

Datering van ceramiek op basis van thermoluminescentie: mogelijkheden van de methode, authenticiteitstesten en bijdrage van de archeoloog

Peter Van den Haute¹, Frans De Corte² & Line Vancraeynest³

1 Inleiding

In de periode 1992-1993 werd aan de Universiteit Gent een laboratorium geïnstalleerd voor de datering van jong-geologische sedimenten en archeologische ceramiek met de thermoluminescentiemethode. De implementatie van deze dateringsmethode is het resultaat van een gezamenlijke, interdisciplinaire inspanning van de auteurs van dit artikel die hun wortels respectievelijk in de geochronologie en in de nucleaire analytische scheikunde hebben. De uitbouw van de infrastructuur en de aankoop van de apparatuur gebeurde met de financiële steun van het NFWO en de Nationale Loterij. De installatie omvat naast de klassieke uitrusting voor thermische stimulering (TL) ook een uitrusting voor het uitvoeren van metingen met de recent ontwikkelde optische stimuleringstechniek (infrarood-OSL).

De thermoluminescentie-dateringsmethode, meestal afgekort tot TL-methode, is niet nieuw en bij de Vlaamse archeologische gemeenschap zeker niet onbekend. Af en toe wordt door Vlaamse onderzoekers en musca dan ook een beroep gedaan op gespecialiseerde TL-laboratoria. De dateringsmethode werd ontwikkeld in de periode 1965-1970 in laboratoria in het Verenigd Koninkrijk, Denemarken, Japan en de Verenigde Staten. Het *Research Laboratory for Archaeology and the History of Art* te Oxford, waar baanbrekend werk werd verricht door Aitken en zijn medewerkers⁴, is doorgaans het best gekend. De TL-dateringsmethode heeft in de loop van de jaren zeventig een gevestigde reputatie verworven bij de ouderdomsbepaling van diverse materialen vervaardigd uit gebakken aarde. Tegels, baksteen, ovensteen, gebruiks- en siervoorwerpen uit terracotta zijn typische objecten die met de TL-methode geda-

teerd kunnen worden. In de kunstwereld wordt tevens regelmatig op de methode beroep gedaan voor authenticiteitsonderzoek van ceramiek van twijfelachtige herkomst.

De toepassing van de methode op jong-geologische afzettingen met een ouderdom gaande tot ca. 0,25 Ma dateert pas van de jaren tachtig. Zowel vulkanische assen als windgeblazen sedimenten zoals loess en duinzand komen voor datering in aanmerking. In de loop van de laatste tien jaar zijn ook hier veelbelovende resultaten bereikt, alhoewel de confrontatie met andere dateringsmethodes zoals C-14 nog echt moet komen.

Onderhavig artikel wil de archeologische gemeenschap niet alleen informeren over de operationele aanwezigheid van een TL-laboratorium in ons eigen gewest, maar maakt van de gelegenheid gebruik om uiteen te zetten wat met de moderne technieken en apparatuur mogelijk is en wat de beperkingen zijn. Deze laatste liggen zoals zal blijken niet enkel bij een relatief geringe precisie maar ook bij een aantal moeilijk op voorhand in te schatten factoren die een betrouwbare ouderdomsbepaling in de weg kunnen staan. Elke te dateren potscherf stelt de onderzoeker voor specifieke problemen en bijgevolg is een goede communicatie en zelfs een effectieve samenwerking tussen de TL-analyticus en de archeoloog doorgaans meer dan gewenst. Deze laatste kan met de nodige voorkennis grotendeels zelf uitmaken in hoeverre een TL-datering het onderzoek van een gegeven opgravingssite ten goede kan komen en bovendien kan hij door een adequate bemonstering van een grondstaal en een juiste selectie van het schervenmateriaal een daadwerkelijke bijdrage leveren tot het welslagen van dergelijke datering. Ter illustratie van de mogelijkheden worden twee authenticiteitsonderzoeken voorgesteld.

¹ Onderzoeksleider NFWO, Geologisch Instituut, Universiteit Gent, Krijgslaan 281, 9000 Gent.

² Onderzoeksdirecteur NFWO, Instituut voor Nucleaire Wetenschappen, Universiteit Gent, Proeftuinstraat 86, 9000 Gent.

³ Aspirante NFWO, Instituut voor Nucleaire Wetenschappen, Universiteit Gent, Proeftuinstraat 86, 9000 Gent.

⁴ Fleming 1979; Aitken 1985.

2 Het thermoluminescentieverschijnsel

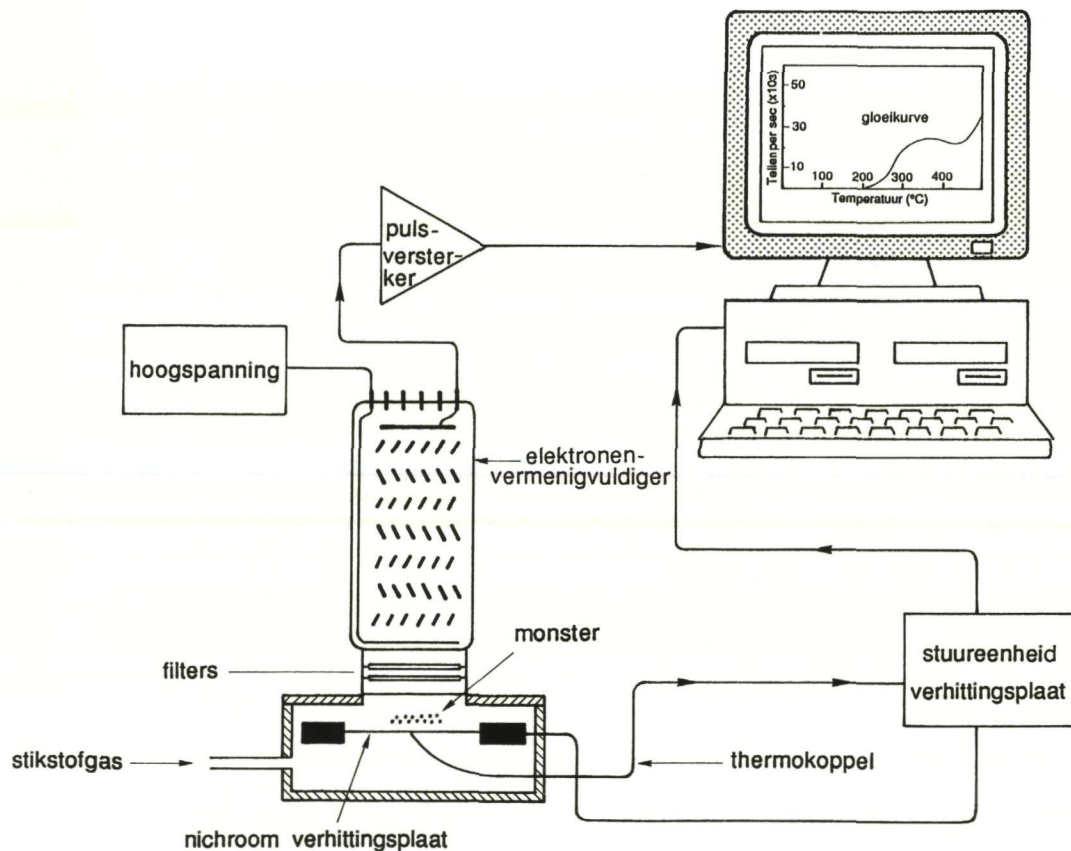
Wanneer een kleine hoeveelheid materiaal uit een terracotta snel wordt verhit tot ca. 500°C dan stelt het een minieme hoeveelheid licht vrij die toch voldoende is om met hooggevoelige apparatuur te worden gemeten. Dit licht noemt men de thermoluminescente straling. Herhaalt men de proef dan treedt het thermoluminescentie-verschijnsel niet meer op: hierdoor verschilt het wezenlijk van de gewone lichtgloed (de zgn. zwarte-lichaamsstraling) die eveneens optreedt bij verhitting (b.v. van ijzer) en die zich bij herhaling van deze verhitting wel opnieuw voordoet.

Het TL-verschijnsel is een gevolg van het bruusk ledigen van zgn. lichtcentra die aanwezig zijn in het kristalrooster van de minerale bestanddelen (klein mageringsbestanddelen zoals kwarts) waaruit het terracotta is vervaardigd. Deze lichtcentra waren in de loop van de tijd opgevuld onder invloed van ioniserende straling. De graad van opvulling wordt bepaald door twee factoren: de intensiteit van de ioniserende straling en de duur van de blootstelling eraan. De hoeveelheid thermoluminescent licht die wordt uitgestraald is dus eigenlijk een maat voor de totale dosis ioniserende straling waaraan het voorwerp in de loop van de tijd heeft blootgestaan. Men noemt deze opgelopen stralingsdosis, de archeodosis of paleodosis.

2.1 WELKE STRALING VEROORZAAKT TL?

De ioniserende straling die verantwoordelijk is voor de opvulling van de lichtcentra in het terracotta materiaal, wordt voor het overgrote deel geproduceerd door de kleine hoeveelheden radioactieve bestanddelen (voornamelijk kalium, uranium en thorium) die aanwezig zijn in het aardewerk en in de bodem waaruit het werd opgegraven. De radioactieve straling uitgestuurd door uranium en thorium, omvat de drie welbekende types nl. α , β en γ . Zij is in feite slechts gedeeltelijk afkomstig van deze beide elementen zelf: uranium en thorium bevinden zich immers aan de top van een zogenoemde radioactieve reeks waarbij via een aantal tussenstappen uiteindelijk lood als stabiel eindprodukt wordt gevormd en bij elk van deze tussenstappen wordt een hoeveelheid straling vrijgesteld. De kaliumstraling is wel volledig afkomstig van het element zelf (of beter van de isotoop ^{40}K) en omvat enkel β en γ -straling.

Elk van de drie stralingstypes draagt bij tot de opvulling van de lichtcentra in kristalroosters, zij het in verschillende mate. Van speciaal belang hierbij is de reikwijdte van de betrokken straling. Deze bedraagt in de silicaatmineralen waaruit terracotta en bodem zijn samengesteld slechts 0,01 tot 0,04 mm voor α -straling, 1 tot 2 mm voor β -straling en enkele tientallen cm voor γ -straling. Bovendien is



1 Schematische voorstelling van een computergestuurd TL-meeettoestel (gewijzigd naar Aitken 1985).

Diagram of modern computerised equipment used for TL measurements (modified after Aitken 1985).

2 Het RISØ TL-meetapparaat dat gebruikt wordt in ons laboratorium. De centrale schijf is een automatische monsterwisselaar die toelaat 24 meetschijfjes na elkaar te analyseren. De cilindrische buis bovenaan bevat de elektronenvermenigvuldiger.

The RISØ TL-OSL dating system used in our laboratory.



α -straling ook veel minder efficiënt dan β - of γ -straling⁵. Voor dezelfde stralingsintensiteit bedraagt de hoeveelheid luminescentie opgebouwd door α -straling gemiddeld slechts 10 à 20% van deze opgebouwd door β - of γ -straling.

Naast de radioactieve straling is er ook nog een bijdrage van de kosmische straling⁶. Deze alomtegenwoordige kosmische straling bestaat uit een zgn. zachte en een harde component. De zachte component wordt reeds volledig geabsorbeerd door een bodemlaag van ca. 0,5 m dik zodat doorgaans enkel met de harde rekening dient gehouden te worden. In onze streken bedraagt de bijdrage van de harde component ca. 0,2 mGy/ jaar (mGy = milliGray, Gray = eenheid van stralingsdosis) wat slechts enkele percenten voorstelt van de dosis radioactieve straling die jaarlijks wordt geabsorbeerd. Haar belang neemt echter toe in hoger gelegen streken (boven de 1000 m).

2.2 DATEREN MET BEHULP VAN TL

Zoals hoger vermeld is de hoeveelheid thermoluminescent licht die in een terracotta opgeslagen ligt, een maat voor de totale dosis ioniserende straling waaraan het in het verleden heeft blootgestaan. Deze paleodosis is het resultaat van het produkt van de stralingsintensiteit maal de tijdsduur van bestraling. Is de stralingsintensiteit (= dosis per tijdseenheid, b.v. per jaar) gekend, dan kan de tijdsduur van bestraling berekend worden met de eenvoudige betrekking:

$$\text{bestralingsduur} = \frac{\text{paleodosis}}{\text{jaarlijkse dosis}}$$

In de TL-methode gebeurt de bepaling van de paleodosis in twee stappen, nl. door meting van de hoeveelheid natuurlijk opgestapelde thermolumi-

nescentie in het ceramiek en door een bepaling van de TL-gevoeligheid van het materiaal, d.w.z. de hoeveelheid TL die wordt gegenereerd per eenheid van stralingsdosis (dit laatste gebeurt door bestraling met geijkte radioactieve bronnen). Bovenstaande betrekking wijzigt zich zodoende tot:

$$\text{TL-ouderdom} = \frac{\text{totale gemeten TL-lichthoeveelheid}}{\text{gemeten lichthoeveelheid per dosiseenheid} \times \text{jaarlijkse dosis}}$$

Het bepalen van een TL-ouderdom omvat dus in totaal drie analytische stappen: een meting van het natuurlijk opgestapelde TL, een bepaling van de TL-gevoeligheid en tenslotte een bepaling van de jaarlijkse stralingsdosis waaraan het aardewerk blootstond.

De TL-ouderdom die hieruit wordt afgeleid slaat terug op de tijdsspanne die nodig was om de totale stralingsdosis te absorberen, die verantwoordelijk is voor de gemeten lichthoeveelheid. Doorgaans komt dit overeen met de tijd die verlopen is sinds het aardewerk werd gebakken. Er kan immers aangenomen worden dat alle licht dat voordien in de natuurlijke potklei opgeslagen was in de loop van de geologische tijden, volledig uitgegloeid werd tijdens het bakproces in de oven.

2.2.1 Meting van de natuurlijke luminescentie

Voor het uitvoeren van luminescentiemetingen wordt een kleine hoeveelheid terracotta-materiaal gesedimenteerd op aluminium meetschijfjes. Het meettoestel dat wordt aangewend, bestaat in grote trekken uit een microverhittingselement waarboven een fotogevoelige cel en een elektronenvermenigvuldiger zijn aangebracht, gekoppeld aan een versterker (fig. 1). Elk schijfje wordt verhit en de lichtemissie wordt gemeten en elektronisch versterkt, terwijl gelijktijdig ook het temperatuursverloop wordt geregistreerd. Het resultaat is een zgn. gloeicurve. De meting en registratie gebeuren tegenwoordig volledig computergestuurd. Het toestel dat in ons laboratorium wordt gebruikt, is van Deens Fabrikaat (RISØ TL-OSL dating system, fig. 2).

Eerst wordt het natuurlijk TL-signaal gemeten dat opgebouwd werd in de archeologische tijd. Hiervoor wordt een gemiddelde genomen van metingen uitgevoerd op een vijftal schijfjes. Vooraleer tot een datering over te gaan dient deze natuurlijke gloeicurve echter getest te worden op zijn stabiliteit. Niet alle opgevulde lichtcentra zijn immers stabiel en een gedeelte van het opgebouwde lichtsignaal kan in de loop van de tijd weer verloren gaan. Om dit te onderzoeken wordt een tweede set monsterschijfjes bestraald met een geijkte dosis β -straling. De gloeicurve van deze schijfjes wordt opgenomen, uitgemiddeld en vergeleken met de natuurlijke gloeicurve. Voor elke temperatuur wordt de verhouding van het natuurlijk lichtsignaal N t.o.v. het signaal N + β uitgezet als functie van de temperatuur (fig. 3). De bekomen curve dient een

⁵ Zimmerman 1972.

⁶ Prescott & Stephan 1982.

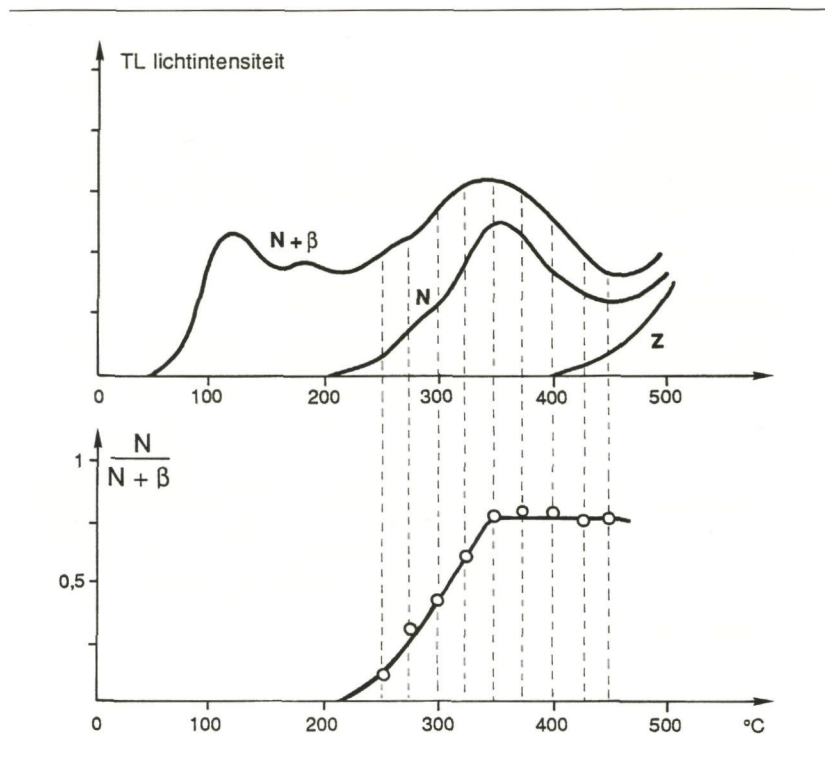
zgn. plateaugebied te vertonen, d.w.z. een temperatuursgebied waar de verhouding $N/(N+\beta)$ constant blijft. Doorgaans treedt dit plateau op tussen 325 en 425°C. Is dit niet het geval dan moet van een verdere datering afgezien worden.

2.2.2 *Bepaling van de TL- gevoeligheid en de paleodosi*

Voor de bepaling van de TL-gevoeligheid wordt een nieuwe reeks monsterschijfjes vervaardigd en bestraald met een stelselmatig toenemende β -dosis, waarna hun TL-sigitaal gemeten wordt. De gemeten lichthoeveelheden worden uitgezet als functie van de overeenkomstige β -dosis als punten op een grafiek, waarop ook het natuurlijk signaal wordt geplott. Deze zgn. additiemethode levert een TL-groecurve op die doorgaans quasi rechthoekig is (fig. 4). De helling van de rechte is een maat voor de TL-gevoeligheid en extrapolatie ervan tot op de horizontale as levert de equivalente β -dosis op, d.w.z. de dosis die nodig was om het natuurlijk signaal op te bouwen.

In pas gebakken ceramiek is de signaalopbouw soms niet van meet af aan lineair maar is er eerst een tragere zgn. supralineaire groeifase⁷. Om na te gaan of een dergelijke fase effectief aanwezig is, wordt een zgn. regeneratieexperiment uitgevoerd. Hiervoor wordt in een aantal monsterschijfjes het archeologisch opgebouwde signaal volledig uitgegloeid en wordt er vervolgens d.m.v. enkele bestralingen met verschillende β -doses van nul af aan een nieuwe groeicurve geregenereerd. Stelt men een aanloopfase vast dan kan ervoor gecorrigeerd worden (fig. 4).

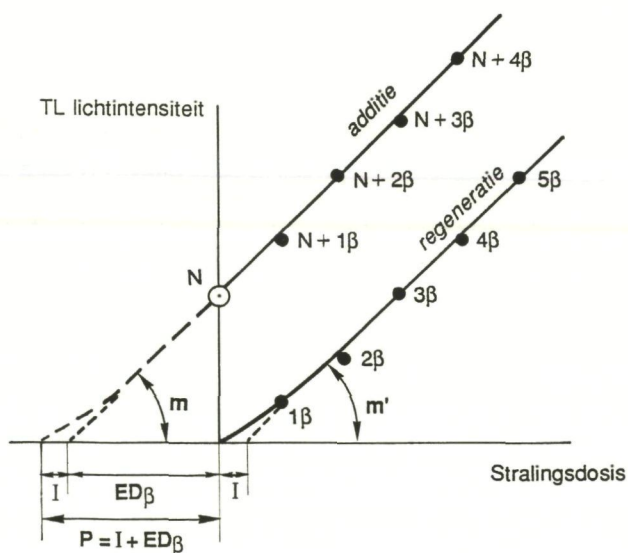
Door blootstelling aan een α -stralingsbron van weermom een andere reeks monsterschijfjes wordt op analoge wijze een α -additiegroeicurve opge-



3 Grafische voorstelling van de plateau test. De curve N stelt het natuurlijk signaal voor; de curve $N+\beta$ het signaal van een natuurlijk monster waaraan kunstmatig een hoeveelheid β -straling werd toegevoegd. De curve Z stelt de zwarte lichaamsstraling voor die het monster vrijstelt bij verhitting nadat de meting van de TL-groecurve is gebeurd. Deze "achtergrondstraling" dient van beide curven N en $N+\beta$ te worden afgetrokken. De onderste curve toont het verloop van de verhouding $N/N+\beta$ en het plateau dat hierin optreedt boven de 350°C.

Illustration of the plateau experiment in TL-dating; N is the natural glow curve and $N+\beta$ is the glow curve of a sample that has been artificially irradiated with a given β -dose. The ratio $N/N+\beta$ reaches a constant plateau level at a temperature of 350°C.

⁷ Chen & Bowman 1978.



4 Grafische voorstelling van de bepaling van de paleodosi. De additierechte wordt bekomen door metingen uit te voeren op het gewone natuurlijk monster (N) en een aantal supplementaire monsters waaraan een steeds grotere β -dosis ($N+1\beta$, $N+2\beta$ enz.) werd toegevoegd. Extrapolatie van de additierechte tot op de dosis-as levert de equivalentdosis $ED\beta$ op. Deze is gelijk aan de paleodosi (P) op voorwaarde dat er geen aanloopfase (I) bestaat. Dit kan achterhaald worden door het uitvoeren van een regeneratieexperiment waarin bij een toenemende β -dosis wordt gegeven aan een aantal monsters waarin voorheen het natuurlijk signaal volledig werd uitgegloeid. Is een dergelijke fase aanwezig zoals op de figuur, dan is P de som van $ED\beta + I$. De helling van de groeirechten (m en m') zijn een maat voor de TL-gevoeligheid. Beide hellingen mogen niet te sterk verschillen, anders is er sprake van sensitiviteitsverandering en is de bepaling van I en ook deze van P twijfelachtig (gewijzigd naar Wagner 1995).

Graph showing the linear TL growth curves obtained by the addition and regeneration experiments. Extrapolation of the addition curve to the dose-axis yields the equivalent dose $ED\beta$, while from the regeneration curve the supralinearity correction I is derived. The paleodose (P) absorbed by the sample is then given by the sum of $ED\beta + I$ (after Wagner 1995).

5 De methode die tegelijkertijd een snelle en vrij accurate bepaling toelaat van de jaarlijkse dosis is *in situ* γ -spectrometrie. Dit gebeurt met een meetsonde (natrium-iodide scintillatiedetector) die in de profielwand gebracht wordt op de plaats waar de scherf werd gevonden. Hiertoe wordt een gat in de wand geboord met een diameter van ca. 8 cm en een diepte van 40 tot 50 cm. Dergelijke meting neemt 1 tot 2 uren in beslag. De gebruikte apparatuur is een Bicon® 3 duims scintillatiedetector gekoppeld aan een draagbare Canberra® model 1150 multikanaal-analyzer.

In situ γ -spectrometry represents a relatively accurate and rapid way to determine the environmental γ -dose rate. The equipment used is a Bicon® 3" scintillation detector connected to a Canberra® model 1150 portable multichannel analyser.

steld. De verhouding van de helling van de α -groei-curve t.o.v. deze van de β -groei-curve levert de zgn a-waarde op, een parameter die de α -sensitiviteit relatief uitdrukt t.o.v. de β -sensitiviteit. De γ -sensitiviteit wordt niet afzonderlijk bepaald aangezien zij in principe gelijk is aan de β -sensitiviteit.

2.2.3 De jaarlijkse dosis

Voor het bepalen van de jaarlijkse dosis kunnen diverse methodes aangewend worden. We beperken ons tot de technieken die binnen de mogelijkheden liggen van ons laboratorium. Vooreerst kunnen de uranium, thorium en kaliumconcentraties bepaald worden met klassieke analytische technieken zoals neutronenactivering en atoomabsorptiespectrometrie. Uit deze concentraties worden dan de jaarlijkse doses berekend voor de drie stralingstypes α -, β - en γ , waarbij men beroep doet op omrekeningstabellen⁸. Dikwijls tracht men echter de betrokken straling rechtstreeks te meten. Voor elk type straling wordt specifieke apparatuur aangewend: α -teller, β -teller en γ -spectrometer. Deze apparaten dienen stuk voor stuk nauwkeurig gekalibreerd te worden. Voor de (relatief kleine) bijdrage van de kosmische straling wordt eveneens beroep gedaan op gegevens uit bestaande tabellen.

Het is belangrijk zich te realiseren dat de α - en β -straling waaraan een terracotta in het verleden heeft blootgestaan, volledig afkomstig is van de radioactieve bestanddelen die zich in de massa van het artefact zelf bevinden aangezien beide stralingstypes een zeer kleine reikwijdte hebben. Voor wat de bijdrage van de γ -straling betreft, die een reikwijdte heeft van enkele tientallen cm, spelen de bestanddelen van het artefact daarentegen nauwelijks een rol en is het de bodem waaruit het voorwerp werd opgegraven die belangrijk is. Om een zo nauwkeurig mogelijke datering uit te kunnen voeren dient dus tezamen met het artefact een representatief grondstaal genomen te worden om de nodige metingen (γ -spectrometrie) te kunnen uitvoeren of beter nog, dient een meting uitgevoerd te worden met de γ -spectrometer in de profielwand, exact op de plaats waar het voorwerp of de scherf werd opgegraven (fig. 5). Is dit alles niet mogelijk, dan dient de jaarlijkse γ -dosis geschat te worden,



wat vanzelfsprekend een geringere nauwkeurigheid van het eindresultaat tot gevolg heeft.

De bepaling van de jaarlijkse dosis vormt wellicht het moeilijkste probleem bij elke TL-datering. De meetmethodes zijn vrij complex en bovendien kan men niet anders dan deze dosis te evalueren op basis van de huidige stralingsintensiteit in het scherfmateriaal en in de omgevende bodem. Indien zich in deze intensiteit wijzigingen zouden voorgedaan hebben in het verleden dan zal het meetresultaat niet volkomen representatief zijn en de evaluatie van de dosis dus foutief of in het beste geval onnauwkeurig. Een belangrijke spelbreker hierbij is de verandering in het vochtgehalte van bodem en scherf, waarvan men weet dat het een stralingsabsorberende werking heeft.

3 Mogelijkheden en beperkingen van de TL-methode

De materialen die klassiek met de TL-methode gedateerd worden, zijn voorwerpen vervaardigd uit gebakken aardewerk. Naast sier- en gebruiks-aardewerk komen baksteen, ovensteen en ceramische tegels in aanmerking. Ook resten van gietvormen uit de antieke metaalindustrie kunnen dateerbaar zijn. In principe staan twee technieken ter beschikking: de fijnkorreltechniek waarbij de klei- of siltmatrix wordt gebruikt en de kwartsinclusietechniek waarbij wordt gewerkt met de grovere (0,1-0,2 mm) kwartskorrels die in de magering voorkomen. Voor beide technieken dient een inwendig monster genomen te worden dat geen licht gezien heeft en dat zich op een diepte bevindt die minstens gelijk is aan de reikwijdte van de β -straling in het scherfmateriaal. In de praktijk betekent dit dat een bui-

⁸ Nambi & Aitken 1986.

tenste laag van ca. 2 mm dik van de scherf wordt verwijderd. Dit materiaal gaat niet verloren maar wordt gebruikt voor de metingen van de jaarlijkse inwendige dosis. Tijdens de gehele behandeling dient blootstelling aan licht vermeden te worden omdat dit signaalverlies voor gevolg kan hebben. De TL-techniek is dus strikt genomen een donkere-kamertechniek.

De fijnkorreltechniek kan vrijwel altijd toegepast worden; voor een toepassing van de kwarsinclusietechniek dient bij de vervaardiging van het voorwerp vanzelfsprekend kwartshoudend zand als magering te zijn gebruikt. Vooraleer de analyse uit te voeren wordt de buitenste laag (ca. 0,02 mm) van de kwarskorrels weggeëet in een zuurbad. Dit heeft tot resultaat dat de kwarskernen die overblijven enkel werden blootgesteld aan externe β - en γ -straling omdat kwarts zelf zo goed als geen uranium of thorium bevat en er dus geen inwendige bestraling is geweest, terwijl door de zuurbehandeling de buitenwand die aan externe α -straling heeft blootgestaan, verwijderd werd. Kwarts biedt bovendien het voordeel dat het minder onderhevig is aan abnormaal signaalverlies (zie verder), een verschijnsel dat wel regelmatig optreedt in de mineralen waaruit de kleimatrix is samengesteld. Daar waar een tiental gram materiaal doorgaans voldoende is voor de fijnkorreltechniek, vraagt de kwarsinclusietechniek beduidend meer materiaal (tot honderd gram en meer) om een voldoende hoeveelheid kwarskorrels te kunnen collecteren. De afscheiding van het kwarts gebeurt met zware vloeistoffen en magnetische technieken en vraagt ook vrij veel werk en tijd. Hierdoor wordt de kwarsinclusietechniek in de praktijk minder frequent toegepast. Bij archeologisch onderzoek waar de TL-methode zich aandient als enige of belangrijkste potentiële dateringstechniek, verdient het echter aanbeveling de techniek toch te gebruiken en dit bij voorkeur tezamen met de fijnkorreltechniek waardoor een consistentieonderzoek van de resultaten mogelijk is.

Het resultaat van een TL-datering wordt gerapporteerd als TL-ouderdom (*TL age*) te rekenen vanaf het jaar van analyse of als TL-datum (*TL date*) uitgedrukt in jaren BC of AD. Aan dit resultaat wordt een precisiefout toegevoegd. Een analyse uitgevoerd in 1995, die een ouderdom van 3500 jaar opleverde met een fout van 5%, geeft dus als TL-datum 1505 ± 175 jaar BC. De fout van 5% op de ouderdom (= 175 jaar) is een statistische fout wat inhoudt dat er een zekere (zij het kleine kans) bestaat dat de fabricatieouderdom zich buiten de opgegeven tijdsspanne situeert. Hiermee wordt bij de verdere archeologische besluitvorming doorgaans (en terecht) geen rekening gehouden. Belangrijk is nochtans zich te realiseren dat de analyse als eigenlijk resultaat geeft dat de vervaardigingsdatum zich tussen 1680 BC en 1330 BC bevindt. Gebruikt men deze TL-datering als *terminus post quem* dan is bijgevolg de datum 1680 BC relevant en niet 1505 BC.

Aangezien de TL-dateringstechniek vrij complex is en vele verschillende metingen omvat, is haar precisie doorgaans beperkt. Slechts indien alle metingen in optimale omstandigheden uitgevoerd kunnen worden, kan de onzekerheid op het eindresultaat tot 5 à 10% teruggebracht worden. Het combineren van de fijnkorrel- en de kwarsinclusietechniek en het analyseren van verschillende scherven, liefst met een verschillend maaksel, kunnen toelaten de precisie enigszins te verbeteren. Naast een relatief geringe precisie kunnen bovendien enkele complicaties optreden die de metingen op systematische wijze beïnvloeden en dus de accuratesse van het resultaat treffen.

Eén van deze complicaties is het zogenaamd abnormaal signaalverlies (*anomalous fading*). Dit kan vastgesteld worden door een TL-meting van een bestraald monsterschijfje uit te voeren na een wachttijd van enkele weken en dit te vergelijken met een schijfje dat reeds enkele uren na bestraling werd gemeten. Is het signaal beduidend lager geworden dan is er sprake van abnormaal signaalverlies. Dit heeft een te jonge TL-ouderdom tot gevolg en omdat men nog geen duidelijk inzicht heeft in de oorzaken ervan, kan er niet voor gecorrigeerd worden. Bij een onderzoek dat wij recentelijk uitvoerden op enkele dakpannen van het Romeinse *tegula*-type vervaardigd in onze gewesten, bleek dit signaalverlies tot onze teleurstelling aanzienlijk te zijn (tot 10 à 12%).

De meeste complicaties treden echter op bij de bepaling van de jaarlijkse dosis. Een belangrijke storende factor is hierbij de radonemanatie. Radon wordt gevormd als een tussenstap in de uranium- en thoriumreeks. Dit radon wordt op zijn beurt omgezet tot polonium. De omzetting gebeurt vrij snel maar radon is echter een gas en kan dus relatief gemakkelijk uit het aardewerk ontsnappen. Indien dit gebeurt, wordt de vervalreeks verbroken. De methodes die gebruikt worden om de jaarlijkse dosis te bepalen, gaan er echter steeds van uit dat deze reeksen niet verstoord werden, d.w.z. zij brengen de straling uitgestuurd door de post-radon atomen in rekening en zullen dus een te hoge waarde opleveren. Radonemanatie kan vastgesteld worden als men verschillende technieken gebruikt om de jaarlijkse dosis te bepalen (b.v. α -telling in combinatie met een bepaling van de concentratie van uranium en thorium met NAA). Beide technieken zullen dan een verschillend resultaat opleveren. Ook hier is het niet mogelijk om voor dit verschijnsel te corrigeren omdat men niet weet wanneer het is opgetreden en hoelang het geduurd heeft. Ceramiek waarvoor sterke radonemanatie wordt vastgesteld, levert bijgevolg onbetrouwbare ouderdommen op. Vooral fijn-poreus aardewerk is er onderhevig aan.

De relatief geringe precisie is de voornaamste limiterende factor voor de archeologische toepassing van de TL-methode. Beschikt men reeds over een duidelijke tijdsinformatie op basis van typologie, munten, enz., dan zal een TL-datering hier-

6 De "terra sigillata" scherf, gevonden op het strand van Raversijde (Stedelijke Musea van de Stad Oostende).

The "terra sigillata" potsherd found on the beach of Raversijde



aan weinig kunnen toevoegen. De methode kan wel nuttige diensten bewijzen voor sites waarvan de context slecht gekend is zoals het geval is voor een aantal culturen buiten Europa. Ook binnen onze eigen gewesten zijn er echter mogelijkheden, b.v. voor de Middeleeuwse archeologie.

Naast voorwerpen uit gebakken aarde worden tegenwoordig ook silexartefacten gedateerd. Een noodzakelijke voorwaarde hierbij is dat deze artefacten voor of tijdens hun vervaardiging voldoende sterk verhit werden zodat de geologische stralingsdosis volledig verwijderd werd. Hierover bestaat geen zekerheid, ook al laten de uiterlijke kenmerken van de voorwerpen duidelijk sporen van verhitting zien. In tegenstelling tot de kristallijne kwartskorrels bevat de micro- tot subkristallijne

7 Het geanalyseerde Chinese "T'ang" beeldje (foto v.z.w. Stedelijke Musea Kortrijk).

The analysed Chinese "T'ang" statuette.



kwartsmassa waaruit silex is opgebouwd, daarenboven dikwijls wel uranium en thorium en dit in nestvormige concentraties en kleine insluitsels. In dergelijke gevallen is een juiste bepaling van de jaarlijkse dosis en bijgevolg ook een datering vrijwel uitgesloten. Nochtans werden gedurende de laatste jaren op dergelijke artefacten toch enkele interessante resultaten geboekt⁹.

4 Authenticiteitsonderzoek

4.1 INLEIDING

In tegenstelling tot een datering kan een authenticiteitsonderzoek met de TL-methode vanuit wetenschappelijk standpunt wel als routine beschouwd worden. De eisen die hier gesteld worden aan de precisie en nauwkeurigheid zijn dan ook veel geringer. Bij een voorwerp dat voor dergelijk onderzoek wordt aangeboden, stelt zich immers doorgaans het probleem: stamt het uit een bepaalde kunstperiode uit het verre verleden (welke men doorgaans zeer nauwkeurig in de tijd kan situeren) of is het namaak (waarbij men kan veronderstellen dat de vervaardigingsdatum zich in deze of vorige eeuw situeert).

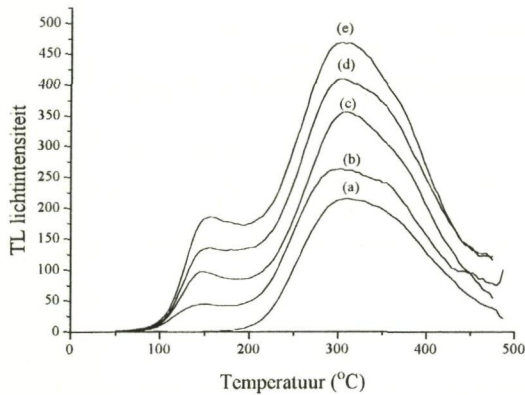
Omwille van de kunstwaarde van het voorwerp beperkt de monstername zich hier tot een minimum aan materiaal. De benodigde hoeveelheid (ca. 100 mg) wordt bekomen door uitboren met een fijne steenboor, waarbij toch liefst op meer dan één plaats wordt geboord om een voldoende representatieve staalname te verwezenlijken. Het bekomen poeder laat toe om een vijftal monsterschijfjes te vervaardigen wat voldoende is voor enkele basismetingen. Commerciële laboratoria beperken zich doorgaans tot een ruwe bepaling van de paleodosis en de β -sensitiviteit. Onderzoekslaboratoria voegen hieraan ook nog een α -telling toe en een evaluatie van de a-factor. Abnormaal signaalverlies of radonemanatie doen afbreuk aan de nauwkeurigheid van een datering maar hebben vrijwel geen invloed op de conclusies van een echtheidstest.

Hier worden twee authenticiteitstesten besproken die uitgevoerd werden in het recent geïnstalleerde laboratorium voor datering met de thermoluminescentiemethode aan de Universiteit Gent. Een eerste onderzoek betreft een vermeende Romeinse "terra sigillata" scherf en een tweede een Chinees terracotta beeldje, vervaardigd volgens de technieken en stijlkenmerken van de T'ang dynastie (618-906 AD).

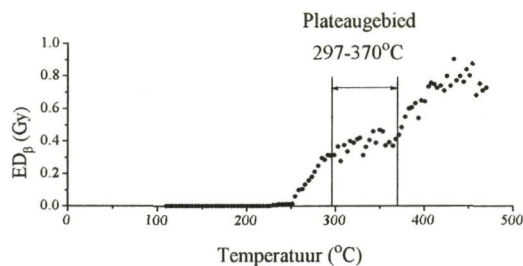
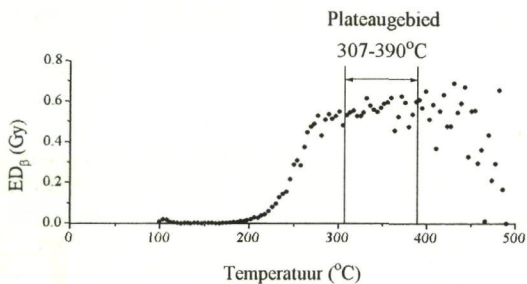
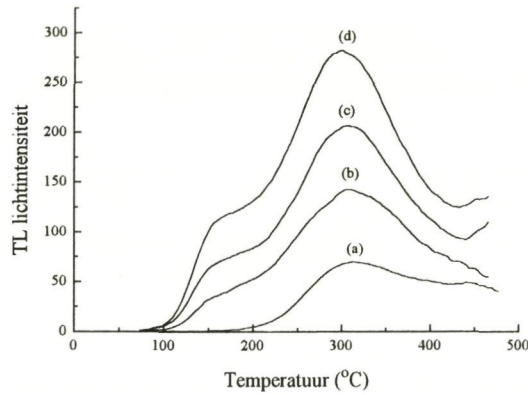
De "terra sigillata" scherf werd kort na de tweede wereldoorlog gevonden op het strand van Raversijde (fig. 6). Zij wordt beschreven in het werk "Les civilisations préhistoriques & anciennes de la France Occidentale" van A. Chocqueel (Bruxelles, 1950). De authenticiteit van de scherf werd betwijfeld op basis van de afgebeelde motieven en enkele andere kenmerken zoals het ont-

⁹ Valladas 1992.

De "terra-sigillata" scherf



Het Chinese "T'ang" beeldje



8 Boven: de natuurlijke gloeicurven en β -additiegloeicurven van beide onderzochte voorwerpen. Respectievelijk volgende stralingsdosisen werden toegediend:

Top: the natural and β -addition glow-curves of the two analysed objects. Following radiation doses were given:

a) De "terra sigillata" scherf

- (a) N
- (b) N + 0,176 Gy β
- (c) N + 0,352 Gy β
- (d) N + 0,529 Gy β
- (e) N + 0,705 Gy β

b) Het "T'ang" beeldje

- (a) N
- (b) N + 0,439 Gy β
- (c) N + 0,877 Gy β
- (d) N + 1,316 Gy β

Onder: resultaten van de plateau test uitgevoerd op beide voorwerpen. Voor de "terra sigillata" scherf werd als plateaugebied het temperatuurgebied van 307 tot 390°C gekozen en voor het "T'ang" beeldje het gebied tussen 297 en 370°C.

Bottom: the plateau experiment performed on both objects; the selected temperature interval ranges from 307 to 390°C for the "terra sigillata" sherd and from 297 to 370°C for the "T'ang" statuette.

breken van de typische rode glanslaag. Wat deze glanslaag betreft kon echter niet volkomen uitgesloten worden dat zij door de verwerking en de kustbranding volledig afgesleten was¹⁰.

Het Chinese terracotta beeld betreft een circa 30 cm hoge op de knieën gezeten vrouwenfiguur die de cimbalen bespeelt (fig. 7). Ook hier waren er twijfels omtrent de echtheid op basis van een zwak ontwikkeld craquelé en omwille van het abnormaal op de sokkel uitgevloede glazuur. De textuur van het craquelé geeft zoals besproken in Fleming¹¹ echter niet steeds volledig uitsluitsel over de authenticiteit van T'ang keramiek.

4.2 EXPERIMENTEEL ONDERZOEK EN RESULTATEN

door L. Vancraeynest

In het eerste deel werd uitgebreid de algemene methodologie besproken van TL-ouderdomsbepalingen toegepast op ceramiek. Onderstaande uiteenzetting beperkt zich bijgevolg tot een bondige bespreking van de voor beide monsters gebruikte technieken wat betreft monstervoorbereiding, bepaling van de paleodosis en bepaling van de jaarlijkse dosis. De volledige monstervoorbereiding en alle metingen en bestralingen gebeurden in een speciaal daartoe ontworpen donkere kamer onder

¹⁰ Wij danken Prof. Dr. H. Thoen, Vakgroep Archeologie en Oude Geschiedenis van Europa, Universiteit Gent.

¹¹ Fleming 1973.

gedempt rood licht om verlies van het lichtsignaal door bleking tegen te gaan.

4.2.1 *Monstervoorbereiding*

Met een 2 mm boor werd ongeveer 270 mg materiaal geboord uit beide voorwerpen. Het buitenste boorpoeder werd telkens afgezonderd, aangezien dit aan het daglicht had blootgestaan en bijgevolg onbruikbaar is voor TL-metingen. De fractie werd wel gebruikt voor de bepaling van de jaarlijkse dosis. Het diepere boorpoeder uit de binnenwand werd voorbereid volgens de fijnkorreltechniek van Zimmerman¹² waarbij door sedimentatie uit aceton gedurende bepaalde welgekozen bezinkingstijden de monsterfractie met een korrelgrootte van 4-11 μm afgezonderd werd. Uit deze polymineraalfractie werden carbonaten verwijderd door een 1% HCl-behandeling. Na verbeteren van de dispersie met behulp van een 0,01 N Na-oxalaat oplossing werd het overblijvende materiaal door sedimentatie uit aceton als een éénkorrelige laag op dunne aluminium meetschijfjes met een diameter van 10 mm afgezet.

4.2.2 *Bepaling van de TL-gevoeligheid en de paleodosis*

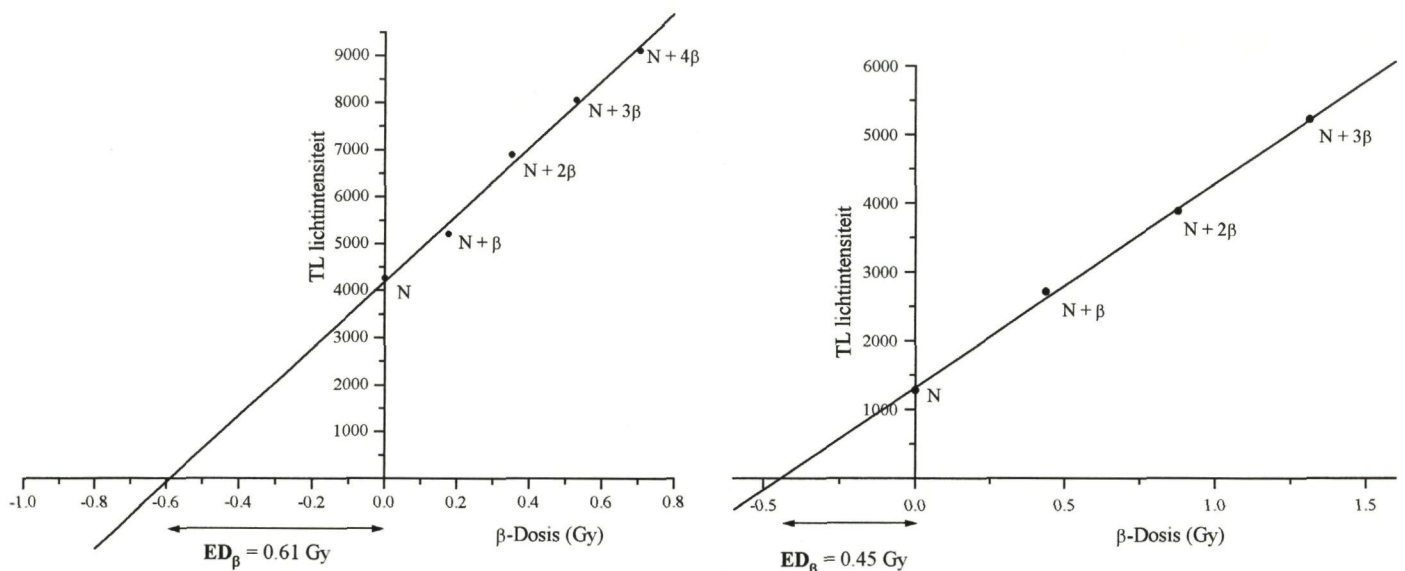
De paleodosis werd bepaald uit de verhouding van de natuurlijke tijdsgeaccumuleerde luminescentie (N) tot de TL-gevoeligheid

is de hoeveelheid licht die vrijkomt per eenheid van ontvangen stralingsdosis en is karakteristiek voor het materiaal.

De TL-metingen werden uitgevoerd met een Risø TL/OSL dating system TL-DA-12-A. Dit systeem bevat een monsterhoudercarrousel waarin 24 monsterschijfjes kunnen geplaatst worden. Na inbrengen van de schijfjes wordt de monsterkamer met een vacuümpomp tot een druk van 0,08 mbar gebracht en vervolgens met stikstofgas gevuld. De monsterschijfjes kunnen om beurt boven het verhittingsselement gepositioneerd worden, waar ze verhit worden tot 500°C aan een tempo van 10°C/s. Het vrijkomend thermoluminescent licht wordt elektronisch versterkt en geregistreerd als een gloeikurve die het verloop van het TL-signaal weergeeft met toenemende verhittingstemperatuur. Bij het onderzoek dat hier werd uitgevoerd werd gebruik gemaakt van een optische filtering met behulp van een warmte absorberende filter HA-3 en een Corning 7-59 kleurfilter. De gloeikurve die voor elk van de onderzochte voorwerpen werd geregistreerd is voorgesteld in de figuur 8.

Er werden voor beide voorwerpen drie groeikurven opgesteld: nl. een β -additie-, een β -regeneratie- en een α -additie-groeikurve. Hiervoor werden met behulp van gekalibreerde α - en β -bronnen verschillende gekende stralingsdosisen toegediend aan afzonderlijke monsterschijfjes, waarna het verkregen TL-signaal uitgezet werd als functie van de toegediende stralingsdosis. De bestralingen werden uitgevoerd met twee Elsec bestralers type 9022, respectievelijk voorzien van een 182 μCi

¹² Zimmerman 1971.



9 Grafische voorstelling van de bepaling van de β -equivalente dosis ED_{β} uit extrapolatie van de β -additie-groeicurven van beide onderzochte voorwerpen.

a) β -Additie-groeikurve van de "terra sigillata" scherf.

b) β -Additie-groeikurve van het "T'ang" beeldje.

Graph showing the determination of the β -equivalent dose ED_{β} by extrapolation of the β -addition growth-curve of the analysed objects.

a) β -addition growth-curve of the "terra sigillata" sherd.

b) β -addition growth-curve of the "T'ang" statuette.

^{241}Am α -bron en een 100 mCi ^{90}Sr β -bron. Voor het opstellen van de β -additiegroei-curve werden voor de "terra sigillata" scherf vier en voor het "T'ang" beeldje drie verschillende stralingsdosisen toegediend, aan respectievelijk één en twee meetschijfjes per dosis. Het snijpunt met de dosis van de geëxtrapoleerde β -additiegroei-curve leverde de equivalente β -dosis ED_{β} , die vereist is om het natuurlijk TL-signaal op te bouwen (fig. 9 a en b). Het temperatuursgebied waar de verhouding van het natuurlijk TL-signaal tot de β -additie TL-signalen een constante waarde aanneemt werd telkens gekozen als plateaugebied. Voor de "terra sigillata" scherf lag dit gebied tussen 307 en 390°C en voor het "T'ang" beeldje tussen 297 en 370°C (fig. 8). De β -regeneratiegroei-curve van beide voorwerpen werd opgesteld na β -bestraling met vier verschillende stralingsdosisen (één meetschijfje per dosis). Hiervoor werden meetschijfjes gebruikt waarvan voordien het natuurlijk TL-signaal uitgegloeid werd door kortstondige verhitting tot 500°C. Het opstellen van deze curve diende om de interceptcorrectie I te berekenen, voor eventuele supralineaire groei van het TL-signaal bij kleine dosissen. Voor de beide onderzochte voorwerpen was deze correctie verwaarloosbaar ($I=0$).

De paleodosis P werd berekend uit de som van ED_{β} en I.

Voor het bepalen van de voor elk monster karakteristieke a-waarde, die een maat is voor de relatieve TL-efficiëntie van α - t.o.v. β -bestraling, werd een α -additiegroei-curve opgesteld, waaruit op analoge manier als bij de β -additiegroei-curve de α -equivalente dosis ED_{α} afgeleid werd. Hiervoor werd het TL-signaal gemeten van meetschijfjes die verschillende α -stralingsdosisen toegediend kregen. Aan meetschijfjes van de "terra sigillata" scherf werden vier en aan het "T'ang" beeldje vijf verschillende dosissen toegediend (één meetschijfje per dosis). De a-waarde (gedefinieerd als ED_{β} / ED_{α}) werd in rekening gebracht bij de berekening van de effectieve jaarlijkse α -stralingsdosis D'_{α} . De belangrijkste gegevens betreffende de bepaling van de TL-gevoeligheid en de paleodosis werden samengevat in tabel 1.

4.2.3 Bepaling van de jaarlijkse stralingsdosis

De jaarlijkse stralingsdosis D kon slechts in ruwe mate bepaald worden. De interne jaarlijkse dosis afkomstig van elementen uit de Th en U-reeks aanwezig in het monster werd bepaald door middel van α -telling met een Elsec α -teller type 7286 voorzien van ZnS-scintillatieschermen. Met behulp van conversiefactoren¹³ werd uit de verkregen telkadans zowel de jaarlijkse α -stralingsdosis afkomstig van thorium en uranium $D_{\alpha, \text{Th, U}}$ berekend als de jaarlijkse β -stralingsdosis $D_{\beta, \text{Th, U}}$. De jaarlijkse α -stralingsdosis $D_{\alpha, \text{Th, U}}$ werd vermenigvuldigd met de a-waarde om te corrigeren voor de lagere TL-efficiëntie van α -straling t.o.v. β -straling.

Tabel 1

Resultaat bepaling TL-gevoeligheid en paleodosis P (Gy)

"Terra sigillata" scherf:

Temperatuursgebied plateau: 307-390°C

β -additieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 0,176 - 0,352 - 0,529 en 0,705 Gy

$ED_{\beta} = 0,61 \pm 0,06$ Gy

β -regeneratieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 0,264 - 0,5289 - 0,793 - 1,057 Gy

$I = 0,00 \pm 0,03$ Gy

Paleodosis:

$P = ED_{\beta} + I = 0,61 \pm 0,07$ Gy

α -additieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 1,131 - 2,262 - 3,393 - 4,524 Gy

$ED_{\alpha} = 2,63 \pm 0,44$ Gy

$a = ED_{\beta} / ED_{\alpha} = 0,232 \pm 0,032$

Chinees "T'ang" beeldje:

Temperatuursgebied plateau: 297-370°C

β -additieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 0,439 - 0,877 - 1,316 Gy

$ED_{\beta} = 0,45 \pm 0,05$ Gy

β -regeneratieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 0,175 - 0,351 - 0,526 - 0,702 Gy

$I = 0,00 \pm 0,07$ Gy

Paleodosis:

$P = ED_{\beta} + I = 0,45 \pm 0,09$ Gy

α -additieonderzoek:

Toegediende stralingsdosisen: 1,131 - 2,262 - 3,393 - 4,524 - 5,655 Gy

$ED_{\alpha} = 1,38 \pm 0,16$ Gy

$a = ED_{\beta} / ED_{\alpha} = 0,326 \pm 0,052$

Na deze correctie werd de effectieve jaarlijkse α -stralingsdosis D bekomen. Bij de berekeningen werden veronderstellingen ingevoerd over de natuurlijke vochtigheid en het poriënvolume van de monsters en de eventuele omringende bodem. Met behulp van formules beschreven in Aitken¹⁴ werden aldus de interne componenten van de jaarlijkse stralingsdosis berekend.

De interne stralingsdosis van kalium $D_{\beta, K}$ (enkel β -straling) kon niet experimenteel bepaald worden wegens de geringe hoeveelheid beschikbaar materiaal en werd bijgevolg geschat. Hiervoor werd van de veronderstelling uitgegaan dat beide onderzochte stukken een kaliumgehalte bevatten van 1,5% met een mogelijke afwijking van 0,5% naar boven of naar onderen toe (wat overeenkomt met een relatieve afwijking van 33%).

De externe γ -stralingsdosis D_{γ} die door beide voorwerpen werd geabsorbeerd werd eveneens geschat. Deze schatting bedraagt 1 mGy per jaar en houdt rekening met een begraving in normaal bodemmateriaal.

De som van D'_{α} , D_{β} en D_{γ} gaf uiteindelijk de totale jaarlijkse stralingsdosis D. De belangrijkste

¹³ Nambi & Aitken 1986.

¹⁴ Aitken 1985.

Tabel 2

Resultaat bepaling jaarlijkse stralingsdosis D (mGy/j)

"Terra sigillata" scherf :

 α -telling:

$$\alpha\text{-telkadans} = 14,89 \text{ tellen}/1000\text{s}$$

$$D'_{\alpha, \text{Th,U}} = 3,75 \text{ mGy/j}$$

$$D_{\beta, \text{Th,U}} = 1,08 \text{ mGy/j}$$

Veronderstellingen :

$$\text{Kaliumconcentratie} = 1,5 \text{ gew}\% \pm 33\%$$

$$\text{Stralingsdosis omgeving} = 1 \text{ mGy/j} \pm 50\%$$

$$\text{Poriënvolume monster} = 15\%$$

$$\text{Poriënvolume bodem} = 25\%$$

$$\text{Relatieve vochtigheidsgraad} = 0,8 \pm 0,2$$

$$D_{\beta, \text{K}} = 1,26 \text{ mGy/j}$$

$$D_{\gamma} = 1 \text{ mGy/j}$$

Jaarlijkse stralingsdosis:

$$D = D'_{\alpha} + D_{\beta} + D_{\gamma} = 3,75 + 1,08 + 1,26 + 1 = 7,09 \text{ mGy/j}$$

Chinees "T'ang" beeldje :

 α -telling:

$$\alpha\text{-telkadans} = 20,80 \text{ tellen}/1000\text{s}$$

$$D'_{\alpha, \text{Th,U}} = 7,36 \text{ mGy/j}$$

$$D_{\beta, \text{Th,U}} = 1,51 \text{ mGy/j}$$

Veronderstellingen :

$$\text{Kaliumconcentratie} = 1,5 \text{ gew}\% \pm 33\%$$

$$\text{Stralingsdosis omgeving} = 1 \text{ mGy/j} \pm 50\%$$

$$\text{Poriënvolume monster} = 15\%$$

$$\text{Poriënvolume bodem} = 25\%$$

$$\text{Relatieve vochtigheidsgraad} = 0,8 \pm 0,2$$

$$D_{\beta, \text{K}} = 1,26 \text{ mGy/j}$$

$$D_{\gamma} = 1 \text{ mGy/j}$$

Jaarlijkse stralingsdosis:

$$D = D'_{\alpha} + D_{\beta} + D_{\gamma} = 7,36 + 1,51 + 1,26 + 1 = 11,13 \text{ mGy/j}$$

4.3 KORTE BESPREKING

Uit de TL-data en hun analytische fout volgt dat het zgn. *terra sigillata* object waarvan de scherf een fragment is, vervaardigd werd tussen 1894 en 1922, terwijl het "T'ang" beeldje vervaardigd werd in de periode 1945-1963. De TL-data slaan terug op het vervaardigingstijdstip van beide voorwerpen op voorwaarde dat zij in een recent verleden niet aan een temperatuur van meer dan 300°C blootgesteld geweest zijn. Aangezien er geen reden bestaat om aan te nemen dat iets dergelijks zou gebeurd zijn, kunnen we dus besluiten dat het in beide gevallen om namaakvoorwerpen gaat.

De TL-data dienen echter met de nodige omzichtigheid geïnterpreteerd te worden: er werden geen tests uitgevoerd op abnormaal signaalverlies (*anomalous fading*) en het is niet uitgesloten dat de gebruikte monsternametechniek (uitboren) eveneens gepaard ging met een zeker signaalverlies. Deze factoren kunnen er voor zorgen dat de werkelijke ouderdom van beide voorwerpen enigszins onderschat is.

Bij de berekening van de jaarlijkse stralingsdosis werden tevens normale begravingcondities in acht genomen. Aangezien beide voorwerpen niet authentiek zijn, dient er echter mee rekening gehouden te worden dat zij nooit begraven geweest zijn, zodat de jaarlijkse omgevingsdosis in werkelijkheid geringer was dan de geschatte. Een overschatting van de jaarlijkse dosis vertaalt zich eveneens in een te lage ouderdom. Het effect is echter beperkt. In het geval van het Chinese beeldje zouden de berekeningen een TL-datum van 1950 \pm 10 jaar opgeleverd hebben, d.w.z. een verschil van een viertal jaren met de hierboven gerapporteerde datum, indien verondersteld werd dat het niet begraven geweest is.

De hogervermelde factoren wijzigen dus niets aan het besluit dat het hier in beide gevallen namaak betreft.

5 Bijdrage van de archeoloog

Indien een archeoloog bij het onderzoek van een gegeven site een TL-datering overweegt, doet hij dit best ook tijdens de planning van zijn werkzaamheden of ten laatste tijdens de opgravingswerken zelf. Het "achteraf" invoeren van de techniek lijkt niet zelden tot vrij ontgoochelende resultaten of is zelfs niet meer mogelijk. Een contactname met het TL-laboratorium is dus bijgevolg reeds van meet af aan gewenst. Een archeologisch onderzoeker die de mogelijkheden en beperkingen van de dateringsmethode kent, is echter in staat zelf een juiste monsterelectie uit te voeren zodat de TL-analyticus niet noodzakelijk bij de opgraving actief moeten betrokken worden, iets wat trouwens dikwijls ook niet mogelijk is. Om de kans tot welslagen te optimaliseren dienen, zoals reeds vermeld, meerdere scherven (b.v. een tiental) te worden verza-

gegevens betreffende de jaarlijkse dosisbepaling werden samengevat in tabel 2.

4.2.4 Berekening van de TL-ouderdom

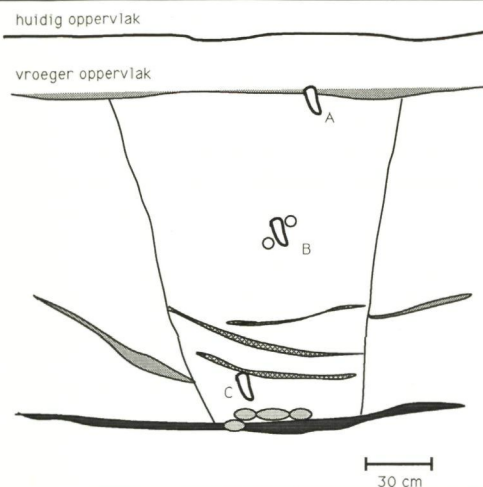
De TL-ouderdom van beide voorwerpen werd berekend uit de verhouding van de paleodosis tot de jaarlijkse stralingsdosis, vermeld in de tabellen 1 en 2.

Voor de Romeinse "*terra sigillata*" scherf bedraagt de TL-ouderdom 86 jaar \pm 17% en de hiermee overeenstemmende TL-datum 1908 AD \pm 15 jaar.

$$\text{Ouderdom (jaar)} = \frac{\text{Paleodosis (Gy)}}{\text{Jaarl. dosis (Gy/j)}} = \frac{610 \text{ mGy}}{7,09 \text{ mGy/j}} = 86 \text{ jaar} \pm 17\%$$

De TL-ouderdom van het Chinese "T'ang" beeldje bedraagt 40 jaar \pm 23% en de hiermee overeenstemmende TL-datum 1954 A.D. \pm 9 jaar.

$$\text{Ouderdom (jaar)} = \frac{\text{Paleodosis (Gy)}}{\text{Jaarl. dosis (Gy/j)}} = \frac{450 \text{ mGy}}{11,13 \text{ mGy/j}} = 40 \text{ jaar} \pm 23\%$$



10 Met betrekking tot een juiste evaluatie van de jaarlijkse omgevingsdosis kan voor de drie scherven in deze schematische profielwand het volgende gesteld worden: scherf A heeft een onzekere bedekkingsgeschiedenis en bijgevolg is een juiste evaluatie van de jaarlijkse dosis niet mogelijk; deze scherf komt dus niet voor datering in aanmerking; scherf B is omgeven door homogeen bodemmateriaal en de dosimetrie kan gebeuren door metingen op bodemstalen (cirkels op de figuur) genomen in de nabijheid van de scherf; scherf C vereist *in situ* γ -spectrometrie omwille van de heterogeniteit van de omgeving (gelaagdheid, gesteentestukken).

With respect to an evaluation of the annual environmental g-dose of the three sherds in this schematic profile the following can be said:

sherd A has a doubtful burial history and hence an accurate evaluation of the annual g-dose rate is not possible;

sherd B is surrounded by homogeneous soil and the dose can be evaluated from soil samples (circles) taken in the vicinity of the sherd;

sherd C requires *in situ* γ -spectrometry due to the heterogeneity of its surroundings (layered deposits, cobbles of rock).

meld, bij voorkeur van een verschillend petrografisch type. Hierbij beperkt men zich tot materiaal dat op een diepte van 0,5 m of meer onder het topografisch oppervlak begraven ligt. Geschikte ceramiekfragmenten hebben een dikte van minimum 0,5 cm. Gebruiks aardewerk komt dus eerder in aanmerking dan het doorgaans fijnere sieraardewerk. Bevatten de scherven een grofkorrelige magering dan kan met de handloupe worden vastgesteld of deze kwarts bevat zodat eventueel een kwartsinclusietechniek kan overwogen worden. Scherven met een zeer grove en heterogene magering komen niet in aanmerking omdat een representatieve TL-analyse hierop moeilijk is. Of het materiaal reducerend of oxyderend gebakken is, heeft weinig belang. Zeer hard gebakken, bijna glazig ceramiek is soms minder geschikt omdat het materiaal zijn oorspronkelijke kristalliniteit heeft verloren en het TL-sigitaal hierdoor zeer laag kan zijn.

Enmaal uit de bodem verwijderd, dienen de scherven (zonder te wassen) onmiddellijk in een gesloten (zwarte) plastic zak overgebracht te worden, die wordt afgesloten en op zijn beurt in een tweede plastic zak wordt overgebracht om vochtverlies tegen te gaan¹⁵. Het identificatienummer wordt aangebracht op beide verpakkingen.

Met betrekking tot een accurate bepaling van de jaarlijkse γ -dosis dient er op gelet te worden dat de fragmenten afkomstig zijn uit een relatief homogene zone in de bodem (geen belangrijke heterogeniteit binnen een straal van 30 à 50 cm; fig. 10). Het is hierbij nuttig de positie van de monsternamplaats t.o.v. van het grondwaterpeil te kennen. Van deze bodem dient eveneens een representatief monster genomen te worden. Hier toe kunnen enkele stalen ringen met een diameter van 5 of 8 cm in de wand geslagen worden zoals gebruikelijk in het bodemkundig onderzoek. De gevulde ringen worden aan beide zijden gedicht met een plastic deksel en overgebracht in een gesloten koffer. Dergelijke ongestoorde monsters bie-

den het voordeel dat zij een goede geometrie bezitten voor metingen met de γ -spectrometer en bovendien laten zij een bepaling van de bodemporositeit toe. De beste methode voor γ -dosimetrie blijft echter de *in situ* γ -spectrometrie. Zij vereist de nodige kennis van de apparatuur maar biedt het grote voordeel dat ook bepalingen in heterogene profielwanden mogelijk zijn.

Als de scherven ter datering aangeboden worden is het aan te bevelen een schets of foto van de opgravings situatie toe te voegen en informatie te verstrekken over eventuele andere tijdsindicatoren waarover men beschikt. De precieze stratigrafische situering van het schervenmateriaal en de correcte evaluatie van hun archeologische context berusten bij de archeoloog en hiermee kan de waarde van een TL-datering staan of vallen. De TL-specialist kan enkel zorgen voor zo accuraat en nauwkeurig mogelijke analyses. Dikwijls is de specialist niet erg geneigd om veel informatie te verschaffen over de technieken die worden aangewend, omdat hij denkt toch niet begrepen te zullen worden en anderzijds heeft de archeoloog de neiging een dateringsmethode als een "zwarte doos" techniek te beschouwen, waarin blindelings monsters gestopt worden en waaruit hun ouderdommen te voorschijn komen. Dit is echter niet de beste instelling om tot interdisciplinaire samenwerking te komen. Een open discussie en vrije uitwisseling van informatie gevoed door een kritische zin t.o.v. het eigen werk biedt de meeste kans om tot een goed wetenschappelijk resultaat te komen.

6 Besluit

Uit wat voorafgaat blijkt dat een datering met de thermoluminescentiemethode een vrij intensieve onderzoeksinspanning inhoudt, die betrekking heeft op verschillende ceramische vondsten van een archeologisch site. De methode is niet geschikt om een nauwkeurige ouderdomsbepaling te verrichten

¹⁵ Wagner, Aitken & Mejdahl 1983.

op een zgn. geïsoleerde vondst (b.v. een stuk uit een museumverzameling). Ook al staat een fragment van behoorlijke afmetingen ter beschikking zodat een voldoende hoeveelheid materiaal kan gebruikt worden voor de analyse, dan nog zal men, doordat geen γ -dosimetrie mogelijk is van de bodem waaruit het werd opgegraven, zich moeten tevreden stellen met een precisie van 20% of minder op het resultaat. Radonemanatie of abnormaal signaalverlies zijn bovendien steeds mogelijk zodat desgevallend enkel nog kan bepaald worden dat de TL-ouderdom hoger moet zijn dan een zekere minimumwaarde.

SUMMARY

During 1992-1993 a laboratory for dating ceramic and sediment samples with the thermoluminescence method has been installed at the university of Ghent. The installation of the equipment and the implementation of the technique is a common effort of the Department of Geology and the Department of Analytical Chemistry of the university. In the present paper our equipment is presented, the TL-dating method is outlined and the possibilities and limitations of the method are briefly discussed based on the existing literature and on our first experiences. Information is given to assist archaeologists in deciding if TL dating can be used as a useful chronometer for a given site and some guide lines are formulated for collecting adequate samples of both ceramics and soil.

Two authenticity tests that have been performed in our laboratory are also presented. The first test concerns a "terra sigillata" pot sherd that was found on the beach of Raversijde in the late forties and the second a Chinese statuette with "T'ang" dynasty style characteristics of a kneeling lady playing the cymbals. The analysis was done using the fine-grain technique. It included a determination of the β -addition and regeneration growth-curves, a determination of the α -addition growth-curves and an α -counting experiment. The TL-dates that were obtained are 1908 AD \pm 15 years for the sherd and 1954 AD \pm 9 years for the statuette, indicating that both objects are modern forgeries.

DANKWOORD

De auteurs danken het Nationaal Fonds voor Wetenschappelijk Onderzoek voor de financiering van dit onderzoek. Mw. Ruth Claeys wordt bedankt voor de technische assistentie bij het experimenteel onderzoek.

Het is een feit dat natuurwetenschappelijke technieken meer en meer aangewend worden in de archeologische wetenschap. Deze technieken laten toe nieuwe en specifieke informatie te winnen. De relevantie van deze informatie wordt echter vrij sterk bepaald door de goede samenwerking tussen de laboratoriumspecialist en de archeoloog. Dit is zeker het geval voor de thermoluminescentiedateringstechniek. Tegenwoordig stelt men echter een groeiende interesse vast van de jonge archeologen voor natuurwetenschappelijke technieken, samen met de wens om dichter bij de analyses betrokken te worden en zelf met de apparatuur aan de slag te gaan. Dit lijkt ons een positieve evolutie.

BIBLIOGRAFIE

- AITKEN M.J. 1985: *Thermoluminescence Dating*, Academic Press, London.
- CHEN R. & BOWMAN S.G.E. 1978: Supralinear growth of TL due to competition during irradiation, *PACT* 2, 216-230.
- FLEMING S.J. 1973: Thermoluminescence and glaze studies of a group of T'ang dynasty ceramics, *Archaeometry* 15, 31-52.
- FLEMING S. 1979: *Thermoluminescence Techniques in Archaeology*, Clarendon Press, Oxford.
- NAMBI K.S.V. & AITKEN M.J. 1986: Annual dose conversion factors for TL and ESR dating, *Archaeometry* 28, 2, 202-205.
- PRESCOTT & STEPHAN 1982: Contribution of cosmic radiation to environmental dose, *PACT* 6, 17-25.
- VALLADAS H. 1992: Thermoluminescence dating of flint, *Quaternary Science reviews* 11, 1-5.
- WAGNER G. A. 1995: *Altersbestimmung von jungen Gesteinen und Artefakten*, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart.
- WAGNER G.A., AITKEN M.J. & MEJDAHL V. 1983: *Thermoluminescence dating*, ESF Handbooks for Archaeologists.
- ZIMMERMAN D.W. 1971: TL-dating using fine grains from pottery, *Archaeometry* 13, 29-52.
- ZIMMERMAN D.W. 1972: Relative thermoluminescence effects of alpha and beta radiation, *Radiation Effects* 14, 81-92.