi (decay curve) şeklindedir (Şekil 2.5, Bøtter-Jensen 2000).



Şekil 2.5 Bir sedimentten çıkarılan kuvars mineralinin OSL bozunum eğrisi
(Burada kuvars mineralleri 5 Gy gama ışınlanmıştır).

OSL’ da uyarıcı olarak farklı mineraller için farklı dalga boylarında ışıklar kullanılır. Birçok feldspat çeşidi için 800-900 nm dalga boyu aralığında ışık yayan halojen lambalar kullanılarak kızılötesi (infrared) bölgede uyarma yapılır ve bu durumda ölçülen lüminesans, infrared uyarmalı lüminesans (*Infrared Stimulated Luminescence-IRSL*) olarak adlandırılır (Aitken 1998). Kuvars minerali içinse 420-550 nm aralığında ışık yayan LED (Light Emitting Diyote)’ ler kullanılarak mavi ışık ile uyarma yapılır ve bu durumda ölçülen lüminesans, genel kullanımda olduğu gibi optik uyarmalı lüminesans olarak adlandırılır (Şekil 2.6).

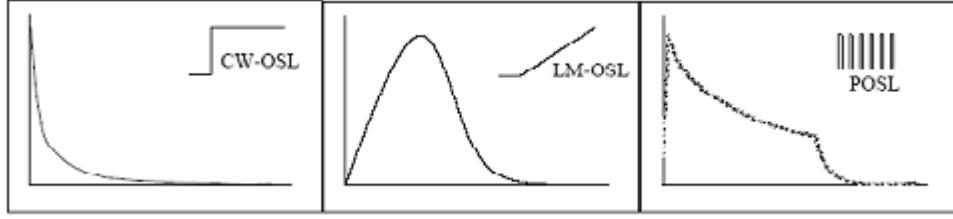


Şekil 2.6 Elektromanyetik spektrum

Kuvars ve feldspat minerallerinin farklı uyarma karakteristiklerine sahip olması sayesinde kuvars minerallerinin içerisinde feldspat kontaminasyonu olup olmadığı IR test yapılarak kontrol edilebilir. Çünkü kuvars IR uyarmaya karşı hassas değildir. Aynı zamanda kuvars ve feldspat minerallerinin karışımı olan polimineraller hazırlanıp IR uyarma yapılarak polimineral tanecikleri içerisindeki feldspat mineralleri ile çalışılabilir. Kuvars ve feldspatdan başka mineraller içinse mineralin hangi tür uyarmaya hassas olduğu araştırılarak belirlenir (Botter-Jensen 2000).

OSL tekniğinde uyarma ışığı çeşitli yöntemler ile bir materyale uygulanır ve lüminesans ışımanın şiddeti, uyarma ile eşzamanlı olarak hassas bir fotoçoğaltıcı tüp yardımı ile kaydedilir. Bu sırada, uyarma ışığı ve lüminesans ışımı arasında bir ayırım yapmak ve fotoçoğaltıcı tüpe ulaşabilecek saçılan uyarma ışığından korunmak için fotoçoğaltıcı tüp önüne birtakım filtreler konur. Uyarıcı ışık fotonlarının soğurulması ile minerallerden yayınlanan lüminesans ışımanın enerjisi ($E(\text{eV})$) uyarıcı ışığın dalga boyu ($\lambda(\text{nm})$) ile ters orantılıdır ($E(\text{eV}) = 1240 / \lambda(\text{nm})$) (Aitken 1998). Bu nedenle uyarma ışık fotonlarının mineraller tarafından soğurulması ile ortaya çıkacak olan lüminesans ışımayı dedekte edebilmek için, uyarma ışığından daha kısa dalga boyunu geçiren filtreler ihtiyacı duyulur. IR uyarma yapıldığı durumlarda mavi ışık geçiren filtreler (410 nm de pik yapan Corning 7-59 ve Corning 5-58 filtre kombinasyonları) kullanılırken, uyarma ışığının mavi olması durumunda genellikle 250-390 nm aralığındaki ışığı geçiren ve yakın ultraviyole bölgede pik yapan filtreler (7.5 mm Hoya U-340 veya 1mm Corning BG 39 ve iki tane 2.5 mm Hoya U 340 filtre kombinasyonları) kullanılır (Botter-Jensen vd. 2003).

Uyarma ışığının lüminesans materyale uygulama şekillerinden en sık kullanılanı sürekli dalga OSL (CW-OSL)) yöntemidir. Çoğu OSL uygulamalarında ölçümler CW-OSL kullanılarak yapılmaktadır. Bu tarz uyarda materyal sabit bir ışık şiddetinde uyarılır ve lüminesans yayını uyarma ile eşzamanlı olarak hassas bir fotoçoğaltıcı tüp yardımı ile kaydedilir. Diğer yöntemler ise uyarma ışık şiddetinin OSL ölçülürken lineer olarak artırıldığı Lineer Modülasyon OSL (LM-OSL) yöntemi ve uyarma ışık kaynağının pulslanmış ve OSL ın sadece pulslar arasında gözlemlendiği Pulsu OSL (POSL) yöntemidir (Şekil 2.7).



Şekil 2.7 OSL okuma yöntemlerinin gösterimi (Thomsen 2004)

2.4.1 Optik uyarmalı lüminesansın matematiksel ifadesi

Radyasyon ışınlamasına maruz kalmış bir materyal sabit ışık şiddeti (CW-OSL) ile uyarıldığı zaman, tuzaklanmış elektronlar ışık enerjisini alarak serbest hale geçerler . Serbest hale geçen elektronlar ışımalı elektron-deşik tekrar-birleşmeleri ile lüminesans ışına gerçekleştirirler. Uyarma süresince tuzaklanan elektron sayısı giderek azalacağından lüminesans sinyalide azalır. OSL modeli bu düşünceden yola çıkılarak geliştirilmiştir. Bu modelde Bölüm 2.3.1 de TL için yapılan genellemeler OSL için yapılır. Yani tuzaklanma ve tekrar-birleşmede sadece elektronlar düşünülür. Bütün yük geçişlerinin iletim bandı yoluyla gerçekleştiği ve yeniden birleşme merkezine doğru her geçişin ışımalı yeniden-birleşme ile sonuçlandığı farz edilir. Tuzaktaki bir elektronun sabit bir ışık şiddeti ile uyarılması sonucu elektronun birim zaman başına tuzaklanmış durumdan ayrılma olasılığı (optik uyarma için olasılık fonksiyonu), foton akısı Φ (foton/m²s) ile orantılıdır .

$$p(E_0) = \Phi \sigma(E_0) \quad (2.13)$$

Burada E_0 tuzaktan elektronu çıkarmak için uyarma ışığının sahip olması gereken eşik enerji değeri ve $\sigma(E_0)$ gelen bir ışık fotonunun tuzakla etkileşmesini ifade eden fotoiyonizasyon tesir kesitidir (m²). Fotoiyonizasyon tesir kesiti, uyarma için kullanılan ışık fotonlarının enerjisi E_0 'ı aştığında ortaya çıkar. Dolayısıyla uyarma amaçlı kullanılan ışığın şiddeti ve enerjisi, olasılık fonksiyonu ile orantılıdır. σ , uyarma

ışığının dalga boyuna güçlü bir şekilde bağlıdır fakat basitlik için uyarma ışığının tek renkli olduğu farz edilir.

OSL şiddeti, dışarıdan ışıkla uyarma esnasında tuzaklardan kurtulan elektronların salınma hızı ile ters orantılı ve tuzaklardaki elektron yoğunluğu (n) ile doğru orantılıdır.

$$I_{OSL}(t) = -\frac{dn}{dt} = pn \quad (2.14)$$

Burada p optik uyarma için olasılık fonksiyonudur. Eş. 2.14'ün integrasyonu,

$$\begin{aligned} \frac{dn}{n} &= -p dt \\ n(t) &= n_0 \exp(-pt) \\ I_{OSL}(t) &= n_0 \exp(-pt) \\ p &= 1/\tau \end{aligned} \quad (2.15)$$

$$I_{OSL}(t) = I_0 \exp(-t/\tau)$$

şeklinde birinci dereceden çözüm verir. Burada I_0 ; $t = 0$ anındaki OSL şiddeti, τ ; $1/(\sigma \Phi)$ ile verilen karakteristik bozunma zamanı Φ ; ise uyarma ışığının foton akısıdır (Botter-Jensen vd. 2003).

Herhangi bir materyal doğal olarak bir tuzak tipinden daha fazlasını içerebilir. Materyaldeki bütün tuzaklar uyarıldığında eş zamanlı olarak OSL sinyali üstel bozunumların toplam serisi (eğer birinci dereceden çözüm mümkünse) olarak düşünülebilir. Bu durum materyalin optik uymaya duyarlı tuzak dağılımına sahip olduğunda gerçekleşir. Bu durumda,

$$I_{OSL}(t) = \sum_{i=0}^m I_{i0} \exp(-t/\tau_i) \quad (2.16)$$

yazılabilir. Burada m farklı tesir kesitine sahip optik tuzak tiplerinin sayısıdır. Bøtter-Jensen ve arkadaşları (2000) kuvarsdan elde edilen OSL eğrilerinin genellikle hızlı, orta ve yavaş olmak üzere üç üstel bileşenden oluştuğunu rapor etmişlerdir. Ancak bozunma eğrisinin şekli genelde üstel bir fonksiyon değildir. Eş.2.15, uyarılan elektronun tekrar-tuzaklanma olasılığının ihmal edildiği durumda elde edilir. Tekrar-tuzaklanma hesaba katıldığında, bu basit model için ikinci ve genel dereceden eşitlik elde edilir (Thomsen 2004). Chen ve Leung (2002), OSL bozunma eğrilerinin basit bir üstel bozunum olmadığını ve *güçlü üstel* olarak adlandırdıkları Eş.2.16 daki ifadeye iyi fit olduğunu göstermişlerdir.

$$I_{OSL}(t) = I_0 \exp\left\{-\left(t/\tau_i\right)^\beta\right\} \quad (2.17)$$

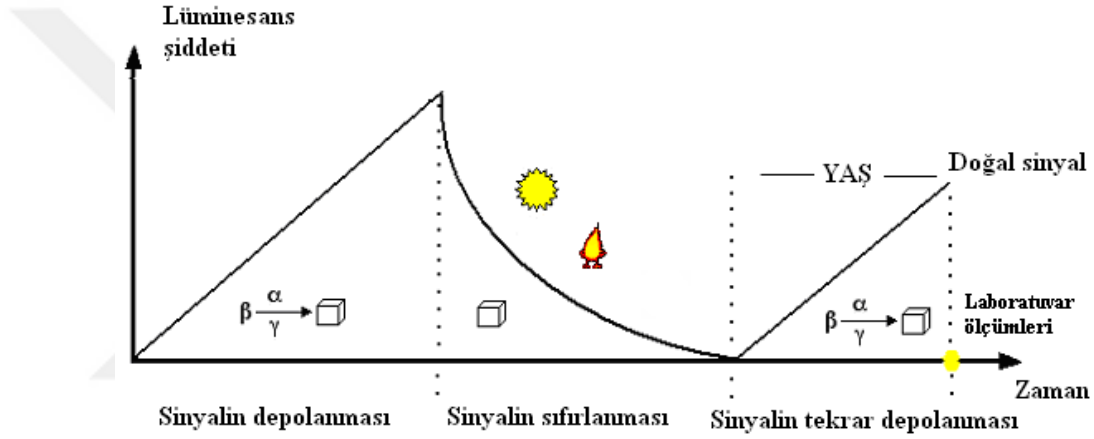
Burada $0 < \beta < 1$ arasında bir değere sahip olabilir.

2.5 Tarihlendirmede Lüminesans

Tarihlendirme için kullanılan materyaller doğal ortamlarında ışık veya ısı gibi uyarıcılardan uzakta bulunurlar. Bulundukları ortamda kendi içlerindeki ve çevrelerindeki radyoaktif maddelerden (çoğunlukla Uranyum-238, Toryum-232 ve Potasyum-40) dolayı sürekli radyasyona maruz kalırlar. Bu radyasyon malzemedeki bazı elektronları serbest hale geçirir. Serbest hale geçen bu elektronların bazıları kristal yapı bozukluklarının oluşturduğu tuzaklarda depolanır. Bu tür malzemeler gün ışığı veya ısıya maruz kaldıklarında depolanan elektronlar tuzaklardan ayrılarak lüminesans merkezleriyle birleşebilir. Bunun sonucunda depolanan lüminesans sinyali malzemedan silinmiş olur. Bu olaya lüminesans saatin sıfırlanması denir. Tabiatta, lüminesans saatin sıfırlanmasıyla ilgili bir gösterim Şekil 2.8’ de verilmiştir .

Genellikle, bir arkeolojik eserin lüminesans saati, eserin üretim aşamasındaki fırınlama esnasındaki ısı ile, bir jeolojik numunenin lüminesans saati ise bir önceki konumundan son konumuna taşınması (erozyon, rüzgar vb) sırasında maruz kaldığı gün ışığı ile sıfırlanır. Tarihlendirme çalışmalarının temel varsayımı, tarihlendirilecek numune için sıfırlanma olayının gerçekleşmiş olmasıdır .

Sıfırlanma işleminin gün ışığı ile olmasına örneğin bayazlatılması (bleaching) denir. Sıfırlanma işlemi çok uzun bir işlem değildir. Bir süre sonra yani materyalin ısı veya ışıkla olan bağlantısı kesildikten sonra lüminesans sinyal tekrar depolanmaya başlar. Örneğin sedimentlerdeki mineral tanecikleri gün ışığına maruz kalıp üzerleri tekrar başka taneciklerle kapanmaya başladığı an lüminesans saati çalışmaya başlar. Minerallerin gün ışığına maruz kalmasından laboratuvara getirilene kadar depolanan lüminesans sinyal laboratuvar ortamında aynı sıfırlayıcılar yani ısı veya ışık kullanılarak ölçülür. Isı kullanılarak ölçme işlemi TL tarihlendirme, ışık kullanarak ölçme işlemi OSL tarihlendirme olarak adlandırılır.



Şekil 2.8 Doğada lüminesans saatinin sıfırlanması ve tekrar çalışması (Vandenberghe 2004'den değiştirilerek alınmıştır)

Ölçülen lüminesans şiddet soğurulan doza bu dozda son sıfırlanma olayından bu yana geçen zamana yani yaşa dönüştürülür. Soğrulan doz miktarına eşdeğer doz (D_e) denir (Aitken 1985). Burada materyalin yaşı, lüminesansın depolanmaya başladığı anadan laboratuvara analiz için getirildiği süreyi temsil eder (Vandenberghe 2004).

Eşdeğer dozun yaşa dönüştürülmesi işlemi için materyalin bir yılda maruz kaldığı radyasyon dozunun belirlenmesi gerekir. Yıllık doz (D_a); numunenin, toprağın içinde bulunan radyoaktif elementlerden ve kozmik ışınlardan dolayı bir yılda soğurmuş olduğu dozdur. Tarihlendirme çalışmalarında çeşitli yöntemlerle belirlenen yıllık dozun, geçen zaman boyunca materyal tarafından sabit bir hızda soğurulduğu farzedilir.

Yaş, denklem 2.18'den de görüldüğü gibi eşdeğer dozun yıllık doza oranlanmasıyla hesaplanır (Aitken 1985). Bugüne kadar lüminesans yöntemlerle yaş tayini çalışmalarında elde edilen yaşlar onlarca yıldan milyonlarca yıla kadar değişim göstermiştir.

$$Yaş = \frac{Eşşdeğış \text{ Doz}(Gy)}{Yıllı \text{ Doz}(Gy / yu)} \quad (2.18)$$

2.6 Kaza Dozimetrisinde Lüminesans

Bir radyasyon kazası, endüstriyel uygulamalarda kullanılan radyoaktif materyallerden, askeri program aktivitelerinden, radyoaktif atıklardan ve iyonize radyasyon içeren tıbbi uygulamalarda düzgün olmayan kullanımdan dolayı bireylerin aşırı dozda ışınlaması veya bir materyalin zarar görmesi ile sonuçlanabilir. 1944-2000 yılları arasında 417 radyasyon kazası, en az bir insanın önemli derecede limitlerin üzerinde ışınlamasına yol açmıştır. Bu sayılara Hiroşima, Nagazaki ve Çernobil de gerçekleşen radyasyon kazaları sonrasında ışınlanan bireyler dahil değildir (Thomsen 2004).

Herhangi bir radyasyon kazasında genel insan nüfusunun aldığı radyasyon dozunun kalitatif değerlendirmesi, dozun yeniden belirlenmesi için uygun teknik ve prosedürlerin kullanımını gerektirir. Dozun yeniden belirlenmesi, halkın daha önce aldığı radyasyon dozunun tahmin edilmesi (dose reconstruction) olarak tanımlanabilir ve amaçları salgın hastalıkları inceleyen (epidemiolojik) çalışmalar için data sağlamak halkın genel durumu hakkında bilgi edinmek, kullanılan yöntemlerin ve hazırlıklı olma durumlarının geliştirilmesindeki araştırmalara yardım etmek şeklinde sıralanabilir (Anonymous 2002).

Geçmiş ışınlamalarda bireylerin aldığı radyasyon dozunun yeniden belirlenmesi radyoaktif veri kayıtlarının nümerik analizlerinin yanı sıra çeşitli fiziksel ve biyolojik ölçümler ile gerçekleştirilir. Lüminesansı temel alan katı hal dozimetri yöntemleri TL, OSL ve EPR bu alanda kullanılan fiziksel yöntemlerdir. Çevresel ölçümler ile radyoaktivitenin belirlenmesi çalışmaları da fizikler yöntemlerinden biridir.

Herhangi bir kazadan sonra kullanılacak en uygun fiziksel dozimetri yöntemi, çalışmanın amacına ve kazanın oluş şekline göre belirlenir (Tablo1). Dışarıdan (external) ışınlamalarda çevresel minerallerdeki serbest radikaller veya elektron tuzaklarında depolanan radyasyon dozu ölçülür. İçsel (internal) ışınlamalarda ise insan vücudundaki radyoaktif çekirdekler kullanılır.

Tablo 2.1 Dozu yeniden belirleme yöntemlerinin uygulama alanları (Thomsen 2004)

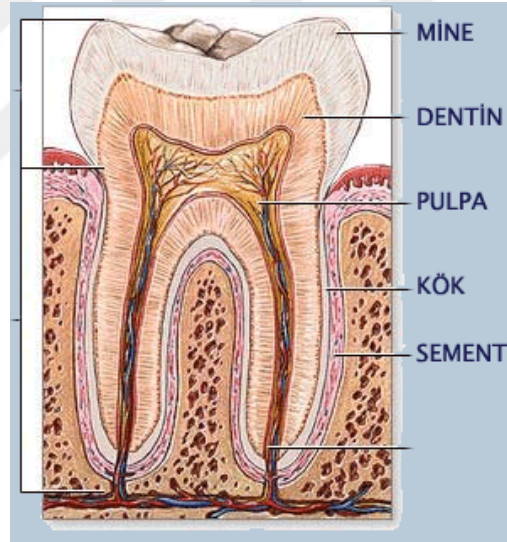
- 1: Çok uzun zaman önce ışınlamaya maruz kalmış bireylerde 100 mGy altındaki dozu belirleme ihtimali
2: Yüksek dedeksiyon sınırlarında ışınlamadan uzun süre sonraki sınır değerleri belirleme ihtimali
3: Nüfus gruplarında dozu belirleme ihtimali

Fiziksel Ölçüm Yöntemleri	İşinlamanın Tipi			
	Dışarıdan İşinlanma(external) gama	İçeriden İşinlanma (internal)		
		Alfa	beta	gama
1.Diş minesinde EPR 2.Seramiklerde lümİnesans	1 3	- -	2 -	1 -
3.Çevrede Radyoaktif çekirdek	3	3	3	3

Lüminesans tekniklerde dışarıdan ışınlamalarla gerçekleşen radyasyon kazalarında, binalardaki tuğla, kiremit ve porselen gibi kaza alanında bulunan yapı materyalleri, EPR tekniğinde ise bunlara ilaveten diş minesi kullanılarak soğurulan doz kazadan yıllar sonra bile değerlendirilebilir. Kaza dozimetrisi ve tarihlendirme uygulamalarında soğurulan dozu belirlerken kullanılan mineraller ve yapılan işlemler benzerdir. Temel fark, kaza dozu, doğal doz ile (yani tarihlendirme uygulamalarında belirlenen doz) üst üste binmektedir. Bu durumda doğal doz ölçülerek toplam dozdan çıkarılmakta ve kaza dozu belirlenmektedir (Thomsen 2004). Sonuç olarak lüminesans ve EPR radyasyonu izleyecek sistemlerin bulunmadığı kaza alanlarında doz belirlemede önemli veri sağlama potansiyeline sahiptirler (Botter jensen 2000).

2.7 Diş ve Kemiklerin Yapısı

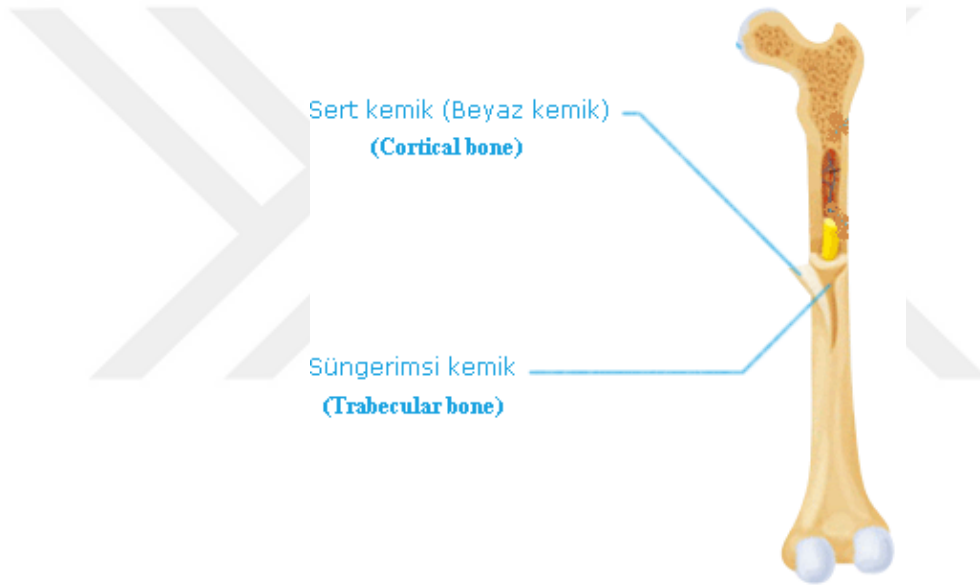
Diş: Mine (dış tabaka) ve dentin (iç tabaka) olmak üzere iki kısımdan oluşan sıkı bir yapıdır. Dişlerde mine tabakası dentinden daha serttir ve daha fazla kalsiyum fosfat kristali (hidroksiapatit) daha az kollojen proteini içerir. Diş ve kemiklerin inorganik maddesinin büyük bir kısmı kalsiyum ve fosfattan $\{Ca_3 (PO_4)_2\}$ yapılmıştır. Diş minesi gözenekli değildir ve %2 den daha küçük organik madde içine gömülmüş daha geniş kristallerden oluşur. Dentin, kemikte bulunan benzer materyallerden oluşmuştur fakat lifler daha yoğun paketlenmiştir ve kristalleri kemiğe göre daha geniştir. Dentin ve minedeki organik bileşenler her iki dokuda da farklılık gösterirler. Mine enameloid olarak adlandırılan küçük proteinlerden oluşurken dentin baskın olarak kollojen ve mineye göre daha geniş proteinlerden oluşmaktadır.



Şekil 2.9 Diş yapısı

Kemik: Organik ve inorganik kimyasallardan oluşan, yapısal olarak kompleks bir materyaldir. Kimyasal analizler sonucu kemiğin ana elementlerinin kollojen, kalsiyum, fosfat, su, karbonat ve küçük karışımlar olduğu gözlenmiştir. Kemiğin organik bileşenleri çoğunlukla kollojen ve diğer proteinlerden oluşur. Kollojen kemiğin en büyük proteini ve asidik bir polisakkarit materyaldir. Zor çözünen lifli bir yapıya sahiptir. İnorganik veya mineral kısmı ise baskın olarak karbonatlı hidroksiapatit

$\{Ca_9[(PO_4)_4.5(CO_3)_{1.5}](OH)_{1.5}\}$ yapıdan oluşur. Hidroksiapatit, kemiği katılaştıran yoğun bir inorganik dolgudur. Kalsiyum fosfat kristallerinden oluşur, kemiğe katılığını ve bükülmezliğini veren kollojen matris içine gömülüdür. İnsan kemiğinin kütle olarak 3 de 1' i kollojen içine gömülü bu kristallerden oluşur. Kemiklerdeki organik- inorganik bağlantısı çok yakındır ve protein kristal yapı içinde toplanmış durumdadır. Kemiğe sertliğini veren dış kısım kortikal kemik (cortical bone), süngerimsi yapıdaki iç kısım (trabecular bone) ise trabeküler kemik olarak adlandırılır (Şekil 2.8). Kortikal kemik yapısı trabeküler kemiğe göre daha fazla inorganik bileşen içermektedir (Horvath 2006)



Şekil 2.10 Kemik yapısı

İnsan kemiği, dentin ve minenin yüzde olarak miktarlarına bakıldığında inorganik madde bakımından en zengin olanı diş minesidir. Kemikteki inorganik kısım %65 civarında iken dentinde %70 ve minedede %97 dir (Tablo 2.2).

Kemiklerin farklı tipleri vücutta farklı fonksiyonlara hizmet ederler. Bu nedenle ayrı fonksiyonları olan kemikler farklı özelliklere sahiptir ve bu özelliklere uygun çeşitli

bileşenlerden yapılmıştır. Sonuç olarak her kemik türü için organik ve inorganik bileşen miktarları farklılık göstermektedir.

Çizelge 2.1 İnsan kemiği, dentin ve minenin yüzde olarak bileşen miktarları (Horvath 2006)

	Kemik	Dentin	Mine
Kalsiyum (Ca)	37,44	36,80	37,70
Fosfor(P)	16,7	17,62	17,80
Ca/P oranı	1.74	1,62	1,64
Potasyum (K)	0,03	0,05	0,08
Karbonat CO ₃	6,60	5,8	3,60
Toplam inorganik	65,0	70	97,0
Toplam organik	25,0	20	1,5
Su	10	10	1,5

Toprak altında uzun yıllar kalmış kemik ve diş örneklerinin diagenetik olarak incelenmesi sonucu organik kısımlarının giderek yok olduğu ve özellikle ılık ve nemli çevre şartlarında 10.000 yıl sonra bu örneklerde organik kollojen kalıntısına rastlanmadığı gözlenmiştir. Bu nedenle gömülü kemik ve diş mineralleri (inorganik kısım) genellikle organik yapıdan daha uzun süre canlı kalırlar. Organik kısmın giderek azalma nedeni hidroliz yani suyla bileşenlerine ayrılmasıdır (Hedges 2002, Horvarth 2006).

3. MATERİYAL ve YÖNTEM

3.1 Antropolojik İnsan Kemikleri Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirilmesi

Tez çalışmasının ilk kısmında insan kemiklerinin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihendirme çalışmalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı. Kemik örnekleri, Mardin'in Nusaybin ilçesindeki Kuru köy mevkiinde bulunan arkeolojik bir alandaki mezardan (nekropolis) alındı. Arkeologlar tarafından MÖ 330-MS 30 (hellenistik periyot) yılları arasında tarihendirilen bölgede Bakü-Ceyhan boru hattının kurulması sırasında yapılan arkeolojik ve jeolojik araştırmalarda birçok mezar bulunmuştur. Bölge halkının da bu tür mezarlar bulması üzerine gerek yerel gerekse dünya medyasında bu mezarlara olan ilgi bölgede yeni araştırmalar yapılmasına neden olmuştur.

Bölge MÖ 9. yüzyılın sonundan 7. yüzyılın sonuna kadar Urartu Hükümdarlığının yönetiminde kalmıştır. 7. yüzyılın sonunda ise Asur İmparatorluğu bölgede hakimiyeti ele geçirmiştir. Asur İmparatorluğundan sonra bölgede hellenistik yönetim MÖ 330'lu yıllarda başlamış ve MS 30 yılına kadar devam etmiştir. Helenistik yönetimin ardından bölge Batı Roma ve Bizans İmparatorluklarının yönetimine geçmiştir. Bizans İmparatorluğu sonrasında ise Ermeni ve Türklere ev sahipliği yapmıştır. Türk hükümdarlığı MS 11 yy' da Büyük Selçuklu İmparatorluğu ile başlamış ve halen devam etmektedir (Şenyurt 2006).

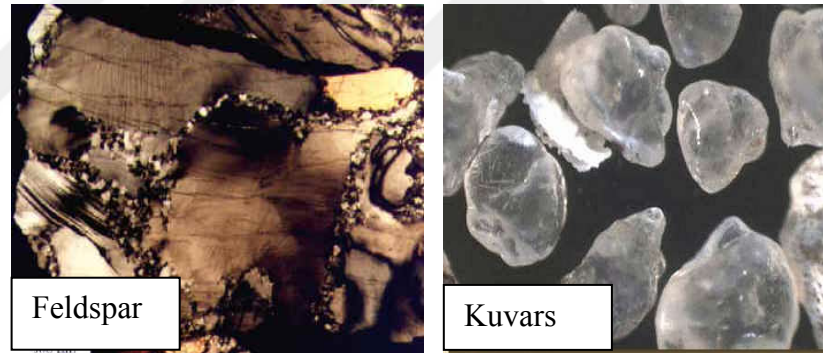
Birçok medeniyete ev sahipliği yapan bu bölge 2 metre yüksekliğinde ve 15 metre kare büyüklüğündeki sekiz oda mezardan oluşmaktadır. Bu oda mezarların eski mi yoksa yeni mi olduğu arkeologlar tarafından merak edilmektedir. Bu nedenle bölgedeki mezarlardan biri ile çalışılmasına karar verildi. Çalışmada kullanılan insan kemik örnekleri yüzeyden 2 metre derinlikten ve gece karanlığında zayıf kırmızı ışık feneri kullanılarak alındı. Kemik üzerine yapışmış toprakların IRSL tarihendirmesi literatürde bilinen bir uygulama değildir. Kemiklere yapışan toprak örneklerinin en son ışık gördüğü tarihin, ölen kişinin hangi dönemlerde yaşadığı hakkında fikir verip vermeyeceği yeni bir araştırma konusu olarak ele alındı (Meric vd. 2009). Kemik

üzerine yapışan toprak örneklerinin IRSL tarihlendirmesi rutin bir uygulama olmadığından bu örneğin yaşını kıyaslamak için aynı mezardan 3 adet arkeolojik çanak çömlek parçası alındı. Kıyaslama için kullanılacak çanak çömlek örneklerinin tarihlendirme çalışmaları doktora tezi kapsamında Kosal 2009 tarafından yapılmıştır.

Bu kapsamda Bölüm 3.1 ve alt başlıklarında kemiğin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihlendirmesinde kullanılan materyaller ve yöntemler hakkında bilgi verilmiştir.

3.1.1 Tarihlendirmede Kullanılan Mineraller

Lüminesans tekniklerde tarihlendirme ve kaza dozimetrisi çalışmalarında toprak, tuğla, kiremit, çanak-çömlek, porselen gibi malzemelerden çeşitli kimyasal yöntemler ile çıkarılan inorganik, doğal kuvars ve feldspat mineralleri kullanılmaktadır (Şekil3.1).



Şekil 3.1 Kuvars ve feldspat mineralleri

Bir mineralin lüminesans özellik gösterebilmesi için ısı veya ışık gibi uyarıcılardan uzakta iken çevredeki radyasyonu depolayabilme özelliğine yani kristal örgüsü içinde bir takım tuzaklara sahip olması gerekmektedir. İyi bir lüminesans materyal radyasyona yeterince duyarlı olmalıdır. Küçük dozlardaki radyasyona lineer veya basit bir fonksiyon şeklinde cevap verebilmelidir. Optik veya termal uyarmaya karşı hassasiyeti yüksek olmalıdır. Düşük etkin atom numarasına sahip olmalıdır. İyi fading (lüminesans sinyalin zamanla sönümü) karakteristiğine sahip olmalıdır, yani oda sıcaklığında kararlı lüminesans sinyali vermelidir .

Kuvars ve feldspat mineralleri toprakta ve topraktan yapılmış tüm malzemelerde bulunur ve iyi birer lüminesans materyaldir. Doğal olarak bilinen 11 feldspat olmasına rağmen doğada en çok bulunan feldspat çeşitleri potasyum feldspat (KAlSi_3O_8), sodyum feldspat ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) ve kalsiyum feldspat ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) 'dır. Bu feldspat türlerinin yoğunlukları $2.5-2.6 \text{ g/cm}^3$ arasında değişmektedir. Tarihlendirme uygulamalarında genellikle potasyum feldspatlar kullanılmaktadır. Kuvars minerali ise silisyum dioksit (SiO_2) kimyasal formuna sahiptir ve yoğunluğu $2.65-2.66 \text{ g/cm}^3$ arasındadır.

Her iki mineralde iyi lüminesans özellik göstermelerine rağmen farklı lüminesans karakteristiklerine sahiptir. Feldspat, OSL tekniğinde kullanıldığında 800-900 nm dalga boyundaki kızıl ötesi (infrared) uyarıma hassastır. IRSL tarihlendirme çalışmalarında kullanılır. Kuvars OSL tekniğinde kullanıldığında 430-550 nm dalga boyu aralığındaki mavi ışığa hassastır ve OSL tarihlendirme çalışmalarında kullanılır (Wintle 1997, Aitken 1998, Bøtter-Jensen 2003).

Kuvars ve feldspat minerallerinin farklı lüminesans karakteristiklerine sahip olması tarihlendirme çalışmalarında bu iki mineralin karışımı olan poliminerallerin kullanılmasına olanak sağlamaktadır. Polimineral örnek hazırlanarak OSL okuyucu sistemindeki mevcut uyarma sistemine göre IRSL ve/veya BLSL tarihlendirme yapmak mümkündür. Tarihlenecek örnekteki minerallerden OSL okuyucularında etkin bir lüminesans elde edebilmek için örnekteki istemeyen (yani lüminesans vermeyecek olan) bir takım minerallerin (karbonat ve organik maddeler) örnekten uzaklaştırılması ve minerallerin uygun tanecik büyüklüğüne getirilmesi gerekir. Örneğin durumuna göre ince tanecikler ($<20\mu$) veya kalın tanecikler ($90-250\mu$) kullanılmaktadır. Karbonat ve organik maddelerden arındırıldıktan sonra uygun tanecik büyüklüğüne getirilen mineraller, paslanmaz çelik veya alüminyum diskler üzerine homojen bir şekilde depolanarak ölçüm tabletleri hazırlanır.

Kemiklerin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihlendirmesinde, toprak örnekleri kemiklerin üzerinden bir fırça yardımıyla alındıktan sonra hidroklorik asit (HCl) ve hidrojen peroksit (H_2O_2) kimyasalları ile belli sürelerde yıkanarak sırasıyla

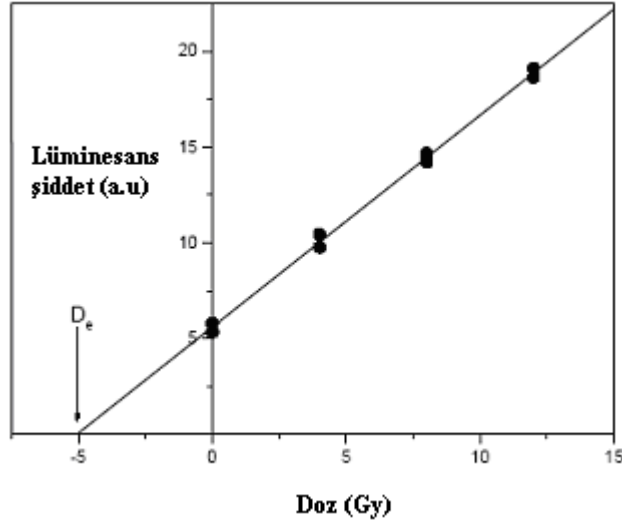
karbonat ve organik maddeden arındırıldı. Örnek hazırlama prosedürü olarak ince tanecik (fine grain) polimineral hazırlama prosedürü kullanıldı (Zimmerman 1971).

3.1.2 Eşdeğer Doz (De)

Bir malzeme gün ışığı veya ısı ile son sıfırlanma olayından sonra gömü boyunca toprakta bulunan radyoaktif elementlerden yayınlanan radyasyonu soğurur. Bu doğal nükleer radyasyon toryum-232 (^{232}Th), uranyum-238 (^{238}U) ve potasyum-40 (^{40}K) radyoaktif çekirdeklerinin bozunumu sırasındaki alfa (α) beta (β) parçacıkları ve gama(γ) ışınlarından kaynaklanır. Malzemenin soğurduğu bu doza eşdeğer doz (De) denir. Soğurulan doz, maddenin birim kütlesi başına iyonlaştırıcı radyasyon tarafından verilen enerjinin bir ölçüsüdür ve birimi rad (radiation absorbed dose) olup, 1 gram madde tarafından 100 erg'lik enerji soğurulmasına eşittir. Soğurulan doz için uluslararası birim (SI) ise gray (Gy)' dir ve kilogram başına madde tarafından 1 joule'lük enerji soğurulması olarak tanımlanır (Aitken 1998).

Minerallerde biriken eşdeğer dozu belirlemek için bir takım yöntemler geliştirilmiştir. Bu yöntemler kabaca doz ekleme (additive dose) ve dozu yeniden oluşturma (regeneration dose) yöntemleri olmak üzere iki ana başlık altında toplanabilir.

Doz ekleme veya başka bir deyişle ekstrapolasyon yönteminde, her bir grupta altı veya daha fazla tablet olacak şekilde bir kaç grup tablet hazırlanır. Bir grup sadece doğal OSL şiddetini ölçmek için kullanılır. Üzerinde doğal OSL şiddetini taşıyan diğer gruplara ise laboratuvar da doz hızı bilinen bir radyasyon kaynağı (genellikle Sr-90 beta) ile doğal dozun üzerine eklemeler yapılır. Ölçümler öncesi tüm gruplar kararsız tuzakların boşaltılması için ön ısıtma işlemine tabi tutulur. Doğal dozun üzerine eklenen dozlar ve bunlara karşılık gelen lüminesans sinyalleri kullanılarak Şekil 3.2' de verilen doz cevap eğrisi çizilir. Elde edilen noktalardan geçen en uygun doğru seçilir. De' yi belirlemek için geriye ekstrapolasyon yapılarak doğrunun ilave doz eksenini kestiği nokta belirlenir (Aitken 1998).



Şekil 3.2 Eklemeli doz yöntemi ile eşdeğer dozun belirlenmesi (Aitken 1998’ den değiştirilerek alınmıştır)

Yineleme doz yönteminde ise doğal dozu taşıyan tabletler, lüminesans ölçümleri yapılarak sıfırlanır. Ardından aynı tabletler laboratuvarda doz hızı bilinen bir radyasyon kaynağıyla (genellikle Sr-90 beta) dozlanarak ölçülen OSL şiddetleri doğal OSL şiddeti ile karşılaştırılır. Doğal OSL şiddetinin gözlemlendiği laboratuvar dozu eşdeğer doz olarak belirlenir (Şekil 3.3). Bu yöntemin avantajı ekstrapolasyona gerek duymadan yalnızca interpolasyon yaparak lineeriteden sapmadan kaynaklı hataları azaltmasıdır. Eğer doğal sinyalin ölçümü ile yeniden oluşturulan dozlar arasındaki ölçümlerde doz başına OSL örnek hassasiyeti değişiyor ise belirlenen eşdeğer doz hatalı olacaktır. Bu durumda hassasiyet değişimlerini örneklerle yansıtmak gerekecektir. Ancak bu değişimlerin göz önüne alındığı iyileştirilmiş yeniden oluşturma doz yöntemleri şu an sadece kuvars için geçerlidir (Aitken 1998). Otomatik olmayan OSL okuyucularda bu iyileştirilmiş yeniden oluşturma doz yöntemlerini kullanmak oldukça zahmetlidir.

Doz ekleme ve dozu yeniden oluşturma yöntemleri de kendi arasında çok tablet ve tek tablet ölçüm protokolleri olmak üzere ikiye ayrılmaktadır.

Çok disk protokollerine, çok tablet eklemeli doz (MAAD) ve çok tablet yineleme doz (MARD) protokolleri örnek olarak verilebilir. Çok tablet protokollerinin dezavantajı, fazla sayıda tablete ve dolayısı ile fazla miktarda numuneye ihtiyaç duymasıdır. Bu nedenle örnek hazırlama ve ölçüm işlemleri oldukça uzun zaman almaktadır. Aynı

zamanda bu protokoller, tablettten tablete lüminesans hassasiyetinin değışmesi nedeni ile normalizasyon yapmayı gerektirmektedir. Dezavantajlarına ve daha üstün protokoller geliştirilmiş olmasına rağmen eşdeğer doz belirlemede halen kullanılmaktadır (Vandenberghe 2004, Atlıhan 2008, Meric vd. 2009).

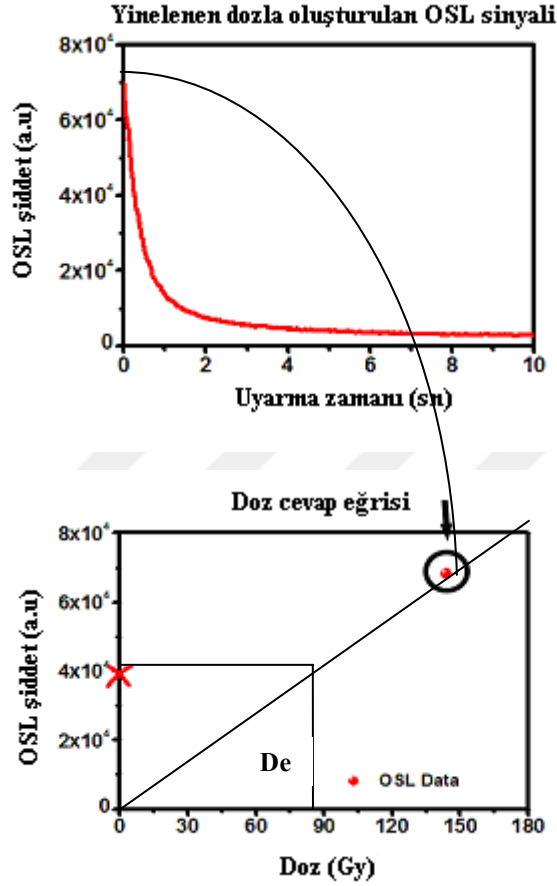
Tek tablet protokollerine ise tek tablet yineleme ve eklemeli doz (SARA), Tek tablet eklemeli doz (SAAD) ve tek tablet yineleme doz (SAR) protokolleri örnek olarak verilebilir. Tek tablet protokolleri ile prensipte en az 1 tablet kullanılarak eşdeğer doz ölçümü yapabilmektedir. Çok tablet protokolleri ile karşılaştırıldığında birçok avantaja sahiptirler. Örneğin tabletler arasında normalizasyon yapmaya gerek yoktur. Tek bir De yüksek kesinlikle belirlenebilir. Daha az örneğe ihtiyaç duyulur. Daha kısa zamanda ölçüm alınabilir ve istatistiksel hata daha azdır (Vandenberghe 2004).

Farklı ölçüm protokolleri ve yöntemleri her geçen gün artmaktadır. Açıkçası hangi yöntemin ve ölçüm protokolünün eşdeğer dozu belirlemekte en yüksek kesinliği sağladığı çok açık değildir. Kullanıcılar örnek miktarlarına, bilgilerine ve laboratuvar imkanlarına göre kendilerine bir yöntem ve ölçüm protokolü seçmekte ve eşdeğer dozu belirlemektedir. Genellikle sonuçlar birkaç yöntem ve ölçüm protokolü kullanılarak karşılaştırılmaktadır.

Kemiklerin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSI tarihlelendirmesinde toprak örneklerinden çıkarılan polimineraller üzerindeki eşdeğer doz, Spooner vd. 1990 tarafından geliştirilen ve 780-880 nm dalga boyunda IR LED' leri içeren Elsec 9010 optik tarihleme sistemi kullanılarak SAR protokolü ile belirlendi.

Bu protokolde bir veya birkaç tablet hazırlanarak önce örneğin doğal OSL şiddeti ölçülür. Böylece ışığa duyarlı tuzaklarda tuzaklanmış elektronlar boşaltılır. Daha sonra aynı tabletlere laboratuvar dozu (yineleme dozu) verilir ve yeniden oluşturulan OSL şiddeti ölçülür. Bu işlem değışen laboratuvar dozlarında birkaç kez tekrarlanır ve doz ile OSL şiddetinin değışiminin nasıl olduğunu gösteren doz cevap eğrisi (büyüme eğrisi) çizilir (Şekil 3.3). Eğride doğal lüminesans sayımına karşılık gelen doz değeri

belirlenerek eşdeğer doz tespit edilir. Doğal sinyal ve yeniden oluşturulan doz ölçümlerinden önce ön ısıtma yapılır.



Şekil 3.3 SAR protokolü ile eşdeğer doz hesabı için çizilen doz cevap eğrisi

Eşdeğer dozu belirlerken kullanılan protokollerin yanı sıra numunelere uygulanan ön ısıtma ve uyarma süresi, elde edilen doz cevap eğrilerinin değerlendirilmesi ve çalışma ortamındaki ışık koşulları önemlidir.

Ön ısıtma: Uyarıcı bir etken olmadan kendiliğinden kısa süre içerisinde boşalan tuzaklara kararsız (sığ) tuzaklar denir. Doğal OSL şiddeti ile laboratuvar da yeniden oluşturulan OSL şiddetlerini karşılaştırmak için OSL bozunum eğrilerinde görülen kararsız tuzakları kaldırmak gerekir. Bunu yapmanın bir yolu materyale ön ısıtma (yani; OSL ölçümünden önce materyali ısıtmak) uygulamaktır. Ön ısıtma, kararsız tuzakların

boşalmasını sağlarken tarihleme amaçlı kullanılan tuzakların boşalmasına neden olmamalıdır.

Ön ısıtma sıcaklığının tespiti için bu amaçla hazırlanmış mineral tabletleri, seçilen sabit bir süre boyunca genellikle 160- 300 °C sıcaklık aralığında değişen farklı sıcaklıklarda sabit bir ısıtma hızı ile ısıtılır. Değişen sıcaklıklarla ölçülen lüminesans miktarı arasında bir grafik çizilir. Oluşan eğride genellikle sıcaklık arttıkça lüminesansın düştüğü gözlemlenir. Bununla birlikte eğride artan sıcaklığa rağmen lüminesansın değişmediği kararlı, düz bir plato bölgesi bulunur. Bu düz bölgenin başlangıcına kadar olan düşme kararsız tuzakların boşalmasını, düzlüğün bitiminde yeniden başlayan düşme de tarihleme amacıyla kullanılan tuzakların boşalmasını temsil etmektedir. Bundan dolayı genellikle, oluşan düzlüğün orta noktası uygun ön ısıtma sıcaklığı olarak seçilir. Ön ısıtma süresinin tespiti için uygun görülen ön ısıtma sıcaklığı sabit tutularak numune farklı sürelerde fırınlanır, lüminesans ölçümleri yapılır ve değişen sürelerle ölçülen lüminesans miktarı arasında bir grafik çizilir. Bu grafikte oluşan eğride de bir plato oluşur ve platonun orta noktası uygun süre olarak seçilir (Atlıhan 2008).

Uyarma süresi:

Minerallerde depolanan eşdeğer dozun hassas bir şekilde belirlenebilmesi için tarihlendirmede kullanılacak tuzakların tamamının boşaltılması gerekmektedir. Bu durumu sağlayabilmek için çalışmalarda seçilen ışık kaynağına ve minerale göre uygun uyarma süresi belirlenmelidir. Uygun uyarma süresi, ışıkla uyarma sonrasında lüminesans sayımları taban seviye sayımlarına (background) düşürebilen süredir.

OSL Doz cevap eğrisi:

Bir numunenin soğurmuş olduğu doza karşı ölçülen OSL şiddetini gösteren eğriye, doz cevap eğrisi denir. OSL' da doz cevap eğrisi çizilirken doğal veya sonradan verilen dozlarda elde edilen bozunum eğrilerinin altında kalan alan esas alınır. Değerlendirmeye alınacak alan değeri, kullanılan mineral çeşidine ve uyarma süresine göre değişiklik gösterir. Taban seviye sinyalinin altında kalan alan, doz sinyalinin

altında kalan ve değerlendirmeye alınan alan değerinden çıkarılarak net IRSL veya net OSL şiddeti belirlenerek doz cevap eğrisi çizilir. Tarihlendirme çalışmalarında elde edilen doz cevap eğrilerinde doğrusal veya üstel artış gösteren bölge kullanılmaktadır. Doğrusal veya üstel artışın sona erdiği noktaya “doyum noktası” denir. Kullanılan mineral çeşidinin değişmesiyle doyum noktası farklı değerler alabilir. Sağlıklı bir ölçüm için eşdeğer dozun veya laboratuvar da verilen yapay dozların doyum noktası ve üzerindeki bölgede olmaması beklenir (Aitken 1985).

Çalışma ortamındaki ışık koşulları:

OSL’da jeolojik veya arkeolojik malzemelerin tarihlendirilebilmesi bu malzemelerde bulunan minerallerin geçmişte bir zaman ışık veya ısı etkisi ile lüminesans saatinin sıfırlanmış olması ile mümkündür. Işık ve ısıya olan bu duyarlılık malzemenin tarihlendirilebilmesini sağlarken malzemelerin araziden alınmasından lüminesans ölçümlerine kadar geçen sürede ışık veya ısı görmesi, tuzakların boşalmasına ve eşdeğer doz hesabında büyük hata yapılmasına neden olmaktadır. Bu nedenle tarihlendirme çalışmalarında kullanılan malzemeler hem arazi hem de laboratuvar çalışmaları sırasında herhangi bir ışığa veya yüksek sıcaklığa maruz kalmamalıdır. Malzemeler araziden alındıktan sonra gün ışığından ve yüksek sıcaklıktan muhafaza edilecek şekilde paketlenerek laboratuvara getirilmelidir.

OSL ile yapılacak analizlerde laboratuvar da minerallerin ayrıştırılması ve tabletlerin hazırlanması düşük şiddetli ve düşük enerjili ışık kaynakları ile aydınlatılan karanlık bir odada yapılmalıdır. Laboratuvar da aydınlatma koşulları numunelerdeki tuzakların boşalmasına ve dolayısı ile doğal lüminesans şiddetinde bir azalmaya neden olmamalıdır.

3.1.3 Yıllık Doz (Da)

Yıllık doz adından da anlaşılacağı gibi örneğe gömü boyunca çevresindeki doğal nükleer radyasyondan gelen bir yıldaki doz miktarıdır. Tarihlendirme çalışmalarında bu doz miktarının geçen süre boyunca materyale sabit bir hızda geldiği kabul edilir. Yıllık

doz yani doğal doz hızı bin yıl başına gray (Gy/ka) veya yıl başına miligray (mGy/a) olarak ifade edilir.

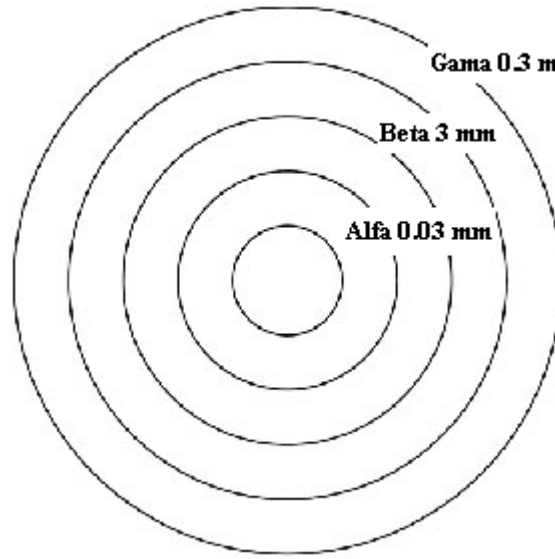
Yıllık doz belirlenirken toprakta doğal olarak bulunan ^{232}Th , ^{238}U ve ^{40}K 'ın yayınladığı α , β parçacıkları ve γ ışınlarından gelen doz hızları ile malzemenin alındığı derinliğe, enleme, boylama bağlı olarak değişen kozmik radyasyondan gelen x ışınlarının doz hızları hesaplanır. Malzeme toprakta gömülü ise hem kendi içerisinde (internal) hem de topraktan gelen (external) tüm bu doz hızları toplanarak malzemenin toplam yıllık dozu belirlenir.

Çizelge 3.1' de ^{232}Th , ^{238}U ve ^{40}K 'ın radyoaktif bozunma şemaları gösterilmiştir. ^{40}K 'ın doğal potasyumdaki yoğunluğu yaklaşık %0.01 dir. Beta ve gama radyasyonu yayınlam. ^{232}Th ve ^{238}U ise bunlara ilaveten alfa parçacıkları yayınlam.

Çizelge 3.1 Toryum, uranyum ve potasyum için radyoaktif bozunum şemaları (Aitken 1985' den değiştirilerek alınmıştır)

<u>Uranyum / radyum serisi</u>		<u>Toryum serisi</u>		<u>Potasyum serisi</u>	
<i>Radyoaktif element</i>	<i>Yarı ömür</i>	<i>Radyoaktif element</i>	<i>Yarı ömür</i>	<i>Radyoaktif element</i>	<i>Yarı ömür</i>
Uranyum-238	4,47 x 10 ⁹ yıl	Toryum-232	14 x 10 ⁹ yıl	Potasyum-40	1,25 x 10 ⁹ yıl
(1 α , 2 β)		(1 α)		%10,5	%89,5
Uranyum-234	245 x 10 ³ yıl	Radyum-228	6,7 yıl	x (1,46MeV)	β (1,36MeV)
(1 α)		(1 α ,2 β)			
Toryum-230	75 x 10 ³ yıl	Radyum-224	3.6 gün		
(1 α)		(1 α)			
Radyum-226	1600 yıl	Radon-220 (toron)	55 saniye	Argon-40	
(1 α)		(1 α)			
Radon-222	3,82 gün	Polonyum-216	0,16 saniye		
(3 α , 2 β)		(2 α , 2 β)			
Kurşun-210	22 yıl	Kurşun-208	(kararlı)		
(2 β)					
Polonyum-210	138 gün				
(1 α)					
Kurşun-206	(kararlı)				

Şekil 3.4 α , β parçacıklarının ve γ ışınlarının toprağa veya topraktan yapılmış bir malzemeye giricilik güçlerini göstermektedir. Herhangi bir radyoaktif çekirdekten yayınlanan α parçacıkları toprakta 0.025 mm (25 μ) civarında bir giricilik gücüne sahipken β parçacıkları birkaç mm ve γ ışınları birkaç metreye uzanan giricilik gücüne sahiptirler. α parçacıkları ağır parçacıklar olduğundan toprak içerisinde yavaş ilerleyerek daha çok iyonize etme gücüne ve dolayısıyla enerjisini kısa zamanda tüketme eğilimine sahiptir. Toprakla etkileştiği zaman toprakta bulunan feldspat veya kuvars minerallerinin içerisinde daha çok iyonizasyon yaparak kristal yapıdaki kusurlarda daha çok elektron tuzaklayabilir. Ancak α parçacıklarının bu yüksek iyonizasyonu bir kuvars veya feldspat taneciğinin en dış kısmında yaklaşık 0.1 μ olan çok dar bir bölgede gerçekleşir. β ve γ da ise küçük dozlarda bile iyonizasyon taneciğinin hemen her yerinde homojen ve sürekli bir şekilde gerçekleşmektedir (Aitken 1998).



Şekil 3.4 Farklı tipteki nükleer radyasyonların topraktaki mineral taneciklerine giricilik güçleri (Aitken 1998'den değiştirilerek alınmıştır)

Bu nedenle tarihleme çalışmalarında kullanılan mineralin tanecik boyutu ve türüne göre yıllık doz hesabı farklılık gösterir (Aitken 1998). Kemiğin üzerine yapışan toprak örneklerinin IRSI tarihlendirmesinde ince tanelerle tarihlendirme (fine grain dating) yapıldı. Bu nedenle ince taneciklerde yıllık doz denklemleri verilecektir. İnce tanelerle yapılan tarihlemelerde α parçacıklarının doz hızına etkisini ihmal etmemek için <20 μ m

boyutlu tanecikler kullanılır (Tanır vd. 2005). Bu nedenle bu çalışmada <20 µm boyutlu ince polimineral tanecikleri kullanıldı.

İnce taneciklerde yıllık doz, eşitlik 3.1 ile ifade edilir.

$$YıllıkDoz = aD_{\alpha} + D_{\beta} + D_{\gamma} + D_{kozmik} \quad (3.1)$$

Burada D_{β} , D_{γ} , D_{kozmik} , sırasıyla, beta, gama ve kozmik ışın doz hızını gösterir. aD_{α} ise efektif alfa katkısını ifade eder. Alfa radyasyonunun menziline beta ve gamaya göre kısa olması nedeniyle, ince taneciklerde lüminesans oluşturma verimliliği beta ve gamaya göre daha düşüktür. Bu yüzden a alfa zayıflatma katsayısı kullanılarak alfa katkısı azaltılır. a ile verilen büyüklük alfa radyasyonunun örnekte oluşturduğu lüminesansın betanın oluşturduğu lüminesansa oranıdır. Laboratuvar da a değerini belirlemek için Sr-90 beta kaynağının yanı sıra bir Am-241 alfa kaynağına ihtiyaç vardır. Bu kaynak laboratuvar da bulunmadığı zaman tipik bir toprak örneği için a katsayısı 0.15 kabul edilebilir (Aitken 1985). Bu nedenle kemiğin üzerine yapışan toprak örneklerinde a değeri 0.15 olarak alındı.

Uranyum ve toryum çekirdeklerinden yayınlanan alfa, beta, gama ile potasyumdan yayınlanan beta ve gama katkıları göz önünde bulundurulduğunda eşitlik 3.1 deki her bir doz hızı aşağıdaki gibi daha ayrıntılı bir şekilde yazılabilir.

$$D_{\alpha} = D_{\alpha,Th} + D_{\alpha,U} \quad (3.2)$$

$$D_{\beta} = D_{\beta,U} + D_{\beta,Th} + D_{\beta,K} \quad (3.3)$$

$$D_{\gamma} = D_{\gamma,U} + D_{\gamma,Th} + D_{\gamma,K} \quad (3.4)$$

$D_{\alpha,U}$, $D_{\beta,U}$, $D_{\gamma,U}$ sırasıyla uranyumdan gelen alfa, beta ve gama katkılarını $D_{\alpha,Th}$, $D_{\beta,Th}$, $D_{\gamma,Th}$ ise toryumdan gelen alfa, beta ve gama katkılarını göstermektedir. $D_{\beta,K}$, $D_{\gamma,K}$ sembolleri ise potasyumdan gelen beta ve gama katkılarını ifade etmek için kullanılır.

Tarihlenecek materyaldeki doz hızı hesaplanırken örneğin nemlilik derecesi de göz önünde bulundurulmalıdır. Su, radyoaktiviteyi soğurarak azaltır ve bu nedenle kuru ve nemli örnekler karşılaştırıldığında doz hızları farklılık gösterir. Örneğin nemlilik derecesi deneysel olarak belirlenebilmesine rağmen geçen zaman boyunca nasıl değiştiğini bilemiyor olmamız kesinliğe ciddi bir sınır koyar. Bununla birlikte geçen zaman boyunca varolan nem miktarı için bir yaklaşım kullanılabilir. Bu yaklaşımda geçen zaman boyunca malzemede tutulan ortalama su miktarı için iki parametre kullanılır. Bu parametrelerden birincisi, numunenin kütlece maksimum su tutma oranı (W), diğeri maksimum su tutma oranının kesridir (F). W ile F' in çarpımı geçen zaman boyunca numunenin kütlece su tutma miktarını verir. Burada, W değeri deneysel işlemlerle tespit edilirken, F değeri için bir kabul yapılır. Literatürde F' in büyüklüğü olarak, bazı değerler önerilmesine rağmen malzemenin alındığı bölgenin iklim şartları da göz önüne alınarak, araştırmacı tarafından uygun görülen bir değer kabul edilebilir (Aitken 1985).

Nemlilik derecesini veren W ve F nicelikleri de hesaplara katıldığında yıllık doza alfa beta ve gamadan gelen katkıların hesaplandığı denklemler yeniden düzenlenerek eşitlik 3.5-3.7 deki gibi verilir.

$$D_{\alpha, \text{nemli}} = \frac{D_{\alpha, \text{kuru}}}{1 + 1,5.W.F} \quad (3.5)$$

$$D_{\beta, \text{nemli}} = \frac{D_{\beta, \text{kuru}}}{1 + 1,25.W.F} \quad (3.6)$$

$$D_{\gamma, \text{nemli}} = \frac{D_{\gamma, \text{kuru}}}{1 + 1,14.W.F} \quad (3.7)$$

Bu tez çalışması kapsamında kullanılan antropolojik kemiklerin üzerine yapışmış toprak örnekleri kapalı ve kuru bir bölgeden alındığı için örneğin sadece laboratuvara geldiği andaki nem durumu göz önüne alındı ve geçen zaman boyunca değişmediği varsayıldı.

Yıllık doz hesabı için gerekli olan alfa beta ve gama radyasyon katkılarının belirlenmesi işlemi dolaylı ve direkt yöntemler olmak üzere iki şekilde incelenebilir. Direkt

yöntemde örneğin alındığı yere $TLD_{Al_2O_3}$ (Alüminyum oksit termoluminesans dozimetre) 'ler en az altı ay boyunca gömülerek bu dozimetrelerden alınan sonuç direkt olarak yaş denkleminde yıllık doz yerine konur. Dolaylı yöntemlerde ise örnek içerisindeki ve çevresindeki uranyum-238, toryum-232 ve potasyum-40 miktarları Gama Spektrometresi, X ışın spektrometresi (XRF), Alfa Sayım Tekniği (AST), İndüktif Eşleşmiş Plazma ve Kütle Spektrometresi (ICPMS) , Nötron Aktivasyon Analizi (NAA) gibi ölçüm yöntemleri ile belirlendikten sonra yıllık doz hesaplanabilir. Yıllık dozu hesaplarırken birim spesifik aktivite ve birim konsantrasyon başına alfa, beta ve gama doz katkıları sırasıyla Aitken 1985' deki tablo 4.3 ve tablo 4.4'den faydalanılabilir.

Bu çalışmada kemik üzerine yapışmış toprak örneklerinin yıllık dozunu belirlemede uranyum ve toryumdan gelen alfa, beta ve gama doz katkıları AST, potasyumdan gelen beta ve gama katkıları ise XRF teknikleri ile belirlendi.

Alfa sayım tekniğinde, örnekten gelen alfa parçacıkları, sadece alfa parçacıklarına duyarlı bir sintilatör tabaka (ZnS) yardımı ile sayılabilir. Yıllık doz hızı tespitlerinde kullanılan, EMI 6097B tipinde fotoçoğaltıcı tüpe sahip Elsec 7286 alfa sayma sisteminde örnekten gelen alfa parçacıklarının U ve Th izotoplarının hangilerinden geldiği çift sayım tekniğiyle ayırt edebilmektedir. Bu özellik, izotopların yaydığı parçacıkların ve ışınların enerjilerin bilinmesi sayesinde izotopun yıllık doza beta ve gama katkısını da hesaplamaya imkân sağlar. Bu sistem, sayım hızının düşük olduğu çalışmalarda kullanılmak üzere geliştirilmiştir.

Bu sistemde alfa sayımı yapılırken, örnekler bir mika (perspeks) kap içinde bulunan çinko sülfür (ZnS) ekranın üzerine yerleştirilerek PM tüpün üzerine oturtulur. Örnekten çıkan her alfa parçacığı ekrana çarparak ışık üretir. Bu ışık PM tüpte foto elektronlar üretilmesine neden olur. Bu foto elektronlar bir elektrik pulsu olarak sayıcıda kaydedilirler.

AST ile yıllık dozu mGy/yıl biriminde belirlemek için aşağıda verilen denklemler kullanılır (Aitken 1985).

$$D_{\alpha(U,Th)} = \frac{1,28.a.\alpha_{U,Th}}{1 + 1,5.W.F} \quad (3.8)$$

$$D_{\beta(U,Th)} = \frac{0,072.b.\alpha_{U,Th}}{1 + 1,25.W.F} \quad (3.9)$$

$$D_{\gamma(U,Th)} = \frac{0,085.\alpha_{U,Th}}{1 + 1,14.W.F} \quad (3.10)$$

Burada $D_{\alpha(U,Th)}$: uranyum ve toryumdan kaynaklanan yıllık alfa dozunu, $D_{\beta(U,Th)}$: uranyum ve toryumdan kaynaklanan yıllık beta dozunu, $D_{\gamma(U,Th)}$: uranyum ve toryumdan kaynaklanan yıllık gama dozunu, $\alpha_{U,Th}$: uranyum ve toryumdan kaynaklanan alfa parçacıklarının sayım hızını (sayım/1000 saniye biriminde ekranda okunan değer), a: alfa zayıflatma katsayısını, b: <20 μ boyutunda olan ince tanecikler için 1, 100 μ civarındaki kalın tanecikler için 0.9 olan beta zayıflatma katsayısını ,W ve F ise sırasıyla numunedeki nem tutma yüzdesi ve örneğin geçen zaman boyunca bu nemi tutma kesrini ifade etmektedir.

Yıllık doza katkıda bulunan diğer bir doğal radyoizotop da beta ve gama salınımı yapan ^{40}K ’ dır. Düşük seviye alfa sayıcısı içerisindeki ZnS tabaka sadece alfa parçacıklarına duyarlı olduğundan malzememe içerisinde alfa parçacığı salınımı yapmayan ^{40}K radyoizotopunun ölçümü için XRF spektrometresi kullanıldı. Analizler Ankara Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümünde laboratuvarında bulunan ve Si(Li) yarıiletken bir detektöre sahip olan XLAB– 2000 PEDXRF spektrometresinde yapıldı.

Potasyumdan gelen beta ve gama katkıları ise XRF tekniği ile belirlendiğinde kullanılan yıllık doz denklemleri ise aşağıdaki gibidir.

$$D_{\beta(K)} = \frac{0,853.m}{1 + 1,25.W.F} \quad (3.11)$$

$$D_{\gamma(K)} = \frac{0,241.m}{1 + 1,14.W.F} \quad (3.12)$$

Burada m: potasyumun örnekteki yüzde miktarını ($m = \%K_2O.1,205$), $D_{\beta(K)}$: potasyumdan kaynaklanan yıllık beta dozunu, $D_{\gamma(K)}$: potasyumdan kaynaklanan yıllık gama dozunu ifade etmektedir.

3.2 Deproteinize Edilmiş Antropolojik Diş ve Kemiklerin Lüminesans Ölçümleri

Tezin bu bölümünde hidroklorik asit (HCl) + hidrojen peroksit (H₂O₂), hidrazin (N₂H₄), ve son olarak da etilendiamin (H₂NCH₂CH₂NH₂) kimyasalları ile deproteinize edilen antropolojik insan kemikleri ile insan ve domuz dişi örneklerinin OSL tekniğinde tarihlendirme uygulamalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı. Kullanılan her üç kimyasalında ortak özelliği ,sıkı kemiklerdeki organik yapının, radyasyonu depolayan inorganik yapıya zarar vermeden etkili eliminasyonu yani deproteinizasyonu için kullanılmasıdır (Cathrina vd. 1972, Termine 1973).

Kemiklerin farklı tipleri farklı fonksiyonlara hizmet ettiği için her kemik türünde inorganik mineral miktarıda farklıdır (Horvath 2006). Bu nedenle İlk etapta Mersindeki bir mezardan alınan ve arkeologlar tarafından en az 100 yıl önce gömüldüğü belirtilen kemik ve domuz dişi örnekleri lüminesans tekniklerde sıklıkla kullanılan inorganik kuvars ve feldspat minerallerinin karışımını (polimineral) hazırlamakta kullanılan HCl ve H₂O₂ kimyasalları ile deproteinize edilerek IR uyarma altında beta radyasyon cevabı incelendi. Ardından adli tıp enstitüsünden alınan insan bacak kemiği (tibia), Mardin' in Nusaybin ilçesindeki bir toplu mezardan çıkarılan insan kafatası kemiği (temporal, sphenoid ve zygomatic kısımlarının ortası), ve bu kafatasından alınan antropolojik diş ve diş minesi örnekleri hidrazin ve etilendiamin ile deproteinize edilerek IRSL ve OSL özellikleri incelendi. Hidrazin ile deproteinizasyon aşamaları ultrasonik banyo aşaması hariç Ivannikov vd. (2001) de tarif edildiği gibi gerçekleştirildi. Etilendiamin Ankara

üniversitesi kimya bölümünden alındı ve deproteinizasyon işlemi Strzelczak vd. 2007 de tarif edildiği gibi gerçekleştirildi.

3.3 Deproteinize Edilmiş Taze (Genç) Diş minesi Örneklerinin Lüminesans Ölçümleri

Tezin üçüncü ve son kısmında ise etilendiamin, hidrazin ve sodyum hidroksit kimyasalları ayrı ayrı deproteinize edilmiş genç (taze) insan diş minesinin OSL tekniğinde kaza dozimetresi olarak kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı.

OSL' ın insan diş minesinde kullanışlı bir kaza dozimetresi olarak kullanımında daha fazla ilerleme kaydetmeyi ve bu konuda daha önce yapılmış çalışmalardaki hassasiyeti amaçlayan bu çalışmada Türkiye nin çeşitli hastane ve muayenehanelerinden toplanan diş örnekleri kullanıldı. Dişin mine ve dentin kısımları dental diş frezi kullanılarak bir diş hekimi tarafından ayrıldı ve deproteinize edilen ve edilmeyen mine örneklerinin OSL sinyalleri karşılaştırıldı. Aynı zamanda deproteinize örneklerin TL analizleri de yapılarak lüminesans sinyallerin termal ve optik kararlılığı haftalar, günler aylar mertebesinde incelendi. Farklı yaş ve cinsiyetteki kişilerin dişleri kimyasal yapı bakımından bir farklılık göstermez. Cinsiyet ve yaşın değişimi yalnızca mine ve dentin tabakalarının rölatif oranını etkiler (Kaushal vd.,2003; Hillson, 2005; Schwartz ve Dean, 2005). Bu nedenle taze diş örneklerinde farklı cinsiyet ve yaşın etkisi incelenmedi.

Sodyum hidroksit (NaOH), EPR tekniğinde hem dentin ve mineyi ayırmak hem de dişin içerisindeki organik maddelerden kurtulmak için uygulanan bir deproteinizasyon yöntemidir (Anonymous 2002) . Pratik uygulamalarda dental diş frezleri veya elmas diş matkapları ile mekanik olarak ayırım sırasında sadece diş minesini ayırmak oldukça güç hatta neredeyse imkânsızdır. Bu nedenle diş minesinde oldukça başarılı sonuçlar veren EPR tekniğinde bu mekanik ve kimyasal işlemler genelde bir arada yapılmaktadır (Fattibane et.al.,2008; Anonymous 2002, Ivannikov et.al. 2001; Fattibane et.al 2003).

3.4 Deneylerde Kullanılan Sistemler ve Özellikleri

Kemiklerin üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSI tarihlemlerinde toprak örneklerinden çıkarılan polimineraler üzerindeki eşdeğer doz, Spooner vd. 1990 tarafından geliştirilen ve 780-880 nm dalga boyunda IR LED' leri içeren Elsec 9010 optik tarihleme sistemi, yıllık doz ise Elsec 7286 düşük seviye alfa sayım sistemi ve XRF spektrometresi kullanılarak belirlendi.

Hidroklorik asit ve hidrojen peroksit kimyasalları ile yapılan ölçümlerde yine ELSEC 9010 OSL sistemi kullanılırken diğer kimyasallarla deproteinize edilen örneklerin ölçümlerinde Riso TL/OSL DA 20 okuyucu sistem kullanıldı. Hidroklorik asit ve hidrojen peroksit kimyasalları ile deproteinize edilen antropolojik domuz dişi ve insan kemiklerinin içerisindeki mineraller ile tipik bir toprak örneğinin içerisinde bulunan minerallerin kıyaslanması işlemi XRF tekniği kullanılarak yapıldı.

3.4.1 Elsec 9010 OSL sistemi

Şekil 3.5'de görülen Elsec-9010 OSL sisteminin elektronik şeması Şekil 3.6'daki gibidir.



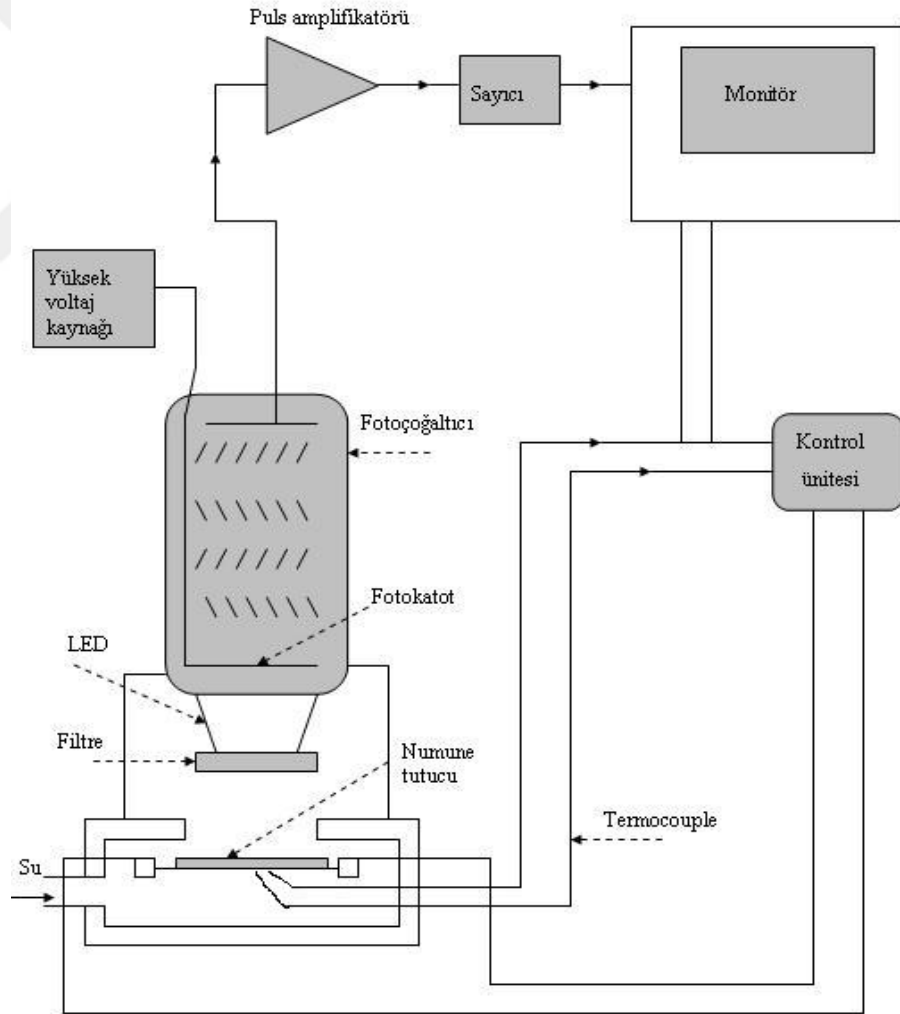
Şekil 3.5 Elsec 9010 OSL okuyucu

Bilgisayar kontrol sistemi: Bu sistemde 80386 işlemcili, 40 MB hard diskli bir IBM-PC ve bir ekran kullanılmaktadır.

Arayüz: Bu kısım yüksek ve düşük gerilim kaynakları, LED'ler için kontrol devresi, LED akımı, şiddeti ve örnek sıcaklığı için göstergeleri içerir.

Numune tutucu: Numune tutucu, 64 disk (numune) taşıma kapasitesine sahiptir. Bilgisayar kontrolünde X-Y düzleminde hareket ettirilerek ölçümü yapılacak tableti fotoçoğaltıcı tüpün altına taşır.

Uyarma sistemi: Bu sistemde 24 tane TEMT 484 IR LED, alüminyum kalıp içine yerleştirilmiş ve bir noktaya odaklanmıştır. Bu LED'ler 880 ± 80 nm dalgaboylu ışık yayınlamaktadır.

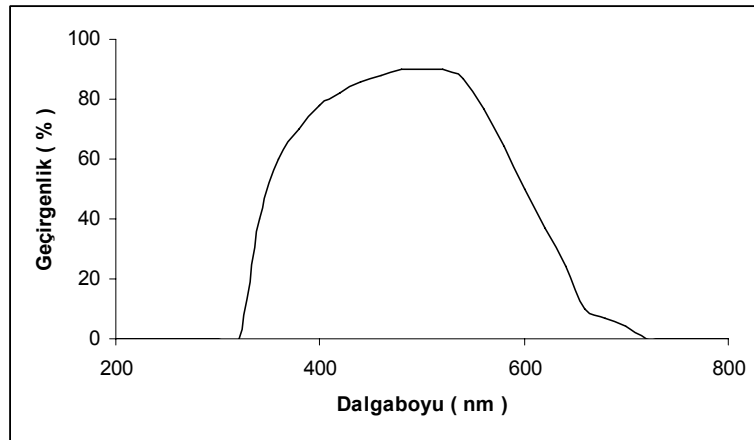


Şekil 3.6 ELSEC 9010 OSL okuyucunun şematik gösterimi (Anonymous 1993)

Fotoçoğaltıcı (PM) tüp: OSL okyucu sistemi Thorn EMI 9235 QA PM tüpe sahiptir. Uyarma ile üzerinde mineral depolanmış olan tabletlerden yayınlanan lüminesans fotoçoğaltıcı tüpün katotuna çarparak az sayıda elektron yayınlanmasına neden olur. Yayınlanan bu elektronlar, dinot denen bir dizi elektrotla çoğaltılır ve odaklanırlar. Bir yüksek voltaj kaynağı tarafından dinotlar arasına uygulanan yaklaşık 100 V potansiyel farkı ile dinotlarda oluşan elektronlar diğer dinot'lara ve anota giderek sürekli çoğalırlar. Böylece çok az sayıda oluşan fotoelektronlar çoğaltılarak sayılabilecek seviyeye ulaşırlar. Her dinot'daki artış, voltaj farkına bağlı olduğu için yüksek voltajdaki herhangi bir değişme çıkış pulslarındaki değişimlere neden olacaktır; bu yüzden yüksek voltaj kaynağının kararlı olması gereklidir.

Uyarma amaçlı kullanılan ışığın lüminesans ışıma ile karışarak PM tüp tarafından sayılmasını engellemek için tüp önünde optik filtre bulunur. Bu sistemde Kızılötesi ışığın PM tüpe ulaşmasını engellemek için Schott BG 39 filtre kullanıldı. Bu filtrenin geçirgenlik penceresi Şekil 3.7' de gösterilmiştir.

PM tüpün hassasiyeti çalışma voltajına bağlı olarak değişim göstermektedir. Tüpe uygulanan yüksek voltaj (HT), gerçek olmayan sayımların (taban sayımı, gürültü) artmasına neden olur. Bunu engellemek için bir eşik gerilimine (TH) ihtiyaç duyulur. Ayrıca bu TH gerilimi asıl sayımları engellemeyecek seviyede olmalıdır. Cihazın verimli çalışması için uygun HT ve TH voltajları belirlenmelidir. Bu işleme yüksek voltaj kalibrasyonu denir.



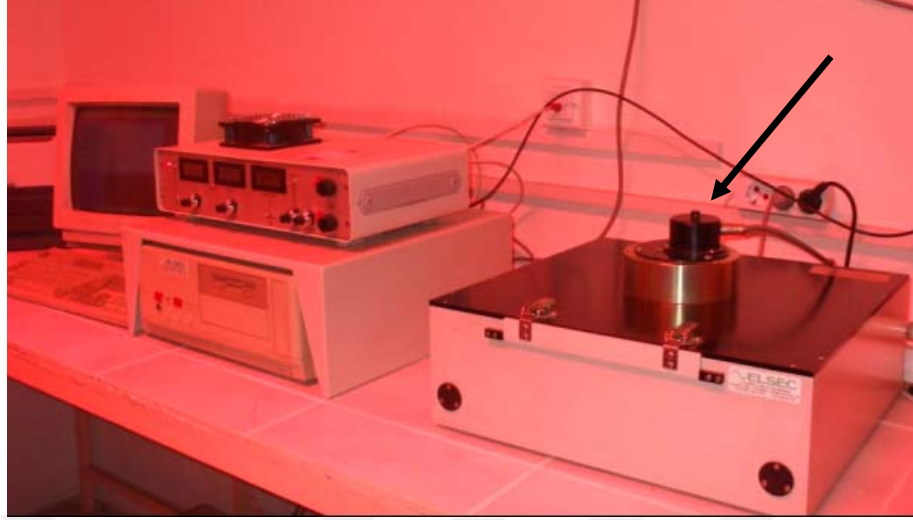
Şekil 3.7 BG-39 filtre için geçirgenliğin dalga boyuna bağlı olarak değişimi (Botter-Jensen vd. 2003 'den değiştirilerek alınmıştır)

Uygun HT değerini belirlemek amacıyla yapılan HT voltaj ölçümleri için TH değeri sabit bir değere ayarlanır. Daha sonra HT değeri belli bir aralıkta sabit miktarlarda artırılır. Her bir HT değeri için lüminesans ölçümü yapılır. HT geriliminin değişimiyle elde edilen OSL değerleri arasında bir grafik çizilir. Grafikten elde edilen eğrideki kararlı plato kısım uygun HT gerilim değerini işaret eder.

TH değerini belirlemek amacıyla uygun HT gerilimi olarak seçilmiş olan HT değeri sabitlenir. TH değeri belli bir aralıkta sabit miktarlarda artırılır. Her bir TH değeri için lüminesans ölçümü yapılır. TH geriliminin değişimiyle elde edilen OSL değerleri arasında bir grafik çizilir. Bu grafik için %85 kuralı uygulanır (Anonymous 1993). Elde edilen verilere en uygun doğru çizilir. Bu doğrunun sayımların yerleştirildiği eksenini kestiği nokta bulunur. Bulunan bu değer %85'ine karşılık gelen TH değeri uygun TH değeri olarak seçilir.

Işınlama sistemi: OSL sistemi, numunelerin yapay olarak dozlaması için bir Sr-90 beta ışınlama kaynağına sahiptir. Kaynağın yarı ömrü 28 yıldır. Kaynağın açılması ve kapatılması bilgisayar kontrolünde otomatik olarak yapılabilmektedir. Şekil 3.8'de görüldüğü gibi OSL sistemine ait olan örnek uyarıcı (LED'ler) ile fotoçoğaltıcı (PM) tüpün bulunduğu silindirik kısmın sökülüp bunun yerine beta ışınlama kaynağının yerleştirilmesiyle kaynak bilgisayar kontrolünde ışınlama (dozlama) yapabilecek sisteme dönüşmektedir.

Kullanılan radyasyon kaynağının doz hızının doğru olarak tanımlanması, sonuçların sağlıklı olması açısından son derece önemlidir. Bu nedenle kaynağın aktifliğinin kesin olarak belirlenmesine ihtiyaç vardır. Kaynağın aktifliğinin belirlenmesi için yapılan çalışmalar kaynağın doz hızı kalibrasyonu olarak isimlendirilir. Kalibrasyon işlemi radyoaktif bozunma kanunu veya deneysel ölçümler kullanılarak yapılabilir. Deneysel ölçümlerde bir grup dozimetre aktivitesi kesin olarak bilinen bir kaynakla, ikinci bir grup dozimetre de kalibrasyonu yapılacak olan kaynakla eşit sürede aynı şartlarda ışınlanır (dozlanır). Bu iki grupta bulunan dozimetrelerin, lüminesans ölçümleri sonucunda, kullanılan kaynakların aktiviteleriyle orantılı olarak oluşan lüminesans miktarlarının karşılaştırılmasıyla doz hızı kalibrasyonu tamamlanır.



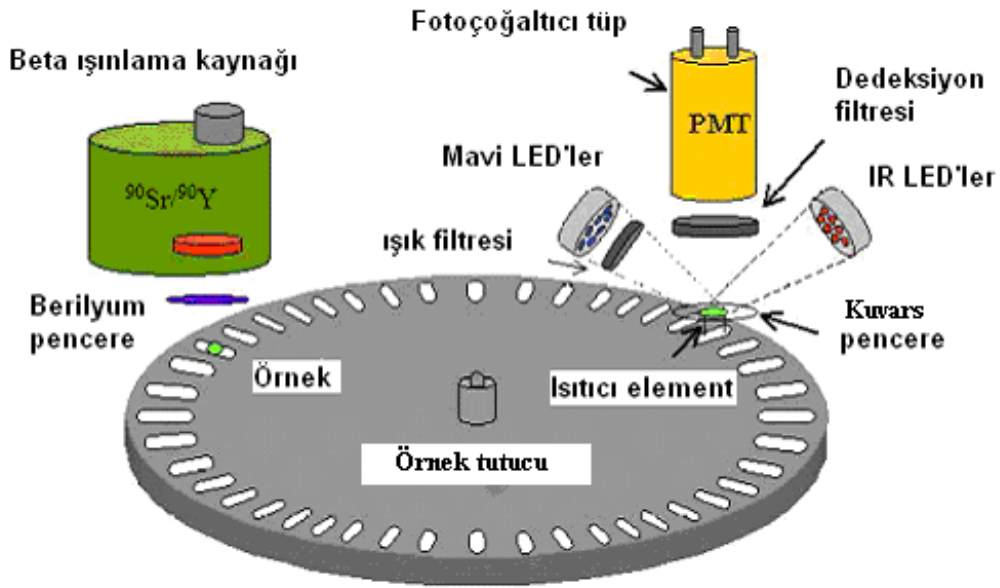
Şekil 3.8 OSL okuyucuya yerleştirilmiş olan beta ışınlama kaynağı (Atlıhan 2008'den değiştirilerek alınmıştır)

3.4.2 Riso TL/OSL DA 20 OSL sistemi

Şekil 3.9 görülen Riso TL/OSL DA 20 OSL sisteminin şematik diyagramı şekil 3.10'daki gibidir.



Şekil 3.9 Riso TL/OSL-DA-20 okuyucu

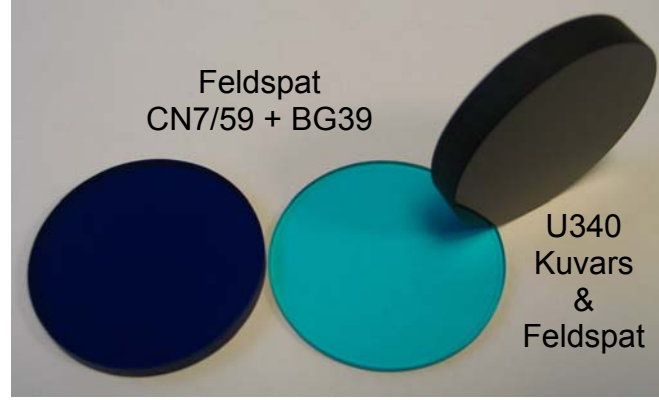


Şekil 3.10 Riso TL/OSL-DA-20 okuyucunun şematik gösterimi

48 örnek kapasitesi olan bu sistemde örnekler; Oda sıcaklığından 700°C ye kadar herhangi bir sıcaklıkta ısıtılabilir, $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ radyoaktif beta veya ^{241}Am alfa kaynağı ile ışınlanabilir, çeşitli ışık kaynakları kullanılarak optiksel uyarılabilir.

Yayımlanan lüminesans fototüp ve uygun dedeksiyon filtrelerini kapsayan bir ışık dedeksiyon sistemi ile ölçülür. Örnek haznesi vakum ortamında veya nitrojen atmosferinde kullanılacak şekilde programlanabilir.

Işık dedeksiyon sistemi: Riso TL/OSL lüminesans okuyucu içindeki standart fotoçoğaltıcı tüp yaklaşık 400nm maksimum dedektör etkinliğine sahip bi alkali EMI 9235QA PMT dir. Fotoçoğaltıcı tüpün katodu ile örnek arasındaki mesafe yaklaşık 0,4 steradyan katı açı dedeksiyonu verebilen 55 mm' dir. Fotoçoğaltıcı tüp, saçılan uyarma ışığını önlemek için, 340 nm (FWHM)=80 nm) civarında pik veren 7,5 mm Hoya U-340 dedeksiyon filtresine sahiptir (Şekil 3.11).



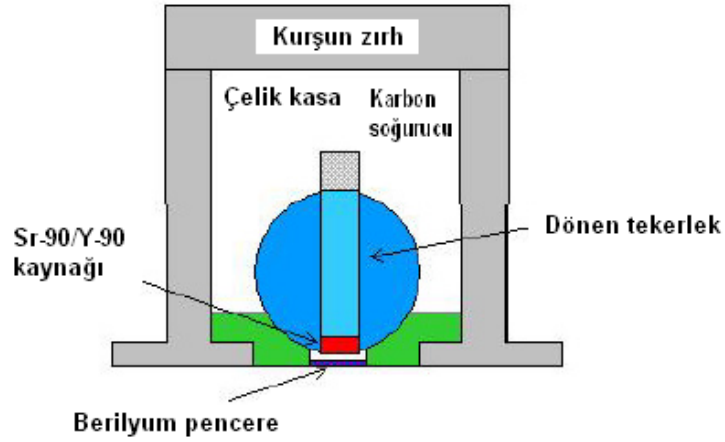
Şekil3.11 TL/OSL okuyucularda kullanılan filtreler

Optik Uyarma Sistemi: Mavi ışıkla uyarma, 50 mW/cm^2 güç yoğunluğunda 42 Nichia LED (Light Emission Diode)'dan gelen mavi ışık (470nm) uyarma demeti ile kızılötesi uyarma ise 300 mW/cm^2 güç yoğunluğunda 1W IR (Infra-Red) lazer diyot (830nm) ile sağlanmaktadır.

Termal Uyarma Sistemi: Termal uyarma direkt olarak fotoçoğaltıcı tüpün altına yerleştirilmiş ısıtıcı element ile gerçekleştirilir. Örneği ısıtmaya ve ölçüm pozisyonuna kaldırmaya yarayan ısıtıcı element kanthal (eser miktarda kobalt, %4-7,5 alüminyum, %20-30 kromyum içeren yüksek dirençli demir alaşım)'dan yapılmıştır. Isıtma, ısıtıcı elementin kontrollü akım beslemesi ile gerçekleştirilir. Sıcaklık geri besleme kontrolü, ısıtıcı şeridin altına yerleştirilmiş alumel-kromel bir termo kapsül ile sağlanır. Isıtma 20 kHz de çalışan değişmeyen sürekli tam dalga sinüs jeneratörü tarafından gerçekleştirilir. Isıtma sistemi örnekleri $0,1 - 30 \text{ K/s}$ lineer ısıtma hızında 700° C 'ye kadar ısıtılabilir. Isıtıcı şerit, ısıtma sistemini yüksek sıcaklıklardaki oksidasyondan koruyan bir nitrojen akısı tarafından soğutulur.

Beta Işınlayıcı: 2.27 MeV maksimum enerjiye sahip beta parçacıkları yayan ve 1,48 GBq (40 mCi) aktiviteye sahip $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ beta kaynağıdır. Örnek pozisyonunda kuvars içinde doz hızı yaklaşık 0.1 Gy/sn dir. Kaynak, paslanmaz çelikten yapılmış, hava basıncı ile harekete geçirilen dönen bir tekerlek üzerindedir. Kaynak ile örnek arasındaki mesafe 5 mm' dir. Ölçüm odası ile ışınlayıcı arasında 0.125 mm' lik bir berilyum pencere bulunur. $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ kaynağı hava basıncı ile hareketlendirilen döner

paslanmaz çelik tekerlek üzerinde bulunmaktadır. Şekil 3.12 de kaynak ışınlama pozisyonundadır. Kaynak ışınlama pozisyonunda kullanılmadığında tekerlek 180° döner ve kaynak karbon soğurucu ile çevrelenir.



Şekil 3.12 Beta ışınlama sisteminin şematik gösterimi

3.4.3 Elsec 7286 düşük seviye alfa sayma sistemi

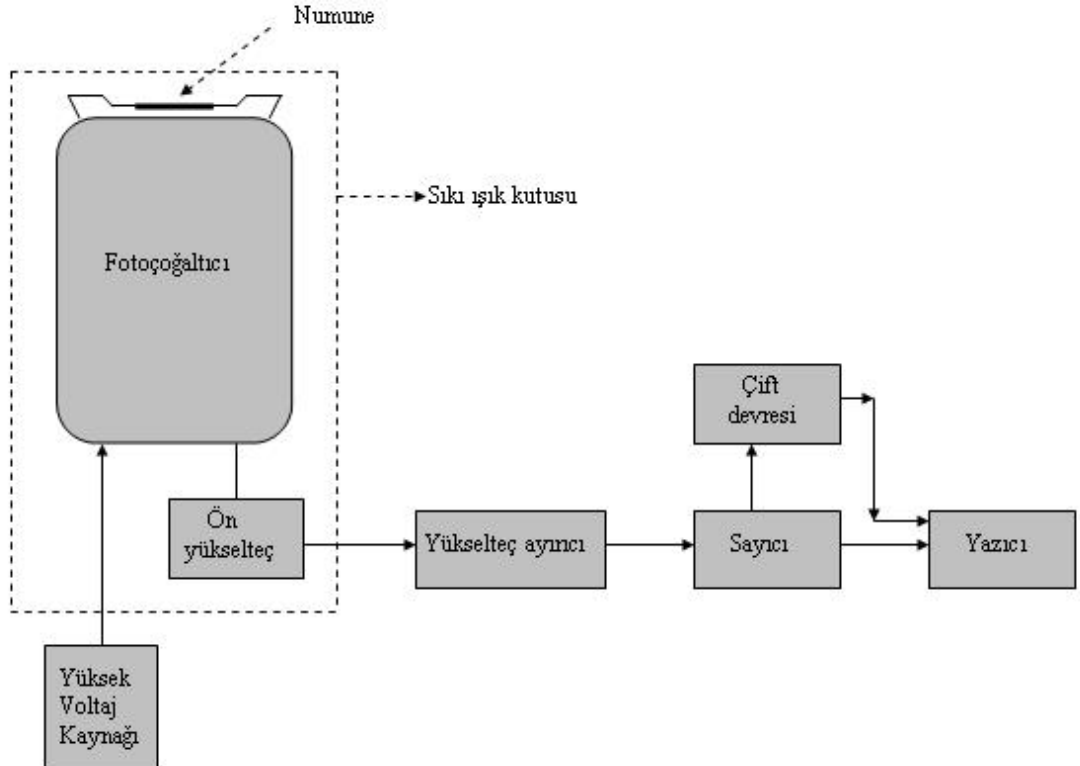
Yıllık doz hızı tespitlerinde kullanılan, EMI 6097B tipinde fotoçoğaltıcı tüpe sahip Elsec 7286 alfa sayma sistemi Şekil 3.10'de ve elektronik şeması ise Şekil 3.11' de görülmektedir. Bu sistemde uranyum ve toryumun konsantrasyonları toryum ve uranyumdan gelen alfaların sayılmasıyla tespit edilebilir.

ZnS fosforları genellikle 10^{-2} - 10^{-4} oranında bir aktivatör tuzu ile birlikte ana maddenin (ZnS) yaklaşık olarak 1100°C'ye kadar ısıtılması ile elde edilir. Karışıma 10^{-2} oranında NaCl katılır. NaCl tuzunun görevi aktivatör atomlarının örgüye girmesini kolaylaştırmasıdır.



Şekil 3.13 Elsec 7286 alfa sayım cihazı

Aktivatör olarak Cu^+ , Ag^+ , Mn^{+2} ve Au^{+3} gibi metaller kullanılır. Her aktivatör fosfora ayrı emisyon sağlar. ZnS'ün önemli bir avantajı alfa parçacıkları tarafından üretilen ışığa karşılık gelen pulsların, beta ve gama ışınlarından kaynaklanan pulslardan çok daha fazla olmasıdır (Aitken 1985).



Şekil 3.14 Elsec 7286 alfa sayım cihazının şematik gösterimi (Aitken 1985'den değiştirilerek alınmıştır)

Tarihlendirme çalışmalarında incelenen örneğin, gömü boyunca sabit bir hızda radyasyona maruz kaldığı kabul edilir. Oysa uranyum zincirinden oluşan radon ($Rn-222$) ve toryum zincirinden oluşan toron ($Rn-220$) gaz halde bulundukları için topraktaki gözeneklerden kaçabilirler. Bu kaçış, kendilerinden sonra radyoaktif zincirlerde yer alan ürünlerin yıllık doza etkisini ortadan kaldırmaktadır. Çok kısa (55 s) yarı ömürlü olmasından dolayı toron'un topraktan kaçamadığı kabul edilir. İnce tanelerle yapılan tarihlendirmede radonun tümünün kaçışı yıllık dozun %7 azalmasına neden olur (Aitken 1985). Spektrometrik tekniklerde bu kaçış göz ardı edilirken, alfa sayım tekniğinde bu kaçışın yıllık doza etkisi yapılan bir yaklaşımla azaltılmaya çalışılır. Radon kaçağının tespiti için alfa sayım kabına numune yerleştirilerek kapağı kapatılır. Radyoaktif dengenin kurulması için 4 hafta beklenildikten sonra sayım yapılır. Daha sonra kapaklar açılarak sayımlar tekrarlanır. Kapalı sayım; radon kaçağının olmadığı duruma, açık sayım; radon kaçağının var olduğu duruma denk gelmektedir. Bununla birlikte yer altı şartlarının laboratuvar şartlarıyla aynı olmamasından dolayı bu sayım metoduyla gömü süresince ki gaz kaçışının etkisi tam olarak hesaplara yansıtılamaz.

3.4.4 X ışın floresans spektroskopisi (XRF)

X ışınları floresans spektroskopisi elementsel içeriği belirlemede kullanılan yöntemlerden birisidir. Numunenin atomları yüksek enerjili bir X ışını fotonuna maruz kalınca atomdan fotoelektronlar koparılır. Bu durumda atomun yörüngelerinde bir ya da daha fazla elektron boşlukları oluşur ve kararsız olan atom dış yörüngelerdeki elektronların boşlukları doldurması ile kararlı duruma gelecektir. Her bir elektron boşluğu dolduğunda atomdan orbitaller arası enerji farkı ile orantılı bir X ışını fotonu (karakteristik X ışını floresans fotonu) yayınlanır. Bu karakteristik fotonlar yayınlandığı atomun derişimiyle orantılıdır. Bundan dolayı bu fotonlar kimyasal içerik hesaplamada kullanılabilir.

XRF spektrometresinin en önemli kısımları; numune üzerine uyarma amacıyla X ışını yollayan X ışın kaynağı, numunelerin içerisine yerleştirildiği numune kabı, gelen karakteristik X ışınıyla etkileşen ve oluşan ışığın elektrik pulsuna çevrilmesini sağlayan

dedektör, dedektörden gelen sinyalleri işleyerek düzelten yükseltgeçler, düzeltilen sinyalleri sayısal hale çevirerek eşit genlikteki pulsları her zaman aynı kanala (adrese) kaydeden çok kanallı analizör ve bilgilerin gözlemlendiği bilgisayardır .



4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1 Antropolojik Kemiklerin Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirmesi

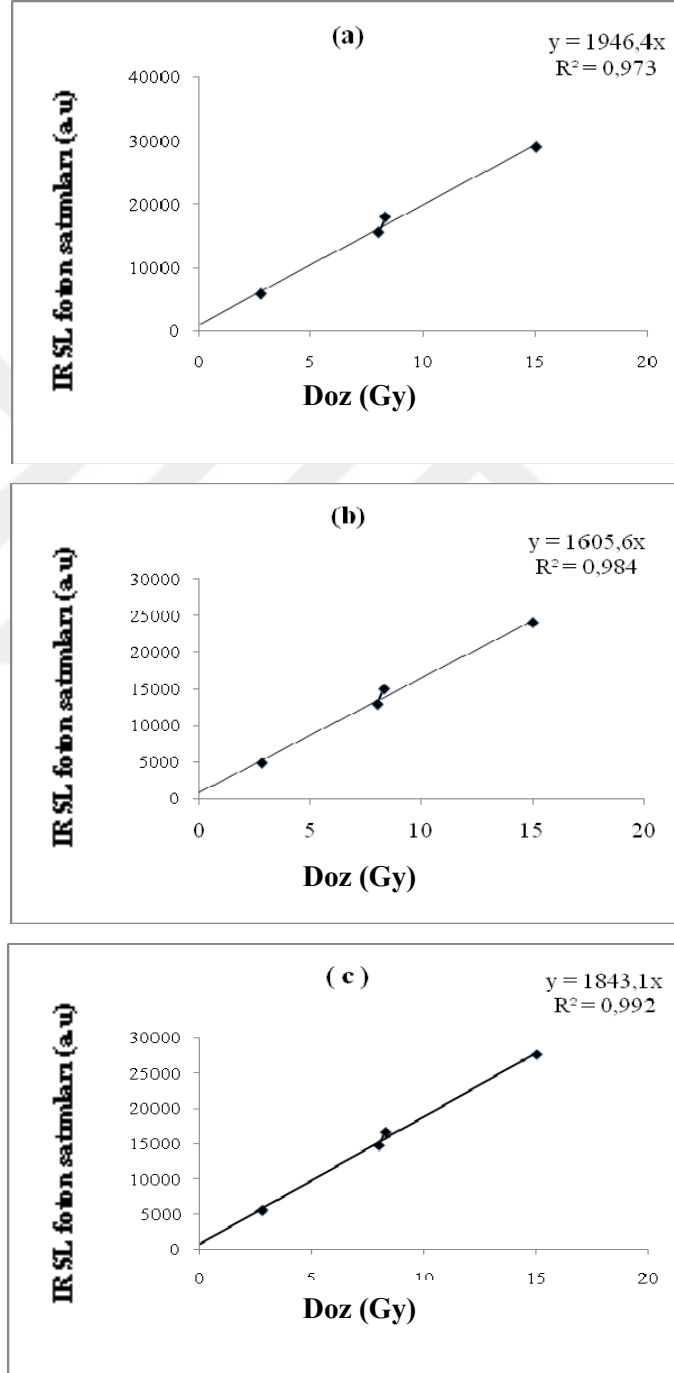
Toprak örnekleri (NSB4) kemiklerin üzerinden bir fırça yardımı ile alındı. Toprak örneklerini lüminesans ölçümlere hazırlamada ince tanecik (fine grain) polimineral örnek hazırlama prosedürü kullanıldı (Zimmerman 1971). Bu prosedür kapsamında toprak örnekleri önce %10'luk HCl' de tepkime bitene kadar bekletildi ve kalsit bileşenlerinden arındırıldı. Ardından %30' luk H₂O₂ de bir gece bekletildi ve organik bileşenlerden arındırıldı. Her bir asit uygulaması sonrasında örnekler üçer kez saf su ile yıkandı. Yıkama işlemlerinden sonra hazırlanan polimineraler etüvde 45 °C' de kurumaya bırakıldı. Kuruyan polimineraler elde agat havan kullanılarak ezildi ve < 20 µm boyutunda olacak şekilde elendi. Bu boyuttaki polimineral tanecikler, otomatik cam pipeti olan bir erlen içinde 1cm³ polimineral 200 ml aseton olacak şekilde kondu. Bu karışım tabanında 10 mm çapında ve 0,5 mm kalınlığında alüminyum disklerin bulunduğu cam tüplere 4' er ml hacimlerle paylaştırıldı. Cam tüpler aseton tamamen uçuncaya kadar etüvde 45 °C' de bekletildi. Asetonun tamamen uçmasından sonra üzerinde polimineral taneciklerin homojen bir şekilde depolandığı 3 adet tablet dikkatlice tüplerden çıkarılarak lüminesans ölçümler yapıldı.

Bu çalışmada kemiklerin üzerine yapışmış topraklardan çıkarılan polimineraler üzerindeki eşdeğer doz, Spooner vd. (1990) tarafından geliştirilen ve 780-880 nm dalga boyunda IR LED' leri içeren Elsec 9010 optik tarihleme sistemi kullanılarak SAR protokolü ile belirlendi.

SAR protokolü uygulanırken aşağıdaki işlemler yapıldı.

- Tabletler 250 °C sıcaklıkta 3 dakika bekletilerek ön ısıtmaları yapıldı ve doğal IRSL şiddetleri 130 sn boyunca ölçüldü.
- Doğal IRSL şiddetleri belirlendikten sonra her üç tablet 3 Gy beta dozlandı.
- 24 saat beklendikten sonra yine aynı sıcaklıkta ön ısıtma yapılarak IRSL şiddetler ölçüldü. Böylece ilk yineleme doz sinyali elde edilmiş oldu.

- Aynı işlemler her üç tablet için 9 ve 15 Gy beta dozlarında tekrarlandı.
- Doz cevap eğrileri çizilerek 3 tablet için eşdeğer doz değerleri 8.82 ± 0.44 Gy, 8.67 ± 0.43 Gy, 8.42 ± 0.42 Gy olarak hesaplandı. Ortalama eşdeğer doz 8.64 ± 0.43 Gy olarak hesaplandı (Şekil 4.1).



Şekil 4.1 Toprak örneklerinin IRSL doz cevap eğrisi

Toprak örnekleri kuru olduğu için örneklerin nem tayini yapılmadı. Yıllık doz hesabında uranyum - 238 ve toryum - 232 den gelen katkılar Elsec 7286 düşük seviye alfa sayıcı ile çift sayım tekniği kullanılarak belirlendi. Bu kapsamda havanda $\approx 30 \mu\text{m}$ boyutunda ezilen yaklaşık 0.2 gr toprak örneği sayım sistemine özel mika kabı içindeki ZnS tabakasına tabaka görünmeyecek şekilde yedirilerek homojen olarak sürüldü. Kabın ağzı açıkken 1000sn periyotta 85 sayım yapılarak alfa sayımları yapıldı. Sonrasında kabın kapağı kapatılarak 4 hafta sonra yeniden aynı şartlarda alfa sayımları yapıldı (Tablo 4.1).

Tablo 4.1 Toprak örneklerinin alfa sayım sonuçları

Numune kodu	Açık sayım (sayım/ksn)			Kapalı sayım(sayım/ksn)		
	Toplam sayım	Uranyumdan gelen sayım	Toryumdan gelen sayım	Toplam sayım	Uranyumdan gelen sayım	Toryumdan gelen sayım
NSB4	6,79	4,94	1,85	5,18	4,13	1,05

Potasyum - 40 miktarı XRF yöntemi ile belirlendi. Kozmik ışın katkısı Aitken (1985) tarafından yayınlanan verilerden yararlanılarak belirlendi (Tablo 4.2).

Tablo 4.2 XRF spektrometresi ile belirlenen potasyum derişimleri

Numune kodu	K (%)	K ₂ O (%)
NSB4	0,95 $\pm$ 0,02	1,14 $\pm$ 0,02

Kemiklerin üzerine yapışmış toprak örneklerinin yıllık doz ve yaş hesapları için Elsec 9010 tarihleme sistemine ait yaş hesaplama programı kullanıldı. . Programın bu kısmının yazımında referans verilen denklemler, kesim 3.1.3’ de verildiği gibidir. Alfa azalma katsayısı 0.15 olarak kabul edilerek toplam yıllık doz $3.55 \pm 0.17 \text{ mGy / yıl}$ olarak belirlendi. Ortalama eşdeğer doz değeri olan $8.64 \pm 0.43 \text{ Gy}$ yıllık doza bölünerek yaş, $2440 \pm 170 \text{ yıl}$ olarak hesaplandı.

Kemik örnekleri ile beraber çıkarılan çanak çömlek örneklerinin MAAD yöntemi kullanılarak IRSL ve TL tarihlendirilmesi sonucu elde edilen bulgular ise Tablo 4.3 deki gibidir. Bu tabloda NSB4; kemiklerin üzerine yapışmış toprak örneklerini, NSB1, NSB2 ve NSB3 aynı mezardan çıkarılan arkeolojik çömlek örneklerini ifade etmektedir. Aynı

mezardan çıkarılan bu örneklerin yaşlarının hata sınırları içerisinde birbirleri ile uyumlu olduğu görüldü.

Tablo 4.3 İnsan kemikleri üzerine yapışmış toprak örnekleri ile aynı mezardan çıkarılmış çanak çömlek örneklerinin OSL ve TL yaşları (Meric vd.2009)

Örnek	Teknik	Eşdeğer Doz (Gy)	Yıllık Doz (mGy/yıl)	Yaş (yıl)
NSB1	TL	7.98 ± 0.40	3.42 ± 0.18	2333 ± 169
	IRSL	7.55 ± 0.38	3.42 ± 0.18	2208 ± 160
NSB2	TL	9.58 ± 0.48	3.73 ± 0.20	2568 ± 187
NSB3	TL	7.74 ± 0.39	3.24 ± 0.17	2389 ± 172
NSB4	IRSL	8.64 ± 0.43	3.55 ± 0.17	2440 ± 170

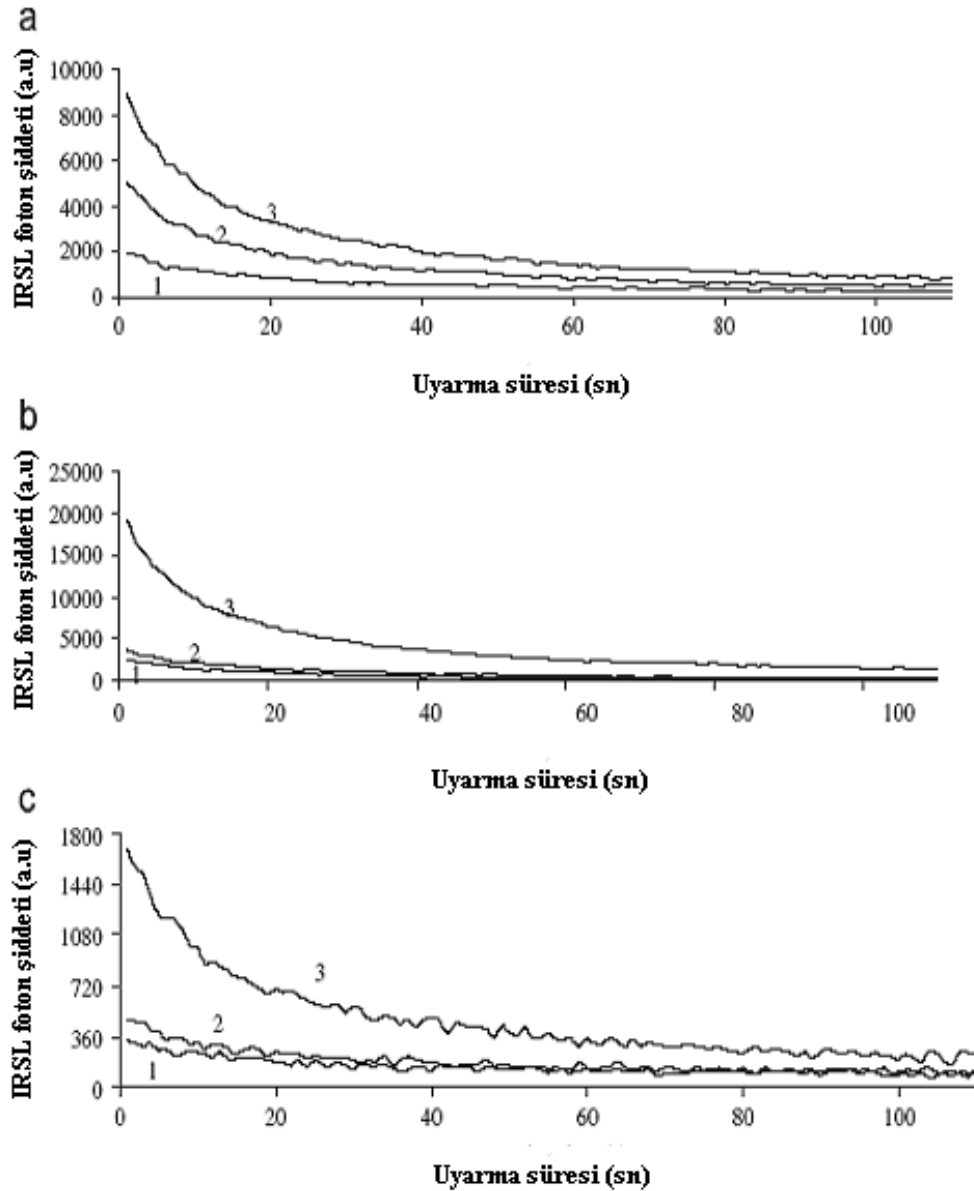
4.2 Antropolojik Diş ve Kemiklerin Lüminesans Ölçümleri

4.2.1 Hidroklorik asit ve hidrojen peroksit ile deproteinize edilmiş domuz dişi ve insan kemiklerinin lüminesans ölçümleri

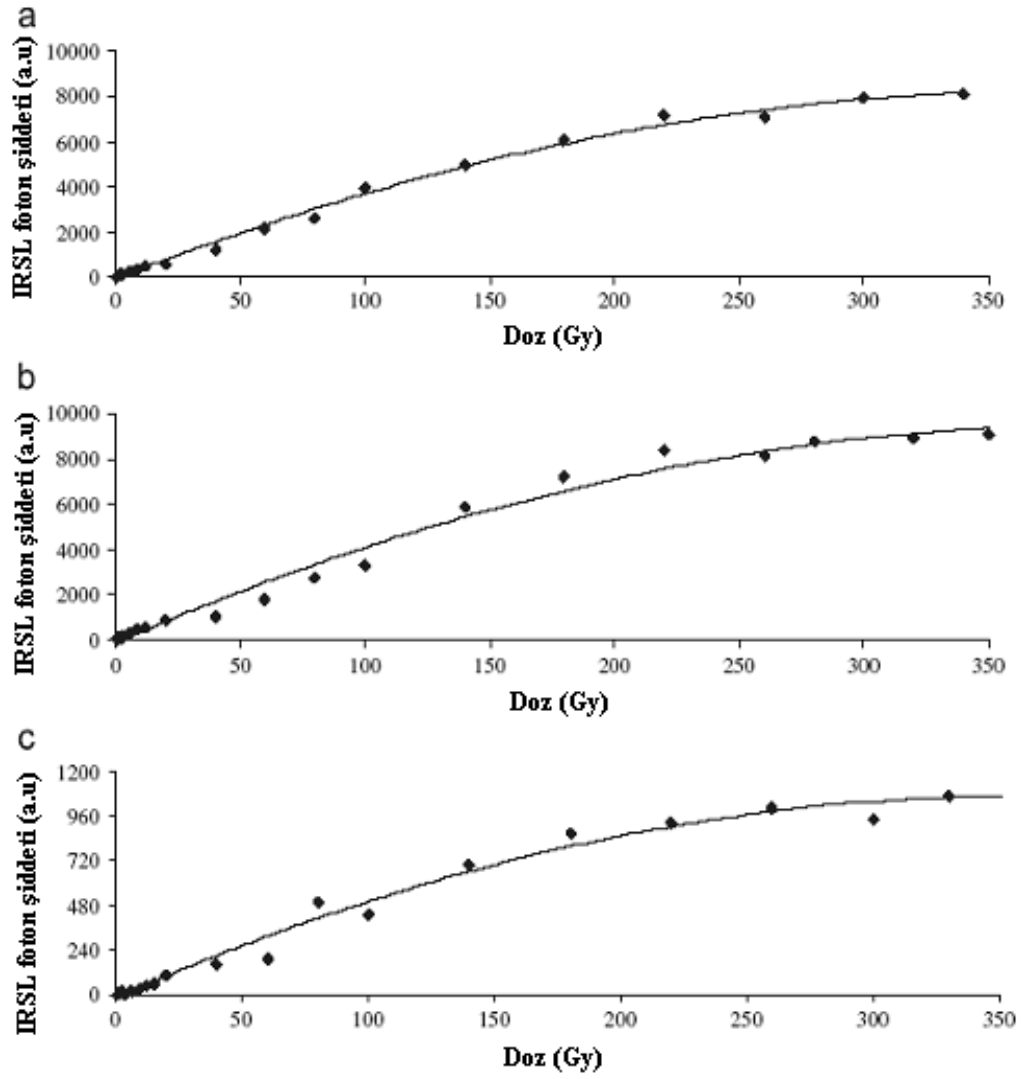
Mersindeki bir mezardan alınan ve arkeologlar tarafından en az 100 yıl önce gömüldüğü belirtilen kemik ve diş örnekleri, ultrasonik banyoda cam bir beherin içinde saf suda yıkanarak üzerindeki toprak kalıntıları temizlendi ve etüvde kurutuldu. Kemiğin iç ve dış kısımları maket bıçağı yardımı ile ayrıldı. İç ve dış kısımlar önce 10%’ luk HCl ve sonra 35%’ lik H_2O_2 asitlerinde birer gece bekletildi. Ardından etüvde 50 °C’ de kurutuldu. Kurutulan örnekler agat havanda ezildi ve yaklaşık 38 μ boyutunda elendi. Elenen örnekler bölüm 4.1 de anlatıldığı gibi 10 mm çapında ve 0.5 mm kalınlığındaki alüminyum diskler üzerine homojen bir şekilde depolandı. Bu şekilde insan kemiğinin iç ve dış kısımları ile domuz dişi örneklerinin her birinden üçer tablet hazırlandı.

Her tabletin normalizasyon faktörünü yani dozun madde miktarına bağlılığı belirlemek için tabletler gün ışığında sıfırlandı. 3 Gy beta dozu verildikten sonra 24 saat karanlık ortamda bekletildi. IRSL bozunum eğrileri 110 sn boyunca oda sıcaklığında alındı. Böylece her bir tabletin normalizasyon faktörü bulunmuş oldu. Ardından tabletler tekrar gün ışığında sıfırlanarak sonraki ölçümlere hazır hale getirildi. Tüm tabletlere sırasıyla

0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 6, 9, 12, 15, 20, 60, 80, 100, 140, 180, 220, 240, 280, 300, 320, 330, 340, 350 ve 360 Gy beta dozları verildi ve IRSL bozunum eğrileri çizildi (Şekil 4.3). Örneklerin doz cevap eğrileri ise Şekil 4.3 deki gibidir. Şekil 4.2 ve 4.3 den görüldüğü üzere en iyi cevap kemiğin dış kısımlarından gelmektedir. Aynı zamanda domuz dişi örneklerinin lüminesans hassasiyetinin kemiklerden daha düşük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.2 İnsan kemiklerinin dış (a) ve iç (b) kısımları ile domuz dişi (c) örneklerinin 20, 40 ve 80 Gy beta dozlarında IRSL bozunum eğrileri (Meric vd. 2008)



Şekil 4.3 Deproteinize edilmiş insan kemikleri ve domuz dişinin IRSL doz cevap eğrileri (Meric vd. 2008)

(a: Kemiğin dış kısmını b: iç kısmını ve c: domuz dişini ifade etmektedir).

Aynı zamanda deproteinize edilen kemik örneklerinin elementel analizi XRF tekniği kullanılarak yapıldı. Kıyaslama açısından kemiklerin üzerine yapışmış ve işlem görmemiş toprak örneklerinin de XRF analizleri yapıldı (Tablo 4.4).

Tablo 4.4' den görüldüğü üzere Al_2O_3 , MgO , MnO , Fe_2O_3 , Ni , Rb_2O , Y , Ba , V_2O_5 ve SiO_2 oranları toprakta oldukça fazladır. Bu durum laboratuvar ortamında kemik ve toprak örneklerinin iyi ayrılması anlamına gelmektedir. Kemik örneklerindeki sinyallerin P_2O ve Na_2O ' lerden geldiğini düşünmekteyiz. Bu bileşenler Da Costa *et.al* (2006)' ın çalışmasında da gözlenmiştir.

Tablo 4.4 HCl ve H₂O₂ asitleri ile deproteinize edilen kemik örneklerinin ve işlem görmemiş toprak örneklerinin XRF sonuçları (Merici vd.2008)

Element	Boyut	İnsan kemiği	Toprak
Na ₂ O	%	0.25	0.08
MgO	%	0.056	6.785
Al ₂ O ₃	%	0.019	2.256
SiO ₂	%	0.459	16.19
P ₂ O ₅	%	32.68	4.807
Cl	%	2.726	0.02498
MnO	%	0.00085	0.01459
Fe ₂ O ₃	%	0.0655	1.423
Ni	ppm	2.4	32.8
As	ppm	1.4	7.3
Rb ₂ O	ppm	0.8	15
Y	ppm	0.6	4.8
Sn	ppm	108.6	15
Ba	ppm	5.4	81.1
V ₂ O ₅	%	0.0027	0.0165

4.2.2 Hidrazin ile deproteinize edilen insan diş ve kemiklerinin lüminesans ölçümleri

Saf hidrazin roket yakıtında kullanılan bir kimyasal olduğu için Türkiye'ye ithalatı yapılmamaktadır. Bu nedenle bu kimyasal laboratuvar ortamında hazırlandı. %99 saflıkta hidrazin hidrat (N₂H₄.H₂O Merck) 125 g sodyum hidroksit NaOH (Merck) ile karıştırıldı. Karışım 24 saat sonra Whatman 42 filtre kâğıdı ile süzüldü ve süzülen karışım semi mikro distilasyon sistemi ile distile edildi. İlk 10 ml'lik distile hidrazin dökülerek ve kalan 110 ml' lik miktar karanlıkta polietilen kapaklı bir konteynırda muhafaza edilerek deproteinizasyon işlemi için kullanıldı. Sodyum hidroksit su tutucu özelliğe sahip bir kimyasal olduğundan bir kısmı hidrazin hidratın içindeki suyu tuttu, bir kısmı da bu çözücü içinde çözüldü. Sodyum hidroksitin kaynama sıcaklığı 300 °C

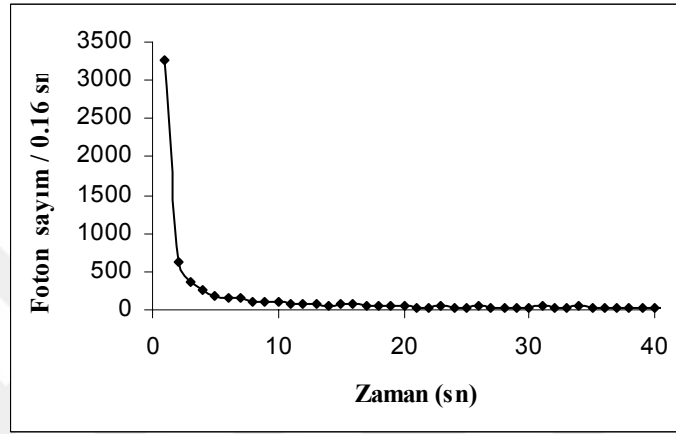
civarında olduđu için distilasyon sırasındaki ısıtmada 113 °C’ de buharlaşan çözeltiden saf hidrazin elde edildi.

Çalışmada Mardin deki bir mezardan çıkarılan insan bacak (tibia) ve kafatası kemikleri ile bu kafatasının üzerindeki diş örnekleri incelendi. Tibia ve kafatası örnekleri kuru iken plastik bıçakla üzerindeki topraklar gidecek şekilde hafifçe kazındı. Sonra mengenede sıkıştırılarak çatlatıldı ve pense yardımıyla parçalarına ayrıldı. Tibia kemiklerinin iç kısmı ayrılarak sadece dış kısmı kullanıldı. Antropolojik diş örnekleri tüm diş ve mine olmak üzere iki şekilde kullanıldı. Mine örnekleri diş hekimi tarafından dental diş firezi kullanılarak hazırlandı. Örneklerin üzerindeki toprak kalıntıları ultrasonik banyoda temizlendikten sonra etüvde kurumaya bırakıldı. Kuruyan kemik ve tüm diş örnekleri agat havanda ezilerek 63-90 µ boyutlarında elendi. Mine örnekleri ise dental diş firezi ile ayrıldığı hali ile 25-150 µ boyutlarında kullanıldı.

Hidrazin ile deproteinizasyon aşamaları ultrasonik banyo aşaması hariç Ivannikov vd. (2001)’ de tarif edildiği gibi gerçekleştirildi. Yaklaşık 150 mg örnek 10 ml’ lik cam kaba konuldu ve 7.5 ml 1:1 etanol - etil eter karışımında 1 saat bekletilerek yağlardan arındırıldı (defatting). Oda sıcaklığında kurutulan örneğin üzerine yaklaşık 3ml hidrazin eklendi ve 24 saat boyunca ultrasonik banyo içinde 55 °C’ de inkübe edildi. Hidrazin döküldükten sonra örnekler önce %50 etanol-su karışımında daha sonra saf etanol de 1 gün boyunca bekletildi. Hidrazin zehirli bir kimyasal olduđu için tüm işlemler çeker ocakta eldiven ve maske kullanılarak yapıldı. Dışarıdan nem kapma ihtimaline karşı örneğin konulduğu kabın ağzı sıkıca kapatıldı. Çünkü hidrazinin su molekülleri ile etkileşimi onun deproteinizasyon işlemini etkin bir şekilde gerçekleştirmesini engellemektedir. Yani hidrazinin saflığı ve tazeliği deneyde deproteinizasyon işleminin etkinliği için önemlidir (Termine vd.1972 , Ivannikov vd. 2001).

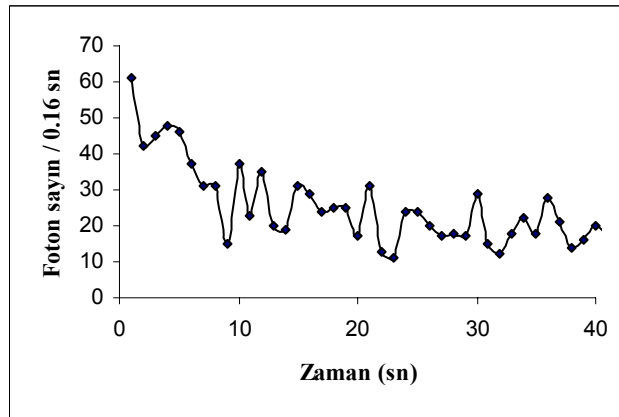
Deproteinize edilen örnekler paslanmaz çelikten yapılmış disklere silikon sprej yardımıyla yapıştırıldı. Tüm ölçümler Riso TL/OSL okuyucuda yapıldı. Örneklerin OSL şiddetleri mavi (470±20 nm) LED’ ler ile 40 sn boyunca ölçüldü. Işınlama işlemleri 0.153 Gy/sn doz hızında kalibre edilmiş ve Riso TL/OSL okuyucuya monte edilmiş Sr-90 beta kaynağı ile yapıldı. Işık dedeksiyonu maksimum dedeksiyon etkinliği

300-400 nm aralığında olan genişletilmiş morötesi (UV) cevabına sahip bi-alkali EMI 9235QA foto çoğaltıcı tüp ile gerçekleştirildi. Uyarma ışığının fotoçoğaltıcı tüpe saçılmasını önlemek için pik geçişi yaklaşık 340 nm olan 7.5 mm kalınlığındaki Hoya U-340 filtresi takıldı. Hidrazin ile deproteinize edilen tibia örneklerinde 76 Gy beta ışınlamasından sonra yüksek bir şiddetin ardından hızlıca taban seviyeye düşüşün olduğu bir OSL bozunum eğrisi gözlemlendi (Şekil 4.4).

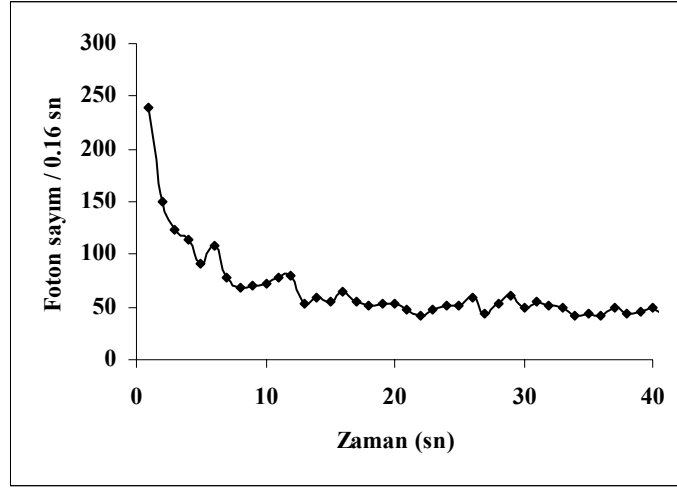


Şekil 4.4 Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik tibia kemiklerinin OSL cevabı

Deproteinize edilen kafatası ve tüm diş örneklerinin 76 Gy beta ışınlamasından sonra yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlenmedi (Şekil 4.5 ve 4.6).

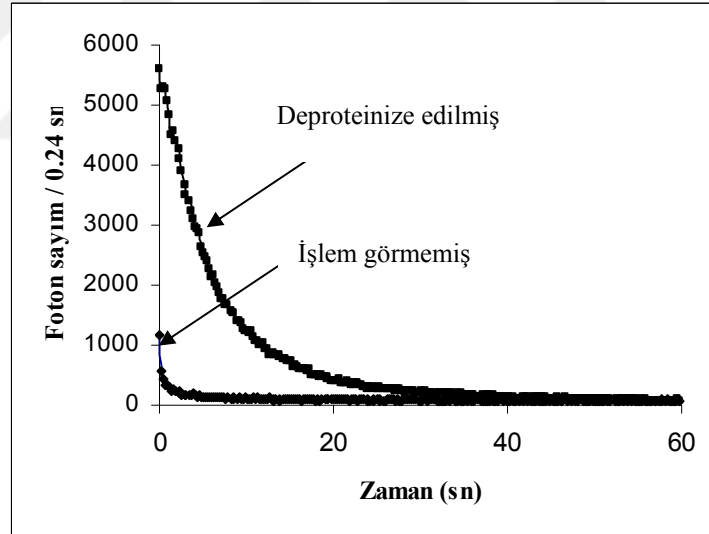


Şekil 4.5 Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik kafatası kemiklerinin OSL cevabı



Şekil 4.6 Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik tüm dişin OSL cevabı

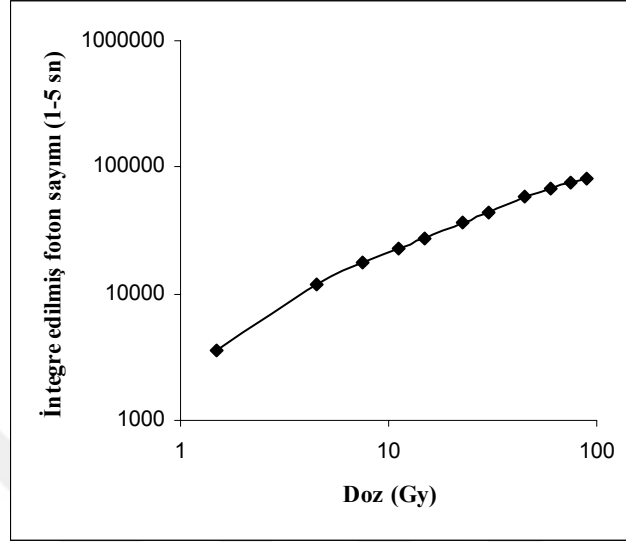
Hidrazin ile deproteinize edilen ve edilmeyen (işlem görmemiş) antropolojik diş minesi örneğinin 90 Gy beta ışınlandıktan sonra OSL cevabı ise şekil 4.7 deki gibidir.



Şekil 4.7 Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik mine örneğinin OSL cevabı.

Şekil 4.7 den görüldüğü üzere hidrazin ile deproteinize edildikten sonra 90 Gy beta ışınlanan örnekte sinyal şiddeti işlem görmemiş örneğe nazaran oldukça yüksek hassasiyettedir.

Deproteinize edildikten sonra çeşitli beta dozlarında ışınlanan antropolojik mine örneğinin logaritmik ölçekteki doz cevap eğrisi ise şekil 4.8 ‘deki gibidir.

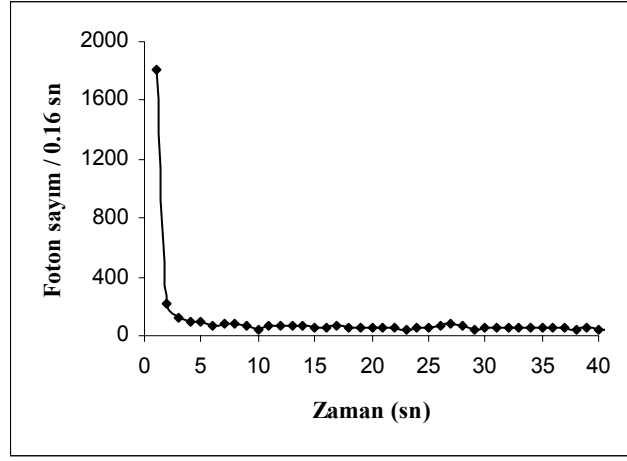


Şekil 4.8 Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik mine örneğinin OSL doz cevap eğrisi

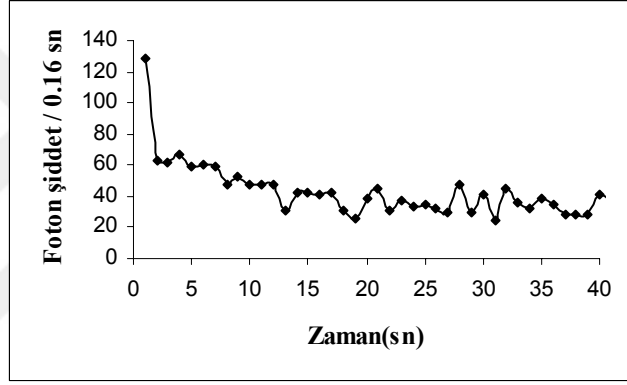
Deproteinize edildikten sonra ışınlanan örneklerin optik kararlılığı 3 hafta boyunca izlendi ve yüksek hassasiyetteki sinyallerde önemli derecede bir sönüm gözlenmedi. İşlem görmemiş örneğin 90 Gy ışınlamasından sonraki optik kararlılığı ise 14 saat izlendi ve yine OSL sinyallerinde önemli derecede bir sönüm olmadığı gözlemlendi.

4.2.3 Etilendiamin ile deproteinize edilen insan diş ve kemiklerinin lüminesans ölçümleri

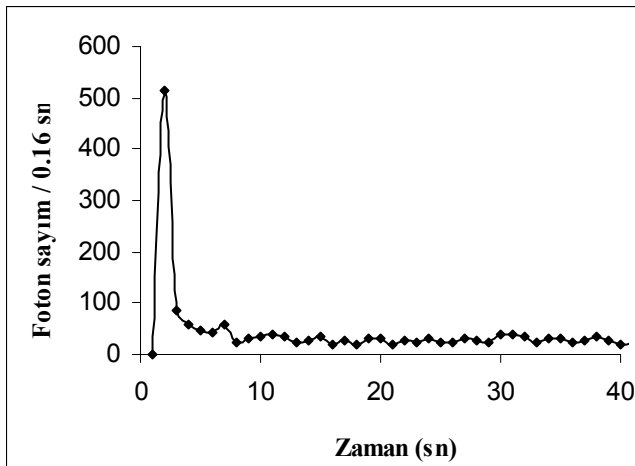
Yağlardan arındırma işlemi Bölüm 4.3’ deki yapıldıktan sonra kurutulan örnekler 48 saat boyunca etilendiaminde bekletildi. 48 saatin 16 saatinde 80 °C’ de ultrasonik banyo çalıştırıldı. 3 kere saf su ile yıkanan örnekler etüvde 50 °C’ de kurumaya bırakıldı. Kuruyan örnekler paslanmaz çelik disklere silikon sprey yardımıyla yapıştırıldı. Etilendiamin ile deproteinize edilen ve 76 Gy beta dozlanan tibia örneklerinde yüksek OSL şiddetinin ardından hızlıca taban seviyeye düşüş gözlemlendi. Etilendiamin ile deproteinize edilen diş ve kafatası örneklerinde ise 76 Gy beta dozundan sonra yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlenmedi (Şekil 4.9,10 ve 11).



Şekil 4.9 Etildiamin ile deproteinize edilen antropolojik tibia örneğinin OSL cevabı



Şekil 4.10 Etildiamin ile deproteinize edilen antropolojik diş örneğinin OSL cevabı



Şekil 4.11 Etildiamin ile deproteinize edilmiş antropolojik kafatası örneğinin OSL cevabı

Sonuç olarak antropolojik tibia, kafatası, tüm diş ve diş minesi örneklerinde kullanılan hidroklorik asit, hidrojen peroksit, hidrazin ve etilendiamin kimyasallarının OSL’deki etkinliği Tablo 4.5’deki gibidir.

Tablo 4.5 Kullanılan deproteinizasyon yöntemleri ve antropolojik örnekler üzerindeki OSL hassasiyeti (✓ : hassasiyet yüksek, x: hassasiyet yok, -: denenmedi)

Deproteinizasyon yöntemi	İnsan bacak kemiği	Domuz dişi	İnsan kafatası kemiği	İnsan tüm dişi	İnsan diş minesi
Hidroklorik asit + hidrojen peroksit	✓	x	-	-	-
Hidrazin	x	-	x	x	✓
Etilendiamin	x	-	x	x	x

4.3 Deproteinize Edilmiş Taze (Genç) Diş Minesi Örneklerinin Lüminesans Ölçümleri

4.3.1 Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin lüminesans ölçümleri

Türkiye’nin çeşitli hastahane ve muayenahanelerden toplanan diş örneklerinin mine kısımları diş firezi kullanılarak 20-125 µ boyutlarında ayrıldı. Hidrazin ile deproteinizasyon işlemi bölüm 4.2.2’deki gibi yapıldı.

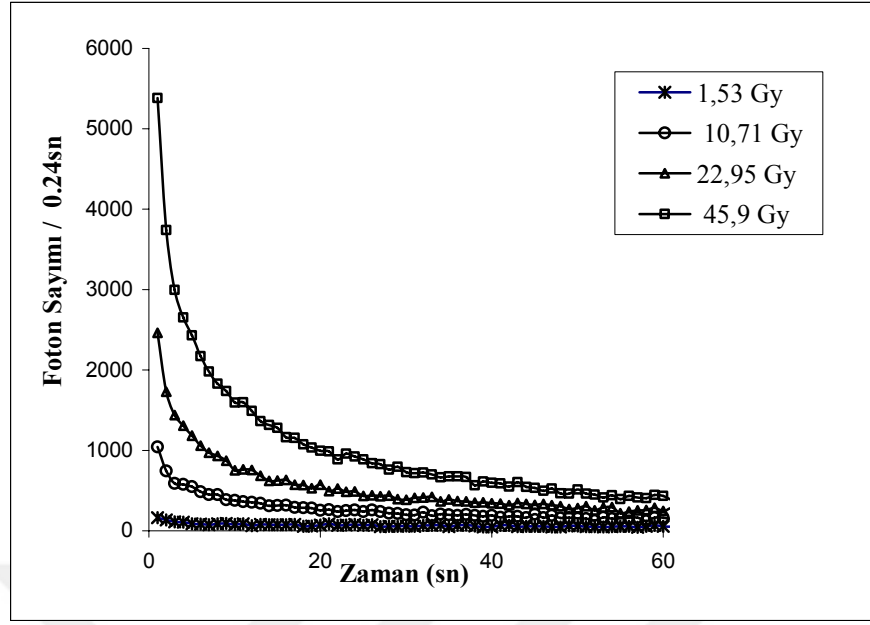
Her zaman deney için kullanılabilecek çürüksüz diş temin etmek zor olduğu ve her diştten çok fazla miktarda mine örneği elde edilemediği için toplanan örneklerin tasarruflu bir şekilde kullanılmasına çalışıldı. Bu nedenle örneklerin OSL ölçümlerinde kullanılacak paslanmaz çelik disklere yerleştirilme şeklinin en az örnekle yapılabilmesi için bir ön deney yapıldı. Bu ön deneyde mine örnekleri önce 3 adet paslanmaz çelik disk üzerine silikon spreyle yapıştırılarak, daha sonra cam tüpte asetonla çöktürerek

hazırlandı. Silikon spreyle bir disk üzerine yaklaşık 5 mg mine yapıştırılabilirken çöktürme işleminde 3 disk için yaklaşık 25 mg örnek harcandı. Bu yüzden cam tüplere çöktürme işleminden vazgeçildi.

Godfrey-Smith ve Pass (1997) tarafından mine örneklerinin ısıtılmasının yeşil uyarmalı lüminesans hassasiyetini azalttığı rapor edildiği için örneklerle herhangi bir ön ısıtma uygulanmadı.

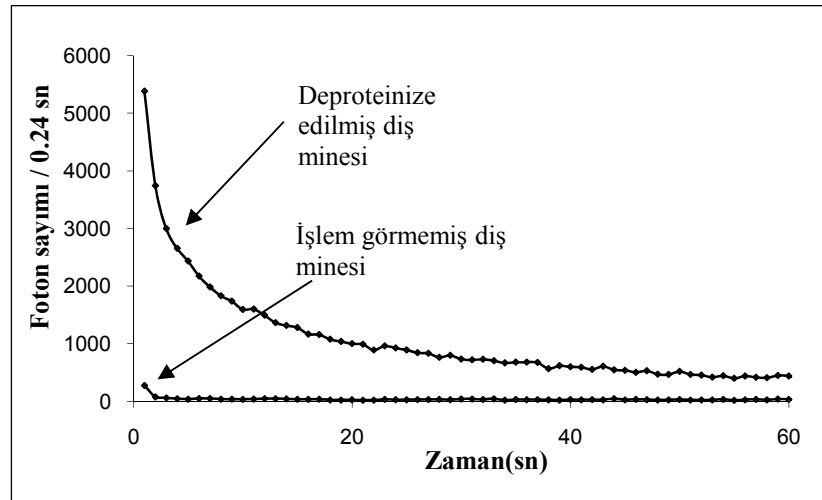
Deproteinizasyon işleminin etkisini daha net görebilmek için ilk etapta işlem görmemiş diş minesi örneklerinin mavi uyarma altında OSL cevabına bakıldı. 46 Gy beta ışınlamasından sonra işlem görmemiş örnekler için elde edilen OSL eğrileri Yukiara vd. (2007) tarafından gözlenen 50 Gy' deki eğrilere benzer çıktı. 46 Gy' in altında işlem görmemiş örneklerde önemli bir OSL sinyali gözlenmedi. Literatürde doğal diş minesini OSL tekniğini kullanarak inceleyen iki yayın mevcuttur. Bunlardan ilki (Yukiara vd. 2007) işlem görmemiş diş minesi için bizim elde ettiğimiz sonuçlara benzer sonuçlar rapor ederken diğeri (Godfrey Smith 2008), işlem görmemiş azı dışında dentin ve mineyi ayırmadan 1.4 Gy ve üzerindeki beta dozlarında OSL bozunumları gözlemlemiştir.

Deproteinizasyon işleminden sonra 1.53 Gy ve üzerindeki dozlarda mavi ışıkla uyarma altında yüksek hassasiyette OSL bozunum eğrileri elde edildi (Şekil 4.12). İşlem görmemiş diş minesinin mavi uyarma foton sayım hızı olan 53 ± 15 sayım $0.24s^{-1}$ değeri taban seviye radyasyon sayımı olarak belirlendi. Yalnızca 0.76 Gy den büyük olan sinyaller taban seviye sayımlarından ayrılabilirdiği için başlangıç eğrisi olarak 1.53 Gy seçildi.



Şekil 4.12 Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı (Yüce vd. 2010)

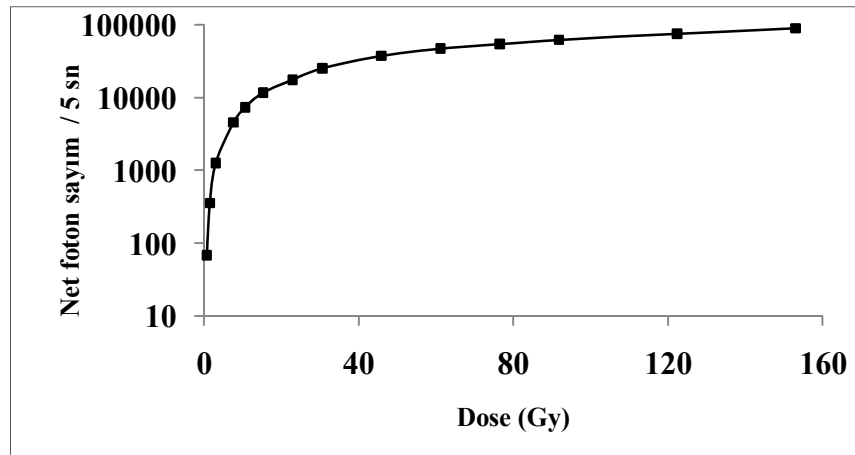
Hidrazin ile deproteinizasyon işleminin etkisi deproteinize edilmemiş (işlem görmemiş) ve deproteinize edilmiş eğrilerin karşılaştırıldığı Şekil 4.13’ de daha net görülebilir. 46 Gy beta dozundan sonra bozunum eğrileri karşılaştırıldığında deproteinize edilmiş mine örneklerinin OSL bozunum eğrilerinde radyasyona hassasiyetin arttığı görülmektedir. Deproteinize örneklerin OSL hassasiyeti işlem görmemiş örneklerden yaklaşık 16 kat daha büyüktür.



Şekil 4.13 Hidrazinden önce ve sonra taze (genç) diş minesinin 46 Gy deki OSL cevabı

İşlem görmemiş ve hidrazin ile deproteinize edilen mine örneklerinde IRSL ölçümleri de gerçekleştirildi. İşlem görmemiş mine örneklerinde 1.53 – 153 Gy doz aralığında önemli IRSL sinyaller gözlenmezken hidrazin ile deproteinize edilen mine örneklerinde 46 Gy ‘de bir IRSL sinyal gözlemlendi. Ancak IR uyarmada hassasiyetin mavi uyarmaya kıyasla 30 kat daha düşük olduğu belirlendi. Bunlara ilave olarak hidrazin ile deproteinizasyon işlemi ultrasonik banyo yerine etüvde 50 °C de örneklerin inkübasyonu ile de gerçekleştirildi. Her iki yöntemle elde edilen OSL bozunum eğrileri karşılaştırıldığında diş minesi hassasiyetindeki artış, örnekler ultrasonik banyoda tutulduğunda etüvdekenden oldukça fazladır. Bunun muhtemel açıklaması ultrasonik banyodaki titreşimin hidrazinin diş minesinin katı yapısına giriciliğini artırmasıdır .

Hidrazin ile deproteinize edilen mine örneğinin 1.5-153 Gy beta doz aralığında logaritmik ölçekteki OSL doz cevap eğrisi Şekil 4.14’ deki gibidir. Eğri 1.5-50 Gy aralığında yaklaşık alt doğrusal (sublinear) bir başlangıç göstermekte ve daha yüksek dozlarda 153 Gy’ e kadar üst doğrusal (supralinear) bir şekilde doyuma ulaşmaktadır. Yuki-hara vd. (2007) işlem görmemiş diş minesinde 100 Gy’ e kadar lineer bir artış gözlemlemiş idi. Ancak Godfrey- Smith (2008) işlem görmemiş azı dişinin 0.4- 5Gy doz aralığında alt doğrusal bir başlangıç, ve ondan sonra 414 Gy’ e kadar doğrusal artış gösterdiğini rapor etmiştir.



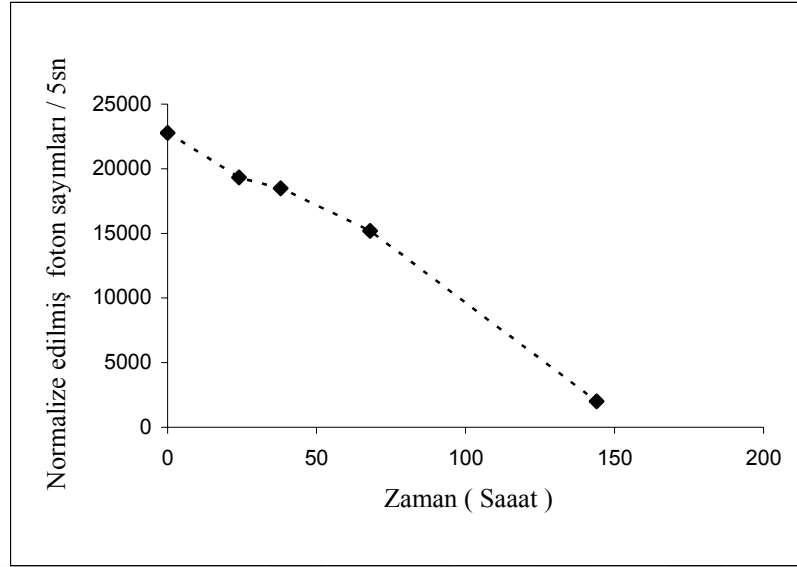
Şekil 4.14 Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL doz cevap eğrisi (Yüce vd. 2010’den değiştirilerek alınmıştır)

Deproteinize örnekler için bulunan doz cevapları bu iki çalışmadaki işlem görmemiş örnekler ile kıyaslandığında deproteinize edilmiş örnekler daha hızlı doyuma ulaşmaktadır.

Hata sınırları içinde 1.53 Gy beta dozundan sonra elde edilen OSL bozunum eğrisinin ilk 5 sn için integrali, taban seviye sayımlarının ilk 5 sn' deki integralinden daha büyüktür. Burada taban seviye sayımı (72 ± 15 sayım / 0.24 sn $\pm 3 \sigma$) ,ışınlanmamış örnekten saçılan mavi ışık fotonlarının sayım hızıdır. Bu durumda deproteinize edilen örnekler için minimum ölçülebilir doz 1.53 Gy' dir. Yukihara vd. (2007) işlem görmemiş dişlerde minimum ölçülebilir dozu 20–30 Gy doz aralığında, Godfrey-Smith (2008) işlem görmemiş azı dışında 1.4-4.1 Gy olarak rapor etmiştir.

Deproteinize edilen mine örneklerinde OSL sinyal kararlılığı 76.5 Gy ışınlamadan sonra 144 saate kadar incelendi (Şekil 4.15). 76.5 Gy ışınlamadan yaklaşık 86 saat sonra sinyalin %50' si kaybolurken 144 saat sonra taban seviye sayımının 3 katına kadar bir düşüş gözlemlendi. İşlem görmemiş örneklerdeki sinyal kararlılığı çalışması sonucunda 76 Gy gibi yüksek bir dozdan sonra bile 2 saat içinde sinyallerin sönüme uğradığı görüldü. Yukihara vd. (2007) ,işlem görmemiş diş minesinden aldığı OSL sinyallerinin yaklaşık 5 saat sonra %50 azalma gösterdiğini rapor etmiştir. Bu çalışmada elde edilen sonuçlarla kıyaslandığında hidrazin ile deproteinize edilen mine örneklerinin daha yavaş sönüme uğradığı görülmektedir. Ancak deproteinize edilen diş minesinin sönüm (fading) davranışı genel beklentilerden farklıdır. Bozunum logaritmik bir azalım göstermemektedir. Bunun muhtemel açıklaması OSL'a hassas sığ tuzakların termal sönümüdür.

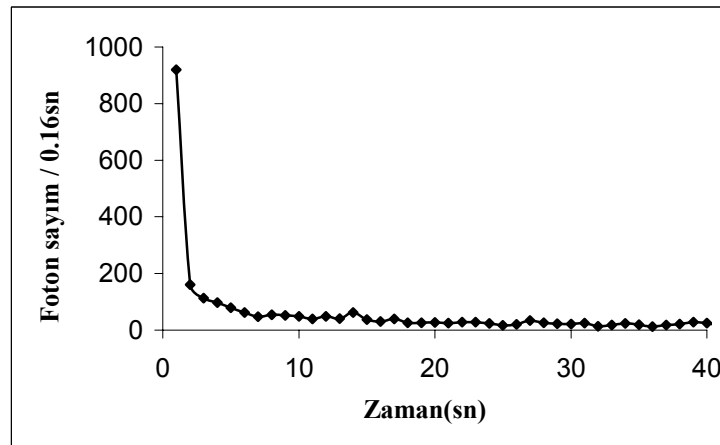
Bu çalışma literatürde daha önce diş minesi üzerinde mavi ışık altında gösterilmemiş hidrazin etkisini araştırmış ve başarılı sonuçlar elde etmiştir. Eğer dozlama ve hidrazin işlemin den sonra yine yüksek hassasiyette OSL sinyalleri alınabilirse hidrazin ile kimyasal örnek hazırlama yöntemi OSL ile kaza dozimetrisi uygulamalarında kullanılabilir bir örnek hazırlama yöntemi olarak önerilmiş olacaktır.



Şekil 4.15 Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin optik kararlılığı (Yüce vd.2010'dan değiştirilerek alınmıştır)

4.3.2 Etilendiamin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin lüminesans ölçümleri

Deproteinizasyon işlemi, örneklerin hazırlanması ve lüminesans ölçümler bölüm 4.2.3' deki gibi yapıldı. OSL ölçümleri sonucu 76 Gy' de beta ışınlanmış mine örneklerinde yüksek sinyal şiddetinden sonra hızlıca taban seviyeye düşüş gözlemlendi (Şekil 4.16).

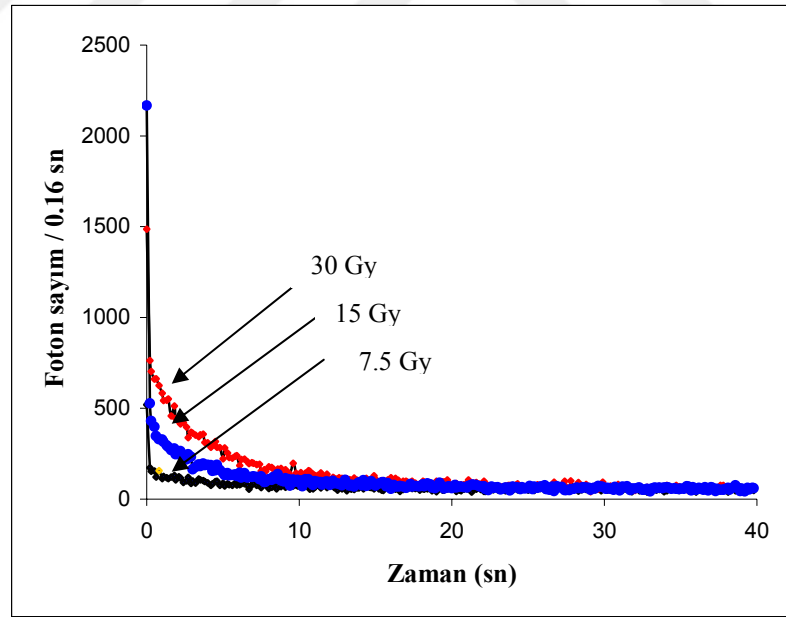


Şekil 4.16 Etilendiamin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı

Elde edilen sonuç hidrazin ile kıyaslandığında hidrazin kimyasalı ile daha yüksek hassasiyette OSL sinyalleri alındığı sonucu ortaya çıkmaktadır.

4.3.3 Sodyum Hidroksit ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin lüminesans ölçümleri

Bu çalışmada diş minesi örnekleri diş hekimi tarafından elmas diş matkabı ile hazırlandı. Örnekler, 5 M NaOH içerisinde ultrasonik banyoda 16 saat boyunca 60°C 'de deproteinize edildi. İlk 8 saat den sonra örnekler saf su ile 2 kez çalkalandı ve kalan 8 saat de solüsyon değiştirilerek deproteinizasyon işlemine devam edildi (Anonymous 2002, Fattibane vd. 2008). 24 saat boyunca açık havada kurutulan örnekler agat havanda ezilerek 100-250 μ aralığında elendi. Mine örnekleri paslanmaz çelik diskler üzerine silikon sprej ile yapıştırıldı. Örnekler mavi ışıkla 40 sn boyunca uyarıldı. Ardından doz hızı 0.15 Gy/sn olarak kalibre edilen Sr-90 beta kaynağı ile 1.5- 30 Gy aralığında dozlandı (Şekil 4.17).



Şekil 4.17 Sodyum hidroksit ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesinin OSL cevabı

Şekil 4.17'ye bakıldığında örneklerde yüksek bir OSL şiddetinden sonra sinyallerin hızlıca taban seviyeye düştüğü görülmektedir. 7.5 Gy in altındaki eğriler taban seviye

sinyallerinden ayıramadığı için başlangıç eğrisi olarak 7.5 Gy seçildi. Sodyum hidroksit ile deproteinizasyon, etilendiamin ile kıyaslandığında minimum ölçülebilir doz bakımından daha iyi olmasına rağmen hidrazin ile kıyaslandığında gerek minimum ölçülebilir doz gerekse sinyal hassasiyeti bakımından etkili bir deproteinizasyon işlemi değildir.

Sonuç olarak taze diş minesi örneklerinde kullanılan hidrazin, etilendiamin ve sodyum hidroksit kimyasallarının OSL’ daki etkinliği Tablo 4.6’ daki gibidir.

Tablo 4.6 Kullanılan deproteinizasyon yöntemlerinin taze (genç) diş minesi üzerindeki OSL hassasiyeti (✓ : hassasiyet var, x: hassasiyet yok)

Deproteinizasyon yöntemi	İnsan diş minesi OSL hassasiyeti	Minimum ölçülebilir doz
Hidrazin	✓	1.53 Gy ve üzerindeki beta dozları
Etilendiamin	x	-
Sodyum hidroksit	✓	7.5 Gy ve üzerindeki beta dozları

4.4 Işınlandıktan Sonra Hidrazin ile Deproteinize Edilen Taze (Genç) ve Antropolojik Diş Minesinin OSL Cevabı

Bu tez çalışmasında buraya kadar yapılan çalışmamalarda literatürde diş ve kemikler üzerinde şimdiye kadar denenmemiş ve OSL’ daki etkinliği merak edilen deproteinizasyon yöntemleri araştırıldı. Sonuç olarak kemiklerde en etkili yöntemin hidroklorik asit + hidrojen peroksit, diş minesi üzerinde de hidrazin olduğu belirlendi.

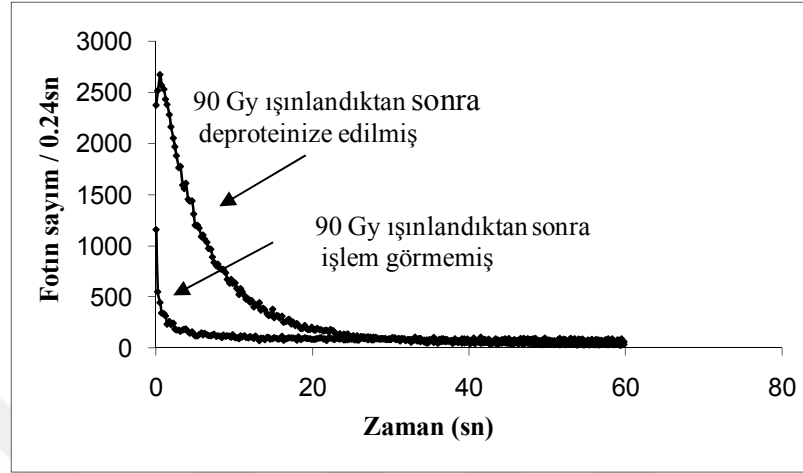
Elimizde yeterince eski kemik örneği olmadığı için ışılandıktan sonra hidroklorik asit ve hidrojen peroksit kimyasalları ile deproteinize edilen kemiklerin gerek IR gerekse mavi uyarma altında OSL ölçümleri yapılmadı.

Diş minesi üzerinde hidrazinin OSL hassasiyetini arttırması EPR deneylerinde de (Ivannikov vd. 2001) gözlenmiştir. Bu hassasiyet artışı diş minesindeki organik jel tabakasının efektif bir şekilde kaldırılmış olmasından kaynaklanıyor olabilir. Ancak Ivannikov vd. (2001) hidrazin ile deproteinize edilmiş bazı mine örneklerinde ilave EPR sinyalleri de gözlemlemiş ve hidrazinin yeni radikaller (tuzaklar) yaratabileceğini ifade etmiştir. Bu nedenle hidrazin işleminden önce beta ışınlanmış mine örneklerinin OSL cevabına bakılması in vitro doz belirleme çalışmalarında bu deproteinizasyon yönteminin gelişmesi bakımından önemlidir. Bu nedenle taze (genç) mine örnekleri 90 Gy beta dozlandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edildi. 90 Gy dozlamadan sonra hidrazin ile deproteinize edilen genç mine örneklerinin OSL okumaları sonucu yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlenmedi.

Ardından bölüm 4.1 de kemik örneklerinin alındığı mezardan çıkarılan yaklaşık 2500 yıllık antropolojik mine örnekleri 90 Gy beta dozlandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edildi. Şekil 4.18'den de görüldüğü üzere antropolojik diş minesi örneklerinde ışınlamadan sonraki deproteinizasyon işleminden sonra bile oldukça yüksek hassasiyette OSL bozunum eğrisi vardır. Sinyallerin ilk 5 saniyedeki integralleri alındığında 90 Gy' de işlem görmemiş örneğe oranla hassasiyet yaklaşık 7 kat artmıştır.

Taze diş minesi örneklerinde ışınlamadan sonraki deproteinizasyon işleminde sinyal gözlenmezken antropolojik mine örneklerinde gözlenmesinin nedeni muhtemelen çalışmada kullanılan antropolojik mine örneklerinin yaklaşık 2500 yıllık olmasıdır. Gümü boyunca bu örneklerdeki organikler zamanla yokolduğu için hidrazin ile deproteinizasyon işlemi bu örneklerde etkili olabilmekte ve radyasyonu depolayan inorganik yapıya zarar vermeden örneklerde kalan organikleri etkili bir şekilde elimine edebilmektedir. İşlem görmemiş taze diş minesi örneklerinde yüksek dozda ışınlamalardan sonra OSL sinyalleri 2 saat içerisinde sönüme uğrarken antropolojik

işlem görmemiş örneklerde ışınlamadan sonra OSL sinyallerinin 14 saatden daha fazla kalabiliyor olmasının nedeni de muhtemelen bu durumdan kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.18 90 Gy beta dozlandıktan sonra hidrazin ile deproteinize edilen ve edilmeyen antropolojik diş minesi örneğinin OSL cevabı

4.5 Taze ve Antropolojik Diş Minesinin TL Ölçümleri

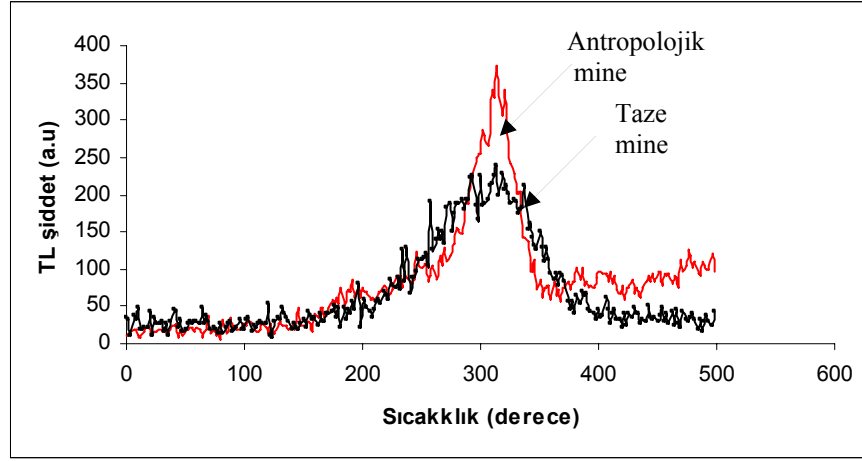
Hidrazin kimyasalı ile deproteinizasyon işleminin mine örneklerinde etkin olup olmadığını anlamak için bu örneklerin TL ölçümleri yapılmıştır. Çünkü deproteinize edilen örneklerde TL’deki yüksek ısıtılardan sonra yanma, sararma ve koku meydana gelirse bu örneklerdeki organik yapı tam olarak elimine edilememiş demektir. Bunu anlayabilmek için IR spektrometre ölçüm yöntemleride denenebilir. Ancak bu tür spektrometrik analizlerde deproteinizasyondan sonra organik kalıntısı gözlenmese bile geçmişteki çalışmalarda TL ölçümleri sonucu örneklerin yanması sorunları ile karşılaşmıştır (Kolberg ve Prydz 1974). Sonuç olarak mine örnekleri içerisinde bu tür deproteinizasyon işlemlerine direnebilen bir organik yapının olması muhtemeldir. Mine yapısı içerisinde organik-inorganik bağlantısının çok sıkı olması ve bu çalışmada kullanılan kimyasalların inorganik yapıya zarar vermeme nedeni de muhtemelen bu dirençli organik yapının tam olarak elimine edilememesi olabilir.

TL ölçümleri Riso TL/OSL okuyucusunda 500 °C’ye kadar 5°C/sn ısıtma hızında ve yüksek saflıkta azot atmosferinde gerçekleştirildi.

Işınlanmamış ve işlem görmemiş taze (genç) ve antropolojik mine örneklerinin TL okumalarında 280-320 °C sıcaklık aralığını kaplayan ışınlamaya hassas olmayan bir sahte pik gözlemlendi (Şekil 4.19). Bu ölçümlerde gözlenen sahte başka bir deyişle radyasyonun neden olmadığı TL piklerin nedeni çok çeşitlidir. Dış firezi ile örnekler hazırlanırken sürtünme etkisiyle oluşan tribölüminesans olabileceği gibi örneklerin 500 °C' ye kadar ısıtılması sırasında ortaya çıkabilecek gaz soğurması, ayrışması, yanma ve/veya pyroelektrik etkilerden de oluşuyor olabilir (McKeever, 1983).

Lüminesans tekniklerde bu örneklerden kararlı sinyallerin alınabileceği sıcaklık aralığında gözlenen sahte piklerin az önce sayılan etkilerden hangisi nedeniyle oluştuğunun bilinmesi pratik uygulamalarda oldukça zordur. Çünkü gözlenen bu sahte pik sayılan tüm nedenlerin hepsinden dolayı üst üste binmiş bir pikler topluluğu da olabilir. Gözlenen bu sahte pike mine içerisindeki organiklerin etkisi olup olmadığını anlayabilmenin bir yolu zamanla inorganikleşme sürecine giren antropolojik mine ile taze mine örneklerinin TL ışıma eğrilerini karşılaştırmak olabilir.

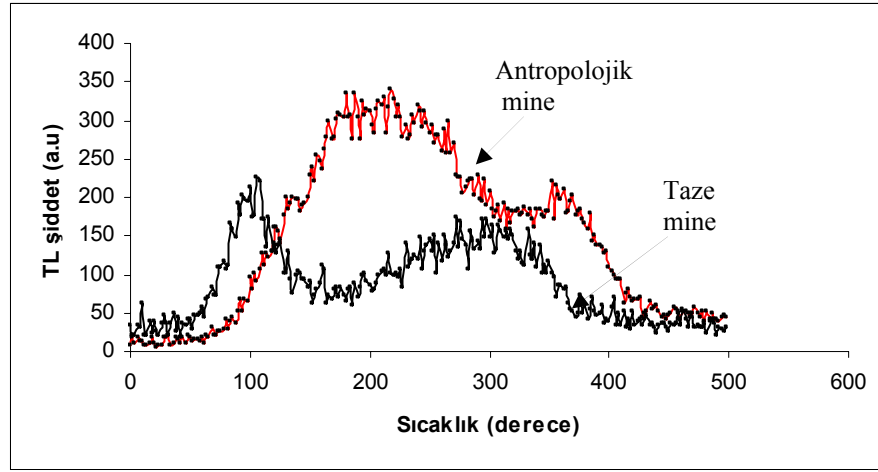
Şekil 4.19' da ışınlanmamış taze ve antropolojik mine örneklerinin TL ışıma eğrileri karşılaştırıldığında, birbirine benzer ışıma eğrileri oldukları görülmektedir. Aynı zamanda taze mine örneklerinin 500 °C' ye kadar ısıtılması sonucu gözlenen sararma ve koku antropolojik mine örneklerinde de gözlemlendi. Muhtemelen örneklerin içerisindeki organik maddelerin etkisiyle oluşan sararma ve koku, bu örneklerin TL tekniğinde araştırılması çalışmalarını kısıtlamaktadır. Çünkü yanma sırasında çıkan duman foto çoğaltıcı tüpe zarar verebilir.



Şekil 4.19 Işınlanmamış ve işlem görmemiş taze ve antropolojik diş minesinin TL cevabı

Mine örneklerindeki organik madde miktarı dentin ve dişin diğer yapıları ile kıyaslandığında oldukça azdır. Çoğunlukla küçük proteinlerden oluşan bu organik kısım minenin ağırlıkça yaklaşık % 2 sini oluşturmaktadır. Burada yanma etkisiyle gözlenen sararma ve koku bu küçük proteinlerden olabileceği gibi örneklerin mekanik olarak hazırlanması esnasında içerisine dentin karışmasından da kaynaklanıyor olabilir. Çünkü dentindeki organik bantların yoğunluğu mineninkinden 5 kat daha fazladır (Fattibene vd. 2005).

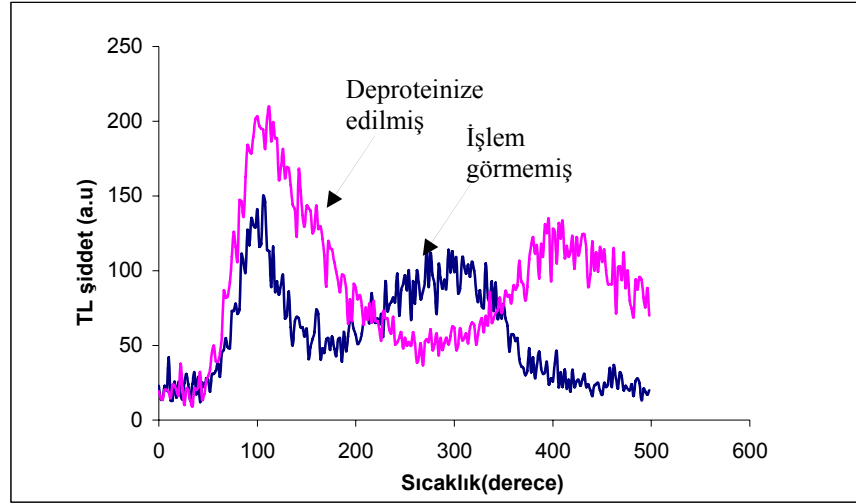
İşlem görmemiş ve 90 Gy beta ışınlanmış 5 mg taze ve antropolojik diş minesinin TL ışıma eğrileri ise şekil 4.20' deki gibidir. Taze mine örnekleri 100 °C civarında ışınlamaya hassas bir pike sahiptir. 90 Gy gibi çok yüksek bir dozdan sonra bu pikin hassasiyeti oldukça düşüktür ve ışınlamadan yaklaşık 2 saat sonra anormal sönüme uğramaktadır. Yani işlem görmemiş diş minesinin OSL analizleri sonucu 46 Gy ve üzerinde gözlenen ve 2 saat içerisinde sönüme uğrayan sinyaller, 100 °C civarında TL piki veren sığ tuzaklardan gelmektedir. Şekil 4.20' den görüldüğü üzere işlem görmemiş antropolojik diş minesinin 90 Gy ışınlanması sonucu, taze (genç) diş minesinin örneklerinde görünenden daha farklı sıcaklık pikleri gözlemlendi. Muhtemelen 100-300°C aralığında farklı sıcaklık piklerinin üst üste binmesi ile oluşan ve yapıdaki organiklerin zamanla yok olmasıyla görünür hale gelen bu pikler, taze diş minesine kıyasla antropolojik mine örneklerinde yüksek hassasiyette ve kararlılıkta OSL sinyallerinin alınabildiği piklerdir.



Şekil 4.20 İşlem görmemiş ve 90 Gy ışınlanmış taze ve antropolojik diş minesi örneklerinin TL ışıma eğrileri

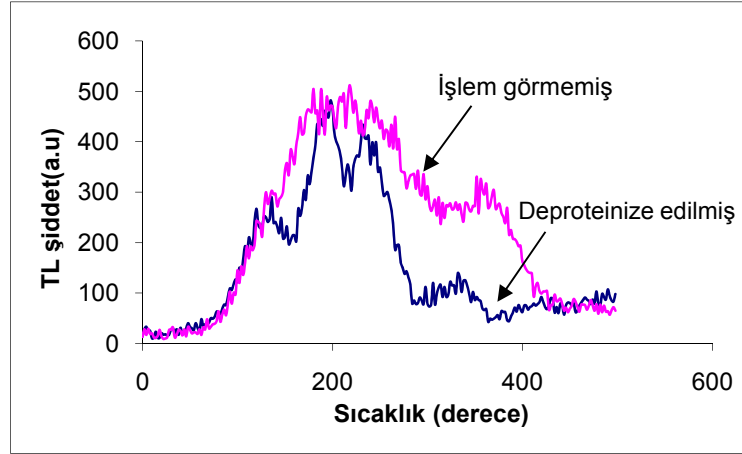
Hidrazin işleminden sonra beta dozlanan taze mine örneklerinde ise 100°C civarındaki radyasyona hassas TL piki yine düşük hassasiyette gözlenirken 430°C civarında muhtemelen kimyasal kalıntıların etkisi ile oluşan ve radyasyonun neden olmadığı bir pik gözlemlendi (Şekil 4.21). TL sinyallerinin kararlılığı çalışmaları sonucu hidrazin ile deproteinize edilen örneklerde 100°C civarındaki ışınlamaya hassas pikin 76 Gy ışınlamadan sonra 6 gün içerisinde sönüğü gözlemlendi. Hidrazin ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin OSL okumaları sonucu alınan ve 6 günde sönen bu sinyallerin TL 'da gözlenen 100 °C civarındaki pikten kaynaklandığı sonucuna varıldı. Hidrazin ile deproteinizasyon etkisiyle OSL sinyallerinin hassasiyetinin artış nedeni Şekil 4.21' den de görüldüğü üzere TL' daki 100 °C civarındaki pik hassasiyetinin artışından kaynaklanmaktadır. İşlem görmemiş örneklerde 100°C civarında gözlenen sahte pik şiddeti ise deproteinize örneklerde daha düşük şiddetle gözlenmektedir.

Aynı zamanda hidrazin ile deproteinize edilen taze mine örneklerinde işlem görmemişlere, etilendiamin ve sodyum hidroksit ile deproteinize edilen örneklerle kıyasla oldukça az sararma ve koku gözlemlendi. Bu nedenlerle hidrazin kimyasalının örnekler içerisindeki organik maddeyi diğer kimyasallara nazaran büyük ölçüde elimine edebildiği ve işlem görmemiş örneklerde gözlenen sahte pike organiklerden de katkı geldiği söylenebilir.



Şekil 4.21 Hidrazinden önce ve sonra 90 Gy ışınlanmış taze diş minesi örneğinin TL ışıma eğrisi

Hidrazin ile deproteinize edilen antropolojik mine örneklerinde ise taze diş minesi örneklerinden farklı olarak 100, 200, 230 ve 330 °C de düşük hassasiyetli TL pikleri gözlemlendi (Şekil 4.22). Deproteinize edilen antropolojik diş minesinde taze diş minesine kıyasla daha yüksek hassasiyetteki ve ışınlamadan sonraki deproteinizasyon işleminden sonra bile alınabilen kararlı olan OSL sinyalleri muhtemelen bu piklerden gelmektedir.



Şekil 4.22 İşlem görmemiş ve deproteinize edilmiş antropolojik diş minesi örneklerinin 90 Gy beta dozlamasından sonra TL cevabı.

5. SONUÇ

5.1 Antropolojik Kemiklerin Üzerine Yapışmış Toprak Örneklerinin IRSL Tarihlendirilmesi

Tez çalışmasının ilk kısmında hellenistik periyoda (MÖ 300-MS 30) ait olduğu düşünülen ve Mardinin Nusaybin ilçesindeki bir oda mezardan alınan insan kemik örneklerinin üzerine yapışmış toprakların IRSL tarihendirme çalışmalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı. Kemiklere yapışan toprak malzemelerin en son ışık gördüğü tarihin ölen kişinin hangi dönemlerde yaşadığı hakkında fikir verip vermeyeceği yeni bir araştırma konusu olarak ele alındı (Meric vd. 2009).

Kemik üzerine yapışmış toprak örneklerinin IRSL tarihlendirilmesi bilinen bir uygulama değildir ve literatürde yapılmamıştır. Bu nedenle kemik üzerine yapışmış toprak örneklerinin kemiklerin gömü zamanını verip vermediğinin kontrolü için bu toprak örneklerinin IRSL yaşı, aynı mezardan çıkarılan çanak çömlek örneklerinin IRSL ve TL yaşları ile karşılaştırıldı.

Tablo 4.3' den de görüleceği üzere antropolojik kemik üzerine yapışmış toprak örneğinin (NSB4) IRSL yaşı ; 2440 ± 170 yıl, NSB1, NSB2, NSB3 örneklerinin ortalama yaşı olan 2375 ± 170 yıl ile uyum içerisindedir. Belirlenen bu tarihler örneklerin hellenistik periyoda (Burney 1958, Bartl 1993) ait olduğunu göstermektedir ve hata sınırları içerisinde arkeolojik bulgularla uyum içerisindedir. Buda demek oluyor ki çanak çömlek ve kemik örnekleri aynı zamanda gömülmüştür. Sonuç olarak, bu tür mezarların tarihlendirilmesinde özellikle de OSL tarihendirme yapılacak materyal bulunamadığı zaman antropolojik kemiklerin üzerine yapışan toprak örnekleri kullanılarak aynı mezardan çıkarılan çeşitli arkeolojik örneklerin gömü yaşı bulunabilir (Meric vd. 2009).

5.2 Antropolojik Kemik ve Dişlerin Lüminesans Ölçümleri

Tez çalışmasının bu kısmında hidroklorik asit + hidrojen peroksit, hidrazin ve etilendiamin kimyasalları kullanılarak deproteinize edilen insan diş ve kemikleri ile

domuz diři örneklerinin OSL tarihlendirme alıřmalarında kullanılıp kullanılmayacağı araştırıldı.

Hidroklorik asit+hidrojen peroksit ile deproteinizasyon yöntemi kullanılarak Mersindeki bir mezardan alınan ve arkeologlar tarafından en az 100 yıl önce gömüldüğü belirtilen kemik ve domuz diři örnekleri incelendi. Örneklerden 200 Gy e kadar doğrusal ve oda sıcaklığında kararlı IRSL sinyalleri alınabildi (Şekil 4.2, 4.3). Alınan bu sinyaller eğer örneklerin alınması sırasında gün ışığına maruz kalmamışlarsa kemiğin dış kısmının tarihlendirme alıřmalarında kullanılabileceğı düşüncesini uyandırmaktadır. Ancak bu durumun kesinleşebilmesi için farklı beta dozlarında ışılandıktan sonra hidroklorik asit ve hidrojen peroksit kimyasalları ile deproteinize edilen farklı tipteki kemiklerin IR ve mavi uyarma altında OSL özellikleri incelenmelidir. Eğer ışınlanan veya sistemli bir kazı alışmasından gün ışığına maruz bırakılmadan alınan yeterince eski insan kemikleri üzerinde hidroklorik asit ve hidrojen peroksit yöntemleri uygulanarak oda sıcaklığında kararlı ve yüksek hassasiyette OSL sinyalleri alınabilir ise yeterince eski insan kemiklerinin lüminesans tekniklerde tarihlendirme amaçlı kullanımının gerçekleştirilmesi ümit vericidir (Meric vd. 2008).

Hidrazin ve etilendiamin ile deproteinizasyon yöntemleri kullanılarak Mardin deki oda mezardan çıkarılan farklı tipte insan kemik (kafatası ve tibia) ve dişlerinin OSL analizleri yapıldı. Bu kimyasallar ile kemik ve tüm diş örneklerinde yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlenmedi (Şekil 4.4, 4.5, 4.6). Muhtemelen bu kimyasallar ile örneklerin içerisindeki organik madde düzgün bir OSL bozunum eğrisinin gözlenmesine yetecek şekilde elimine edilememektedir.

Ancak 90 Gy beta ışınlamasından sonra hidrazin ile deproteinize edilen yaklaşık 2500 yıllık antropolojik diş minesi örneklerinde oldukça yüksek hassasiyette OSL sinyalleri gözlendi (Şekil 4.18). Burada yeterli örnek bulmak zor olduğı için daha düşük beta dozlarında denemeler yapılamadı. Eğer daha düşük beta dozlarında ışınlanan veya sistemli bir kazı alışmasından gün ışığına maruz bırakılmadan alınan yeterince eski insan diş minesi üzerinde hidrazin ile deproteinizasyon işlemi uygulanarak oda sıcaklığında kararlı ve yüksek hassasiyette OSL sinyalleri alınabilir ise yeterince eski

insan dişlerinin lüminesans tekniklerde tarihlendirme amaçlı kullanımının gerçekleştirilmesi ümit vericidir.

5.3 Taze (Genç) Diş Minesi Örneklerinin Lüminesans Ölçümleri

OSL tekniğinde işlem görmemiş diş minesinin kaza dozimetresi olarak kullanımının araştırıldığı çalışmaların sonucunda laboratuvar şartlarında minimum ölçülebilir doz ve sinyal kararlılığı henüz sağlanamamıştır (bkz bölüm 1). Bu nedenle bu tez çalışmasında farklı örnek hazırlama tekniklerinin diş minesinin radyasyona hassasiyetini, minimum ölçülebilir dozu ve sinyal kararlılığını nasıl etkilediği araştırılmıştır. Bu kapsamda hidrazin, etilendiamin ve sodyum hidroksit kimyasalları ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin OSL tekniğinde kaza dozimetrisi çalışmalarındaki potansiyel kullanımı araştırıldı.

Yapılan deneyler sonucu işlem görmemiş diş minesi örneklerinde 46 Gy beta dozunun altında mavi ve IR uyarma altında önemli OSL sinyalleri gözlenmedi. İşlem görmemiş diş minesi için elde edilen bu sonuç Yukihiro ve arkadaşlarının (2007) gözlemleri ile uyumludur. Aynı zamanda 46 Gy ve daha yüksek beta dozlarında mavi uyarma altında OSL sinyalleri alınsa bile sinyallerin 2 saat içerisinde taban seviyeye düştüğü gözlemlendi. Bu kadar kısa süredeki sönümün nedeni muhtemelen alınan OSL sinyallerinin TL' da 100 °C'ye takabül eden sık tuzaklardan geliyor olması ve bu tuzaklarda oda sıcaklığında anormal sönüm olayının gerçekleşmesidir.

Etilendiamin ile deproteinize edilen diş minesi örneklerinde yüksek dozlarda beta radyasyonundan sonra mavi uyarma altında önemli OSL bozunum eğrileri gözlenmedi. Aynı zamanda TL ölçümleri sonucunda işlem görmemiş örneklerdeki gibi sararma ve koku olduğu için bu kimyasal ile deproteinize edilen taze (genç) diş minesi örneklerinin OSL tekniğinde diş minesinin kaza dozimetresi olarak kullanımında etkili olmadığı sonucuna varıldı.

EPR tekniğinde kaza dozimetresi ve tarihlendirme çalışmalarında diş minesinin deproteinizasyonu için rutin olarak kullanılan sodyum hidroksit ile deproteinize edilen

diş minesi örneklerinden çeşitli beta dozlarından sonra mavi uyarma altında alınan OSL sinyalleri (Şekil 4.17) etilendiamin deproteinizasyonu ile kıyaslandığında daha yüksek hassasiyettedir. Ancak deproteinizasyondan sonraki minimum ölçülebilir doz seviyesi 7.5 Gy civarındadır ve bu doz kaza dozimetrisi çalışmalarında kullanılabilecek kadar düşük bir doz değildir. Sonuç olarak bu kimyasal protein organik yapıyı büyük ölçüde elimine edebilmekte ancak buna rağmen çok yüksek beta dozlarından sonra bile minimum ölçülebilir doz sınırını kaza dozimetrisi çalışmalarında kullanılabilecek düzeye indirememektedir.

Hidrazin ile deproteinize edilen taze diş minesi örneklerinde 1.53 Gy ve daha yüksek beta dozlarında yüksek hassasiyette OSL sinyalleri (Şekil 4.13) gözlemlendi (Yuce vd. 2010). Yapılan TL ölçümleri sonucunda bu kimyasal ile deproteinize edilen diş minesi üzerinde işlem görmemiş, etilendiamin ve sodyum hidroksit ile deproteinize edilen örneklerle kıyasla neredeyse hiç sararma ve koku gözlenmedi. Bu nedenle diş minesinin deproteinizasyonunda en etkili kimyasalın hidrazin olduğu söylenebilir.

Literatürdeki EPR ve OSL çalışmalarında diş minesindeki organik yapının organik 1 ve organik 2 olmak üzere iki kısımdan oluştuğu sodyum hidroksit ile 1. kısım elimine edilse bile inorganik yapı ile çok sıkı bir bağ içerisinde olan 2. kısmın elimine edilemediği belirtilmiştir (Fattibane vd. 2005, Godfrey Smith ve Pass 1997). Bizim çalışmamızda da taze diş minesi örneklerinde hidrazin ile deproteinizasyon işleminden sonra alınan ve 6 gün içerisinde OSL sinyalleri muhtemelen organik 1 kısmının eliminasyonu ile hassasiyeti artmış olan sinyallerdir. Hidrazin molekül olarak giriciliği yüksek olmasına rağmen taze (genç) diş minesinde organik 2 kısmını elimine edemiyor ve bu nedenle inorganik yapıya zarar vermiyor olabilir.

Sonuç olarak taze (genç) diş minesinin lüminesans tekniklerde kaza dozimetresi olarak kullanımında en büyük sorun sinyallerin anormal sönümüdür. Ve bu sönümün nedeni muhtemelen bu kimyasallar ile organik jel tabakasının tamamen kadırlanamaması ve yalnızca sıkı tuzaklardan sinyal alınabiliyor olmasıdır. Bu nedenle taze (genç) diş minesinden yüksek hassasiyette kararlı OSL sinyallerinin elde edilebileceği yeni örnek hazırlama teknikleri veya farklı filtre ve uyarma ışıkları kullanılarak yeni ölçüm

teknikleri denenmelidir. Deproteinize edilen diř minesi örneklerinin OSL analizleri literatürde merak edilen bir konudur. Bu çalışmada bulunan sonuçların sonraki çalışmalara bir yol haritası olacağını düşünmekteyiz.



KAYNAKLAR

- Aitken, M.J. 1985. Thermoluminescence dating. Academic Press, 351 p., England.
- Aitken, M.J. 1998. An introduction to optical dating. Oxford University Press, 267 p., Oxford.
- Atlıhan, M.A. 2008. Ege çöküntü sistemindeki bazı deprem izlerinin lüminesans yöntemiyle incelenmesi. Doktora tezi. Ankara Üniversitesi, 106 s., Ankara
- Anonymous. 1993. 9010 Optical dating system user manual. Littlemore scientific engineering 47 s., Oxford
- Anonymous. 2002. Use of electron paramagnetic resonance dosimetry with tooth enamel for retrospective dose assessment 57 p., IAEA- Tec.doc.- 1331.
- Abetratne, M., Spooner, N.A., Grün, R. and Head, J. 1997. Multidating studies of batadomba cave, Sri Lanka. Quaternary Science Reviews 16, 3-5, 243-255.
- Becker, K. 1973. Solid State Dosimetry. CRC Press. Cleveland, Ohio.
- Bøtter-Jensen, L. 1997. Luminescence techniques: instrumentation and methods. Radiation Measurements. 27, 5/6; 749-768.
- Bøtter-Jensen, L. and Murray, A.S. 2001. Optically stimulated luminescence techniques in retrospective dosimetry. Radiation Physics and Chemistry. 61, 3/6181-190.
- Bøtter-Jensen, L. 2000. Development of optically stimulated luminescence techniques using natural minerals and ceramics, and their application to retrospective dosimetry. Phd. Thesis. Riso National Laboratory, 185 s., Roskilde, Denmark.
- Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S. and Wintle, A.G. 2003. Optically stimulated luminescence dosimetry. Elsevier Science B.V., 355 p., Netherlands
- Bren, S. L. and Battista, J. J. 1995. Radiation dosimetry in human bone using electron paramagnetic resonance. Physics in Medical and Biology. 40, 2065-2077.
- Bölükdemir, M.H. 2007. Sodyum klorür ve potasyum klorür'ün optik uyarmalı lüminesans (OSL) kinetiği. Doktora tezi. Gazi Üniversitesi, 107 s., Ankara.
- Bartl, K. 1993. Some remarks on the early iron age in eastern anatolia. Anatolica, 21, 205-212.
- Burney, C.A. 1958. Eastern anatolia in the chalcolithic and early bronze age. Anatolia Studies, 30,157-167.

- Barnes, D.J., Taylor, R.B. and Lough, J.M. 2003. Measurement of luminescence in coral skeletons. *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology* .295,1, 91–106.
- Barnes, D.J. and Taylor, R.B. 2005. On the nature and causes of luminescent lines and bands in coral skeletons: II. contribution of skeletal crystals. *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*. 322, 2, 135–142.
- Carmichael, L.A., Sanderson, D.C.W. and Riain, S.N.1994. Thermoluminescence measurement of calcite shells. *Radiation Measurements*, 23 (Z/3), 455–463.
- Catrine, H., Skinner W., Kempner E.S. and Pak C.Y.C. 1972. Preparation of the mineral phase of bone using etilendiamine extraction. *Calcified Tissue Research*, 10,257-268.
- Christodoulides, C. and Fremlin, J. H. 1971. Thermoluminescence of Biological Materials. *Nature*, 232. 257-258.
- Dennison, K.J. and Peake, B.M. 1992 ESR bone dating in newzelland .*Quaternary Science Reviews*. 11,251-255.
- Driver, H.S.T. 1979. The preparation of thin slices of bone and shell for TL. *PACT* 3, 290–297.
- Egersdörfer, S., Wieser A. and Müller A. 1996. Tooth enamel as a dedector meterial for retrospective EPR dosimetry. *Applied Radiation and Isotopes*, 47, 1299-1303.
- Fattibene P., Corosi A., De Coste V., Sacchetti A., Nucara A., Postorino P. and Dore P. 2005. A comparative EPR, infrared and raman study of natural and deproteinized tooth enemal and dentin, *Physics in Medicine and Biology*, 501095-1108.
- Godfrey S. and Pass B. 1997. new method of retrospective radiation dosimetry: optically stimulated luminescence in dental. *Health Physics*, 72(5):744-749.
- Godfrey-Smith, D.I., 2008. Toward in vivo OSL dosimetry of human tooth enamel. *Radiation Measurements*, 43, 854-858.
- Güttler A. and Wieser 2008. EPR dosimetry with tooth enamel for low doses. *Radiation measurements*, 43 (2008) 819-822
- Huntley, D.J., Godfrey – Smith, D.I, and Thevalt, M.L.W. 1985. Optical dating of sediments. *Nature*, 313, 105-107.
- Huntley, D.J., Hutton, J.T. and Prescott, J.R. 1993. Optical dating using inclusions within quartz grains. *Geology*, 21, 1087-1090.

- Huntley, D.J., Hutton, J.T. and Prescott, J.R. 1994. Further thermoluminescence dates from the dune sequence in the southeast of South Australia. *Quaternary Science Reviews*, 13, 201–207.
- Horvath, Ari L., 2006 Solubility of structurally complicated materials: II..Bone. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 35, 4.
- Hedges, R.E.M. 2002. Bone Diagenesis: An overview of processes, *Archaeometry* 44, 3.
- Hillson, S., 2005, Size and shape in teeth. Cambridge University Press, New York 257-285.
- Inrig, E.L., Godfrey-Smith, D.I. and Khanna, S. 2008. Optically stimulated luminescence of electronic components for forensic, retrospective and accident dosimetry. *Radiation Measurements*. 43, (2-6), 726-730.
- Ivannikov, A.I., Tikunova, D.D., Skvortsov, V.G., Stepanenko, V.F., Khomichyonoka, V.V., Khamidovaa, L.G., Skripnika, D.D., Bozadjieva, L.L. and Hoshib, M. 2001. Elimination of the background signal in tooth enamel samples for EPR-dosimetry by means of physical–chemical treatment, *Applied Radiation and Isotopes*, 55, 701–705.
- Jasinka, M. and Niewiadomski, T., 1970. Thermoluminescence of biological materials. *Nature*, 227, 1159–1160.
- Kaushal, S., Patnaik V.V.G. and Agnihotri G., 2003. Mandibuler Canine Sex Determination, *Journal of Anatomical Society of India*, 52(2), 119-124.
- Kolberg, S. and Prydz, S. 1974. Thermally stimulated luminescence in dental hard tissues and bone. *Calcified Tissue Research*, 17, 9-23.
- Larsen, N.A. 1999. Dosimetry based on thermally and optically stimulated luminescence. Phd. Thesis. Riso National Laboratory, 151 s., Roskilde, Denmark .
- Mc Cutcheon, P. T. 1996. Thermoluminescent analysis of burned bone: assessing the problems. *A.C.S. symp. ser.* 625 p.
- McKeever, S.W.S. 1988. Thermoluminescence of solids, Cambridge Solid state science series.
- Meric, N., Koşal, M., Atlıhan, M.A., Yüce, Ü.R. 2008 OSL properties of anthropological bone and tooth. *Radiation Physics and Chemistry*, 77/6, 685- 689.
- Meric, N., Koşal, M., Atlıhan, M.A., Yüce, Ü.R. and Çınaroğlu, A. 2009. Infrared stimulated luminescence and thermoluminescence dating of archaeological samples from Turkey. *Geochronometria*, 34, 25-31.

- Ninagawa, K., Matsukuma, Y., Fukuda, T., Sato, A., Hoshino, N., Nakagawa, M., Yamamoto, I., Wada, T., Yamashita, Y., Sekimoto, K. and Komura, K. 1994. Thermoluminescence dating of a calcite shell, *Crassostrea gigas* (Thunberg) in the Ostreidae family. *Quaternary Geochronology*, 13, 589–593.
- Strzelczak, G., Sadlo J., Danilczuk, M., Stachowicz, W., Callens, F., Vanhaelewyn, G., Goovaerts, E. and Michalik, J. 2007. Multifrequency electron paramagnetic resonance study on deproteinized human bone. *Spectrochimica Acta, Part A*, 67, 1206–1209.
- Spooner, N.A., Aitken, M.J., Smith, B.W., Franks, M. and McElroy, C. 1990. Archaeological dating by infrared-stimulated luminescence using a diode array. *Radiation Protection Dosimetry*, 34: 83-86.
- Schwartz, G. T. and Dean, M.C. 2005. Sexual dimorphism in modern human permanent teeth. *American Journal of Physical Anthropology*, 128 (2), 312-317.
- Şenyurt, S.Y. 2006. Büyükardıç; an early iron age hilltop settlement in Eastern Anatolia). Ankara, Gazi University, Research Center for Archaeology Press, 38.
- Termine, J.D., Eanes, E.D., Greenfield, D.J., Vylan, M.U. and Harper, R.A. 1972. Hydrazine-deproteinized bone mineral. *Calcified Tissue Research*, 12, 73–90.
- Thomsen, K.J., 2004 . Optically Stimulated Luminescence Techniques in Retrospective Dosimetry using Single Grains of Quartz extracted from Unheated Material. Ph.D. Thesis, Risø National Laboratory, 17-41s, Roskilde, Denmark .
- Vandenbergh, D. 2004. Investigation of the optically stimulated luminescence dating method for application to young geological sediments. Phd. Thesis. Universiteit Gent, 298s., Holland.
- Wencka, M., Hoffman S.K. and Hercman, H. 2005. EPR dating of hydroxyapatite from fossil bones: transient effects after γ and UV irradiation. *Acta Physica polonica A*, 108331-337.
- Wintle, A.G. 1997. Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. *Radiation Measurements*, 27, 769-817.
- Wintle, A.G. and Murray, A.S. 1998. Towards the development of a preheat procedure for OSL dating of Quartz. *Radiation Measurements*, 29, 81-94.
- Yukihara, E.G., Mittani, J., McKeever, S.W.S. and Simon, S.L. 2007 Optically stimulated luminescence (OSL) of dental enamel for retrospective assessment of radiation exposure. *Radiation Measurements*, 42, 1256-1260.
- Yang, X.Y., Kadereit, A., Wagner, G.A., Wagner, I. and Zhang, J.Z. 2005. TL and IRSL dating of Jiahu relics and sediments: clue of 7th millennium BC civilization in central China. *Journal of Archaeological Science*, 32, 1045-1051.

Yuce, Ü.R., Meric, N., Atakol, O. and Yaşar, F. 2010. Dose response of hydrazine-deproteinated tooth enamel under blue light stimulation. *Radiation Measurements* (basımda).



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ülkü Rabia YÜCE
Doğum Yeri : Ankara
Doğum Tarihi : 06.11.1979
Medeni Hali : Bekar
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Ankara Kurtuluş Lisesi (1996)

Lisans : Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fizik Mühendisliği
Bölümü (2001)

Yüksek Lisans: Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fizik Mühendisliği
Bölümü (2004)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Ankara Üniversitesi 2002-2006

Türkiye Atom Enerjisi Kurumu 2006-Devam

Yayınları

Makaleler (SCI ve diğer) ve Sunumlar:

1. **Ülkü Rabia YÜCE**, Niyazi MERİÇ, Orhan ATAKOL, Fusun YAŞAR. Dose response of hydrazine-deproteinated tooth enamel under blue light stimulation. Radiation Measurements (basımda).
2. Niyazi Meriç, M. Altay Atlıhan, Mehmet Koşal, **Ülkü Rabia YÜCE** Yüce and Aykut Çınaroğlu. Infrared Stimulated Luminescence and Thermoluminescence Dating of Archaeological Samples from Turkey. Geochronometria (2009); 34,25-31.
3. Niyazi Meriç, Mehmet Koşal, M. Altay Atlıhan, **Ülkü Rabia Yüce**. OSL properties of anthropological bone and tooth. Radiation Physics and Chemistry, (2008); 77/6 685-689.

4. Niyazi Meriç, **Ülkü Rabia Yüce**, Erhan T. Ilgıt. Radiation dose in balloon dacryocystoplasty: a study using rando phantoms and thermoluminescent dosimetry. Diagnostic and Interventional Radiology 11. (2005) 166 – 169.
5. Niyazi Meriç, **Ülkü Rabia Yüce**, Erhan T. Ilgıt. Balon dakriyosistoplastide radyasyon dozu: Rando fantomlar ve termolüminesans dozimetrenin kullanıldığı bir çalışma. Türk Radyoloji Bülteni. Eylül 2005. A73-A76.
6. Niyazi Meric, **Ülkü Rabia Yüce**, Orhan Atakol, Fusun Yasar .Investigation on OSL sensitivity of hydrazine deproteinated tooth enamel. APLED-2, PRL, Ahmedabad 12-15 Novamner 2009, India.
7. **Ülkü Rabia Yüce**, Birol Engin. Termolüminesans (TL) Tekniği İle Kırmızı Pul Biberlerin Işınlanıp Işınlanmadığının Belirlenmesi. LUMIDOZ III Lüminesans Dozimetri Kongresi, Bodrum, Eylül 2009, Muğla.
8. Niyazi Meriç, **Ülkü Rabia Yüce**, Orhan Atakol, Füsün Yaşar. OSL analysis of deproteinated tooth enamel. UK luminescence and ESR meeting, 25 – 29 Ağustos 2009, Royal Holloway, University of London, England.
9. **Ülkü Rabia YÜCE**. Jeolojik, Arkeolojik ve Antropolojik Bulguların Tarihlendirilmesinde Kullanılan Fiziksel Teknikler-Kurumsal Bilgi Paylaşım Toplantısı. SANAEM-TAEK. 18/ 01/ 2008 ,Ankara
10. **Ülkü Rabia YÜCE**. Arkeolojik, Jeolojik ve Antropolojik Örneklerin Fiziksel Yöntemlerle Tarihlendirilmesi. 2007. Müzeler Haftası, MUĞLA
11. **Ülkü Rabia Yüce**, Niyazi Meriç. Application of Monte Carlo Calculations to The Dose Measurements. The Fourth Eurasian Conference Nuclear Science and its Applkication , October 31 - 3 November 2006, Baku, Azerbaijan.
12. Birol Engin , **Ülkü Rabia YÜCE**. Fiziksel Tekniklerle Tarihlendirme Yöntemleri. Kurumsal Bilgi Paylaşım Toplantısı SANAEM-TAEK. 2006, Ankara

13. **Ülkü Rabia Yüce**, Niyazi Meriç. Balloon Dacryoplasty: Göz merceği ve tiroid dozunun deneysel ve teorik hesabı. IX Ulusal Nükleer Bilimler ve Teknolojileri Kongresi, 14-16 Eylül 2005, İzmir.

14. Niyazi Meriç, **Ülkü Rabia Yüce**. “Optik Uyarlamalı Lüminesans Yöntemi ile Tarihlendirme“. CEBİT Bilişim ve Teknoloji Fuarı, İstanbul , 2005

15. Hande Şen, Niyazi Meriç, **Ülkü Rabia Yüce**. Bir Feldspat Numunenin OSL Cihazında Okuma Zamanının Belirlenmesi. VII Ulusal Medikal Fizik Kongresi. İstanbul, 2001.

Çalıştığı Projeler:

1.Yapay ve Doğal Dozimetrik Malzeme Araştırılması, Geliştirilmesi ve Dedektör Malzemesi Çalışmaları ile Doz Ölçüm Tekniklerinin Uygulamaları. TAEK

2. İnsanların Çevrelerinde Bulunması Muhtemel Çeşitli Materyallerin Kaza Dozimetresi Olarak Kullanılabilirliklerinin Lüminesans (TL/OSL) ve Elektron Spin Rezonans (ESR) Yöntemleri ile Araştırılması.TAEK

3. Nükleer ve Analitik Teknikler Kullanılarak Arkeolojik, Jeolojik ve Organik Kökenli Numunelerin Tarihlendirilmesi.TAEK

4. Optik Uyarlamalı Lüminesans (OSL) ve Termolüminesans (TL) Teknikleri ile İnsan Dişlerinin Retrospektif Dozimetre Olarak Kullanımının ve Tarihlendirilmesinin Geliştirilmesi. TUBITAK

Katıldığı Eğitim Kursları

1. Regional Training Course on Dating Techniques in Archheometry, IAEA- RER/ 1/006, Zagreb-Croatia .05/05/2008-10/05/2008

2. Training Course in Luminescence Dating and Accident Dosimetry, Riso National Laboratory, Roskilde-Denmark. 06/ 11/ 2007- 16/ 11/ 2007