



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN

Vienna University of Technology

## **Masterarbeit**

# **Lumineszenzdatierung der nachgotischen Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau**

ausgeführt am

**Atominstitut**

**der Technischen Universität Wien**

Beurteiler: Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Vana

Betreuer: Univ.Ass. Dipl.-Ing. Dr.techn. Michael Hajek

Univ.Ass. Dipl.-Ing. Robert Bergmann

verfasst von

**Thomas Kruder, B.Sc.**

Hauptstraße 61, 2264 Jedenspeigen

## Kurzfassung

---

Die Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau ist eines der bedeutendsten nachgotischen Bauwerke Österreichs und befindet sich in Oberösterreich nahe an der Grenze zu Niederösterreich. Da über die Baugeschichte kaum Nachweise vorhanden sind, wurde in Kooperation mit dem Institut für Kunstgeschichte, Bauforschung und Denkmalpflege der Fakultät für Architektur und Raumplanung der Technischen Universität Wien versucht, die Entstehung der einzelnen Teile der Kirche mit naturwissenschaftlichen Verfahren zu rekonstruieren.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Bestimmung des Alters von gebrannten Ziegeln mit Hilfe der Thermolumineszenzmethode. Bestimmte Minerale können die Energie der natürlich auftretenden ionisierenden Strahlung ( $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - und kosmische Strahlung) absorbieren und in metastabilen Zentren speichern. Diese Energie kann bei thermischer Stimulation in Form von Licht wieder abgegeben werden. Durch Bestrahlung mit einer bekannten Dosis können das Ansprechvermögen und somit auch die akkumulierte Strahlendosis seit dem letzten Brennvorgang der Probe bestimmt werden. Bei bekannter jährlicher Strahlendosis, welcher die Probe ausgesetzt war, kann schlussendlich das Alter des Ziegels bestimmt werden.

Diese Arbeit liefert aufgrund ihrer Ergebnisse einen wichtigen Beitrag zur Rekonstruktion der einzelnen Bauphasen der Pfarrkirche von Waldhausen.

## Abstract

---

The parish church of Waldhausen im Strudengau is one of the most significant post-Gothic buildings in Austria and is located in Upper Austria close to the Lower Austrian border. Because there is little evidence of the construction chronology, the history and age of the different parts of the church have been investigated by means of scientific techniques in cooperation with the Institute of History of Art, Building Archaeology and Restoration of the Faculty of Architecture and Planning at the Vienna University of Technology.

The present master thesis deals with the age determination of burnt bricks using the thermoluminescence method. Some minerals can absorb the energy of naturally emitted ionizing radiation ( $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - and cosmic radiation) and store it in metastable centers. This energy can be emitted as light when the sample is thermally stimulated. To determine the sample's response to radiation, it is exposed to radiation of a known dose. Thus, the radiation dose accumulated since firing can be determined. To calculate the age of the brick, the annual dose that the sample has been exposed to has to be known.

This thesis provides an important contribution to the reconstruction of the individual construction phases of the Waldhausen's parish church.

## Danksagung

---

Ohne die großzügigen Hilfestellungen vieler Personen wäre diese Arbeit in dieser Form nicht möglich gewesen. Zuerst möchte ich Herrn Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Vana für die Beurteilung dieser Arbeit danken.

Des Weiteren gilt mein besonderer Dank Herrn Univ.Ass. Dipl.-Ing. Dr.techn. Michael Hajek für die interessante Aufgabenstellung, die Betreuung meiner Masterarbeit und die Durchsicht.

Auch möchte ich Herrn Univ.Ass. Dipl.-Ing. Robert Bergmann für die detaillierte Einführung in die Thermolumineszenzdatierung, die laufende Betreuung, die hilfreichen Diskussionen über Ergebnisse sowie das Korrekturlesen danken.

Herrn ADir. Ing. Manfred Fugger möchte ich für die Wartung und Behebung von technischen Problemen der Anlage zur Thermolumineszenzmessung und für zusätzliche Erklärungen zur Datierungssoftware danken.

Herrn Univ.Ass. Dipl.-Ing. Dr.techn. Johannes Sterba gilt mein Dank für die Durchführung und Erläuterung der Neutronenaktivierungsanalyse zur Bestimmung des Kaliumgehaltes der von mir untersuchten Proben. Ohne seiner Hilfe wäre die statistische Unsicherheit meiner Datierungen signifikant höher.

Mein Dank gilt auch Frau Michaela Foster, B.Sc., die mich immer mit Nachschub an Aceton, destilliertem Wasser und Quarzsand zur Reinigung der Reibschale versorgt hat und mir außerdem eine Einführung in die Bedienung der Waage gegeben hat.

Herrn Thomas Schmid und Herrn Univ.Ass. Arch. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gerold Eßer vom Institut für Kunstgeschichte, Bauforschung und Denkmalpflege der TU Wien möchte ich für die reibungslos funktionierende Kooperation zur Datierung der Pfarrkirche von Waldhausen danken. Hier muss auch ein Dankeschön dem zuständigen Pfarrer Karl Michael Wögerer zugekommen lassen werden, der meinen Kollegen und mir immer Zutritt zur Kirche gewährt und außerdem für das leibliche Wohl während des Aufenthaltes in Waldhausen gesorgt hat.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meinen Eltern Renate und Franz für ihre Unterstützung während meiner gesamten Schul- und Studienzeit bedanken. Ohne ihre moralische und finanzielle Hilfe hätte ich mein Studium nicht beenden oder gar anfangen können. Besten Dank dafür!

## Inhaltsverzeichnis

---

1	Einleitung .....	1
2	Theoretische Grundlagen .....	3
2.1	Was ist Lumineszenz? .....	3
2.2	Voraussetzungen und Prinzip der (Thermo-) Lumineszenzdatierung .....	4
2.3	Thermolumineszenz-Datierung .....	6
2.3.1	Bändermodell zur Erläuterung der Thermolumineszenz .....	6
2.3.2	Entstehung der Glowkurve .....	9
2.3.3	Spezielle Effekte .....	11
2.3.4	Plateautest .....	13
2.3.5	Bestimmung der archäologischen Dosis .....	13
2.3.6	Bestimmung der jährlichen Dosis .....	17
2.3.7	Datierungstechniken .....	18
2.4	Formeln zur Altersberechnung .....	18
2.4.1	$\alpha$ -Dosisleistung $D_{\alpha}$ .....	20
2.4.2	$\beta$ -Dosisleistung $D_{\beta}$ .....	20
2.4.3	$\gamma$ -Dosisleistung $D_{\gamma}$ .....	21
2.4.4	Kosmische Dosisleistung $D_k$ .....	21
2.5	Fehlerberechnung .....	24
2.5.1	Statistischer Fehler $\sigma_{\text{Sta}}$ .....	24
2.5.2	Systematische Fehler $\sigma_{\text{Sys}}$ .....	25
3	Versuchsdurchführung .....	27
3.1	Aufbereitung der Proben .....	27
3.1.1	Bohren und Mahlen .....	27

3.1.2	Fraktionieren.....	28
3.1.3	Sedimentieren.....	30
3.2	Messung der Thermolumineszenz.....	31
3.2.1	Messgerät.....	32
3.2.2	Messung.....	33
3.3	Bestimmung zusätzlicher Parameter.....	39
3.3.1	Form und Abmessungen der Probe.....	39
3.3.2	Feuchtigkeitswerte.....	39
3.3.3	Kaliumgehalt – Neutronenaktivierungsanalyse.....	39
3.3.4	Thorium/Uran-Verhältnis – $\alpha$ -Zähler.....	43
3.3.5	Bestimmung der $\gamma$ -Dosisleistung.....	45
4	Messungen.....	48
4.1	Probe 8b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	49
4.1.1	Thermolumineszenzmessung.....	50
4.1.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	53
4.2	Probe 11a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	54
4.2.1	Thermolumineszenzmessung.....	54
4.2.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	58
4.3	Probe 10a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	59
4.3.1	Thermolumineszenzmessung.....	59
4.3.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	62
4.4	Probe 12a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	63
4.4.1	Thermolumineszenzmessung.....	63
4.4.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	67
4.5	Probe 13a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	68
4.5.1	Thermolumineszenzmessung.....	68
4.5.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	71
4.6	Probe 3a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	72
4.6.1	Thermolumineszenzmessung.....	72
4.6.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	75
4.7	Probe 2c der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	76
4.7.1	Thermolumineszenzmessung.....	76
4.7.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung.....	80
4.8	Probe 2a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	81
4.8.1	Thermolumineszenzmessung.....	81

4.8.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung .....	84
4.9	Probe 8c der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	85
4.9.1	Thermolumineszenzmessung.....	85
4.9.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung .....	89
4.10	Probe 6a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	90
4.10.1	Thermolumineszenzmessung.....	90
4.10.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung .....	93
4.11	Probe 12b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	94
4.11.1	Thermolumineszenzmessung.....	94
4.11.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung .....	98
4.12	Probe 13b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	99
4.12.1	Thermolumineszenzmessung.....	99
4.12.2	Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung .....	102
4.13	Proben 1b, 2b, 6b, 7a .....	103
4.13.1	Probe 1b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	103
4.13.2	Probe 2b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	105
4.13.3	Probe 6b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau .....	107
4.13.4	Probe 7a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau.....	109
5	Zusammenfassung der Altersdatierungen .....	112
6	Vergleich der Proben mit einer Lehmprobe aus der Umgebung von Waldhausen.....	113
6.1	Vergleich des Kaliumgehalts .....	114
6.2	Vergleich der $\alpha$ -Aktivität .....	116
7	Schlussfolgerung/ Ergebnisse .....	119
	Abbildungsverzeichnis.....	122
	Tabellenverzeichnis .....	126
	Quellenangaben .....	127

# 1 Einleitung

---

Lumineszenz ist die Aussendung von Licht aus einem Material, die nicht alleine auf hohe Temperaturen zurückzuführen ist. Aus diesem Grund wird Lumineszenz auch als „kaltes Leuchten“ bezeichnet.

Lumineszenz wurde bereits zu Zeiten der alten Griechen um 350 v.Chr. von Aristoteles beschrieben. Wissenschaftlich wurde dieses Phänomen erstmals 1663 von Robert Boyle festgehalten. Er konnte bei einem Diamanten, der auf Körpertemperatur erwärmt wurde, in Dunkelheit ein Leuchten erkennen, siehe [24]. 1895 setzten Wiedemann und Schmidt elektrisch isolierende Festkörper ionisierender Strahlung aus und erkannten dabei, dass bei Erwärmung des Festkörpers zusätzlich zur Planck'schen Strahlung Licht emittiert wurde. Der Begriff der Thermolumineszenz war entstanden, [26].

Aufgrund der meist geringen Lichtausbeute bei der Lumineszenz konnten quantitative Aussagen über das Lumineszenzsignal erst mit der Erfindung des Photomultipliers in den 1940er-Jahren gemacht werden.

Nach ersten Vorschlägen zur Altersdatierung von Festkörpern mit Hilfe der Thermolumineszenz, wurde die erste tatsächliche Datierung 1960 von Grögler, Houtermans und Stauffer an Keramiken durchgeführt, siehe [25]. Als Entwickler der Datierung mittels Thermolumineszenz und Autor etlicher Standardwerke zur Archäometrie kann Aitken erwähnt werden, siehe [1] und [22].

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Altersbestimmung von gebrannten Ziegeln der Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau, siehe Abbildung 1.1. Die Ursprünge der Kirche gehen auf das 12. Jahrhundert zurück. Die Kirche ist im Laufe der Jahre jedoch von etlichen Abbrucharbeiten, Zu- und Umbauten geprägt worden. Da nur ein kleiner Teil der sichtbaren baulichen Elemente mit historischen Dokumenten belegt ist, wurde versucht, die gesamte Baugeschichte zu rekonstruieren. Unter anderem wurden hierfür das Alter der Ziegel mit Hilfe der Thermolumineszenzdatierung bestimmt. Mehr Informationen zu den anderen

Verfahren der Altersbestimmung, wie z.B. der Dendrochronologie, finden sich in [21].

Die untersuchten Ziegel stammen aus dem Turm, dem Dachstuhl des Langhauses (Gewölbeziegel) und dem Dachstuhl der Sakristei (Gewölbeziegel).



Abbildung 1.1: Seitenansicht der Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau

## 2 Theoretische Grundlagen

---

### 2.1 Was ist Lumineszenz?

Lumineszenz beschreibt allgemein die Emission von Strahlung aus Materie (z.B. Minerale, Gase usw.) beim Übergang aus einem angeregten Zustand in einen energetisch niedrigeren Zustand eines Atoms. Die verschiedenen Arten der Lumineszenz können nach der Art der Anregung unterschieden werden, wie z.B.:

- Elektrolumineszenz: elektrische Energie als Anregung, für Leuchtdioden oder Leuchtstofflampen
- Kathodolumineszenz: Anregung durch Beschuss mit Elektronen für Braun'sche Röhre
- Photolumineszenz: Photonen dienen als Anregung
- Chemilumineszenz: chemische Reaktion als Anregung
- Thermolumineszenz: Anregung aufgrund von Wärmezufuhr, z.B. für die Datierung von Keramiken
- und noch etliche mehr.

Die Arten der Lumineszenz werden phänomenologisch häufig nach der Zeitdifferenz zwischen Anregung und Relaxation unterschieden, siehe [18]:

- Fluoreszenz: Dauer der atomaren Energiespeicherung  $<10^{-8}$  s
- Phosphoreszenz: Dauer der atomaren Energiespeicherung  $>10^{-8}$  s

Wird ein Elektron nun vom Grundzustand  $g$ , siehe Abbildung 2.1 (a), in den angeregten Zustand  $e$  gehoben, ist die Zeitdauer bis zur Lichtemission, also bis zur erneuten Rückkehr in den Grundzustand, oft weniger als  $10^{-8}$  s und es wird von Fluoreszenz gesprochen.

Erfolgt die Lichtemission jedoch aufgrund eines Übergangs in den metastabilen Zustand  $m$ , siehe Abbildung 2.1 (b), verspätet, ist von Phosphoreszenz die Rede. Diese zusätzlichen Zustände können aufgrund von Kristalldefekten entstehen. Wenn der Übergang aus diesen Zuständen in den Grundzustand verboten ist, muss Energie zugeführt werden, welche die Elektronen in den Zustand  $e$  anheben. Von dort können die Elektronen unter Emission von Licht wieder in den Grundzustand  $g$  fallen. Erfolgt die Energiezufuhr thermisch, spricht man von Thermolumineszenz. Wie bereits erwähnt, gibt es noch viele andere Möglichkeiten, die Elektronen anzuregen.

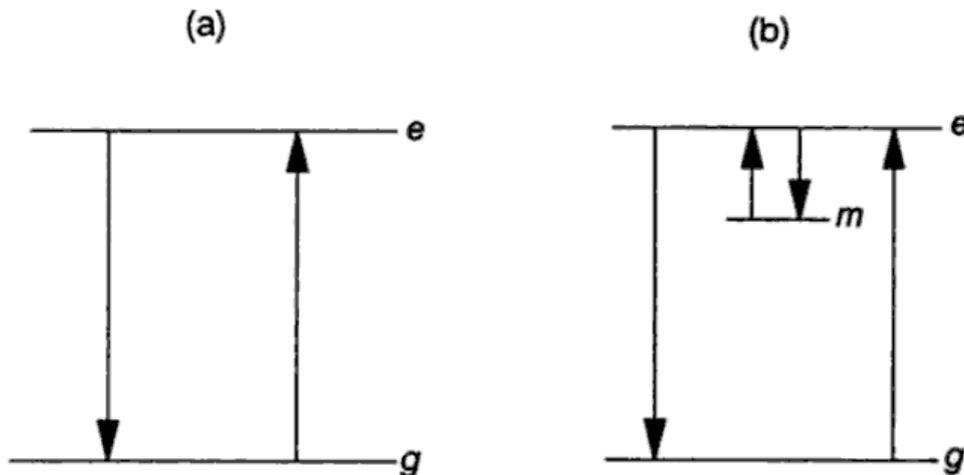


Abbildung 2.1: Die linke Abbildung (a) zeigt den Verlauf bei der Fluoreszenz eines Elektrons vom Grundzustand  $g$  zum angeregten Zustand  $e$  und wieder zurück. Bei der Phosphoreszenz (b) ist außerdem ein, hier beispielhaft gezeigt, metastabiler Zustand  $m$  beteiligt, [18].

Die Eigenschaft der Speicherung von Elektronen in metastabilen Zuständen macht man sich bei der Datierung von Keramiken und gebranntem Ton zunutze, siehe Kapitel 2.2. Im Laufe der Jahre werden immer mehr dieser Zustände besetzt und erzeugen bei Erwärmung das Lumineszenzsignal. Objekte mit einem Alter von 10 bis ca. 270 000 Jahren können auf diese Weise datiert werden. Unterhalb der Grenze von 10 Jahren kann aufgrund des zu geringen Thermolumineszenzsignals keine vernünftige Aussage über das Alter getroffen werden. Außerdem ist für derart junge Proben eine spezielle Methode (Predose-Technik) notwendig. Die Altersgrenze von 270 000 Jahren ist nur bei bestimmten Proben datierbar. Hier sind beinahe schon alle metastabilen Zustände belegt und es kann kein zusätzliches Signal mehr gespeichert werden, man spricht von Sättigung. Das Sättigungsalter ist bei jedem Material verschieden.

## 2.2 Voraussetzungen und Prinzip der (Thermo-) Lumineszenzdatierung

Für die Datierung von Proben müssen einige Voraussetzungen erfüllt werden. So müssen die Substanzen, hauptsächlich Quarz und Feldspat, fähig sein, Energie zu absorbieren und auch zu speichern. Dies wird über metastabile Zustände bzw.

Lumineszenz-Zentren erreicht. Des Weiteren muss die so gespeicherte Energie wieder abgegeben werden können, z.B. bei Zufuhr von Wärme. Notwendigerweise ist auch ein funktionaler Zusammenhang zwischen dem Lumineszenzsignal und der Dosis von grundlegender Bedeutung, um eine Beziehung zum Alter zu erhalten, siehe [4].

Für die Datierung selbst ist ferner ein Ereignis erforderlich, welches die Lumineszenz-Zentren der Probe löscht (Abbildung 2.2 „1“). Die „Uhr wird auf Null“ gestellt. Dies kann das Brennen einer Keramikprobe oder eines Ziegels sein. Im Laufe der Zeit nimmt die Probe Energie durch ionisierende Strahlung auf und speichert sie in den Lumineszenz-Zentren (Abbildung 2.2 „2“). Die ionisierende Strahlung stammt sowohl von Radionukliden in der Probe, als auch von der Umgebung. Bei der Thermolumineszenz-Messung wird die gespeicherte Energie seit dem Brennvorgang in Form von Licht gemessen, dies ist die natürliche Lumineszenz (Abbildung 2.2 „3“). Durch Bestrahlung mit bekannter Dosis und erneute Messung (Abbildung 2.2 „4“ und „5“) kann die Empfindlichkeit der Probe gegenüber ionisierende Strahlung bestimmt werden, siehe [12].

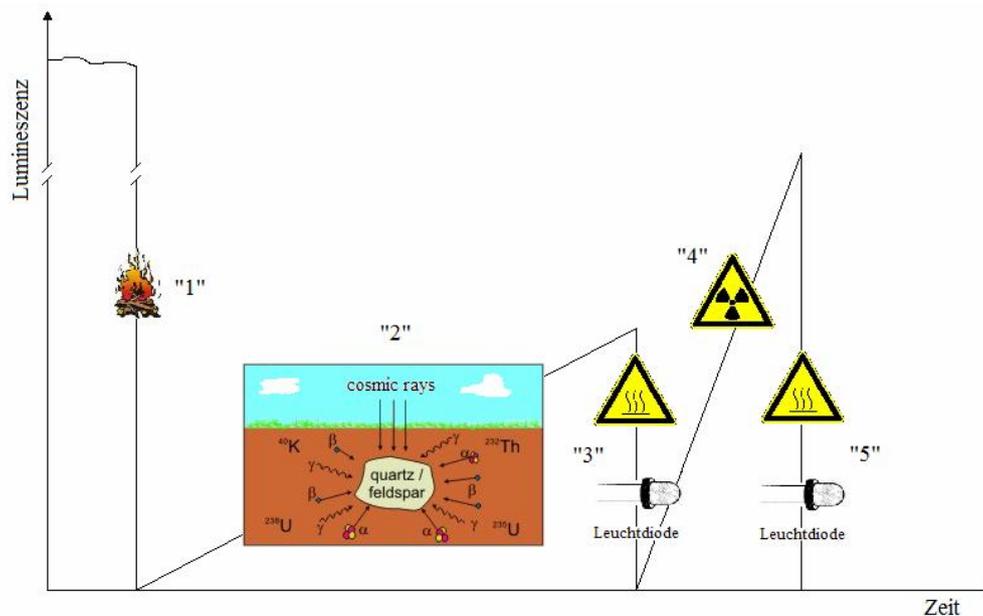


Abbildung 2.2: Prinzip der Lumineszenzdatierung, nach [2]

Durch Vergleich der natürlichen Lumineszenz mit der durch Bestrahlung im Labor hervorgerufenen lässt sich nun die archäologische Dosis (gesamte gespeicherte „natürliche“ Dosis) bestimmen.

Um das Alter der Probe zu bestimmen, wird noch die jährliche Dosis, der die Probe ausgesetzt war, benötigt. Sie wird über den Radioaktivitätsgehalt der Keramik und der Umgebung gemessen. Die Berechnung des Alters erfolgt gemäß:

$$\text{Alter [a]} = \frac{\text{Archäologische Dosis [Gy]}}{\text{jährliche Dosis [Gy/a]}} \quad (2.1)$$

## 2.3 Thermolumineszenz–Datierung

### 2.3.1 Bändermodell zur Erläuterung der Thermolumineszenz

Als geeignet zur Beschreibung der Thermolumineszenz gilt das Bändermodell, welches auf quantenmechanischen Energiezuständen beruht. Es wird ein periodisches Kristallgitter angenommen, bei dem mehrere Energiezustände so dicht beieinander liegen, dass sie als Kontinuum oder Energieband angesehen werden können. Für die Erklärung der Thermolumineszenz sind nur das energetisch höchste voll besetzte Band (Valenzband) und das energetisch niedrigste Band, in dem noch unbesetzte Zustände vorkommen (Leitungsband), interessant.

Bei einem idealen Kristall, z.B. Quarz- oder Feldspatkristall, sind der Grundzustand (Valenzband) und der erste Anregungszustand (Leitungsband) für die Beschreibung der Lumineszenz interessant. Da zwischen diesen Bändern keine weiteren Zustände möglich sind, führt dies zu einer Energielücke („verbotene Zone“) von einigen Elektronenvolt, siehe Abbildung 2.3. In diesem Fall spricht man von einem Isolator, weil Elektronen kaum vom Valenzband ins Leitungsband gelangen können.

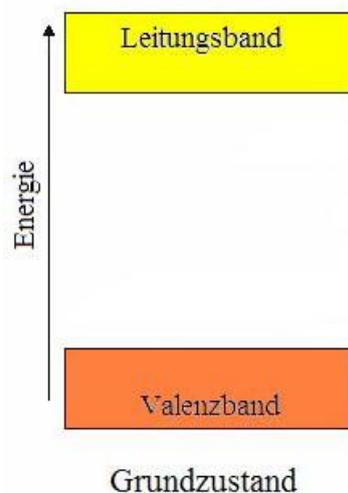


Abbildung 2.3: Bändermodell eines idealen Kristalls

Ein realer Kristall, für die Datierung mittels Thermolumineszenz bedeutsam, beinhaltet aufgrund von Verunreinigungen, mechanischen Einflüssen oder Korngrenzen usw. Gitterbaufehler. Zu den wichtigsten zählen:

- Punktförmige Gitterbaufehler: Leerstellen, Fremdatome auf regulären Gitter- und Zwischengitterplätzen und Zwischengitteratome
- Linienförmige Gitterbaufehler: Versetzungen aufgrund mechanischer Einflüsse
- Flächenförmige Gitterbaufehler: Grenzen mit gleicher Kristallstruktur aber verschiedener Orientierung, z.B. Korngrenzen

Aufgrund dieser und anderer Einflüsse auf den idealen Kristall entstehen zusätzliche Zwischenzustände in der „verbotenen Zone“, Abbildung 2.4. Diese werden Fallen (knapp unterhalb des Leitungsbandes) und Rekombinationszentren (knapp oberhalb des Valenzbandes) genannt.

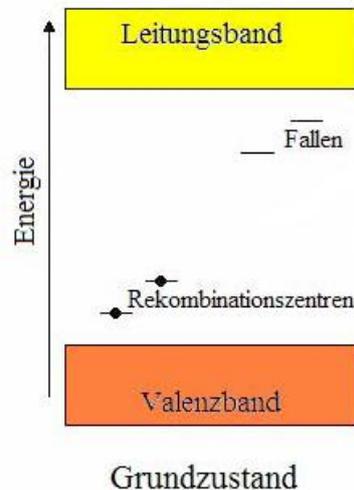


Abbildung 2.4: Bändermodell eines realen Kristalls mit Zwischenzuständen

Diese weiteren Zustände bewirken veränderte Eigenschaften des Materials. So können Elektronen durch Energiezufuhr in die Elektronenfallen gelangen. Die Aufenthalts- oder Lebensdauer in diesen Fallen hängt stark von der Temperatur, der Tiefe der Fallen (Energiedifferenz zwischen Leitungsband und Zwischenzustand) und dem Frequenzfaktor (Entkommwahrscheinlichkeit der Elektronen aus den Fallen) ab, siehe Gleichung (2.2), aus [1].

$$\tau = \alpha_0^{-1} \cdot e^{\frac{E}{k_B \cdot T}} \quad (2.2)$$

$\tau$ ...mittlere Lebensdauer [s]

$\alpha_0$  ...Frequenzfaktor [ $s^{-1}$ ]

$E$ ...Tiefe der Elektronenfalle [eV]

$T$ ...Temperatur [K]

$k_B$ ...Boltzmannkonstante  $k_B = 1,38065 \cdot 10^{-23}$  [J/K] aus [11]

Um die Lebensdauer abschätzen zu können, sind in Tabelle 2.1 einige Werte bei verschiedenen Temperaturen und Elektronenfallentiefen mit einem Frequenzfaktor von  $\alpha_0 = 10^{14} s^{-1}$  abgebildet:

Tiefe der Elektronenfalle E	Lebensdauer $\tau$ bei 20°C	Lebensdauer $\tau$ bei 100°C	Lebensdauer $\tau$ bei 500°C
1,00 eV	~ 39 min	~ 0,37 s	~ $30 \cdot 10^{-9}$ s
1,25 eV	~ 600 d	~ 16 min	~ $1,3 \cdot 10^{-6}$ s
1,50 eV	~ 36200 a	~ 26 d	~ $53 \cdot 10^{-6}$ s
1,75 eV	~ $798 \cdot 10^6$ a	~ 178 a	~ $2,2 \cdot 10^{-3}$ s

Tabelle 2.1: Abschätzung der mittleren Lebensdauer bei Quarz, siehe [2]

Aus dieser Tabelle ist die Speicherung der Elektronen bei hinreichend großer Tiefe der Elektronenfalle und bei Raumtemperatur ersichtlich. Bei höheren Temperaturen können die Elektronen ins Leitungsband gehoben werden, von wo sie anschließend mit den in Rekombinationszentren gespeicherten Löchern rekombinieren. Somit ist die mittlere Lebensdauer bei höheren Temperaturen kürzer.

Nachdem das Prinzip des Bändermodells und die Speicherung erläutert wurden, soll der gesamte Ablauf von der Energieaufnahme bis zur Messung des Lumineszenzsignals im Bändermodell wiedergegeben werden, siehe Abbildung 2.5. Im Grundzustand können alle Rekombinationszentren mit Elektronen besetzt und alle Fallen leer sein. Durch Absorption ionisierender Strahlung können Elektronen vom Valenzband ins Leitungsband und anschließend in Elektronenfallen gelangen. Das so entstandene Loch im Valenzband kann mit einem Elektron aus den Rekombinationszentren wieder aufgefüllt werden, siehe Abbildung 2.5 „Bestrahlung“. Durch Absorption ionisierender Strahlung können Elektronen vom Valenzband aber auch ins Leitungsband gelangen und danach entweder direkt wieder ins Valenzband fallen oder mit Löchern in Rekombinationszentren rekombinieren. Die Speicherung verhält sich nach Gleichung (2.2). Bei der Messung zur Datierung der Probe wird die Temperatur so weit erhöht (kontinuierlich bis ca. 500°C), dass die Elektronen in den Fallen über das Leitungsband mit den Rekombinationszentren unter Emission von Licht rekombinieren können, Abbildung 2.5 „Heizen“.

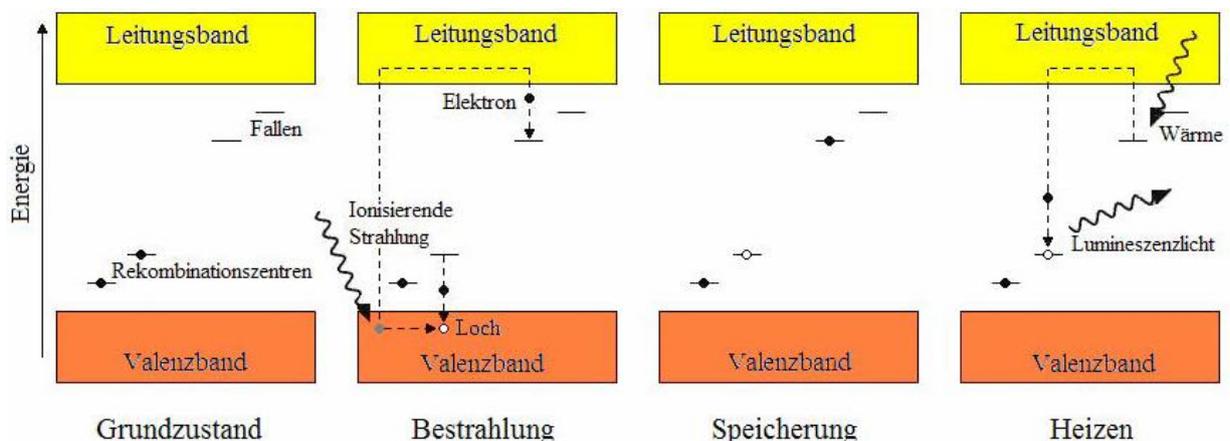


Abbildung 2.5: Ablauf der Thermolumineszenzdatierung im Bändermodell, nach [2]

Dieses Schema kann auch auf Basis von Quarz-Kristallstrukturen erläutert werden, siehe Abbildung 2.6. Links ist die ideale Struktur von  $\text{SiO}_2$  zu sehen. Bei dieser Form ist eine Speicherung der Energie nicht möglich. Im mittleren Bild sind aufgrund von Gitterbaufehlern Speicherungen möglich. Wird z.B. ein Sauerstoffatom angeregt, kann es ein Elektron emittieren, welches von einer positiven Leerstelle „eingefangen“ wird. Das Fremdatom Aluminium gibt wiederum eines seiner Elektronen an das Sauerstoffatom ab. Im rechten Bild in Abbildung 2.6 wird die Probe stimuliert, wodurch das Elektron in der Gitterleerstelle unter Emission von Licht wieder zum ursprünglichen Aluminiumatom „wandert“, siehe [19].

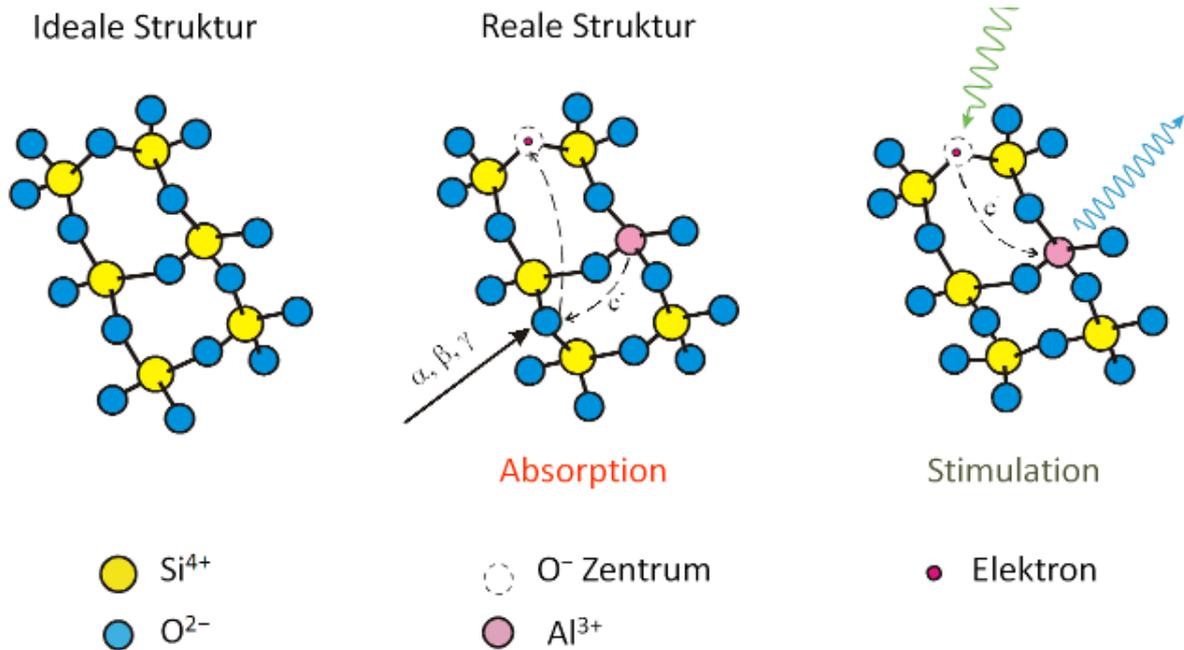


Abbildung 2.6: Lumineszenzprinzip anhand von Quarz, nach [19]

### 2.3.2 Entstehung der Glowkurve

Bei Erwärmung einer geeigneten Probe wird, wie in Kapitel 2.3.1 bereits erklärt, Licht emittiert. Dieses Licht wird in einem Diagramm als Funktion der Temperatur aufgetragen und Glowkurve (Englische Bezeichnung: „glow-curve“) genannt, siehe Abbildung 2.7.

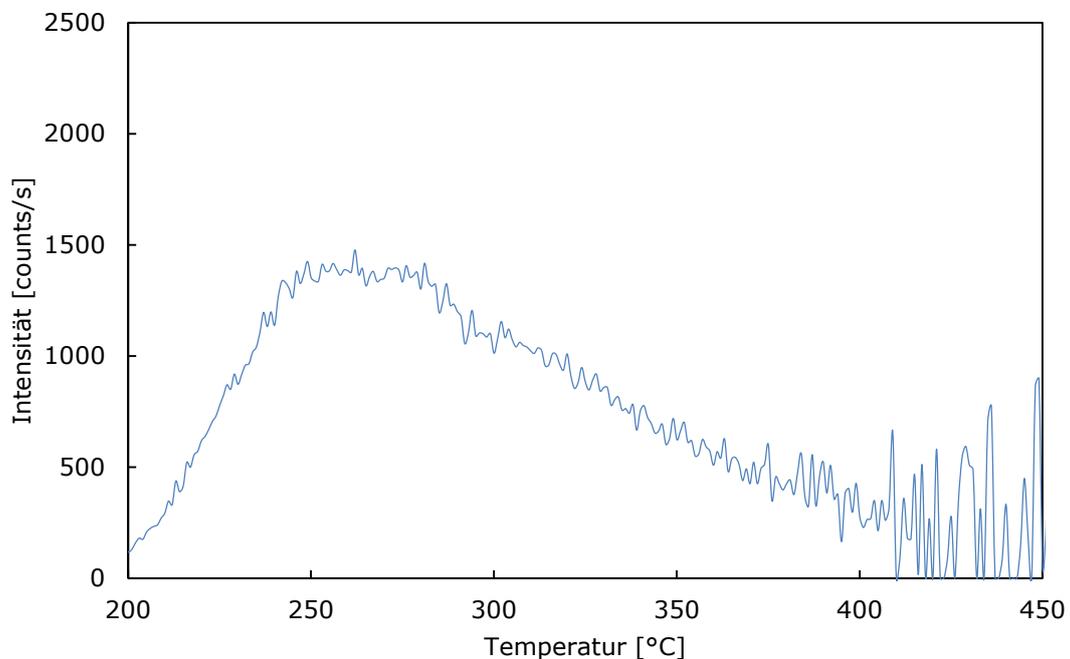


Abbildung 2.7: Beispiel einer Glowkurve

Die Intensität der Glowkurve ergibt sich aus der Multiplikation der Elektronen  $n(t)$  in den Fallen und der Übergangswahrscheinlichkeit  $w$  der Elektronen. Die

Elektronendichte ändert sich während des Erwärmens gemäß der Gleichung nach [1]:

$$-\frac{dn}{dt} = w \cdot n(t) \quad (2.3)$$

$n(t)$ ...Anzahl der Elektronen in den Fallen

$w$ ...Übergangswahrscheinlichkeit [ $s^{-1}$ ],  $w = \tau^{-1}$ , wobei  $\tau$  die mittlere Lebensdauer ist

Die Lösung der Gleichung (2.3) ergibt sich zu:

$$n(t) = n_0 \cdot e^{-w \cdot t} \quad (2.4)$$

$n_0$ ...Anzahl der Elektronen in den Fallen zur Zeit  $t=0$

Die Übergangswahrscheinlichkeit ergibt sich nach Gleichung (2.2):

$$w = \tau^{-1} = a_0 \cdot e^{-\frac{E}{k_B \cdot T}} \quad (2.5)$$

Mit zunehmender Temperatur steigt also die Übergangswahrscheinlichkeit, während die Besetzungsdichte der Elektronen sinkt. Dieses Phänomen zeigt sich bei der Intensität  $I(t)$ , die das Produkt aus der Elektronenanzahl in den Fallen und der Übergangswahrscheinlichkeit ist:

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = w \cdot n(t) = a_0 \cdot e^{-\frac{E}{k_B \cdot T}} \cdot n(t) \quad (2.6)$$

Grafisch lässt sich dieser Zusammenhang in Abbildung 2.8 darstellen:

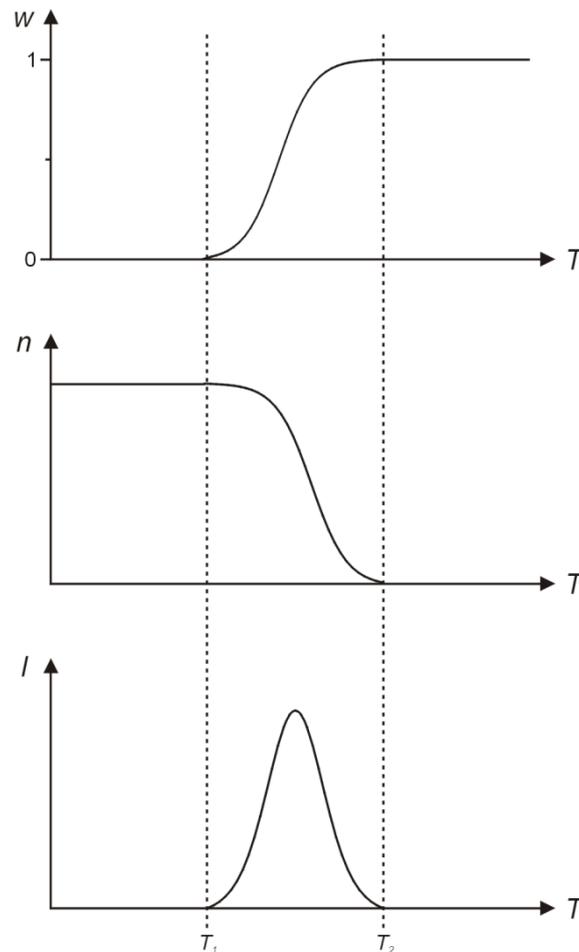


Abbildung 2.8: Entstehung eines Lumineszenz-Peaks, nach [19]

### 2.3.3 Spezielle Effekte

Bei der Thermolumineszenzmessung gibt es verschiedenste Effekte, welche die Glowkurve und somit das Alter verfälschen können. Einige dieser Phänomene und deren Vermeidung werden hier kurz beschrieben, siehe auch [15].

#### 2.3.3.1 Bleichen

Bleichen beschreibt einen Effekt, der durch Einfluss von Licht zur Abschwächung des Lumineszenzlichtes führt. Dabei werden Elektronen in den Fallen durch Absorption des Umgebungslichts angeregt und dazu veranlasst, mit den Löchern in den Rekombinationszentren zu rekombinieren. Aus diesem Grund wird die Probenaufbereitung nur unter Rotlicht durchgeführt.

#### 2.3.3.2 Anomalous Fading

Zeigt eine Glowkurve in verschiedenen Bereichen eine starke zeitliche Instabilität, in denen nach kinetischen Überlegungen Stabilität herrschen sollte, spricht man von Anomalous Fading. Mögliche Erklärungen für dieses Phänomen sind der Verlust von effektiven Rekombinationszentren, Pseudo-Fading und Defektmodifikation sowie ein quantenmechanisches Tunneln der Elektronen aus den Fallen. Am wahrscheinlichsten ist das quantenmechanische Tunneln. Hier können die Elektronen auch ohne zusätzliche Aktivierungsenergie die vorhandene Potentialbarriere durchtunneln.

Dieser Effekt kann über eine einfache Messung nachgewiesen werden. Zu Beginn werden mehrere identische Teilproben mit bekannten Strahlungsdosen bestrahlt. Bei einem Teil wird gleich im Anschluss die Glowkurve gemessen. Beim anderen Teil wird erst nach einigen Tagen oder Wochen die Glowkurve ermittelt. Tritt ein Signalverlust auf, kann er auf diese Weise festgestellt und korrigiert werden, siehe Abbildung 2.9.

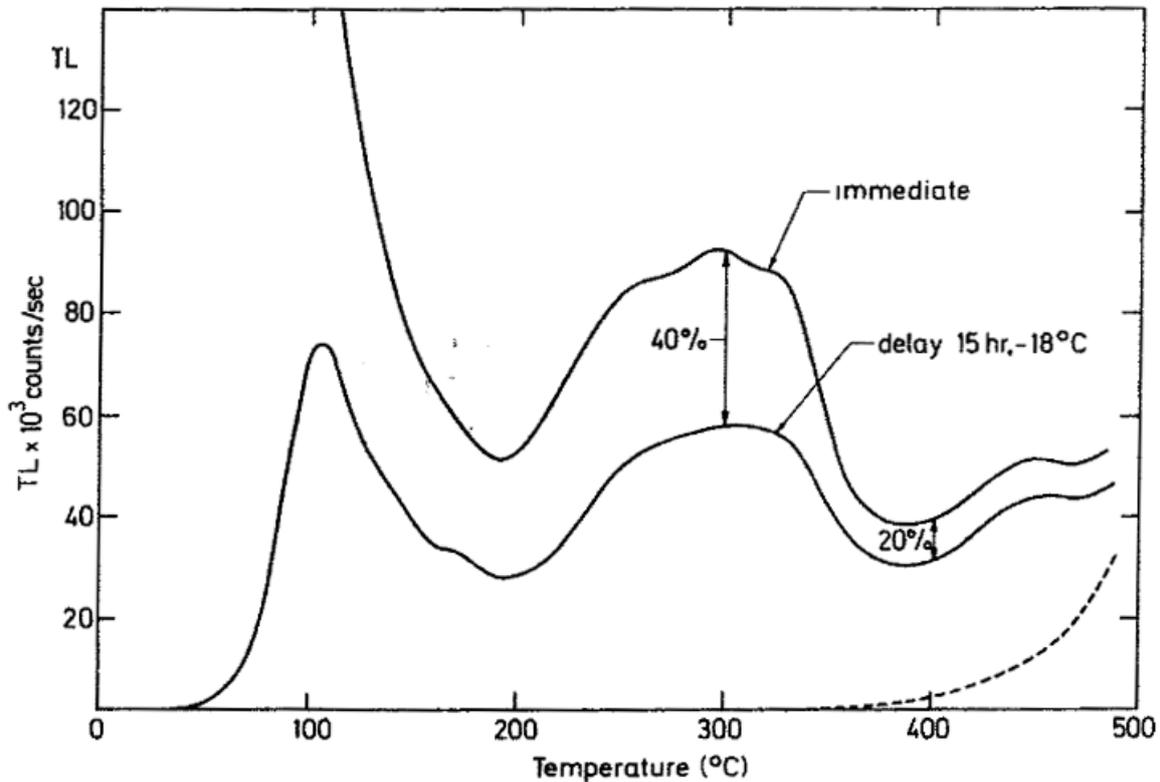


Abbildung 2.9: Anomalous Fading. Die obere Glowkurve wurde gleich im Anschluss an die Bestrahlung, die untere Kurve 15 Stunden später gemessen. Der Effekt des Anomalous Fading ist deutlich erkennbar und beträgt zwischen 20 und 40 %, nach [1]

### 2.3.3.3 Thermische Instabilität

Elektronenfallen mit einer kurzen Lebensdauer, siehe Tabelle 2.1, werden bei der Bestrahlung im Labor aufgefüllt. Diese sind bei alten Proben, aufgrund der Instabilität, jedoch schon leer. Bei zusätzlicher Bestrahlung liefern diese Fallen einen erheblichen Beitrag zum Lumineszenzsignal. Um dies zu verhindern, wird die Probe einige Zeit, z.B. eine Minute, bei einer Temperatur von ca.  $190^{\circ}\text{C}$  getempert, um so die unerwünschten Elektronen in den Fallen wieder zu entleeren. Tiefere Elektronenfallen bleiben bei dieser Behandlung nahezu unverändert.

### 2.3.3.4 Spurious Thermoluminescence

Als Spurious Thermoluminescence wird jede Art von nicht strahlungsinduzierter Thermolumineszenz bezeichnet. Hier ist vor allem Chemithermolumineszenz zu erwähnen, die entsteht, wenn durch die Temperaturerhöhung während der Messung eine chemische Reaktion oder ein Phasenübergang auftritt. Tritt Chemithermolumineszenz auf, ist dies vor allem dadurch erkennbar, dass unterschiedliche und nicht reproduzierbare Glowkurven gemessen werden. Dieser

Effekt ist in fast allen Proben beobachtbar, in denen Karbonate vorhanden sind. Durch das Verwenden von Essigsäure bei der Probenaufbereitung können die Karbonate jedoch beseitigt werden, siehe [9]. Weitere Ursachen für Spurious Thermoluminescence können Tribothermolumineszenz, Oberflächeneffekte, Aufladungen, Umordnungsprozesse in der Probe usw. sein.

### 2.3.4 Plateautest

Da für die Datierung die Probe auch im Labor bestrahlt wird, muss ein Temperaturbereich für die Altersberechnung gewählt werden, in dem natürliche und im Labor bestrahlte Proben gleich empfindlich sind. Außerdem ist dadurch auch gesichert, dass das Thermolumineszenzsignal von ionisierender Strahlung stammt. Diese Eigenschaft wird mit dem Plateautest sichergestellt, siehe Abbildung 2.10.

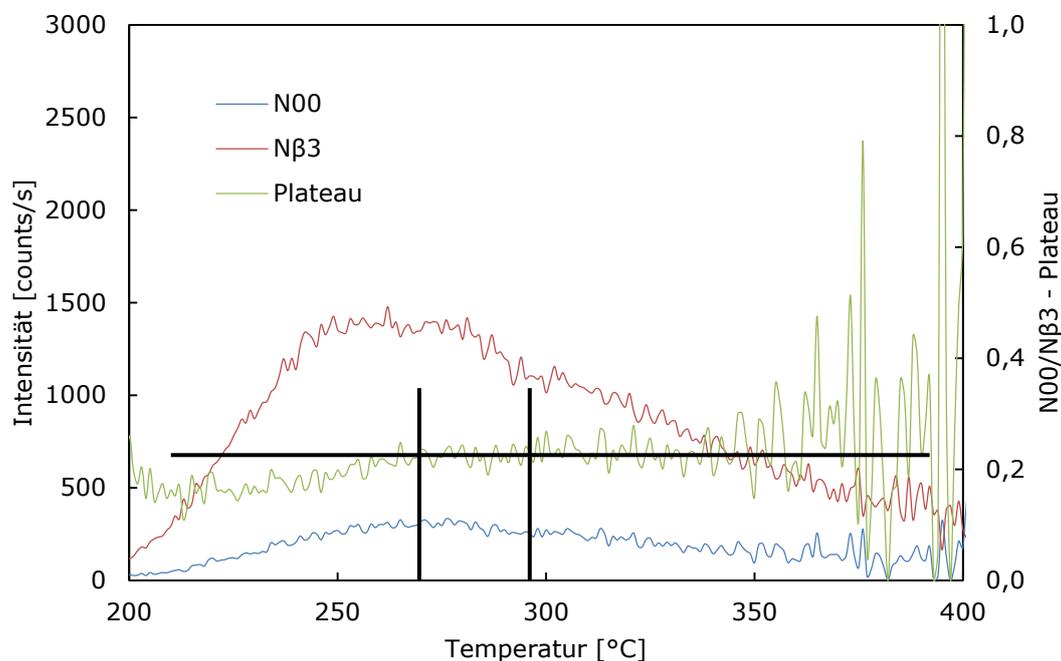


Abbildung 2.10: Plateautest zur Bestimmung des Auswertebereichs

In dieser Abbildung ist die „N00“-Kurve das Signal der Probe ohne zusätzliche Bestrahlung im Labor (in weiterer Folge natürlichen Probe genannt), „Nβ3“ die Kurve, welche zusätzlich zum natürlichen Signal 15 Minuten mit einer β-Quelle bestrahlt wurde und „Plateau“ die Division von N00 und Nβ3. Das Ergebnis dieses Tests ergibt bei dieser Probe einen Auswertebereich von ca. 270 – 295°C. Ist bei einer Probe kein Plateau zu finden, ist die Datierung nicht möglich.

### 2.3.5 Bestimmung der archäologischen Dosis

Die archäologische Dosis einer Probe ist die Dosis, welche seit dem letzten Brennvorgang gespeichert wurde. Um diesen Wert bestimmen zu können, gibt es verschiedene Verfahren, unter anderem die additive oder die regenerative Methode, siehe [16]. Beide Methoden basieren auf einem Vergleich der natürlich akkumulierten Lumineszenz mit einer im Labor durch Bestrahlung mit bekannter

Dosis induzierten Lumineszenz. Da es keinen allgemein gültigen Zusammenhang zwischen dem Lumineszenzsignal und der Dosis gibt, muss dieser mit einer der Methoden gefunden werden.

### 2.3.5.1 Additive Methode

Bei der additiven Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis werden identische Teilproben (auf Plättchen aufgebracht) wie in Abbildung 2.11) gemessen. Zuerst wird bei einigen dieser Proben das natürliche Lumineszenzsignal ermittelt. Danach werden andere Teilproben mit einer bekannten Dosis im Labor bestrahlt und ebenfalls gemessen. Aus den Ergebnissen kann sich ein linearer Zusammenhang der Lumineszenzintensität und der Dosis ergeben. Wird die Regressionsgerade bis zur Abszisse verlängert, erhält man beim Schnittpunkt die archäologische Dosis  $P$ , siehe Abbildung 2.12.



Abbildung 2.11: Mit Probenstaub belegtes Plättchen mit 10 mm Durchmesser

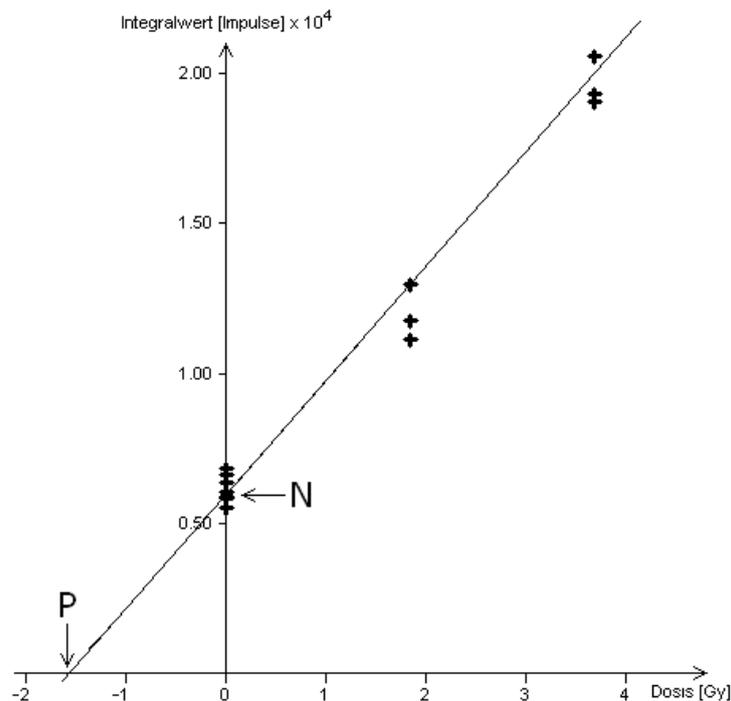


Abbildung 2.12: Darstellung der additiven Methode. Das natürliche Lumineszenzsignal wird mit „N“, die archäologische Dosis (engl. paleodose) mit „P“ bezeichnet.

Ein Nachteil der additiven Methode ist, dass über den gesamten Dosisbereich ein linearer Zusammenhang zur Lumineszenz angenommen wird. Tatsächlich gibt es jedoch zwei Bereiche, bei denen dies nicht zutrifft, siehe Abbildung 2.13 (supra-

und sublinear). Sättigungseffekte (engl. saturation) treten dann auf, wenn bereits nahezu alle Thermolumineszenzzentren bzw. Fallen, siehe Kapitel 2.3.1, mit Elektronen gefüllt sind. Supralineares Ansprechvermögen liegt hingegen häufig bei geringen Dosen vor und würde somit die archäologische Dosis verringern, ein genauerer Überblick ist in [1] und [15] zu finden.

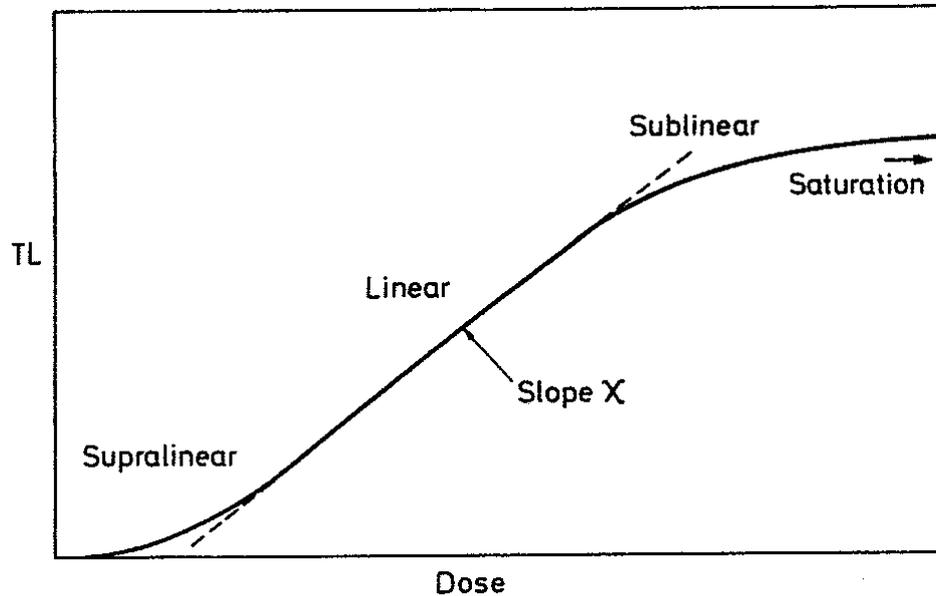


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung der Supralinearität und der Sublinearität des Dosis-Ansprechvermögens, aus [1]

Um das Alter jedoch nicht zu unterschätzen, wird der Effekt der Supralinearität bei der Messung durch das Intercept I berücksichtigt. Dies wird über die Messung einiger Teilproben erreicht, welche keine natürliche Lumineszenz mehr aufweisen und stattdessen mit bekannter Dosis bestrahlt werden. Daraus ergibt sich eine Regressionsgerade für die sogenannte Sekond-Glowkurven, siehe blaue Regressionsgerade in Abbildung 2.14. Diese Gerade schneidet die Abszisse beim Intercept I, welches zur Äquivalentdosis Q addiert wird, um die archäologische Dosis P zu erhalten.

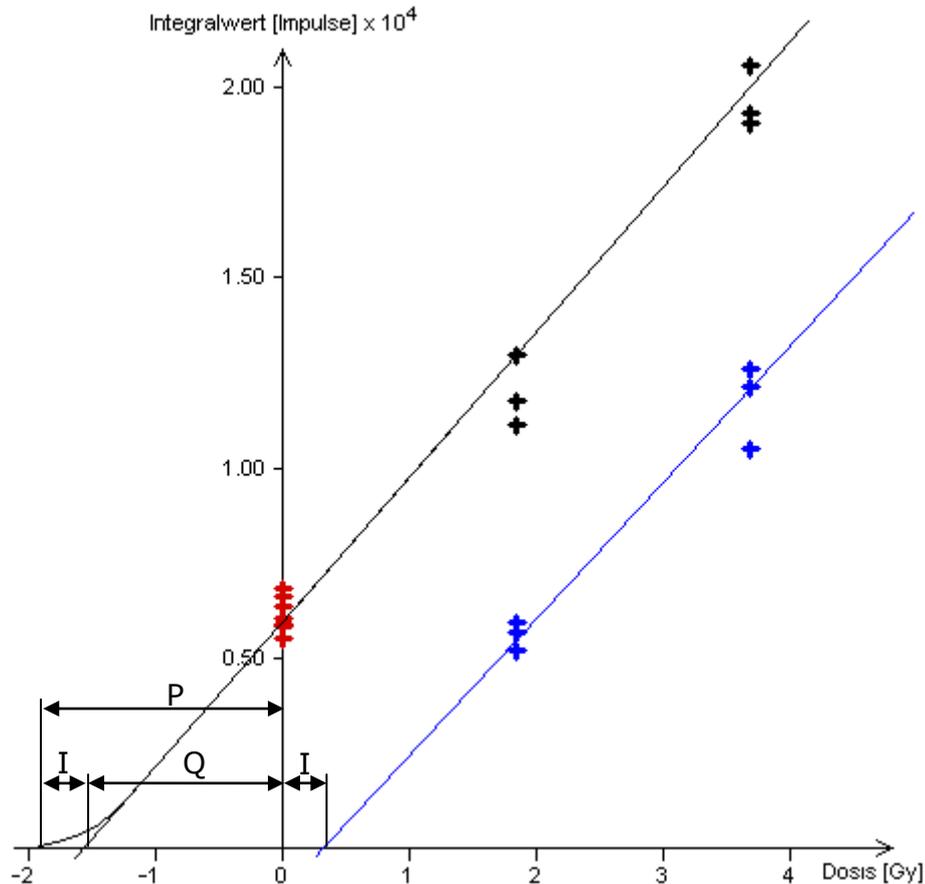


Abbildung 2.14: Regressionsgeraden zur Bestimmung des Intercepts I (blaue Gerade). Das Intercept wird zur erhaltenen Dosis Q der „normalen“ Regressionsgeraden (first glow, schwarze Gerade) addiert, um die tatsächliche archaische Dosis P zu erhalten.

### 2.3.5.2 Regenerative Methode

Auch bei diesem Verfahren werden identische Teilproben verwendet und zuerst die natürliche Lumineszenz gemessen. Im Unterschied zur additiven Methode werden die anderen Proben vollständig zurückgestellt und mit bekannten unterschiedlichen Dosen bestrahlt und gemessen. So erhält man eine Dosischarakteristik, die wie in Abbildung 2.15 aufgebaut ist. Die archaische Dosis P kann danach einfach durch einen Vergleich im Diagramm abgelesen werden.

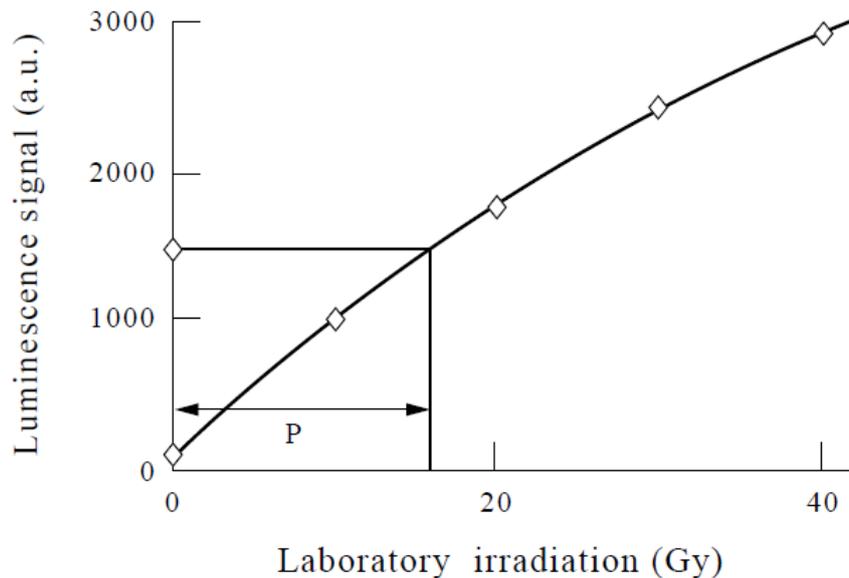


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung der Bestimmung der archäologischen Dosis über die regenerative Methode, nach [16]

Der Vorteil dieses Verfahrens ist, dass auch die Dosischarakteristik unterhalb des natürlichen Signals bestimmt werden kann und der Zusammenhang zwischen Lumineszenzsignal und Dosis nicht linear sein muss. Jedoch bleibt eine mögliche Empfindlichkeitsänderung bei der Rückstellung der Proben unberücksichtigt.

Bei den Proben in dieser Arbeit wurde ausschließlich die additive Methode verwendet.

### 2.3.6 Bestimmung der jährlichen Dosis

Für die Datierung des Alters einer Probe wird neben der archäologischen Dosis auch die Dosis benötigt, die jährlich von der Probe absorbiert wird, nach [1]. Diese Dosis setzt sich im Wesentlichen aus ionisierender Strahlung ( $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Strahlung) zusammen, welche aus kosmischer Strahlung besteht, sowie aus dem Zerfall natürlicher Radionuklide wie  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{40}\text{K}$  und  $^{87}\text{Rb}$  entsteht. Für die Bestimmung der Dosisleistung der ionisierenden Strahlung wird diese folgendermaßen unterteilt:

- Dosisleistung der  $\alpha$ -Strahlung  $\dot{D}_\alpha$
- Dosisleistung der  $\beta$ -Strahlung  $\dot{D}_\beta$
- Dosisleistung der  $\gamma$ -Strahlung  $\dot{D}_\gamma$
- Dosisleistung der kosmischen Strahlung  $\dot{D}_k$

Diese Dosisleistungen werden aus den Th-, U-, K- und Rb-Konzentrationen in der Probe berechnet bzw. vor Ort gemessen, wobei der Feuchtigkeitsanteil (F) und die Gewichtszunahme bei Sättigung (W) der Proben zu berücksichtigen sind. Diese Parameter werden über verschiedenen Messungen ermittelt, siehe Kapitel 3.3 „Bestimmung zusätzlicher Parameter“.

### 2.3.7 Datierungstechniken

Im Laufe der Zeit entwickelten sich viele verschiedene Techniken zur Datierung von Mineralien, wie Quarz oder Feldspat. Zwei dieser Verfahren, nämlich die Feinkorn- und die Grobkorntechnik, werden in diesem Kapitel vorgestellt, siehe auch [16].

#### 2.3.7.1 Feinkorntechnik

Bei der Feinkorntechnik wird von der Probe zuerst eine 2 mm dicke Schicht abgefräst, wodurch die externe  $\alpha$ - und  $\beta$ -Strahlung aufgrund der geringeren Reichweite vernachlässigt werden kann. Die Reichweiten sind:

- $\alpha$ -Strahlung:  $\approx 20\text{-}25 \mu\text{m}$  in Quarz bei  $E = 3\text{-}8 \text{ MeV}$
- $\beta$ -Strahlung:  $\approx 2 \text{ mm}$  in Quarz bei  $E > 2 \text{ MeV}$

Danach wird die Probe gemahlen oder abgebohrt und Korngrößen von  $1 - 8 \mu\text{m}$  abgetrennt, siehe Kapitel 3.1.2. Diese Körner werden sowohl von der internen  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Strahlung durchdrungen als auch von der externen  $\gamma$ -Strahlung. Bei der Berechnung der gesamten Dosisleistung müssen all diese Strahlungsarten berücksichtigt werden.

Besonders muss noch auf die  $\alpha$ -Strahlung geachtet werden, da sie bei gleicher Dosis ein schwächeres Lumineszenzsignal als  $\beta$ - und  $\gamma$ -Strahlung bewirkt. Dies kann durch die höhere Ionisationsdichte und dadurch einhergehende Sättigungseffekte erklärt werden. Dieses Verhalten wird durch die  $\alpha$ -Effektivität  $a$  berücksichtigt. Die  $\alpha$ -Effektivität ist so definiert, dass die gewichtete  $\alpha$ -Dosis  $D_\alpha$  dieselbe Lumineszenz-Intensität wie die  $\beta$ -Dosis  $D_\beta = a \cdot D_\alpha$  erzeugt. Mit den aus der Thermolumineszenzmessung bestimmten Äquivalenzdosen  $Q_\alpha$  und  $Q_\beta$  lässt sich die  $\alpha$ -Effektivität berechnen:

$$a = \frac{Q_\beta}{Q_\alpha} \quad (2.7)$$

Die gesamte jährliche Dosis ergibt sich demnach zu:

$$\dot{D} = a \cdot \dot{D}_\alpha + \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k \quad (2.8)$$

#### 2.3.7.2 Grobkorntechnik

Bei dieser Technik werden ca.  $100 \mu\text{m}$  dicke Körner verwendet. Von diesen Partikeln wird eine rund  $20 \mu\text{m}$  dicke Schicht mit Flusssäure abgeätzt, wodurch zwar die  $\alpha$ -Strahlung vernachlässigt werden kann, aber der Einfluss der  $\beta$ -Strahlung um einen Faktor von 0,9 verringert wird. In diesem Fall berechnet sich die jährliche Dosis zu:

$$\dot{D} = 0,9 \cdot \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k \quad (2.9)$$

In dieser Arbeit wird ausschließlich die Feinkornmethode verwendet.

## 2.4 Formeln zur Altersberechnung

Die Formeln für die Altersberechnung wurden aus [1] entnommen und teilweise mit den Änderungen der Nomenklatur aus [2] leicht modifiziert und erweitert,

um die Verständlichkeit zu erhöhen. Das Alter der Probe wird wie folgt berechnet:

$$\text{Alter} = \frac{\text{Gesamtdosis}}{\text{jährliche Dosis}} = \frac{P}{\dot{D}} = \frac{Q+I}{\dot{D}_\alpha + \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k} \quad (2.10)$$

Q...Äquivalentdosis [Gy]

I...Intercept [Gy]

$\dot{D}'_\alpha$ ...effektive Dosisleistung der  $\alpha$ -Strahlung [Gy/a];  $\dot{D}'_\alpha = a \cdot \dot{D}_\alpha$

$\dot{D}_\alpha$ ...Dosisleistung der  $\alpha$ -Strahlung [Gy/a]

$\dot{D}_\beta$ ...Dosisleistung der  $\beta$ -Strahlung [Gy/a]

$\dot{D}_\gamma$ ...Dosisleistung der  $\gamma$ -Strahlung [Gy/a]

$\dot{D}_k$ ...Dosisleistung der kosmischen Strahlung [Gy/a]

a... $\alpha$ -Effektivität;  $a = Q_\beta / Q_\alpha$

Da in jeder Ziegelprobe auch Feuchtigkeit enthalten ist und ein Teil der Strahlung, hauptsächlich  $\alpha$ -Strahlung, von Wasser absorbiert wird, muss bei der Datierung dieser Umstand berücksichtigt werden. Normalerweise wird angenommen, dass die gesamte Strahlung Lumineszenzzentren ausbildet, doch das ist hier nicht immer der Fall.

Nachdem eine Ziegelprobe genommen worden ist, wird diese möglichst luftdicht in einem Kunststoffbeutel aufbewahrt um den Feuchtigkeitsgehalt der Probe bis zur Messung nicht zu verfälschen. Im Labor wird ein kleines Stück abgewogen (Gewicht der feuchten Probe) und anschließend vier Tage bei 40°C in einem Ofen getrocknet. Danach wird das Bruchstück erneut gewogen (Trockengewicht) und vier Tage in destilliertem Wasser deponiert. Schlussendlich wird das Gewicht erneut gemessen (Sättigungsgewicht).

Mit den erhaltenen Messwerten können nun folgende Parameter berechnet werden, die später in die Altersberechnung mit einfließen.

Feuchtigkeitsanteil F:

$$F = \frac{A}{S} \quad (2.11)$$

Gewichtszunahme bei Sättigung W:

$$W = \frac{S-T}{T} \quad (2.12)$$

A...Gewicht der feuchten Probe

S...Sättigungsgewicht

T...Trockengewicht

Mit diesen Parametern lassen sich die Dosisleistungen  $\dot{D}'_{\alpha} + \dot{D}'_{\beta} + \dot{D}'_{\gamma}$  berechnen.

### 2.4.1 $\alpha$ -Dosisleistung $\dot{D}'_{\alpha}$

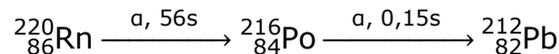
Die effektive  $\alpha$ -Dosisleistung der Probe wird über einen  $\alpha$ -Zähler mit integriertem Paarzerfallszähler ermittelt und ergibt sich nach [28] zu:

$$\dot{D}'_{\alpha} = a \cdot \frac{1,2728 \cdot a_{\text{Th}} + 1,2792 \cdot a_{\text{U}}}{1 + 1,5 \cdot W \cdot F} \quad (2.13)$$

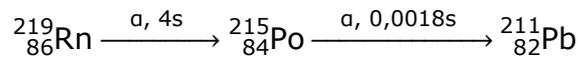
$a_{\text{Th}}$ ...Anzahl der  $\alpha$ -Teilchen der Thoriumzerfallsreihe

$a_{\text{U}}$ ...Anzahl der  $\alpha$ -Teilchen der Uranzerfallsreihe  $^{235}\text{U}$

Die Anzahl der  $\alpha$ -Teilchen der Thoriumzerfallsreihe und der Uranzerfallsreihe  $^{235}\text{U}$  kann aus der  $\alpha$ -Zählung mittels Koinzidenzschtaltung (registriert die Anzahl an Paarzerfällen) ermittelt werden. Die Paarzerfälle der Thoriumzerfallsreihe treten mit einem zeitlichen Abstand von ca. 0,2 s auf, weil die Halbwertszeit von  $^{216}\text{Po}$  nur 0,15 s ist [8]:



Auch bei der Uranzerfallsreihe  $^{235}\text{U}$  treten solche Paarzerfälle auf, allerdings in einem deutlich geringeren zeitlichen Abstand, siehe [28]:



Da die Elektronik des  $\alpha$ -Zählers zwischen diesen Ereignissen unterscheiden kann, werden die schnellen und die langsamen Paare separat gezählt. Somit ergeben sich folgende Formeln zur Berechnung von  $a_{\text{Th}}$  und  $a_{\text{U}}$ :

$$a_{\text{Th}} = 21 \cdot \left( d - \frac{0,38 \cdot a^2}{1000} \right) \quad (2.14)$$

$$a_{\text{U}} = a - a_{\text{Th}} \quad (2.15)$$

$d$ ...Anzahl der gezählten Koinzidenzpaare pro Kilosekunde (langsame Paare)

$a$ ...Anzahl der gezählten  $\alpha$ -Teilchen pro Kilosekunde

### 2.4.2 $\beta$ -Dosisleistung $\dot{D}'_{\beta}$

Die  $\beta$ -Dosisleistung setzt sich aus den Zerfällen von Thorium, Uran, Kalium und Rubidium zusammen:

$$\dot{D}'_{\beta} = \dot{D}'_{\beta, \text{Th;U}} + \dot{D}'_{\beta, \text{K;Rb}} \quad (2.16)$$

$\dot{D}'_{\beta, \text{Th;U}}$  ergibt sich aus folgender Formel:

$$\dot{D}'_{\beta, \text{Th;U}} = \frac{0,057 \cdot a_{\text{Th}} + 0,087 \cdot a_{\text{U}}}{1 + 1,25 \cdot W \cdot F} \quad (2.17)$$

$\dot{D}_{\beta,K;Rb}$  ergibt sich aus folgender Formel:

$$\dot{D}_{\beta,K;Rb} = \frac{0,708 \cdot m}{1 + 1,25 \cdot W \cdot F} \quad (2.18)$$

m...Gewichtsanteil in % von  $K_2O$  der Probe, bestimmt über Neutronenaktivierungsanalyse, siehe Kapitel 3.3.3

Der  $^{40}K$  Anteil in 1%  $K_2O$  führt zu einer Dosisleistung von 0,689 mGy/a. Das Verhältnis Kalium:Rubidium wird mit 200:1 angenommen und führt zu einer Dosisleistung durch  $Rb_2O$  von 0,019 mGy/a pro %- $K_2O$ . Dies entspricht zusammen einer Dosisleistung von 0,708 mGy/a pro %- $K_2O$ , das sich auch in Formel (2.18) widerspiegelt.

Da bei der Untersuchung immer die Feinkorntechnik zur Datierung der Proben verwendet wurde, kann der Abschwächungskoeffizient  $b$  bei der Berechnung von  $\dot{D}_{\beta,Th;U}$  und  $\dot{D}_{\beta,K;Rb}$  als  $b = 1$  angenommen werden.

### 2.4.3 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung setzt sich aus einem internen Anteil (radioaktive Zerfälle in der Probe) und einem externen Anteil (radioaktive Zerfälle in der Umgebung) zusammen und ergibt sich zu:

$$\dot{D}_\gamma = \dot{D}_{\gamma,int} + \dot{D}_{\gamma,ext} = \dot{D}_{\gamma,int,Th;U} + \dot{D}_{\gamma,int,K} + \dot{D}_{\gamma,ext} \quad (2.19)$$

Der Anteil der Strahlung an der Thorium- und Uranzerfallsreihe ist:

$$\dot{D}_{\gamma,int,Th;U} = \frac{0,103 \cdot a_{Th} + 0,068 \cdot a_U}{1 + 1,14 \cdot W \cdot F} \quad (2.20)$$

Die interne  $\gamma$ -Dosisleistung, die durch Kalium verursacht wird, ist:

$$\dot{D}_{\gamma,int,K} = \frac{0,241 \cdot m}{1 + 1,14 \cdot W \cdot F} \quad (2.21)$$

Da sich die Formeln (2.19) bis (2.21) auf unendlich ausgedehnte Proben beschränken, muss noch ein Korrekturfaktor, der Eigendosisanteil  $p$ , eingeführt werden. Dieser ist bei flachen Proben mit zwei parallelen Seiten und der Dicke  $d$  (in cm) gegeben als:

$$p = 100 \cdot (1 - e^{-(0,06 - 0,07 \cdot d)}) \quad (2.22)$$

Somit ändert sich Gleichung (2.19) zu:

$$\begin{aligned} \dot{D}_\gamma &= \frac{p}{100} \cdot \dot{D}_{\gamma,int} + \left(1 - \frac{p}{100}\right) \cdot \dot{D}_{\gamma,ext} = \\ &= \frac{p}{100} \cdot (\dot{D}_{\gamma,int,Th;U} + \dot{D}_{\gamma,int,K}) + \left(1 - \frac{p}{100}\right) \cdot \dot{D}_{\gamma,ext} \end{aligned} \quad (2.23)$$

### 2.4.4 Kosmische Dosisleistung $\dot{D}_k$

Die kosmische Dosisleistung  $\dot{D}_k$  entsteht aufgrund der kosmischen Strahlung, die vom Weltall auf die Erde trifft. Die Primärstrahlung besteht vor dem Eintritt in die Erdatmosphäre zu 87% aus Protonen, 12% aus  $\alpha$ -Teilchen und 1% aus Atomkernen, die schwerer sind als Helium. Durch Wechselwirkung der hochenergetischen Primärstrahlung mit der Atmosphäre entsteht eine

Sekundärstrahlung, welche im Wesentlichen aus einer Nukleonenkomponente (Protonen und Neutronen), einer Mesonenkomponente (Müonen, Pionen) und einer Elektronen-Photonen-Komponente besteht. Der Beitrag der Sekundärstrahlung zur Dosisleistung hängt hauptsächlich von der geomagnetische Breite und der Seehöhe ab.

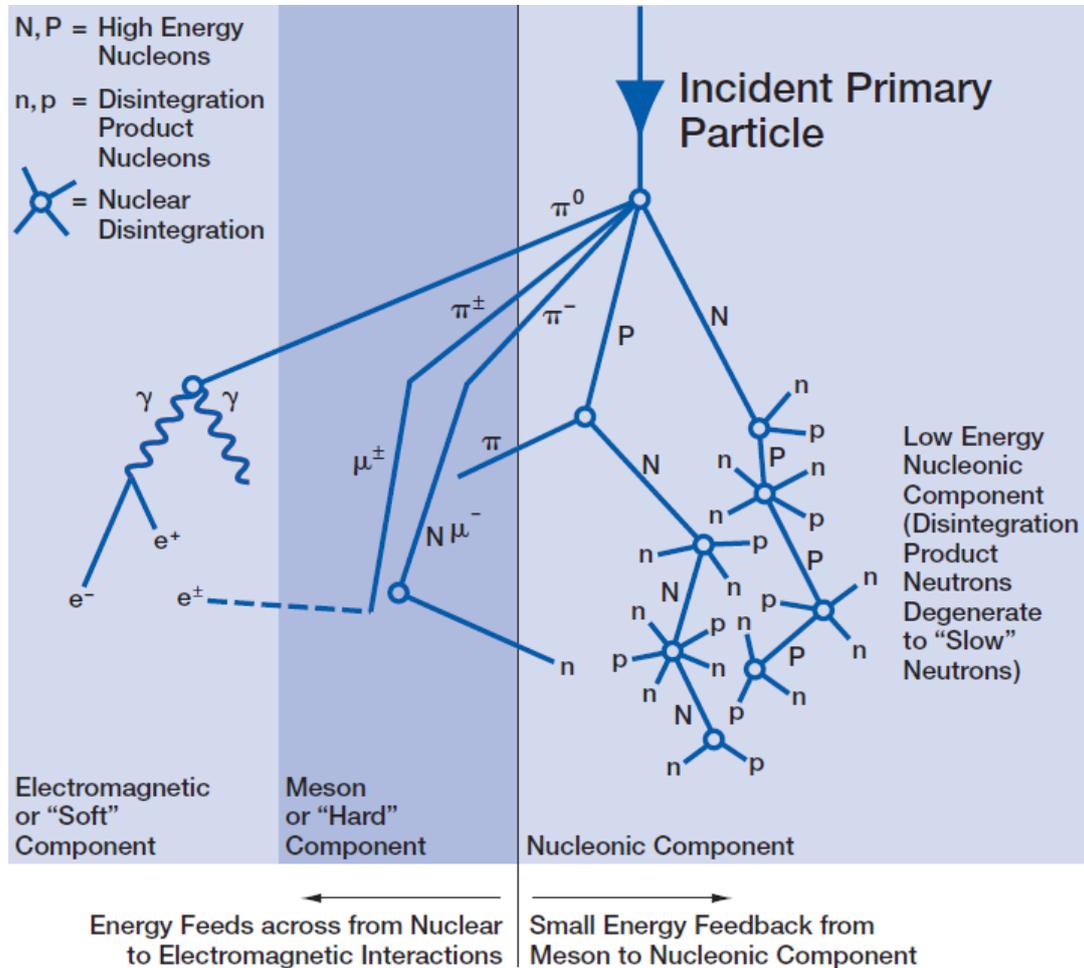


Abbildung 2.16: Entstehung eines Teilchenschauers durch kosmischer Strahlung in der Atmosphäre, nach [20]

Die kosmische Dosisleistung kann entweder aus der Strahlenkarte der Republik Österreich entnommen werden oder aus den Koordinaten des Fundortes (in dieser Arbeit sind dies die Koordinaten von Waldhausen im Strudengau) berechnet werden. Diese Berechnung kann vom am Atominstiut entwickelten Auswerteprogramm „Mda“ durchgeführt werden [3]. Die Abhängigkeit der kosmischen Dosisleistung von der geomagnetischen Breite  $\lambda$  berechnet sich wie folgt:

$$\lambda = \sin^{-1}(0,203 \cdot \cos \theta \cdot \cos(\varphi - 291^\circ) + 0,979 \cdot \sin \theta) \quad (2.24)$$

$\lambda$ ...geomagnetische Breite (geomagnetic latitude) in  $^\circ$

$\varphi$ ...geografische Länge in  $^\circ$

$\theta$ ...geografische Breite in  $^\circ$

Die Koordinaten für Waldhausen im Strudengau stammen aus [10] und sind:

Nördliche Breite  $\theta$ :  $48^\circ 17'$  bzw.  $48,283^\circ$

Östliche Länge  $\varphi$ :  $14^\circ 57'$  bzw.  $14,95^\circ$

Dies führt zu:

$$\lambda = \sin^{-1}(0,203 \cdot \cos \theta \cdot \cos(\varphi - 291^\circ) + 0,979 \cdot \sin \theta) = 9,36^\circ \approx 9^\circ \quad (2.25)$$

Nachdem die geomagnetische Breite berechnet wurde, können die Parameter für Formel (2.26) aus Abbildung 2.17 entnommen werden.

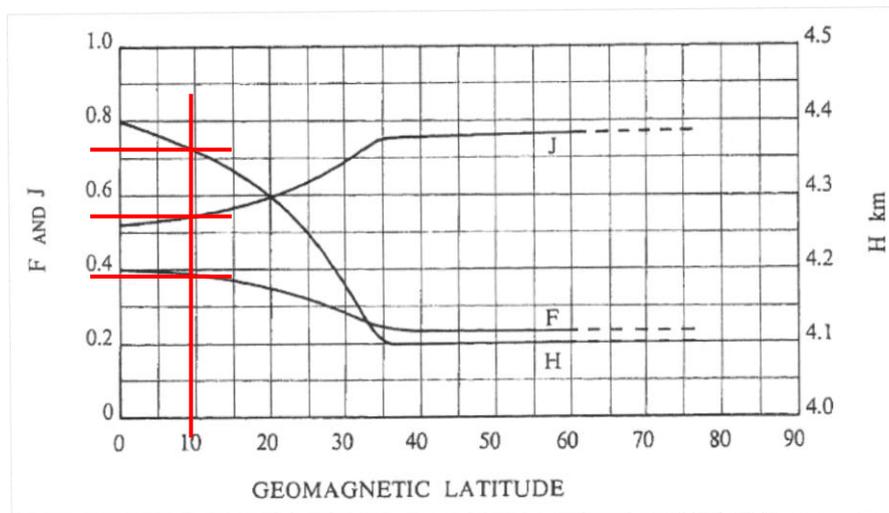


Abbildung 2.17: Ermittlung der Parameter F, J und H bei  $\lambda \approx 9^\circ$ , aus [3]

Die Werte der Variablen F, J und H für Waldhausen im Strudengau ergeben sich somit zu:

$$F = 0,38$$

$$J = 0,54$$

$$H = 4,365 \text{ km}$$

Unter Kenntnis der Seehöhe  $h = 470\text{m}$  lässt sich die kosmische Dosisleistung berechnen:

$$\dot{D}_k = K \cdot (F + J \cdot e^{h/H}) \quad (2.26)$$

$\dot{D}_k$ ...kosmische Dosisleistung

K...Konstante:  $K=0,185 \text{ mGy/a}$

F, J, H...Variablen, siehe Abbildung 2.17

h...Seehöhe über Meeresspiegel in km

Nun kann die kosmische Dosisleistung mit der Formel (2.26) berechnet werden:

$$\dot{D}_k = K \cdot (F + J \cdot e^{h/H}) = 0,185 \cdot (0,38 + 0,54 \cdot e^{0,47/4,365}) = 0,18 \text{ mGy/a} \quad (2.27)$$

## 2.5 Fehlerberechnung

Das Ergebnis der Altersberechnung obliegt einer Toleranzgrenze, welche zum Einen von statistischen und zum Anderen von systematischen Fehlern abhängt. Die Formeln zur Fehlerberechnung stammen ebenfalls aus [1].

Statistische Fehler sind zufällig auftretende Fehler, die das tatsächliche Ergebnis in beide Richtungen ändern können. Die Ursachen dieser Fehler liegen häufig an den Experimentatoren selbst, z.B. Ablesefehler der Anzeige oder kleinste Schwankungen der Versuchsbedingungen. Statistische Fehler sind also unvermeidbar, lassen sich aber durch wiederholte Messungen und anschließende Mittelwertbildung verringern.

Systematische Fehler treten bei jeder Wiederholung einer Messung in gleichem Ausmaß und in die gleiche Richtung auf. Häufig ist eine mangelhafte Kalibrierung von Messgeräten der Hauptgrund für diese Fehler. Selbst bei häufiger Wiederholung der Messung ist der systematische Fehler nicht zu verringern.

Da eine Gaußverteilung der nicht korrelierten Fehler  $\sigma_i$  angenommen werden kann, ergibt sich der Gesamtfehler mit Standardabweichung  $\sigma_{\text{Ges}}$  als:

$$\sigma_{\text{Ges}}^2 = \sigma_{\text{Sta}}^2 + \sigma_{\text{Sys}}^2 \quad (2.28)$$

$\sigma_{\text{Ges}}$ ...Gesamtfehler

$\sigma_{\text{Sta}}$ ...gesamter statistischer Fehler

$\sigma_{\text{Sys}}$ ...gesamter systematischer Fehler

### 2.5.1 Statistischer Fehler $\sigma_{\text{Sta}}$

Der statistische Fehler setzt sich folgendermaßen zusammen:

$$\sigma_{\text{Sta}}^2 = \sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 \quad (2.29)$$

$\sigma_1$ ...Fehler bei der Thermolumineszenzmessung

$\sigma_2$ ...Fehler bei der Bestimmung der jährlichen Dosis

$\sigma_3$ ...Fehler aufgrund steiniger Umgebung

#### 2.5.1.1 Fehler bei der Thermolumineszenzmessung $\sigma_1$

Bei der Lumineszenzmessung ergeben sich aus den Regressionsgeraden die Werte für  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$  und  $I$  und deren Fehler  $\delta Q_\alpha$ ,  $\delta Q_\beta$  und  $\delta I$ . Daraus lässt sich der Fehler der Lumineszenzmessung mit Kenntnis des Einzeldosisleistungsanteils  $f_\alpha = \dot{D}_\alpha / \dot{D}$  berechnen:

$$\sigma_1^2 = \left[ 100 \cdot \left( 1 - \frac{Q_{\beta+I}}{Q_{\beta}} \cdot f_a \right) \cdot \frac{\delta Q_{\beta}}{Q_{\beta+I}} \right]^2 + \left[ \frac{100 \cdot \delta I}{Q_{\beta+I}} \right]^2 + \left[ 100 \cdot f_a \cdot \frac{\delta Q_a}{Q_a} \right]^2 \quad (2.30)$$

### 2.5.1.2 Fehler bei der Bestimmung der jährlichen Dosis $\sigma_2$

Der Fehler bei der Bestimmung der jährlichen Dosis ist:

$$\sigma_2^2 = 25 \cdot \left[ (f_a + f_{\beta, Th; U} + f_{Y, int, Th; U})^2 + (f_{\beta, K; Rb} + f_{Y, int, K})^2 + (f_Y)^2 \right] \quad (2.31)$$

Mit den Einzeldosisleistungsanteilen  $f_i$ :

$$f_a = \dot{D}_a / \dot{D}$$

$$f_{\beta, Th; U} = \dot{D}_{\beta, Th; U} / \dot{D}$$

$$f_{Y, int, Th; U} = \frac{\dot{D}_{Y, int, Th; U} \cdot (p/100)}{\dot{D}} \dots \text{mit Gewichtung}$$

$$f_{\beta, K; Rb} = \dot{D}_{\beta, K; Rb} / \dot{D}$$

$$f_{Y, int, K} = \frac{\dot{D}_{Y, int, K} \cdot (p/100)}{\dot{D}} \dots \text{mit Gewichtung}$$

$$f_Y = \dot{D}_Y / \dot{D}$$

Die Werte von  $f_a$ ,  $f_{\beta, Th; U}$  und  $f_{Y, int, Th; U}$  sowie  $f_{\beta, K; Rb}$  und  $f_{Y, int, K}$  wurden zusammengefasst, weil sie über dasselbe Messverfahren ( $\alpha$ -Zählung bzw. Kaliumbestimmung mit Neutronenaktivierungsanalyse) zustande gekommen sind und somit korrelieren.

### 2.5.1.3 Fehler aufgrund steiniger Umgebung $\sigma_3$

Sollten bei einer Fundstelle größere Steine oder gar Felsen vorhanden sein, welche die jährliche  $\gamma$ -Dosisleistung beeinflussen könnten, muss dies berücksichtigt werden:

$$\sigma_3 = 100 \cdot r \cdot f_Y \cdot \left( \frac{\dot{D}_1 - \dot{D}_2}{\dot{D}_Y} \right) \quad (2.32)$$

$\dot{D}_1$ ... $\gamma$ -Dosisleistung der umgebenden Erde

$\dot{D}_2$ ... $\gamma$ -Dosisleistung der umgebenden Steine

$r$ ...Gewichtsanteil der Steine in der Umgebung

## 2.5.2 Systematische Fehler $\sigma_{Sys}$

Der systematische Fehler  $\sigma_{Sys}$  setzt sich folgendermaßen zusammen:

$$\sigma_{Sys}^2 = \sigma_4^2 + \sigma_5^2 + \sigma_6^2 \quad (2.33)$$

$\sigma_4$ ...Fehler aufgrund der Kalibrierung

$\sigma_5$ ...Fehler im Thorium/Uran-Verhältnis

$\sigma_6$ ...Fehler bei der Feuchtigkeitsmessung

**2.5.2.1 Fehler aufgrund der Kalibrierung  $\sigma_4$** 

Da bei der Thermolumineszenzmessung einige Messgeräte (z.B. ein  $\alpha$ -Zähler), Bestrahlungsquellen ( $\alpha$ - und  $\beta$ -Quellen) und Standards zur Kaliumgehaltsbestimmung verwendet werden, und alle einen Fehler in der Kalibrierung aufweisen, müssen diese in einem Kalibrierungsfehler  $\sigma_4$  wiedergegeben werden:

$$\sigma_4^2 = 25 \cdot \left[ (f_a)^2 + (1-f_a)^2 + (f_a + f_{\beta, \text{Th;U}} + f_{\gamma, \text{int, Th;U}})^2 + (f_{\beta, \text{K;Rb}} + f_{\gamma, \text{int, K}})^2 + (f_{\gamma, \text{ext}})^2 \right] \quad (2.34)$$

**2.5.2.2 Fehler im Thorium/Uran-Verhältnis  $\sigma_5$** 

Der Fehler der  $\beta$ -Dosisleistung im Thorium/Uran-Verhältnis beträgt höchstens 20%, wenn nur die Thorium- oder Uranzerfallsreihe enthalten ist, siehe Vergleich der Faktoren in Gleichung (2.17). Dieser Fehler beträgt mit 68%-iger Wahrscheinlichkeit weniger als 14%. Ähnliches gilt für die interne  $\gamma$ -Dosisleistung des Thorium/Uran-Anteils, aber mit entgegengesetzten Vorzeichen, siehe Gleichung (2.20). Deswegen ergibt sich der Fehler zu:

$$\sigma_5 = 14 \cdot |f_{\beta, \text{Th;U}} - f_{\gamma, \text{int, Th;U}}| \quad (2.35)$$

**2.5.2.3 Fehler bei der Feuchtigkeitsmessung  $\sigma_6$** 

Aufgrund von jahreszeitlichen Schwankungen der Niederschlagsmengen und Bodenverhältnisse, können Fehler bei der Feuchtigkeitsbestimmung auftreten.

$$\sigma_6 = 100 \cdot \left[ (1,5 \cdot f_a + 1,25 \cdot f_{\beta} + 1,14 \cdot f_{\gamma, \text{int}}) \cdot W + 1,14 \cdot f_{\gamma, \text{ext}} \cdot W_S \right] \cdot \delta F \quad (2.36)$$

$W_S$ ...Sättigungsgewichtzunahme des Bodens

$\delta F$ ...Unsicherheit der Feuchtigkeit

## 3 Versuchsdurchführung

---

### 3.1 Aufbereitung der Proben

Um das Alter der Ziegel mithilfe der Thermolumineszenz-Messanlage (HVK, siehe Punkt 3.2.1 Messgerät) messen zu können, müssen Ziegelstaubpartikel auf Aluminiumdisks mit 10 mm Durchmesser möglichst gleichmäßig aufgebracht werden. Wichtig ist auch die Wahl des Umgebungslichtes, da bei weißem Licht bereits Elektronenfallen entleert werden können, siehe Kapitel 2.3.3.1, und so das Thermolumineszenzsignal verringert werden kann. Aus diesem Grund erfolgt die gesamte Probenaufbereitung unter Rotlicht. Folgende Schritte sind bei der Probenaufbereitung zu erledigen:

- Bohren oder Mahlen
- Fraktionieren
- Sedimentieren

Die Anleitung hierfür stammt aus [2].

#### 3.1.1 Bohren und Mahlen

Um den Probenstaub aus dem Ziegel zu erhalten, gibt es grundsätzlich zwei Methoden: das Bohren und das Mahlen.

Beim Bohren soll der gewonnene Probenstaub die Außenseite des Ziegels aufgrund von Kontamination nicht berühren. Außerdem ist auf eine möglichst geringe Drehzahl des Bohrers zu achten, da durch Hitzeentwicklung bereits Tribolumineszenz entstehen kann. Um im Probenstaub keine Einwirkung von optisch stimulierter Lumineszenz, sowie von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Strahlung von außen berücksichtigen zu müssen, werden die äußersten 2 mm der Ziegeloberfläche abgefräst.

Beim Mahlvorgang muss ebenfalls zuerst 2 mm der Probenoberfläche abgefräst werden. Danach werden mit Hammer und Meißel Stückchen von der Probe

entnommen und in einer Reibschale mit einem Stößel gemahlen. Der Vorteil bei dieser Methode ist die geringere Erwärmung der Probe und die größere Ausbeute des Probenstaubes. Um diese Arbeitsweise durchführen zu können, wird allerdings wegen dem Herausschlagen eines größeren Stücks mit Hammer und Meißel mehr Material vom Ziegel benötigt.

Da bei den meisten Ziegelproben nicht genügend Material für einen reinen Mahlvorgang vorhanden war, wurde der Probenstaub zuerst durch Bohren gewonnen und anschließend gemahlen. Insgesamt wurde jeweils so viel Probenstaub gewonnen, dass das Reagenzglas ca. 0,5 mm bis 0,7 mm gefüllt war.

### **3.1.2 Fraktionieren**

Da für die verwendete Feinkorntechnik nur Korngrößen zwischen 1 und 8  $\mu\text{m}$  verwendet werden dürfen, muss fraktioniert werden. Dies dient der Selektion der Probenkorngrößen. Diese Technik beruht auf dem Stokes'schen Fallgesetz.

1. Der durch Bohren oder Mahlen gewonnene Probenstaub wird mit reinem Aceton 6 cm aufgegossen. Nach dem Stokes'schen Fallgesetz folgt, dass die Flüssigkeit mit den in Schwebelage befindlichen Teilchen nach 2 Minuten in ein 200 ml Becherglas umgefüllt werden muss. Der Bodensatz muss bei diesem Vorgang allerdings im Reagenzglas verbleiben, da Korngrößen von  $> 8 \mu\text{m}$  enthalten sind. Dieser Schritt wird so oft wiederholt, bis der 200 ml Becher ebenfalls 6 cm gefüllt ist.
2. Im Becherglas befinden sich nun Staubpartikel mit einem Durchmesser  $< 8 \mu\text{m}$ . Um die Teilchen  $< 1 \mu\text{m}$  aus dem Aceton zu extrahieren, wird die Flüssigkeit umgerührt und 20 Minuten gewartet. Das Aceton wird derart abgeleert, dass der Bodensatz, der nur aus Teilchen mit Korngrößen zwischen 1 und 8  $\mu\text{m}$  besteht, zurückbleibt.
3. Der verbliebene Bodensatz wird in ein Reagenzglas umgefüllt und wieder bis 6 cm mit Aceton aufgegossen. Danach wird die Probe 2 bis 3 Minuten mit der Zentrifuge, siehe Abbildung 3.1, zentrifugiert.



Abbildung 3.1: Die verwendete Zentrifuge

4. Um Körner aufzulockern und zu reinigen, wird das Reagenzglas mit 5%-iger Essigsäure ca. 4 bis 5 cm befüllt und 10 Minuten in das Ultraschallbad, siehe Abbildung 3.2, gegeben. Die Essigsäure hat zusätzlich den Vorteil, dass Karbonate gelöst und so von den gewünschten Partikeln (Quarz, Feldspat) entfernt werden. Karbonate würden ein zusätzliches und somit unerwünschtes Signal bei der Thermolumineszenzmessung liefern, mehr Informationen sind im Kapitel 2.3.3.4 „Spurious Thermoluminescence“ und in [9] zu finden.



Abbildung 3.2: Das verwendete Ultraschallbad

5. Nachdem die Essigsäure abgeleert wurde, wird das Reagenzglas mit destilliertem Wasser bis zur 6-cm-Markierung aufgefüllt und ins Ultraschallbad gegeben. Danach wird zentrifugiert und das Wasser abgeleert. Dieser Vorgang hat den Zweck, die Essigsäure komplett aus der Probe zu entfernen und dadurch Effekte wie Chemilumineszenz zu vermeiden. Dieser Schritt ist danach nochmals zu wiederholen.
6. Anschließend wird Punkt 5 mit Aceton statt destilliertem Wasser wiederholt.
7. Da sich durch die Essigsäure die Körner aufgelockert und geteilt haben können, ist es wahrscheinlich, dass Partikel mit einem Durchmesser  $< 1 \mu\text{m}$  vorhanden sind. Um diese neu entstandenen Körner zu extrahieren, wird das Reagenzglas bis zur 6-cm-Markierung aufgefüllt. Nachdem die Flüssigkeit umgerührt wurde, wartet man 20 Minuten und gießt das Aceton ohne Bodensatz ab.
8. Der verbliebene Bodensatz mit Korngrößen zwischen 1 und  $8 \mu\text{m}$  wird nun für mindestens 8 Stunden bei  $40^\circ\text{C}$  im Ofen getrocknet.
9. Der gewonnene Probenstaub wird abschließend in einem lichtundurchlässigen Behälter abgewogen, um die Anzahl an benötigten Aluminiumdisks zu ermitteln.

### 3.1.3 Sedimentieren

Bei der Sedimentation wird der fraktionierte Probenstaub auf Aluminiumdisks mit 10 mm Durchmesser aufgebracht. Dies geschieht in folgenden Schritten:

1. In die Öffnungen der Aluminiumständer, siehe Abbildung 3.3, kommt je eine Aluminiumdisk.



Abbildung 3.3: Aluminiumständer für das Sedimentieren

2. Danach wird in jede Öffnung ca.  $\frac{1}{2}$  ml Aceton gefüllt.
3. In ein Becherglas wird der zuvor abgewogene Probenstaub mit so viel Aceton vermischt, dass 2 mg Staub auf 1 ml Aceton entfällt. Um eine bestmögliche Durchmischung zu erhalten, wird das Becherglas für 1 Minute in das Ultraschallbad gegeben.
4. In jede Öffnung der Aluminiumständer wird nun 1 ml der Lösung pipettiert. Um das erneute Absinken des Probenstaubes im Aceton zu verhindern, wird

das Becherglas nach jeder Pippetierung erneut kurz in das Ultraschallbad gegeben.

5. Nachdem alle Aluminiumständer mit der Aceton/Probenstaub-Lösung befüllt worden sind, lässt man die Ständer 20 Minuten stehen, sodass der Großteil der Staubteilchen absinken kann.
6. Zum Schluss kommen die Aluminiumständer für mindestens 8 Stunden bei 40 °C in den Ofen. Der Luftabzug des Ofens sollte offen bleiben. Auf diese Weise kann das Aceton besser entweichen.
7. Nach der Trocknungsphase werden die Disks durch Kippen der Aluminiumständer entnommen. Das Ergebnis des Sedimentierens ist in Abbildung 3.4 zu sehen.



Abbildung 3.4: Probenplättchen nach dem Sedimentieren

### 3.2 Messung der Thermolumineszenz

In Abbildung 3.5 ist der Messaufbau der Thermolumineszenz allgemein skizziert. In der stickstoffgefüllten Messkammer befinden sich die Proben und die Heizplatte, darüber der Photomultiplier, welcher sein Signal an einen x-/y-Plotter (bzw. Computer) sendet. Nicht eingezeichnet sind die  $\alpha$ - und  $\beta$ -Quellen.

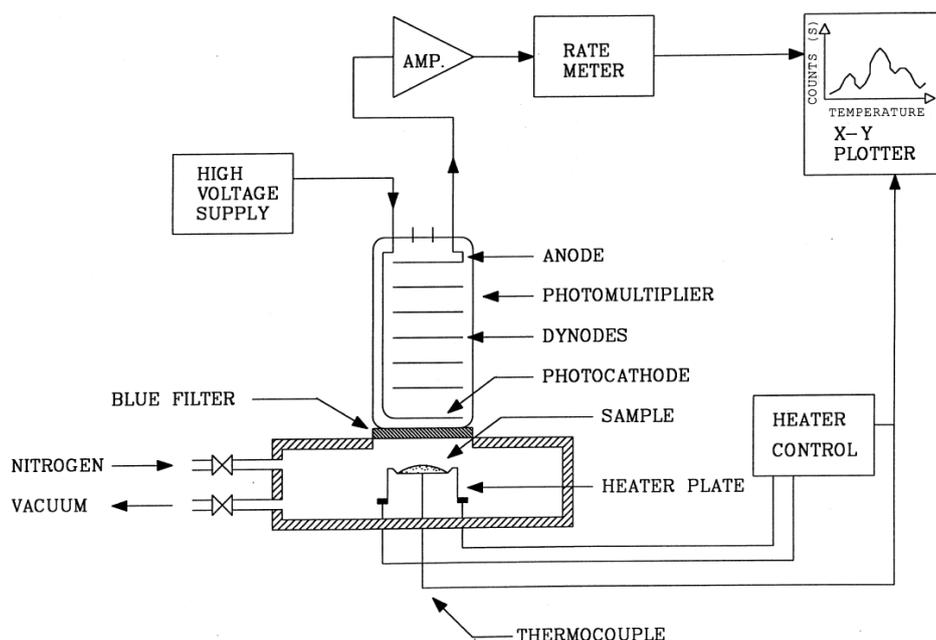


Abbildung 3.5: Schema des Messaufbaus zur Messung der Thermolumineszenz, nach [14]

### 3.2.1 Messgerät

Das Messgerät zur Ermittlung des Thermolumineszenzsignals ist die HVK-Anlage, benannt nach den Entwicklern Henzinger, Vana und Kubelik. Dieses Messinstrument ermöglicht neben dem Ausheizen und Messen des Signals auch eine Bestrahlung mit einer  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Quelle, siehe [13].



Abbildung 3.6: Ansicht der Thermolumineszenzanlage "HVK"

Die Anlage besteht aus folgenden Komponenten:

- Messkammer
- Computer mit Steuerungsprogramm
- Vakuumpumpe
- Druckflasche mit hochreinem Stickstoff
- Photomultiplier (Typ EMI 9235QA) mit Filter (Schott UG 11)
- Heizelement
- $\alpha$ -Quelle ( $^{241}\text{Am}$ )
- $\beta$ -Quelle ( $^{90}\text{Sr}$  /  $^{90}\text{Y}$ )

Die  $\alpha$ - und  $\beta$ -Quelle wurden am 15.12.1992 kalibriert und ergaben folgende Dosisleistungen, siehe [13]:

Quelle	Dosisleistung [Gy/min]
$\alpha$ -Quelle	3,18
$\beta$ -Quelle	0,58

Tabelle 3.1: Kalibrierte Dosisleistungen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Quelle

Durch die Kenntnis der Halbwertszeit von  $^{241}\text{Am}$  (433 Jahre) und  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  (28 Jahre) können die für den Messzeitraum aktuellen Dosisleistungen (2011) berechnet werden. Dies führt zu folgenden Dosisleistungen:

Quelle	Dosisleistung [Gy/min]
$\alpha$ -Quelle	$\sim 3,1$
$\beta$ -Quelle	$\sim 0,4$

Tabelle 3.2: Berechnete Dosisleistungen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Quelle

### 3.2.2 Messung

Um das Thermolumineszenzsignal der Proben zu messen, müssen zuerst die gewünschten Parameter in das Computerprogramm zur Steuerung der HVK-Anlage eingegeben werden. Diese sind die Anzahl der zu messenden Disks bzw. Proben, der Heizbereich, die Bestrahlungsquelle und die Bestrahlungsdauer.

Die Anzahl der zu messenden Disks kann theoretisch 60 Stück betragen, sollte jedoch aufgrund der Positionsgenauigkeit der Schieber der HVK-Anlage nicht höher als ca. 10 sein.

Der Heizbereich ist von 20 bis 500°C eingestellt und umfasst somit den Bereich von Raumtemperatur bis hin zu Temperaturen, bei denen die Planck'sche Schwarzkörperstrahlung bereits den wesentlichen Beitrag zum Messsignal liefert. Um diesen unerwünschten Beitrag abzuziehen, wird die Probe erneut gemessen und die zwei erhaltenen Glowkurven voneinander subtrahiert, siehe z.B. Abbildung 3.10 Seite 36.

Um sowohl die  $\alpha$ - als auch die  $\beta$ -Empfindlichkeit der Probe zu ermitteln, wird als  $\alpha$ -Quelle  $^{241}\text{Am}$  und als  $\beta$ -Quelle  $^{90}\text{Sr} / ^{90}\text{Y}$  verwendet. Über die Bestrahlungsdauer wird die absorbierte Dosis bestimmt. Hierfür gilt folgendes:

- 5 Minuten Bestrahlungszeit entspricht einer Dosis von 15,54 Gy bei  $\alpha$ - und 1,84 Gy bei  $\beta$ -Strahlung
- 10 Minuten Bestrahlungszeit entspricht einer Dosis von 31,09 Gy bei  $\alpha$ - und 3,68 Gy bei  $\beta$ -Strahlung
- 15 Minuten Bestrahlungszeit entspricht einer Dosis von 46,63 Gy bei  $\alpha$ - und 5,52 Gy bei  $\beta$ -Strahlung
- 20 Minuten Bestrahlungszeit entspricht einer Dosis von 62,18 Gy bei  $\alpha$ - und 7,36 Gy bei  $\beta$ -Strahlung

### 3.2.2.1 Messablauf

Beim Messablauf wird zuerst versucht, die Äquivalentdosen abzuschätzen. Hierbei werden zwei Disks ohne zusätzliche Bestrahlung erwärmt und gemessen, daraus erhält man die natürlichen Glowkurven. Danach wird eine dieser zwei Disks fünf Minuten (1,84 Gy) mit der  $\beta$ -Quelle bestrahlt und die andere Disk zehn Minuten (3,68 Gy), daraus folgen die Second-Glowkurven. Mit den Second-Glowkurven kann das Intercept bestimmt werden, also die Abweichung vom linearen Dosis-Ansprechvermögen bei geringen Dosen. Die dritte und vierte Disk werden ebenfalls fünf beziehungsweise zehn Minuten mit der  $\beta$ -Quelle bestrahlt. Bei diesen Proben ist noch die natürlichen Thermolumineszenz vorhanden, sie wurden also nicht vorher ausgeheizt.

Mit diesen erhaltenen Daten kann das Alter des zu bestimmenden Ziegels bereits grob abgeschätzt werden. Um das Ergebnis noch zu verbessern, sollten mehrere Glowkurven gemessen werden, die sowohl die  $\alpha$ - als auch die  $\beta$ -Dosischarakteristik aufzeigen. Es werden also noch weitere Disks mit der  $\alpha$ - beziehungsweise  $\beta$ -Quelle bestrahlt.

### 3.2.2.2 Auswerteprogramm

Nach Beendigung der Messungen kann mit Hilfe der gewonnen Glowkurven und dem Auswerteprogramm „Mda“ das Alter der Probe bestimmt werden. Eine ausführliche Beschreibung ist in [3] zu finden. Die wichtigsten Funktionen sind:

- Glowkurven-Anzeigefenster:  
Hier werden nicht nur die verschiedenen Glowkurven, sondern auch der Plateautest dargestellt. Außerdem wird in diesem Fenster der Integrationsbereich mit dem Hauptcursor eingestellt, der für die Altersdatierungen herangezogen wird. Als Beispiel dient u.a. Abbildung 3.10 auf Seite 36.
- Batch-Routine:  
Dieser Button, Abbildung 3.7, dient zum Entfernen des Backgrounds (Schwarzkörperstrahlung und Rauschen des Photomultipliers) der gemessenen Glowkurve. Dieser Background kann entweder mit der HVK-Anlage gemessen oder mit der Batch-Routine synthetisch generiert werden.



Abbildung 3.7: Button für die Batch-Routine

- Plateautest:  
Durch Betätigen des Plateautest-Button, siehe Abbildung 3.8, wird eine Glowkurve durch eine andere dividiert, um so den Plateautest durchführen zu können und den geeigneten Integrationsbereich zu ermitteln.



Abbildung 3.8: Button für den Plateautest

- **Regressionsgeraden-Anzeigefenster:**  
In diesem Bereich werden drei Regressionsgeraden, Äquivalenzdosiswerte  $Q_\alpha$  und  $Q_\beta$ , Intercept I und das Alter der Probe angegeben, siehe z.B. Abbildung 3.13 auf Seite 39.
- **Altersberechnung:**  
Für die Altersberechnung sind noch zusätzliche Werte notwendig, die durch Betätigung des entsprechenden Buttons eingegeben werden können, siehe Abbildung 3.9. Diese Parameter sind die  $\alpha$ -Zerfallsrate, die Paarzerfallsrate, die Gewichtszunahme bei Sättigung, der Feuchtigkeitsanteil, der  $K_2O$ -Anteil, die kosmische und externe  $\gamma$ -Dosisleistung, die Probenform und schlussendlich die Dicke der Probe. Für die Berechnung des Alters werden die Formeln aus Kapitel 2.4 „Formeln zur Altersberechnung“ verwendet. Die Altersdatierung erfolgt automatisch vom Programm und gibt das berechnete Alter inklusive Fehler an.



Abbildung 3.9: Button für die Altersberechnung

In Abbildung 3.10 ist eine Glowkurve der Probe 10a zu sehen. Hierbei wird eine Probe auf 500°C aufgeheizt und das emittierte Licht mit einem Photomultiplier gemessen. Die blaue Glowkurve ist das von der HVK-Anlage gemessene Signal und die rote Kurve der ebenfalls gemessene Background, der sich aus dem Dunkelstrom des Photomultipliers, der Planck'schen Strahlung und nicht thermisch stimulierter Lumineszenz zusammensetzt. Bei der ockerfarbenen Glowkurve ist nur noch das Thermolumineszenzsignal zu sehen, da hier der Background subtrahiert wurde.

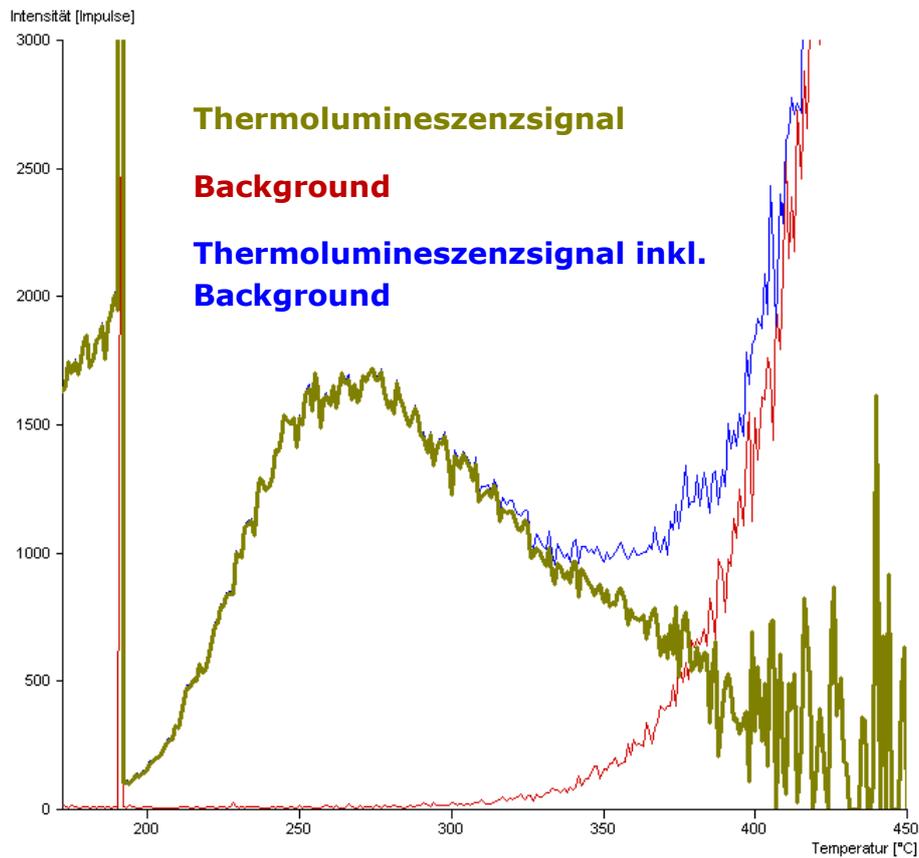


Abbildung 3.10: Beispiel einer N $\beta$ 3-Glowkurve der Probe 10a mit (Blau) und ohne (Ocker) Background, sowie des Backgrounds alleine (Rot)

Abbildung 3.11 zeigt eine Auswahl an Glowkurven, die zusätzlich mit einer  $\beta$ -Quelle unterschiedlich lange bestrahlt wurden (N $\beta$ 1 – 5 min.; N $\beta$ 2 – 10 min.; N $\beta$ 3 – 15 min.) und solche, bei denen nur die natürliche Thermolumineszenz gemessen wurde (N00).

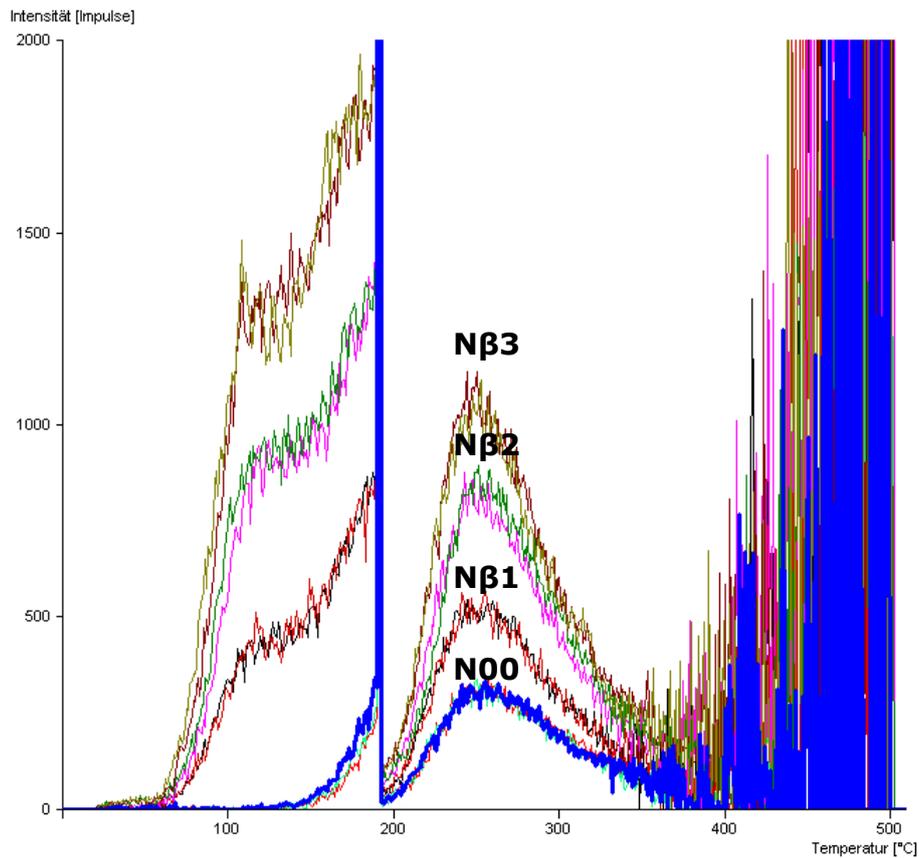


Abbildung 3.11: Glowkurven, die zusätzlich im Labor mit unterschiedlicher  $\beta$ -Dosisleistung bestrahlt wurden

Um den geeignetsten Auswertebereich für eine Probe zu finden, wird ein sogenannter Plateautest durchgeführt, siehe Abbildung 3.12. Bei dieser Methode wird das Thermolumineszenz-Signal einer natürlichen Probe (N00) durch das Signal einer Probe, die zusätzlich mit einer  $\beta$ -Quelle bestrahlt wurde (N $\beta$ 1, N $\beta$ 2 oder N $\beta$ 3), dividiert. Der verwendete Auswertebereich sollte ein horizontales Signal mit wenig Schwankung liefern. Dies stellt sicher, dass die verschiedenen Glowkurven in diesem Bereich nur durch einen konstanten Faktor voneinander abweichen, in Abbildung 3.12 wäre das bei einer Temperatur von 267 bis 295°C.

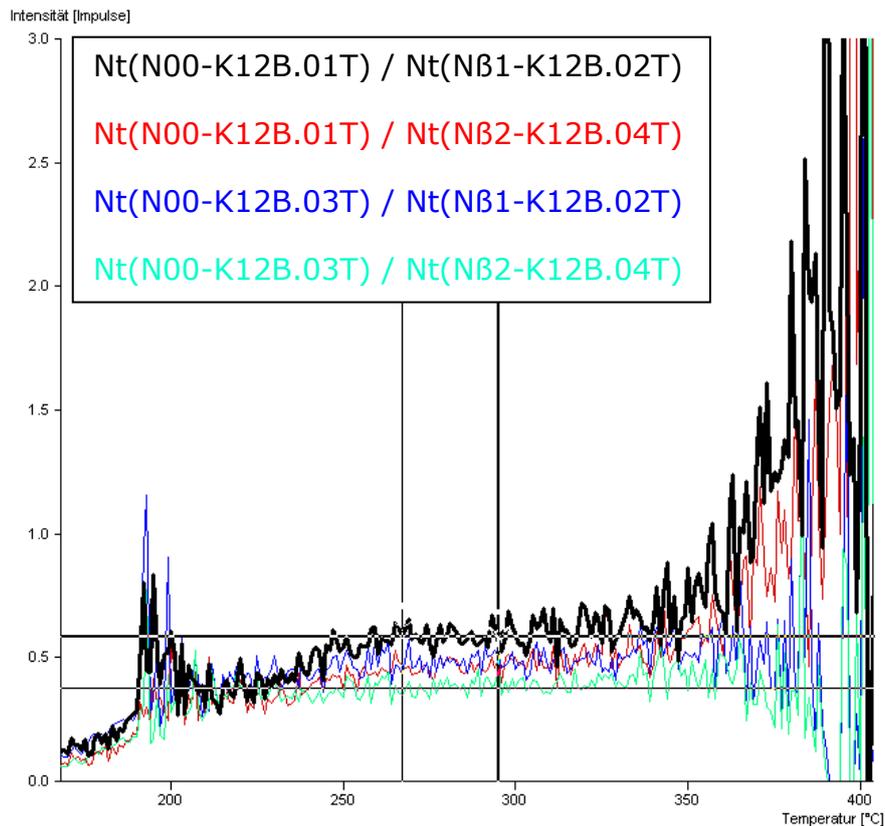


Abbildung 3.12: Plateautest einer Probe

Nachdem der Integrationsbereich (Auswertebereich) ausgewählt wurde, werden die vom Auswerteprogramm ermittelten Werte in ein Diagramm übergetragen, wobei auf der Abszisse die zusätzliche Dosis und auf der Ordinate die Ergebnisse der Integration (Impulse des Photomultipliers) aufgetragen wird. So erhält man für jede einzelne Glowkurve einen Punkt in diesem Diagramm, siehe Abbildung 3.13. Es gibt je eine Gerade für die natürlichen und  $\beta$ -bestrahlten Proben ( $N\beta$ ), eine für die ausschließlich  $\beta$ -bestrahlten Proben ( $S\beta$ ) und eine für die natürlichen und  $\alpha$ -bestrahlten Proben ( $N\alpha$ ).

Aus der  $N\beta$ -Regressionsgeraden lassen sich die Äquivalentdosis  $Q_\beta$ , aus der  $N\alpha$ -Geraden die Äquivalentdosis  $Q_\alpha$  und aus der  $S\beta$ -Geraden das Intercept  $I$  bestimmen, siehe Kapitel 2.3.5 „Bestimmung der archäologischen Dosis“. Die Werte von  $Q_\beta$ ,  $Q_\alpha$  und  $I$  werden automatisch in das Altersberechnungsprogramm übertragen.

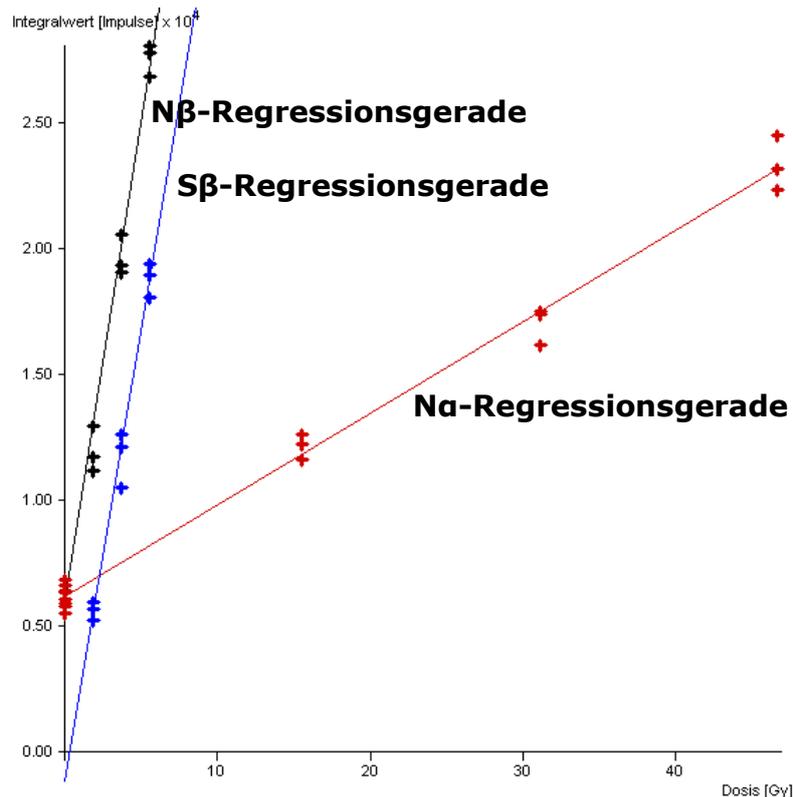


Abbildung 3.13: Beispiel von Regressionsgeraden

## 3.3 Bestimmung zusätzlicher Parameter

### 3.3.1 Form und Abmessungen der Probe

Die Form und Abmessungen der Probe sind für die Berechnung der tatsächlichen  $\gamma$ -Dosisleistung nötig. Da die Probe nicht unendlich ausgedehnt ist, können die interne und externe  $\gamma$ -Dosisleistung nicht einfach addiert werden, sondern müssen um den Eigendosisanteil  $p$  korrigiert werden. Im Altersberechnungsprogramm lässt sich zwischen kugelförmigen und flachen Proben auswählen. Für die Datierung der Ziegel sind in diesen Fällen nur flache Proben (mit der Dicke  $d$  in cm) vorhanden, womit sich der Eigendosisanteil folgendermaßen zusammensetzt:

$$p = 100 \cdot (1 - e^{-(0,06 - 0,07 \cdot d)}) \quad (3.1)$$

### 3.3.2 Feuchtigkeitswerte

Eine ausführliche Erläuterung über den Einfluss der Feuchtigkeit zur Altersbestimmung ist im Kapitel 2.4 „Formeln zur Altersberechnung“ zu finden.

### 3.3.3 Kaliumgehalt – Neutronenaktivierungsanalyse

Ein entscheidender Parameter zur Datierung der Ziegelproben ist der Anteil an Kalium bzw.  $K_2O$  zur Bestimmung der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Dosisleistung, siehe Kapitel 2.4. Dieser Anteil kann mit der Neutronenaktivierungsanalyse ermittelt werden, siehe [17]. Das Prinzip beruht auf der Aktivität eines Nuklids, welches aufgrund durch Neutronenabsorption radioaktiv wurde. Diese Aktivierung wird im Reaktor des Atominstututs der TU Wien vorgenommen. Durch Messung der Aktivität der

charakteristischen Strahlung und Vergleich mit einem bekannten Standard, kann daraus die Konzentration der Probe ermittelt werden, siehe Kapitel 3.3.3.1. Für die Messung sind folgende Schritte notwendig:

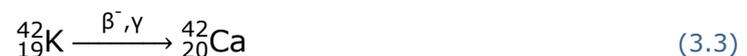
- Probenaufbereitung
- Bestrahlung
- Messung
- Auswertung

Für die Aufbereitung wird zuerst ein kleines Stück des Probenmaterials in einer Reibschale gemahlen oder mit einem Bohrer abgefräst. Danach wird der so gewonnene Probenstaub in einem Ofen getrocknet. Nach dem Trocknen werden ca. 100 mg der Probe in eine Polyethylenkapsel eingewogen. Wichtig ist hierbei, dass die Kapsel mit einer Pinzette hantiert wird und nicht mit den Händen berührt wird.

Die Bestrahlung der Kapsel mit dem Probenmaterial erfolgt anschließend für zwei Minuten am Reaktor des Atominstututs. Hierbei entsteht unter Neutroneneinfang aus  $^{41}\text{K}$  das radioaktive  $^{42}\text{K}$ :



$^{42}\text{K}$  zerfällt danach mit einer Halbwertszeit  $T_{1/2}$  von 12,36 Stunden und emittiert dabei  $\gamma$ -Strahlung mit einer charakteristischen Energie von 1524 eV. Dies führt zu:



Gemessen wird dieser Vorgang bzw. die  $\gamma$ -Strahlung mittels Gammaskopie. Somit kann sowohl das entsprechende Radionuklid über die Energie der charakteristischen Strahlung, als auch die Aktivität dieses Elements bestimmt werden. Die Fläche unter dem gemessenen Peak ist ein Maß für die Konzentration des Radionuklids in der Probe.

Um die Auswertung durchführen zu können, muss noch eine Probe mit bekanntem K-Anteil, dem Standard, gemessen werden. Außerdem sind einige Parameter von  $^{42}\text{K}$  notwendig:

$$T_{1/2}(^{42}\text{K}) = 12,36\text{h} \quad (3.4)$$

$$\lambda = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} = 15,58 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1} \quad (3.5)$$

$T_{1/2}$ ...Halbwertszeit

$\lambda$ ...Zerfallskonstante

Mit den folgenden Formeln können die Aktivität und die spezifische Aktivität ermittelt werden:

$$A_t = \frac{N}{t} \quad (3.6)$$

$$A_0 = A_t \cdot e^{\lambda \cdot T_D} \quad (3.7)$$

$$S = \frac{A_0}{m} \quad (3.8)$$

$A_t$ ...Aktivität der Probe nach Messende [Bq]

$N$ ...ROI (Region Of Interest) der Probe [Counts]

$t$ ...Messzeit [s]

$A_0$ ...Aktivität bezogen auf den Messbeginn [Bq]

$T_D$ ...Zeitdifferenz zwischen Standard- und Probenmessung [s]

$S$ ...spezifische Aktivität der Probe [Bq/mg]

$m$ ...Masse der Probe [mg]

Setzt man nun obige Formeln in das Verhältnis

$$\frac{S_{\text{Standard}}}{C_{\text{Standard}}} = \frac{S_{\text{Probe}}}{C_{\text{Probe}}}, \quad (3.9)$$

erhält man bei Bekanntem  $C_{\text{Standard}}$  nach Umformung folgende Gleichung für die Konzentration der Probe  $C_{\text{Probe}}$ :

$$C_{\text{Probe}} = C_{\text{Standard}} \cdot \left( \frac{N_{\text{Probe}} \cdot e^{\lambda \cdot T_D} \cdot T_{\text{Standard}} \cdot m_{\text{Standard}}}{N_{\text{Standard}} \cdot T_{\text{Probe}} \cdot m_{\text{Probe}}} \right) \quad (3.10)$$

$C_{\text{Probe}}$ ...Kaliumkonzentration der Probe [%]

$C_{\text{Standard}}$ ...Kaliumkonzentration des Standards [%]

$N_{\text{Probe}}$ ...ROI der Probe [Counts]

$N_{\text{Standard}}$ ...ROI des Standards [Counts]

$T_{\text{Probe}}$ ...Messzeit der Probe [s]

$T_{\text{Standard}}$ ...Messzeit des Standards [s]

$m_{\text{Probe}}$ ...Masse der Probe [mg]

$m_{\text{Standard}}$ ...Masse des Standards [mg]

$\lambda$ ...Zerfallskonstante von  $^{42}\text{K}$  [1/s]

$T_D$ ...Zeitdifferenz zwischen Proben- und Standardmessung ( $T_{\text{AbklingzeitProbe}} - T_{\text{AbklingzeitStandard}}$ ) [s]

### 3.3.3.1 Beispiel anhand der Probe 2c

Als Beispiel ist hier die Probe 2c und der Standard „Bonn“ mit folgenden Werten angegeben:

	K-Konzentration C [%]	N (ROI) [counts]	Abklingzeit T [s]	Masse m [mg]
Standard	1,337	341	8108	112,85
Probe 2c	gesucht	803	7597	122,49

Tabelle 3.3: Beispielwerte für die Berechnung der Kalium-Konzentration

Des Weiteren müssen die Messzeiten  $T_{\text{Probe}}$ ,  $T_{\text{Standard}}$  (jeweils 180 Sekunden) und die Zerfallskonstante  $\lambda$  ( $\lambda = 1,5576 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) bekannt sein:

$$C_{\text{Probe}} = C_{\text{Standard}} \cdot \left( \frac{N_{\text{Probe}} \cdot e^{\lambda \cdot T_{\text{D}}} \cdot T_{\text{Standard}} \cdot m_{\text{Standard}}}{N_{\text{Standard}} \cdot T_{\text{Probe}} \cdot m_{\text{Probe}}} \right) =$$

$$= 1,337 \cdot \left( \frac{803 \cdot e^{\lambda \cdot (8108 - 7597)} \cdot 180 \cdot 112,85}{341 \cdot 180 \cdot 122,49} \right) = 2,88 \%$$

Das Auswertprogramm benötigt für die Berechnung den Konzentrationsanteil von  $\text{K}_2\text{O}$ , was eine Umrechnung erfordert. Hierfür werden die Atommassen von Kalium (K) und Sauerstoff (O) benötigt [11]:

K...39,10 u

O...16,00 u

Aus diesen Informationen lässt sich der relative Anteil von  $\text{K}_2$  in  $\text{K}_2\text{O}$  berechnen:

$$\frac{\text{K}_2}{\text{K}_2\text{O}} = \frac{39,10 \cdot 2}{39,10 \cdot 2 + 16,00} = 0,830 \quad (3.11)$$

Für die Umrechnung von dem gemessenen Kaliumwert in  $\text{K}_2\text{O}$  ergibt dies:

$$\text{K}_2\text{O} = \frac{\text{K}_2}{0,830} \quad (3.12)$$

100 % Kaliumoxid ( $\text{K}_2\text{O}$ ) entsprechen demnach ca. 83 % Kalium ( $\text{K}_2$ ).

Somit ist bei der Probe 2c die  $\text{K}_2\text{O}$ -Konzentration  $\text{K}_2\text{O} = \text{K}_2 / 0,830 = 2,88 \% / 0,830 = 3,47 \%$

### 3.3.3.2 Kalium-Konzentrationen aller Proben

In nachfolgender Tabelle sind die Kaliumkonzentrationen ( $K_2O$ ) aller gemessenen Proben angegeben.

Probe	$K_2O$ [%]	Fehler
1a	2,8686	$\pm 0,051$
1b	2,9434	$\pm 0,070$
2a	2,7628	$\pm 0,066$
2b	3,0152	$\pm 0,071$
2c	3,4676	$\pm 0,184$
3a	2,9067	$\pm 0,191$
3b	3,2198	$\pm 0,214$
3c	2,7730	$\pm 0,214$
6a	3,6220	$\pm 0,177$
6b	3,0982	$\pm 0,199$
7a	2,6273	$\pm 0,063$
8a	2,3916	$\pm 0,071$
8b	3,2919	$\pm 0,160$
8c	2,8711	$\pm 0,062$
10a	3,0109	$\pm 0,172$
11a	2,5650	$\pm 0,063$
12a	3,3245	$\pm 0,082$
12b	3,0488	$\pm 0,067$
13a	2,4247	$\pm 0,189$
13b	2,6192	$\pm 0,081$
Lehm	2,6139	$\pm 0,176$
Bonn	1,6111	$\pm 0,099$

Tabelle 3.4: Kaliumkonzentrationen aller gemessenen Proben, [29]

### 3.3.4 Thorium/Uran-Verhältnis – $\alpha$ -Zähler

Um eine genauere Analyse der Datierung zu erhalten, muss das Thorium/Uran-Verhältnis bestimmt werden. Dies geschieht über eine Messung der  $\alpha$ -Zerfälle und der Koinzidenzpaare. Als Messgerät wird der  $\alpha$ -Zähler „Typ 582“ des Unternehmens Daybreak mit einem Photomultiplier verwendet, siehe Abbildung 3.14.



Abbildung 3.14: Der verwendete  $\alpha$ -Zähler

Für die Messung wird in einer Plexiglasdose auf eine Zinksulfid-Szintillatorfolie mit 44 mm Durchmesser so viel Probenmaterial aufgebracht, dass die gesamte Folie abgedeckt ist. Trifft nun ein  $\alpha$ -Teilchen auf die Szintillatorfolie, emittiert diese einen Lichtblitz. Diese Photonen werden im nachgereihten Photomultiplier vervielfacht und anschließend von der Zähllektronik registriert. Diese Elektronik kann außerdem mit Hilfe eines Diskriminators zwischen langsamen und schnellen Paarzerfällen unterscheiden.

Um verwertbare Ergebnisse zu erhalten, wird vor der eigentlichen Messung noch der Background durch Messung ohne Probenmaterial für 4 bis 5 Tage gemessen. Erst danach wird die Szintillationsfolie mit einer ca. 1 mm dicken Materialschicht bedeckt und ebenfalls wieder 4 bis 5 Tage gemessen. Grundsätzlich würde auch eine ca. 0,1 mm dicke Schicht genügen, siehe [2], doch war stets ausreichend Probenmaterial für eine Belegung von 1 mm vorhanden.

### 3.3.4.1 Formeln zur Ermittlung des Backgrounds

Die Formeln zur Berechnung der  $\alpha$ - und Paarzerfallsrate des Backgrounds, siehe Formeln (3.13) bis (3.16), stammen aus [3]. Aufgrund der Kalibrierung dieser Formeln auf Szintillatorfolien mit einem Durchmesser von 42 mm und der Verwendung bei der Messung von Folien mit einem Durchmesser von 44 mm, musste der Faktor  $42^2/44^2$  in die Formeln eingefügt werden. Dieser Faktor beschreibt also eine Umformung der Fläche, siehe [1] und [3].

$$a_B = \frac{a_{B,ges}}{t_B} \cdot 1000 \cdot \frac{42^2}{44^2} \quad (3.13)$$

$$d_B = \frac{d_{B,ges}}{t_B} \cdot 1000 \cdot \frac{42^2}{44^2} \quad (3.14)$$

$a_B$ ... $\alpha$ -Zerfallsrate bei der Backgroundmessung [counts/ks]

$d_B$ ...Paarzerfallsrate bei der Backgroundmessung [counts/ks]

$t_B$ ...Messzeit der Background-Berechnung [s]

$a_{B,ges}$ ... $\alpha$ -Zerfälle gesamt

$d_{B,ges}$ ...Paarzerfälle gesamt

### 3.3.4.2 Formeln der zur Ermittlung der $\alpha$ -Zerfallsraten

Die Formeln zur Berechnung der  $\alpha$ - und Paarzerfallsrate stammen aus [3] und sind ähnlich aufgebaut wie jene für den Background.

$$a_{\alpha} = \frac{a_{\alpha,ges}}{t_{\alpha}} \cdot 1000 \cdot \frac{42^2}{44^2} - a_B \quad (3.15)$$

$$d_{\alpha} = \frac{d_{\alpha,ges}}{t_{\alpha}} \cdot 1000 \cdot \frac{42^2}{44^2} - d_B - 0,38 \cdot \frac{a_{\alpha}^2}{1000} \quad (3.16)$$

$a_{\alpha}$ ... $\alpha$ -Zerfallsrate bei der  $\alpha$ -Zerfalls-Berechnung [counts/ks]

$d_{\alpha}$ ...Paarzerfallsrate bei der  $\alpha$ -Zerfalls-Berechnung [counts/ks]

$t_{\alpha}$ ...Messzeit bei der  $\alpha$ -Zerfalls-Berechnung [s]

$a_{\alpha,ges}$ ... $\alpha$ -Zerfälle gesamt

$d_{\alpha,ges}$ ...Paarzerfälle gesamt

### 3.3.5 Bestimmung der $\gamma$ -Dosisleistung

Die  $\gamma$ -Dosisleistung kann im Wesentlichen über zwei verschiedene Methoden ermittelt werden. Entweder man verwendet die Strahlenkarte der Republik Österreich und schätzt den Wert für kosmische und terrestrische Dosis oder man führt eine  $\gamma$ -Messung vor Ort durch.

Da sich Waldhausen im Strudengau genau an einer geologischen Grenze befindet und somit die Werte für die externen Dosisleistungen der nächstgelegenen, in der Strahlenkarte verzeichneten Orte stark differieren, wurde für die Datierung auf vor Ort gemessene Werte zurückgegriffen, siehe 3.3.5.1 und 3.3.5.2.

#### 3.3.5.1 $\gamma$ -Messung in der Kirche und außerhalb der Kirche

Für die Bestimmung der  $\gamma$ -Dosisleistung vor Ort wurden zunächst in der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau (umgeben von Granit) und außerhalb der Kirche Messungen der Dosisleistung mit einem Szintillationsmessgerät durchgeführt.

Messung in der Kirche:  $308 \frac{nGy}{h} \rightarrow 2,70 \frac{mGy}{a}$

Messung außerhalb der Kirche:  $185 \frac{nGy}{h} \rightarrow 1,62 \frac{mGy}{a}$

Da als durchschnittlicher Einfluss der  $\gamma$ -Strahlung das arithmetische Mittel der beiden Werte angenommen wird, ergibt dies somit  $2,16 \frac{mGy}{a}$ . Für die weitere Berechnung im Auswerteprogramm „Mda“ muss die  $\gamma$ -Dosisleistung in eine kosmische und eine externe Komponente geteilt werden, siehe Tabelle 3.5. Hierfür werden noch der Breitengrad, Längengrad und die Höhe über Meeresspiegel der Probe benötigt, diese sind für Waldhausen  $48^{\circ}17'N$ ,  $14^{\circ}57'O$

und 470 m über Mittelmeer. Nach Eingabe dieser Parameter in das Altersberechnungsprogramm „Mda“ erhält man für die kosmische Dosisleistung  $\dot{D}_k$  und für die externe Dosisleistung  $\dot{D}_{y,ext}$  folgende Werte:

Ort	externe Dosisleistung [mGy/a]	kosmische Dosisleistung [mGy/a]
Waldhausen (OÖ)	1,98	0,18

Tabelle 3.5: gemittelte Dosisleistungen in mGy/a in Waldhausen

### 3.3.5.2 $\gamma$ -Messung vor Ort an den Entnahmestellen der Pfarrkirche von Waldhausen, siehe Abbildung 4.1

Angesichts der beträchtlichen Unterschiede der Messergebnisse der Dosisleistung in und außerhalb der Kirche wurde beschlossen, am 01.02.2012 erneut in Waldhausen zu messen. Um den tatsächlichen Wert der Dosisleistung zu bestimmen, wurde dieses Mal bei den einzelnen Probenentnahmestellen für jeweils ca. eine Minute mit dem Szintillationsmessgerät in Abständen von 5 cm und 100 cm gemessen. Dies führte zu folgenden Werten:

Probe	Abstand [cm]	Energiedosisleistung [nGy/h]	Energiedosisleistung [mGy/a]
7a	100	265	2,32
	5	254	2,23
7b	100	237	2,08
	5	245	2,15
8b	100	201	1,76
8c	100	230	2,02
1a & 1b	100	207	1,81
	5	227	1,99
2a	100	186	1,63
	5	210	1,84
2c	100	186	1,63
	5	214	1,88
	50	201	1,76
6b	100	196	1,72
6a	100	166	1,45
	5	197	1,73
3a & 3b	100	235	2,06
10a & 10b	100	267	2,34
11a	100	272	2,38
	5	294	2,58
12a	100	252	2,21
	5	268	2,35
12b	100	263	2,30
	5	276	2,42
13a & 13b	100	234	2,05
	5	266	2,33

Tabelle 3.6: Messungen der  $\gamma$ -Dosisleistung

Um den Einfluss der Umgebung auf die Dosisleistung zu minimieren, wurde beschlossen, die Dosisleistungen bei 5 cm für die Berechnungen des Alters zu verwenden. Da nicht alle Proben in 5 cm Entfernung gemessen wurden und die Unterschiede der Dosisleistung zwischen 5 cm und 100 cm im Durchschnitt ca. 20 nGy/h war, wurden die Dosisleistungen dieser Proben um 20 nGy/h erhöht. Diese Werte beinhalten nun sowohl terrestrische (interne und externe)  $\gamma$ -Dosisleistungen  $\dot{D}_\gamma$  als auch kosmische  $\gamma$ -Dosisleistungen  $\dot{D}_k$ . Da das Auswerteprogramm zwischen diesen jedoch unterscheidet, wird die kosmische Dosisleistung von 0,18 mGy/a (Berechnung siehe Punkt 3.3.5.1 und 3.3.5.3) wieder abgezogen und man erhält so die  $\gamma$ -Dosisleistungen für externe und interne Strahlung, siehe Tabelle 3.7.

Probe	Dosisleistung in 5 cm Entfernung ( $\dot{D}_\gamma + \dot{D}_k$ ) [mGy/a]	Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$ [mGy/a]
7a	2,23	2,04
7b	2,15	1,96
8b	1,94	1,75
8c	2,19	2,01
1a & 1b	1,99	1,81
2a	1,84	1,66
2c	1,88	1,69
6b	1,89	1,71
6a	1,73	1,54
3a & 3b	2,23	2,05
10a & 10b	2,51	2,33
11a	2,58	2,39
12a	2,35	2,17
12b	2,42	2,24
13a & 13b	2,33	2,15

Tabelle 3.7: Werte der  $\gamma$ -Dosisleistung für das Altersberechnungsprogramm

### 3.3.5.3 Berechnung der kosmischen-Dosisleistung $\dot{D}_k$

Eine ausführliche Erläuterung über die Berechnung der kosmischen Dosisleistung für Waldhausen im Strudengau ist im Kapitel 2.4.4 „Kosmische Dosisleistung  $\dot{D}_k$ “ zu finden.

## 4 Messungen

---

Für eine möglichst vollständige bauhistorische Untersuchung der Pfarrkirche Waldhausen wurde für die Bereiche, welche mit Ziegel erbaut wurden, das Alter über eine Thermolumineszenz-Datierung bestimmt. Dies sind vor allem die Gewölbe über der Sakristei, Chor und Langhaus und der Turm.

In nachstehender Abbildung sind alle Probenentnahmestellen, welche zur Datierung herangenommen worden sind, mit einer Zahl und einem Buchstaben eingezeichnet. Die Zahl beschreibt in Verbindung mit Abbildung 4.1 den Ort der Probenentnahme. Da bei jeder Entnahmestelle mehrere Proben genommen wurden, gibt der Buchstabe die fortlaufende Nummer an.

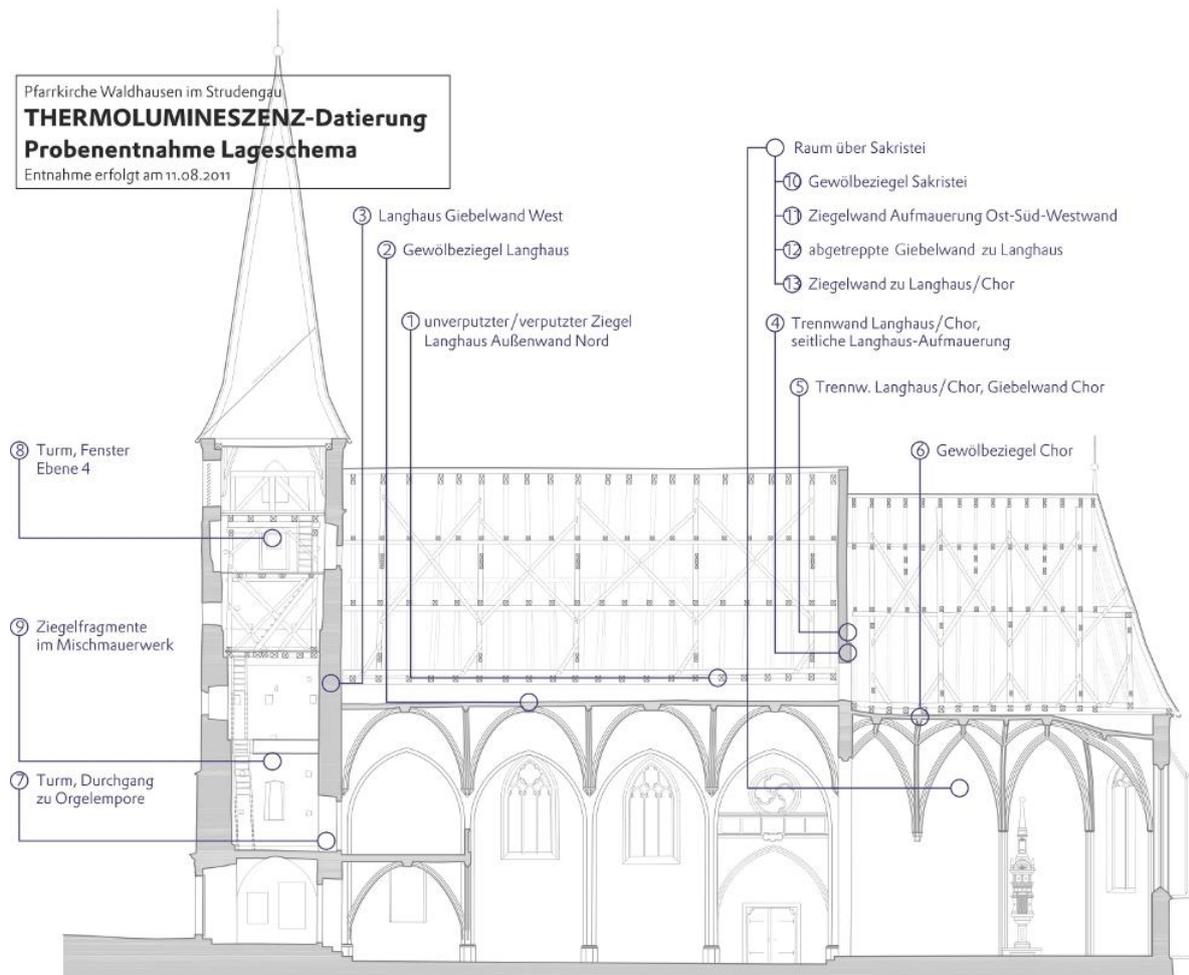


Abbildung 4.1: Schnitt der Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau mit Probenentnahmestellen, nach [21]

#### 4.1 Probe 8b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Ziegelprobe 8b stammt vom östlichen Fenstersturz der vierten Ebene des Turms, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.2: Probe 8b

### 4.1.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 14, 15, 32), Na2 (20, 21, 28), Na3 (18, 19, 33), Nβ1 (3, 7, 25), Nβ2 (4, 8, 26), Nβ3 (11, 22, 23), Sβ1 (1, 13, 30) und Sβ3 (9, 10, 31) insgesamt drei Mal gemessen und verwendet, N00 (1, 2, 6, 9, 10, 13, 24, 29, 30, 31) sogar zehn Mal und Sβ2 (2, 6, 24, 29) vier Mal gemessen. Insgesamt kommt man so auf 28 Plättchen. Die Nomenklatur der Kurven hat folgende Bedeutung:

- N...natürliche Lumineszenz ist vorhanden
- S...Second Glowkurve; es ist also keine natürliche Lumineszenz in der Probe enthalten
- α...künstliche Bestrahlung mit einer α-Quelle
- β...künstliche Bestrahlung mit einer β-Quelle
- 0...keine zusätzlich Bestrahlung
- 1...Bestrahlungszeit von 5 Minuten
- 2...Bestrahlungszeit von 10 Minuten
- 3...Bestrahlungszeit von 15 Minuten
- 4...Bestrahlungszeit von 20 Minuten

Der Abbildung 4.3, Abbildung 4.4 und Abbildung 4.5 sind die Glowkurven der Probe 8b zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.6 einen interessanten Bereich zwischen 300 und 330°C, weil unter 300°C noch eine leichte Steigung der Kurven zu erkennen ist und über 330°C die Signalschwankungen zu hoch sind. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt werden, sind in Abbildung 4.7 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 15,06 \pm 2,05 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,54 \pm 0,24 \text{ Gy}$$

$$I = 0,47 \pm 0,17 \text{ Gy}$$

$$a = 0,102 \pm 0,002$$

Und ein Alter von  $251 \pm 33$  Jahren (1761 n.Chr.)

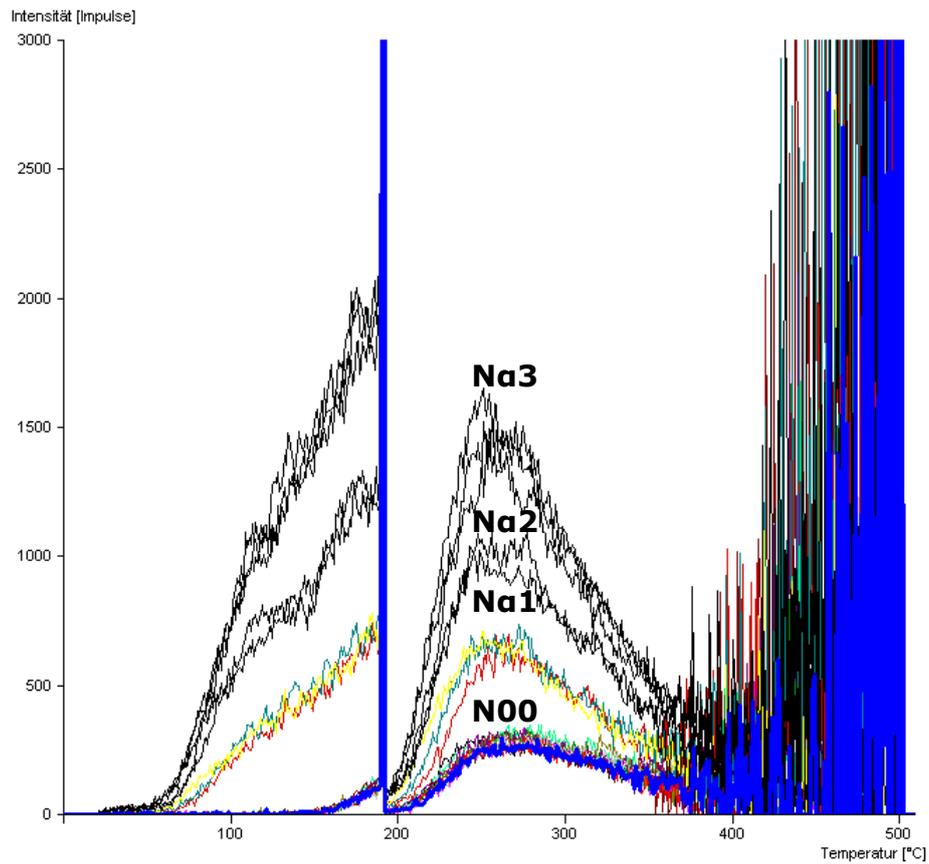


Abbildung 4.3: Na-Glowkurven der Probe 8b

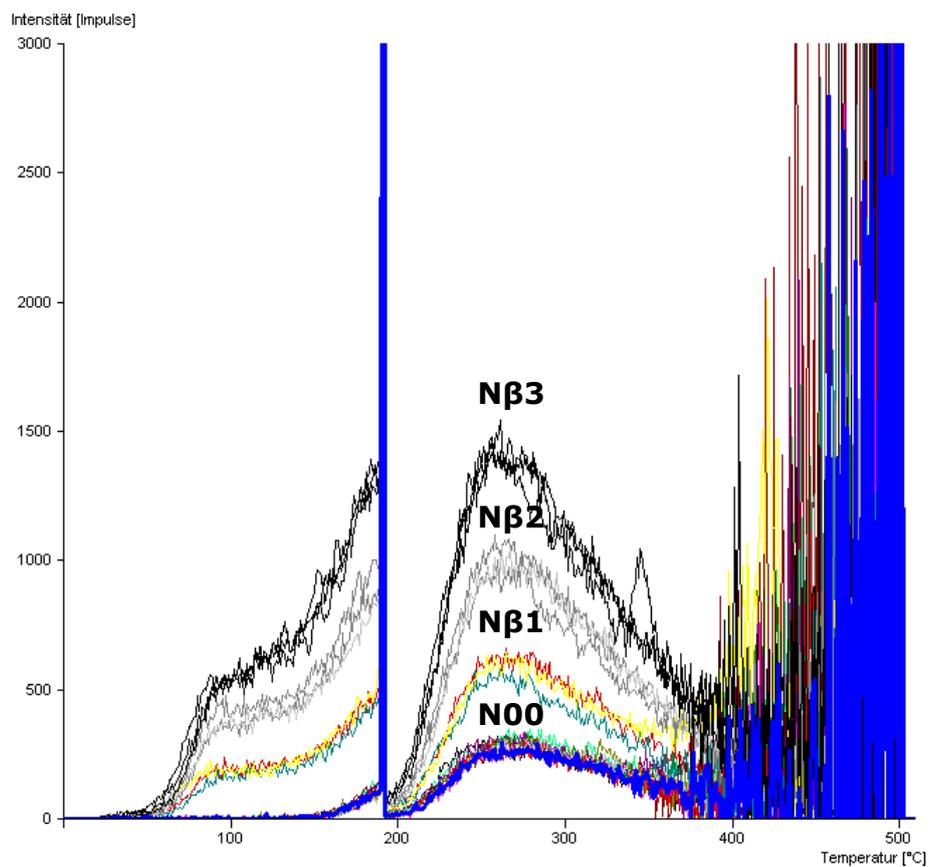


Abbildung 4.4: Nβ-Glowkurven der Probe 8b

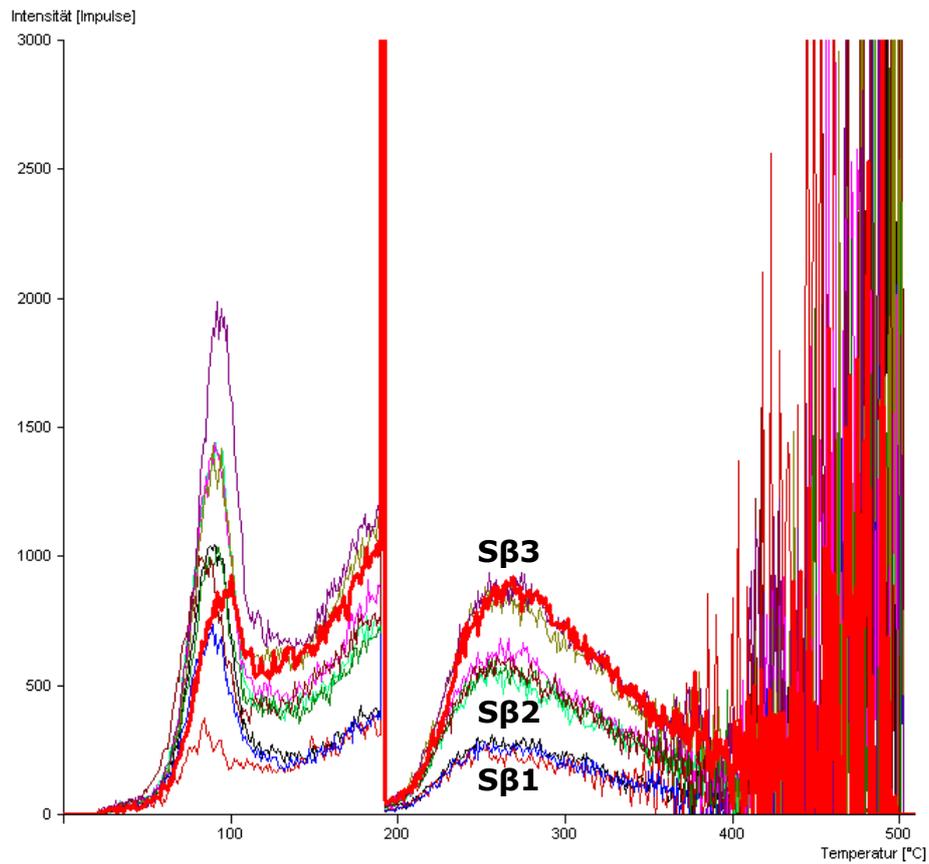
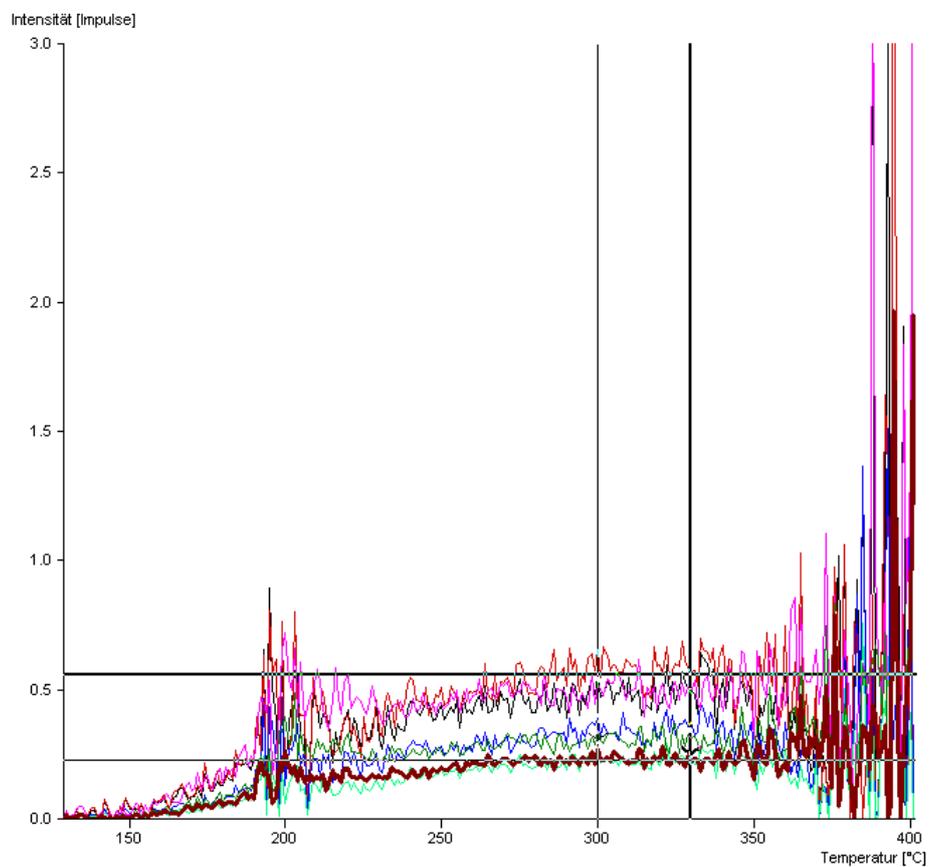
Abbildung 4.5: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 8b

Abbildung 4.6: Plateautest der Probe 8b

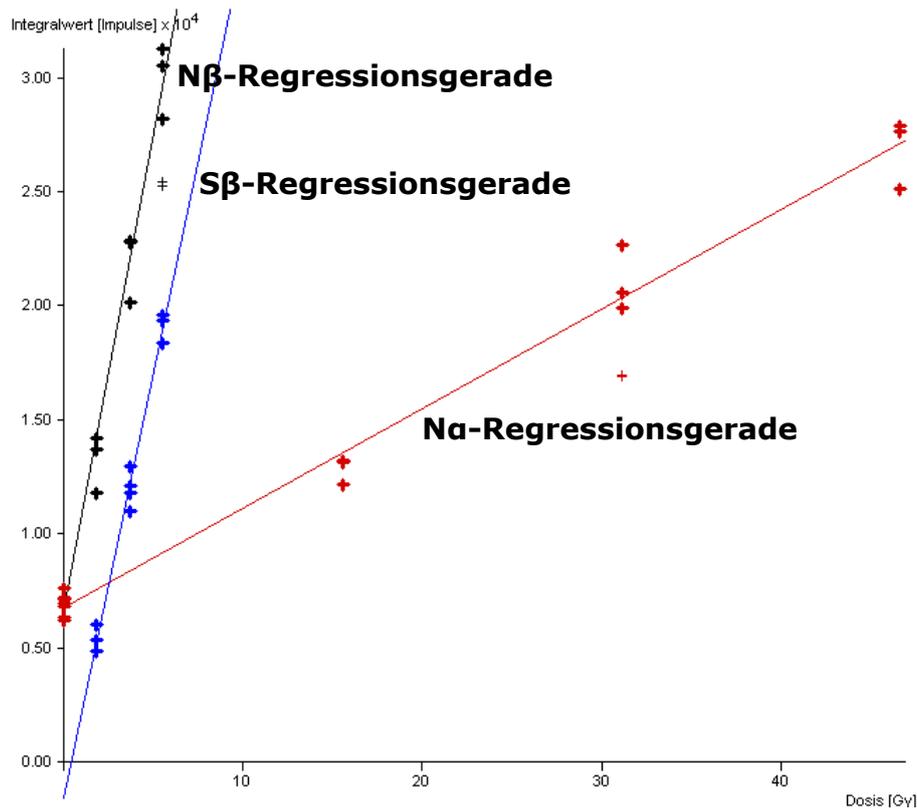


Abbildung 4.7: Regressionsgeraden der Probe 8b

## 4.1.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.1.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 3,852 g, ein Trockengewicht (T) von 3,852 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 4,188 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,92$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,09$

### 4.1.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 27318,58  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,7319%  $\text{K}_2$  bzw. 3,2919%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.1.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 14.11.2011 um 11:15 Uhr und endete am Freitag den 18.11.2011 um 08:44 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 18.11.2011 um 08:54 Uhr und endete am 23.11.2011 um 09:30 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	123	10239
Slow Pairs	0	307
Beginn der Messung	14.11.2011 um 11:15 Uhr	18.11.2011 um 08:54 Uhr
Ende der Messung	18.11.2011 um 08:44 Uhr	23.11.2011 um 09:30 Uhr

Tabelle 4.1:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 8b

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 21,155 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,474 Counts/ks.

#### 4.1.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 6 cm.

#### 4.1.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich laut Kapitel 3.3.5 zu 1,75 mGy/a.

## 4.2 Probe 11a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 11a stammt von der Südseite des Raumes über der Sakristei, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.8: Probe 11a

### 4.2.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven N $\beta$ 1 (Kurven 5 und 6), N $\beta$ 2 (7, 8), N $\beta$ 3 (11, 12), S $\beta$ 1 (1, 2), S $\beta$ 2 (3, 4) und S $\beta$ 3 (10, 19) insgesamt zwei Mal, Na1 (13, 14, 22, 25) und Na2 (15, 16, 21, 26) vier Mal, Na3 (17, 18, 20, 23, 24) fünf Mal und N00 (1, 2, 3, 4, 9, 10, 19, 27) acht Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 27 brauchbare Plättchen.

Der Abbildung 4.9, Abbildung 4.10 und Abbildung 4.11 sind die Glowkurven der Probe 11a zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.12 einen interessanten Bereich zwischen 268 und 295°C, weil die

Schwankungen des Plateaus in diesem Bereich deutlich am geringsten sind. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.13 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 16,29 \pm 3,01 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,57 \pm 0,15 \text{ Gy}$$

$$I = 0,15 \pm 0,08 \text{ Gy}$$

$$a = 0,097 \pm 0,009$$

Das datierte Alter liegt bei  $228 \pm 25$  Jahre (1784 n.Chr.).

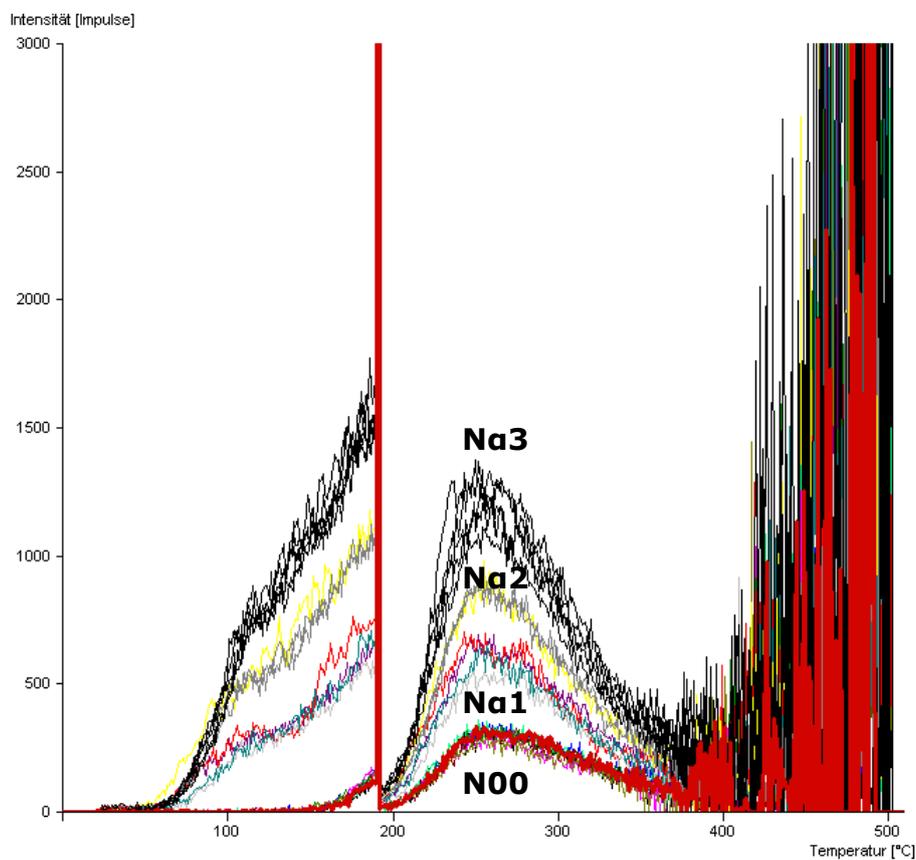
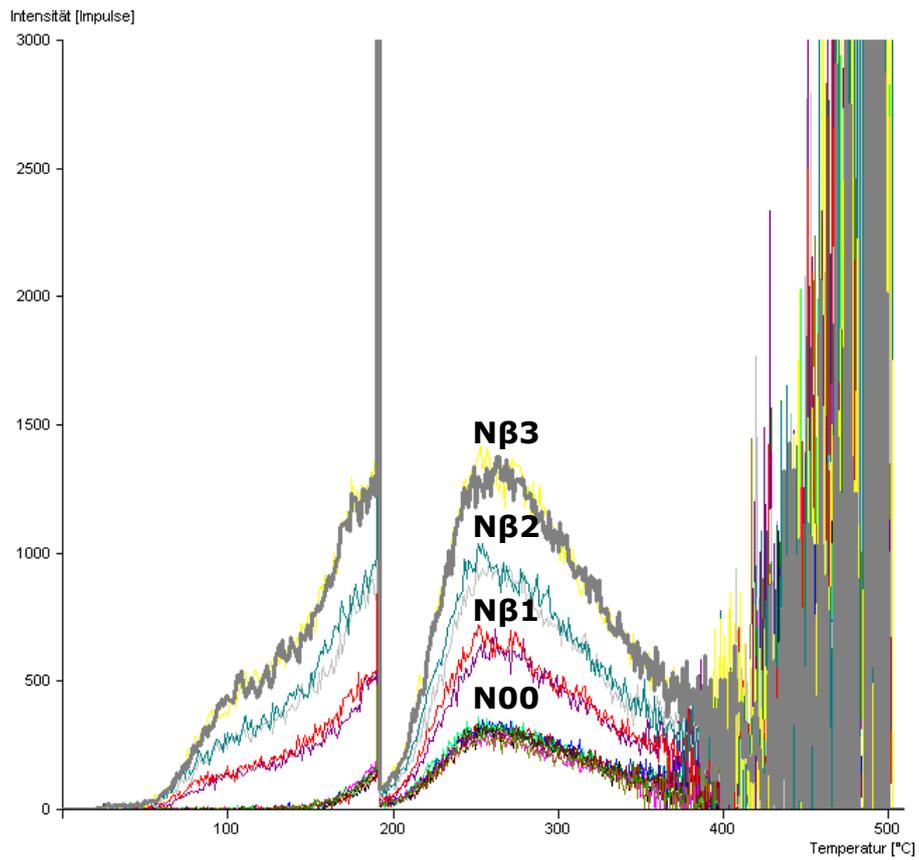
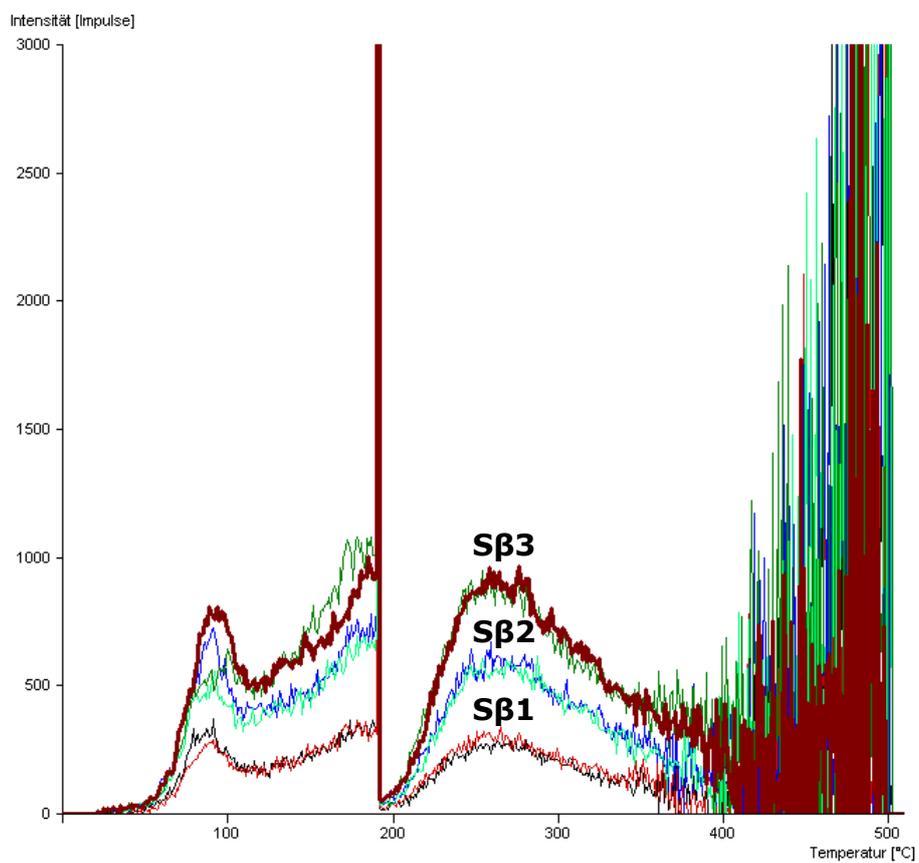


Abbildung 4.9: Na-Glowkurven der Probe 11a

Abbildung 4.10: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 11aAbbildung 4.11: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 11a

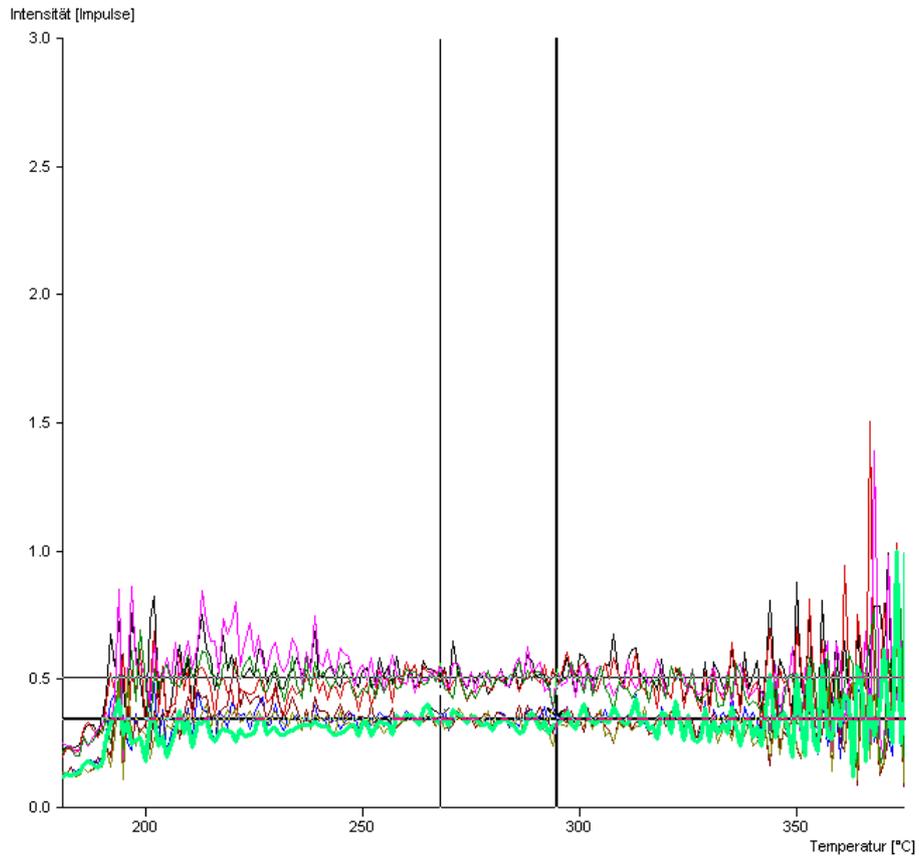


Abbildung 4.12: Plateautest der Probe 11a

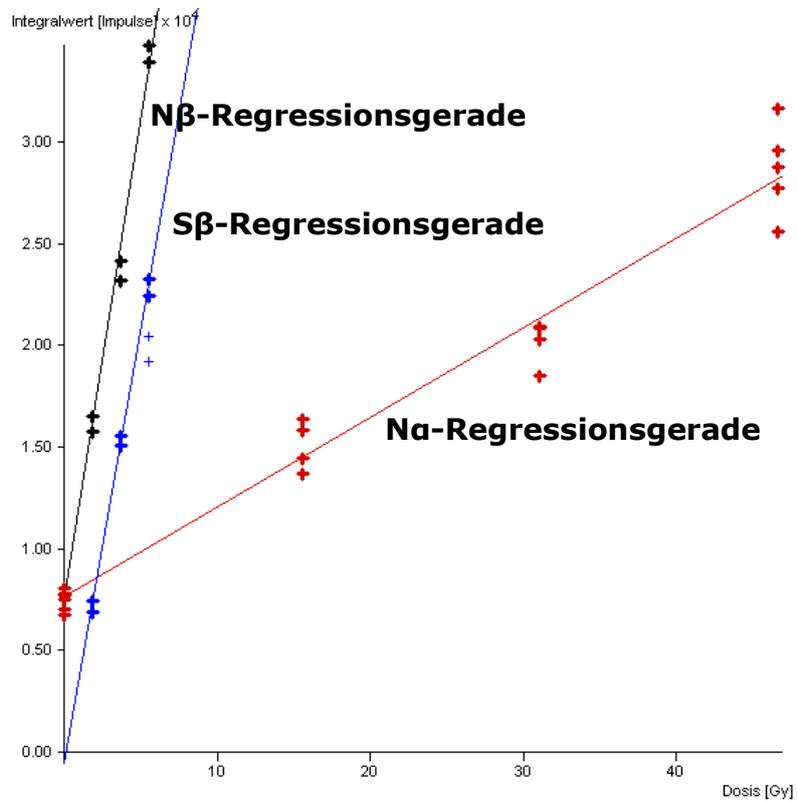


Abbildung 4.13: Regressionsgeraden der Probe 11a

## 4.2.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.2.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,766 g, ein Trockengewicht (T) von 2,765 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 3,339 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,83$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,21$

### 4.2.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 21286,56  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,1287%  $\text{K}_2$  bzw. 2,5650%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.2.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 14.11.2011 um 11:15 Uhr und endete am Freitag den 18.11.2011 um 08:44 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 18.11.2011 um 08:54 Uhr und endete am 23.11.2011 um 09:30 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	146	10427
Slow Pairs	1	312
Beginn der Messung	14.11.2011 um 11:15 Uhr	18.11.2011 um 08:54 Uhr
Ende der Messung	18.11.2011 um 08:44 Uhr	23.11.2011 um 09:30 Uhr

Tabelle 4.2:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 11a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 21,488 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,479 Counts/ks.

### 4.2.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

### 4.2.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ist laut Kapitel 3.3.5 gleich 2,39 mGy/a.

### 4.3 Probe 10a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 10a ist ein Gewölbeziegel der Sakristei, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.14: Probe 10a

#### 4.3.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 13, 14 und 28), N $\beta$ 1 (3, 7, 31), N $\beta$ 3 (12, 19, 27), S $\beta$ 1 (1, 5, 22), und S $\beta$ 3 (9, 10, 34) drei Mal, Na2 (15, 16, 21, 29), Na3 (17, 18, 20, 30), N $\beta$ 2 (4, 8, 26, 32) und S $\beta$ 2 (2, 6, 23, 33) vier Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 9, 10, 22, 23, 24, 33, 34) elf Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 28 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.15, Abbildung 4.16 und Abbildung 4.17 sind die Glowkurven der Probe 10a zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.18 einen Bereich zwischen 266 und 290°C, weil das Plateau in diesem Bereich am regelmäßigsten ist. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.19 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 21,11 \pm 1,97 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,97 \pm 0,23 \text{ Gy}$$

$$I = 0,42 \pm 0,23 \text{ Gy}$$

$$a = 0,093 \pm 0,002$$

Das datierte Alter liegt bei  $314 \pm 41$  Jahre (1698 n.Chr.).

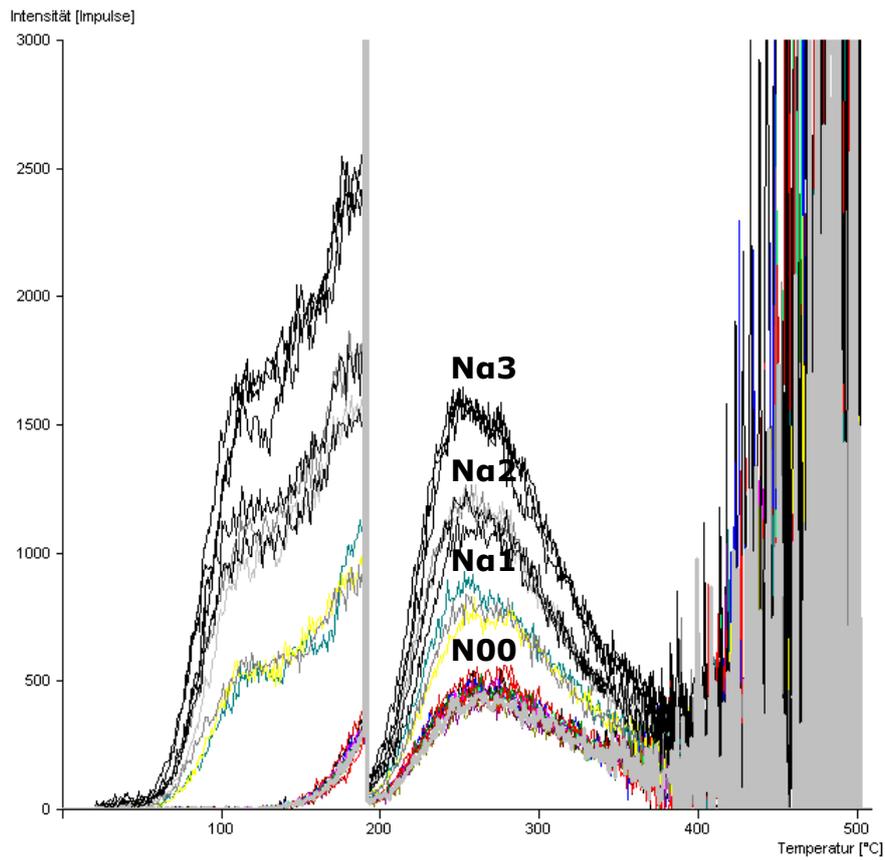
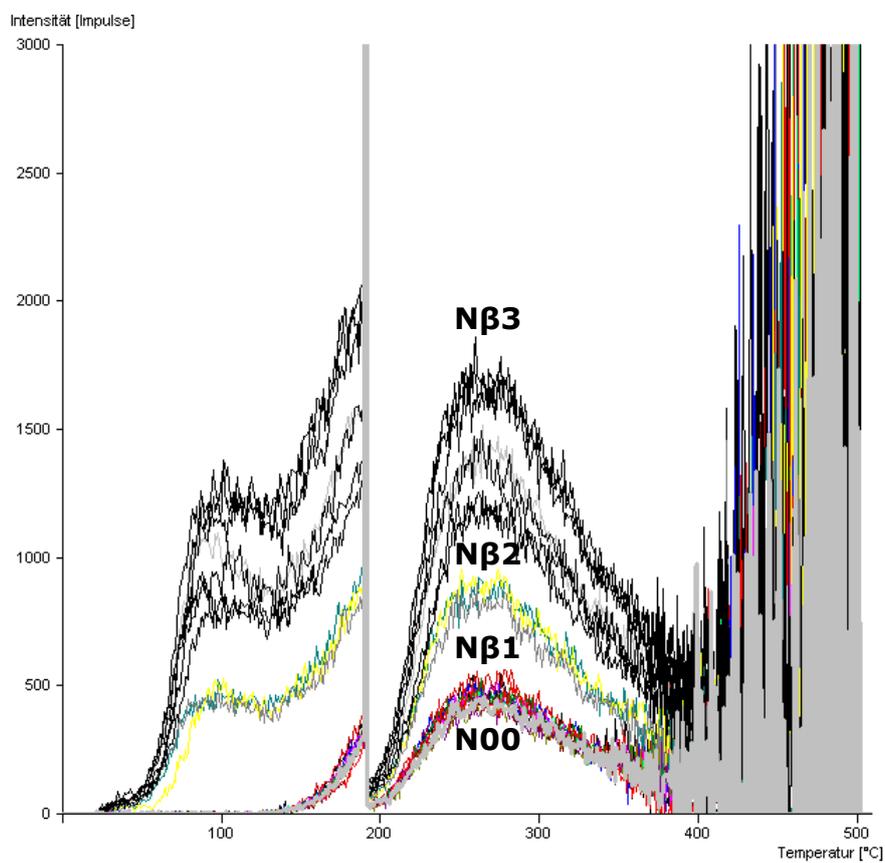


Abbildung 4.15: Na-Glowkurven der Probe 10a

Abbildung 4.16: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 10a

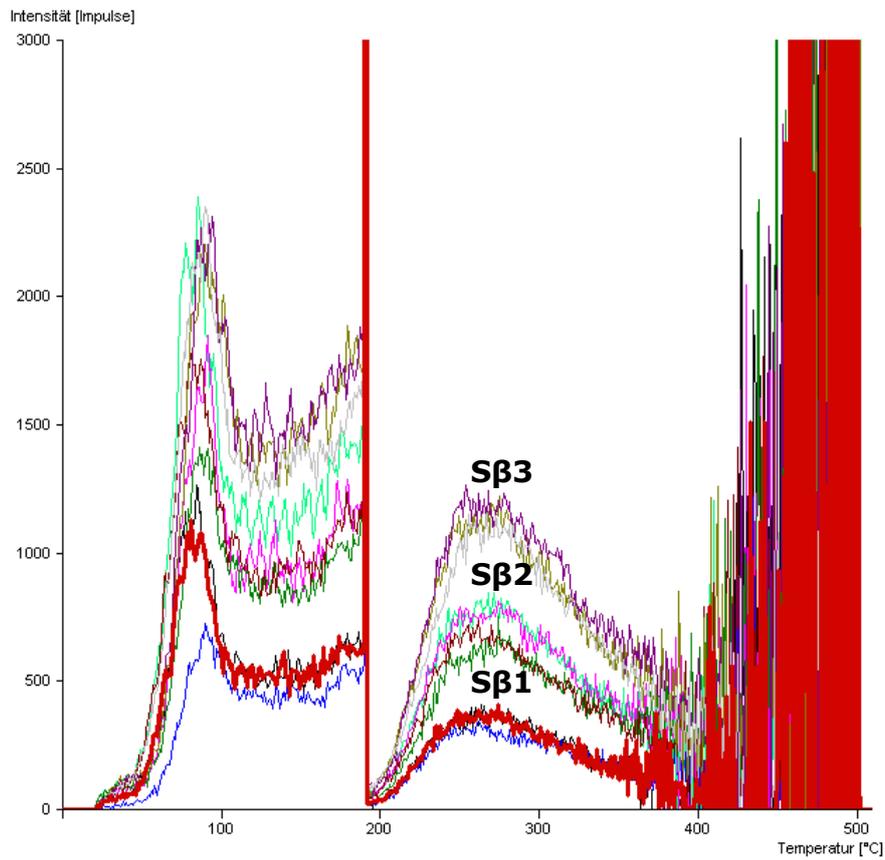
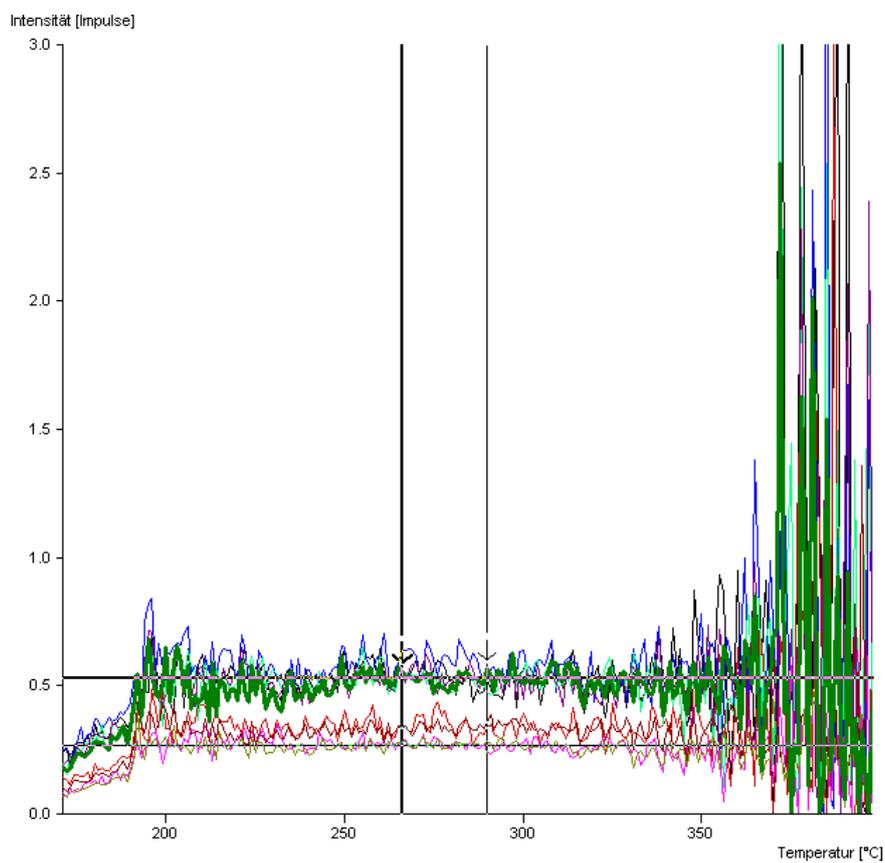
Abbildung 4.17: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 10a

Abbildung 4.18: Plateautest der Probe 10a

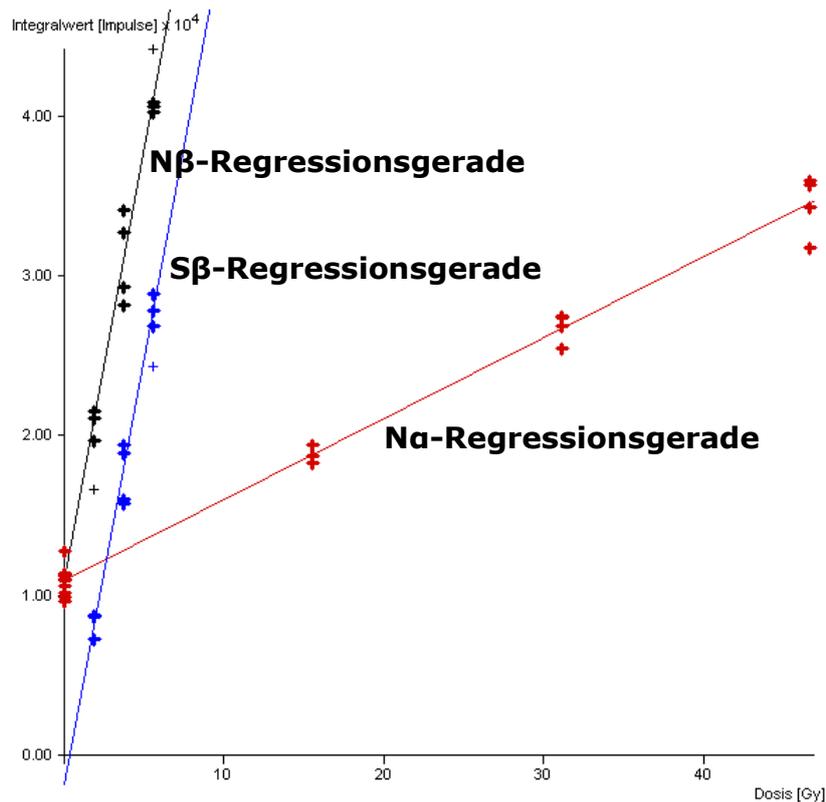


Abbildung 4.19: Regressionsgeraden der Probe 10a

## 4.3.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.3.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,024 g, ein Trockengewicht (T) von 2,023 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 2,397 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,84$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,18$

### 4.3.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 24986,36  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,4986%  $K_2$  bzw. 3,0109 % $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.3.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Mittwoch der 23.11.2011 um 10:05 Uhr und endete am Montag den 28.11.2011 um 09:05 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 28.11.2011 um 09:56 Uhr und endete am 02.12.2011 um 08:40 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	135	7810
Slow Pairs	0	256
Beginn der Messung	23.11.2011 um 10:05 Uhr	28.11.2011 um 09:56 Uhr
Ende der Messung	28.11.2011 um 09:05 Uhr	02.12.2011 um 08:40 Uhr

Tabelle 4.3:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 10a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 20,583 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,523 Counts/ks.

#### 4.3.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

#### 4.3.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  der Probe 10a ist 2,33 mGy/a.

### 4.4 Probe 12a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 12a ist von der abgetreppten „Giebelwand“ zum Langhaus vom Raum über der Sakristei, südlich vom Kamin, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.20: Probe 12a

#### 4.4.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 13, 14 und 19), Na2 (15, 16, 20), Na3 (17, 18, 21), N $\beta$ 1 (3, 7, 25), N $\beta$ 2 (4, 8, 28), N $\beta$ 3 (11, 12, 29), S $\beta$ 1 (1, 5, 23) und S $\beta$ 2 (2, 6, 24) drei Mal, S $\beta$ 3 (9, 10, 22, 30) vier Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 9, 10, 22, 23, 24, 30) zehn Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 28 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.21, Abbildung 4.22 und Abbildung 4.23 sind die Glowkurven der Probe 12a zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.24 einen interessanten Bereich zwischen 257 und 285°C, weil das

Signal vor dieser Temperatur mehr schwankt und nach diesem Bereich leicht abfällt. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ ,  $I$  und  $A$  ermittelt wird, sind in Abbildung 4.25 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 19,48 \pm 1,88 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,50 \pm 0,17 \text{ Gy}$$

$$I = 0,38 \pm 0,11 \text{ Gy}$$

$$a = 0,077 \pm 0,001$$

Das datierte Alter liegt bei  $259 \pm 28$  Jahre (1753 n.Chr.).

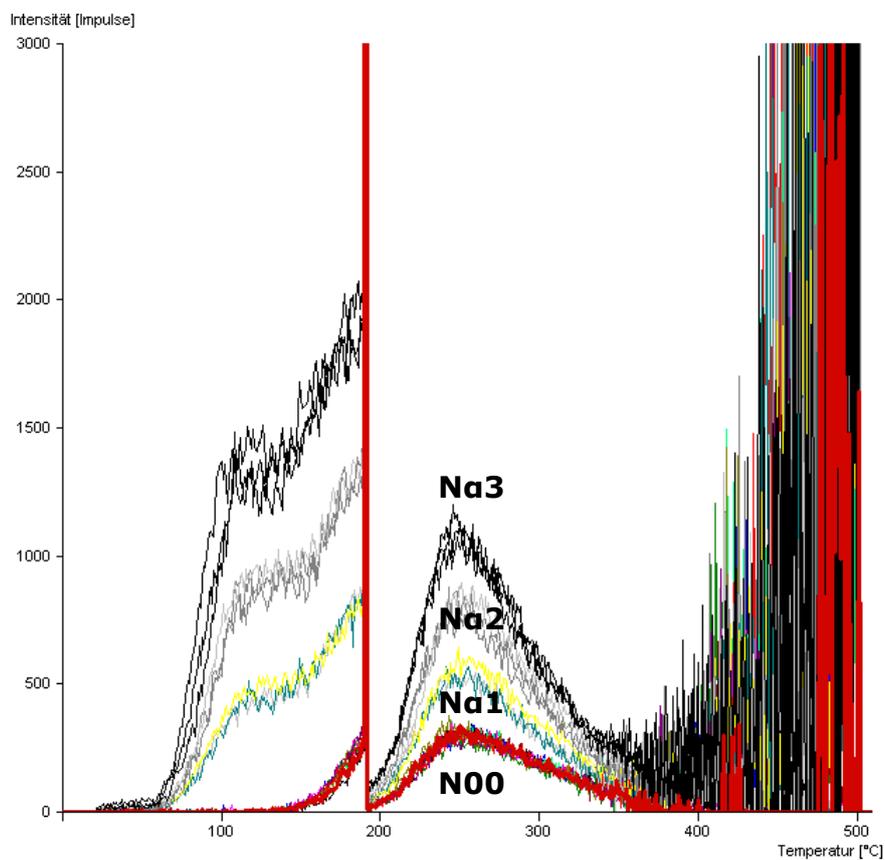
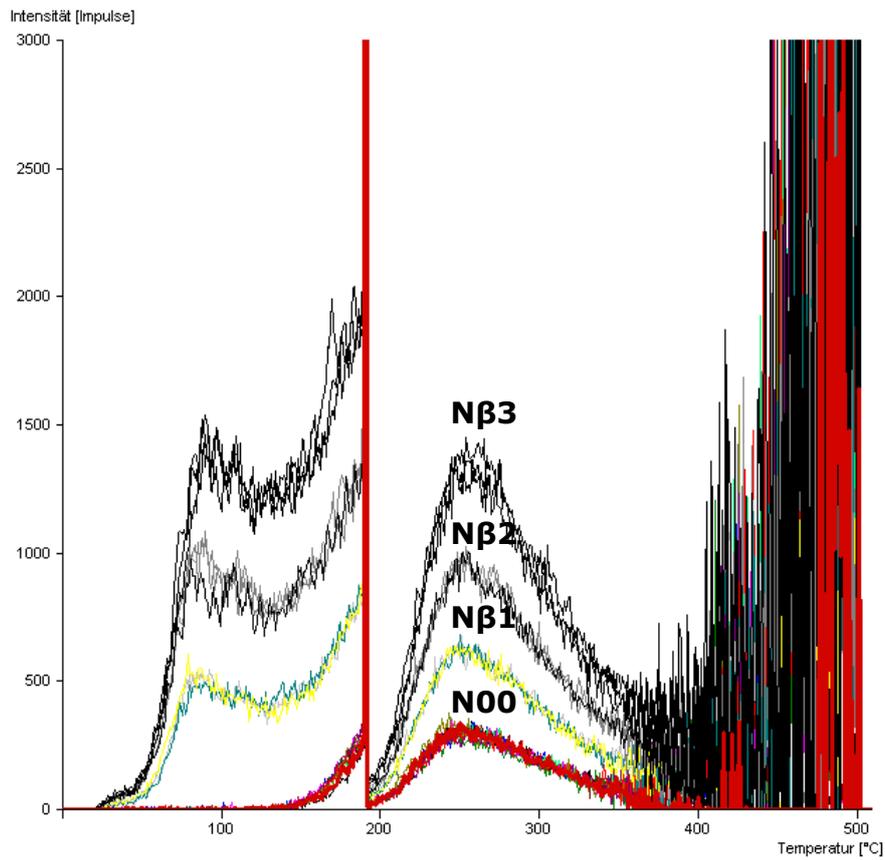
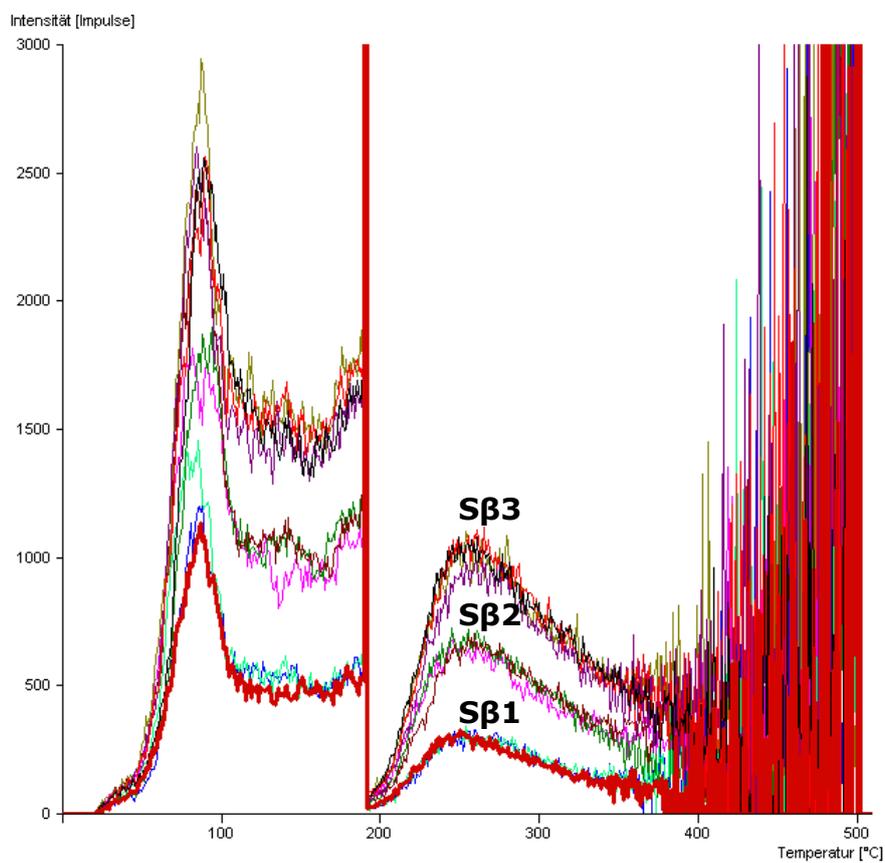


Abbildung 4.21: Na-Glowkurven der Probe 12a

Abbildung 4.22: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 12aAbbildung 4.23: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 12a

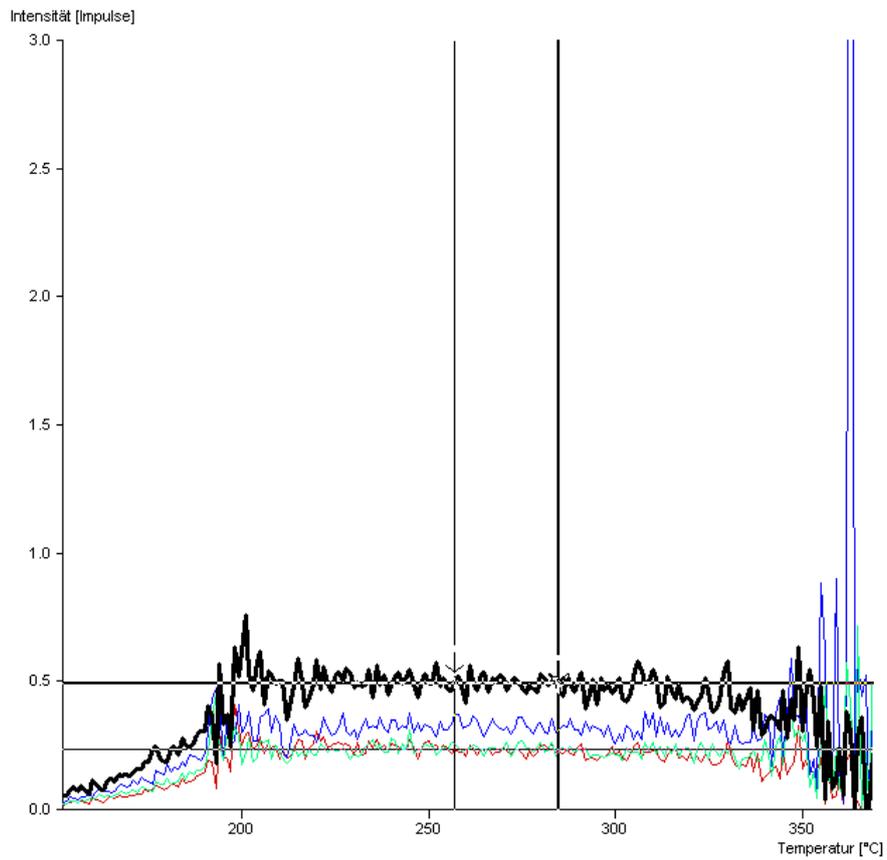


Abbildung 4.24: Plateautest der Probe 12a

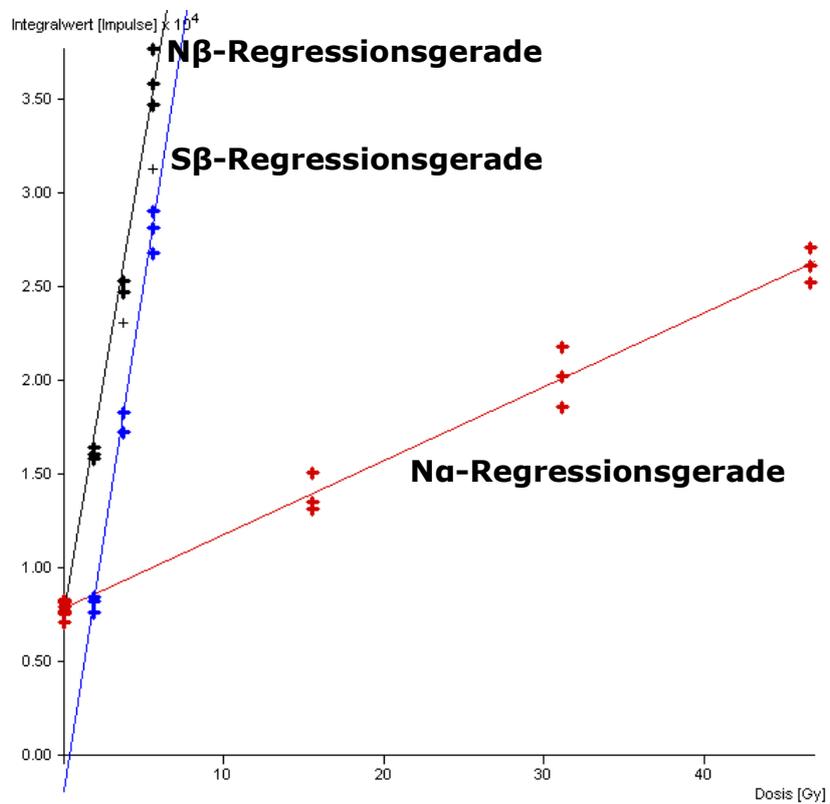


Abbildung 4.25: Regressionsgeraden der Probe 12a

## 4.4.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.4.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,428 g, ein Trockengewicht (T) von 2,426 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 2,984 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,81$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,23$

### 4.4.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 27589,30  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,7589%  $\text{K}_2$  bzw. 3,3245%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.4.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Mittwoch der 23.11.2011 um 10:05 Uhr und endete am Montag den 28.11.2011 um 09:05 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 28.11.2011 um 09:56 Uhr und endete am 02.12.2011 um 08:40 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	131	8113
Slow Pairs	0	266
Beginn der Messung	23.11.2011 um 10:05 Uhr	28.11.2011 um 09:56 Uhr
Ende der Messung	28.11.2011 um 09:05 Uhr	02.12.2011 um 08:40 Uhr

Tabelle 4.4:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 12a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 21,400 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,537 Counts/ks.

### 4.4.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

### 4.4.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich aus Kapitel 3.3.5 zu 2,17 mGy/a.

## 4.5 Probe 13a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 13a ist von der Ziegelwand zum Chor/ Langhaus vom Raum über der Sakristei, vom unteren unverputzten Feld, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.26: Probe 13a

### 4.5.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na2 (Kurven 16, 19) zwei Mal, Na1 (13, 15, 32), Na3 (17, 18, 20), N $\beta$ 1 (3, 7, 31), S $\beta$ 1 (1, 5, 30) und S $\beta$ 2 (2, 6, 29) drei Mal, N $\beta$ 2 (4, 8, 25, 26), N $\beta$ 3 (11, 12, 21, 22) und S $\beta$ 3 (9, 10, 24, 33) vier Mal, N $\beta$ 4 ( ) und S $\beta$ 4 (27) je ein Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 9, 10, 23, 24, 27, 29, 30) elf Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 32 verwendete Plättchen.

Für den Auswertebereich ergab der Plateautest einen interessanten Bereich zwischen 276 und 298°C. Da sich die N $\beta$ - und S $\beta$ -Geraden jedoch schneiden, siehe Abbildung 4.27, und so die Empfindlichkeit der Probe gegenüber  $\beta$ -Strahlung verändert wurde, kann diese Probe nicht datiert werden.

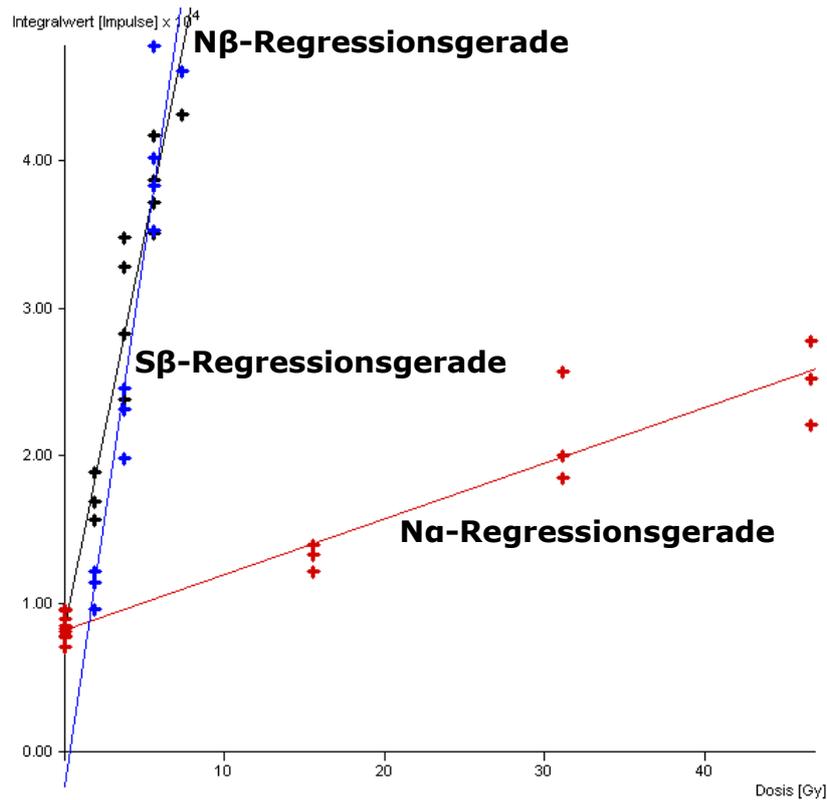


Abbildung 4.27: Regressionsgeraden der Probe 13a

Für eine genauere Untersuchung dieses Phänomens wurde bei einer Probe/Plättchen insgesamt drei Mal eine S $\beta$ -Messung durchgeführt und die Ergebnisse verglichen, siehe Abbildung 4.28. Wie deutlich zu erkennen ist, wird die Empfindlichkeit der Probe bei jeder  $\beta$ -Bestrahlung signifikant erhöht. Dies führt unweigerlich zu keinem linearen Zusammenhang zwischen den N $\beta$ - bzw. S $\beta$ -Geraden, was eine Altersbestimmung undenkbar macht.

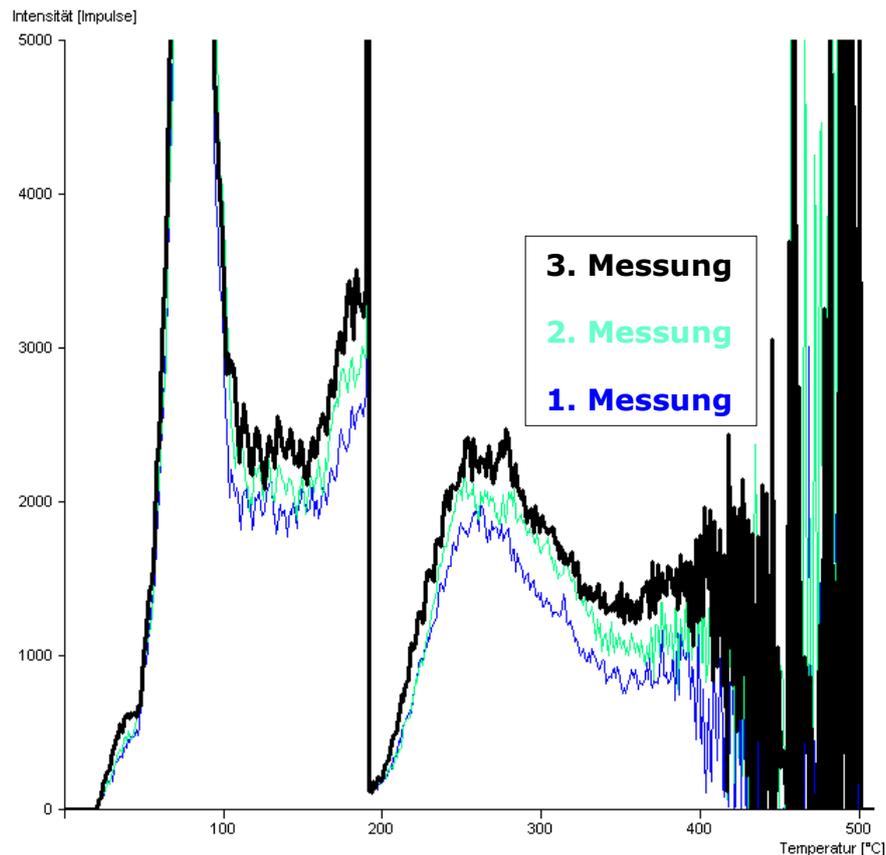


Abbildung 4.28: Vergleich von drei „gleichen“ S $\beta$ 3-Glowkurven der Probe 13a

Um den möglichen Grund für dieses Phänomen zu eruieren, wurden zwei möglichst identische Plättchen gemessen und miteinander verglichen, siehe Abbildung 4.29. Hierfür wurden zuerst die N00- und die S $\beta$ 3-Kurven der 2 Proben ermittelt (N00-1, N00-2, S $\beta$ 3-1-1.Messung und S $\beta$ 3-2-1.Messung). Um den Einfluss der  $\beta$ -Strahlung beurteilen zu können, wurde bei Probe 1 noch vier Mal eine S $\beta$ 3-Glowkurve gemessen (S $\beta$ 3-1-2 bis 5.Messung). Probe 2 hingegen wurde drei Mal nur ausgeheizt (nicht abgebildet) und erst bei der vierten Messung eine S $\beta$ 3-Glowkurve gemessen (S $\beta$ 3-2-5.Messung). Man kann hier deutlich einen ähnlichen Verlauf zwischen S $\beta$ 3-2-5.Messung und S $\beta$ 3-1-2.Messung erkennen wie bei S $\beta$ 3-2-1.Messung und S $\beta$ 3-1-1.Messung. Die Erhitzung dürfte also kaum einen Einfluss auf die Messkurven haben. Daraus lässt sich schließen, dass die  $\beta$ -Bestrahlung die Empfindlichkeit der Probe ändert.

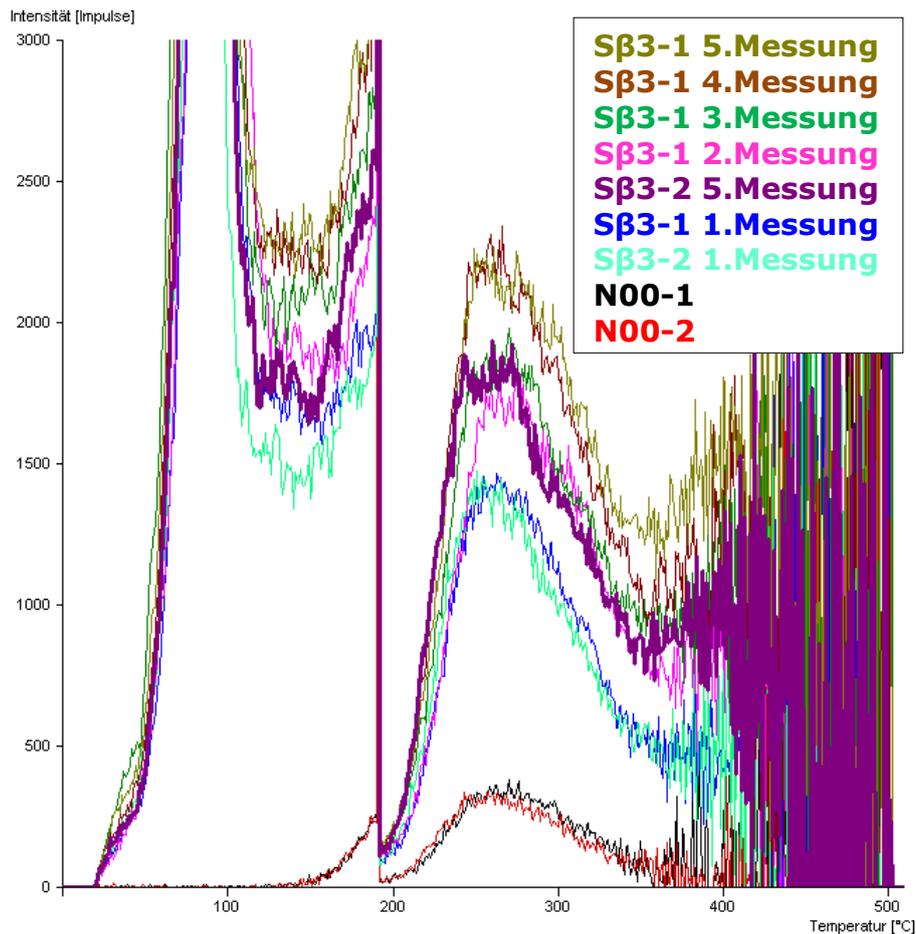


Abbildung 4.29: Vergleich von zwei verschiedenen Proben von 13a mit unterschiedlich häufiger Bestrahlung

## 4.5.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.5.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 3,194 g, ein Trockengewicht (T) von 3,186 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 3,889 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,82$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,22$

### 4.5.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 20122,27  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,0122%  $\text{K}_2$  bzw. 2,4247%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.5.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Während der Messung der Thermolumineszenz zeichnete sich schon eine nicht datierbarkeit der Probe ab, deswegen wurde keine  $\alpha$ -Messung begonnen.

### 4.5.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5,5 cm.

#### 4.5.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  der Probe 13a ist nach Kapitel 3.3.5 zu 2,17 mGy/a.

### 4.6 Probe 3a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 3a ist von der westlichen Giebelmauer des Langhauses, Seitenschiff Nord, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.30: Probe 3a

#### 4.6.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na2 (Kurven 15, 16, 25), Na3 (17, 18, 26), N $\beta$ 1 (3, 7, 19), N $\beta$ 2 (4, 8, 20), N $\beta$ 3 (11, 12, 23), S $\beta$ 1 (1, 5, 24), S $\beta$ 2 (2, 6, 21) und S $\beta$ 3 (9, 10, 22) drei Mal, Na1 (13, 14) zwei Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 9, 10, 21, 22, 24) neun Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 26 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.31, Abbildung 4.32 und Abbildung 4.33 sind die Glowkurven der Probe 3a zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.34 einen interessanten Bereich zwischen 250 und 271°C, weil das Plateau in diesem Temperaturbereich am wenigsten schwankt. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.35 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 14,61 \pm 3,89 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,09 \pm 0,36 \text{ Gy}$$

$$I = 0,67 \pm 0,26 \text{ Gy}$$

$$a = 0,075 \pm 0,005$$

Das datierte Alter liegt bei  $258 \pm 55$  Jahre (1754 n.Chr.).

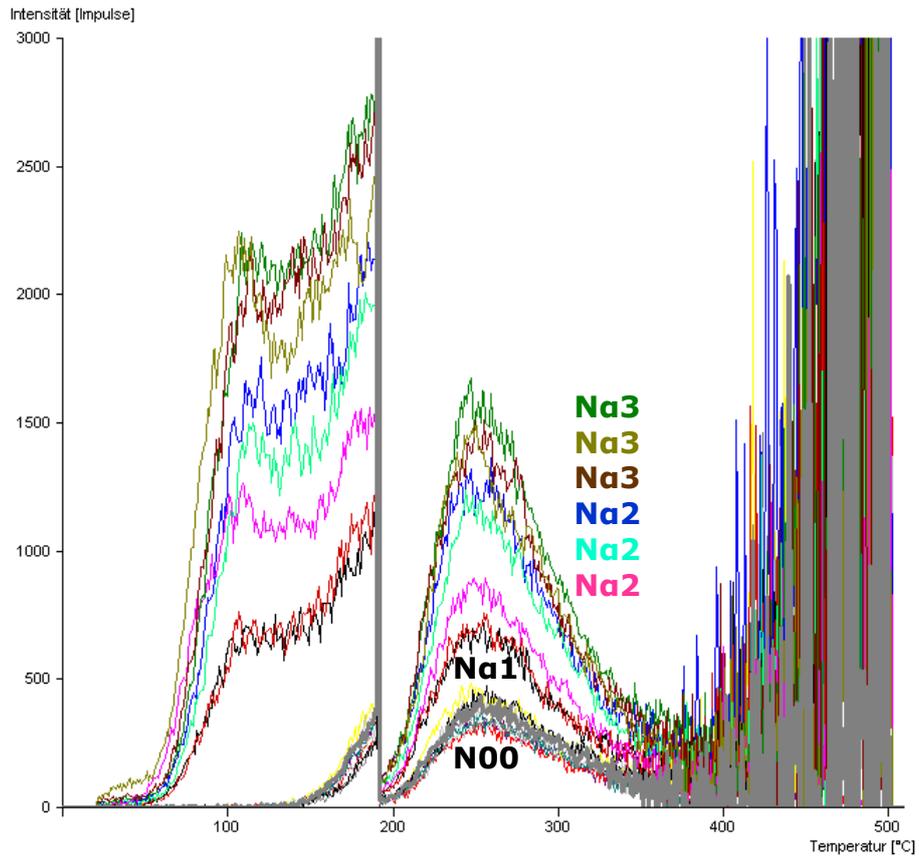


Abbildung 4.31: Na-Glowkurven der Probe 3a

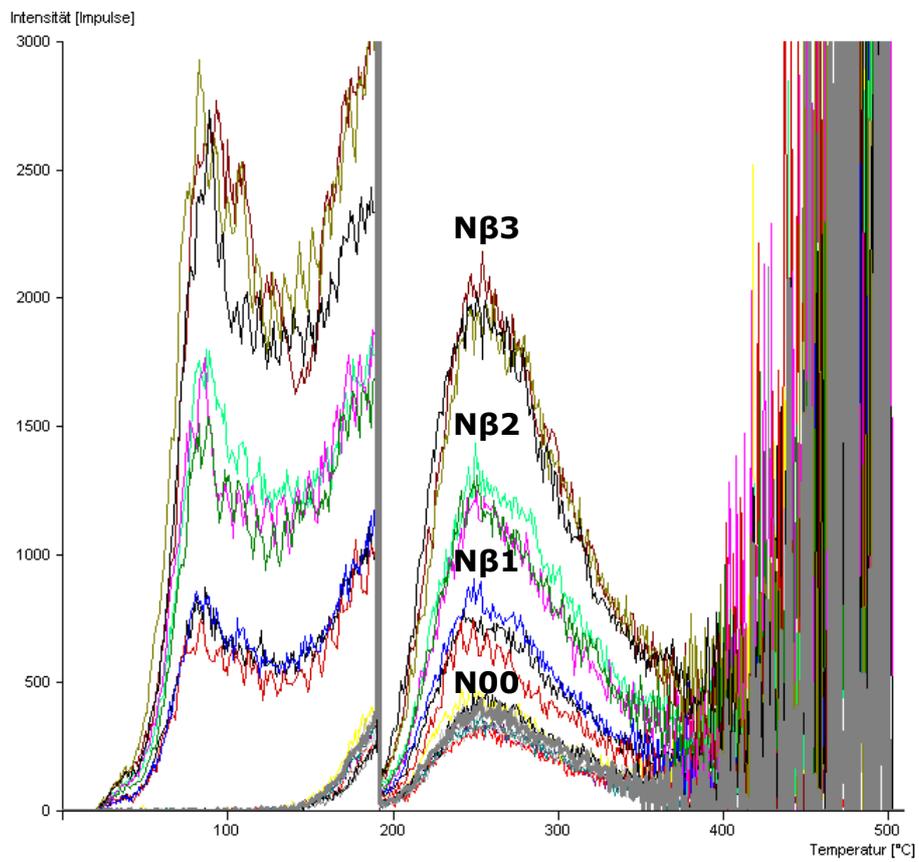


Abbildung 4.32: Nβ-Glowkurven der Probe 3a

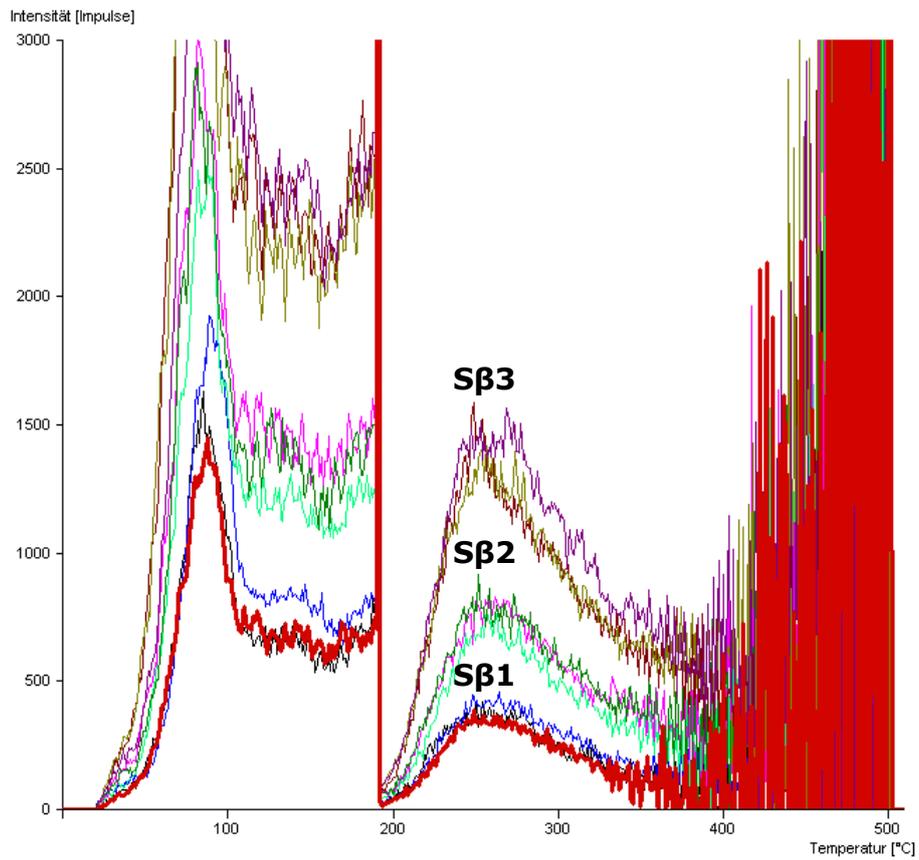
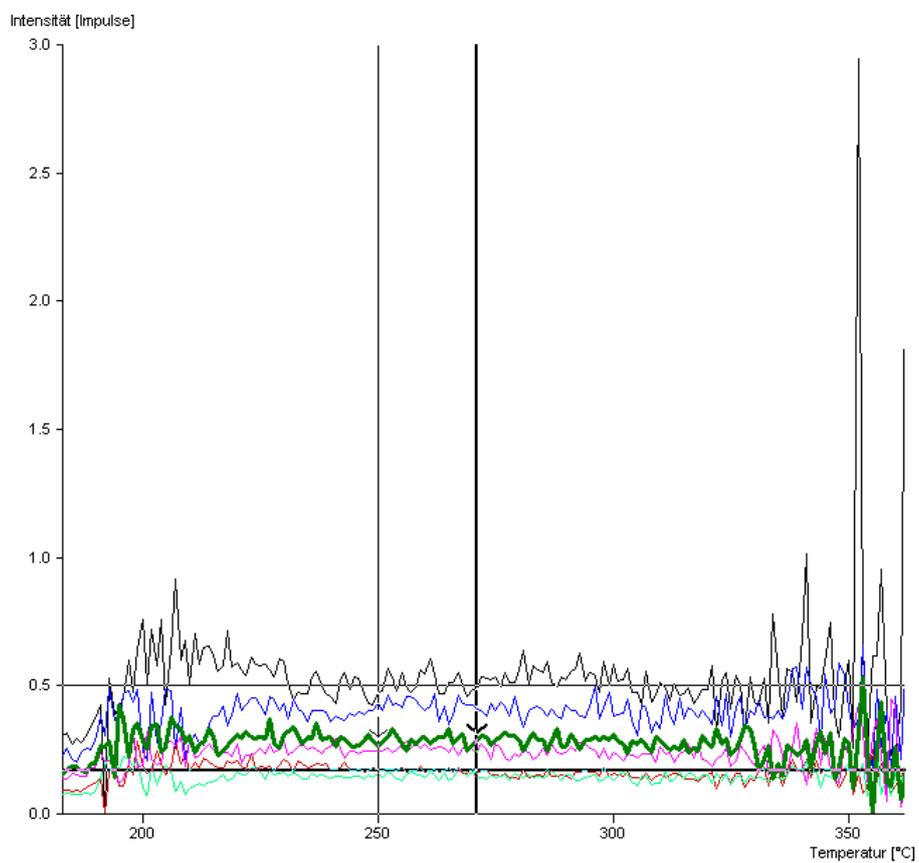
Abbildung 4.33: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 3a

Abbildung 4.34: Plateautest der Probe 3a

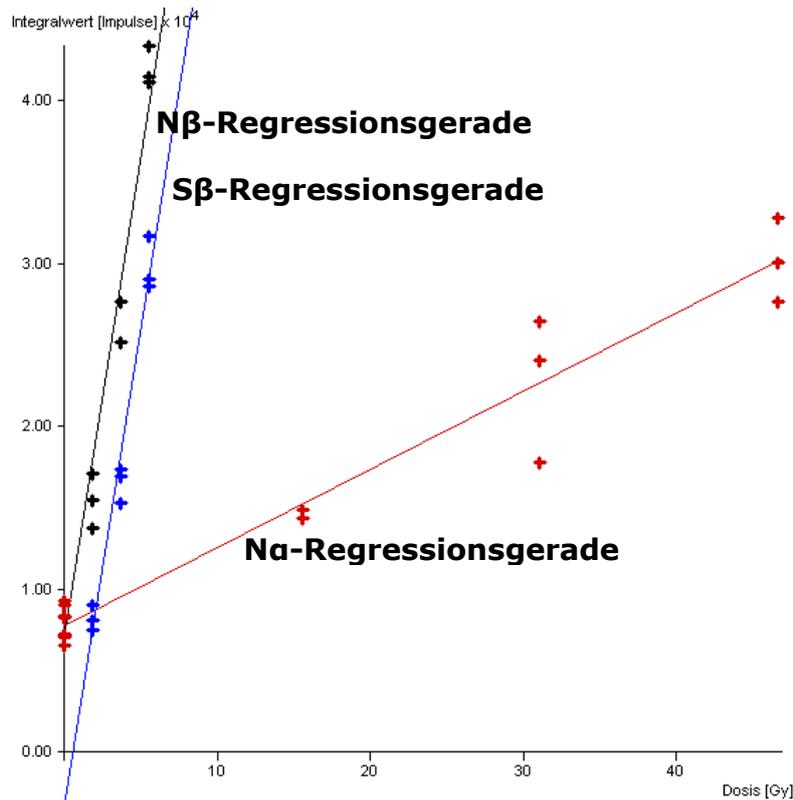


Abbildung 4.35: Regressionsgeraden der Probe 3a

## 4.6.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.6.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,527 g, ein Trockengewicht (T) von 2,516 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 3,063 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,82$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,22$

### 4.6.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 2,3013%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 3,3245%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.6.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Freitag der 09.12.2011 um 13:15 Uhr und endete am Dienstag den 13.12.2011 um 15:35 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 13.12.2011 um 15:45 Uhr und endete am 19.12.2011 um 08:50 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	131	8113
Slow Pairs	0	266
Beginn der Messung	09.12.2011 um 13:15 Uhr	13.12.2011 um 15:45 Uhr
Ende der Messung	13.12.2011 um 15:35 Uhr	19.12.2011 um 08:50 Uhr

Tabelle 4.5:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 3a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 21,465 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,575 Counts/ks.

#### 4.6.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 6 cm.

#### 4.6.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich gemäß Kapitel 3.3.5 zu 2,05 mGy/a.

### 4.7 Probe 2c der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 2c ist ein Gewölbeziegel des Langhauses, Seitenschiff Süd, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.36: Probe 2c

#### 4.7.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 13, 14, 25), Na2 (15, 19, 20), Na3 (17, 18, 26), N $\beta$ 1 (9, 10, 27), N $\beta$ 3 (5, 6, 21), S $\beta$ 1 (11, 12, 28), S $\beta$ 2 (1, 7, 29) und S $\beta$ 3 (3, 4, 30) drei Mal, N $\beta$ 2 (2, 8, 22, 23) vier Mal und N00 (1, 3, 4, 7, 11, 12, 28, 29, 30) neun Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 28 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.37, Abbildung 4.38 und Abbildung 4.39 sind die Glowkurven der Probe 2c zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.40 einen Bereich zwischen 296 und 323°C, weil hier alle

verschiedenen Plateaus am wenigsten schwanken sind. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ ,  $I$  und  $A$  ermittelt wird, sind in Abbildung 4.41 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 26,53 \pm 2,35 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 2,87 \pm 0,36 \text{ Gy}$$

$$I = 0,29 \pm 0,11 \text{ Gy}$$

$$a = 0,108 \pm 0,004$$

Das datierte Alter liegt bei  $337 \pm 35$  Jahre (1675 n.Chr.).

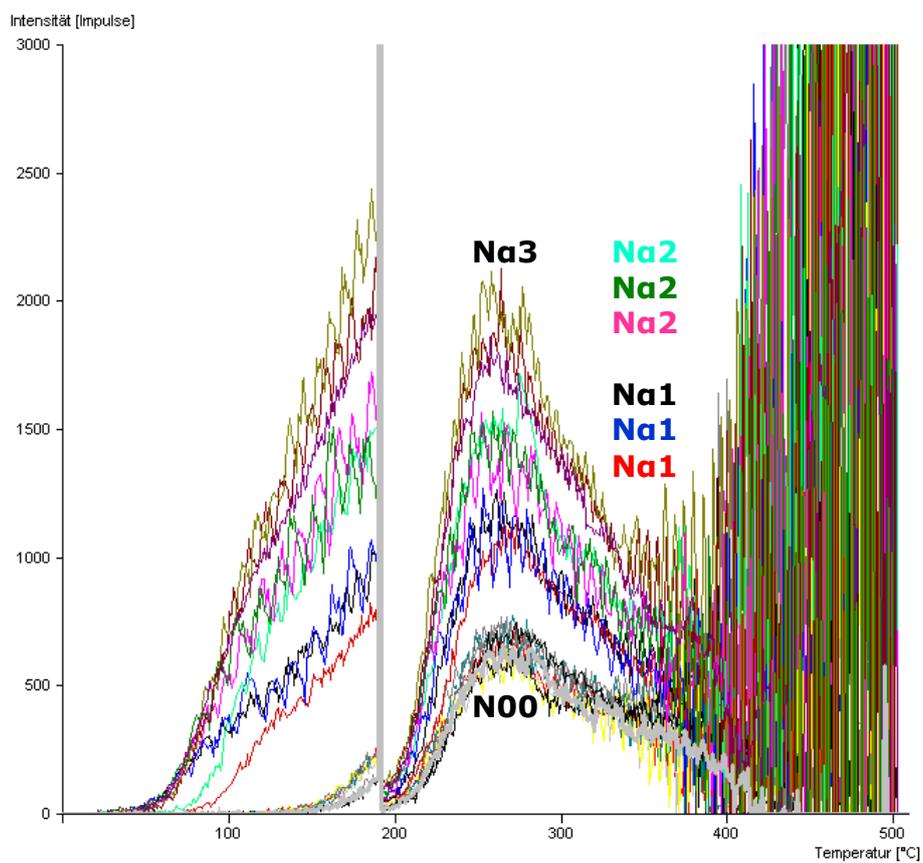
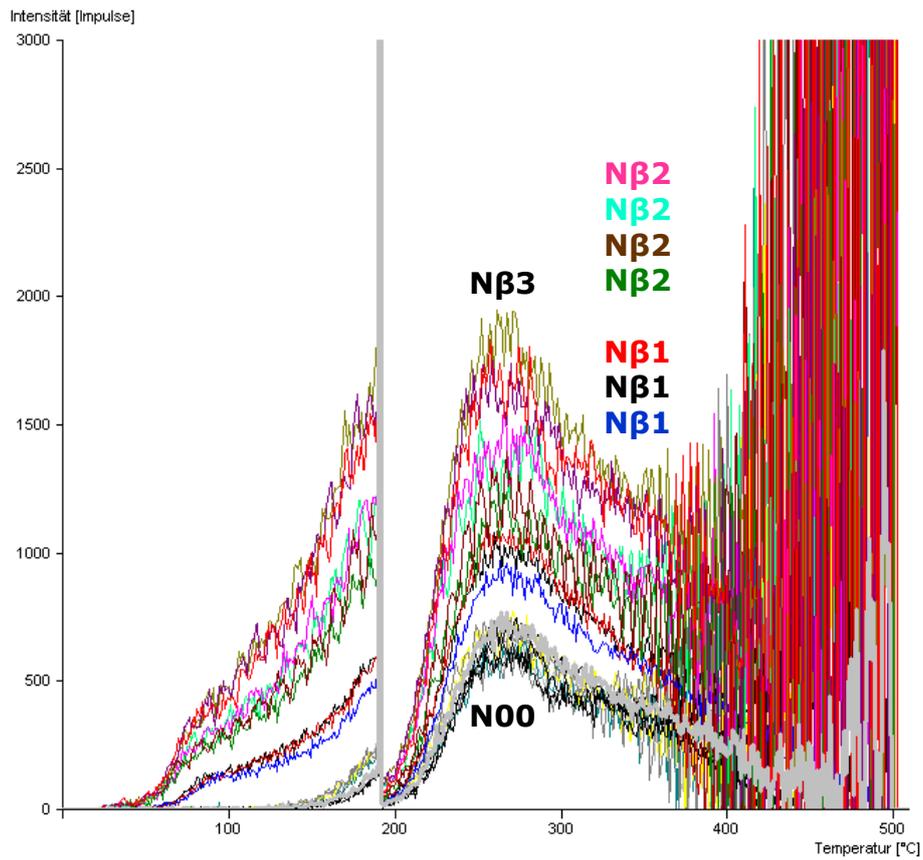
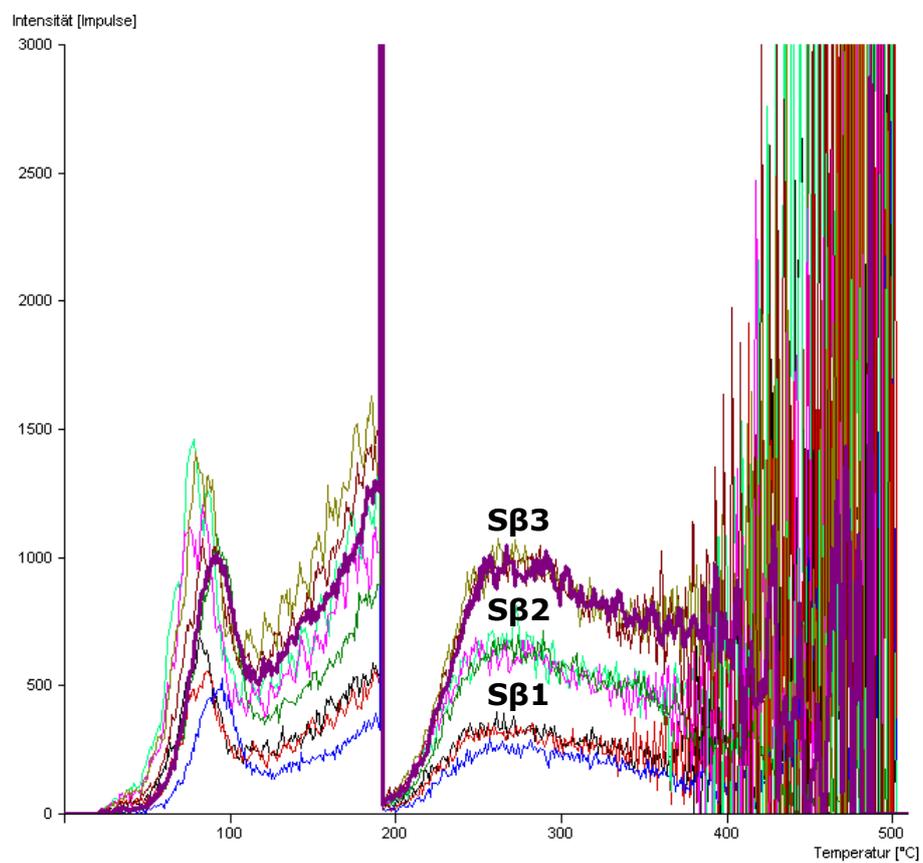


Abbildung 4.37: Na-Glowkurven der Probe 2c

Abbildung 4.38: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 2cAbbildung 4.39: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 2c

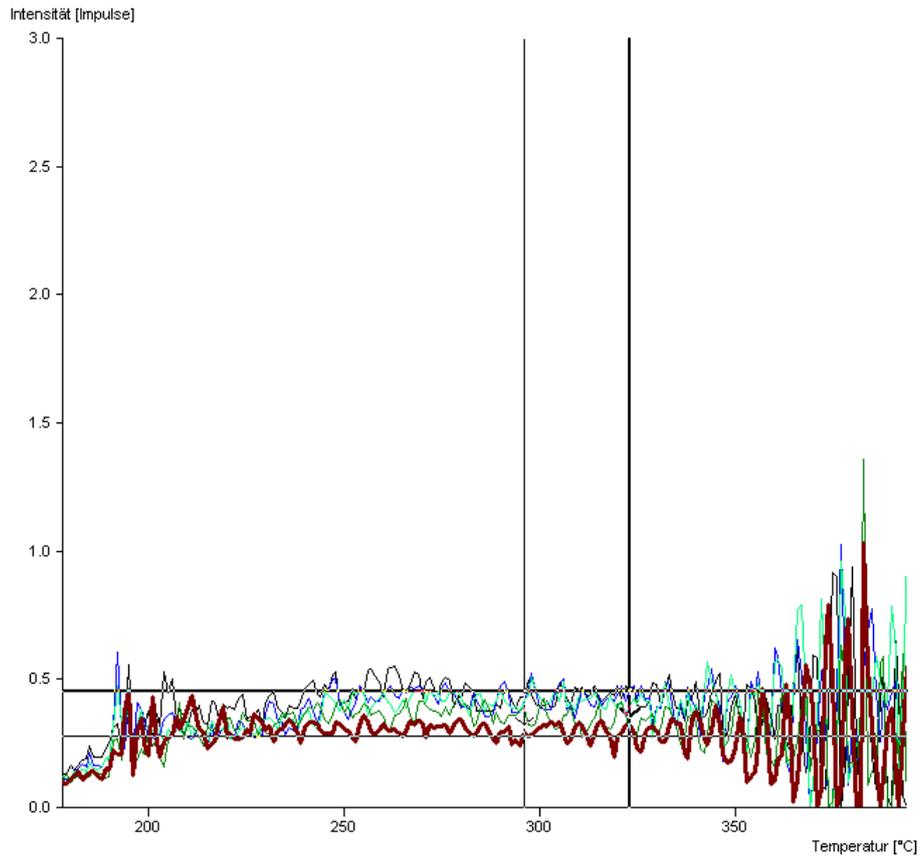


Abbildung 4.40: Plateautest der Probe 2c

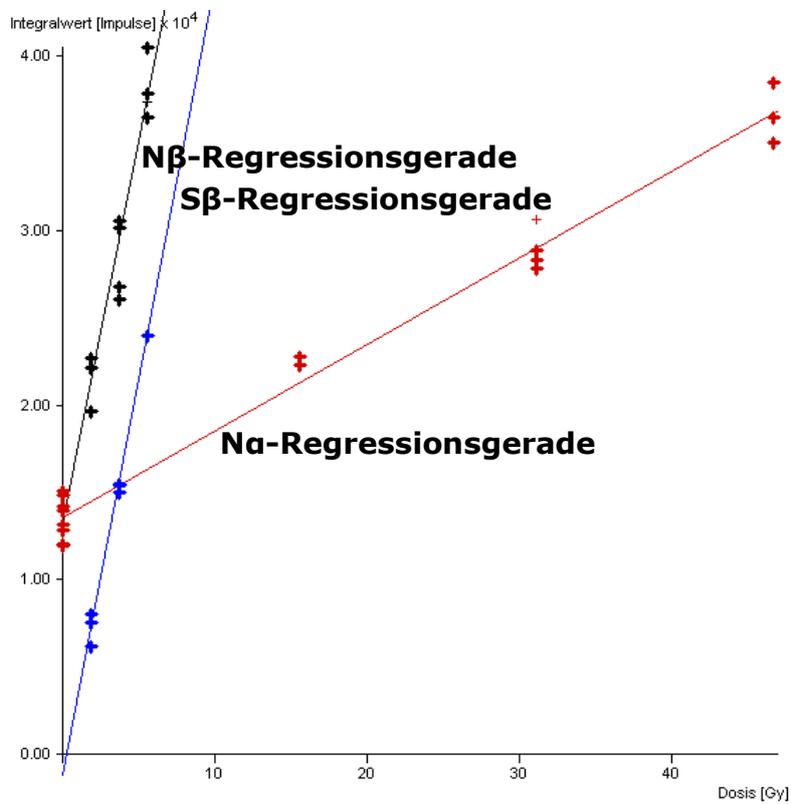


Abbildung 4.41: Regressionsgeraden der Probe 2c

## 4.7.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.7.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 3,423 g, ein Trockengewicht (T) von 3,422 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 3,563 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,96$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,04$

### 4.7.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 2,8776%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 3,4676%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.7.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Freitag der 02.12.2011 um 09:00 Uhr und endete am Montag den 05.12.2011 um 11:00 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 05.12.2011 um 11:40 Uhr und endete am 09.12.2011 um 12:45 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	94	9700
Slow Pairs	0	303
Beginn der Messung	02.12.2011 um 09:00 Uhr	05.12.2011 um 11:40 Uhr
Ende der Messung	05.12.2011 um 11:00 Uhr	09.12.2011 um 12:45 Uhr

Tabelle 4.6:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 2c

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 24,966 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,553 Counts/ks.

### 4.7.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5 cm.

### 4.7.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich zu 1,69 mGy/a.

## 4.8 Probe 2a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 2a ist ein Gewölbeziegel des Langhauses, Seitenschiff Nord, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.42: Probe 2a

### 4.8.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 13, 14, 23), Na2 (15, 16, 24), Na3 (17, 18, 25), N $\beta$ 1 (2, 6, 20), N $\beta$ 2 (4, 8, 21), N $\beta$ 3 (11, 12, 28), S $\beta$ 1 (1, 5, 26), S $\beta$ 2 (3, 7, 27) und S $\beta$ 3 (10, 19, 29) drei Mal und N00 (1, 3, 5, 7, 10, 19, 26, 27, 29) neun Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 27 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.43, Abbildung 4.44 und Abbildung 4.45 sind die Glowkurven der Probe 2a zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.46 einen interessanten Bereich zwischen 287 und 310°C, weil das Plateau vor diesem Bereich noch ansteigt und danach zu große Unregelmäßigkeiten aufweist. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.47 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 16,73 \pm 1,70 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,53 \pm 0,20 \text{ Gy}$$

$$I = 0,37 \pm 0,19 \text{ Gy}$$

$$a = 0,091 \pm 0,003$$

Das datierte Alter liegt bei  $278 \pm 38$  Jahre (1734 n.Chr.).

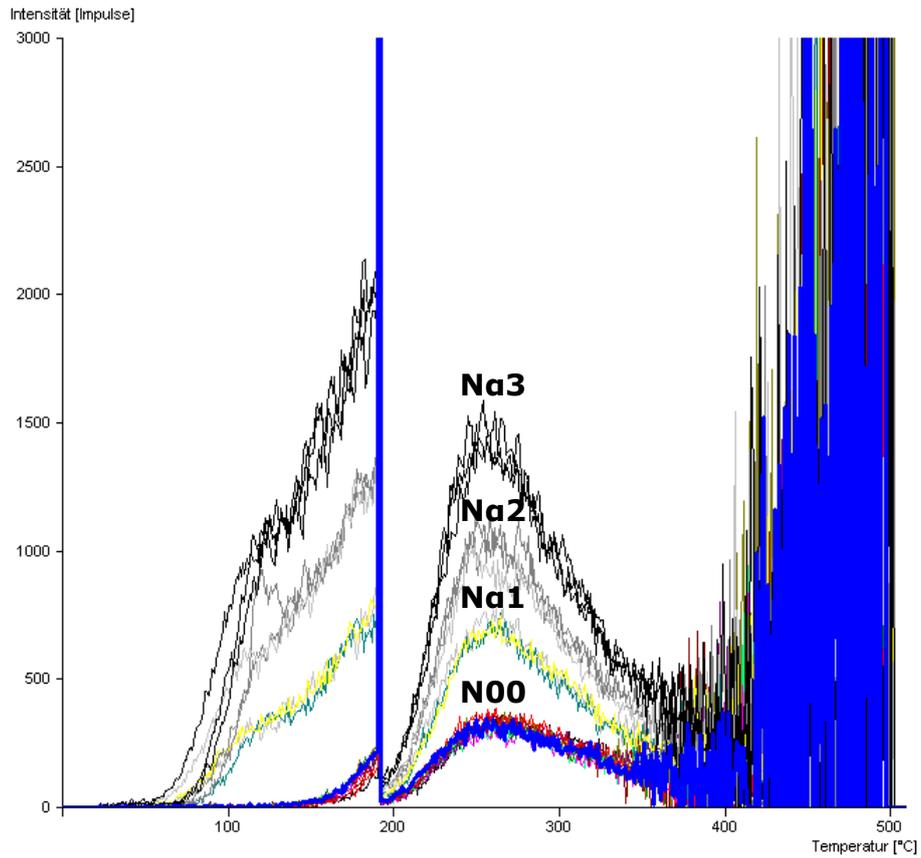
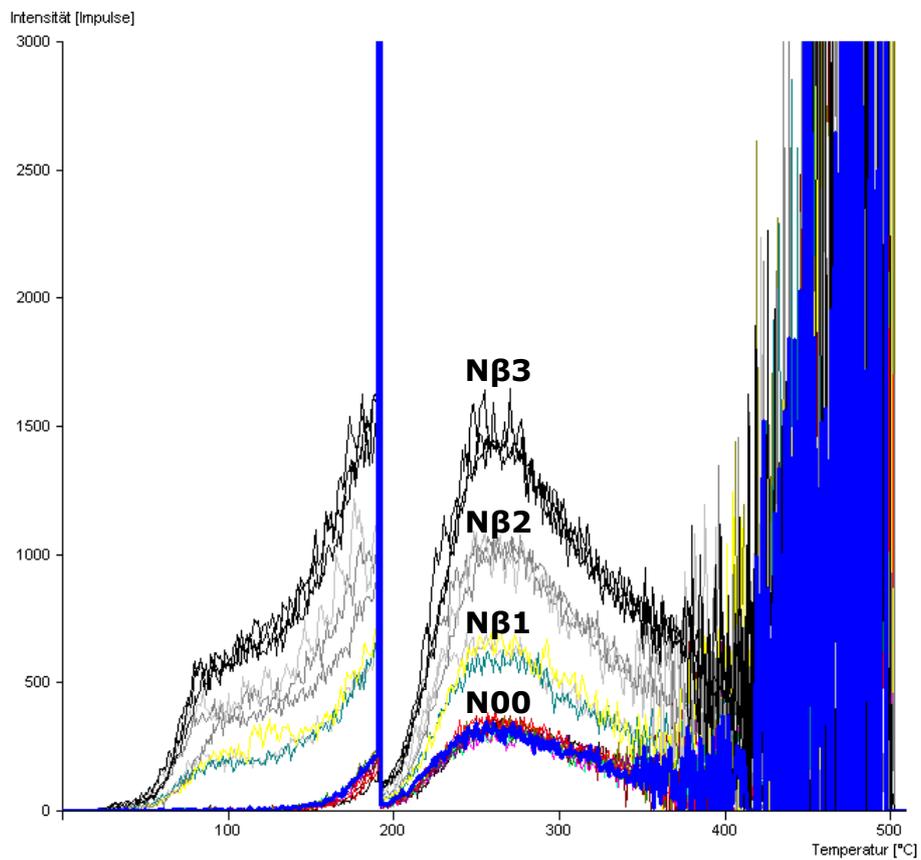


Abbildung 4.43: Na-Glowkurven der Probe 2a

Abbildung 4.44: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 2a

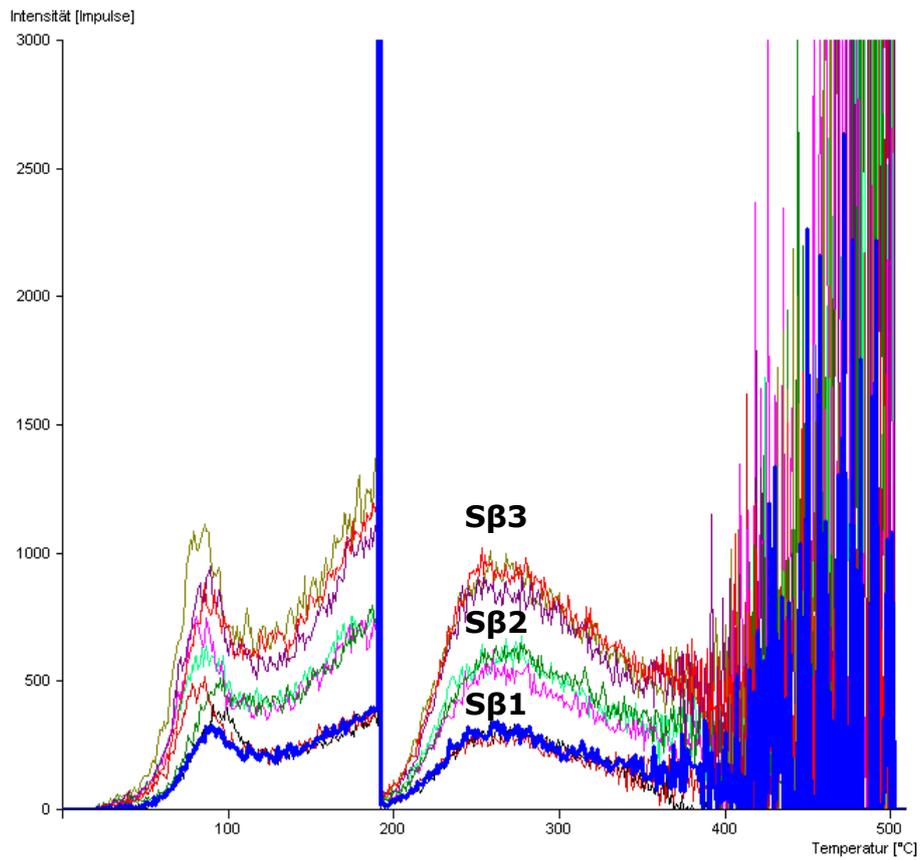
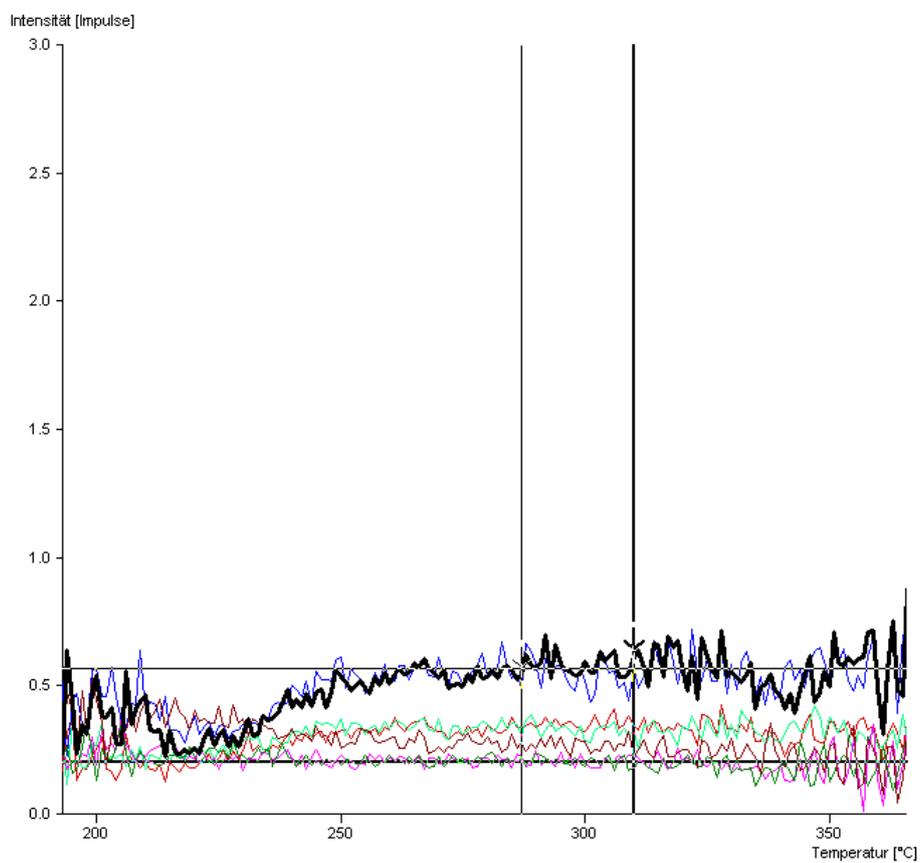
Abbildung 4.45: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 2a

Abbildung 4.46: Plateautest der Probe 2a

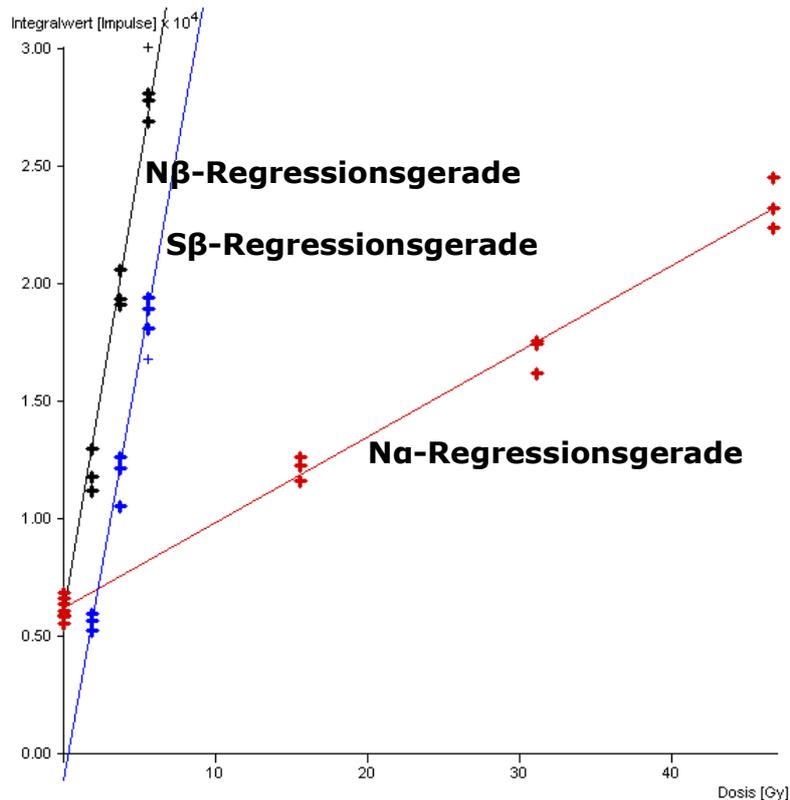


Abbildung 4.47: Regressionsgeraden der Probe 2a

## 4.8.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.8.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 1,645 g, ein Trockengewicht (T) von 1,644 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 2,006 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,82$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,22$

### 4.8.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 22927,59  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,2928%  $\text{K}_2$  bzw. 2,7628%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.8.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Freitag der 02.12.2011 um 09:00 Uhr und endete am Montag den 05.12.2011 um 11:00 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 05.12.2011 um 11:40 Uhr und endete am 09.12.2011 um 12:45 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	113	8592
Slow Pairs	0	290
Beginn der Messung	02.12.2011 um 09:00 Uhr	05.12.2011 um 11:40 Uhr
Ende der Messung	05.12.2011 um 11:00 Uhr	09.12.2011 um 12:45 Uhr

Tabelle 4.7:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 2a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 22,014 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,572 Counts/ks.

#### 4.8.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5 cm.

#### 4.8.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich nach Kapitel 3.3.5 zu 1,66 mGy/a.

### 4.9 Probe 8c der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Ziegelprobe 8c stammt vom nördlichen Fenstersturz der vierten Ebene des Turms, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.48: Probe 8c

#### 4.9.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 11, 16, 20), Na2 (12, 21, 28), N $\beta$ 1 (2, 6, 23), N $\beta$ 2 (4, 8, 24), N $\beta$ 3 (10, 14, 19), S $\beta$ 1 (1, 5, 25), S $\beta$ 2 (3, 7, 26) und S $\beta$ 3 (9, 15, 27) drei Mal, Na3 (13, 18, 22, 29) vier Mal und N00 (1, 3, 5, 7, 9, 15, 25, 26, 27) neun Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 28 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.49, Abbildung 4.50 und Abbildung 4.51 sind die Glowkurven der Probe 8c zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.52 einen interessanten Bereich zwischen 281 und 301°C, weil die

Signalschwankungen am geringsten sind. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_{\alpha}$ ,  $Q_{\beta}$ ,  $I$  und  $A$  ermittelt wird, sind in Abbildung 4.53 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_{\alpha} = 27,36 \pm 4,13 \text{ Gy}$$

$$Q_{\beta} = 2,60 \pm 0,31 \text{ Gy}$$

$$I = 0,33 \pm 0,18 \text{ Gy}$$

$$a = 0,095 \pm 0,003$$

Das datierte Alter liegt bei  $415 \pm 50$  Jahre (1597 n.Chr.).

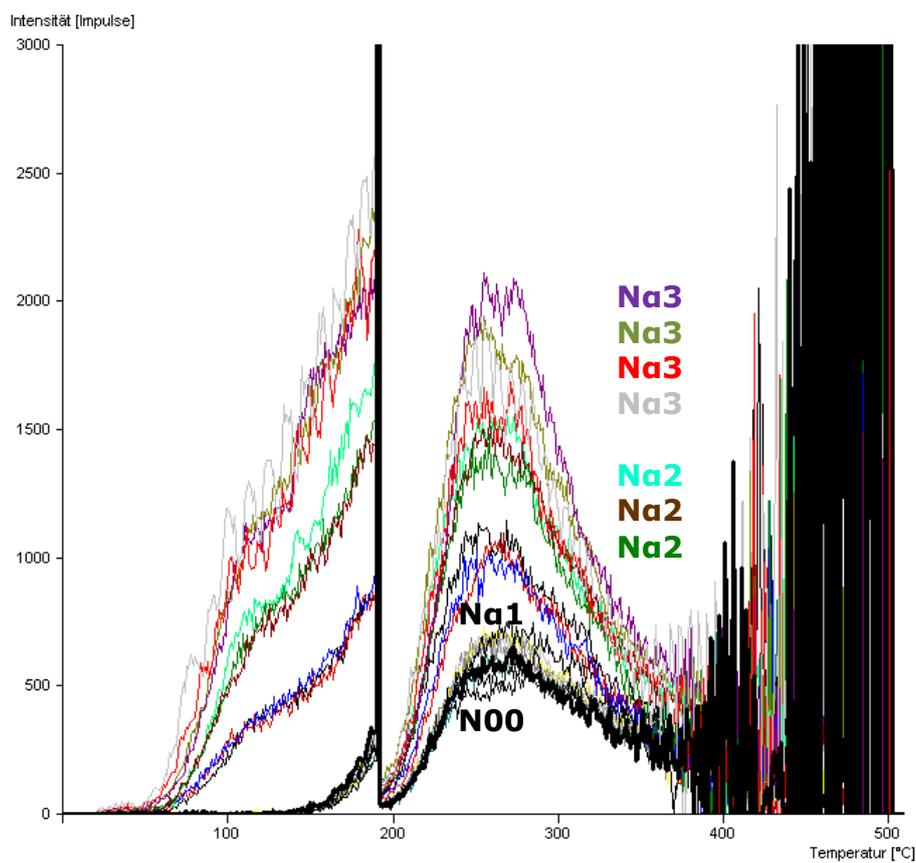
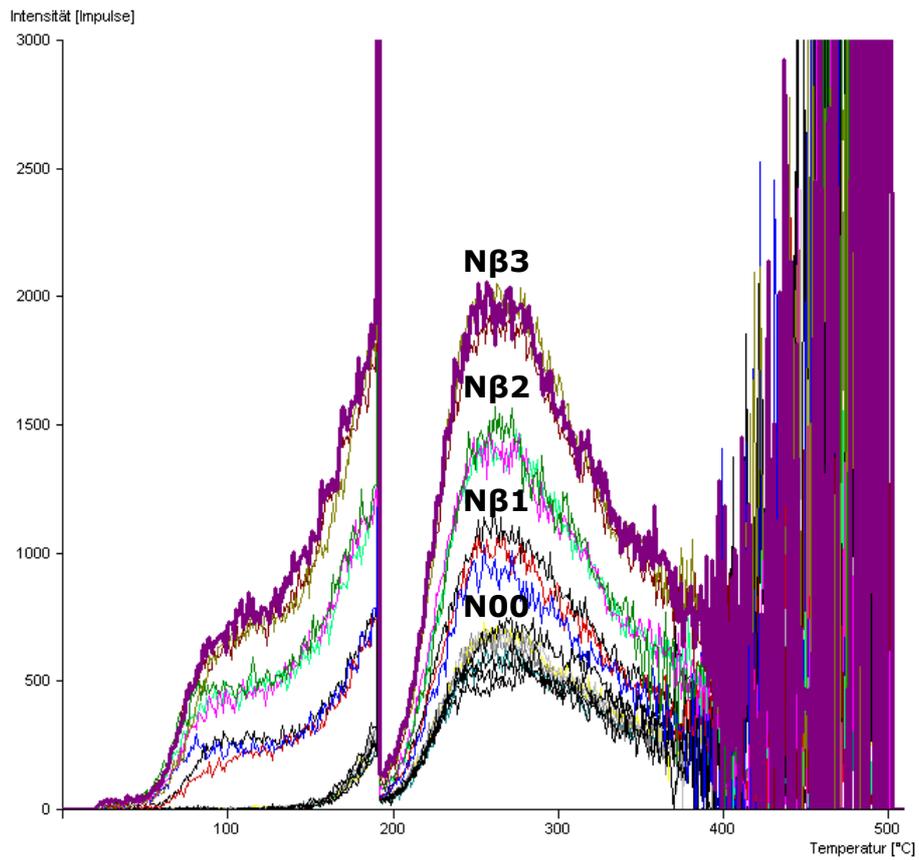
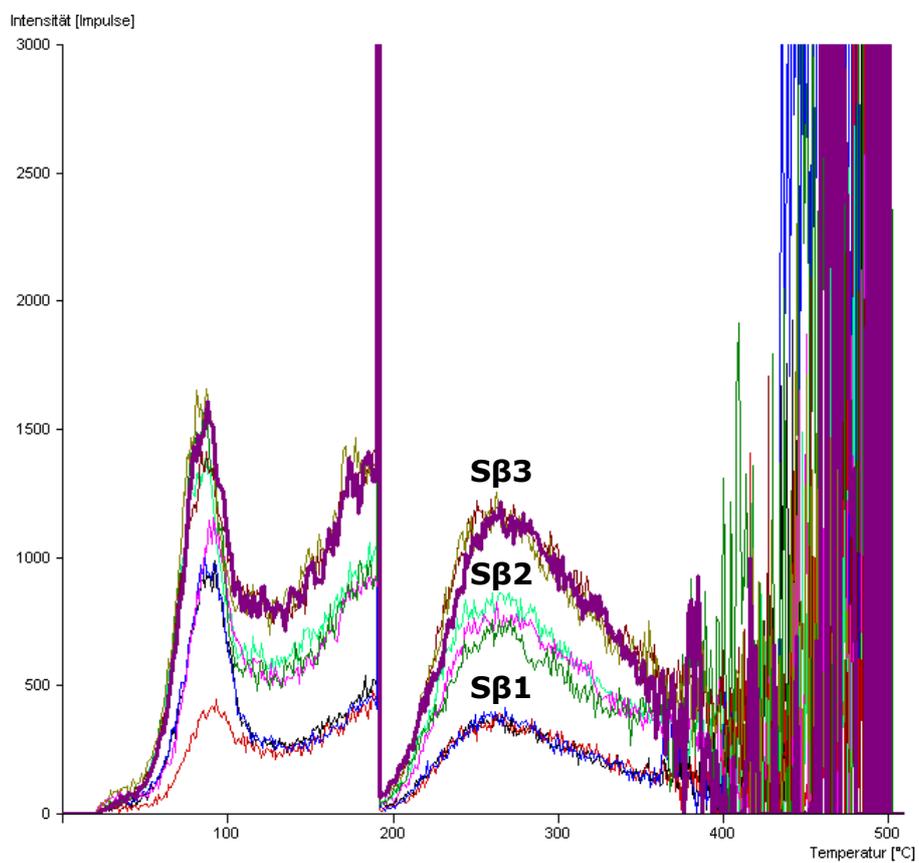


Abbildung 4.49: Na-Glowkurven der Probe 8c

Abbildung 4.50: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 8cAbbildung 4.51: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 8c

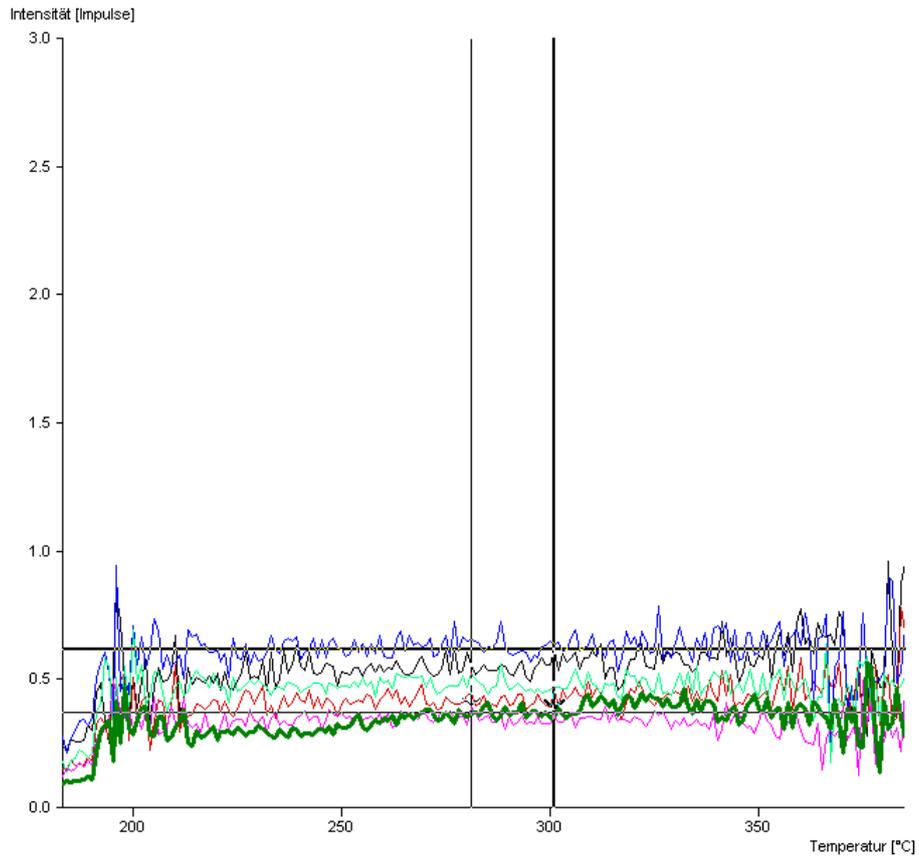


Abbildung 4.52: Plateautest der Probe 8c

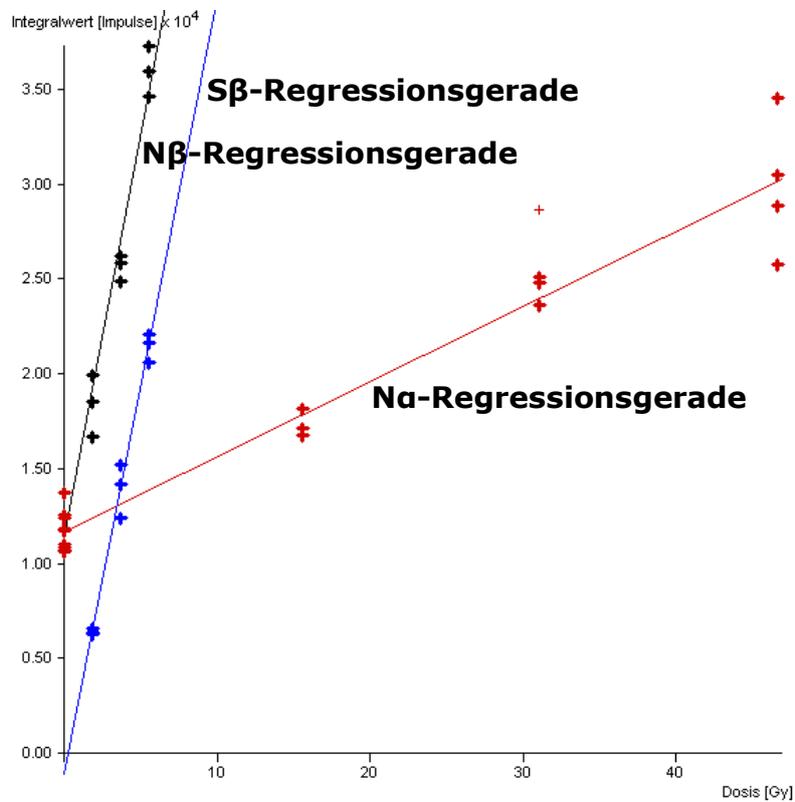


Abbildung 4.53: Regressionsgeraden der Probe 8c

## 4.9.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.9.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,888 g, ein Trockengewicht (T) von 2,887 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 3,443 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,84$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,19$

### 4.9.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 2,3826%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,8711%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.9.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 19.12.2011 um 09:45 Uhr und endete am Donnerstag den 05.01.2012 um 08:50 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 05.01.2012 um 09:00 Uhr und endete am 09.01.2012 um 09:00 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	341	7439
Slow Pairs	1	218
Beginn der Messung	19.12.2011 um 09:45 Uhr	05.01.2012 um 09:00 Uhr
Ende der Messung	05.01.2012 um 08:50 Uhr	09.01.2012 um 09:00 Uhr

Tabelle 4.8:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 8c

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 19,401 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,432 Counts/ks.

### 4.9.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 6 cm.

### 4.9.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich laut Kapitel 3.3.5 zu 2,01 mGy/a.

## 4.10 Probe 6a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Ziegelprobe 6a ist ein Gewölbeziegel und stammt vom 3. Chor-Joch, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.54: Probe 6a

### 4.10.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 2, 3, 25), Na3 (17, 18, 27), N $\beta$ 1 (1, 5, 30), N $\beta$ 2 (2, 21, 31), S $\beta$ 2 (4, 8, 22) und S $\beta$ 3 (11, 24, 38) drei Mal, Na2 (15, 16, 26, 29) und S $\beta$ 1 (3, 7, 20, 36) vier Mal, N $\beta$ 3 (9, 10, 23, 32, 35) fünf Mal und N00 (3, 4, 7, 11, 12, 20, 24) sieben Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 31 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.55, Abbildung 4.56 und Abbildung 4.57 sind die Glowkurven der Probe 6a zu entnehmen. Für den Auswertebereich wurde beim Plateautest, Abbildung 4.58, ein Bereich zwischen 311 und 331°C gewählt. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.59 zu sehen.

Diese Probe ist wegen der Signalschwankungen beim Plateautest nicht datierbar.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 60,41 \pm 9,04 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 5,87 \pm 0,62 \text{ Gy}$$

$$I = 0,50 \pm 0,35 \text{ Gy}$$

$$a = 0,097 \pm 0,004$$

Das datierte Alter liegt bei  $881 \pm 101$  Jahre (1131 n.Chr.).

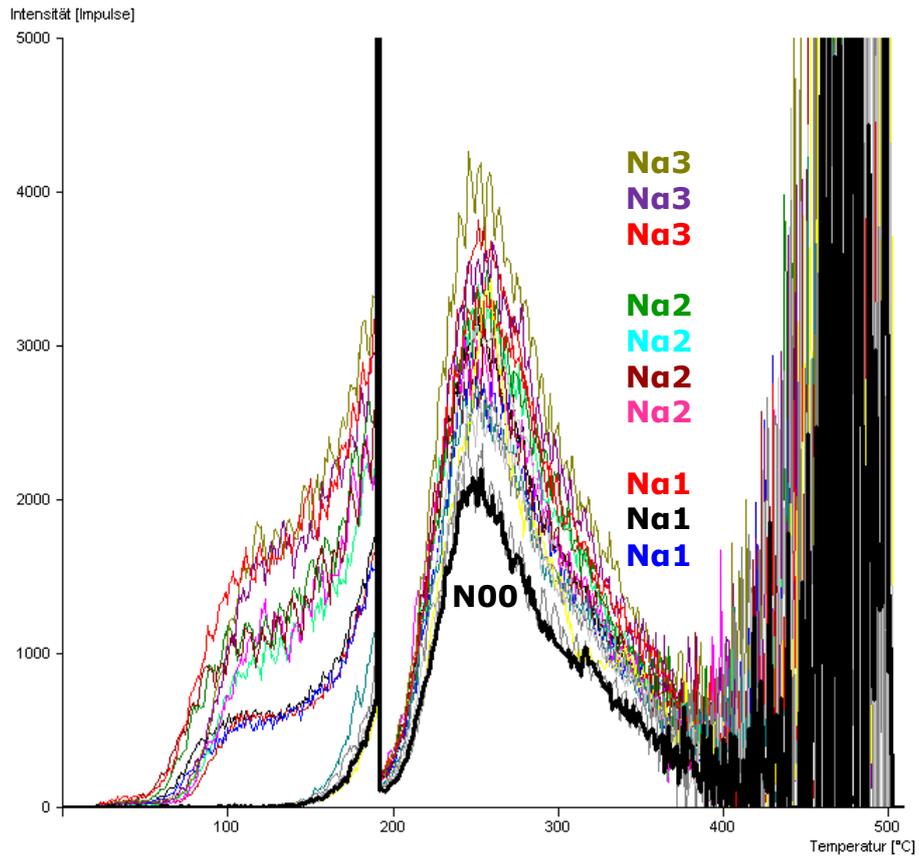


Abbildung 4.55: Na-Glowkurven der Probe 6a

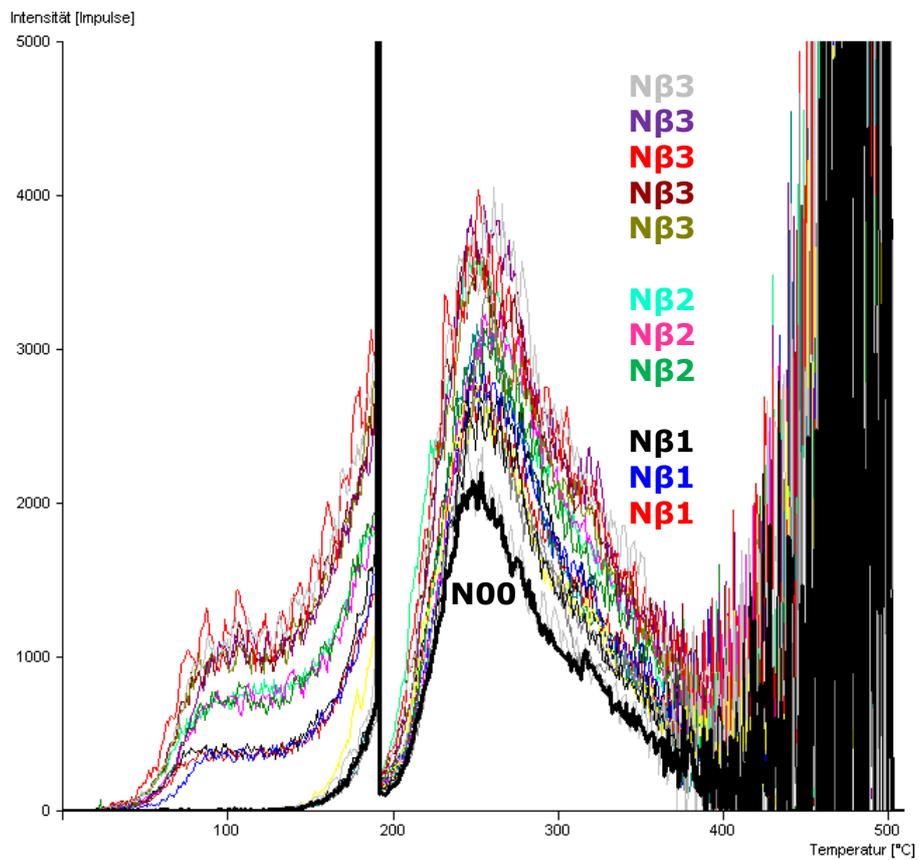


Abbildung 4.56: Nβ-Glowkurven der Probe 6a

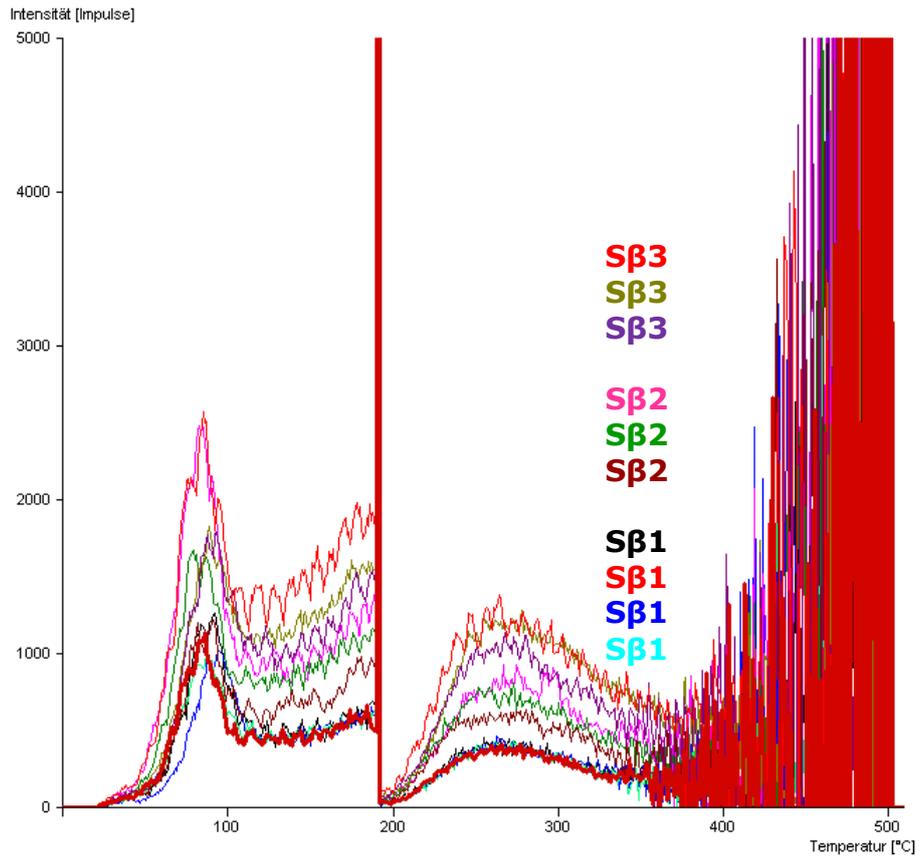


Abbildung 4.57: Sβ-Glowkurven der Probe 6a

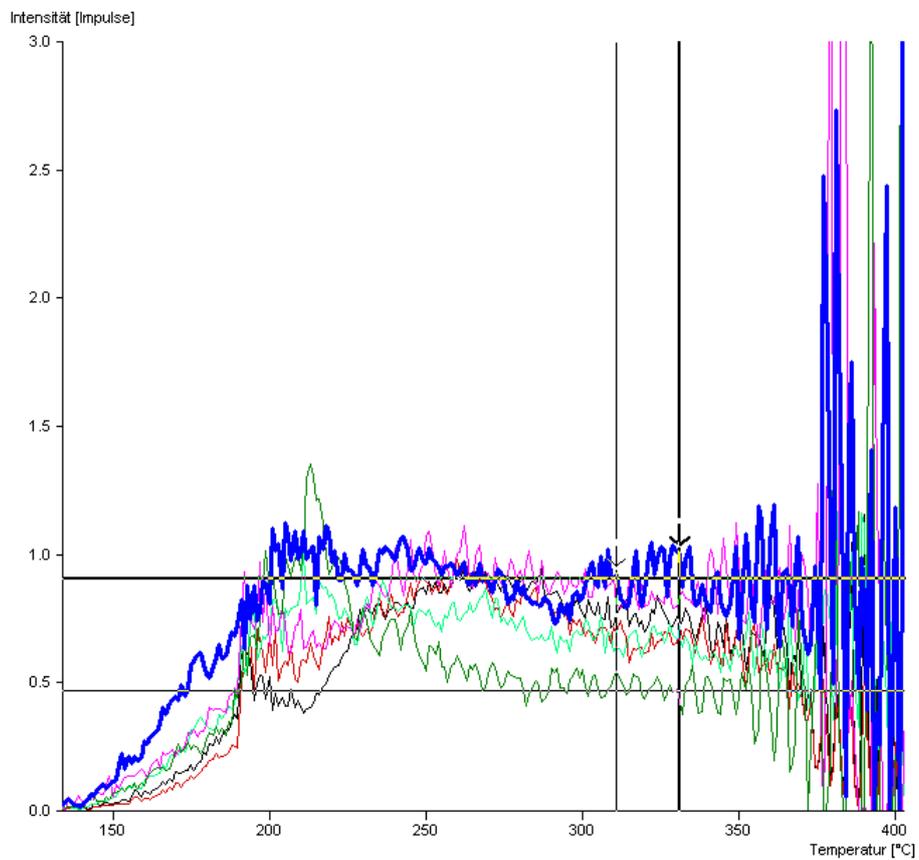


Abbildung 4.58: Plateautest der Probe 6a

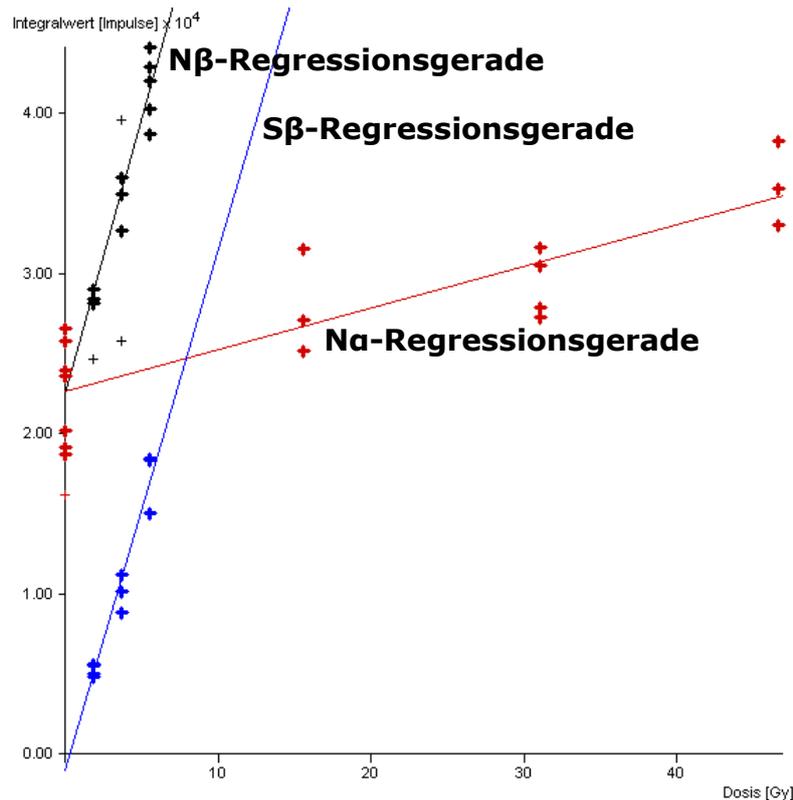


Abbildung 4.59: Regressionsgeraden der Probe 6a

## 4.10.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.10.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 1,082 g, ein Trockengewicht (T) von 1,078 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 1,260 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,86$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,17$

### 4.10.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 3,0058%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 3,6220%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.10.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 19.12.2011 um 09:45 Uhr und endete am Donnerstag den 05.01.2012 um 08:50 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 05.01.2012 um 09:00 Uhr und endete am 09.01.2012 um 09:00 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	612	7831
Slow Pairs	2	267
Beginn der Messung	19.12.2011 um 09:45 Uhr	05.01.2012 um 09:00 Uhr
Ende der Messung	05.01.2012 um 08:50 Uhr	09.01.2012 um 09:00 Uhr

Tabelle 4.9:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 6a

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 20,265 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,548 Counts/ks.

#### 4.10.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

#### 4.10.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  der Ziegelprobe 6a ist 1,54 mGy/a.

### 4.11 Probe 12b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Ziegelprobe 12b ist von der abgetreppten „Giebelwand“ zum Langhaus vom Raum über der Sakristei, nördlich vom Kamin, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.60: Probe 12b

#### 4.11.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 5, 6, 21), Na2 (7, 8, 30), Na3 (9, 10, 23), N $\beta$ 1 (2, 11, 15), N $\beta$ 3 (28, 29, 32), S $\beta$ 1 (1, 12, 16) und S $\beta$ 3 (4, 26, 27) drei Mal, S $\beta$ 2 (3, 14, 18, 25) vier Mal, N $\beta$ 2 (4, 13, 17, 24, 31) fünf Mal und N00 elf Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 30 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.61, Abbildung 4.62 und Abbildung 4.63 sind die Glowkurven der Probe 12b zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.64 einen interessanten Bereich zwischen 267 und 295°C, weil das

Plateau sowohl vorher als auch nachher ansteigt. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ ,  $I$  und  $A$  ermittelt wird, sind in Abbildung 4.65 zu sehen.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 27,76 \pm 2,33 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 2,32 \pm 0,32 \text{ Gy}$$

$$I = 0,55 \pm 0,32 \text{ Gy}$$

$$a = 0,084 \pm 0,005$$

Das datierte Alter liegt bei  $372 \pm 56$  Jahre (1640 n.Chr.).

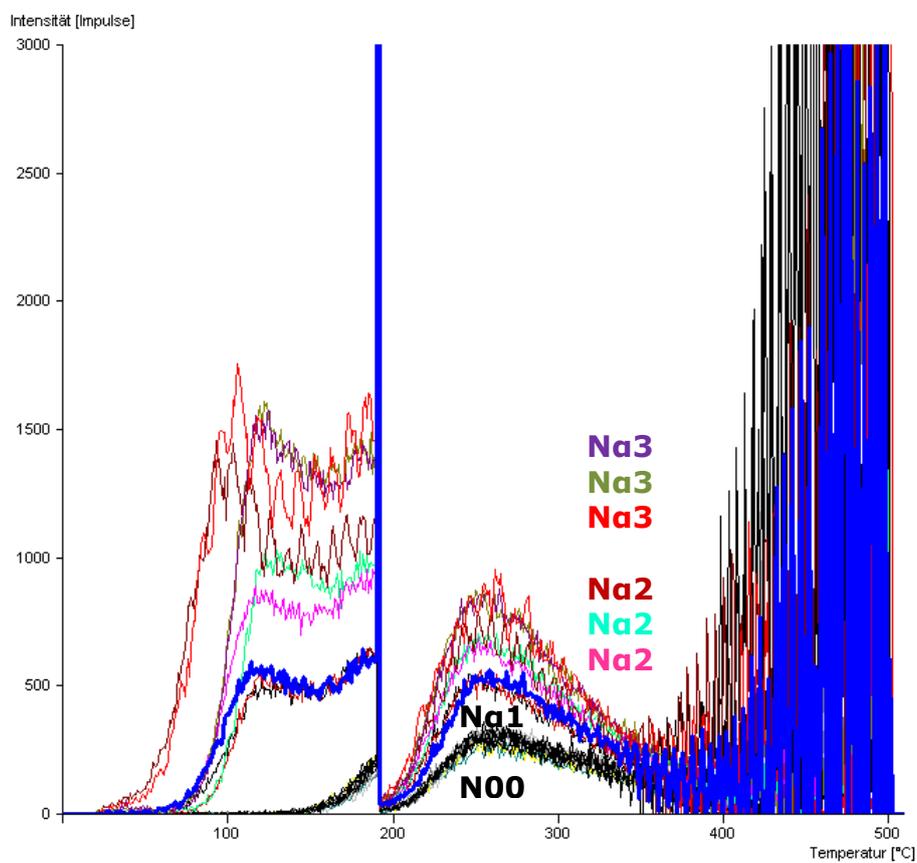


Abbildung 4.61: Na-Glowkurven der Probe 12b

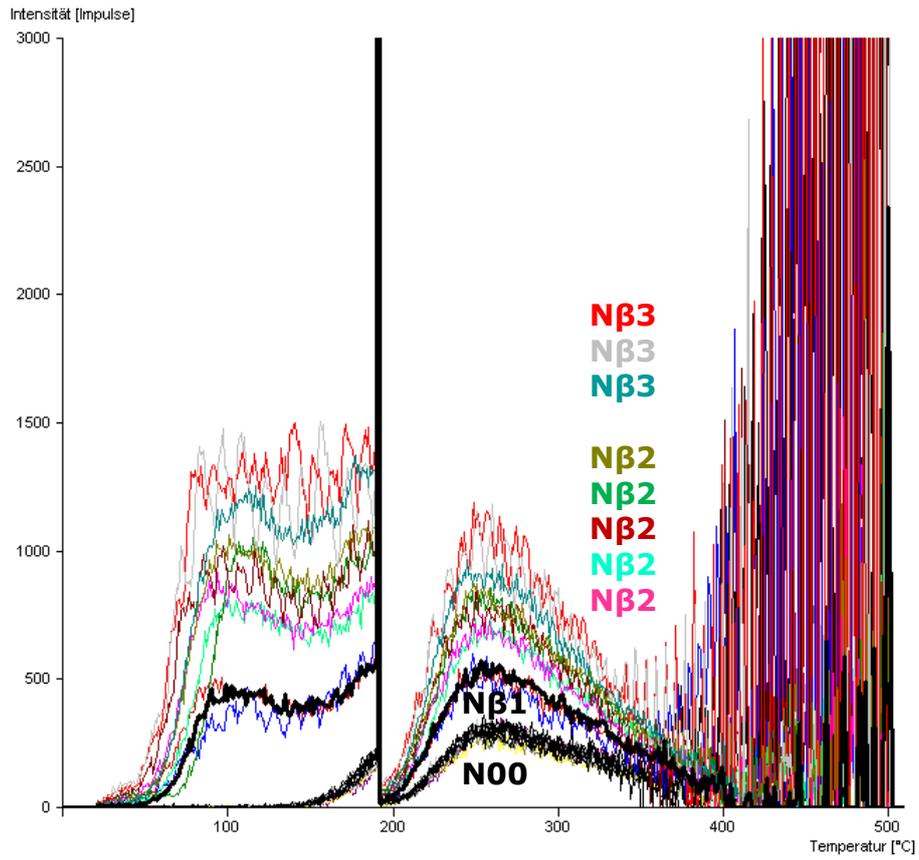


Abbildung 4.62: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 12b

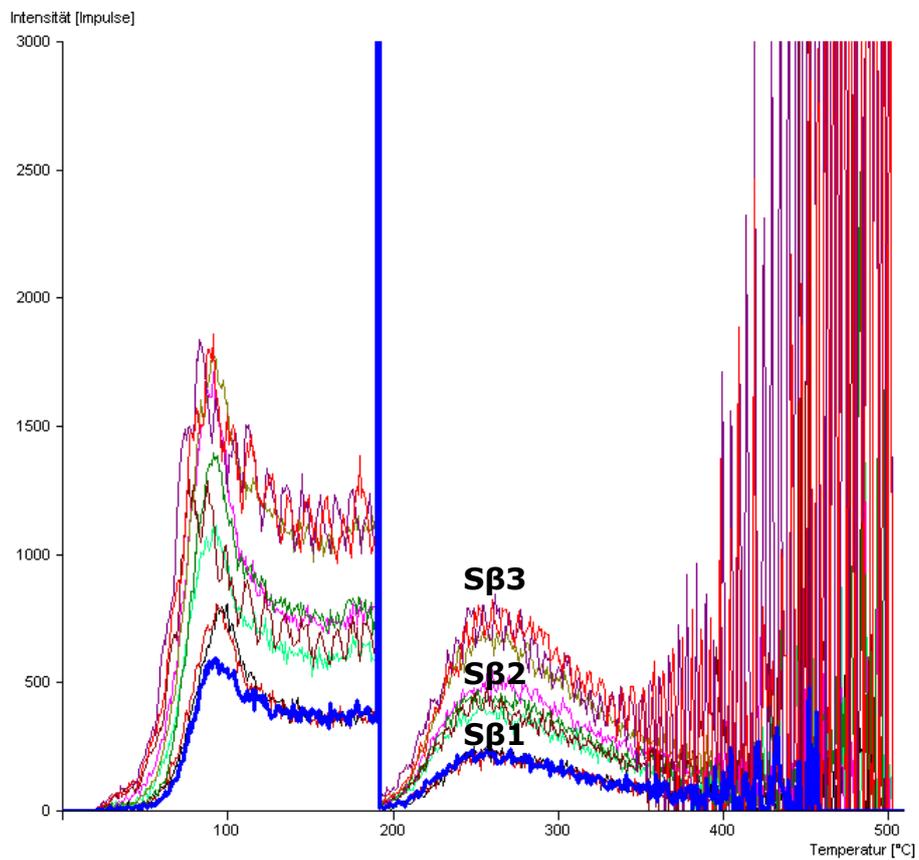


Abbildung 4.63: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 12b

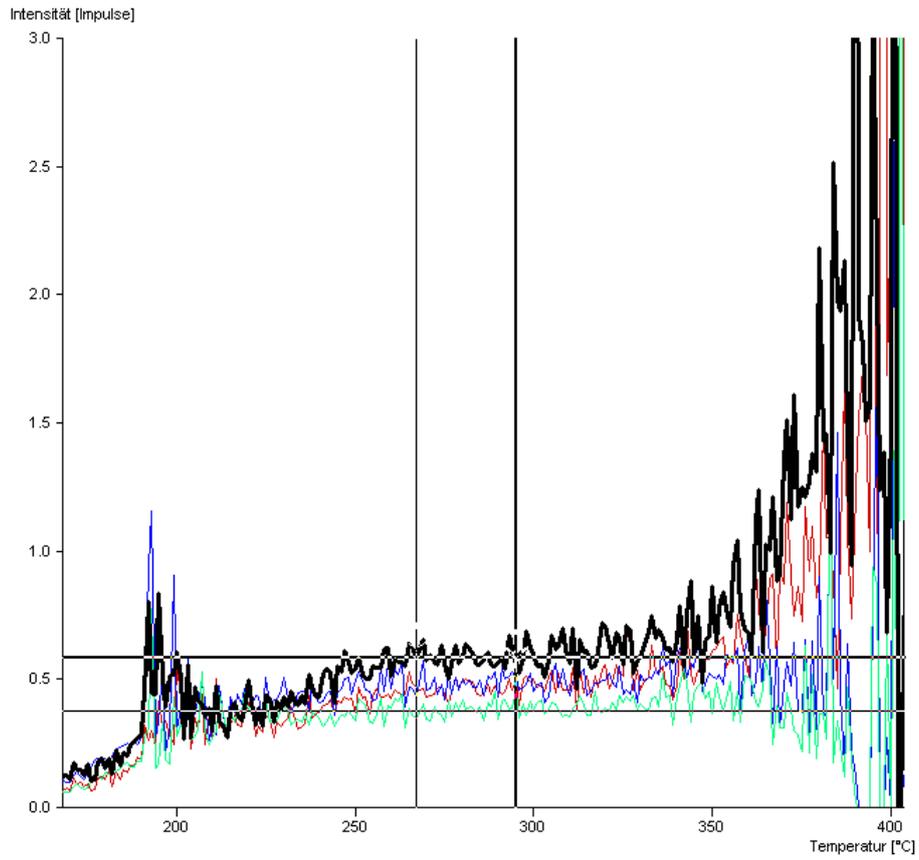


Abbildung 4.64: Plateautest der Probe 12b

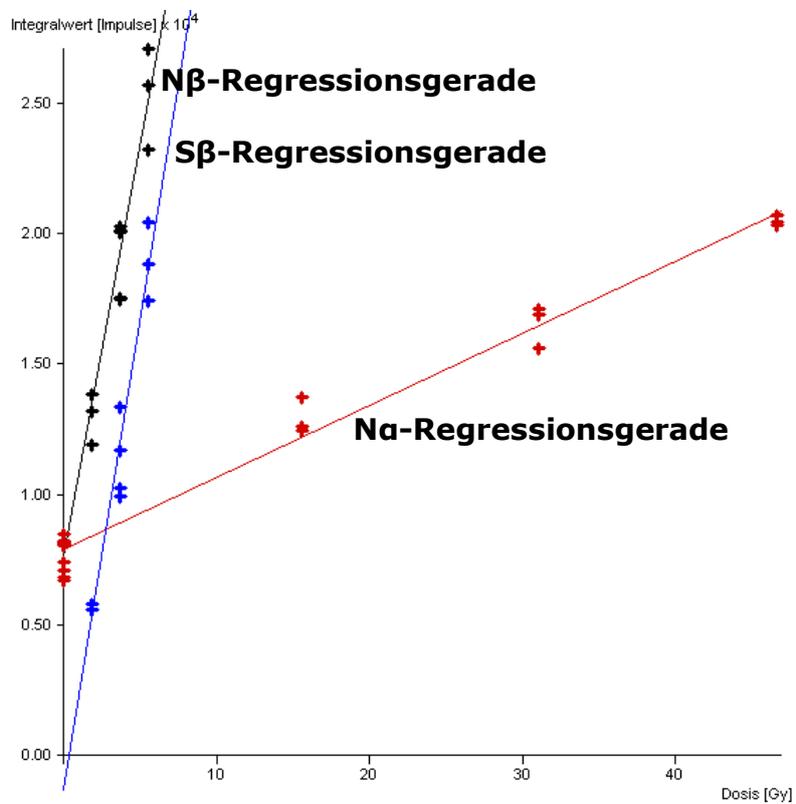


Abbildung 4.65: Regressionsgeraden der Probe 12b

## 4.11.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.11.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 1,503 g, ein Trockengewicht (T) von 1,501 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 1,804 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,83$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,20$

### 4.11.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 2,5301%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 3,0488%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.11.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 09.01.2012 um 09:30 Uhr und endete am Freitag den 13.01.2012 um 09:00 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 13.01.2012 um 09:15 Uhr und endete am 16.01.2012 um 13:40 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	124	7034
Slow Pairs	0	193
Beginn der Messung	09.01.2012 um 09:30 Uhr	13.01.2012 um 09:15 Uhr
Ende der Messung	13.01.2012 um 09:00 Uhr	16.01.2012 um 13:40 Uhr

Tabelle 4.10:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 12b

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 22,968 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,439 Counts/ks.

### 4.11.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 6 cm.

### 4.11.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ist nach Kapitel 3.3.5 zu 2,24 mGy/a.

## 4.12 Probe 13b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probe 13b ist von der Ziegelwand zum Chor / Langhaus vom Raum über der Sakristei, vom unteren unverputzten Feld, siehe Abbildung 4.1 auf Seite 49.



Abbildung 4.66: Probe 13b

### 4.12.1 Thermolumineszenzmessung

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 13, 14), Na2 (16, 19), Na3 (17, 18), N $\beta$ 1 (1, 5), N $\beta$ 4 (22, 24), S $\beta$ 1 (3, 7) und S $\beta$ 4 (23, 25) zwei Mal, N $\beta$ 2 (2, 6, 28), N $\beta$ 3 (9, 10, 20), S $\beta$ 2 (1, 4, 8) und S $\beta$ 3 (11, 12, 21) drei Mal und N00 (1, 3, 4, 7, 8, 11, 12, 21, 23, 25) zehn Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 26 verwendete Plättchen.

Der Abbildung 4.67, Abbildung 4.68 und Abbildung 4.69 sind die Glowkurven der Probe 13b zu entnehmen. Für den Auswertebereich ergab der Plateautest in Abbildung 4.70 einen interessanten Bereich zwischen 278 und 305°C, weil die Signalschwankungen vorher und nachher größer sind. Die Regressionsgeraden, aus denen  $Q_\alpha$ ,  $Q_\beta$ , I und A ermittelt wird, sind in Abbildung 4.71 zu sehen.

Aufgrund von Empfindlichkeitsänderungen gegenüber  $\beta$ -Strahlung, siehe Abbildung 4.71, ist diese Probe nicht datierbar.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 20,94 \pm 4,56 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,11 \pm 0,51 \text{ Gy}$$

$$I = 0,68 \pm 0,35 \text{ Gy}$$

$$a = 0,053 \pm 0,013$$

Das datierte Alter liegt bei  $290 \pm 85$  Jahre (1722 n.Chr.).

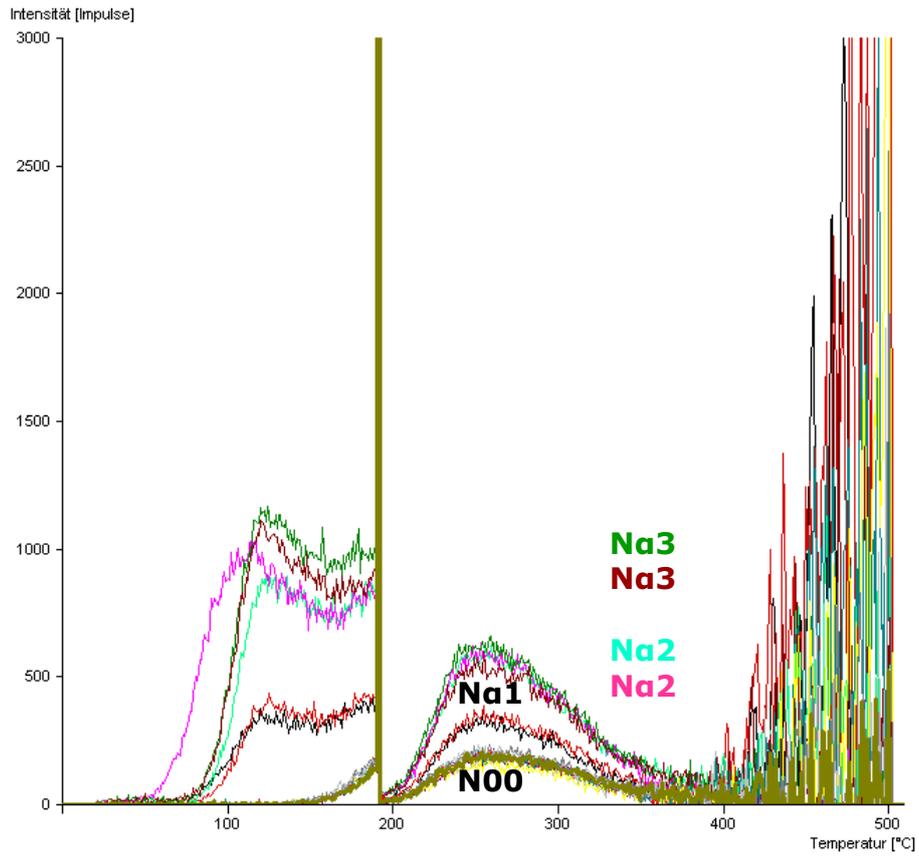


Abbildung 4.67: Na-Glowkurven der Probe 13b

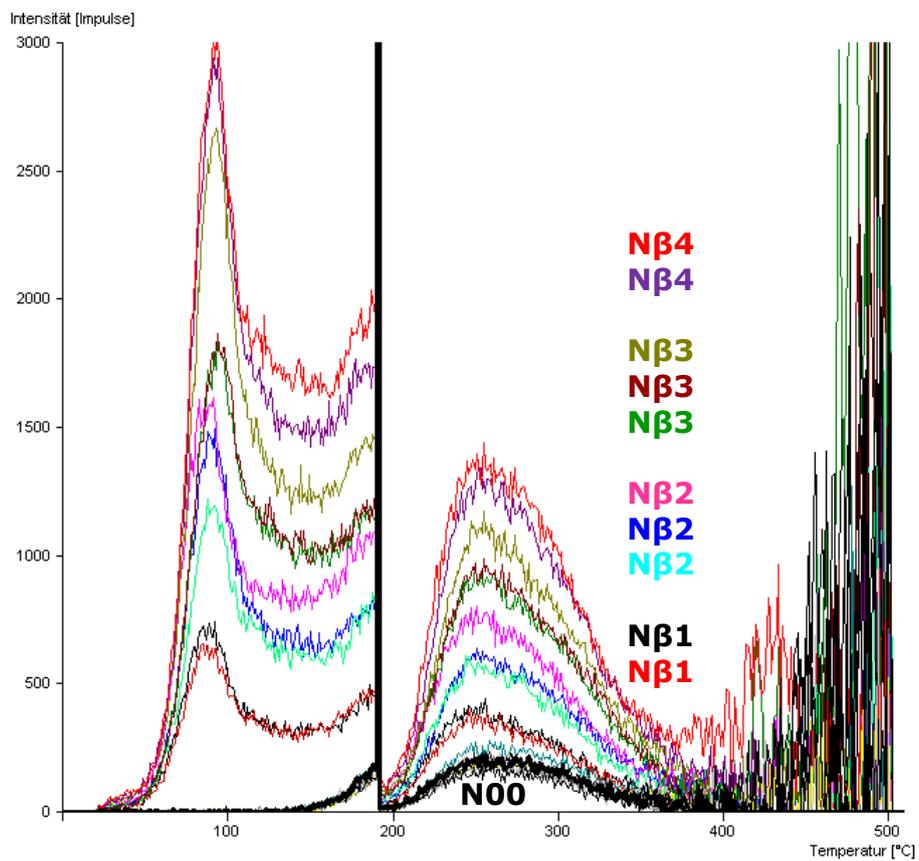


Abbildung 4.68: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 13b

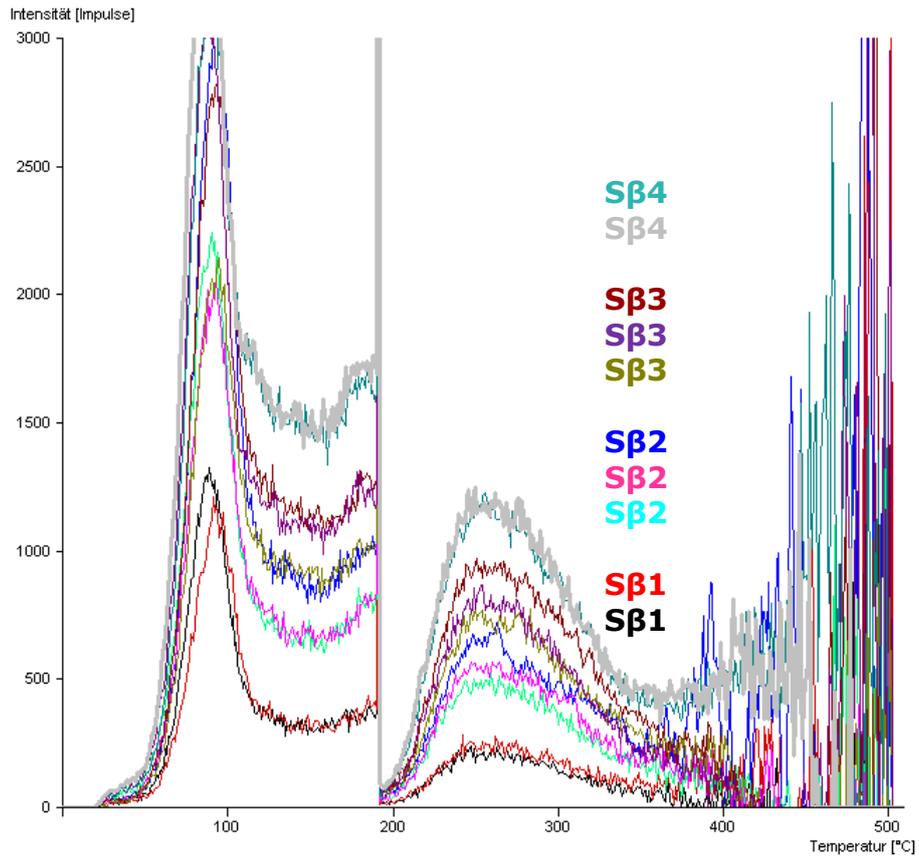


Abbildung 4.69: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 13b

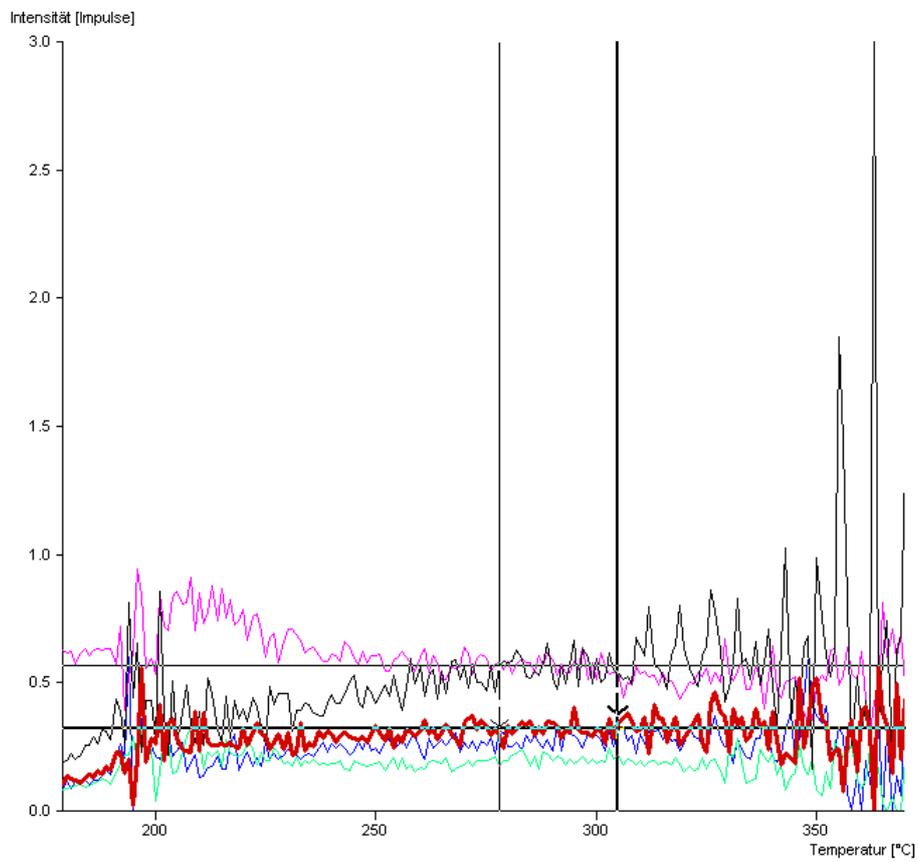


Abbildung 4.70: Plateautest der Probe 13b

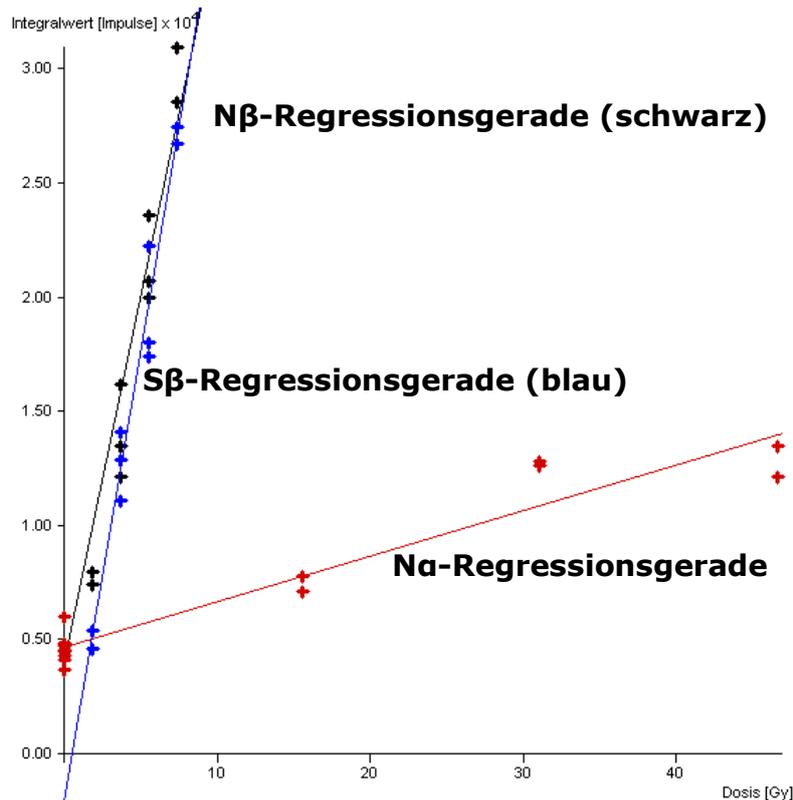


Abbildung 4.71: Regressionsgeraden der Probe 13b

## 4.12.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

### 4.12.2.1 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitsmessung ergab ein Gewicht der feuchten Probe (A) von 2,173 g, ein Trockengewicht (T) von 2,168 g und ein Sättigungsgewicht (S) von 2,637 g. Daraus folgt mit den Formeln (2.11) und (2.12):

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,82$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,22$

### 4.12.2.2 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 2,1736%  $K_2$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,6192%  $K_2O$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

### 4.12.2.3 $\alpha$ -Zählrate

Der Beginn der Backgroundmessung für die  $\alpha$ -Zerfallsrate war Montag der 09.01.2012 um 09:30 Uhr und endete am Freitag den 13.01.2012 um 09:00 Uhr. Die tatsächliche  $\alpha$ -Messung mit Probenstaub begann am 13.01.2012 um 09:15 Uhr und endete am 16.01.2012 um 13:40 Uhr.

	Backgroundmessung	$\alpha$ -Messung
Zerfälle total	99	6150
Slow Pairs	0	206
Beginn der Messung	09.01.2012 um 09:30 Uhr	13.01.2012 um 09:15 Uhr
Ende der Messung	13.01.2012 um 09:00 Uhr	16.01.2012 um 13:40 Uhr

Tabelle 4.11:  $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 13b

Aus diesen gemessenen Werten ergibt sich nun mit den Formeln aus Kapitel 3.3.4 eine  $\alpha$ -Zerfallsrate von 20,107 Counts/ks und eine Paarzerfallsrate von 0,529 Counts/ks.

#### 4.12.2.4 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5,5 cm.

#### 4.12.2.5 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich laut Kapitel 3.3.5 zu 2,15 mGy/a.

### 4.13 Proben 1b, 2b, 6b, 7a

#### 4.13.1 Probe 1b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probenentnahmestelle ist in Abbildung 4.1 auf Seite 49 zu finden.

##### 4.13.1.1 Thermolumineszenzmessung

Die Thermolumineszenzmessungen der Probe 1b, sowie die Bestimmung der Feuchtigkeitswerte,  $\alpha$ -Zerfälle und Paarzerfälle, wurden in einer Projektarbeit von Ronja Kamelreiter [6] gemessen und ermittelt. Sonstige für die Datierung notwendige Parameter wurden im Zuge dieser Masterarbeit untersucht.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 32,92 \pm 4,32 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 2,26 \pm 0,49 \text{ Gy}$$

$$I = 0,52 \pm 0,36 \text{ Gy}$$

$$a = 0,069 \pm 0,006$$

Das datierte Alter liegt bei  $418 \pm 80$  Jahre (1594 n.Chr.).

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 9, 11), Na2 (10, 17), Na3 (12, 18), N $\beta$ 2 (4, 15), N $\beta$ 3 (7, 16), S $\beta$ 2 (2, 13) und S $\beta$ 3 (5, 14) zwei Mal, Na4 (19), N $\beta$ 1 (3), N $\beta$ 4 (8), S $\beta$ 1 (1) und S $\beta$ 4 (6) ein Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 13, 14) sechs Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 19 verwendete Plättchen.

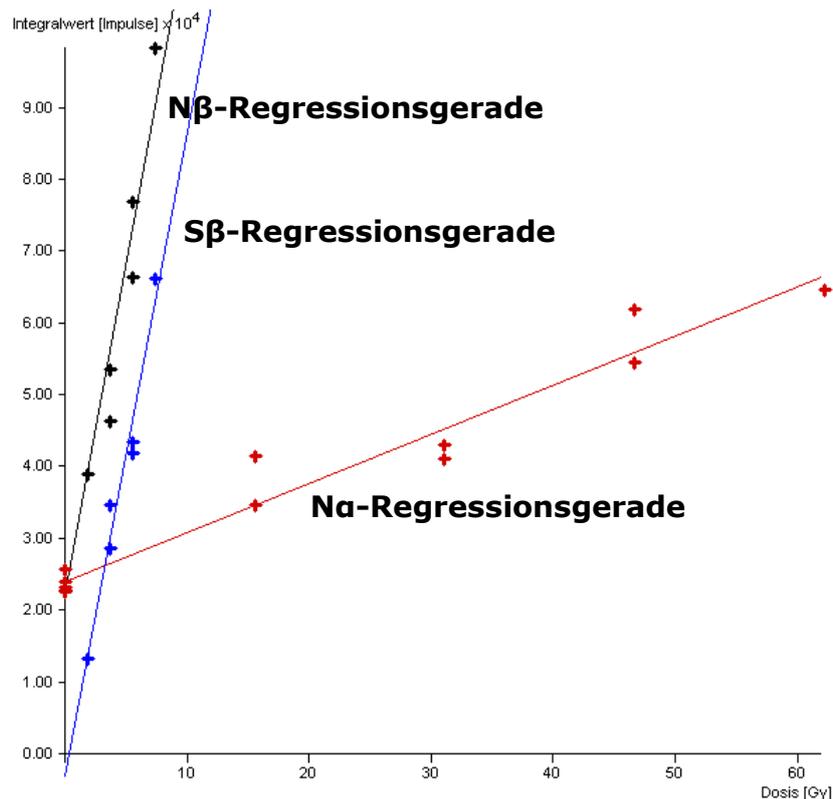


Abbildung 4.72: Regressionsgeraden der Probe 1b

#### 4.13.1.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

##### 4.13.1.2.1 Temperaturbereich

Als geeignetster Bereich für die Berechnung des Alters hat sich das Gebiet zwischen 250 bis 306°C herausgestellt.

##### 4.13.1.2.2 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitswerte wurden in der Projektarbeit von Ronja Kamelreiter [6] ermittelt und ergeben:

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,80$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,20$

##### 4.13.1.2.3 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 24426,23  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,4426%  $\text{K}_2$  bzw. 2,9434%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

##### 4.13.1.2.4 $\alpha$ -Zählrate

Die  $\alpha$ -Zählraten wurden ebenfalls in der Projektarbeit von Ronja Kamelreiter [6] ermittelt und ergeben:

$\alpha$ -Zerfallsrate: 21,714 Counts/ks

Paarzerfallsrate: 0,505 Counts/ks

#### 4.13.1.2.5 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

#### 4.13.1.2.6 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  dieser Probe ergibt sich laut Kapitel 3.3.5 zu 1,81 mGy/a.

### 4.13.2 Probe 2b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probenentnahmestelle ist in Abbildung 4.1 auf Seite 49 zu finden.



Abbildung 4.73: Bruchstück der Ziegelprobe 2b, von [5]

#### 4.13.2.1 Thermolumineszenzmessung

Die Thermolumineszenzmessungen der Probe 2b, sowie die Bestimmung der Feuchtigkeitswerte,  $\alpha$ -Zerfälle und Paarzerfälle, wurden in einer Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] gemessen und ermittelt. Sonstige für die Datierung notwendige Parameter wurden im Zuge dieser Masterarbeit untersucht.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 21,97 \pm 1,80 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 2,01 \pm 0,23 \text{ Gy}$$

$$I = 0,14 \pm 0,21 \text{ Gy}$$

$$a = 0,092 \pm 0,003$$

Das datierte Alter liegt bei  $324 \pm 45$  Jahre (1688 n.Chr.).

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 11, 14), Na2 (12, 15), Na3 (13, 16), N $\beta$ 1 (3, 7), N $\beta$ 2 (4, 8), N $\beta$ 3 (9, 18), S $\beta$ 1 (1, 5), S $\beta$ 2 (2, 6) und S $\beta$ 3 (10, 17) zwei Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 10, 17) sechs Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 18 verwendete Plättchen.

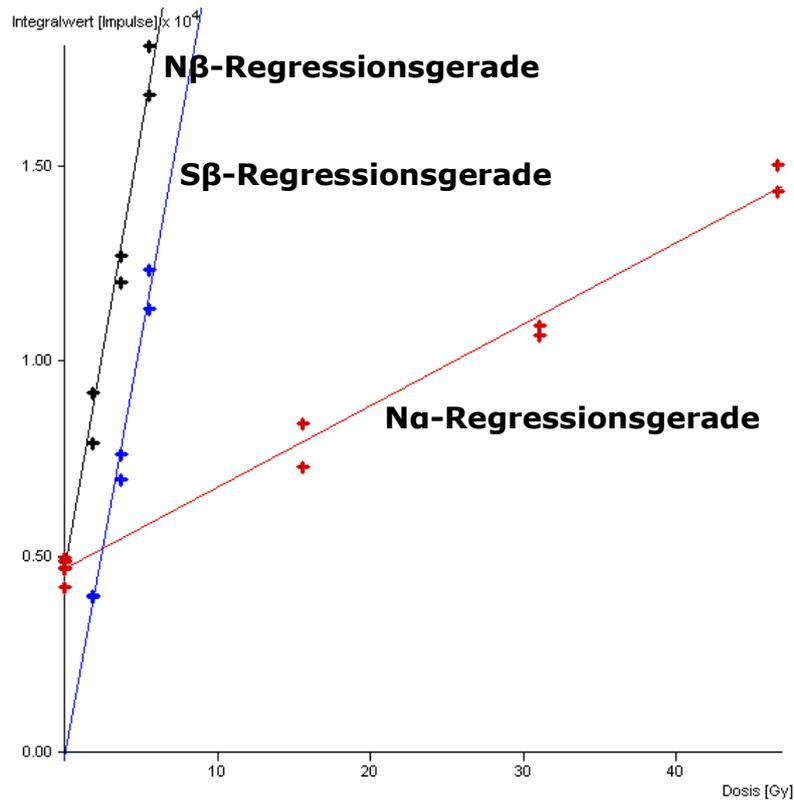


Abbildung 4.74: Regressionsgeraden der Probe 2b

#### 4.13.2.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

##### 4.13.2.2.1 Temperaturbereich

Der Temperaturbereich zwischen 248 bis 262°C wurde für die Datierung dieser Probe herangezogen.

##### 4.13.2.2.2 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitswerte wurden in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,80$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,20$

##### 4.13.2.2.3 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 25022,31  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,5022%  $\text{K}_2$  bzw. 3,0152%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

##### 4.13.2.2.4 $\alpha$ -Zählrate

Die  $\alpha$ -Zählraten wurden ebenfalls in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

$\alpha$ -Zerfallsrate: 18,819 Counts/ks

Paarzerfallsrate: 0,386 Counts/ks

#### 4.13.2.2.5 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5 cm.

#### 4.13.2.2.6 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich zu 1,67 mGy/a.

### 4.13.3 Probe 6b der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probenentnahmestelle ist in Abbildung 4.1 auf Seite 49 zu finden.



Abbildung 4.75: Bruchstück der Ziegelprobe 6b, von [5]

#### 4.13.3.1 Thermolumineszenzmessung

Die Thermolumineszenzmessungen der Probe 6b, sowie die Bestimmung der Feuchtigkeitswerte,  $\alpha$ -Zerfälle und Paarzerfälle, wurden in einer Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] gemessen und ermittelt. Sonstige für die Datierung notwendige Parameter wurden im Zuge dieser Masterarbeit untersucht.

Diese Probe ist jedoch wegen der zahlreichen Steineinschlüsse für eine Datierung nicht geeignet.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 35,31 \pm 6,92 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 5,61 \pm 0,22 \text{ Gy}$$

$$I = -1,46 \pm 0,08 \text{ Gy}$$

$$a = 0,159 \pm 0,025$$

Das datierte Alter liegt bei  $572 \pm 59$  Jahre (1440 n.Chr.).

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na1 (Kurven 4, 14), Na2 (5, 15), Na3 (16, 21), N $\beta$ 1 (12, 13), N $\beta$ 2 (17, 18), N $\beta$ 3 (18, 20), S $\beta$ 1 (1, 2), S $\beta$ 2 (8, 9) und S $\beta$ 3 (10, 11) zwei Mal und N00 (8, 9, 10, 11) vier Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 18 verwendete Plättchen.

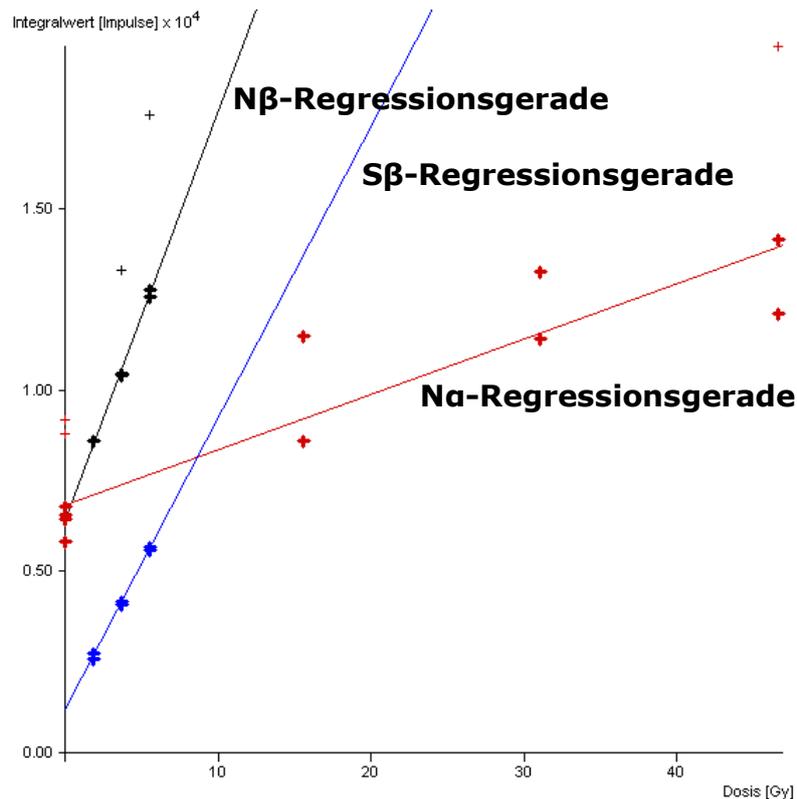


Abbildung 4.76: Regressionsgeraden der Probe 6b

#### 4.13.3.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

##### 4.13.3.2.1 Temperaturbereich

Der Plateautest in [5] hat einen geeigneten Temperaturbereich zwischen 258 bis 272°C für die Datierung ergeben.

##### 4.13.3.2.2 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitswerte wurden in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,69$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,45$

##### 4.13.3.2.3 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 25711,22  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,5711%  $\text{K}_2$  bzw. 3,0982%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

##### 4.13.3.2.4 $\alpha$ -Zählrate

Die  $\alpha$ -Zählraten wurden ebenfalls in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

$\alpha$ -Zerfallsrate: 19,475 Counts/ks

Paarzerfallsrate: 0,438 Counts/ks

#### 4.13.3.2.5 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 7 cm.

#### 4.13.3.2.6 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ist sich nach Kapitel 3.3.5 zu 1,71 mGy/a.

### 4.13.4 Probe 7a der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau

Die Probenentnahmestelle ist in Abbildung 4.1 auf Seite 49 zu finden.



Abbildung 4.77: Bruchstück der Ziegelprobe 7a, von [5]

#### 4.13.4.1 Thermolumineszenzmessung

Die Thermolumineszenzmessungen der Probe 7a, sowie die Bestimmung der Feuchtigkeitwerte,  $\alpha$ -Zerfälle und Paarzerfälle, wurden in einer Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] gemessen und ermittelt. Sonstige für die Datierung notwendige Parameter wurden im Zuge dieser Masterarbeit untersucht.

Diese Probe ist wegen relativ großer Schwankungen der einzelnen Punkte zur Erstellung der Regressionsgerade, siehe Abbildung 4.78, für eine Datierung nicht geeignet.

Die Messungen ergaben letztendlich:

$$Q_\alpha = 14,70 \pm 3,52 \text{ Gy}$$

$$Q_\beta = 1,29 \pm 0,45 \text{ Gy}$$

$$I = -0,29 \pm 0,20 \text{ Gy}$$

$$a = 0,088 \pm 0,009$$

Das datierte Alter liegt bei  $138 \pm 56$  Jahre (1874 n.Chr.).

Für die Datierung wurden die Glowkurven Na2 (Kurven 10, 12), Na3 (13, 14), N $\beta$ 1 (3, 7), N $\beta$ 3 (18, 19), S $\beta$ 1 (1, 5), S $\beta$ 2 (2, 6) und S $\beta$ 3 (15, 20) zwei Mal, Na1 (9, 11, 17) und N $\beta$ 2 (4, 8, 22) drei Mal und N00 (1, 2, 5, 6, 15, 20) sechs Mal gemessen und verwendet. Insgesamt kommt man so auf 20 verwendete Plättchen.

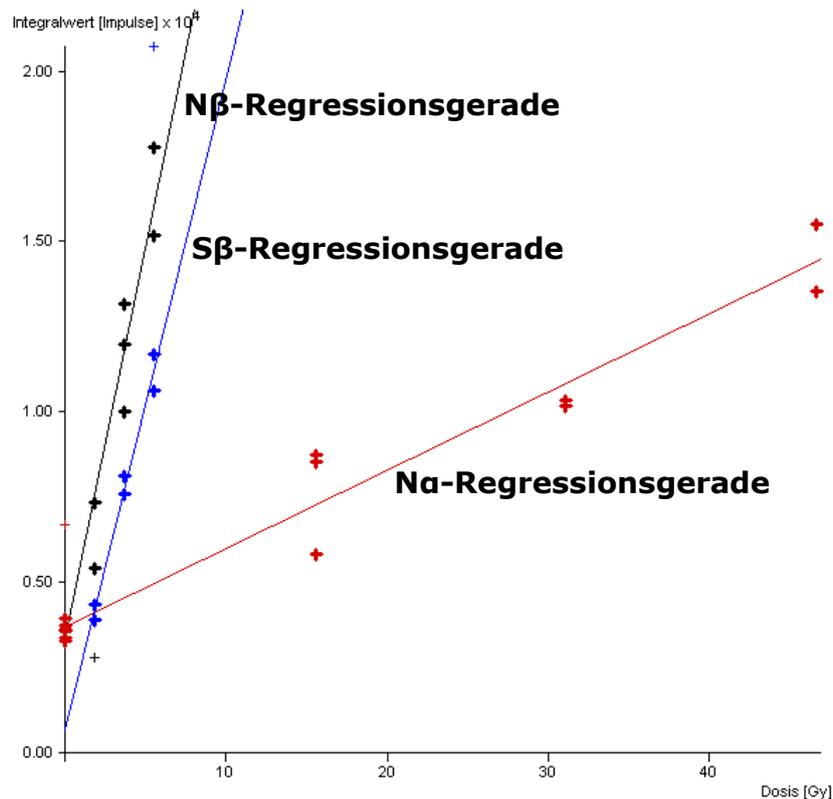


Abbildung 4.78: Regressionsgeraden der Probe 7a

#### 4.13.4.2 Zusätzlich gemessene Parameter für die Datierung

##### 4.13.4.2.1 Temperaturbereich

Der Plateautest in [5] hat einen geeigneten Temperaturbereich zwischen 250 bis 263°C für die Datierung ergeben.

##### 4.13.4.2.2 Feuchtigkeitswerte

Die Feuchtigkeitswerte wurden in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

Feuchtigkeitsanteil  $F \approx 0,79$

Gewichtszunahme bei Sättigung  $W \approx 0,26$

##### 4.13.4.2.3 Kaliumanteil

Der Kaliumanteil wurde mit Neutronenaktivierungsanalyse auf 21803,57  $\mu\text{g/g}$  bestimmt [29], was umgerechnet 2,1804%  $\text{K}_2$  bzw. 2,6273%  $\text{K}_2\text{O}$  in der Probe bedeutet, siehe Formel (3.12) auf Seite 42.

##### 4.13.4.2.4 $\alpha$ -Zählrate

Die  $\alpha$ -Zählraten wurden ebenfalls in der Projektarbeit von Julia Kirowitz [5] ermittelt und ergeben:

$\alpha$ -Zerfallsrate: 24,203 Counts/ks

Paarzerfallsrate: 0,545 Counts/ks

#### 4.13.4.2.5 Form und Abmessungen der Probe

Die Probenform des Ziegels war flach mit einer Dicke von 5 cm.

#### 4.13.4.2.6 $\gamma$ -Dosisleistung $\dot{D}_\gamma$

Die  $\gamma$ -Dosisleistung  $\dot{D}_\gamma$  ergibt sich gemäß Kapitel 3.3.5 zu 2,04 mGy/a.

## 5 Zusammenfassung der Altersdatierungen

Nachfolgend sind alle Ergebnisse der Datierung aufgelistet und ob die entsprechenden Proben datierbar waren oder nicht. Das Gewölbe des Langhauses (Proben 1, 2, 3) kann grob zwischen 1594 und 1734 eingegrenzt werden, das einen Ziegelankauf von 1610 und die Ergebnisse der dendrochronologischen Untersuchungen bestätigt, siehe [27]. Die Fenstersturze des Turms (Proben 7, 8) wurden offensichtlich erst nach Bau des Turm, welcher Ende des 14. Jh. entstand, siehe [21], ausgebessert bzw. restauriert. Die Aufmauerung der Sakristei (Proben 10, 11, 12, 13) ist einem Zeitraum von 1698 bis 1784 n.Chr. zuzuweisen. Eine ausführliche Bewertung der Ergebnisse ist im Kapitel „7 Schlussfolgerung/ Ergebnisse“ zu finden.

Probe	Alter [Jahre]	Ungenauigkeit [Jahre]	Jahr	datierbar?
1a	-	-	-	Nein
1b	418	±80	1594 n.Chr.	Ja
2a	278	±38	1734 n.Chr.	Ja
2b	324	±45	1688 n.Chr.	Ja
2c	337	±35	1675 n.Chr.	Ja
3a	258	±55	1754 n.Chr.	Ja
6a	-	-	-	Nein
6b	-	-	-	Nein
7a	-	-	-	Nein
8b	251	±33	1761 n.Chr.	Ja
8c	415	±50	1597 n.Chr.	Ja
10a	314	±41	1698 n.Chr.	Ja
11a	228	±25	1784 n.Chr.	Ja
12a	259	±28	1753 n.Chr.	Ja
12b	372	±56	1640 n.Chr.	Ja
13a	-	-	-	Nein
13b	-	-	-	Nein

Tabelle 5.1: Zusammenfassung der Datierungen

## 6 Vergleich der Proben mit einer Lehmprobe aus der Umgebung von Waldhausen

In der Nähe von Waldhausen im Strudengau gab es früher, wie in vielen Ortschaften, eine Lehmgrube. Um einen möglichen Zusammenhang zwischen dieser Lehmgrube und den Ziegeln zu finden, wurde die Lehmprobe einer Neutronenaktivierungsanalyse und einer  $\alpha$ -Zählung unterzogen.

Bevor jedoch ein Vergleich der Lehmprobe mit den Ziegelproben erstellt werden kann, müssen die Ziegelproben untereinander verglichen werden. Hierfür wurde eine Neutronenaktivierungsanalyse mit einigen der Proben gemacht. Neben dem Kalium-Gehalt wurde auch der Uran-, Rubidium- und Thorium-Gehalt untersucht, siehe Abbildung 6.1, Abbildung 6.2 und Tabelle 6.1.

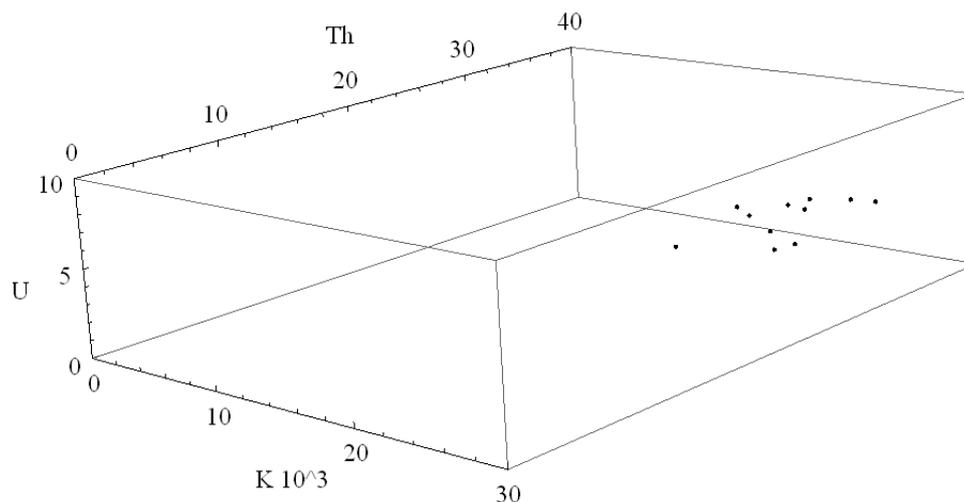


Abbildung 6.1: Vergleich einiger Proben der Pfarrkirche auf den U-, Th- und K-Gehalt

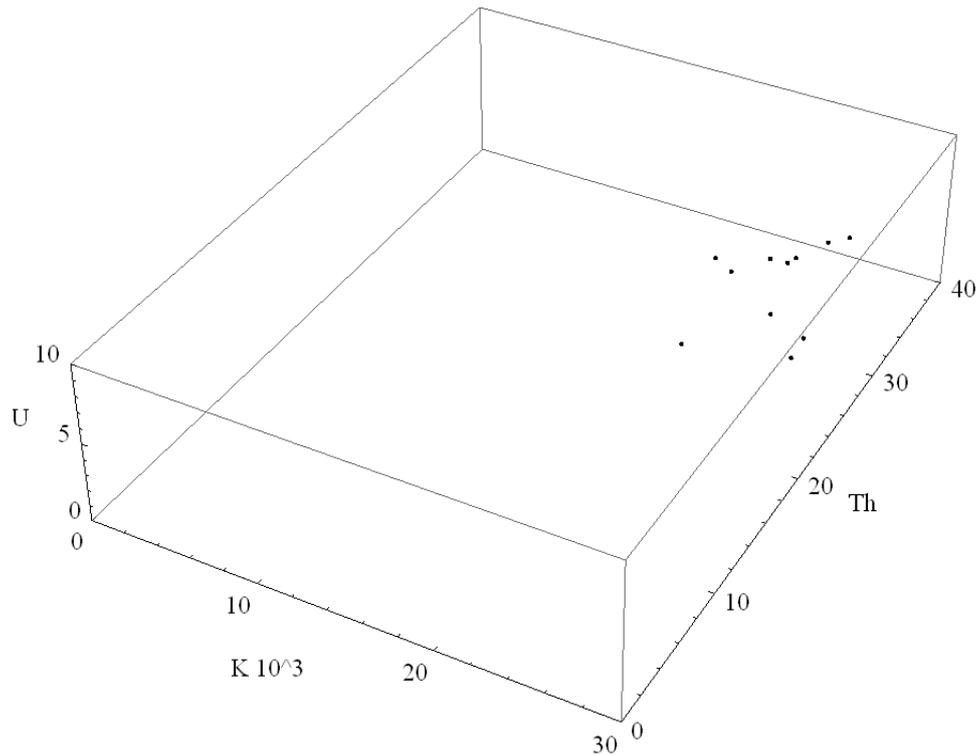


Abbildung 6.2: Vergleich einiger Proben der Pfarrkirche auf den U-, Th- und K-Gehalt

In diesen zwei Abbildungen ist ersichtlich, dass die unterschiedlichen Proben eine ähnliche Konzentration an Uran, Rubidium und Thorium haben. Dies ist ein konkreter Hinweis darauf, dass die Ziegel aus derselben Lehmgrube stammen. Im Detail sind nachstehende Proben mit folgenden Werten bestimmt worden:

Probe	K [µg/g]	Rb [µg/g]	Th [µg/g]	U [µg/g]
1a	23805,5	158,34	32,04	4,22
1b	24426,2	131,49	31,64	5,00
2a	22927,6	148,49	31,64	4,45
2b	25022,3	140,58	34,76	4,34
6b	25711,2	179,25	36,26	3,98
7a	21803,6	128,31	22,88	3,94
8b	27318,6	164,08	26,21	4,09
10a	24986,4	150,56	27,15	4,26
11a	21286,6	148,70	30,19	3,93
12a	27589,3	132,84	23,98	4,35
13a	20122,3	147,16	30,63	4,19

Tabelle 6.1: Tabelle der Elementen-Konzentrationen einiger Proben der Kirche [29]

## 6.1 Vergleich des Kaliumgehalts

Die Untersuchung der Lehmprobe auf ihren  $K_2O$ -Gehalt ergab:  $2,61 \pm 0,18\%$ . Die Werte der Ziegelproben sind in Tabelle 6.2 und Abbildung 6.3, wobei grüne Felder niedrigere Konzentrationen, gelbe Felder ähnliche Werte und weiße Felder

höhere Werte als der Lehm aufweisen. Der arithmetische Mittelwert ergibt 2,93%, das eine leicht höhere Konzentration als der Lehm zeigt.

Aufgrund ähnlich großer Unterschiede unter den Ziegelproben selbst, ist es wahrscheinlich, dass die Lehmgrube für die Produktion der Ziegel diente.

Probe	K <sub>2</sub> O [%]	Fehler des K <sub>2</sub> O-Anteils [%]
1a	2,87	± 0,05
1b	2,94	± 0,07
2a	2,76	± 0,07
2b	3,02	± 0,07
2c	3,47	± 0,18
3a	2,91	± 0,19
3c	2,77	± 0,21
6a	3,62	± 0,18
6b	3,10	± 0,20
7a	2,63	± 0,06
8a	2,39	± 0,07
8b	3,29	± 0,16
8c	2,87	± 0,06
10a	3,01	± 0,17
11a	2,57	± 0,06
12a	3,32	± 0,08
12b	3,05	± 0,07
13a	2,42	± 0,19
13b	2,62	± 0,08
Mittelwert	2,93	
Lehm	2,61	± 0,18

Tabelle 6.2: K<sub>2</sub>O-Werte und Mittelwert der Proben

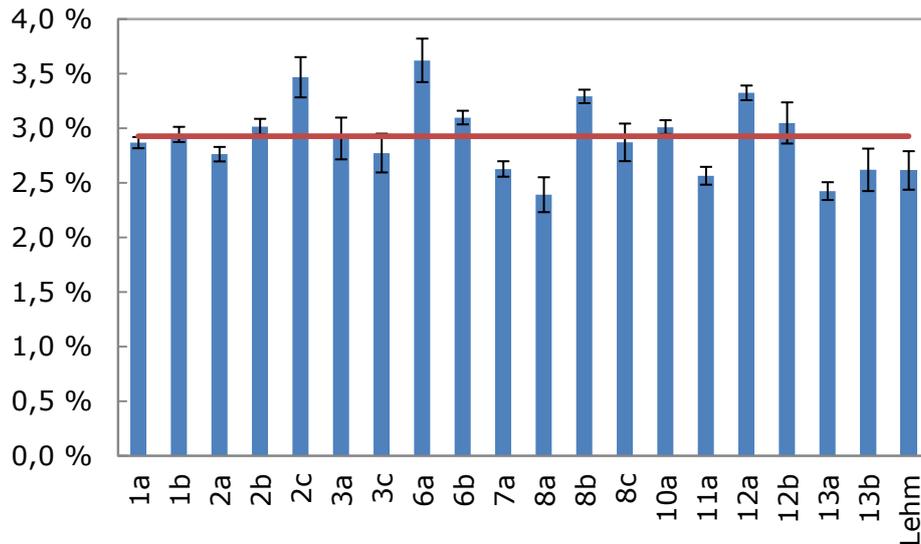


Abbildung 6.3: K<sub>2</sub>O-Konzentrationen inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben

## 6.2 Vergleich der $\alpha$ -Aktivität

Neben der Neutronenaktivierungsanalyse wurde der Lehm auch auf seine  $\alpha$ -Zerfallsrate und langsamen Paarzerfälle mit dem  $\alpha$ -Zähler geprüft. Hier betrug die spezifische Aktivität der Lehmprobe bei Thorium  $94,20 \pm 7,07$  Bq/kg und bei Uran  $49,72 \pm 6,94$  Bq/kg.

Durch Vergleich der Ziegelproben mit dem Lehm, siehe Tabelle 6.3, Abbildung 6.4 und Abbildung 6.5 lässt sich ebenfalls darauf schließen, dass die Ziegel der Pfarrkirche von Waldhausen aus der Lehmgrube stammen.

Probe	$c_{Th}$	Fehler $c_{Th}$	$c_U$	Fehler $c_U$
	[Bq/kg]	[Bq/kg]	[Bq/kg]	[Bq/kg]
1a	-	-	-	-
1b	107,64	±7,47	58,65	±7,37
2a	119,14	±7,74	55,75	±7,63
2b	80,51	±5,67	67,55	±5,64
2c	115,23	±7,64	81,77	±7,62
3a	119,71	±6,52	51,07	±6,41
3c	114,14	±7,62	47,16	±7,48
6a	91,31	±5,14	62,54	±5,09
6b	113,54	±6,23	77,55	±6,20
7a	113,81	±6,36	45,32	±6,24
8a	98,80	±6,33	68,21	±6,28
8b	89,94	±6,77	63,16	±6,71
8c	108,98	±7,49	54,38	±7,38
10a	99,86	±6,36	69,74	±6,32
11a	111,83	±7,60	57,92	±7,49
12a	91,41	±7,68	88,82	±7,71
12b	107,64	±7,47	58,65	±7,37
13a	-	-	-	-
13b	110,14	±8,39	49,70	±8,24
Mittelwert	105,37	±6,94	62,64	±6,86
Lehm	94,20	±7,07	49,72	±6,94

Tabelle 6.3: Spezifische Aktivitäten inkl. statistischem Fehler und Mittelwert der Proben der Kirche

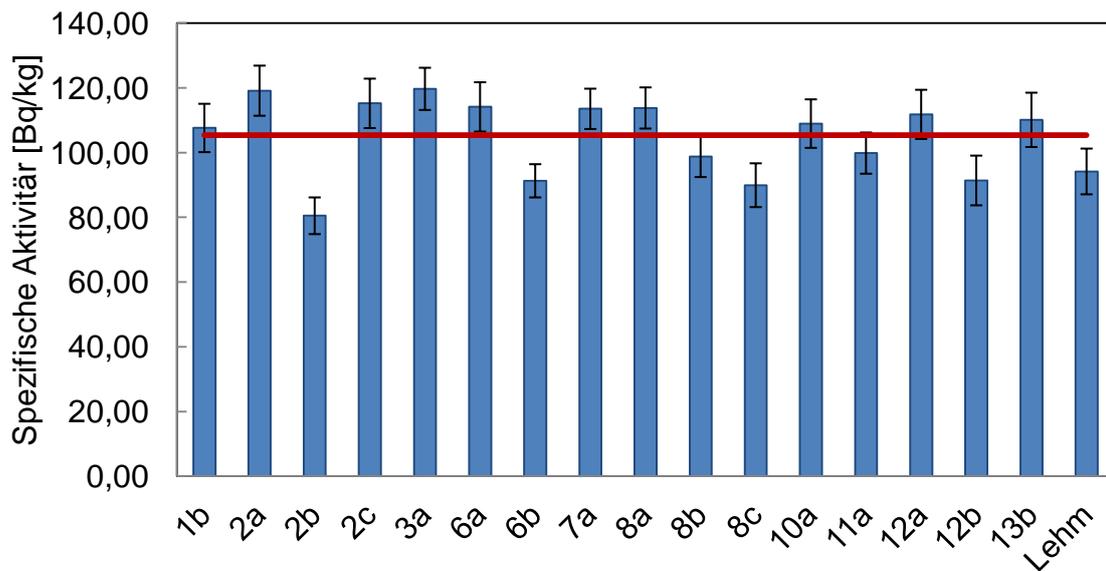


Abbildung 6.4: Spezifische Aktivität an Thorium inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben

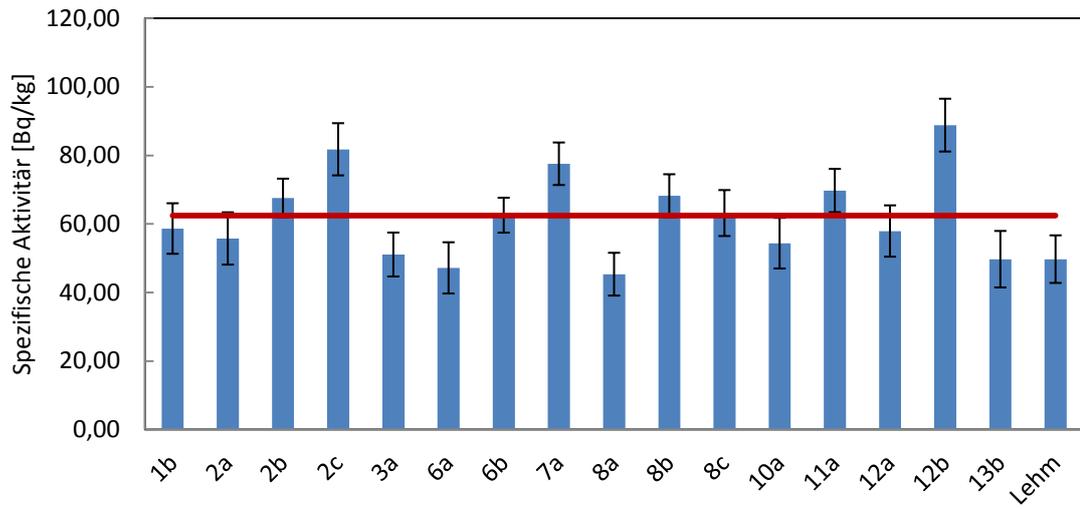


Abbildung 6.5: Spezifische Aktivität an Uran inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben

## 7 Schlussfolgerung/ Ergebnisse

---

Da die Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau nicht auf einmal gebaut wurde, siehe [23], sondern in unterschiedlichen Bauphasen, müssen die Ergebnisse dieser Arbeit nach deren Entnahmestellen unterschieden werden. Diese sind:

### Raum über der Sakristei: Probe 10a, 11a, 12a, 12b, 13a und 13b

Probe	Alter [Jahre]	Ungenauigkeit [Jahre]	Jahr	datierbar?
10a	314	±41	1698 n.Chr.	Ja
11a	228	±25	1784 n.Chr.	Ja
12a	259	±28	1753 n.Chr.	Ja
12b	372	±56	1640 n.Chr.	Ja
13a	-	-	-	Nein
13b	-	-	-	Nein

Tabelle 7.1: Datierung der Proben der Sakristei

Die Ziegelprobe 10a aus dem Gewölbe über der Sakristei ist gegen Ende des 17. und Anfang des 18. Jahrhunderts gebrannt worden. Die Sakristei wurde also erst nach dem Bau des neuen Langhauses 1610 n.Chr. eingewölbt worden sein, siehe [21].

In der zweiten Hälfte des 18. Jahrhunderts wurde die Aufmauerung der Sakristei (11a) gemacht.

Die Proben 12a und 12b sind von der Giebelwand in Richtung Langhaus. Die Thermolumineszenzmessung ergab ein Alter von 259 ±28 Jahren (12a) bzw. 372 ±56 Jahren (12b).

Da die Ziegelwand stumpf und ohne Verzahnung an das Langhaus anstößt, ist sie offenbar nach Deutung der Bauhistoriker, siehe [21], nach dem Langhaus entstanden. Dies lässt darauf schließen, dass die Mauer vor 259 ±28 Jahren (also um 1725 – 1781 n.Chr.) unter Zuhilfenahme von älteren Ziegeln entstanden ist, siehe [21].

Die Proben 13a und 13b konnten aufgrund von Empfindlichkeitsänderungen gegenüber  $\beta$ -Strahlung nicht datiert werden.

### Raum über dem Langhaus: Probe 1a, 1b, 2a, 2b, 2c und 3a

Probe	Alter [Jahre]	Ungenauigkeit [Jahre]	Jahr	datierbar?
1a	-	-	-	Nein
1b	418	$\pm 80$	1594 n.Chr.	Ja
2a	278	$\pm 38$	1734 n.Chr.	Ja
2b	324	$\pm 45$	1688 n.Chr.	Ja
2c	337	$\pm 35$	1675 n.Chr.	Ja
3a	258	$\pm 55$	1754 n.Chr.	Ja

Tabelle 7.2: Datierung der Proben des Langhauses

Die Proben 1a und 1b stammen von der Außenwand des Langhauses, auf welcher der Dachstuhl liegt. 1a konnte aufgrund von Empfindlichkeitsänderungen gegenüber  $\beta$ -Strahlung nicht datiert werden, siehe [6]. Die Probe 1b wurde auf  $1594 \pm 80$  Jahren datiert und spiegelt den Zukauf von etlichen Ziegeln laut Rechnungsbüchern um 1610 wieder, siehe [21].

Die Datierung der Proben 2b und 2c ergeben die Jahre 1643 – 1733 (2b) bzw. 1640 – 1710 (2c) und können mit doppelten Ungenauigkeiten (entspricht 95,5 % Wahrscheinlichkeit, dass der wahre Wert im Intervall liegt) ebenfalls auf die Bestellungen um 1610 zurückzuführen sein.

Die Ziegelproben 2a und 3a ergeben eine Datierung von  $278 \pm 38$  Jahren bzw.  $258 \pm 55$  Jahren. Dieses Alter ist jünger als ursprünglich angenommen und kann wegen späterer Errichtung, Reparaturen der Mauer oder Messfehler zustande gekommen sein. Auch ist ein Wassereintritt über längere Zeit wegen eines undichten oder unvollständig gedeckten Daches denkbar, der zu höherer Feuchtigkeit der Ziegel führte. So kann das Alter des Ziegels um einige zehn Jahre jünger erscheinen, als es tatsächlich ist, siehe [30].

### Turm: Probe 7a, 8b und 8c

Probe	Alter [Jahre]	Ungenauigkeit [Jahre]	Jahr	datierbar?
7a	-	-	-	Nein
8b	251	$\pm 33$	1761 n.Chr.	Ja
8c	415	$\pm 50$	1597 n.Chr.	Ja

Tabelle 7.3: Datierung der Proben des Turms

Die Probe 7a des Turms konnte, wegen relativ großer Schwankungen der einzelnen Punkte zur Erstellung der Regressionsgerade, nicht datiert werden.

Die Proben 8b und 8c, welche vom östlichen bzw. nördlichen Fenstersturz des Turms sind, zeigen einen Datierungsbereich von 1728 – 1794 (8b) bzw. 1547 – 1647 (8c), was keine eindeutige Überlappung der Jahre ergibt. Aufgrund der Annahme, dass der Turm in diesem Bereich bereits Ende des 14. Jh. entstanden ist, siehe [21] und [27], wurden die Fenster offensichtlich um 1760 bzw. 1600 n.Chr. ausgebessert.

### Raum über dem Chor: Probe 6a und 6b

Die genommenen Proben 6a (fehlende Ebene beim Plateautest) und 6b (zu viele Steineinschlüssen) des Chors konnten beide nicht datiert werden, siehe Abbildung 4.58 und Abbildung 4.75.

Aus den Datierungen der Ziegelproben durch Thermolumineszenzmessungen und unter Verwendung der Dendrochronologie, sowie Bestimmung der bauhistorischen Untersuchungen, siehe [21], konnte die Entstehungsgeschichte der Pfarrkirche von Waldhausen reproduziert werden. Abbildung 7.1 zeigt die Veränderungen der Kirche nach Abriss- und Umbauarbeiten um 1610. Zu dieser Zeit wurden nicht nur das gesamte Dach, sondern auch das Langhaus und die Sakristei erneuert, mehr Informationen hierzu sind bei [21] zu finden.

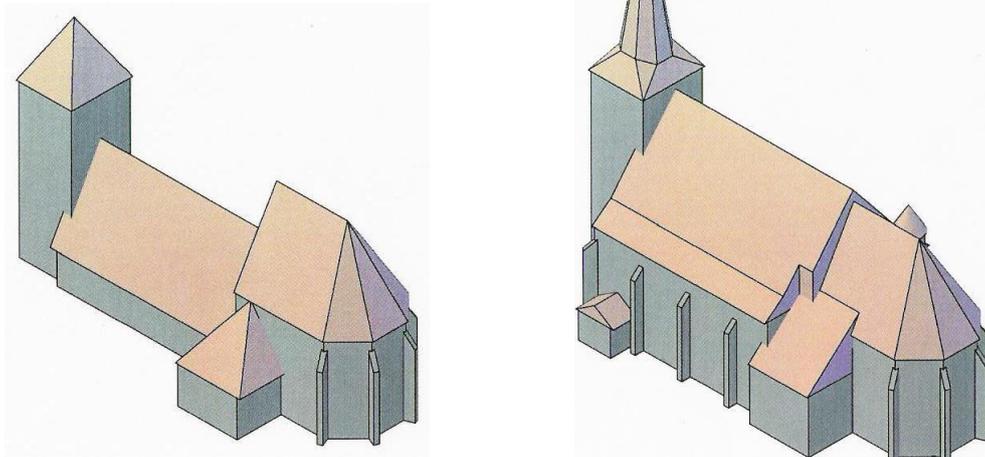


Abbildung 7.1: Vermutete Bauweise der Pfarrkirche Waldhausen ab 1506 n.Chr. (links) und ab 1615 n.Chr. (rechts), nach [21]

## Abbildungsverzeichnis

---

Abbildung 1.1: Seitenansicht der Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau ....	2
Abbildung 2.1: Die linke Abbildung (a) zeigt den Verlauf bei der Fluoreszenz eines Elektrons vom Grundzustand g zum angeregten Zustand e und wieder zurück. Bei der Phosphoreszenz (b) ist außerdem ein, hier beispielhaft gezeigter, metastabiler Zustand m beteiligt, [18].....	4
Abbildung 2.2: Prinzip der Lumineszenzdatierung, nach [2] .....	5
Abbildung 2.3: Bändermodell eines idealen Kristalls.....	6
Abbildung 2.4: Bändermodell eines realen Kristalls mit Zwischenzuständen .....	7
Abbildung 2.5: Ablauf der Thermolumineszenzdatierung im Bändermodell, nach [2] .....	8
Abbildung 2.6: Lumineszenzprinzip anhand von Quarz, nach [19] .....	9
Abbildung 2.7: Beispiel einer Glowkurve.....	9
Abbildung 2.8: Entstehung eines Lumineszenz-Peaks, nach [19] .....	11
Abbildung 2.9: Anomalous Fading. Die obere Glowkurve wurde gleich im Anschluss an die Bestrahlung, die untere Kurve 15 Stunden später gemessen. Der Effekt des Anomalous Fading ist deutlich erkennbar und beträgt zwischen 20 und 40 %, nach [1] .....	12
Abbildung 2.10: Plateautest zur Bestimmung des Auswertebereichs .....	13
Abbildung 2.11: Mit Probenstaub belegtes Plättchen mit 10 mm Durchmesser .	14
Abbildung 2.12: Darstellung der additiven Methode. Das natürliche Lumineszenzsignal wird mit „N“, die archäologische Dosis (engl. paleodose) mit „P“ bezeichnet. ....	14
Abbildung 2.13: Schematische Darstellung der Supralinearität und der Sublinearität des Dosis-Ansprechvermögens, aus [1] .....	15
Abbildung 2.14: Regressionsgeraden zur Bestimmung des Intercepts I (blaue Gerade). Das Intercept wird zur erhaltenen Dosis Q der „normalen“ Regressionsgeraden (first glow, schwarze Gerade) addiert, um die tatsächliche archäologische Dosis P zu erhalten. ....	16
Abbildung 2.15: Schematische Darstellung der Bestimmung der archäologischen Dosis über die regenerative Methode, nach [16].....	17

---

Abbildung 2.16: Entstehung eines Teilchenschauers durch kosmischer Strahlung in der Atmosphäre, nach [20] .....	22
Abbildung 2.17: Ermittlung der Parameter F, J und H bei $\lambda \approx 9^\circ$ , aus [3] .....	23
Abbildung 3.1: Die verwendete Zentrifuge.....	29
Abbildung 3.2: Das verwendete Ultraschallbad.....	29
Abbildung 3.3: Aluminiumständer für das Sedimentieren.....	30
Abbildung 3.4: Probenplättchen nach dem Sedimentieren .....	31
Abbildung 3.5: Schema des Messaufbaus zur Messung der Thermolumineszenz, nach [14].....	31
Abbildung 3.6: Ansicht der Thermolumineszenzanlage "HVK" .....	32
Abbildung 3.7: Button für die Batch-Routine .....	34
Abbildung 3.8: Button für den Plateautest .....	35
Abbildung 3.9: Button für die Altersberechnung .....	35
Abbildung 3.10: Beispiel einer N $\beta$ 3-Glowkurve der Probe 10a mit (Blau) und ohne (Ocker) Background, sowie des Backgrounds alleine (Rot) .....	36
Abbildung 3.11: Glowkurven, die zusätzlich im Labor mit unterschiedlicher $\beta$ -Dosisleistung bestrahlt wurden .....	37
Abbildung 3.12: Plateautest einer Probe.....	38
Abbildung 3.13: Beispiel von Regressionsgeraden .....	39
Abbildung 3.14: Der verwendete $\alpha$ -Zähler .....	44
Abbildung 4.1: Schnitt der Pfarrkirche von Waldhausen im Strudengau mit Probenentnahmestellen, nach [21].....	49
Abbildung 4.2: Probe 8b.....	49
Abbildung 4.3: Na-Glowkurven der Probe 8b .....	51
Abbildung 4.4: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 8b .....	51
Abbildung 4.5: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 8b.....	52
Abbildung 4.6: Plateautest der Probe 8b .....	52
Abbildung 4.7: Regressionsgeraden der Probe 8b .....	53
Abbildung 4.8: Probe 11a .....	54
Abbildung 4.9: Na-Glowkurven der Probe 11a.....	55
Abbildung 4.10: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 11a .....	56
Abbildung 4.11: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 11a .....	56
Abbildung 4.12: Plateautest der Probe 11a .....	57
Abbildung 4.13: Regressionsgeraden der Probe 11a.....	57
Abbildung 4.14: Probe 10a .....	59
Abbildung 4.15: Na-Glowkurven der Probe 10a .....	60
Abbildung 4.16: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 10a .....	60
Abbildung 4.17: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 10a .....	61
Abbildung 4.18: Plateautest der Probe 10a .....	61
Abbildung 4.19: Regressionsgeraden der Probe 10a.....	62
Abbildung 4.20: Probe 12a .....	63
Abbildung 4.21: Na-Glowkurven der Probe 12a .....	64
Abbildung 4.22: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 12a .....	65
Abbildung 4.23: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 12a .....	65
Abbildung 4.24: Plateautest der Probe 12a .....	66
Abbildung 4.25: Regressionsgeraden der Probe 12a.....	66

---

Abbildung 4.26: Probe 13a .....	68
Abbildung 4.27: Regressionsgeraden der Probe 13a.....	69
Abbildung 4.28: Vergleich von drei „gleichen“ S $\beta$ 3-Glowkurven der Probe 13a .	70
Abbildung 4.29: Vergleich von zwei verschiedenen Proben von 13a mit unterschiedlich häufiger Bestrahlung .....	71
Abbildung 4.30: Probe 3a .....	72
Abbildung 4.31: Na-Glowkurven der Probe 3a .....	73
Abbildung 4.32: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 3a .....	73
Abbildung 4.33: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 3a .....	74
Abbildung 4.34: Plateautest der Probe 3a .....	74
Abbildung 4.35: Regressionsgeraden der Probe 3a .....	75
Abbildung 4.36: Probe 2c .....	76
Abbildung 4.37: Na-Glowkurven der Probe 2c .....	77
Abbildung 4.38: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 2c .....	78
Abbildung 4.39: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 2c .....	78
Abbildung 4.40: Plateautest der Probe 2c .....	79
Abbildung 4.41: Regressionsgeraden der Probe 2c .....	79
Abbildung 4.42: Probe 2a .....	81
Abbildung 4.43: Na-Glowkurven der Probe 2a .....	82
Abbildung 4.44: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 2a .....	82
Abbildung 4.45: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 2a .....	83
Abbildung 4.46: Plateautest der Probe 2a .....	83
Abbildung 4.47: Regressionsgeraden der Probe 2a .....	84
Abbildung 4.48: Probe 8c .....	85
Abbildung 4.49: Na-Glowkurven der Probe 8c .....	86
Abbildung 4.50: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 8c .....	87
Abbildung 4.51: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 8c .....	87
Abbildung 4.52: Plateautest der Probe 8c .....	88
Abbildung 4.53: Regressionsgeraden der Probe 8c .....	88
Abbildung 4.54: Probe 6a .....	90
Abbildung 4.55: Na-Glowkurven der Probe 6a .....	91
Abbildung 4.56: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 6a .....	91
Abbildung 4.57: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 6a .....	92
Abbildung 4.58: Plateautest der Probe 6a .....	92
Abbildung 4.59: Regressionsgeraden der Probe 6a .....	93
Abbildung 4.60: Probe 12b .....	94
Abbildung 4.61: Na-Glowkurven der Probe 12b .....	95
Abbildung 4.62: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 12b .....	96
Abbildung 4.63: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 12b .....	96
Abbildung 4.64: Plateautest der Probe 12b .....	97
Abbildung 4.65: Regressionsgeraden der Probe 12b .....	97
Abbildung 4.66: Probe 13b .....	99
Abbildung 4.67: Na-Glowkurven der Probe 13b .....	100
Abbildung 4.68: N $\beta$ -Glowkurven der Probe 13b .....	100
Abbildung 4.69: S $\beta$ -Glowkurven der Probe 13b .....	101
Abbildung 4.70: Plateautest der Probe 13b .....	101

---

Abbildung 4.71: Regressionsgeraden der Probe 13b .....	102
Abbildung 4.72: Regressionsgeraden der Probe 1b .....	104
Abbildung 4.73: Bruchstück der Ziegelprobe 2b, von [5] .....	105
Abbildung 4.74: Regressionsgeraden der Probe 2b .....	106
Abbildung 4.75: Bruchstück der Ziegelprobe 6b, von [5] .....	107
Abbildung 4.76: Regressionsgeraden der Probe 6b .....	108
Abbildung 4.77: Bruchstück der Ziegelprobe 7a, von [5] .....	109
Abbildung 4.78: Regressionsgeraden der Probe 7a .....	110
Abbildung 6.1: Vergleich einiger Proben der Pfarrkirche auf den U-, Th- und K-Gehalt .....	113
Abbildung 6.2: Vergleich einiger Proben der Pfarrkirche auf den U-, Th- und K-Gehalt .....	114
Abbildung 6.3: K <sub>2</sub> O-Konzentrationen inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben .....	116
Abbildung 6.4: Spezifische Aktivität an Thorium inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben.....	117
Abbildung 6.5: Spezifische Aktivität an Uran inkl. statistischem Fehler und Mittelwert (rote Linie) der Proben.....	118
Abbildung 7.1: Vermutete Bauweise der Pfarrkirche Waldhausen ab 1506 n.Chr. (links) und ab 1615 n.Chr. (rechts), nach [21].....	121

## Tabellenverzeichnis

---

Tabelle 2.1: Abschätzung der mittleren Lebensdauer bei Quarz, siehe [2] .....	7
Tabelle 3.1: Kalibrierte Dosisleistungen der $\alpha$ - und $\beta$ -Quelle .....	33
Tabelle 3.1: Berechnete Dosisleistungen der $\alpha$ - und $\beta$ -Quelle.....	33
Tabelle 3.2: Beispielwerte für die Berechnung der Kalium-Konzentration.....	42
Tabelle 3.3: Kaliumkonzentrationen aller gemessenen Proben.....	43
Tabelle 3.6: gemittelte Dosisleistungen in mGy/a in Waldhausen.....	46
Tabelle 3.7: Messungen der $\gamma$ -Dosisleistung .....	46
Tabelle 3.8: Werte der $\gamma$ -Dosisleistung für das Altersberechnungsprogramm ...	47
Tabelle 4.1: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 8b .....	54
Tabelle 4.2: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 11a .....	58
Tabelle 4.3: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 10a .....	63
Tabelle 4.4: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 12a .....	67
Tabelle 4.5: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 3a .....	76
Tabelle 4.6: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 2c .....	80
Tabelle 4.7: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 2a .....	85
Tabelle 4.8: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 8c .....	89
Tabelle 4.9: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 6a .....	94
Tabelle 4.10: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 12b.....	98
Tabelle 4.11: $\alpha$ -Zerfallsmessung der Probe 13b.....	103
Tabelle 5.1: Zusammenfassung der Datierungen.....	112
Tabelle 6.1: Tabelle der Elementen-Konzentrationen einiger Proben der Kirche [29] .....	114
Tabelle 6.2: $K_2O$ -Werte und Mittelwert der Proben.....	115
Tabelle 6.3: Spezifische Aktivitäten inkl. statistischem Fehler und Mittelwert der Proben der Kirche.....	117
Tabelle 7.1: Datierung der Proben der Sakristei .....	119
Tabelle 7.2: Datierung der Proben des Langhauses.....	120
Tabelle 7.3: Datierung der Proben des Turms .....	120

## Quellenangaben

---

- [1] Aitken, M.J.: Thermoluminescence Dating. Academic Press, London 1985
- [2] Bergmann, R.: Vergleichende Untersuchungen der optisch stimulierten Lumineszenz und der Thermolumineszenz von Keramiken zum Zweck der Altersbestimmung. Diplomarbeit, TU Wien 2005
- [3] Blamauer, P.: Software module for automated thermoluminescence dating. Diplomarbeit, TU Wien 2010
- [4] Taylor, C.: Thermisch und optisch stimulierte Lumineszenz zur Altersbestimmung von Proben aus Oberösterreich – ein Vergleich. Diplomarbeit, TU Wien 2008
- [5] Kirowitz, J.: Projektarbeit aus Archäometrie. Bachelorarbeit, TU Wien 2011
- [6] Kamelreiter, R.: Projektarbeit aus Archäometrie. Bachelorarbeit, TU Wien 2011
- [7] Tschirf E., Baumann W., Niesner R. und Vychytil P., Strahlenkarte Österreichs - mittlere Bevölkerungsdosen im Freien durch terrestrische u. kosmische Strahlung. Bundesministerium für Gesundheit und Umweltschutz, 1975.
- [8] Dietmaier, Ch., Mändl, M.: Physik für Wirtschaftsingenieure. Carl Hanser Verlag, München 2007
- [9] Martini, M. et al.: Thermoluminescence (TL) dating of burnt flints: problems, perspectives and some examples of application. Journal of Cultural Heritage Vol. 2: p. 179–190, 2001
- [10] [http://de.wikipedia.org/wiki/Waldhausen\\_im\\_Strudengau](http://de.wikipedia.org/wiki/Waldhausen_im_Strudengau), abgerufen am 22.02.2012

- [11] Demtröder, W.: Experimentalphysik 3 – Atome, Moleküle und Festkörper. 3. Auflage, Springer-Verlag, Kaiserslautern 2005
- [12] Calin, M.: Methodische Untersuchungen zur Lumineszenz-Datierung und Analyse von archäologischen Proben aus Stillfried/March. Dissertation, TU Wien 1997
- [13] Henzinger, R.: Entwicklung einer vollautomatischen Thermolumineszenz-Auswerteanlage und ihre Anwendung in Dosimetrie und Archäometrie. Dissertation, TU Wien 1993
- [14] Bøtter-Jensen, L.: Luminescence techniques: instrumentation and methods. Radiation Measurements Vol. 27: p. 749 – 768, 1997
- [15] McKeever, S. W. S. und Chen, R.: Luminescence Models. Radiation Measurements Vol. 27: p. 625 – 661, 1997
- [16] Wintle, A. G.: Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. Radiation Measurements Vol. 27: p. 769 – 817, 1997
- [17] Bichler, M.: Radiochemie. Skriptum zur Vorlesung, 3. Auflage, TU Wien 2006
- [18] Chen, R. und McKeever, S. W. S.: Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena. World Scientific Publishing, Singapore 1997
- [19] Greilich, S.: Über die Datierung von Gesteinsoberflächen mittels optisch stimulierter Lumineszenz. Dissertation, Heidelberg 2004 – Online im Internet [http:// www.ub.uni-heidelberg.de/archiv/4588/](http://www.ub.uni-heidelberg.de/archiv/4588/) [Stand 19.03.2012]
- [20] Schlaepfer, H.: Cosmic Rays. Spatium No. 11, Association Pro ISSI, Bern, 2003.
- [21] Schmid, T.: Baugeschichte der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau, Oberösterreich. - Anwendung interdisziplinärer Forschungsmethoden in der historischen Bauforschung. Diplomarbeit, TU Wien 2012
- [22] Wintle, A. G.: Fifty years of luminescence dating. Archaeometry Vol. 50: page. 276 – 312, 2008
- [23] Wimmer, H.: Christliche Kunststätten Österreichs, Nr. 235. 3. Auflage, Verlag St. Peter, Salzburg 2011
- [24] Boyle R.: Experiments and considerations upon colours with observations on a diamond that shines in the dark. Henry Herringham, London 1664
- [25] Grögler, N., Houtermans, F. G., Stauffer, H.: Über die Datierung von Keramik und Ziegel durch Thermolumineszenz. Helvetica Physica Acta 33, 595 – 596, 1960

- [26] Wiedemann, E., Schmidt G. C.: Thermoluminescence induced by electron beams in alkali halides. Ann. Phys. Chem. N. F. 54, 604, 1895
- [27] Schmid, T., Esser, G.: Die Baugeschichte der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau. IVA-Verlag Wien, 2012
- [28] Gratzl, W.: EDV-unterstützte Untersuchung des Einflusses des Thorium- und Urangehalts archäologischer Proben auf deren Thermolumineszenzdatierung. Diplomarbeit, Wien 1989
- [29] Sterba, J.: Private Mitteilung (2012)
- [30] Hajek, M., Bergmann, R., Kruder, T.: Ziegeldatierung. Aus: Schmid, T., Esser, G.: Die Baugeschichte der Pfarrkirche Waldhausen im Strudengau. IVA-Verlag Wien, 2012