

УДК 535.377,315.00

**МЕТОДИКА ДАТИРОВАНИЯ АРХЕОЛОГИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА***Н. Л. Алукер, Я. М. Комарова*

Одной из важнейших проблем геологической науки и практики является проблема определения возраста различных археологических объектов. Для изучения минерального вещества, получения объективной информации привлекаются разнообразные новые методы, которые до недавнего времени применялись только в физике или химии.

Одним из перспективных методов определения возраста археологической керамики является термолюминесцентный (ТЛ) метод, в основу которого положен эффект запасаения неравновесных носителей заряда на локальных уровнях захвата в диэлектриках под действием ионизирующего излучения естественных радионуклидов, содержащихся в объекте датирования [1].

При исследовании керамики термолюминесцентным методом определяемый возраст соответствует интервалу времени от момента обжига керамики до момента ее извлечения из захоронения. При ее термической обработке (600–700⁰С) содержащийся в ней кварц теряет всю накопленную им ранее светосумму, накопление которой происходило с момента образования кварца как минерала. Таким образом, при датировании термолюминесцентным методом реализуется нуль-момент. При датировании термолюминесцентным методом геологических объектов (осадочных пород) нуль-момент в большинстве случаев не реализуется, т. е. формирование возрастной светосуммы начинается с некоторой остаточной величины S_0 [1].

Для хронологических целей пригодны только такие ловушки, в которых время жизни электронов (дырок) при поверхностных температурах хотя бы в 10–20 раз больше возраста исследуемых объектов [2]. Практически можно считать, что в большинстве минералов пики ТЛ с максимумом свечения 230–280 °С вполне пригодны для геохронологических исследований [3].

Попытки использования ТЛ для определения абсолютного (в годах) возраста различных образований основаны на том, что до определенного предела накопление ТЛ в ловушках происходит примерно пропорционально дозе радиации, которая в свою очередь зависит от интенсивности и времени облучения. Зная накопленную светосумму ТЛ, природную радиоактивность и экспериментально определив чувствительность вещества к радиации (прирост ТЛ на единицу поглощенной дозы радиации), можно вычислить возраст исследуемого материала [3–5].

Методики и техника проведения термолюминесцентного датирования отличаются для разных групп экспериментаторов, т. е. находятся в стадии разработки.

В данной работе предлагается методика датирования с использованием термолюминесцентного

анализа и аппаратуры, применяемой в индивидуальной дозиметрии.

В качестве объекта исследования использовались 8 образцов керамики, предоставленные кафедрой археологии КемГУ с раскопок Венгеровского района Новосибирской области поселения Автодром-2, отобранные на разной глубине из двух жилищ – № 47, № 50. Образцы 3, 7 – жилище № 47, остальные – № 50.

В работе для измерения термостимулированной люминесценции (ТСЛ) необлученных и облученных образцов использовался прибор ДТУ – 01 М; для облучения образцов – импульсный рентгеновский аппарат АРИНА; для определения элементного состава керамики – электронный растровый сканирующий микроскоп JEOL JSM 6390.

Методика проведения датирования

1. Подготовка образцов керамики к исследованию.

В результате отработки методики выявлено, что лучшие результаты измерения получаются при использовании порошкообразных проб, таким образом достигается более равномерный нагрев, масса навески составляет порядка 30 мг, размер частиц 0,25–0,5 мм. Подготовка образцов заключается в следующем: верхний слой керамики удаляется, проба растирается до однородного состояния и тщательно перемешивается. Далее проводится расситовка измельченного порошка и выбор определенного, сквозного для всей выборки фракционного размера навески.

2. Измерение ТЛ необлученных образцов.

Регистрация природной ТЛ проводилась с помощью комплекса ДТУ-01М. Проведено по 5 измерений каждого из необлученных образцов. Для проведения ТЛ-анализа важным условием является линейность нагрева. Комплекс ДТУ-01М обеспечивает линейный нагрев образца в области температур до 450⁰С, что соответствует требованиям, предъявляемым к приборам для проведения ТЛ-анализа.

Большое значение следует уделять геологической обстановке места раскопок, чтобы попытаться оценить факторы, которые могли повлиять на ТЛ датирование.

На природную ТЛ проб пород и минералов должны оказывать влияние климатические особенности района опробования: при прочих равных условиях проба, отобранная в районе с жарким климатом, будет характеризоваться меньшим процентом заполнения ловушек, чем проба аналогичного минерала из района с холодным климатом. Следует заметить, что, кроме общих климатических условий района опробования, огромную роль играет микроклимат участков отбора проб. Проба, взятая на солнце, должна характеризоваться меньшей

интенсивностью ТЛ, чем проба аналогичной породы, отобранная в затененном участке [5]. Кривые ТЛ необлученных образцов представлены на рис. 1.

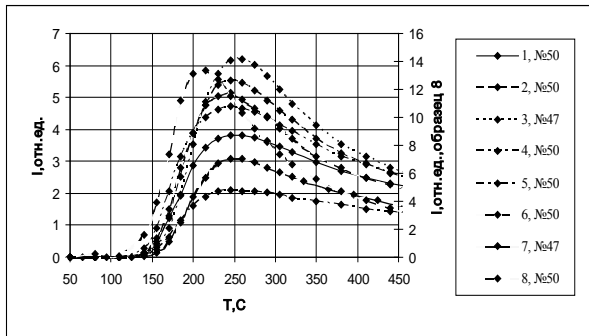


Рис. 1. Средняя термолюминесценция необлученных образцов

3. Измерение искусственной ТЛ облученных образцов.

Следующим этапом работы является облучение подготовленных навесок определенной дозой излучения. Облучение проводилось на импульсной рентгеновской установке АРИНА, в аппарате используется импульсная рентгеновская трубка с взрывной эмиссией электронов, не требующая накала и прогрева для подготовки к работе.

Для изучения дозной зависимости можно использовать как материалы с высвеченной природной ТЛ, так и необработанные. Высвечивание природной ТЛ лучше проводить ультрафиолетовым светом, а не нагревом, чтобы избежать возможного влияния прокаливанию на ТЛ свойства материала. Использование для изучения дозной зависимости предварительно невысвеченных образцов технически более удобно и надежно, но оно возможно в тех случаях, когда накопленная минералами светосумма достаточно далека от насыщения и накопление ТЛ близко к линейному.

В данной работе облучение образцов проводилось без предварительного высвечивания. Пробы образцов располагались равномерным тонким слоем и находились на одинаковом расстоянии от источника излучения, измерения интенсивностей ТЛ проводилось через трое суток после облучения.

Проведено также по 5 измерений каждого из облученных образцов. Перед измерением проба тщательно перемешивалась. Кривые ТЛ облученных проб представлены на рис. 2.

Для оценки линейности накопления дозы проводилось облучение одного из образцов тремя возрастающими дозами – 667, 1170, 1750 сГр и строилась кривая роста ТЛ (рис. 3.).

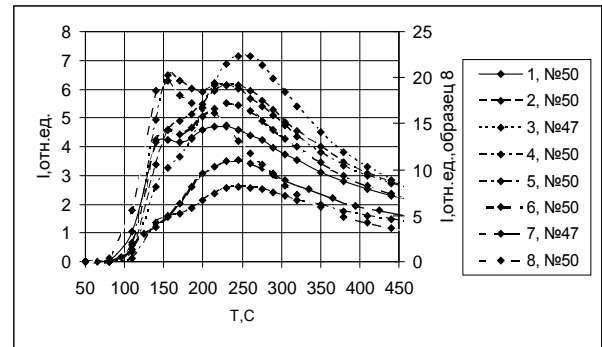


Рис. 2. Средняя термолюминесценция облученных образцов

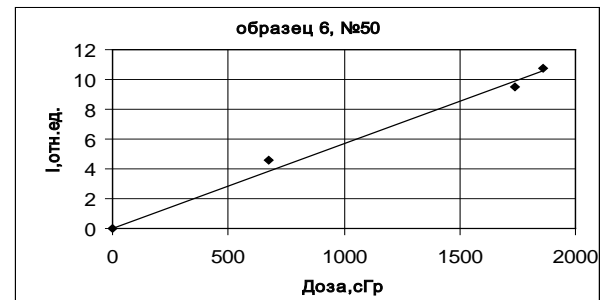


Рис. 3. Зависимость интенсивности от дозы облучения

При этом для облучения каждый раз бралась свежая порция материала, не облучавшегося в лабораторных условиях.

По кривой роста ТЛ видно, что ТЛ накапливается линейно в пределах этих доз, что при облучении этими дозами не достигается насыщение, следовательно, можно сделать вывод, что доза в 670 сГр является подходящей для наших образцов.

4. Определение дозы облучения.

Для определения точной дозы облучения рядом с навесками проб (на одном и том же расстоянии от источника облучения) располагались детекторы ТЛД-К на основе силикатного стекла, разработанные в КемГУ. Сама доза облучения определялась по калибровочной кривой, представленной на рис. 6, построенной по показаниям детекторов, облученных в Санкт-Петербургском технологическом институте. Детекторы были облучены дозами: 1000, 5000, 10000 рад.

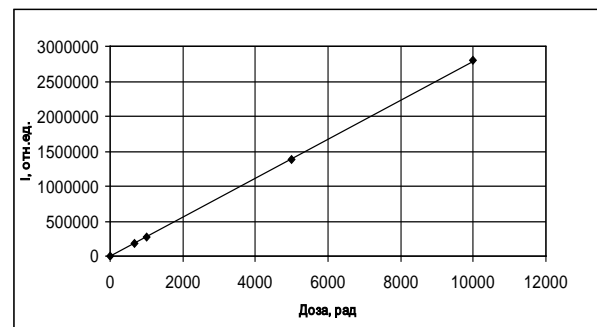


Рис. 4. Калибровочная кривая

Исходя из калибровочной кривой (рис. 4.), доза облучения образцов составила 670 сГр.

4. Определение мощности дозы.

Существуют различные способы определения скорости накопления дозы. Можно выделить два основных направления: расчет скорости накопления по известной концентрации радиоактивных элементов и прямое определение скорости накопления дозиметрами. В первом случае возникают технические трудности определения кларковых содержаний урана и тория.

В данной работе мощность дозы определялась с помощью детекторов ТЛД-К на основе силикатного стекла. При использовании детекторов в дозиметрических кассетах ДТГ-04 они фиксируют γ -излучение, т. к. проникающая способность α - и β -излучения меньше. Нами были использованы детекторы без дозиметрических кассет, которые помещались в почву с места захоронения керамики, они фиксировали β - и α -излучение. Преимуществом детектора ТЛД-К является то, что его энергетическая зависимость чувствительности вследствие сравнимости элементного состава близка по характеристикам к объектам исследования (рис. 5).

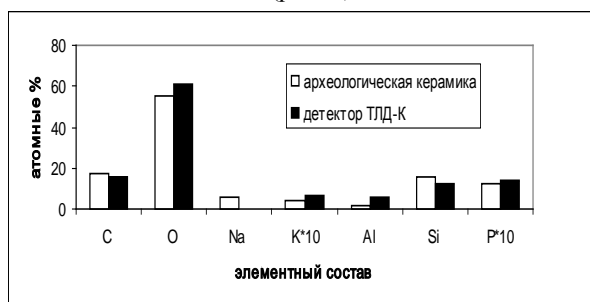


Рис. 5. Сравнение элементного состава археологической керамики и детекторов ТЛД-К

Для определения мощности дозы в почву с места захоронения были помещены детекторы ТЛД-К в период с 09.11.06. по 23.01.07. Мощность дозы составила 0,39 сГр/год, что согласуется с уже имеющимися данными по измерению почв. По проведенным ранее исследованиям почв поглощенные дозы излучения в Новосибирской области варьировались от 0,37 до 0,4 сГр/год.

Расчет возраста объекта проводился по следующей формуле:

$$A = \frac{D * S_{необл}}{(S_{обл} - S_{необл}) * P}, \text{ где}$$

A – возраст, лет; D – доза облучения в сГр; P – мощность годовой дозы в месте извлечения керамики из захоронения, сГр/год; $S_{необл}$ – средняя светосумма необлученного образца; $S_{обл}$ – средняя светосумма облученного образца.

Для данной коллекции керамики из 8 образцов, предоставленной кафедрой археологии, были получены следующие результаты.

Один образец (8) оказался непригодным для датирования – вероятно, он подвергался облучению при хранении в лаборатории, что существенно исказило результаты датирования. Для пяти образцов (1 – 5) был получен возраст, согласующийся с пред-

ставлениями археологов – 5500 ± 200 лет. Образцы 6, 7 либо относятся к другой хронологической группе, либо возможно, что, вследствие попадания их на поверхность, произошла некоторая потеря накопленной светосуммы, что повлияло на результат датировки (рис. 6).

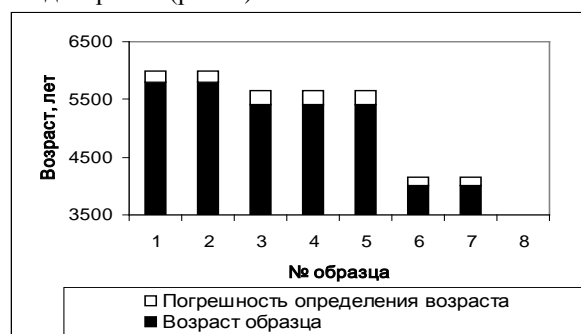


Рис. 6. Результаты датирования археологической керамики

Предложенная нами методика эксперимента обладает рядом преимуществ:

1. Для анализа использовались образцы керамики без выделения фракции кварца, что в значительной мере упрощает проведение датирования.

2. Для измерения дозы и мощности дозы использовались детекторы ТЛД-К на основе силикатного стекла. Преимуществом детектора ТЛД-К является то, что его энергетическая зависимость чувствительности близка по характеристикам к природным и синтетическим материалам на основе SiO_2 .

На основании проведенной работы, можно сделать вывод, что термолюминесцентный метод может успешно применяться для датирования археологической керамики, однако очень важным условием является соблюдение всех требований предъявляемых как к аппаратуре, используемой в анализе, так и к образцам, к отбору образцов.

Датирование не может осуществляться на отдельных образцах, поскольку не каждый образец пригоден для датировки этим методом. Для выполнения датировки необходимо наличие серии образцов с близкими физическими характеристиками. Желательно наличие в серии хотя бы одного образца с хронологической привязкой. Безусловным преимуществом термолюминесцентного метода датирования керамики является реализация нуль-момента (стирание светосуммы накопленной минералом в процессе обжига). Некоторый разброс ТЛ-показателей объясняется неоднородностью материала, использованного для изготовления керамики, различными температурами и окислительно-восстановительными условиями обжига изделий.

Литература

1. Власов, В. К. Радиотермолюминесцентный метод датирования рыхлых отложений / В. К. Власов, О. А. Куликов. – М.: Издательство Московского университета, 1988. – 72 с.

2. Власов, В. К. Границы применимости ТЛ-метода датирования новейших отложений / В. К. Власов, Н. А. Карпов, О. А. Куликов // Вестник Мос-

ковского университета. Серия 5. «География». – 1979. – № 4. – С. 56 – 64.

3. Кирюшин, Ю. Ф. Определение возраста древней керамики термолюминесцентным методом / Ю. Ф. Кирюшин, И. И. Матросов // Новые методы в археологии. – Томск, 1980. – С. 54 – 64.

4. Хютт, Г. И. О достоверности термолюминесцентного метода датирования в геологии /

Г. И. Хютт, Я.-М. К. Пуннинг, А. В. Смирнов и др. // Изотопные методы измерения возраста в геологии. – М.: Наука, 1979. – С. 239 – 247.

5. Матросов, И. И. Исследование термолюминесценции геологических материалов / И. И. Матросов, В. К. Чистяков, Ю. Л. Погорелов. – Томск: Издательство Томского университета, 1979. – 113 с.