

**SZEGEDI TUDOMÁNYEGYETEM
TERMÉSZETTUDOMÁNYI ÉS INFORMATIKAI KAR
TERMÉSZETI FÖLDRAJZI ÉS GEOINFORMATIKAI TANSZÉK**

**A TL és OSL módszerek tesztelése régészeti pontosan datálható
téglákon**

OTDK dolgozat

Készítette:
Tóth Orsolya
Geográfus MSc szakos hallgató

Témavezető:
Dr. Sipos György
Egyetemi adjunktus

Szeged 2012

TARTALOMJEGYZÉK

1. BEVEZETÉS	3
2. ELŐZMÉNYEK	5
2.1. Lumineszcens kormeghatározás	5
2.1.1. Alkalmazási területek	5
2.1.2. A lumineszcens kormeghatározás fizikai alapjai	5
2.1.3. A dózisteljesítmény meghatározása különféle módszerekkel	11
2.2. Kerámiák TL korának más módszerekkel történő összevetése	11
3. A VIZSGÁLT TÉGLÁK RÉGÉSZETI DATÁLÁSA	13
4. MÓDSZEREK	16
4.1. Mintagyűjtés	16
4.2. A minta előkészítése	18
4.3. Lumineszcens mérések	20
4.4. A várakozási időre vonatkozó vizsgálatok	21
4.5. A mérések eredményeinek összehasonlítása	21
4.6. A dózisteljesítmény meghatározása	22
5. EREDMÉNYEK	23
5.1. A késleltetési idő megválasztására vonatkozó eredmények	23
5.2. A mintagyűjtési technikák hatása az egyenérték dózis értékekre	25
5.3. Az OSL mérések eredményei	31
5.4. A dózisteljesítmény meghatározása	33
5.5. A kor adatok meghatározása	34
6. ÖSSZEGZÉS	37
7. IRODALOMJEGYZÉK	39
KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS:	41
MELLÉKLETEK:	42

1. BEVEZETÉS

A TL/OSL lumineszcens kormeghatározás az egyik **legfontosabb kormeghatározási módszerre vált az archeometriában** az utóbbi évtizedekben, hiszen lehetőséget biztosít **égetett tárgyak készítési dátumának, üledékek képződési idejének meghatározására**. Az első ilyen irányú mérések külföldön az 1960-as évek elején történtek, Magyarországon az 1980-as években végeztek először ilyen vizsgálatokat, azonban a hazai kutatások ezt követően megszakadtak (Benkő 1988). Hazai viszonylatban kevés az ilyen irányú kutatás, és az ebből eredő mérési tapasztalat. A mérési eredményeket számos tényező befolyásolja, ami miatt fontos a technológia minél szélesebb körű módszertani és méréstechnikai tesztelése.

A lumineszcens vizsgálatainkat **5** darab régészeti úton pontosan keltezhető, **Aquincumból** származó, **római kori** téglán végeztük el. Ezek datálása a téglán látható jelek, bélyegek segítségével történt. A bélyegek és a különböző jegyek egy-egy téглаégető műhely egyedi jelei és ezek működési ideje sok esetben jól dokumentálható. Ebből az okból kifolyólag a téгла időben és térben jól elhelyezhető.

Korábbi kutatásaink alapján arra a következtetésre jutottunk, hogy a mintagyűjtés módja befolyásolja a kapott koreredményeket. Jelenlegi kutatásunk **fő célja** ezért **ismert korú mintákon** kísérletek és tesztek végrehajtása, olyan eljárások vizsgálata, amelyeket rendszeresen alkalmazunk laboratóriumi munkánk során, de az eredményeket befolyásoló hatásokról még a nemzetközi szakirodalom is csak alig tesz említést. A 1.) mérési késleltetés időintervallumának tesztelése, 2.) a különböző mintavételi eljárások által okozott hatások vizsgálata, valamint 3.) az általában üledékek képződési idejének meghatározása során használt optikailag stimulált lumineszcens (OSL) módszer téglákon történő alkalmazásának tesztelése.

A vizsgálatokhoz **három féle módszerrel gyűjtöttünk** mintát a téglákból: **porítással**, **alacsony**, illetve **magas fordulatszámú fúró** segítségével. A porítás, valamint a fúrás során is előfordulhat, hogy a szemcsék szétesése nem tökéletes, így a minta egy részét achát mozsárban is porítottuk, hogy vizsgáljuk az ebből eredő esetleges mechanikai hatást. A **polimineralikus minták** vizsgálata mellett fontosnak tartottuk a **kvarc frakció** további tanulmányozását is. Főként üledékek esetében alkalmazzák ezt a módszert, illetve lényegesen kevesebb minta is elegendő a mérések folyamán. Az porított, achát mozsarazott minta esetében a **TL mérések** mellett **OSL mérések** is történtek a két módszer eredményeinek összehasonlítása céljából..

A koradatok számításához szükség volt további anyagvizsgálatokra is. A dózisteljesítmény meghatározása szempontjából elengedhetetlen a mintában lévő **U**, **Th** és **K** izotópok mennyiségének vizsgálata is. Ebből az okból **ICP-MS** mérések történtek. Továbbá a **K** tartalom meghatározására **XRF** vizsgálatokat is alkalmaztunk.

Az egyes mintagyűjtési módszerek és mérési technikákból adódó eltérések és hibák vizsgálatára kevés példát találunk a szakirodalomban, az itt elért eredmények mind az archeometria, mind a lumineszcens kormeghatározás területén jelentősek lehetnek, illetve fontos módszertani eredményeket szolgáltathatnak.

2. ELŐZMÉNYEK

2.1. Lumineszcens kormeghatározás

2.1.1. Alkalmazási területek

A lumineszcens kormeghatározás első alkalmazására mintegy 60 évvel ezelőtt került sor, azóta a módszer jelentős fejlődésen ment keresztül (Wintle 2008). A lumineszcens kormeghatározás segítségével **kerámia tárgyak, téglák, terrakotta alkotások kiégetésének időpontja**, valamint az **üledékképződés ideje határozható meg**. A módszer időbeli alkalmazhatósága alapesetben **10-300 000 évre** tehető, speciális esetekben 700 000-800 000 évre is kiterjeszthető (Novothny és Újházy 2000). A kormeghatározás két főle úton történhet: üledékek vizsgálata során az ún. **Optikailag Stimulált Lumineszcens (OSL)** módszer, míg égetett tárgyak esetén a **Termolumineszcens (TL)** módszer alkalmazhatása a legelterjedtebb.

A lumineszcens kormeghatározás igen fontos a **földtudományokban**. Segítségével vizsgálhatók glaciális, tengerparti, folyóvízi, szárazföldi üledékek, ezáltal következtethetünk egy terület klímájára, morfológiájára, illetve az emberi hatásokra is (Aitken 1998, Novothny és Újházy 2000, Sipos 2010).

Ugyanakkor széles körben elterjedt a lumineszcens kormeghatározás **égetett tárgyakon való alkalmazására** is. Az esetek többségében kerámia edények, töredékek vizsgálata történik. A cél több főle lehet: **időben és térben jobban elhelyezni egy adott kultúrát** (Feathers és Rhode 1998), lumineszcens módszerrel **pontosítani a régészeti úton meghatározott korokat** (Benea et. al 2007), illetve tovább **fejleszteni** a kormeghatározás során alkalmazott **módszereket** (Meric et. al 2009).

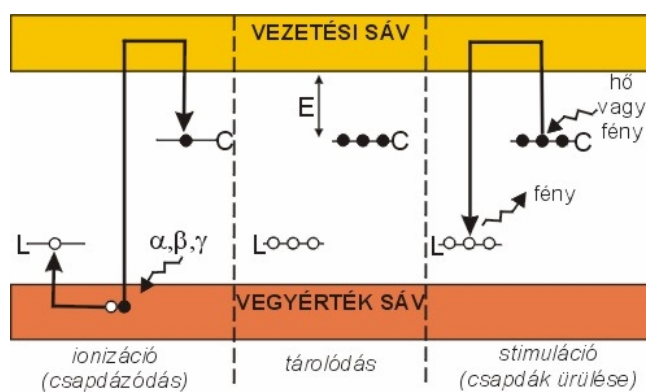
Templomok, várak, egyéb épületek tégláinak vizsgálata során esetenként a különböző építési időszakok és átépítések ideje is meghatározható (Baliff 2007, Göksu és Schwenk 2000, Nakata et. al 2006). További alkalmazási lehetőség az archeometria területén az **eredetiség vizsgálat**. A kiégetés idejét meghatározva eldönthető, hogy az adott tárgy eredeti, vagy esetleg hamisítvány/másolat (Sipos és Papp 2009, Zink és Porto 2005).

2.1.2. A lumineszcens kormeghatározás fizikai alapjai

A lumineszcens kormeghatározás általában **kvarc és földpát ásványokat** tartalmazó anyagokon történik. Kristályos szerkezetüknek köszönhetően ezekben az ásványokban az elektronok az ún. **vegyérték és vezetési sávokban** tartózkodhatnak (Boetter-Jensen et. Al 2003) (1. ábra). Alap esetben az elektronok a vegyérték sávban helyezkednek el, azonban

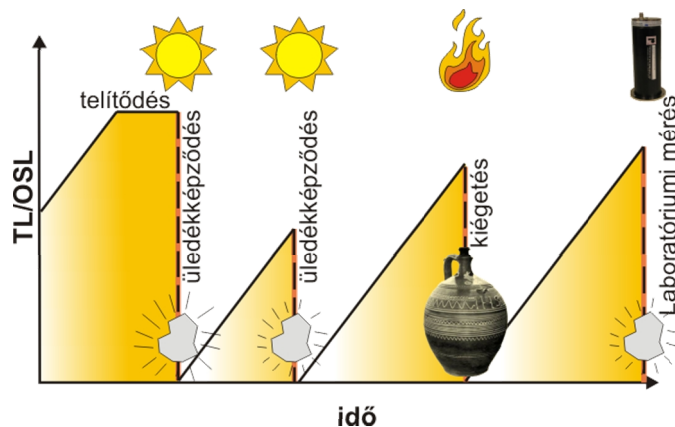
radioaktív sugárzás hatására **gerjesztődhetnek** és a vezetési sávba, magasabb energiaszintre kerülnek. Ekkor az elektronok a vegyérték sávban egy pozitív töltésű „lyukat” hagynak maguk után, hogy a későbbiekben a gerjesztett állapotból visszatérve egyesüljenek vele (Wintle 2008).

A legtöbb kristályrács azonban nem tökéletes, számos esetben az elektronok egy része az ionizáló sugárzás hatására egy, a vegyérték és a vezetési sáv között elhelyezkedő **kristályrács hibába, ún. csapdába** kerülhet (1. ábra). A csapdázódott elektronok hő, vagy fény általi gerjesztés hatására a csapdákból kilépve ugyancsak egyesülhetnek a hátrahagyott „lyukakkal” (rekombináció) (Novothy és Újházy 2000). Ez a folyamat foton leadással, jelenséggel jár, melyet lumineszcenciának nevezünk. **Hő általi stimuláció esetén termolumineszcenciáról (TL), míg fény általi gerjesztés során optikailag stimulált lumineszcenciáról (OSL) beszélünk.**



1. ábra: A lumineszcens jelenség energia modellje (Aitken 1998 alapján)

A lumineszcens jel kioltódásához szükséges hő-, illetve fényhatás **kerámiák kiégetése**, valamint az **üledékek áthalmozódása** során érheti a mintát. Mindkét esetben a folyamat következményeként a **kristályrács hibák ürülése, elektronok rekombinációja** történik meg (2. ábra). Ezt követően újra megindul az elektronok csapdázódása, ami minél nagyobb mértékű, annál régebben történt meg a kerámiák kiégetése, vagy az üledékáthalmozódás. Sok esetben ez a folyamat néhány százezer év után leáll a kristályrács hibák telítődése miatt. A lumineszcens jel nullázódása laboratóriumi körülmények között is végbe mehet fény (OSL) és hő (TL) általi gerjesztés hatására (Sipos 2010).



2. ábra: A lumineszcens jel felhalmozódás és kioltódása, mindig a legutolsó kioltódás idejét lehet meghatározni (Sipos 2010)

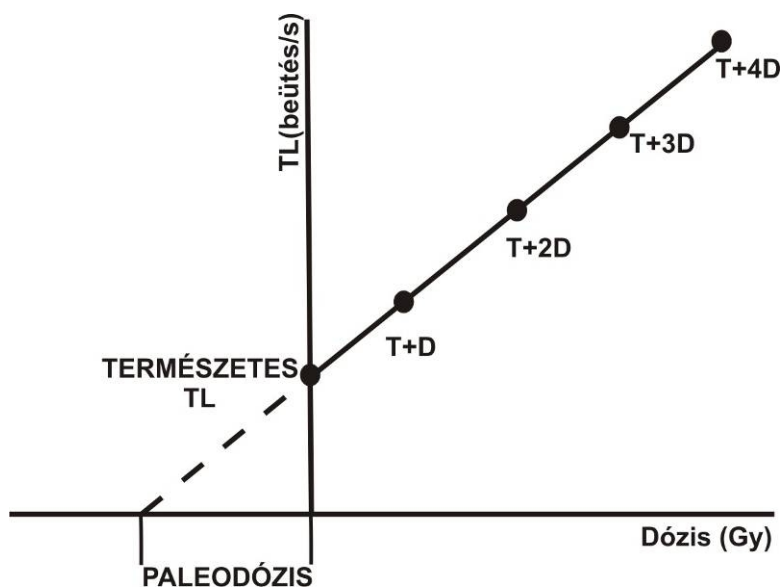
Az üledékképződés és a kerámiák kiégetési idejének megállapításához vizsgálnunk kell, a mintában **elnyelt össze dózis (paleodózis, D_p)**, mértékegysége: Gy, valamint az **egységnyi idő alatt elnyelt dózis mennyiségét (dózisteljesítmény D^*)**, mértékegysége: Gy/ka. Feltételezzük, hogy a hő általi, vagy optikai stimuláció hatására kibocsátott lumineszcens fotonok mennyisége arányban áll a csapdázott elektronok mennyiségével, azaz a természetes kioltást követően elnyelt dózis nagyságával. Laboratóriumi mesterséges dózisok és az előidézett lumineszcencia közötti összefüggés segítségével közvetetten megadható az paleodózis (Wintle 2008).

A dózisteljesítményt, így a csapdázódás ütemét a mintát érő α -, β - és γ - sugárzás intenzitása határozza meg. Ez pedig a természetes radioizotópok U, Th és K koncentrációjától függ (Sipos 2010, Sipos és Papp 2009). Az egyenérték dózis és a dózisteljesítmény meghatározása után az alábbi egyenlettel adható meg a kiégetés óta eltelt idő, illetve az üledékképződés:

$$\text{Kor (ka)} = \frac{\text{egyenérték dózis (Gy)}}{\text{dózisteljesítmény (Gy/ka)}}$$

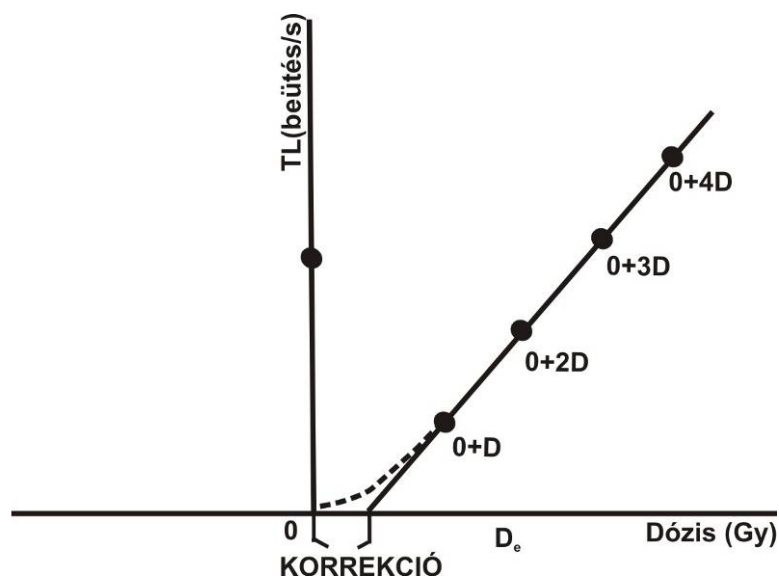
A hozzáadott dózis módszer (MAAD – Multiple Aliquot Additive Dose)

A termolumineszcens vizsgálatok során legtöbbször a **hozzáadott dózis módszert** (MAAD) alkalmazzák (Wintle 2008). A mérések előtt mintacsoportok kialakítása szükséges. Az egyes csoportok növekvő, mesterséges besugárzást kapnak, illetve egy csoport a természetes jel mérését szolgálja. A hozzáadott dózis módszer során az egyes részminták **egyre növekvő radioaktív sugárzást** kapnak, majd TL, illetve OSL segítségével az előidézett lumineszcens jel növekmény mérhető. A mérések segítségével felállítható az úgynevezett **dózis/lumineszcens válasz görbe** (3. ábra). Feltételezve, hogy a lumineszcens jel növekedése az idő múlásával egyenletes volt a görbe extrapolálható a 0 időpontig, ahol az elnyelt dózis értéke leolvasható. (Roberts et. al 1993, Wintle 2008)



3. ábra: A hozzáadott dózis/lumineszcens válasz görbe

A módszer előnye, hogy a mérés során nem változik a minta lumineszcens érzékenysége, ugyanakkor gyakran elő fordulhat, hogy a lumineszcens jel kezdeti növekedése nem lineáris, azaz **szupralineáris**, ilyenkor a csapdázódás üteme nem egyenletes, ebből az okból kifolyólag a kapott egyenérték dózis kisebb lesz a valósnál. Az eredmények a **regenerációs dózis módszerrel** (REG) pontosíthatók, amely megadja a szupralinearitás mértékét (4. ábra). Ekkor a csapdában lévő elektronok teljes kiürítése történik egy TL mérés segítségével, majd ezek után a már kialakított részmintákat egyre növekvő radioaktív sugárzást kapnak (Sipos és Papp 2009, Roberts et. al 1993). Az így kapott dózis/lumineszcens válasz görbének az origóba kellene tartania, azonban sok esetben a mégis az x tengely pozitív szakaszát metszi. A metszéspont és az origó eltérése adja meg a korrekció értékét (4. ábra).



4. ábra: A regeneráció dózis/lumineszcens jel válasz görbe

Az egymintás regenerációs protokoll (SAR - Single Aliquot Regeneration)

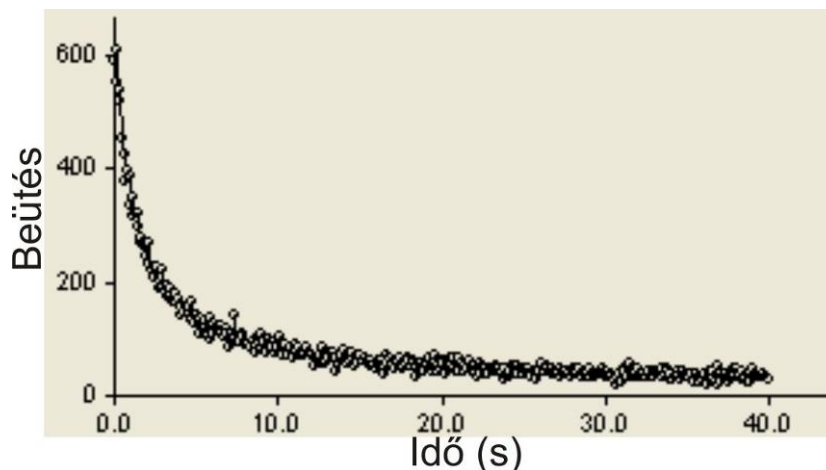
OSL mérések során általában a **SAR protokollt** alkalmazzák, azonban esetenként TL méréseknél is használható (Chruscinska et. al 2008). Azért lehet előnyösebb, mivel jelentősen **kevesebb anyag** is elegendő a méréshez, nincs szükség normalizációra, illetve egy mintán belül vizsgálható a dóziseloszlás, vagyis az egyenérték dózis adatok szórása (Boetter-Jensen et. al 2003). A többszöri kezelés hatására azonban az egyes részminták érzékenysége változik, ennek mértékét a SAR mérése protokoll segítségével követni lehet (1. táblázat).

1. táblázat: A SAR protokoll mérési ciklusának felépítése, több körben

Lépés	Eljárás
1	Dózis 0,1,2,3*
2	Előmelegítés (160-300 °C)
3	OSL mérés (125 °C 40 s)
4	Teszt dózis
5	Melegítés (160 °C)
6	OSL mérés (125 °C 40 s)

*: növekvő dózisok

A SAR protokoll alapesetben **hat lépésből** áll. Az első lépés egy adott dózis **besugárzása**, melyet az **előmelegítés** követ az instabil csapdák ürülése céljából. A megfelelő előmelegítési hőmérséklet egy teszt alapján határozható meg, azt vizsgálva, hogy milyen hőmérséklet mellett alkalmazható a módszer a legpontosabban ismert dózisok visszamérésére. A 3. lépés az **OSL mérés**, amely 125 °C –on történik 40 másodpercig, ekkor egy ún. lecsengési görbét kapunk (5. ábra).



5. ábra: Az OSL mérés során kapott lecsengési görbe

Ezt követően a minta érzékenységi változását vizsgáljuk egy **teszt mérés** segítségével, amely során mindig ugyanaz a teszt dózis kerül besugárzásra. A SAR protokoll alkalmazásával összesen **hét** ilyen **kört** alkalmazunk, az első körben a természetes jel kerül meghatározásra, ezt követően regenerációs dózisokat használunk a megfelelő dózis/lumineszcens válasz görbe felállításához. Az ötödik körben a **rekuperáció** mértéke, azaz az előmelegítés hatására jelentkező töltés áthalmozódást vizsgáljuk. A hatodik körben a regenerációs dózisok valamelyikét alkalmazva a **visszaforgatási arányt**, azaz két azonos dózis mérése közötti különbséget vizsgáljuk, ha a jó a teszt dózisok segítségével végzett érzékenység korrekció, akkor a két mérés közötti eltérés minimális. Az utolsó körben **infravörös gerjesztés** történik, amellyel vizsgálható a mintában esetleg lévő földpátszennyezés (Wintle és Murray 2006).

A SAR protokoll alkalmazása főleg üledékek vizsgálata kapcsán terjedt el, ezért kevés irodalmat találunk arra vonatkozóan, hogy milyen eredménnyel alkalmazható a módszer égetett tárgyak esetében.

Benea et. al (2007) neolitik kerámiák esetében használta a módszert kvarc zárványokon, az eredmények jó egyezést mutattak a régészeti úton meghatározott korokkal. Chruscinska et. al (2008) egy lengyelországi kastély vizsgálatakor TL SAR protokollt alkalmazott a mérések során. Ebben az esetben is durva szemcsés kvarcot használtak. Azért tartották a **TL SAR** módszert előnyösebbnek az OSL SAR módszerrel szemben, mivel a TL jel sokkal homogénebb volt az egyes részminták között, mint az OSL jel, illetve kisebb hibával rendelkeztek az eredmények. Így nagyobb pontosságot érhetek el az egyenérték dózis meghatározásokor.

2.1.3. A dózisteljesítmény meghatározása különféle módszerekkel

A dózisteljesítmény a mintát ért α -, β -, és γ -sugárzások alapján adható meg, melyek a mintában és a környezetben lévő ^{238}U , ^{232}Th , és ^{40}K izotópok mennyiségével határozhatók meg. Az α -sugárzás hatósugara μm -es, a β -sugárzásé mm -es nagyságrendű, míg a γ -sugárzás elérheti a 30-40 cm hatótávolságot is. Ebből az okból kifolyólag kerámiák esetében az α - és β sugárzás mennyiségét a tárgy anyagából a γ -sugárzás értékét pedig a tárgyat körülvevő környezet anyagából határozzák meg.

A kerámia anyagának radioaktív elemtartalmának meghatározása során általában atom abszorpciós vizsgálatokat alkalmaznak, úgy mint **ICP-AES**, **ICP-MS** (Zink és Porto 2005, Benea et. al 2007, Feathers 1998). Továbbá a kálium mennyiségének meghatározása XRF módszerrel is történhet. Elterjedt még az U és Th mérése céljából **alfa-számlálássos módszert** is végezhetnek (Benea et. al 2007). A kerámiát körülvevő talajminta U, Th és K izotópok mennyiségének meghatározása, ezáltal a gamma-sugárzás mértékének vizsgálata általában **gamma-spektroszkópiás méréssel** történik (Khasswneh et. al 2010 Bailiff 2007, Feathers 1998)..

A dózisteljesítmény meghatározása során továbbá figyelembe kell vennünk a **nedvességtartalmat**, amely azért fontos, mert a víz elnyelheti a sugárzás egy jelentős részét, valamint a tárgy előkerülési mélységét, mivel a mélységgel változhat a tárgyat ért kozmikus sugárzás mennyisége (Feathers 1998.).

2.2. Kerámiák TL korának más módszerekkel történő összevetése

A kerámiák termolumineszcens kormeghatározása során fontos lehet a kapott kor adat **összevetése más módszerekkel** történő datálás adataival a módszer ellenőrzése és pontosítása végett.

A ^{14}C -es **módszer** meghatározó az ilyen vizsgálatok pontosítása során. Ebben az esetben a kerámia közvetlen környezetéből gyűjtött mintát ^{14}C -es vizsgálatnak vetik alá, így a kapott kor adatok alkalmasak lehetnek az összehasonlításra. Fedorowicz és Zielinski (2009) hasonló módszert alkalmaztak, azzal a különbséggel, hogy nem kerámia minták kerültek vizsgálatra, hanem Lengyelország területén egy lösz és homok aljzatú dűne. Együtt alkalmazták a TL és a radiokarbon kormeghatározást a dűne datálásakor. Magyarországon az M7-es autópálya építését megelőző feltárások során egy cserép maszk töredéke került elő, mellőle számos azonosítható kerámiát emeltek ki, azonban a maszk kora kérdéses volt, így TL módszert alkalmaztak meghatározására. Az ásatás folyamán talált állatcsontokon ^{14}C -es

vizsgálatot végeztek, így ezek összehasonlítási alapot nyújthattak a TL módszerhez. Végeredményül a csontok radiokarbon kora és a maszk lumineszcens módszer segítségével meghatározott kora jó egyezést mutatott (Horváth et. al 2011).

A TL vizsgálatok eredményei összeegyeztethetőek a **történeti, régészeti datálással** is. Chruscinska et. al (2008) egy ismert korú lengyelországi kastély téglamintáit vizsgálták. A kastélyt a történelem folyamán többször is bővítették. Előzetes eredményeik alapján az általuk kapott korok jó egyezést mutattak a történelmi adatokkal, valamint a TL-SAR módszernek köszönhetően igen kis hibával rendelkeztek. Göksu és Schwenk (2000) egy németországi templom téglamintáit vizsgálta meg. Ebben az esetben is ismert volt a templom építési ideje, illetve a rombolások, újjáépítések pontos időszaka is. Céljuk a TL módszer fejlesztése volt, az ismert korú téglák segítségével. A kísérletük során kapott eredmények jól illeszkedtek a régészeti korokhoz.

3. A VIZSGÁLT TÉGLÁK RÉGÉSZETI DATÁLÁSA

Az emberiség már **5000 évvel ezelőtt is** használt **téglákat**, a legrégebbi leletek a Közel-Keletről származnak (Kovács 2004). A **Római Birodalom** területén Augustus korában terjedt el használatuk a hadsereg által. Ekkor létesültek az **első téглаégető műhelyek** is, melyekben különböző szokások alakultak ki a téglák jelöléseire (Havas 2012 szóbeli közlés).

A **téglák korának** régészeti úton történő meghatározására két módszert alkalmaznak; egyrészt a téglákon található **bélyegek, jelek, vagy feliratok** azonosítása, másrészt pedig **rétegtani vizsgálatok**. Mindezen sajátos jegyek lehetővé teszik a **térbeli és időbeli elkülönítést**. A Római Birodalomban elterjedő téглаégető műhelyek egyedi jelöléssel rendelkeztek. Általában fából készült bélyegző segítségével az adott műhely sajátos jegyét helyezték el a még nyers téglán (Havas 2009). Így a műhely azonosítása után könnyen elhelyezhető korban az adott tárgy. Havas (2007) ilyen módon datált számos aquincumi téglát.

Emellett számos esetben egyéb jelek is felfedezhetőek a téglákon, amelyek „a megformázott, de még nyers téгла kidolgozott felületén többnyire ujjal behúzott jelek” (Havas 2007). Ezek a jelölések **statisztikai okból** kerültek a téglákra. Segítségükkel pontosan számon tarthatták egy munkás napi teljesítményét, hiszen minden munkás egyedi jelzéseket használt. Gyakran feliratokat is találhatunk a téglákon, melyek takarhatnak nevet, számot, dátumot, vagy ezek kombinációját. A szakirodalmat tanulmányozva számos példát találhatunk az ilyen jellegű keltezésre. A feliratok vizsgálata alapján kísérletet tettek Aquincumból származó téglalap alakú asztallapok (monopodiumlapok) korának meghatározására is (Havas 2002).

A másik módszer rétegtani megfigyeléseken alapul. Ebben az esetben, ha a téгла egy olyan **rétegből** kerül elő, ahonnan számos más **jól datálható** lelet is felbukkan, akkor a téglát az őt körülvevő leletekkel azonos korúnak tartják. Ilyen vizsgálatot végeztek például egy római vízvezeték feltárása során Budapesten (Havas 2005). Az adott rétegekben terra sigillata kerámiák és egy sírkövön található felirat alapján történt meg az időbeli elhelyezés. A rétegtani vizsgálatok során jól használhatóak a keltezés szempontjából a már fent említett terra sigillaták, a különböző pénzermék, feliratos tárgyak, vagy a fenti példa alapján akár egy sírfelirat, illetve más bélyegzővel ellátott téglák is.

A **két módszer** olyakor **kombinálódhat**. Így például egy téглаégető műhely termékeinek azonosítása során rétegtani vizsgálatokat is végeztek, amely esetben pénzerméket vizsgáltak az adott rétegben (Havas 2009).

Problémaként merülhet fel ha egy rétegbe bolygatás útján került lelet. Ebből az okból kifolyólag a régésznek a rétegtani vizsgálatok során körültekintően kell eljárnia, hiszen előfordulhat, hogy egy esetleges bolygatás során egy rétegbe kerülnek olyan leletanyagok, melyek nem azonos korúak.

A fentiekből kiindulva a **bélyeges, vagy egyéb jelekkel ellátott téglák tekinthetők a legfontosabb leletanyagnak, mind régészeti, mind kormeghatározási szempontból.** Ugyanakkor, ha ezek a jelzések nem állnak rendelkezésre, akkor TL módszer lehet a legalkalmasabb egy téglakorának meghatározására.

A vizsgálatok során 5 darab római kori téglamintát használtuk fel (6. ábra), a téglák Aquincum különböző részeiről, illetve különböző időszakokból származnak. Az OSZ647-es minta 162-166 AD, az OSZ648-as 214-222 AD, az OSZ649-es 222-235 AD, az OSZ650 238-244 AD, míg az OSZ651-es téglaregészeti úton meghatározott kiégetési ideje 351-361 AD időszakra tehető.



6. ábra: A vizsgálatok során használt Aquincumból származó, római kori, bélyeges téglák

4. MÓDSZEREK

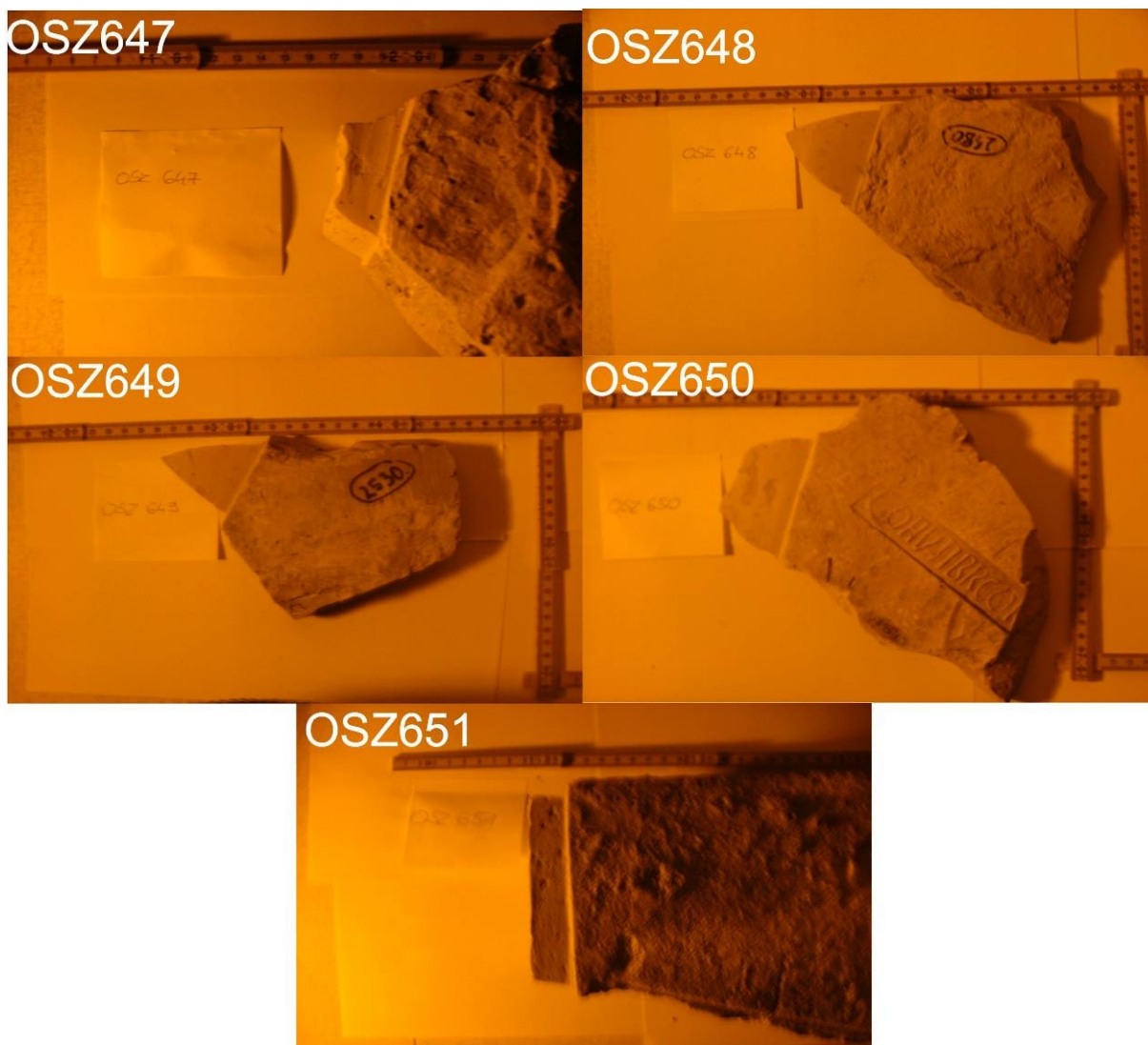
4.1. Mintagyűjtés

Az archeometriai célú **mintagyűjtés** általában **fúrással** történik esetenként, ha elegendő anyag áll rendelkezésre töréssel, **porítással** (mozsárban, vagy reszelővel) is gyűjthetünk mintát (7. ábra). Mindkét esetben a tárgy felszínének **külső 0.2-0.5 mm**-ét **eltávolítjuk**, a mintát ért **fényhatás**, illetve a külső **α és β sugárzás hatásának** kizárása miatt. A **külső rész nem alkalmas lumineszcens kormeghatározásra**. Ezt a részt **gamma-spektroszkópiás, XRF, valamint ICP-MS vizsgálatokra** félre tesszük, melyek a dózisteljesítmény meghatározása során szükségesek.



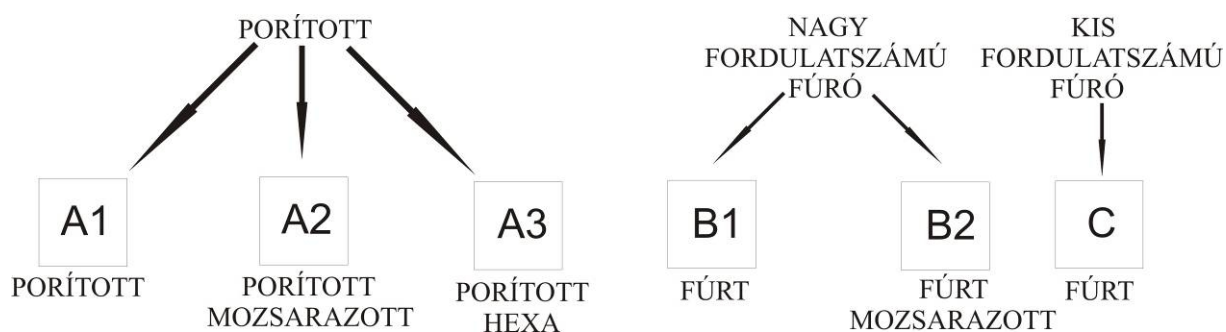
7. ábra: A fúrás és porítás folyamata

A kutatás során **három féle módszerrel gyűjtöttünk mintát**, majd ezeket további részmintákra osztottuk, így **egy téglamintából összesen hat részminta** készült. Mivel elegendő anyag állt rendelkezésünkre, ezért **részmintánként 1-2 g** mintát gyűjtöttünk (8. ábra).



8. ábra: A külső réteg eltávolítása után

Az első rész minta gyűjtése **porítással** (reszelő segítségével) történt (**A1**). A reszelés során előfordulhat, hogy a minta szilánkosra törik, nem esik szét szemcsékre, ezért az A1-es minta egy részén további **achát mozsaras porítást** alkalmaztunk (**A2**), melyeket megelőző vizsgálatoknak vetettük alá a késleltetési idő vizsgálata szempontjából (4.4. fejezet). Az A1-es minta egy másik részén **hexafluor szilícium (H_2SiF_6) savas kezelést** alkalmaztunk (**A3**), a kvarc frakció elkülönített vizsgálatához. Mintagyűjtés történt továbbá **magas fordulatszámú** (4000-5000 fordulat/perc) Proxxon típusú, fogorvosi fúrófejjel ellátott **fúró** segítségével (**B1**), illetve **alacsony fordulatszámú** (100-500 fordulat/perc) normál típusú, volfrám karbid fúrófejjel ellátott **fúró** (**C**). A magas fordulatszámú fúróval gyűjtött minta egy részének esetében szintén további **achát mozsaras porítást** alkalmaztunk (**B2**) (9. ábra).

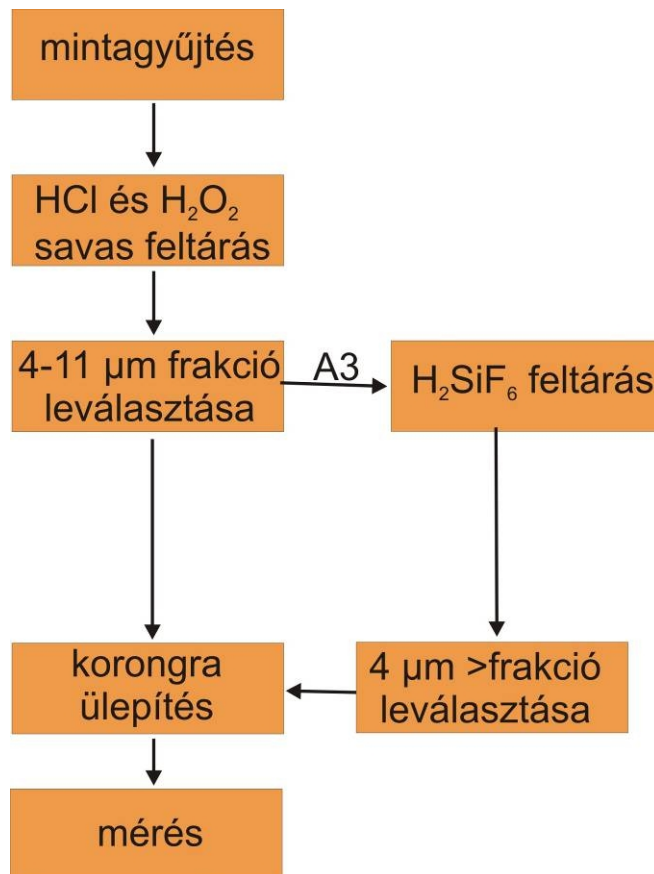


9. ábra: A különböző mintagyűjtési eljárások

4. 2. A minta előkészítése

A mintagyűjtést követően, a feltárások során **finomszemcsés eljárást** (4-11 µm-es frakció) alkalmaztunk, mivel a téglák anyaga főként agyag, illetve vályog lehetett, durvább homokszemcséket nem tartalmazott (10. ábra). Első lépésként a minta **karbonát és szerves anyag** tartalmát **távolítottuk el**, melyet 20 ml 10 %-os sósavval, illetve 20 ml 10 %-os hidrogén-peroxiddal végeztünk el. A **4-11 µm-es frakciót** a **Stokes-törvény alapján 6 cm-es acetonszlopban üleptetve** választottuk le. Az eljárás során egy hosszabb ülepedési időt követően (20 perc) szeparáltuk a 4 µm alatti frakciót, majd egy rövidebb időintervallumot alkalmazva (2 perc) leválasztottuk a 4-11 µm frakciót is.

Polimineralikus minták esetében ezt követően már csak a mintahordozó alumínium korongra üleptetés marad hátra, a **kvarc minták** is feltárása során, az acetonos szeparáció után **hexafluor szilícium (H₂SiF₆) savas kezelést** is alkalmaztunk. A művelet folyamán a mintát minden nap felrázva 1 héten keresztül marattuk, majd a sav teljes mértékű eltávolítását és a pH beállítását követően korongra üleptítettük. Végezetül újabb acetonos üleptítést alkalmaztunk, mivel a maratás kisebb szemcséket is eredményezhet a 4-11 µm-es frakciónál.



10. ábra: A finomszemcsés előkészítés menete

Ezután a mintahordozó **alumínium korongokat** kis üveg csövekbe helyeztük. A csövekbe **2.2-2,5 mg** anyag, illetve **2ml acetont** kerül, melyet acetonos szuszpenzió formájában a korongra pipettáztunk, majd 70 °C-on az acetont elpárologtattuk (11. ábra).



11. ábra: Alumínium korongok mintával, illetve az ülepítés állapota előtt

4. 3. Lumineszcens mérések

A termolumineszcens és optikai lumineszcens méréseket RISOE DA-15 TL/OSL műszerrel végeztük el, amely alumínium korongra kalibrált 0,0858 Gy/s dózisteljesítményű $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ béta sugárforrással rendelkezik. A mérések során az egyenérték dózis meghatározásához a korábban már bemutatott **hozzáadott dózis** és az egymintás regenerációs protokoll módszert használtuk.

MAAD protokoll:

Minden mintából 4 korongcsoportot alakítottunk ki 3-3 korongból, az egyes csoportok **növekvő radioaktív besugárzást (8,6 Gy – 17,2 Gy – 25,7 Gy – 34,3 Gy) kaptak**. Ennek segítségével állítottuk fel a dózisok és a gerjesztett lumineszcens válaszok közötti összefüggést.

Ideális esetben lumineszcens jel növekedése a kezdő időponttól kiindulva egyenletes, lineáris. Azonban általában a **kezdeti jelnövekedés szupralineáris** (lásd 4. ábra). A **regenerációs módszer (REG) segítségével pontosíthatók az eredmények**. Ebben az esetben is 4 mintacsoportot alakítottunk ki, melyeket ugyanúgy 3-3 korong alkot. A regenerációs dózis módszer alkalmazása során az első lépés a TL mérés, amely segítségével kiüríthetők a minta csapdáiban lévő elektronok és csak ezt követi a besugárzás. A korong csoportok **3,4 Gy – 6,9 Gy – 24,0 Gy – 41,2 Gy** radioaktív besugárzást kaptak. A mérés végén megszerkeszthető a **regenerációs dózis/lumineszcens válasz függvény**, amely **alapján korrigálhatók MAAD mérések eredményei** (Sipos és Papp 2009).

SAR protokoll:

Az OSL mérések előtt egy úgynevezett **előmelegítési tesztet** végeztünk el, mely során azt a hőmérsékleti értéket kerestük, melyet alkalmazva a **legstabilabban viselkedik a minta**. Ezután SAR méréseket végeztünk az A2-es H_2SiF_6 savval kezelt mintán. Elegendőnek tartottuk 8 korong vizsgálatát, mivel finomszemcsés, korongra ülepített minták esetében az eredmények szórása lényegesen kisebb, mint a durvaszemcsés eljárás során alkalmazott korongok esetében, hiszen az előbbi esetben jóval több szemcse lumineszcens jelét rögzítjük. A **SAR protokoll során a méréseket 200 °C-on végeztük el** az alábbi regenerációs dózisokat alkalmazva: **6,0 Gy – 8,6 Gy – 11,2 Gy – 13,7 Gy**

A **teszt dózist 9,4 Gy**-ben határoztuk meg, 160 °C-os vágási hőmérséklettel.

Az eredményeket **Analyst 3.24** programban értékeltük ki, valamint további elemzéseket végeztünk **Excel** program segítségével.

4.4. A várakozási időre vonatkozó vizsgálatok

A mérések során mind a hozzáadott, mind pedig a regenerációs módszer esetében a **TL mérés csak egy bizonyos várakozási idő elteltével kezdődhet meg**. Mivel meg kell várni a **sekélyebb csapdák spontán ürülését**, mert a besugárzást követően **jelvesztés** is történhet, így a jelkibocsátás nagyobb intenzitású lesz, a kapott kor idősebb lehet a valósnál.

A mérés során hozzáadott dózis módszert alkalmaztunk. Az **A2-es mintát további 5 részre különítettük el**, illetve a részmintákon belül is négy korongcsoportot kialakítva, az egyes korongcsoportok 8,6- 17,2- 25,7- valamint 34,3 Gy besugárzást kaptak. A részminták **TL mérése előtt 1, 2, 3, 4 és 5 hetes várakozási időt** alkalmaztunk.

4. 5. A mérések eredményeinek összehasonlítása

A TL méréseket követően normalizáltuk a TL görbéket, mely során a már kifakított korongok 4.3 Gy besugárzást kaptak ezt követően pedig újra TL mérést végeztünk rajtuk. Ezt a korrekciós mérést felhasználva **összehasonlítottuk** az egyes részminták MAAD méréseinek 8.6 Gy besugárzást kapott korongjainak **TL görbéit**. Ezáltal vizsgáltuk azt, hogy milyen változásokat eredményezhetnek a TL jel nagyságában a különböző mintagyűjtési eljárások és módszerek.

További megállapításokat vontunk le az eredményül kapott D_e értékekből, vizsgáltuk az egyes részminták eredményeinek arányát, így könnyen értékelhető a köztük lévő hasonlóság, illetve eltérés. Végezetül összehasonlítottuk az OSL és TL mérések során kapott eredményeket.

A vizsgálataink során teszteltük az egyes **mintagyűjtési eljárásokból, módszerekből adódó kor különbségeket**. Kísérleteket végeztünk arra vonatkozóan, hogy a **mechanikai hatás befolyásolhatja-e a TL görbéket**, illetve a kapott eredményt. Vizsgáltuk továbbá, hogy a **kvarc frakció és a polimineralikus minták** mérési eredményei között mekkora **eltéréseket** tapasztalunk. Valamint teszteltük az üledékek lerakódási idejének meghatározása során használt **OSL módszer alkalmazhatóságát égetett tárgyak esetében**.

4.6. A dózisteljesítmény meghatározása

A dózisteljesítmény vizsgálatokor fontos megállapítani radioaktív elemtartalmat, a nedvességtartalmat, valamint, hogy a téglák milyen mélységből kerültek elő.

Az **U, Th és K izotópok** mennyiségének meghatározására **ICP-MS** vizsgálatok történtek. A minták **K-tartalmának mérése XRF módszer** segítségével történt, melynek előnye, hogy kevesebb minta is elegendő hozzá.

A **nedvességtartalom** jelentősen befolyásolhatja azt, hogy a minta mennyi radioaktív sugárzást nyel el, vagyis befolyásolhatja a dózisteljesítményt is. A **tégla minták 50-60 évig raktárban voltak**, így az eredeti in situ nedvességtartalmát **becsléssel adhatjuk meg**. Ehhez a téglák lelőhelyadatait használtuk fel, vizsgáltuk, hogy milyen környezetből kerültek felszínre, illetve fontos szempontként értékeltük a mélységet is.

XRF (Röntgen fluoreszcencia)

Az XRF segítségével a **mintában lévő elemek kvantitatív mennyiségét lehet megállapítani**. A röntgen fluoreszcencia során **röntgensugarakkal gerjesztjük a mintát**, mely hatására az egyes anyagokra jellemző **kataszterisztikus fluoreszcens sugárzás** jön létre. A módszer alkalmas az egyes komponensek mennyiségbeli meghatározására, mivel a komponens röntgen fluoreszcens sugárzásának intenzitása a mintában lévő tömegével lesz arányos.

A vizsgálatok vákuumos közegben történtek, por alapú minták segítségével. A méréseket a Szegedi Tudományegyetem Ásványtani Geokémiai és Kőzettani Tanszékén egy Horiba Jobin Yvone XGT 5000 típusú μ XRF műszeren 50 mA csőárammal, 50 kV feszültséggel valamint 100 μ m-os nyalábátmérővel végeztük.

ICP-MS (Induktív csatolású plazma tömegspektrometria)

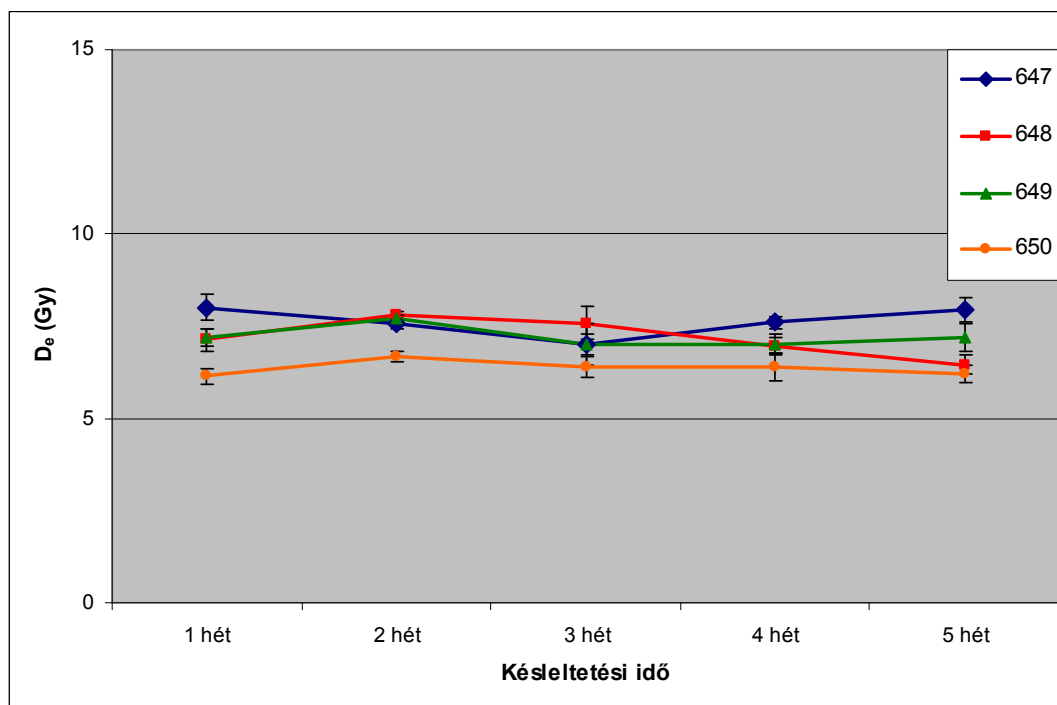
Az ICP-MS egy olyan atomizációs technika, mely során a mintában lévő elemekből ionizált atomok és molekulák képződnek magas hőmérsékletű plazmában. A képződő ionokat magas hőmérséklet mellett elektromágnessel eltérítjük. Az eltérülés mértéke arányos az izotóp tömegével, így az egyes elemek külön-külön detektálhatók, a minta tömegének ismeretében meghatározható a mintában lévő, a dózisteljesítmény meghatározásához szükséges U, Th és K izotópok koncentrációja. A mérések a Magyar Állami Földtani Intézet, ELAN DRC-II New Wave UP 213 PE-200 típusú műszerével történtek. A feltárásokat lítium-metaboráttal végezték. A mérések eredményei 5 %-os hibával rendelkeztek.

5. EREDMÉNYEK

5.1. A késleltetési idő megválasztására vonatkozó eredmények

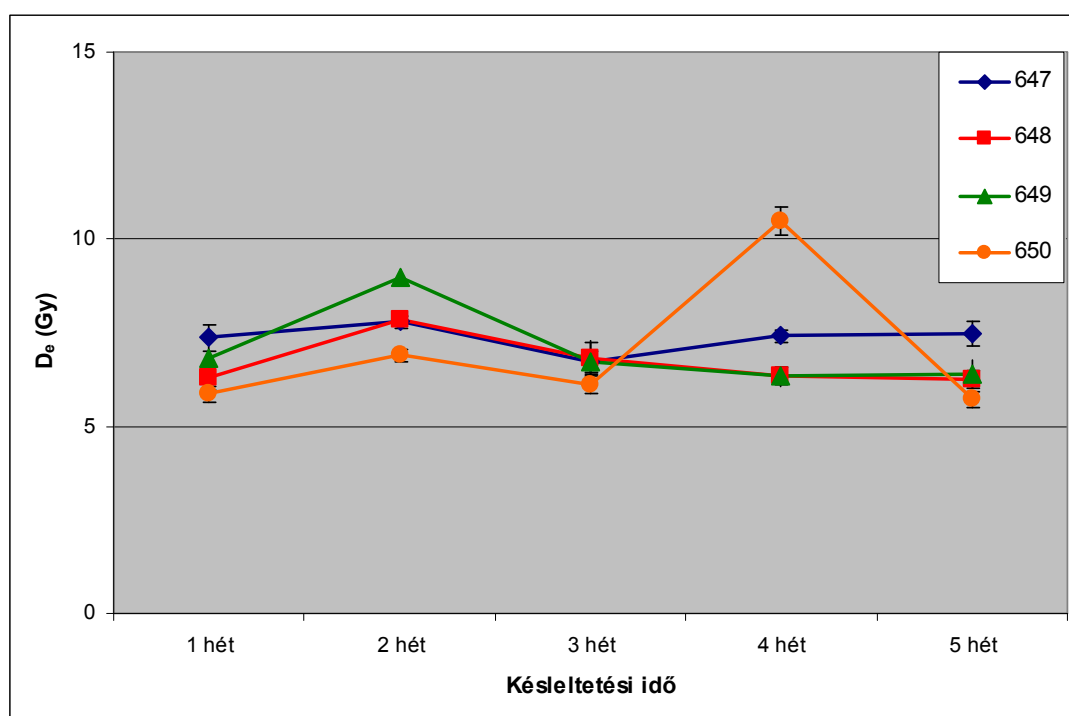
A vizsgálatok során az egyes mintákat öt részre bontottuk a radioaktív besugárzást követő, a TL méréseket megelőző különböző időtartalmú késleltetések tesztelésére (1, 2, 3, 4, illetve 5 hét). Minden részminta **16 db korongból** tevődött össze: **4 db korongot** használtunk fel a **természetes jel mérésére**, valamint az egyes **hozzáadott dózisokhoz 3-3 korongot** rendeltünk. A kísérletet 4 darab, A2-es (porított) téglamintán végeztük el (OSZ 647, 648, 649, 650). A mintákat mindvégig ugyanannak a kezelésnek tettük ki, a részmintákat csak a mérést megelőzően különítettük el. Az OSZ 651-es számú minta esetében nem állt elegendő anyag rendelkezésünkre így ezen nem végeztük el a kísérletet. Azonban 4 minta segítségével is kirajzolódtak a fontosabb összefüggések.

A kapott eredményeket először a **fotonsokszorozó korrekciója nélkül** elemeztük. Ez alapján az OSZ 648, 649, 650-es minta esetében **2 hetes várakozási idő után az egyenérték dózisok enyhén megemelkedtek**, majd **3 hét után** az OSZ 649 és 650-es minta esetében **stagnálás** volt megfigyelhető. Az OSZ 648-as minta egyenérték dózisa egyenletes csökkenést mutatott 3 hét várakozást követően is. Az OSZ 647-es minta ellentétesen viselkedett: 3 hét késleltetési ideig csökkenés, ezután pedig növekedés jellemezte (12. ábra).



12. ábra: A késleltetési idő vizsgálata korrekció nélkül

Mivel a műszerben lévő **foton sokszorozó érzékenysége változhat**, a kísérlet során minden mérés előtt megmértük a **beépített kalibrációs LED jelének értékét**, mellyel a későbbiek folyamán a **kapott TL görbéket normalizáltuk, az egyenérték dózisokat korrigáltuk**. A korrekciót követően mind a négy minta egyenérték dózis növekedést mutat 2 hetes várakozás elteltével, majd csökkenés figyelhető meg a 3 hetes eredmények esetén. Ezt követően az OSZ647, 648 és 649-es minta D_e értéke stabilizálódik. Az OSZ650-es minta a 4 hetes késleltetési adatok elemzése során kiugró értékeket mutatott, ebben az esetben nem jellemző a fent megállapított tény, de általánosságban elmondható, hogy a minták többsége nagyon hasonlóan viselkedett (13. ábra).



13. ábra: A késleltetési idő vizsgálata az egyenérték dózis korrekciójával

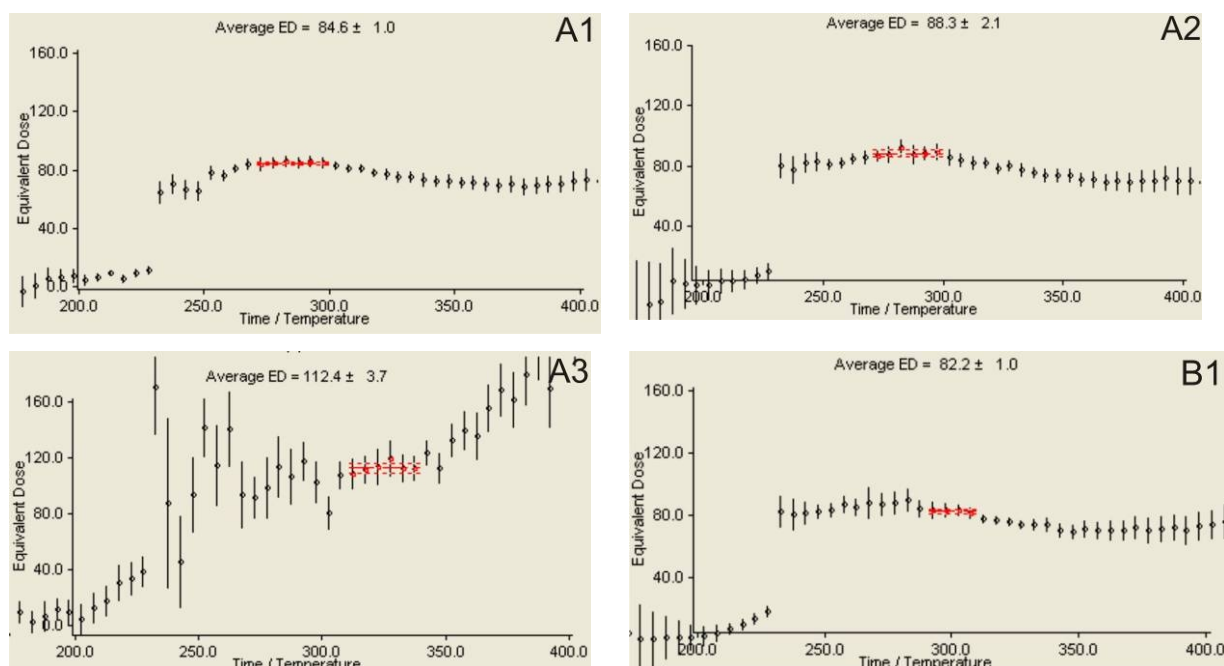
Összességében elmondható, hogy **2 hét várakozás esetén szisztematikusan emelkedik**, **3 hét várakozást követően pedig egy kivétellel stabilizálódik**, a mért egyenérték dózisok értéke. A 4 hetes és 5 hetes várakozási időket követően mért értékek gyakorlatilag azonosak, de a 3 hetes adatokhoz képest is hibahatáron belül vannak. Elmondható továbbá, hogy bár egyes minták viselkedhetnek eltérően, de általános tendencia rajzolódik ki a várakozási idők tekintetében.

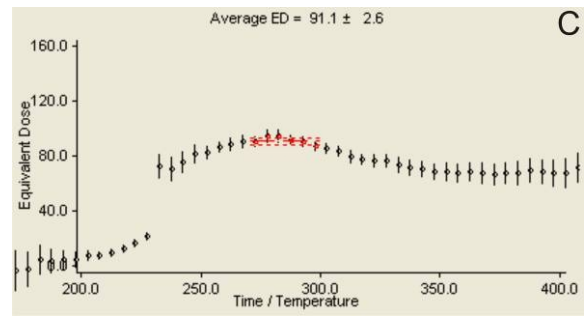
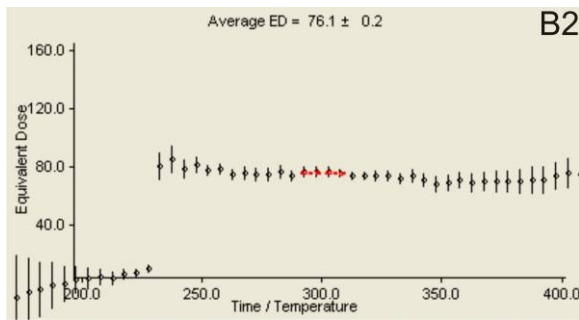
Mindezeket figyelembe véve arra a jutottunk, hogy a további mérések folyamán **3-4 hetes késleltetési időt alkalmazunk**. Hiszen rövidebb időtartalmú várakozási idő esetén fenn állna a veszély, hogy magasabb D_e értékeket mérnénk. Ennek oka egyelőre tisztázatlan,

további kísérleteket igényel, valószínűleg töltés vándorlással magyarázható. A jelek 3-4 hét elteltével stabilizálódnak, így nincs szükség további késleltetésre a TL mérések megkezdése előtt.

5.2 A mintagyűjtési technikák hatása az egyenérték dózis értékekre

A módszer pontosítása, fejlesztése végett szükséges vizsgálni az egyes mintagyűjtési és mérés technikai módszerek által okozott eltéréseket, az esetleges jelvesztést. Az egyenérték dózis megállapítását megelőzően dózis plató-teszt segítségével állapítottuk meg, hogy mely hőmérséklet tartományban viselkedik az adott minta a legstabilabban, és a TL görbe mely szakaszát kell integrálni a hozzáadott dózis/lumineszcens jel összefüggés meghatározásánál. A plató teszt során 10 °C-onként vizsgáltuk az egyes minták esetében az egyenértékdózis változását. A plató-teszt általánosságban azt mutatta, hogy az A1, A2, B1, B2 és C-jelű minták 270-310 °C közötti, míg az A3-as, H₂SiF₆-al kezelt minták 340-360 °C közötti hőmérséklet tartományban viselkedtek a legstabilabban (14. ábra és 1., 2., 3., 4., 5. számú melléklet), ennek valószínűsíthető oka, hogy korábbi megfigyelések alapján (Aitken 1985) a kvarcnak 350 °C-on van a legstabilabb csapda populációja. Illetve a jóval érzékenyebb földpát komponenst a H₂SiF₆ savas kezelés felemésztette, a többi poliminerális minta esetében a kvarc jelét elnyomja a többi ásvány (főként földpátok) jele.

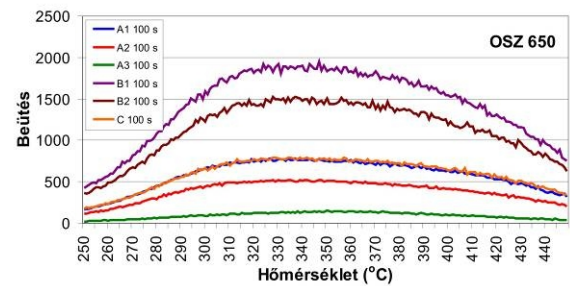
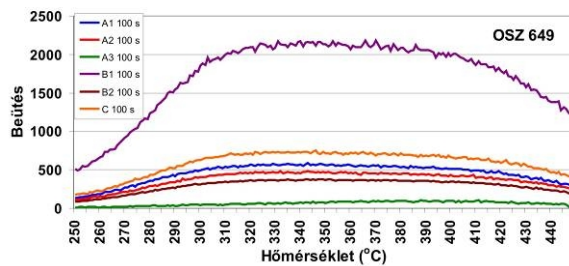
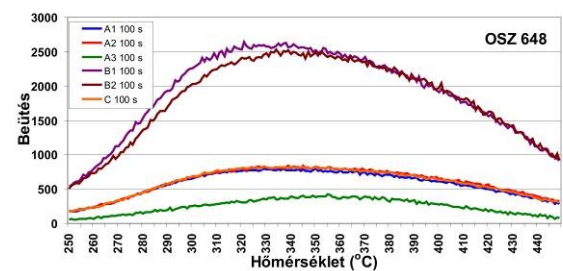
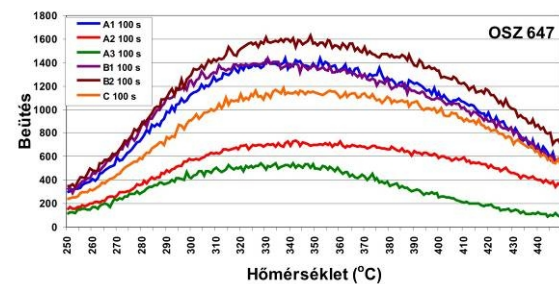


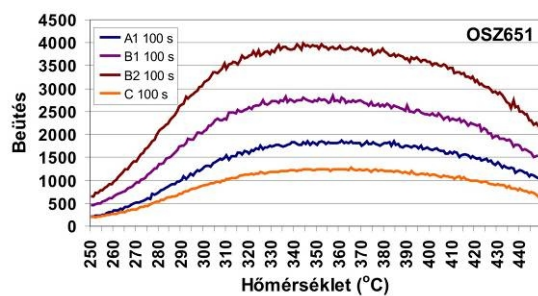


14. ábra: AZ OSZ648-as minta D_e platói

A különböző mintagyűjtési eljárások összehasonlítása során a **8,6 Gy** besugárzás által kapott TL **görbék korongonkénti átlagát** hasonlítottuk össze a **250-450 °C-ig** terjedő tartományban. Mind a négy minta esetében megfigyelhető, hogy a hexafluor-szilícium savval kezelt minta (**A3**) **jelentősen kisebb jelet ad**, illetve a csúcs a **magasabb hőmérsékleti régiók felé tolódik el** a korábban említett okok miatt

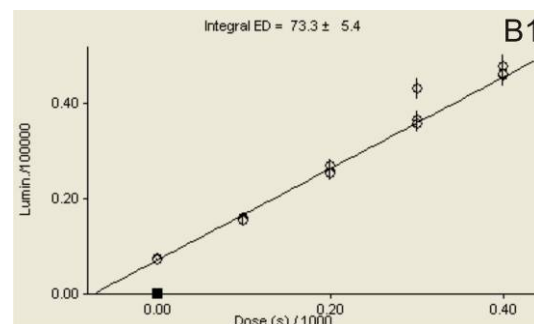
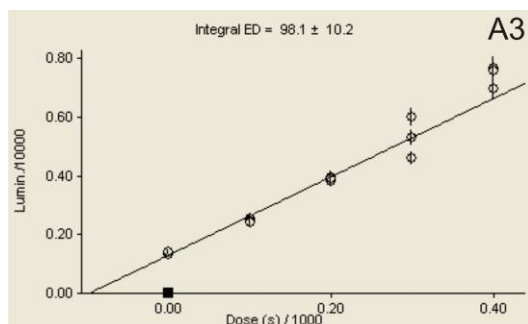
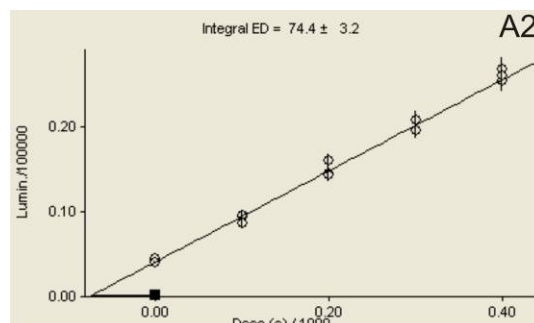
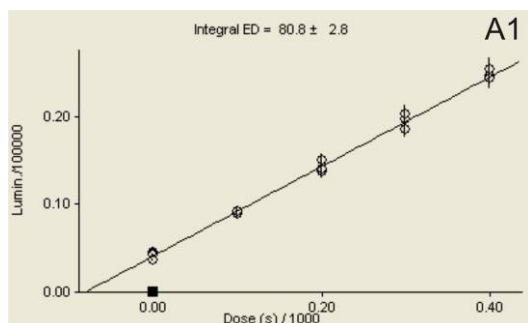
Továbbá jól megfigyelhető, hogy **3 esetben a fűrt minták nagyobb intenzitású TL görbékkel rendelkeznek a többihez képest**, valamint **A2-es, mozsárral porított részminták görbéje kisebb intenzitású az A1-es rész minta görbéjénél** (15. ábra). Ez alapján valószínűsíthető, hogy a fűrés, illetve az **achát mozsaras porítás módosítja a TL görbék futását**.

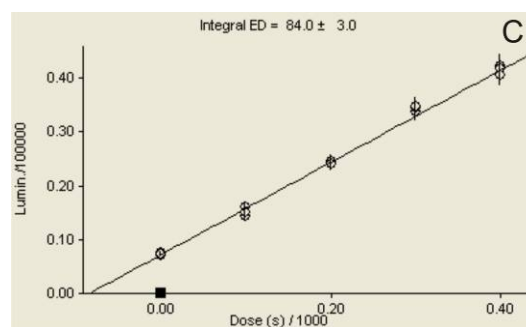
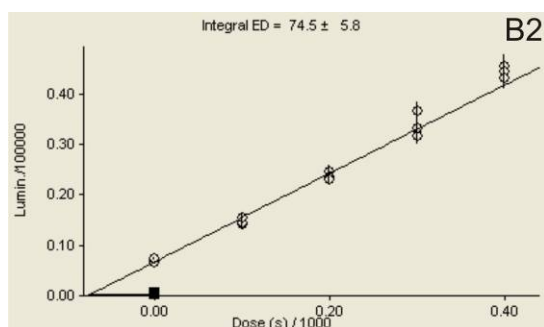




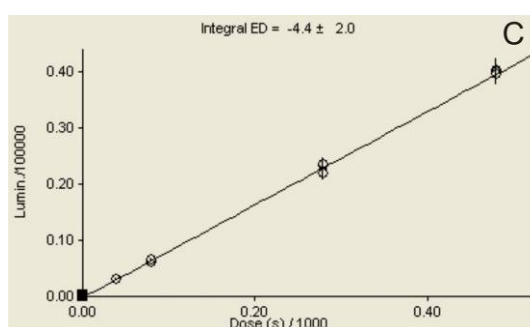
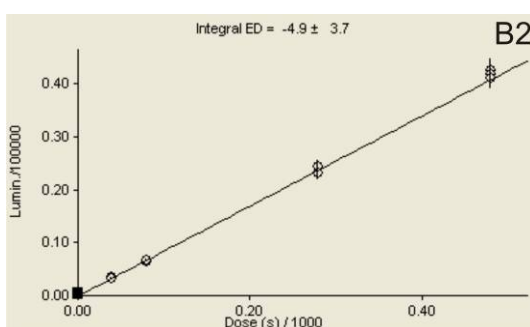
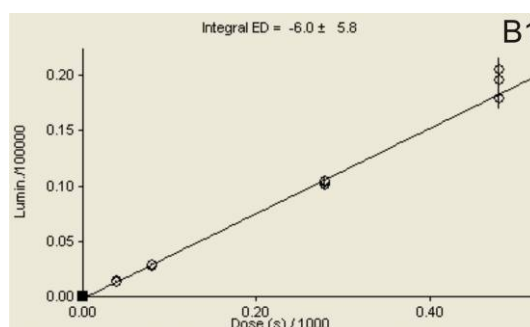
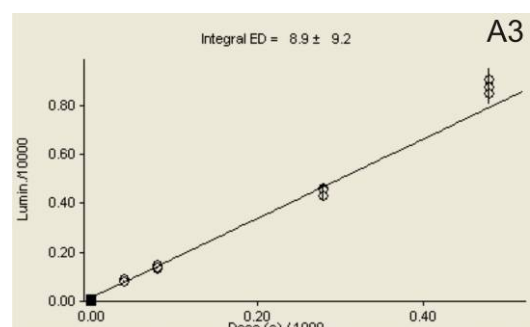
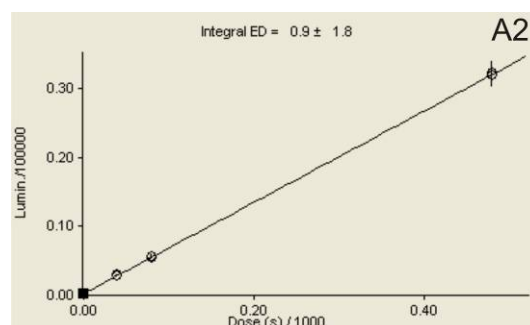
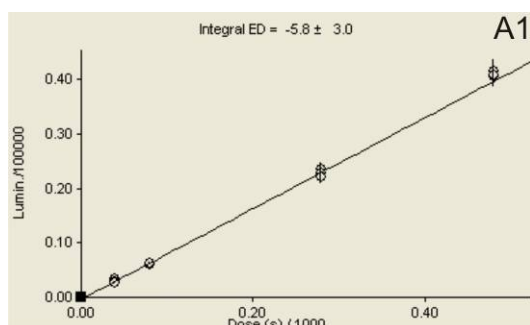
15. ábra: Az egyes minták 8,6 Gy besugárzás kapott korongjainak átlag TL görbéinek összehasonlítása

Az eredményeket végül a MAAD meghatározás alapján a REG értékekkel korrigálva (szupralinearitás) adtuk meg. A dózis/lumineszcens összefüggés felállítása során az egyes pontokra lineáris összefüggést alkalmaztunk (16. ábra és 6., 7., 8., 9., 10. számú melléklet). Azonban nem minden esetben hajtottuk végre a REG korrekciót, mivel egyes részminták regenerációs értékei meghaladták a hozzáadott dózis módszer segítségével kiszámított egyenérték dózis hibáit, így a korrekció nem vezetett megfelelő eredményre (17. ábra és 11., 12., 13., 14., 15. számú melléklet).





16. ábra: Az OSZ650-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései



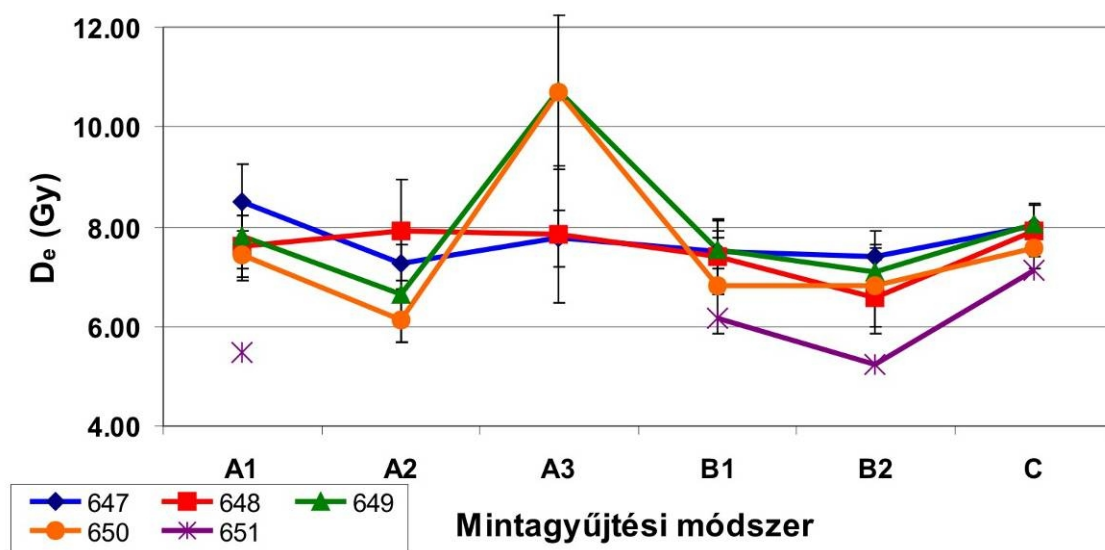
17. ábra: Az OSZ650-es minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései

A kiszámított MAAD, illetve REG értékeket a 2. táblázat tartalmazza. Abban az esetben ha a regenerációs korrekció értéke elérte, vagy meghaladta a MAAD értékek hibáját a korrekciót nem végeztük el.

2. táblázat: Az egyes minták plató hőmérsékletei MAAD, illetve REG értékei, valamint a kettő összegéből számolt egyenérték dózisok

minta	Plató (°C)	MAAD (Gy)	REG (Gy)	D _e (Gy)
647 A1	270-290	8,09±0,41	-0,40±0,36	8,49±0,77
647 A2	260-300	7,02±0,28	-0,25±0,25	7,27±0,53
647 A3	280-310	8,14±0,34	0,37±0,22	8,14±0,34
647 B1	270-310	7,25±0,30	-0,26±0,36	7,51±0,66
647 B2	320-340	7,15±0,17	-0,26±0,33	7,15±0,17
647 C	280-300	7,86±0,21	-0,15±0,20	8,01±0,41
648 A1	270-300	7,37±0,25	-0,25±0,37	7,37±0,25
648 A2	270-300	7,58±0,44	-0,34±0,57	7,93±1,01
648 A3	310-340	8,08±0,82	0,22±0,56	8,31±1,37
648 B1	290-310	7,08±0,36	-0,31±0,38	7,39±0,74
648 B2	290-310	6,51±0,29	-0,08±0,45	6,59±0,74
648 C	270-300	7,79±0,32	-0,12±0,20	7,91±0,51
649 A1	280-310	7,89±0,37	0,08±0,29	7,82±0,66
649 A2	310-340	7,01±0,57	0,35±0,40	6,66±0,98
649 A3	340-360	10,89±1,13	0,17±1,66	7,68±2,97
649 B1	270-300	7,80±0,15	0,27±0,21	7,80±0,15
649 B2	270-290	7,26±0,18	0,17±0,32	7,26±0,18
649 C	270-300	8,03±0,21	-0,03±0,18	8,07±0,39
650 A1	270-290	6,93±0,24	-0,50±0,26	6,93±0,24
650 A2	290-310	6,39±0,27	0,27±0,15	6,39±0,27
650 A3	310-330	10,26±0,74	-0,44±0,57	9,04±1,55
650 B1	260-290	6,29±0,46	-0,51±0,50	6,29±0,46
650 B2	270-300	6,39±0,50	0,42±0,32	6,81±0,82
650 C	270-300	7,21±0,25	-0,38±0,17	7,58±0,42
651 A1	280-300	6,06±0,45	0,57±0,24	6,06±0,45
651 B1	310-320	6,71±0,45	0,53±0,38	6,71±0,45
651 B2	270-290	5,63±0,38	0,38±0,22	5,63±0,38
651 C	270-300	7,23±0,29	0,10±0,14	7,13±0,43

A későbbiekben már a kiszámított egyenértékdózisok kerültek összehasonlításra. Az 18. ábra jól mutatja, hogy az **A2-es részminták rendre kisebb értékeket képviselnek**. A porítással (**A1**), illetve a magas fordulatszámú fúró segítségével (**B1, B2**) gyűjtött minták értékei közel azonos tartományban mozognak, míg az alacsony fordulatszámú fúró által gyűjtött minták (C) egyenérték dózisa valamelyest magasabbak. Az **A3 esetében az egyenértékdózisok az C jelű részmintákkal nagyon hasonlóak**. (18 ábra).



18. ábra Az egyenérték dózisok alakulása eltérő mintagyűjtési módszerek esetén

A minták A1 és C, valamint az A2 és B2 értékei nagy hasonlóságot mutatnak, jól összeilleszthetők egymással, ez azt jelenti, hogy a porítással, illetve alacsony fordulatszámú fúróval gyűjtött minták, továbbá a két achát mozsara porításnak alávetett minták egyenértékdózisai közötti eltérések elhanyagolhatóak. Megállapítható, hogy reszelés során az OSZ648-as minta esetében az achát mozsaras porítás nem befolyásolja a kapott D_e eredményeket, a magas fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött mintákra pedig egy kivétellel (OSZ648) nincs hatással a törés. A legkisebb egyenérték dózis hibákat a magas fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött minta esetén kaptuk. Az eredményekből hányadosokat képeztünk, így vizsgálva az egyes mintagyűjtési-feltérési módszerek közötti eltérés nagyságát (3. táblázat).

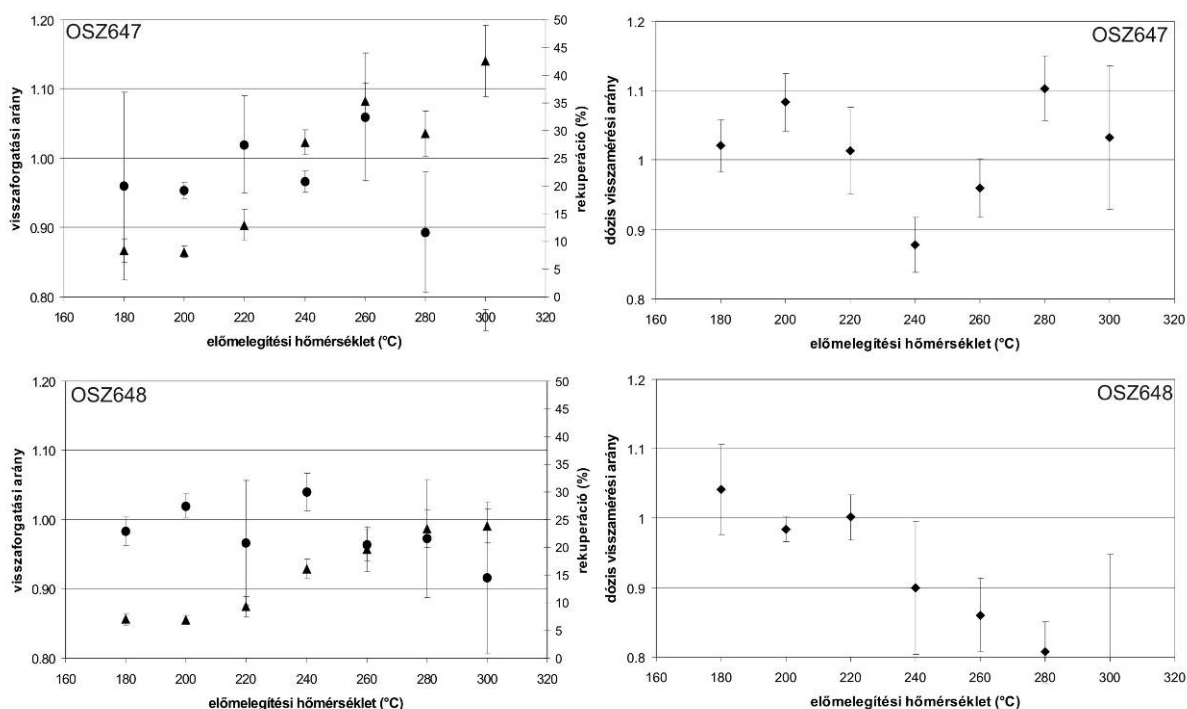
3. táblázat: A különböző mintagyűjtési módszereket követően kapott D_e értékek aránya, az eltérések nagyságának vizsgálata

	647	648	649	650	átlag	szórás
A1/A2	1,17	0,92	1,17	1,21	1,12	0,13
A1/A3	1,09	0,92	1,02	0,82	0,96	0,12
A1/B1	1,13	1,03	1,04	1,09	1,07	0,05
A1/B2	1,15	1,16	1,10	1,09	1,13	0,04
A1/C	1,06	0,96	0,97	0,98	0,99	0,05
A2/A3	0,94	0,95	0,87	0,68	0,86	0,13
A2/B1	0,97	1,07	0,88	0,90	0,96	0,09
A2/B2	0,98	1,20	0,94	0,90	1,01	0,13
A2/C	0,91	1,00	0,83	0,81	0,89	0,09
A3/B1	1,04	1,06	1,42	1,57	1,27	0,26
A3/B2	1,05	1,19	1,51	1,57	1,33	0,25
A3/C	0,97	1,05	0,95	1,19	1,04	0,11
B1/B2	1,01	1,12	1,06	1,00	1,05	0,06
B1/C	0,94	0,93	0,93	0,90	0,93	0,02
B2/C	0,92	0,83	0,88	0,90	0,88	0,04

Összegezve elmondható tehát, hogy az achát mozsaras porítás egyértelműen hatással van a kapott egyenértékdózis eredményekre. A hexafluor-szilícium savas kezelés esetenként jelentősen magasabb értékeket adhat. Valamint az egyszeri porítással, illetve alacsony fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött minták D_e adatai közötti eltérések minimálisak.

5.3. Az OSL mérések eredményei

Az OSZ647 és 648 A2-es minták 8 – 8 korongján OSL méréseket is végeztünk. Az előmelegítési teszt kiértékelése során a 200 °C-os értéket határoztuk meg előmelegítési hőmérsékletként. A 19. ábrán is jól látható, hogy 200 °C felett a rekuperáció értéke igen magas. Emellett a visszaforgatási arány és a dózis visszamérés 200 °C felett szintén instabil értékeket ad. A mérések során **21 darab korongra volt szükségünk**, így az A2-es minta TL mérés alkalmával vizsgált korongjait használtuk fel.



19. ábra: Az OSZ647-es és OSZ648-as minta előmelegítési tesztjének eredményei

A kiértékelések alkalmával az egyes SAR méréseknek **három feltételnek** kell megfelelniük: 1.) az egyenérték dózis hiba és 2.) a visszaforgatási arány nem haladhatja meg a 10 %-ot, illetve a rekuperáció mértéke nem lehet magasabb 5 %-nál. Az OSZ647-es és OSZ648-as minták összes korongja megfelelt ezen kritériumoknak.

Azonban az OSZ649-es és OSZ650-es mintákról ez nem mondható el: egyenérték dózis hibájuk átlagosan 15-20 % körül ingadozott, a visszaforgatási arány is a legtöbb esetben meghaladta a kritikus értéket. Így ezen minták mérési eredményei nem voltak értékelhetők.

A két megfelelően viselkedő mintát elemezve azt tapasztaltuk, hogy az OSL mérések során jelentősen alacsonyabb egyenérték dózisokat kaptunk, mint a TL mérések alkalmával. **A két módszer eredményei tehát nem mutatnak jó egyezést (4. táblázat).**

4. táblázat: Az OSL módszer D_e értékei

Minta	D_e (Gy)
OSZ647	$5,98 \pm 0,43$
OSZ648	$5,29 \pm 0,64$

Összességében elmondható tehát, hogy egyes kerámia minták esetében az OSL mérések nem vezetnek eredményre. Azonban a mérés sikeressége során is körültekintően kell

eljárunk, hiszen a kerámiák kvarc frakciójának vizsgálata jelentősen kisebb egyenérték dózisokat adhat.

5.4. A dózisteljesítmény meghatározása

Az U, Th és K mennyiségét ICP-MS vizsgálatok segítségével határoztuk meg, emellett ellenőrzésként XRF méréseket alkalmaztunk a K mennyiségének megállapítására. A téglákat körülvevő környezetből földminta nem állt rendelkezésünkre, így a környezet radioaktív izotópjainak mennyiségét, amelyek hatással vannak a γ dózisteljesítményre a régészeti jegyzőkönyvek, illetve hasonló környezetben tapasztalt terepi in situ méréseink alapján becsültük ($1,1 \pm 0,3$ Gy). A későbbiek folyamán az adatok pontosíthatók lesznek, hiszen in situ mérések során vizsgálható a téglákra ható környezeti, illetve kozmikus sugárzás is. A nedvességtartalom értékét a leírások alapján átlagosnak, 12.5%-osnak tekintettünk.

Az egyes mintákra kapott dózisteljesítmény értékek a fenti okok miatt 11-12 %-os hibával rendelkeznek. A minták radioaktív izotóp mennyiségét ICP-MS, illetve μ XRF segítségével határoztuk meg. A két módszer eredményei közötti eltérések a következőképpen alakultak: két minta esetében 10 %-on belüli, két minta esetében 20 % körüli, míg az OSZ651-es minta értékei több mint 60 %-os eltérést mutatnak. Ezen téglá U, Th és K izotópjainak mennyisége jelentős eltéréseket mutat a többi minta értékeihez hasonlítva. Ebből az okból kifolyólag a dózisteljesítmény is átlagosan 20 %-kal alacsonyabb (5. táblázat).

5. táblázat: A téglák dózisteljesítményeinek értékei

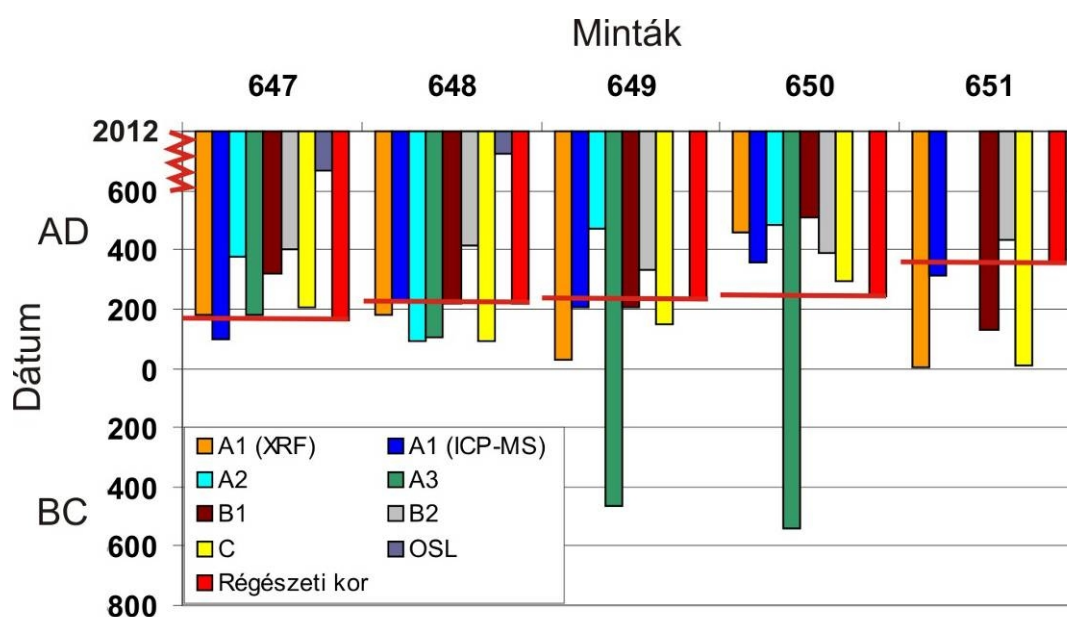
minta	U-tartalom (ppm) ¹	Th-tartalom (ppm) ¹	K-tartalom (%) ¹	K-tartalom (%) ²	D* (Gy/ka)
647	11,4 $\pm$ 0,57	2,98 $\pm$ 0,15	2,81 $\pm$ 0,14	3,1 $\pm$ 0,15	4,44 $\pm$ 0,52
648	11,7 $\pm$ 0,59	2,16 $\pm$ 0,11	2,66 $\pm$ 0,13	2,51 $\pm$ 0,13	4,13 $\pm$ 0,48
649	12,3 $\pm$ 0,62	2,32 $\pm$ 0,12	2,82 $\pm$ 0,14	2,26 $\pm$ 0,11	4,33 $\pm$ 0,51
650	11,3 $\pm$ 0,57	2,71 $\pm$ 0,14	2,55 $\pm$ 0,13	2,95 $\pm$ 0,15	4,19 $\pm$ 0,48
651	9,89 $\pm$ 0,49	1,99 $\pm$ 0,10	2,11 $\pm$ 0,11	1,3 $\pm$ 0,06	3,57 $\pm$ 0,40

1: ICP-MS

2: μ XRF

5.5. A kor adatok meghatározása

Az egyenértékdózis és a dózisteljesítmény hányadosa alapján állapítható meg a téglák kiégetésének kora. A korokat a 6. táblázat tartalmazza. Végeredményül átlagosan 10-14 % körüli esetenként magasabb (15-18 %) hibák jelentkeztek, melyek a további terepi mérésekkel csökkenthetők.



20. ábra: Az egyes minták koradatának egyeztetése a régészeti úton történt datáláshoz

A 20. ábrát vizsgálva jól látható, hogy három minta esetében (OSZ647, 648, 649) a porított, illetve a magas fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött minták mutatnak a legjobb egyezést a régészeti korokkal. Mindemellett az alacsony fordulatszámú fúró által gyűjtött minták sem térnek el jelentősen. **Kísérleteink alapján elmondható, hogy a legideálisabb mintagyűjtési módszer a porítás, valószínűleg a mintát ért csekélyebb mechanikai hatás miatt.** Amennyiben ezen módszer nem alkalmazható, alacsony fordulatszámú fúrót kell alkalmazni. A koradatok alapján a magas fordulatszámú fúró is megfelelő lenne a mintagyűjtésre, azonban a TL görbét jelentősen befolyásolja ez az eljárás.

6. táblázat: $A D_e$ és D^* értékekből számított kor

Minta	Kor (év)	Dátum	Relatív hiba (%)	Régészeti kor	Eltérés (év)
647 A1 (XRF)	1832±231	180±231 AD	12,5	162-166 AD	16
647 A1 (ICP-MS)	1913±241	99±241 AD	12,5		-65
647 A2	1637±186	375±186 AD	11		211
647 A3	1834±178	178±178 AD	10		14
647 B1	1691±209	321±209 AD	12		157
647 B2	1610±146	402±146 AD	9		238
647 C	1795±183	217±183 AD	10		143
647 OSL	1347±185	665±185 AD	14		501
648 A1 (XRF)	1832±170	180±170 AD	9	214-222 AD	-38
648 A1 (ICP-MS)	1787±166	225±166 AD	9		73
648 A2	1922±296	90±296 AD	15		-128
648 A3	1905±371	107±371 AD	19		-111
648 B1	1791±237	221±237 AD	13		3
648 B2	1598±226	414±226 AD	14		196
648 C	1918±208	94±208 AD	11		124
648 OSL	1284±216	724±215 AD	17		508
649 A1 (XRF)	1981±240	31±240 AD	12	222-235 AD	-197,5
649 A1 (ICP-MS)	1808±219	204±219 AD	12		-24,5
649 A2	1540±263	472±263 AD	17		243,5
649 A3	2478±719	466±719 AD	29		-694,5
649 B1	1804±161	208±161 AD	9		-20,5
649 B2	1679±152	333±152 AD	9		104,5
649 C	1866±186	146±186 AD	10		-82,5
650 A1 (XRF)	1555±146	457±146 AD	9	238-244 AD	216
650 A1 (ICP-MS)	1655±155	357±155 AD	9		116
650 A2	1526±148	486±148 AD	10		245
650 A3	2553±432	541±432 AD	17		-782
650 B1	1461±171	511±171 AD	12		270
650 B2	1626±240	386±240 AD	15		145
650 C	1720±161	292±161 AD	9		51
651 A1 (XRF)	2006±229	6±229	11	351-361 AD	-350
651 A1 (ICP-MS)	1699±193	313±193 AD	11		-43
651 B1	1882±166	130±166 AD	9		-226
651 B2	1579±171	433±171 AD	11		77
651 C	2000±248	12±248 AD	12		-344

Az eredményeket vizsgálva jól látszik, hogy a **legkisebb különbségek az A1-es és a B1-es minta esetében jelentkeznek**, míg a **legnagyobb eltéréseket az A2-es, az A3-as és a B2-es minta** esetében tapasztalunk (6. táblázat). A **C részminták kor adatai sem térnek el jelentősen** a régészeti koroktól, azonban két minta kiugró értékeket mutat. **Az OSL mérések** nem vezettek sikeres eredményre, hiszen az általuk kapott koradatok 25-30 %-os eltéréseket mutatnak a régészeti korokhoz képest. Az XRF mérések K adatait figyelembe véve az A1-es részmintákra 2 esetben (OSZ647, OSZ648) jó egyezés mutatkozik a régészeti korral, azonban további 3 mintánál (OSZ649, OSZ650, OSZ651) lényeges eltérések figyelhetők meg. Így a további részminták koradatainak kiszámítása során az ICP-MS vizsgálatok K értékeit használtuk fel.

A jelenlegi relatív hiba mellett nem lehet évszázadra pontosan meghatározni a kort, ugyanakkor az A1, B1 középértékek közel esnek a régészeti korokhoz, azaz a környezeti paraméterek pontosításával valószínűleg lehetővé válik a római korú téglák évszázados pontosságú lekülönítése a későbbiekben.

6. ÖSSZEGZÉS

A kutatás során ismert korú téglamintákon hajtottunk végre különböző kísérleteket módszertani összehasonlítások céljából. Vizsgáltuk a besugárzást követő és a méréseket megelőző várakozási idő hatását, a különböző mintagyűjtési eljárásokból adódó különbségeket, valamint az optikailag stimulált lumineszcens (OSL) módszer téglákon történő alkalmazását. Az eredmények alapján az alábbi következtetésekre jutottunk.

A TL mérés **késleltetési idejének** vizsgálata alapján megállapítottuk **2 hetes várakozás esetén** hogy a TL **jelek emelkedése** figyelhető meg, **3-4 hét után a TL jelek stabilizálódnak**, míg az 5. hét mérései eredményei szinte teljesen azonosak a 4 hetes késleltetési eredményekkel. Így **ezt követően 3-4 hetes késleltetést alkalmaztunk** a mérések folyamán, valamint a továbbiakban ezt alkalmazzuk laboratóriumunkban a TL mérések során.

Az egyes mintagyűjtési és módszertani eljárások hatása közötti különbség elemzése céljából **összehasonlítottuk az egyes részminták normalizált TL görbéinek futását**. Az elemzések során jól megfigyelhető volt, hogy a **H₂SiF₆ savval kezelt minták TL görbéje jóval kisebb intenzitású**, a jóval érzékenyebb földpát komponens hiánya miatt. Továbbá a magas fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött minták görbéi jelentősen nagyobb intenzitásúak, így valószínűleg a magas fordulatszám befolyásolja a TL görbék futását. Az A2-es mintát alacsonyabb beütésszám jellemezte, mint az A1-es minta görbéinél, amiből azt a következtetést vontuk le, hogy **az achát mozsaras porítás jelvesztést eredményezhet**.

Összevetettük az egyes **részminták egyenérték dózisainak arányát** is, azt vizsgálva, hogy melyik esetben kapunk jól összeillő adatokat. Általánosságban elmondható, hogy a **porított (A1) és alacsony fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött (C)**, valamint a **porított és achát mozsaras törésnek alávetett (A2) és a magas fordulatszámú fúró segítségével gyűjtött, achát mozsárban porított (B2) mintákból mért egyenérték dózisok aránya közelített az 1-hez**, ami azt jelenti, hogy D_e értékeik csekély mértékben különböznek egymástól, **jól összeilleszthetők**.

Az OSL mérések kerámiákon történő alkalmazhatósága méréseink alapján nem vezetett eredményre, már a két módszer egyenérték dózisainak összevetése során is kiderült, hogy az **OSL mérések során a minták jelentősen fiatalabbnak mutatkoztak**. A régészeti koradatokhoz képest is 25-30 %-os eltérést mutattak.

A **dózisteljesítmény** adatok kiszámításához **ICP-MS és XRF vizsgálatok** segítségével meghatároztuk az U, Th és K izotópok mennyiségét a téglában. A későbbiek folyamán végrehajtandó in situ mérések pontosíthatják a kapott D^* értékeket.

Összegezve elmondható, hogy a legkisebb különbségeket a lumineszcens és a régészeti korok között a TL-lel mért **porított (A1) minta** esetében kaptuk. Az **achát mozsaras porítás jelentősen csökkentheti** a mért korokat. A **hexafluor-szilícium savas** kezelés esetenként **magasabb** értékeket adhat. Tehát a **korábbi kutatásaink alkalmával már sejtett összefüggések bizonyítást nyertek, miszerint a legideálisabb mintavételezési módszer a porítás. Ezért javasoljuk a továbbiakban ennek alkalmazását.** Amennyiben erre nincs mód, akkor alacsony fordulatszámú fűrő segítségével kell mintát gyűjteni.

Az eredmények pontosításához további mérések szükségesek: terepi mérésekkel pontosíthatjuk a dózisteljesítmény értékeket, valamint a gamma-spektroszkópiás mérés segítségével összevethetővé válnak az egyes anyagvizsgálati módszerek eredményei is.

7. IRODALOMJEGYZÉK

- Aitken M. J.** 1985: Thermoluminescence Dating. Academic Press. Orlando.
- Aitken M. J.** 1998: An Introduction to Optical Dating. Oxford University Press. London.
- Bailiff K** 2007: Methodological developments in the luminescence dating of brick from English late-medieval and post-medieval buildings. *Archeometry* 49/4. pp. 827-851
- Benea V., Vandenberghe D., Timar A., Haute P. V. D, Cosma C., Gligor M, Florescu C** 2007: Luminescence dating of neolithic ceramics from Lumea Noua, Romania *Geochronometria* 28 pp 9-16.,
- Benkő L.** 1981: Kemencék és edények vizsgálata TL módszerrel. *Iparrégészet* pp. 263-272
- Boetter-Jensen, L., McKeever, Stephen W. S. Wintle, A. G.** 2003.: Optically stimulated luminescence dosimetry. Elsevier, 2003
- Chriscinska A., Jesionowski B., Oczkowski H. L., Prezgieta K. R.** 2008: Using TL single-aliquot regenerative-dose protocol for the verification of the chronology of The Teutonic Order Castle in Malbork. *Geochronometria* 30. pp. 61-67.
- Feathers J. K.** 1998: Luminescence dating of protohistoric pottery from Great Basin *Geoarcheology: An International Journal* 13/3 pp. 287-308
- Fedorowicz S. és Zielinski P.** 2009: Chronology of aeolian events recorded in the Karczmiska dune (Liblin Upland) in the light of lithofacial analysis, ^{14}C and TL dating. *Geochronometria* 33. pp. 9-17.
- Göksu H. Y. és Schwenk P.** 2000: Thermoluminescence dating of terrazzo from the monastery church of Tegernsee (Bavaria, Germany) using the 210 °C TL peak of quartz. *Radiat Environ Biophys* 39. pp. 301-308
- Havas Z.** 2002: Újabb monopodiumlapok Aquincumból. *Budapest Régiségei* 35. p: 279-292.
- Havas Z.** 2005: Az aquincumi aquaeductus új aspektusai. *Budapest Régiségei* 39. p:51-70.
- Havas Z.** 2007: Jelölések római kori téglákon – egy értelmezési kísérlet. In: Bíró Sz. (szerk.) 2007: *FIRKÁK I. Fiatal Római Koros Kutatok I. Konferenciakötete*, Győr p:173-184
- Havas Z.** 2009: Atilia Firma téglaműhelyének termékei Pannóniában. In: Bíró Sz. (szerk.) 2009: *Ex Officina Studia in honorem Dénes Göbler. Mursella Régészeti Egyesület*, Győr p:205-223
- Khasswneh S., al-Muheisen Z., Abd-Allah R.** 2010: Thermoluminescence dating of pottery objects from Tell Al-Hudn, Northern Jordan. *Mediterranean Archeology and Archeometry* 11/1. pp. 41-49.
- Kovács L. O.** 2004: Téglák – Tegula. <http://hg.hu/cikk/falazat/31-tegla---tegula#>
- Meric N., Atlihan M. A., Kosla M., Yüce Ü. R., Cinaroglu A.** 2009: Infrared stimulated luminescence and thermoluminescence dating of archaeological samples from Turkey. *Geochronometria* 34. p. 25-31.
- Nakata Y., Tamaki M., Hashimoto T.** 2006: Red-thermoluminescence dating using quartz grains extracted from a roof-tile in an old Japanese temple. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 272/2. pp. 433-438
- Novothny Á., Újházy K.** 2000: A termo- és optikai lumineszcencia meghatározás elméleti alapjai és gyakorlati kérdései a negyedidőszaki kutatásokban. *Földrajzi Értesítő* XLIX./3-4 pp. 165-187
- Roberts R. G., Uren C. J., Murray A. S.** 1993: Thermoluminescence dating techniques at the Alligator Rivers Region Research Institute. Australian Government Publishing Service, Canberra
- Sipos Gy., Papp Sz.** 2009: Terrakotta műalkotások vizsgálata és meghatározása termolumineszcencia módszerrel, Szépművészeti Múzeum, Budapest. *Archeometriai Műhely* 2009/1

- Sipos Gy.** 2010: A lumineszcens kormeghatározás régészeti és művészettörténeti alkalmazása I. Természet Világa 141/6, 279-282
- Wintle A. G. és Murray A. S.** 2006: A review of quartz optically stimulated luminescence characteristic and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. Radiation Measurement 41. pp. 369-391.
- Wintle A. G.** 2008: Luminescence dating: where it has been and where it is going. Boreas 37. pp. 471-482
- Zink A. és Porto E.** 2005: Luminescence dating of the Tangara terracottas of the Louvre collections. Geochronometria 24. pp. 21-26

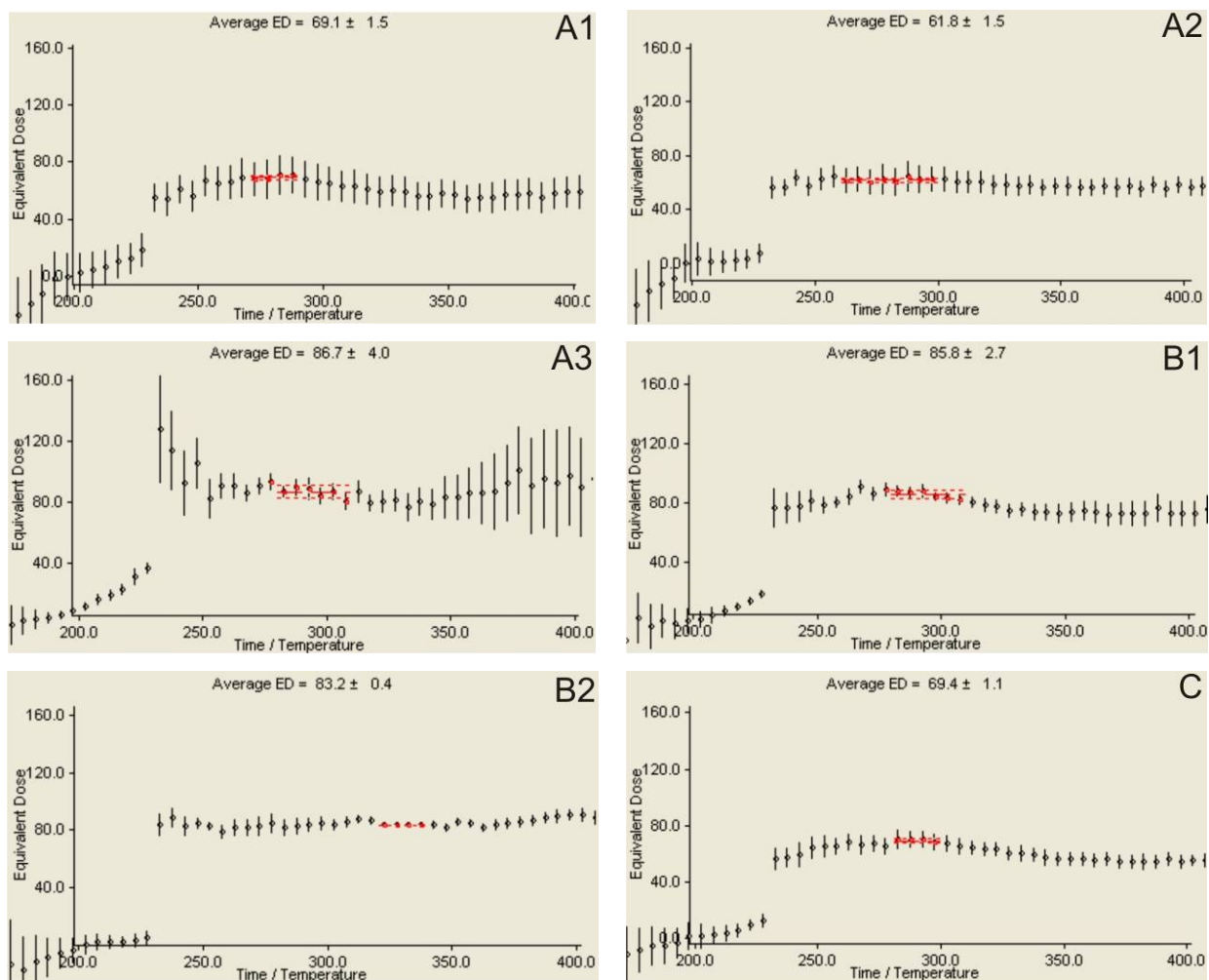
KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS:

Ezúton szeretnék köszönetet mondani témavezetőmnek, Dr. Sipos Györgynek, a kísérletek és a dolgozat megírása során nyújtott segítségével.

Továbbá köszönettel tartozom Havas Zoltánnak és Dr. Tóth Máriának a rendelkezésünkre bocsátott római kori téglákért.

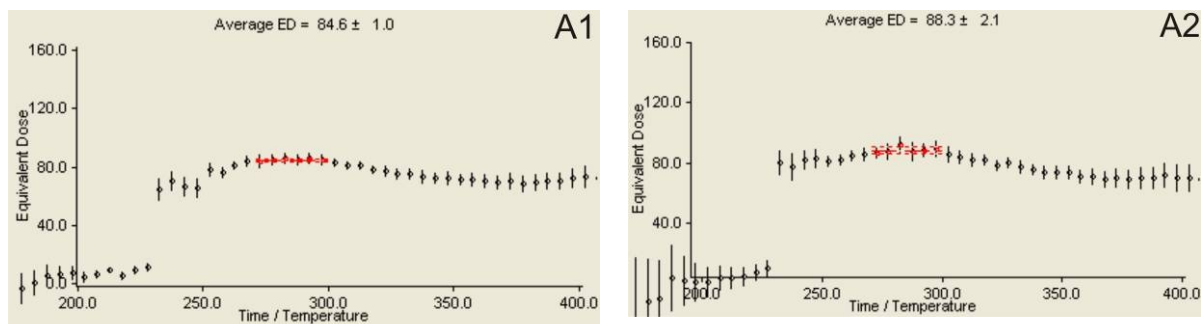
MELLÉKLETEK:

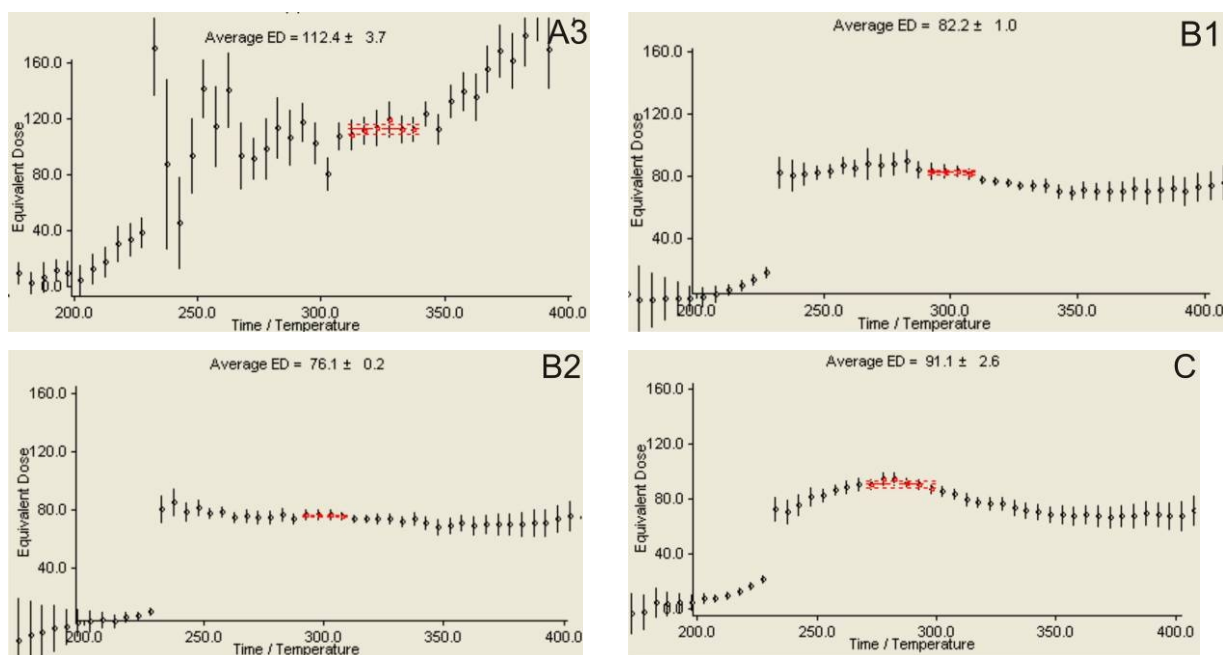
1.számú melléklet:



1. ábra: Az OSZ647-es minta D_e platói

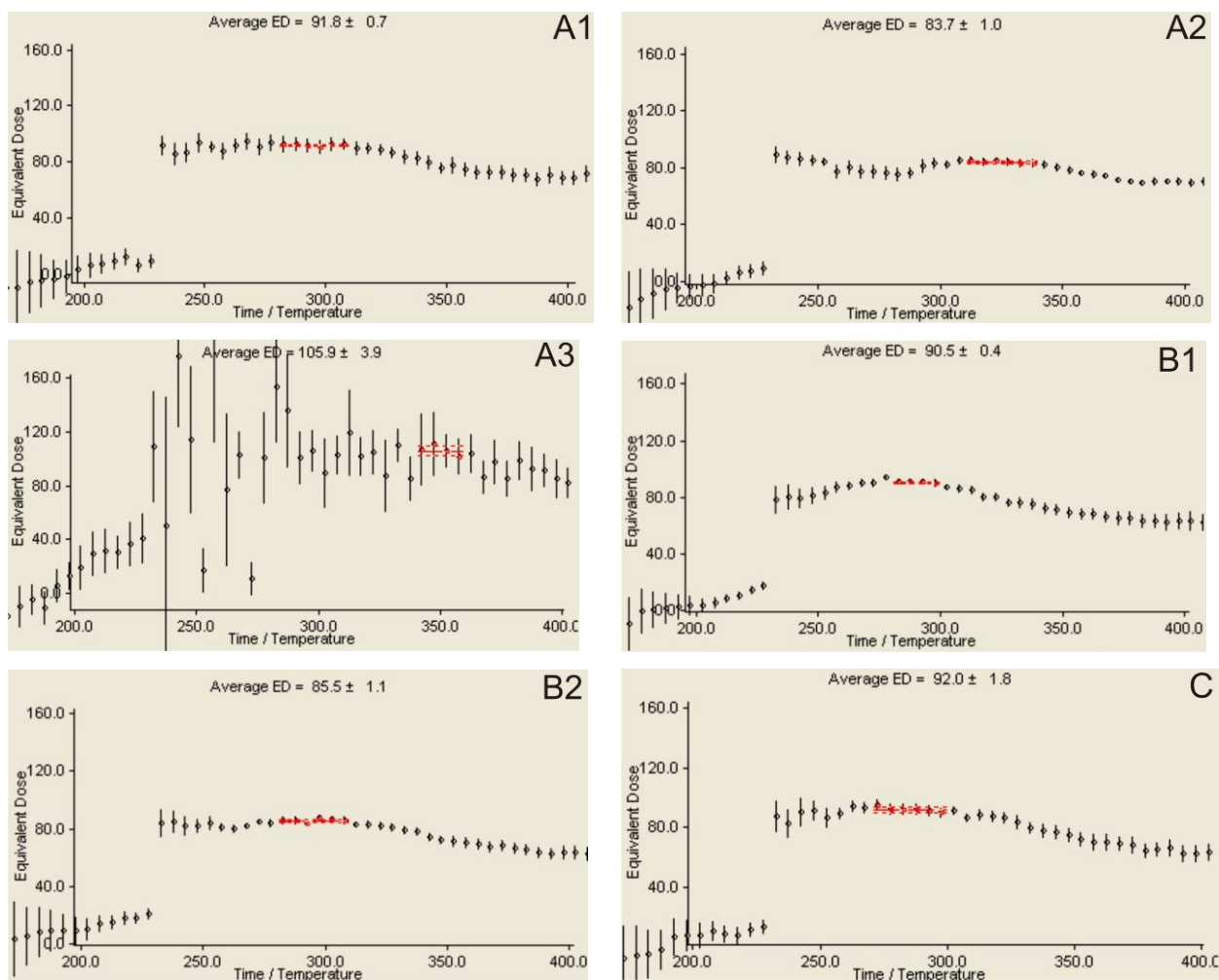
2. számú melléklet:





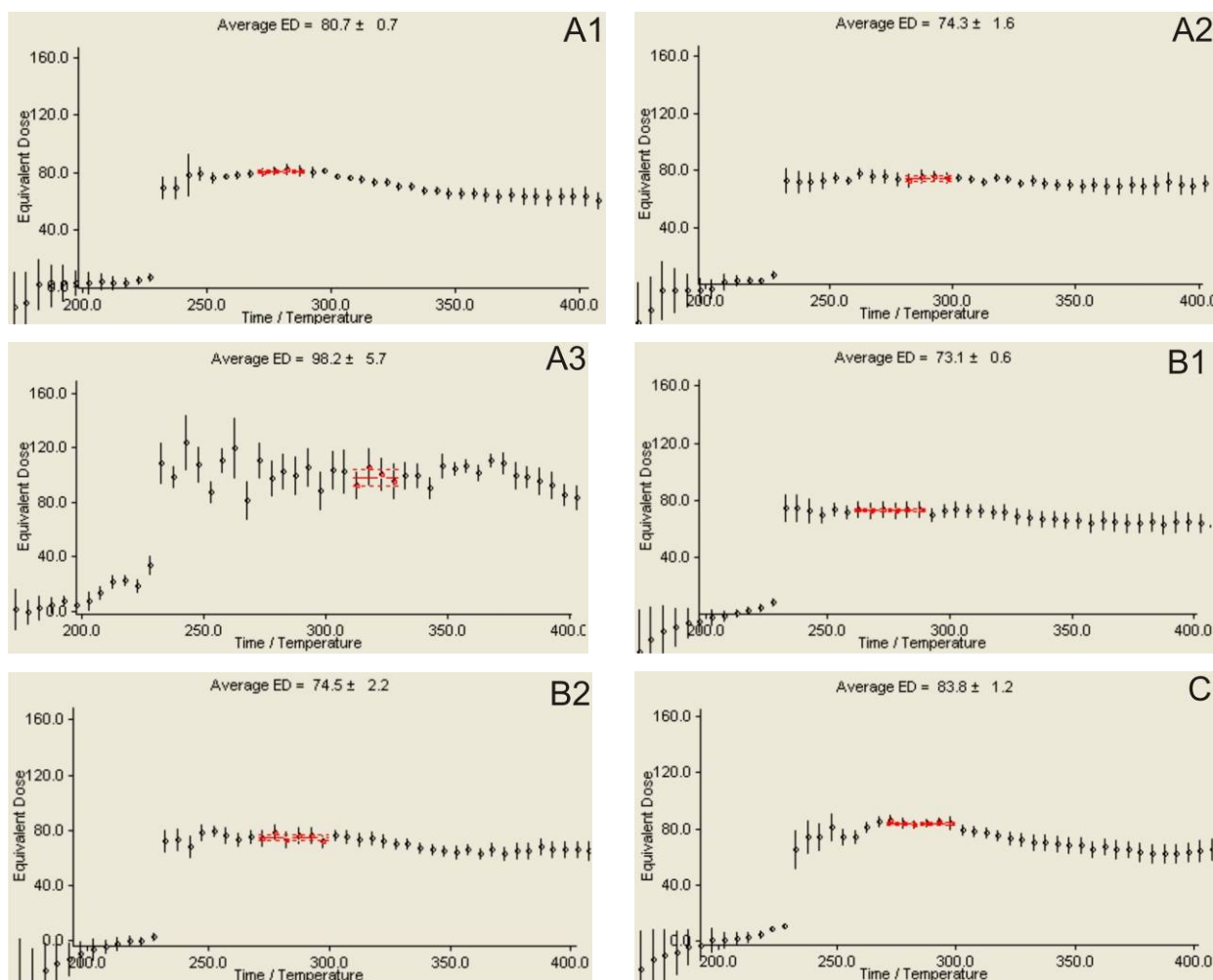
2. ábra: AZ OSZ648-as minta D_e platói

3. számú melléklet:



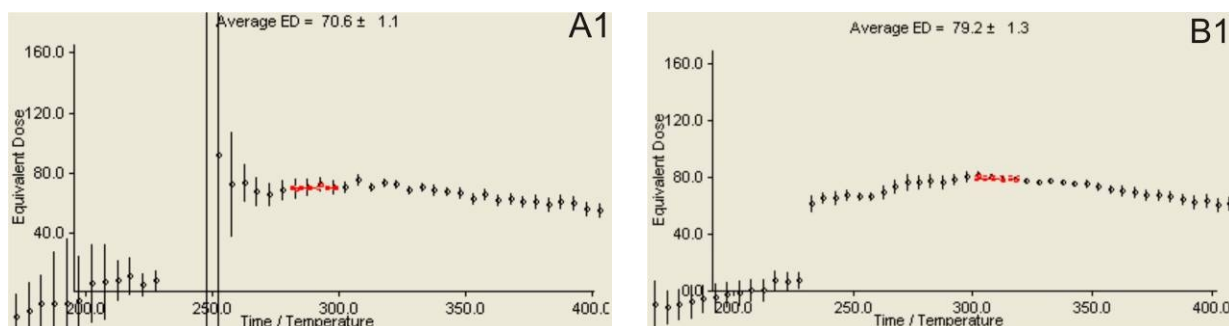
3. ábra: AZ OSZ 649-es minta D_e platói

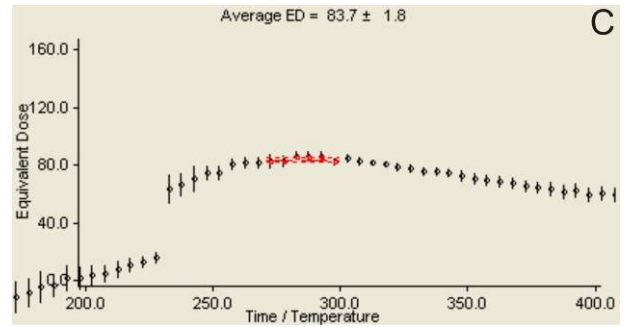
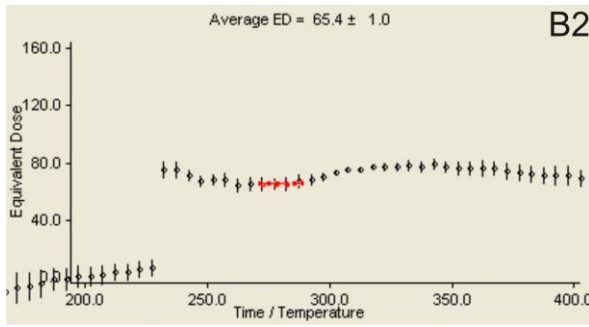
4.számú melléklet:



4. ábra Az OSZ 650-es minta D_e platói

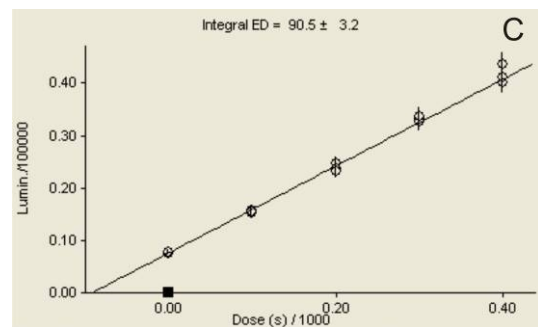
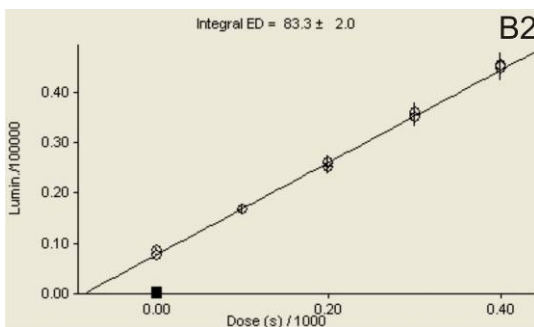
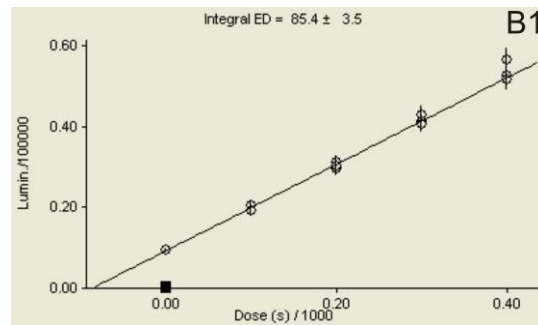
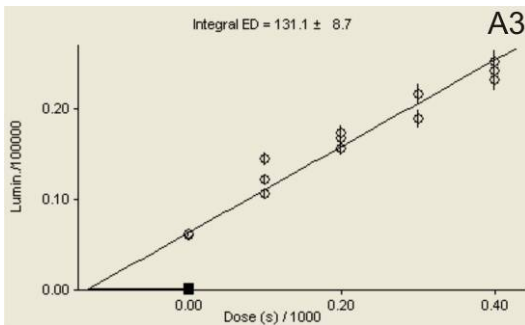
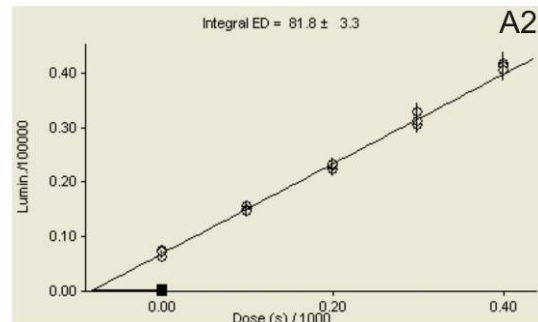
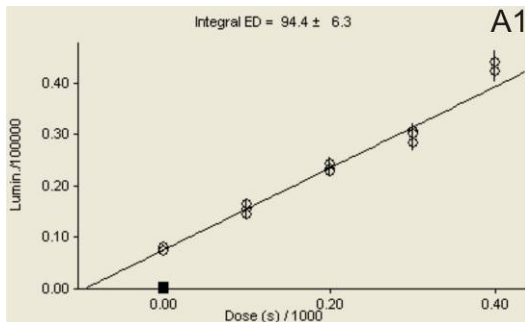
5. számú melléklet:





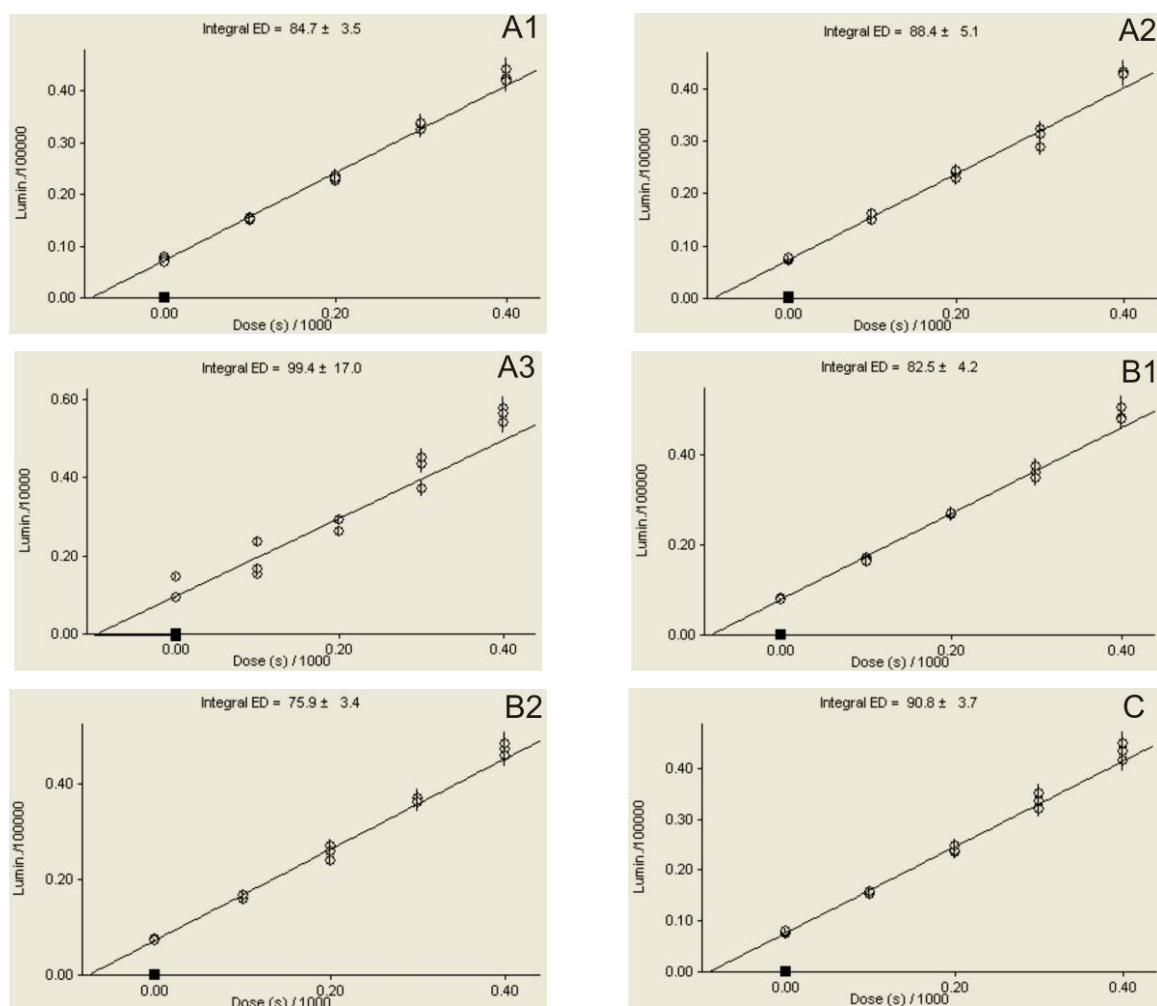
5. ábra: A OSZ 651-es minta D_e platói

6. számú melléklet:



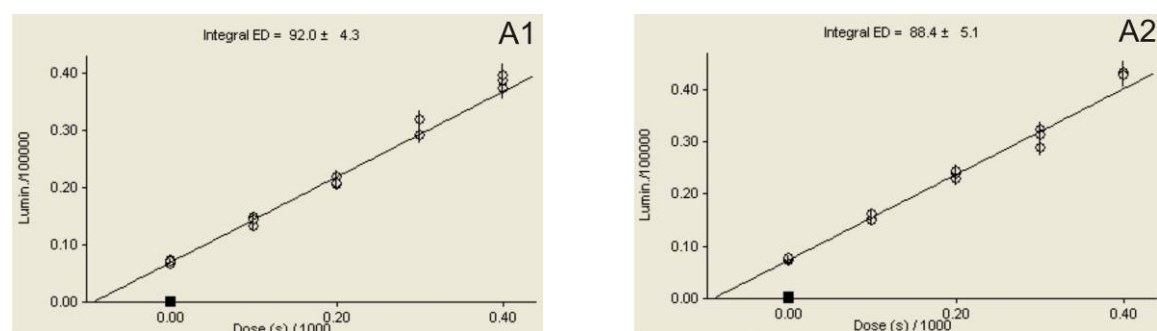
6. ábra: Az OSZ647-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései

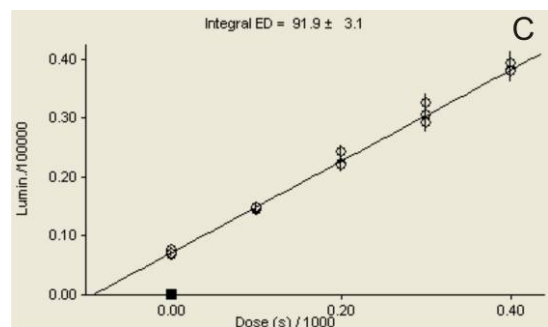
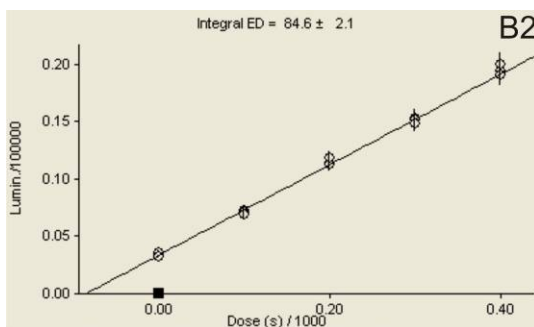
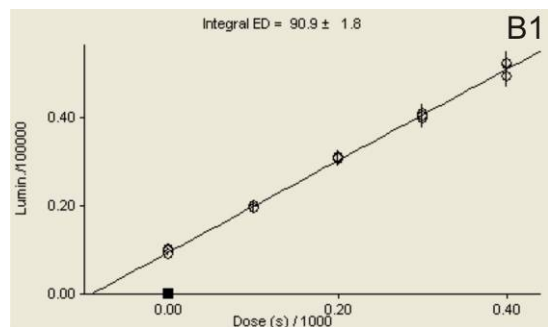
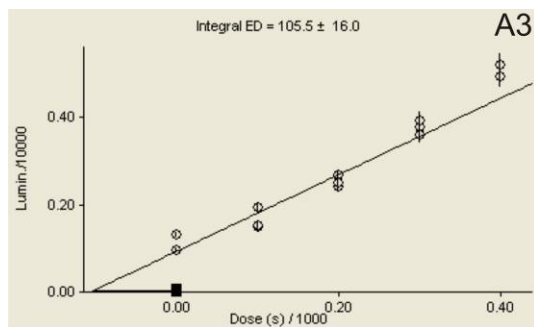
7. számú melléklet:



7. ábra: Az OSZ648-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései

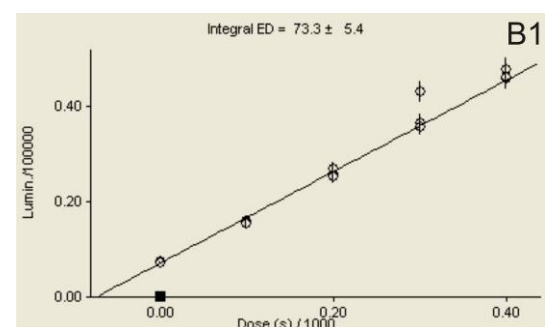
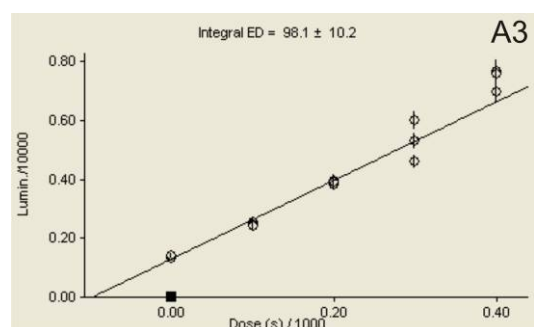
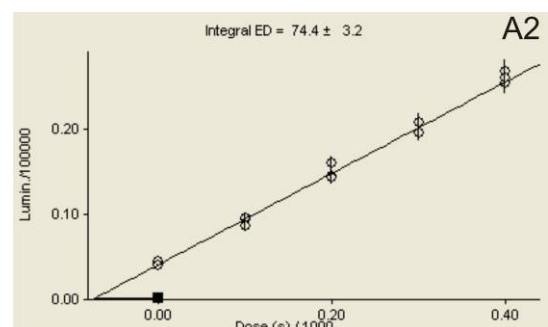
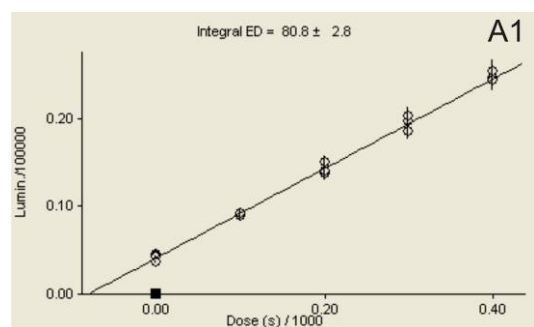
8. számú melléklet:

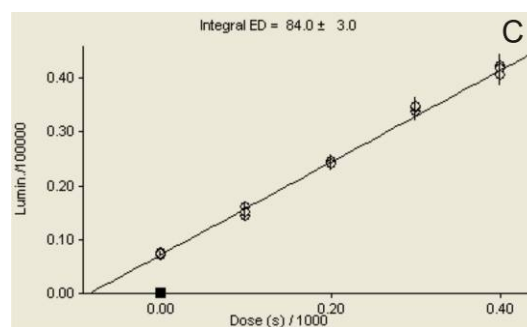
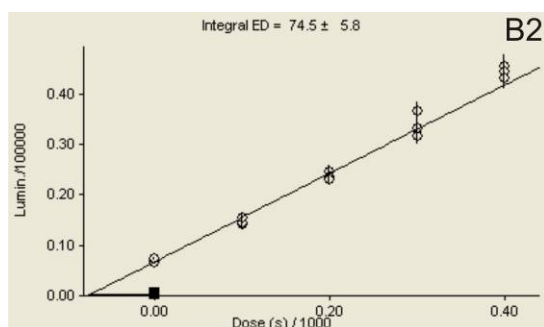




8. ábra: Az OSZ649-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései

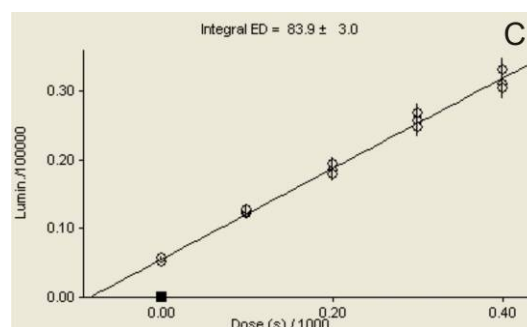
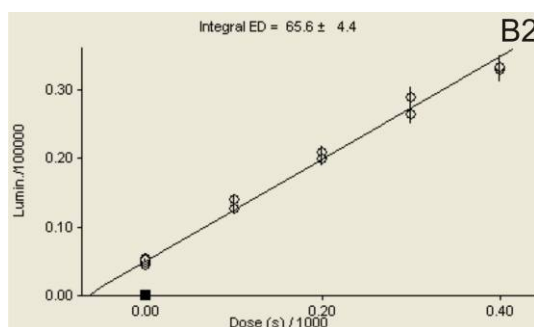
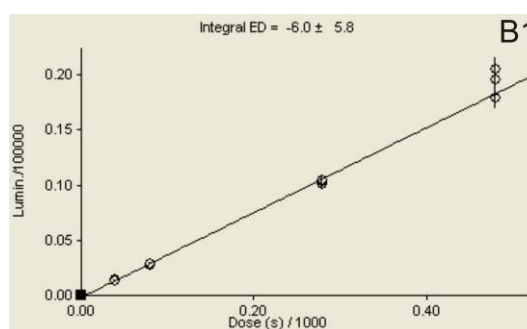
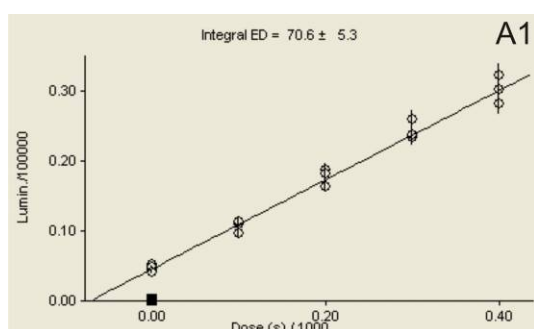
9. számú melléklet:





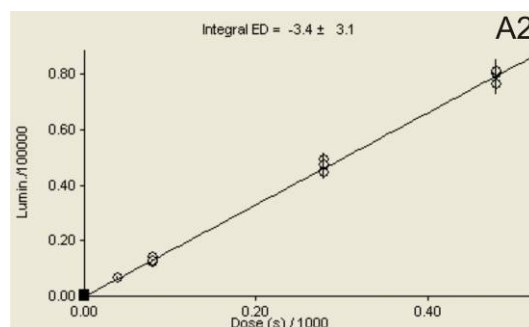
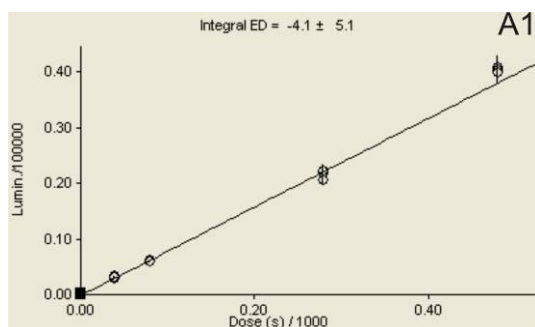
9. ábra: Az OSZ650-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései

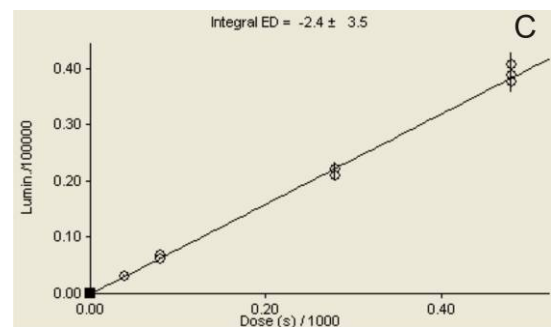
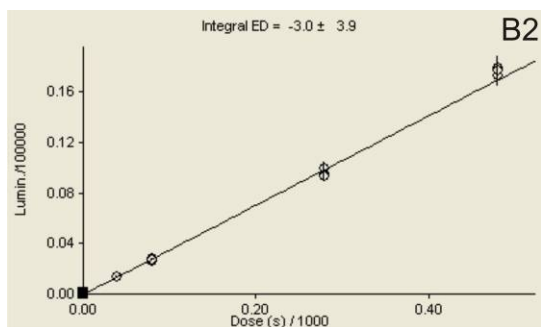
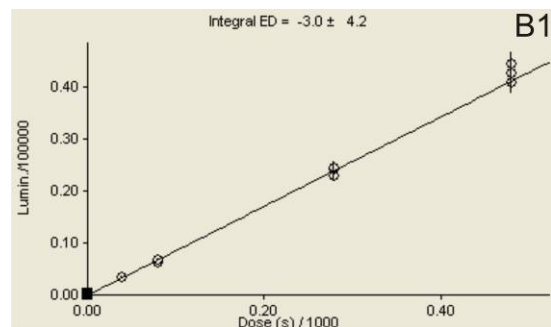
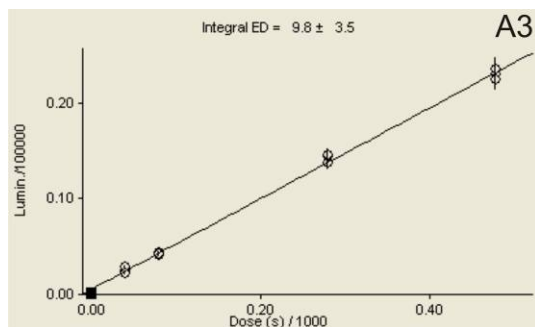
10. számú melléklet:



10. ábra: Az OSZ651-es minta egyes részmintáinak MAAD dózis/lumineszcens válasz összefüggései

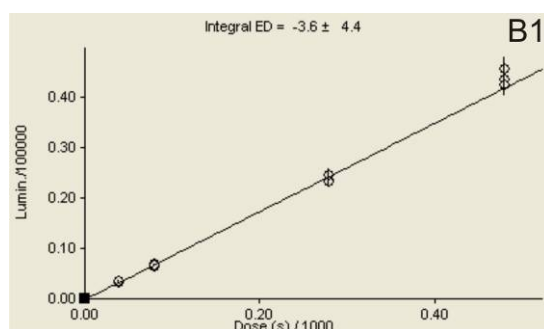
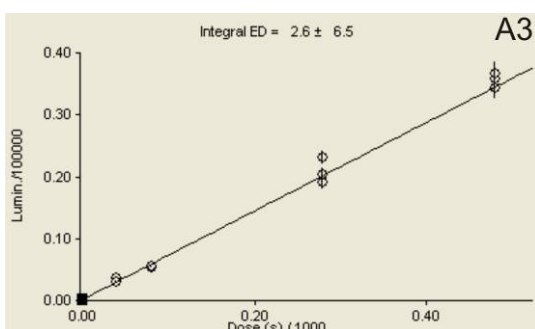
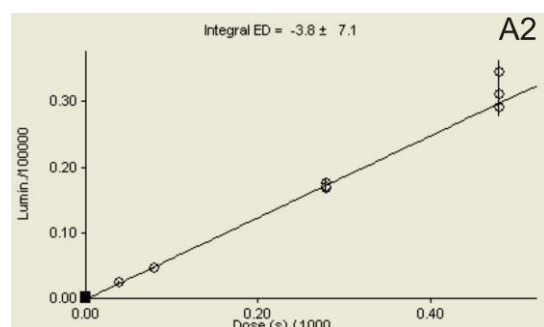
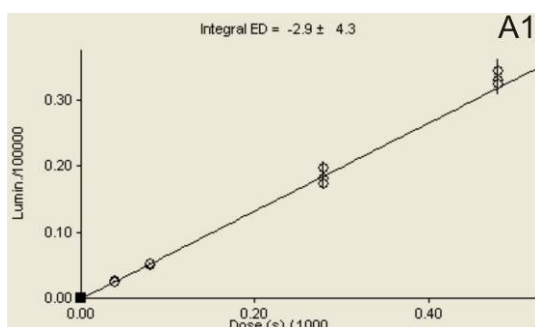
11. számú melléklet:

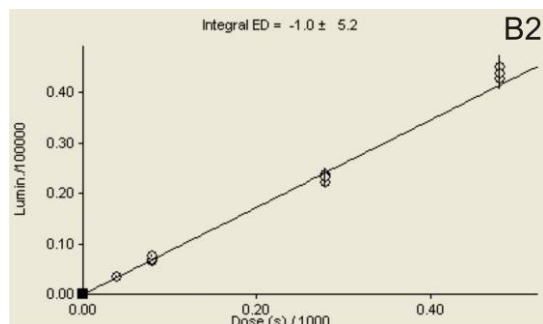
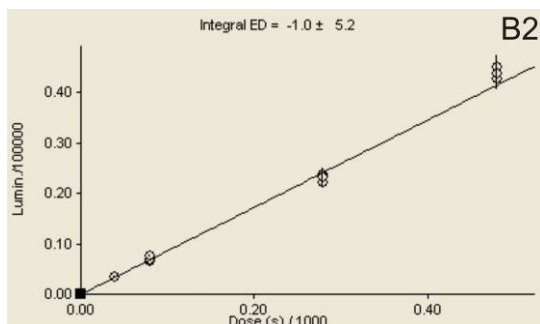




11. ábra: Az OSZ647-es minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései

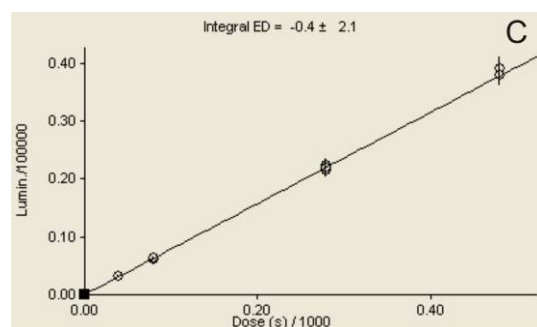
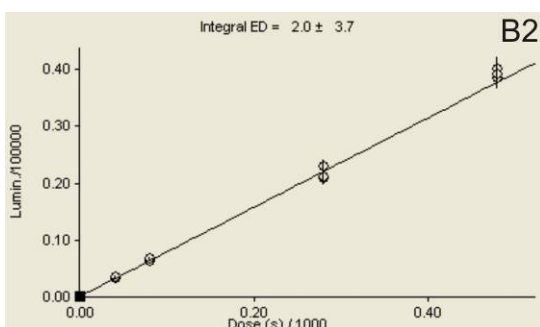
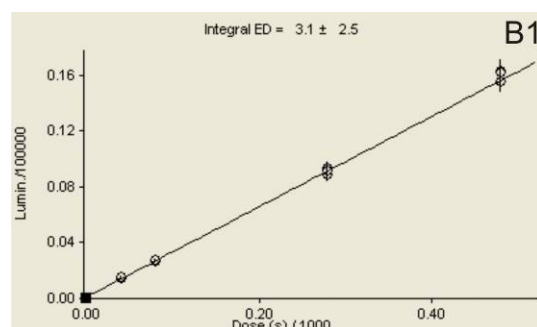
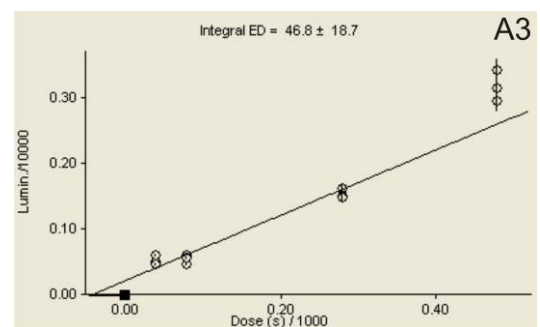
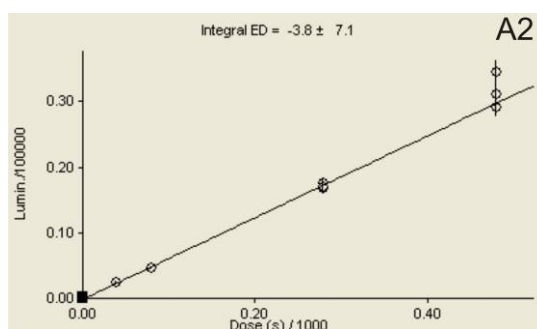
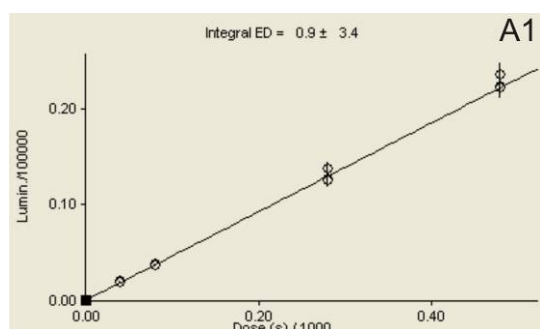
12. számú melléklet:





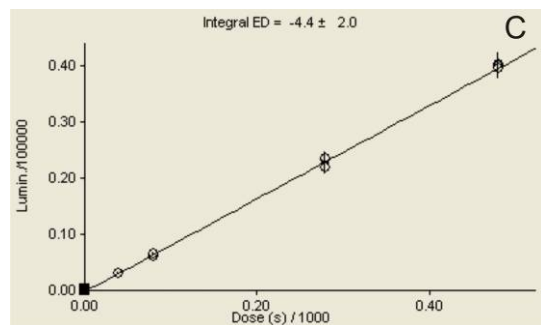
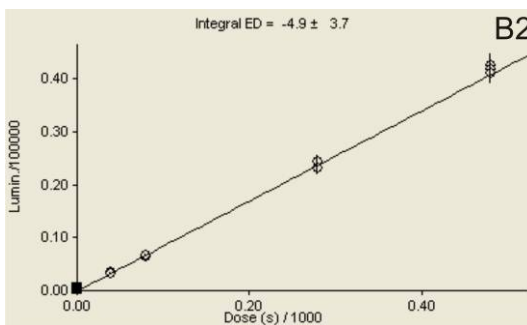
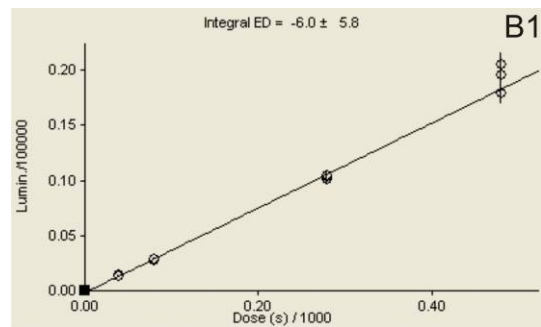
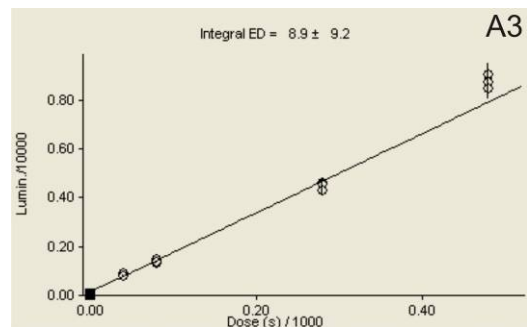
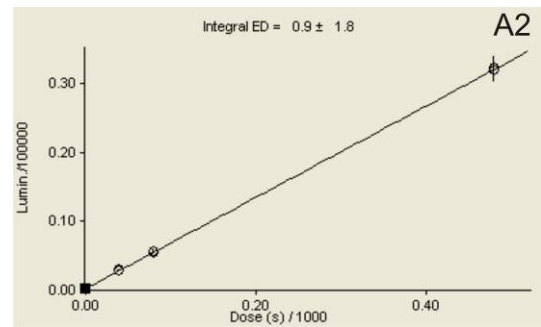
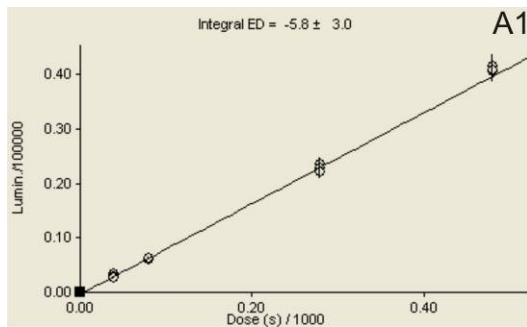
12. ábra: Az OSZ648-as minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései

13. számú melléklet:



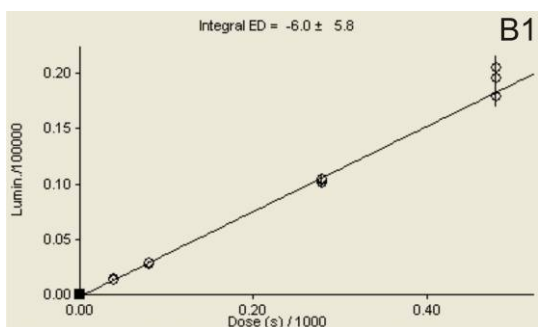
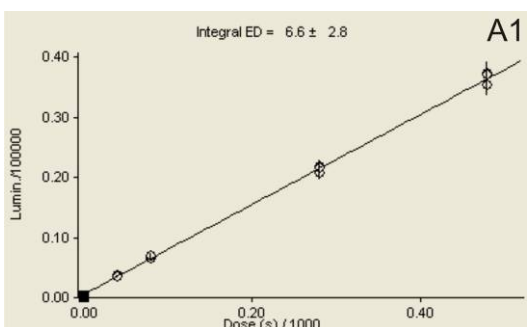
13. ábra: Az OSZ649-es minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései

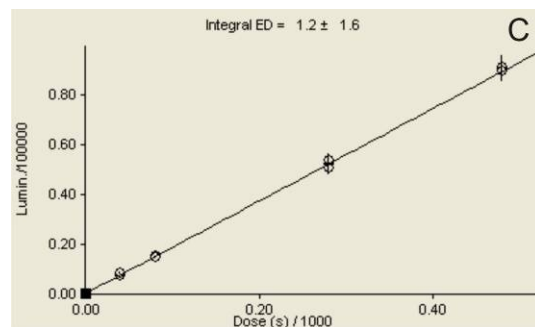
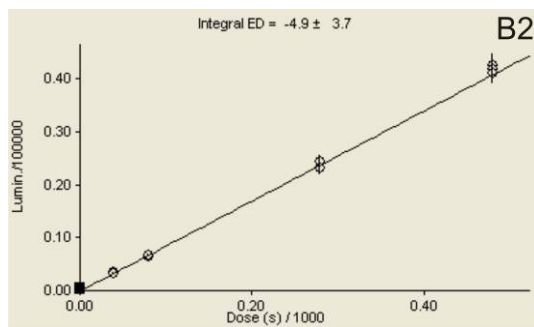
14. számú melléklet:



14. ábra: Az OSZ650-es minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései

15. számú melléklet:





15. ábra: Az OSZ651-es minta egyes részmintáinak REG dózis/lumineszcens válasz összefüggései