

بسمه تعالیٰ

## امور آزمایشگاهها

آزمایشگاه سالیابی ترمولومینسانس

شماره امور: ---

شماره گزارش: TLD/۹۹/B

تاریخ ارائه گزارش: ۱۳۹۹/۳/۳۱

درخواست کننده: آقای دکتر بهروز بازگیر

شماره درخواست: ---

تاریخ درخواست: اردیبهشت ۱۳۹۸

## گزارش سالیابی یک نمونه فلینت ( Flint ) حاصل از کاوشهای محوطه غار کلدر خرم آباد استان لرستان



مسئول آزمایشگاه سالیابی ترمولومینسانس  
مولودسادات عظیمی

در اردیبهشت ماه سال ۱۳۹۸ درخواستی از طرف آقای دکتر بهروز بازگیر سرپرست کاوش، مبنی بر سالیابی ۱ قطعه فلینت (Flint) حاصل از کاوش‌های محوطه غار کلدر خرم آباد استان لرستان، جهت تعیین قدمت برای آزمایشگاه سالیابی ترمولومینسانس پژوهشکده حفاظت و مرمت تحويل داده که گزارش نتیجه آن به پیوست ارائه می‌گردد.

این نمونه با روش Fine Grain آماده‌سازی و با روش Additive Dose پرتودهی و اندازه‌گیری شد.<sup>۱</sup> آماده‌سازی و اندازه‌گیری و پرتودهی نمونه در زیر نور قرمز انجام گرفت تا از هرگونه تأثیر احتمالی نور معمولی بر روی آن جلوگیری شود.

### سالیابی ترمولومینسانس:

لومینسانس، ساطع شدن پرتوهای نوری از مواد (مثلاً کانی‌ها، گازها و غیره)، در زمانی است که اتمها از حالت برانگیخته به حالتی با انرژی کمتر یا حالت پایدار بازمی‌گردند. لومینسانس بر حسب نوع برانگیختگی انواع مختلفی مانند شیمی لومینسانس (برانگیختگی بر اثر واکنش‌های شیمیایی)، فتولومینسانس (برانگیختگی به دلیل تابش فتونها)، الکترولومینسانس (برانگیختگی با انرژی الکتریکی مثل دیودها)، ترمولومینسانس (برانگیختگی بر اثر حرارت، مثلاً در هنگام سالیابی سفال و آجر) و انواع مختلف دیگر تقسیم بندی می‌شود.

سفال، آجر و کاشی از کانی‌های مختلفی مانند کوارتز، فلدسپاتها و آلومینه تشکیل شده‌اند که برخی از آنها مانند کوارتز به دلیل وجود ناخالصی و ناراستی‌ها در ساختمان بلوری می‌توانند انرژی پرتوهای رادیواکتیو موجود در نمونه و همچنین در خاک اطراف نمونه را در خود ذخیره کنند. در هنگام پخت سفال، کاشی و آجر به دلیل حرارت دیدن، همه انرژی ذخیره شده در آن از هنگام تشکیل کانی‌ها تخلیه می‌شود (ساعت صفر)، پس از سرد شدن نمونه روند ذخیره انرژی مجدد آغاز می‌شود و محدوده سالیابی با استفاده از تجهیزات موجود در بخش سالیابی ترمولومینسانس پژوهشکده حفاظت و مرمت آثار تاریخی-فرهنگی از حدود ۵۰ سال تا ۲۰۰ هزار سال است.

منبع انرژی رادیواکتیوی که در کانی‌هایی مانند کوارتز ذخیره می‌شود، مواد پرتوزای داخل نمونه مانند پتاسیم، اورانیوم، توریم و روبيدیم و همچنین مواد پرتوزای موجود در خاکی که نمونه در آن قرار داشته است و نیز پرتوهای کیهانی است.

نور ترمولومینسانس ساطع شده از سفال یا آجر نشان‌دهنده آزاد شدن انرژی ذخیره شده در کانی‌های موجود در خاک است. این انرژی از دو منبع به جسم منتقل می‌شود:

۱. مواد پرتوزای موجود در خاک سفال یا در محیط اطراف آن مانند اورانیم (Ur)، توریم (Th)، پتاسیم (K) و روبيدیم (Rb).

خاک معمولی ترکیبی از کانی‌های مختلف و مواد آلی است و نسبت به مواد متشکله آن مقداری مواد پرتوزا دارد. این مواد پرتوزا در هنگام واپاشی از خود پرتوهای آلفا، بتا و گاما با انرژی‌های مشخص ساطع می‌کنند. انرژی

ساطع شده از این مواد پرتوزا در بلورهای جامد، مانند بلورهای کوارتز و فلدسپار موجود در خاک ذخیره می‌شوند.

۲. پرتوهای کیهانی؛ قسمت اعظم این پرتوها از پروتون‌هایی با انرژی بالا و عمق نفوذ زیاد تشکیل شده‌اند.

- ۱ - رجوع شود به: Aitken, M.Z., 1985. "Thermoluminescence Dating", London, Academic Press

انرژی حاصل از پرتوهای یونزای موجود در خاک و پرتوهای کیهانی از زمان تشکیل کانی‌ها در آن ذخیره می‌شوند. این انرژی می‌تواند تا حدود ۱۰ میلیون سال در جسم باقی بماند. اما در صورت حرارت دادن جسم، این انرژی به یکباره آزاد می‌شود. در هنگام پخت سفال در کوره، استفاده از فلینت و یا پخت آجر و یا حرارت دیدن هر نوع خاک تا بیش از ۴۰۰ درجه سانتیگراد، همه این انرژی آزاد می‌شود و می‌توان گفت که "ساعت ترمولومینسانس" برای این اجسام روی صفر قرار می‌گیرد. پس از سرد شدن جسم، فرآیند ذخیره انرژی حاصل از پرتوهای یونزا، دوباره آغاز می‌شود و ساعت ترمولومینسانس شروع به کار می‌کند.

مقدار انرژی ذخیره شده در سفال متناسب با زمانی است که از پخت آن در کوره می‌گذرد و این نکته، اصل اساسی سالیابی ترمولومینسانس است. حال اگر در آزمایشگاه، نمونه حرارت داده شود، می‌توان طی زمان مقدار انرژی ذخیره شده در آن را اندازه‌گیری کرد و با تخمین مقدار انرژی که سالانه به جسم منتقل شده است، قدمت آن را تعیین کرد. در آزمایشگاه، پس از آماده سازی نمونه به صورت پودر، تعدادی قرص از آن ساخته می‌شود. از تعدادی از قرص‌ها با حرارت دادن، برای اندازه‌گیری نمودار طبیعی ترمولومینسانس استفاده می‌شود. تعدادی از قرص‌ها نیز با چشم‌های پرتوza با میزان انرژی شناخته شده پرتودهی می‌شود. دز سالانه، دز معادل، درصد رطوبت و میزان پرتوزایی محیط اندازه‌گیری یا همان دز محیطی، محاسبه شده و در نهایت قدمت نمونه محاسبه می‌گردد.

### اندازه‌گیری دز معادل:

دز معادل (ED)، نشان‌دهنده مقدار انرژی ذخیره شده در نمونه در طی زمان بر حسب واحد گری (Gy) است. برای آماده سازی، نمونه فلینت (Flint) را ابتدا با روش Crashing خرد کرده، سطوح خارجی نمونه که در معرض اثرات طبیعی بوده را از مغره جدا نموده و مغزه باقیمانده را در هاون چینی به آرامی پودر کرده تا دانه بندی مناسب جهت نمونه سازی آماده گردد. پس از جداسازی دانه‌های با ابعاد مناسب برای Sampling، نمونه با کلریدریک اسید (HCl) ۱۰٪ تیمار داده شد (Etching). سپس از نمونه ۳۰ قرص تهیه گردید. برای ۱۰ قرص پس از قرار گرفتن درون کوره بر روی صفحه‌ای از آلیاژ نیکل-کروم در محیط نیتروژن کاملاً خالص، نمودار درخشش (Glow Curve)، اندازه‌گیری و در مرحله بعد تعدادی قرص به وسیله چشم‌های ایزوتوپ استرانسیم ۹۰ (Sr-90) با دزهای مختلف پرتودهی و بعد اندازه‌گیری شد. نیمی از قرص‌ها دو روز پس از پرتودهی اندازه‌گیری و نیم دیگر پس از یک ماه اندازه‌گیری شدند تا پدیده از دست رفتن اطلاعات (Fading) در آنها بررسی شود.

### پدیده از دست رفتن اطلاعات (Fading):

در برخی از نمونه‌ها کاهش شدت نور ترمولومینسانس در نمونه‌های پرتودهی شده با چشمۀ زمانی چند روزه، کاهشی بین ۵٪ تا ۴۰٪ نشان می‌دهد. این پدیده به fading (از دست رفتن اطلاعات) موسوم است. علت این پدیده هنوز به طور کامل معلوم نیست اما احتمال می‌رود که پدیده تونل‌زنی الکترونها یا از بین رفتن مراکز ذخیره انرژی (حال به هر دلیل) سبب افت شدت نور اندازه‌گیری شده باشد. وقوع این پدیده نشان می‌دهد که مقداری از انرژی ذخیره شده در طی زمان در نمونه مذکور از میان رفته و نتایج سالیابی نمونه قابل اطمینان نخواهد بود.

برای بررسی این پدیده باید مقداری از نمونه پرتودهی شده، حداقل پس از یک ماه اندازه‌گیری شود. اگر در مقایسه با نمونه‌های پرتودهی شده‌ای که بلافارسله اندازه‌گیری شده‌اند هر گونه افت شدتی بیش از ده درصد مشاهده شود، نمونه غیر قابل سالیابی ارزیابی خواهد شد.

### توجه !!! :

برای نمونه فلینت مورد مطالعه، پدیده fading بررسی و مشاهده شده است. لذا عدد محاسبه شده تعیین قدمت از سن واقعی نمونه کمتر است.  
برای اطمینان و دقت بیشتر در ارائه نتیجه نهایی، این پدیده در آزمایشگاه همچنان در حال بررسی و مطالعه می‌باشد.

در مرحله بعد، از نمونه ۱۰ قرص به وسیله چشمۀ آلفا از ایزوتوپ آمریسیم ۲۴۱ (Am-241) با دزهای مختلف پرتودهی و اندازه‌گیری شد. در نمونه هیچ گونه افزایش شدت منحنی درخشش و یا intensity مشاهده نگردید که نشانگر پدیده اشباع می‌باشد. لذا مقدار انرژی مؤثر پرتو آلفا برای این نمونه طبق ضرایب تعیین شده در منابع در نظر گرفته شده است.

### پدیده اشباع (Saturation) :

اگر میزان انرژی ذخیره شده در نمونه از حد معینی فراتر رود (بسته به جنس، ترکیبات و قدمت نمونه). انرژی ذخیره شده به حد اشباع می‌رسد و انرژی بیشتری در جسم ذخیره نخواهد شد. این بدان معناست که مدت زمان سپری شده برای نمونه پس از اشباع، در آزمایشات منظور نشده و سن نمونه جوانتر از سن واقعی محاسبه خواهد شد. برای بررسی این پدیده نمونه با دزهای متفاوت آلفا و بتا پرتودهی می‌شود، اگر شدت نور ترمولومینسانس همه نمونه‌های پرتودهی شده به وضوح بیش از شدت ترمولومینسانس طبیعی نمونه باشد، نمونه اشباع نشده و قابل سالیابی است.

با مقایسه نمودار درخشش اولیه (نمودار ترمولومینسانس طبیعی نمونه) و نمودار درخشش بخش پرتودهی شده با پرتو بتا، میزان انرژی ذخیره شده در نمونه یا دز معادل (Equivalent Dose) محاسبه شده است.

## تعیین غلظت عناصر پرتوزا در نمونه:

غلظت عنصر پتاسیم با روش نورسنجی شعله‌ای در آزمایشگاه سازمان زمین شناسی کشور و غلظت عناصر اورانیم و توریم با روش شمارش آلفا اندازه‌گیری شده است. همچنین در تعیین غلظت عناصر اورانیم و توریم با اندازه‌گیری‌های جانبی، عدم انتشار گاز رادون (Radon Emanation) در نمونه نیز بررسی شده است (بحرالعلومی، ف، ۱۳۷۸، روشهای سالیابی در باستان‌شناسی، انتشارات سمت).

## تعیین میزان انرژی عناصر پرتوزا در محیط اطراف نمونه در طی یک سال:

برای تعیین این پارامتر، سه عدد دزیمتر محیطی از نوع کلسیم فلوراید ( $\text{CaF}_2$ ) با نام تجاری TLD400 پس از کالیبره شدن، از تاریخ ۱۳۹۸/۲/۲۱ لغایت ۱۳۹۸/۳/۲۲، به مدت ۳۱ روز در لایه شماره 7II، لایه‌ای که فلینت در آن بدست آمده بود نصب گردید.

پس از اندازه‌گیری دزیمترها توسط دستگاه اندازه‌گیری و قرائتگر موجود در آزمایشگاه سالیابی، مقدار عددی بدست آمده بیانگر میزان پرتوzایی پرتوهای گاما محیط و یا دز محیطی لایه مورد مطالعه بوده که در محاسبات نهایی تعیین قدمت فلینت منظور شده است.

نام نمونه در آزمایشگاه: Flint B/99

مشخصات نمونه: قطعه‌ای فلینت از محوطه غار کلدر خرم آباد استان لرستان

KLD-E6-2014, Level: 7II, Number: 1072, Material: Flint, Lower Z: 163 cm

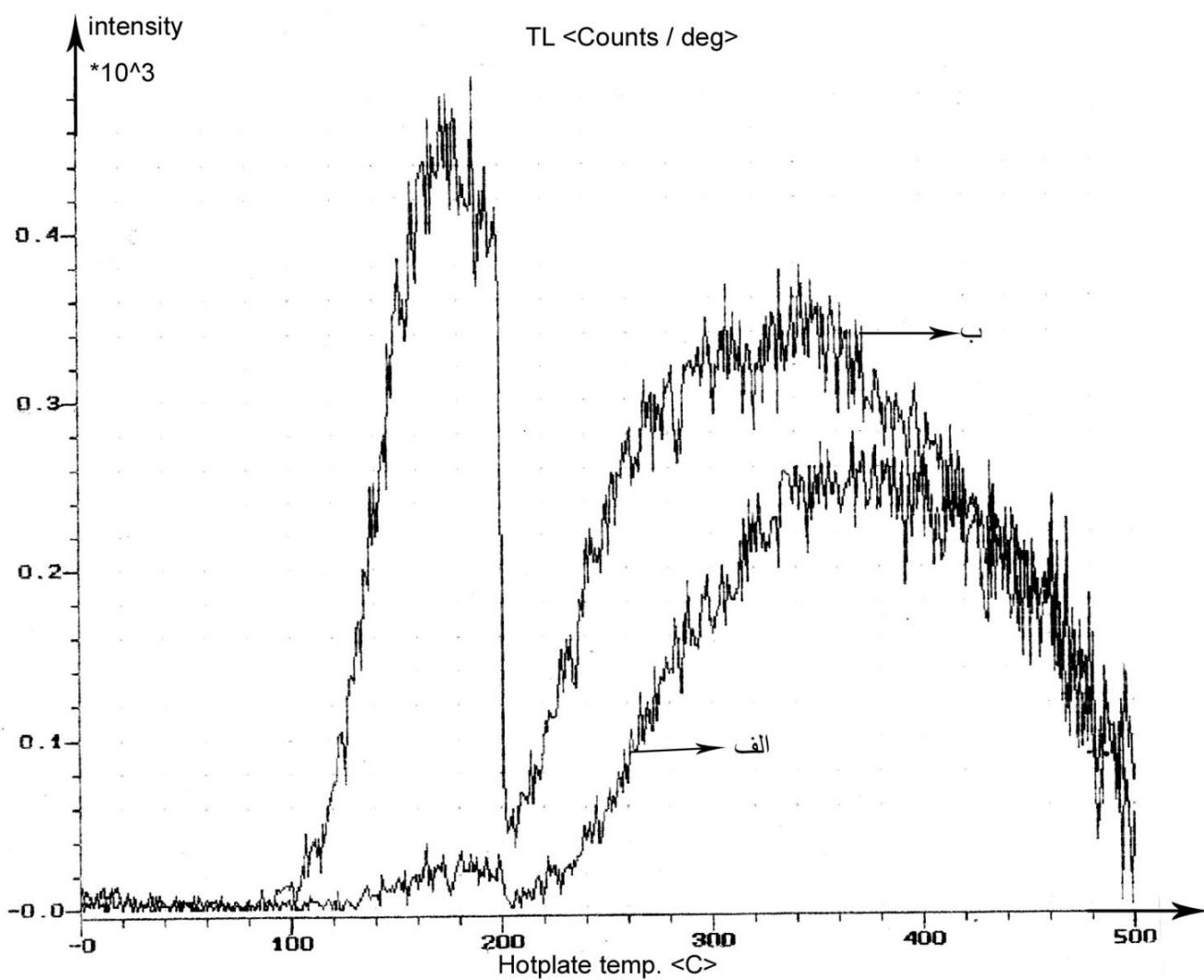
غلظت توریم  $0.649 \text{ :Th(ppm)}$

غلظت اورانیم  $1.040 \text{:Ur(ppm)}$

درصد اکسید پتاسیم  $0.656 \text{:}(K_2O\%)$

**قدمت:  $63044 \pm 6120$  سال**

(توجه شود که قدمت براساس تقویم هجری شمسی می‌باشد.)



الف- نمودار ترمولومینسانس طبیعی نمونه

ب- نمودار ترمولومینسانس نمونه پس از پرتودهی با چشمۀ بتا