



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

VIENNA
UNIVERSITY OF
TECHNOLOGY

DIPLOMARBEIT

Thermisch und optisch stimulierte Lumineszenz zur Altersbestimmung von Proben aus Oberösterreich – ein Vergleich

ausgeführt am

Atominstitut
der Technischen Universität Wien

unter Anleitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Norbert Vana

durch

Christian Taylor

1220 Wien, Benjowskigasse 30/14

Wien, November 2008

Kurzfassung

Thermolumineszenz (TL) und optisch stimulierte Lumineszenz (OSL) sind physikalische Phänomene, welche die Altersbestimmung einer Vielzahl mineralischer Proben ermöglichen. Bestimmte Materialien in der Probe, beispielsweise Quarz oder Feldspat, speichern kontinuierlich die Energie der natürlich auftretenden ionisierenden Strahlung. Bei thermischer oder optischer Stimulation wird diese Energie in Form von Licht wieder abgegeben. Von der Intensität des emittierten Lichts kann man auf die akkumulierte Strahlendosis schließen, indem man durch Vergleichsmessungen nach künstlichen Bestrahlungen einen Bezug zwischen Lichtausbeute und Dosis herstellt. Kennt man darüber hinaus die jährliche Dosis, welcher die Probe ausgesetzt war, kann man den Zeitraum seit der letzten thermischen oder optischen Anregung bestimmen.

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, eine am Atominstitut der Österreichischen Universitäten entwickelte OSL-Anlage für Datierungszwecke nutzbar zu machen. Dafür wurden verschiedene Proben aus Oberösterreich mittels thermisch und optisch stimulierter Lumineszenz untersucht und die Ergebnisse verglichen. Unter den Proben befanden sich ein Ziegel aus Alkoven mit bekanntem Alter, fünf Proben aus der sogenannten Ziegelrohit in der Nähe von Geboltskirchen sowie zwei Keramiken aus Oberleim.

Die Auswertung der durchgeführten Messungen zeigt, dass mit OSL trotz einiger Nachteile gegenüber TL Resultate von vergleichbarer Qualität erzielt werden können.

Abstract

Thermoluminescence (TL) and optically stimulated luminescence (OSL) are physical phenomena which can be used to determine the age of a variety of mineral samples. Materials within the sample (for example quartz or feldspar) continually store the energy of naturally occurring ionizing radiation. Thermal or optical stimulation causes this energy to be released in the form of light. The accumulated dose can be calculated from the intensity of the emitted light by measuring the light emission caused by artificial irradiation with a known dose. If the annual dose of the radiation occurring within and in the vicinity of the sample is known as well, the elapsed time since the last thermal or optical stimulation can be determined.

The goal of this thesis was to develop the procedures necessary to determine the age of given samples using a newly designed device for OSL measurement. To this end, several samples from Upper Austria were analyzed using both thermoluminescence and optically stimulated luminescence. The overall results obtained by these two methods then were compared and contrasted. The analyzed samples consisted of a brick of known age from the commune of Alkoven, five samples from the so-called Ziegelroit near Geboltskirchen, and two ceramic samples from Oberleim.

The results demonstrate that despite the disadvantages OSL shows with respect to TL in certain areas, the age of samples can be determined with comparable accuracy.

Danksagung

Herrn Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Norbert Vana danke ich für die Möglichkeit, diese Diplomarbeit in seiner Arbeitsgruppe durchzuführen, sowie für die interessante Aufgabenstellung und die richtungweisenden Anregungen im Verlauf der Arbeit.

Dipl.-Ing. Dr. Michael Hajek möchte ich für seine Unterstützung, das gründliche Korrekturlesen meiner Arbeit und für seine wertvollen Verbesserungsvorschläge danken.

Dipl.-Ing. Robert Bergmann gilt mein besonderer Dank für seine großartige Betreuung und dafür, dass er für Fragen und Gespräche stets ein offenes Ohr hatte. Danke auch für die zur Verfügung gestellten Proben und für das Korrekturlesen der Arbeit.

ADir. Ing. Manfred Fugger möchte ich für die rasche Hilfe bei technischen Problemen und für zahlreiche Ratschläge bei Schwierigkeiten aller Art danken. Bei ihm und bei Dipl.-Ing. Dr. Andreas Musilek bedanke ich mich außerdem für die Durchführung einer Reihe von Gammaspektrometrien an zwei Detektoren.

Ao. Univ. Prof. Dr. Max Bichler und Dipl.-Ing. Dr. Johannes Sterba gilt mein Dank für die tatkräftige Unterstützung bei der Durchführung der Neutronenaktivierungsanalysen.

Mag. Thomas Taylor danke ich für die Hilfe bei einer Vielzahl von Grafikbearbeitungen, ohne die diese Arbeit deutlich anders aussehen würde.

Bei Irene und Christian Keller möchte ich mich für die zur Verfügung gestellten Proben aus Oberleim sowie für die Hintergrundinformationen zu den Proben und zur Ziegelroit bedanken.

Gesetzt mit L^AT_EX 2_ε unter Verwendung von KOMA-Script und pdfT_EX.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen der Lumineszenzdatierung	3
2.1	Lumineszenz	3
2.2	Physikalisches Lumineszenzmodell	4
2.2.1	Bändermodell	4
2.2.2	Zentren	4
2.3	Thermolumineszenz	8
2.3.1	Modell	9
2.3.2	Glowkurve	9
2.3.3	Plateautest	11
2.4	Optisch stimulierte Lumineszenz	13
2.4.1	Modell	14
2.4.2	Ausleuchtcurve	15
2.5	Spezielle Effekte	16
2.5.1	Sub- und Supralinearität	16
2.5.2	Bleichen	18
2.5.3	Anomalous Fading	18
2.5.4	Thermische Instabilität	20
2.5.5	Thermal Quenching	20
2.5.6	Pre-dose Effekt	21
2.5.7	Spurious Thermoluminescence	21
2.5.8	Thermische Unterstützung	22
2.5.9	Thermischer Transfer	22
2.5.10	Phototransfer	22
2.5.11	Temperaturabhängigkeit bei der Bestrahlung	23
2.6	Lumineszenzeigenschaften wichtiger Materialien	24
2.6.1	Quarz	24
2.6.2	Feldspat	28
3	Datierung	33
3.1	Grundlagen	33
3.2	Bestimmung der archäologischen Dosis	35
3.2.1	Additive Methode	36
3.2.2	Regenerative Methode	37
3.2.3	Slide Technique	39

3.2.4	Bereichsmethode	40
3.2.5	Single-Aliquot Methoden	40
3.3	Datierungstechniken	43
3.3.1	Feinkorntechnik (fine grain)	43
3.3.2	Grobkorntechnik (coarse grain)	44
3.3.3	Differenzmethode	45
3.4	Bestimmung der Dosisleistungen	45
3.4.1	α – Dosisleistung	46
3.4.2	β – Dosisleistung	47
3.4.3	γ – Dosisleistung	48
3.4.4	Dosisleistung der kosmischen Strahlung	49
3.5	Fehlerabschätzung	50
3.5.1	Gesamtfehler	51
3.5.2	Statistischer Fehler	52
3.5.3	Systematischer Fehler	53
3.6	Grenzen der Lumineszenzdatierung	54
4	Arbeitsmethoden und Messanlagen	55
4.1	Bestimmung der Datierungsparameter	55
4.1.1	Probendimensionen	55
4.1.2	Feuchtigkeitsbestimmung	55
4.1.3	Uran/Thorium – Verhältnis	56
4.1.4	Kaliumanteil	58
4.1.5	Gammaspektrometrie	62
4.1.6	Umgebungsstrahlung	63
4.2	Probenaufbereitung (Feinkorntechnik)	63
4.2.1	Reinigung von Laborutensilien	63
4.2.2	Bohren / Mahlen	64
4.2.3	Fraktionieren	66
4.2.4	Sedimentieren	67
4.3	Messung	69
4.3.1	TL	69
4.3.2	OSL	72
4.4	Auswertung	73
4.4.1	Vorbereitungen bei TL	73
4.4.2	Vorbereitungen bei OSL	74
4.4.3	Datierung	77
5	Durchführung und Ergebnisse	79
5.1	Referenzdatierung mit TL	79
5.1.1	Datierung	80
5.2	Erste Messungen mit OSL	84
5.2.1	Erste Schritte	84
5.2.2	Nachteile	85

5.2.3	Messparameter	86
5.3	Datierung des Referenzziegels mit OSL	86
5.3.1	Temperzyklus	86
5.3.2	Datierung	88
5.3.3	Intercept	88
5.3.4	Resultate	88
5.4	Proben aus der Ziegelroit – Alt	91
5.4.1	Probe Ker3	91
5.4.2	Probe Ker2	98
5.4.3	Resultate	105
5.5	Proben aus der Ziegelroit – Neu	106
5.5.1	Probennahme	106
5.5.2	Probe P1	106
5.5.3	Probe P2	114
5.5.4	Probe P3	121
5.5.5	Resultate	128
5.6	Proben aus Oberleim	129
5.6.1	Probe OL1	129
5.6.2	Probe OL2	136
5.6.3	Resultate	143
5.7	Ergebnisse für OSL	143
5.8	Vergleich verschiedener Probenanalyseverfahren	144
6	Zusammenfassung	145
A	DOSBox	152
A.1	Anleitung	152
B	Dateiformate	154
B.1	Repräsentation von Floating-Point-Zahlen	154
B.2	Dateien mit 3090 Byte	155
B.3	Dateien mit 3127+ Byte	156

1 Einleitung

Lumineszenz ist die Aussendung von Licht, die durch bestimmte Zustandsänderungen in einem Material und nicht allein durch hohe Temperaturen verursacht wird. Aufgrund dieser Tatsache wird sie auch als „kaltes Leuchten“ bezeichnet.

Die frühesten schriftlich dokumentierten Beobachtungen von Lumineszenz stammen aus China. Diese wurden etwa 1500 bis 1000 v. Chr. verfasst und beziehen sich auf das Leuchten von Glühwürmchen. Auch in den Texten des Aristoteles und in jenen früherer Alchemisten finden sich Hinweise auf Lumineszenzphänomene, allerdings gab es damals kaum Bemühungen, die Hintergründe dieser Erscheinungen zu verstehen.

Der erste Versuch einer Deutung erfolgte zu Beginn des 17. Jahrhunderts, als die Alchemie in Europa in voller Blüte stand und die philosophischen Voraussetzungen für eine rationale, materialistische Interpretation der beobachteten Phänomene gegeben waren. Die Zeit war geprägt von der Suche nach dem „Stein der Weisen“, einer Substanz, die unedle Metalle in Gold verwandeln und darüber hinaus als Verjüngungselixir wirken sollte. Das Interesse war daher groß, als in der Nähe von Bologna ein Stein gefunden wurde, der nach einer bestimmten Behandlung Licht aufnehmen und im Dunkeln wieder abgeben konnte. Wie man heute weiß, handelte es sich hierbei um Bariumsulfat (Baryt). Auch wenn die Hoffnungen auf den Stein der Weisen schnell enttäuscht wurden, zog die Entdeckung dennoch eine Vielzahl von alchemistischen Experimenten und Erklärungsversuchen nach sich. 1663 erregte Lumineszenz erneut das Interesse der Forscher, als Robert Boyle im Rahmen von Untersuchungen zur Natur der Farben einen Diamanten entdeckte, der im Dunkeln leuchtete, wenn er auf Körpertemperatur erwärmt wurde.

Wissenschaftlich wurde Lumineszenz erstmals 1895 untersucht, als Wiedemann und Schmidt elektrisch isolierende Festkörper ionisierender Strahlung aussetzten und anschließend feststellten, dass durch Erwärmung die Emission von Licht hervorgerufen werden konnte. Sie gaben diesem Phänomen den Namen Thermolumineszenz. Von allen früheren Experimenten unterschied sich dieses unter anderem dadurch, dass die Lumineszenz von den Forschern selbst induziert wurde, in diesem Fall mit einem Elektronenstrahl. Der Zusammenhang zwischen Lumineszenz und Strahlung wurde 1904 auch von Marie Curie festgestellt, als sie beschrieb, wie Stoffe, die nach einiger Zeit der Erhitzung keine Thermolumineszenz mehr zeigten, diese Fähigkeit durch Absorption der Strahlung von Radium zurückgewannen. Zu dieser Zeit wurde auch begonnen, das Spektrum der Lichtemissionen zu untersuchen.

In den nächsten Jahrzehnten wurde eine Vielzahl natürlicher und künstlich hergestellter Materialien Röntgen- und Elektronenstrahlen ausgesetzt und auf Thermolumineszenz

untersucht. Man versuchte, die beobachteten Phänomene theoretisch zu erklären, beispielsweise erkannten Urbach und Frisch vom Wiener Institut für Radiumforschung den Zusammenhang zwischen der Temperatur des Thermolumineszenzmaximums und der Tiefe von Elektronenhaftstellen (Urbach, 1930). Ein entscheidender Durchbruch gelang jedoch erst 1945 durch Randall und Wilkins, als sie das in Abschnitt 2.2 beschriebene einfache physikalische Modell entwarfen. Später wurde es von Garlick und Gibson durch die Betrachtung von Effekten zweiter Ordnung verfeinert und erweitert. Ebenfalls wertvoll für die experimentelle Untersuchung der Lumineszenz war der in den 1940er Jahren entwickelte Sekundärelektronenvervielfacher (engl. Photomultiplier), der eine quantitative Auswertung der Lichtemissionen ermöglichte.

Mit diesen Voraussetzungen war auch der Weg zu einer praktischen Anwendung geebnet. Daniels, Boyd und Sounders erkannten 1953, dass Thermolumineszenz ein geeignetes Mittel zur Dosimetrie ionisierender Strahlung sein könnte, also zur Messung einer absorbierten Strahlendosis. Diese Überlegung basiert auf dem Gedanken, dass die Lumineszenz proportional der empfangenen Strahlendosis ist und dass man entsprechend die Gesamtdosis aus dem gemessenen Lumineszenzsignal berechnen kann. Die Gruppe um Daniels folgerte weiter, dass Thermolumineszenz deshalb auch hilfreich zur Altersbestimmung geologischer und archäologischer Fundstücke sein könnte – wenn man die Strahlendosis bestimmen kann, die auf ein Fundstück pro Jahr einwirkt (hervorgerufen durch in Spuren enthaltene radioaktive Substanzen im Fundstück und durch die natürliche Umgebungstrahlung), kann man aufgrund der aus dem Lumineszenzsignal berechneten Gesamtdosis auf das Alter schließen.

1960 wurde Thermolumineszenz erstmals durch Grögler, Houtermans und Stauffer zur Altersbestimmung an archäologischen Keramiken eingesetzt. In den 1960er Jahren wurden in den USA und Europa weitere Datierungen durchgeführt sowie Verbesserungen und Weiterentwicklungen der Methode gefunden. Neben Keramiken konnten so bald auch vulkanische Gesteine, Zirkon und Sedimente datiert werden. 1985 konnten Huntley, Godfrey-Smith und Thewalt demonstrieren, dass Lumineszenz auch mit Licht angeregt werden kann. Darüber hinaus führten sie mit dieser sogenannten optisch stimulierten Lumineszenz erste Datierungen an Sedimenten durch.

Mittlerweile sind die erwähnten Verfahren als Methoden zur Altersbestimmung etabliert und werden bei einer Vielzahl von Materialien eingesetzt. Sie bleiben aber dennoch Gegenstand intensiver Forschungen.

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung eines Verfahrens, um eine ursprünglich für die Dosimetrie entwickelte OSL-Messanlage für die Datierung von Keramiken nutzbar zu machen. Im Rahmen dieser Aufgabe sollten auch neue Proben aus der sogenannten Ziegelroitt in Oberösterreich entnommen und mittels TL und OSL datiert werden. Ebenfalls untersucht werden sollten Keramiken aus einer Hafnerei in Oberleim. Um die OSL-Altersbestimmungen komfortabel durchführen zu können, war darüber hinaus die Entwicklung von Hilfsprogrammen zur Manipulation der Messkurven erforderlich.

2 Grundlagen der Lumineszenzdatierung

Für dieses Kapitel dienen vor allem folgende Bücher als Quellen: McKeever (1985), Aitken (1985), Aitken (1998) und Bøtter-Jensen et al. (2003).

2.1 Lumineszenz

Der Begriff Lumineszenz bezeichnet die Emission optischer Strahlung (Infrarot bis Ultraviolett) eines physikalischen Systems, hervorgerufen durch den Übergang von Elektronen aus einem angeregten Zustand in einen niederenergetischeren Zustand. Dieses Phänomen tritt unabhängig von der Schwarzkörperstrahlung auf, daher wird Lumineszenz auch als „kaltes Leuchten“ bezeichnet.

Lumineszenz kann nach verschiedenen Kriterien eingeteilt werden. Eines davon ist die Art der ursprünglichen Energiezufuhr der Elektronen (siehe Tabelle 2.1), wobei für Datierungszwecke nur die Radiolumineszenz, also durch ionisierende Strahlung induzierte Lumineszenz, von Bedeutung ist.

Ein anderes, jedoch überwiegend phänomenologisches Kriterium ist die Zeit, die typischerweise von der Anregung bis zur Relaxation verstreicht. Hier unterscheidet man zwischen Fluoreszenz (Zeitdauer $< 10^{-8}$ s) und Phosphoreszenz (Zeitdauer $> 10^{-8}$ s). Bei der Fluoreszenz erfolgt die Relaxation sehr schnell durch einen direkten Übergang vom angeregten Zustand in den Grundzustand. Bei der Phosphoreszenz hingegen gehen die

Bezeichnung	Induziert durch	Beispiele
Tribolumineszenz	Mechanische Energie	Schwingquarz
Chemilumineszenz	Chemische Reaktionsenergie	Medizinische Diagnostik
Biolumineszenz	Biologische Prozesse	Glühwürmchen
Elektrolumineszenz	Elektrische Felder	Leuchtdiode
Kathodolumineszenz	Elektronenstrahlung	Braunsche Röhre
Photolumineszenz	Optische Strahlung	Halbleiterlaser
Radiolumineszenz	Ionisierende Strahlung	Altersbestimmung, Dosimetrie

Tabelle 2.1: Einteilung von Lumineszenzphänomenen nach der Art der Energiezufuhr

Elektronen vom angeregten Zustand erst in einen Zwischenzustand über, von dem aus der Übergang in den Grundzustand verboten ist. Erst durch die äußere Zufuhr von Energie (also durch Stimulation) werden die Elektronen wieder in einen Zustand angehoben, von dem aus sie in einen niederenergetischeren Zustand zurückkehren können.

Bei der für die Datierung relevanten stimulierten Radiolumineszenz unterscheidet man schließlich noch nach der Art der Anregung: Durch Wärme hervorgerufene Lumineszenz nennt man *thermisch stimulierte Lumineszenz* (Thermolumineszenz, TL), durch Licht hervorgerufene Lumineszenz hingegen *optisch stimulierte Lumineszenz* (OSL). Bei optischer Stimulation kann man noch weitere Unterteilungen anhand der Wellenlänge des verwendeten Lichts vornehmen, beispielsweise IRSL für Infrarot-stimulierte Lumineszenz, GLSL für Grünlicht-stimulierte Lumineszenz und BLSL für Blaulicht-stimulierte Lumineszenz. TL und OSL werden in den Abschnitten 2.3 und 2.4 näher behandelt.

2.2 Physikalisches Lumineszenzmodell

2.2.1 Bändermodell

Lumineszenz, die zu Datierungszwecken genutzt werden kann, tritt nur bei elektrisch isolierenden Festkörpern mit periodischem Kristallgitter auf. Der Grund dafür ist aus einem einfachen physikalischen Modell ersichtlich, das zur Beschreibung von Lumineszenzphänomenen herangezogen wird.

Bei einem einzelnen Atom liegen die möglichen Energieniveaus der Elektronen in diskreter Form vor. Betrachtet man mehrere Atome, die einander nahe genug sind um elektrostatische Wechselwirkung zwischen den Elektronenwolken zu ermöglichen, spalten diese Energieniveaus auf. Ist die Zahl der Atome sehr groß, beispielsweise in einem Kristallgitter, kann man die resultierende große Anzahl an sehr nahe zusammenliegenden Energieniveaus als kontinuierlichen erlaubten Energiebereich betrachten, welcher auch als „Band“ bezeichnet wird. Unabhängig von der Anzahl der Atome gibt es jedoch immer auch „verbotene“ Energiebereiche, die die einzelnen Bänder voneinander trennen. Je schwächer die Elektronen an den Kern gebunden sind, desto breiter werden die zugehörigen Bänder und desto schmaler die verbotenen Bereiche dazwischen. Eine grafische Darstellung dieses Modells ist in Abbildung 2.1 auf der nächsten Seite zu sehen. Für die Betrachtung von Lumineszenzeffekten sind dabei nur das Valenzband (das energetisch höchste Band, das bei $T \rightarrow 0$ voll besetzt ist) und das Leitungsband (das über dem Valenzband liegende Band, das bei $T \rightarrow 0$ nicht oder nur teilweise besetzt ist) relevant.

2.2.2 Zentren

In der Praxis sind vor allem Quarz und Feldspat für die Datierung von Nutzen. Sie kommen sehr häufig in mineralischen Proben vor und verfügen über das notwendige periodische

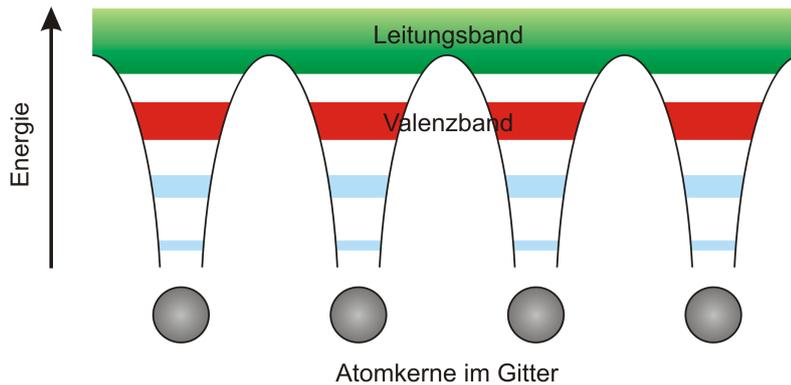


Abbildung 2.1: Bändermodell bei einem periodischen Atomgitter

Kristallgitter, darüber hinaus liegt eine große Energielücke von mehreren eV zwischen Valenzband und Leitungsband. Diese Lücke wird auch als Bandlücke, verbotene Zone oder englisch als band gap bezeichnet. Die verbotene Zone ist so groß, dass bei Raumtemperatur kaum Elektronen den Sprung vom Valenzband ins Leitungsband schaffen, es handelt sich bei diesen Materialien also um Isolatoren. In Abschnitt 2.6 wird näher auf die Lumineszenzeigenschaften von Quarz und Feldspat eingegangen.

Während es bei idealen Quarz- und Feldspatkristallen in der Energielücke keine möglichen Energieniveaus für Elektronen gibt, ist dies bei realen Kristallen sehr wohl der Fall. Grund dafür sind lokale Fehler im Bau des Kristallgitters. Dazu zählen:

Punktförmige Gitterbaufehler

- Leerstellen (unbesetzte Gitterplätze)
- Zwischengitteratome (Kristallatome zwischen zwei Gitterplätzen)
- Austauschatome (Fremdatome auf den Gitterplätzen)
- Einlagerungsatome (Fremdatome zwischen den Gitterplätzen)

Eindimensionale Gitterbaufehler

- Versetzungen des Gitters (zusätzlich in das Gitter eingeschobene Halbebenen)

Zweidimensionale Gitterbaufehler

- Verschiebungen zwischen zwei Kristallebenen
- Stapelfehler (Störungen in der periodischen Stapelabfolge von Kristallebenen)
- Korngrenzen (Grenzen zwischen Material gleicher Kristallstruktur, aber verschiedener räumlicher Orientierung)

Diese Abweichungen in der periodischen Struktur des Gitters führen zu zusätzlichen möglichen Energiezuständen in der verbotenen Zone, auch Zentren genannt. Zustände oberhalb des Fermi-Niveaus sind dabei in guter Näherung nicht von Elektronen besetzt (Elektronenzentren), Zustände darunter jedoch schon (Lochzentren), wie in Abbildung 2.2 auf der nächsten Seite zu sehen ist.

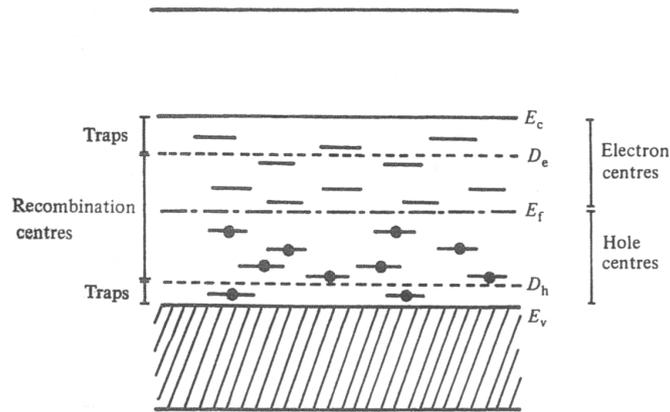


Abbildung 2.2: Energieniveaus in der Bandlücke, nach McKeever (1985)

Liegen Zustände knapp unterhalb des Leitungsbandes oder knapp oberhalb des Valenzbandes, werden sie als Traps oder Fallen bezeichnet. Die unbesetzten Terme in der Nähe des Leitungsbandes nennt man Elektronenfallen, die besetzten Terme in der Nähe des Valenzbandes hingegen Aktivatorterme oder Lochfallen. Die übrigen Zustände, die sich in einem gewissen Bereich um das Fermi-Niveau befinden, sind die sogenannten Rekombinationszentren.

Es sind nun verschiedene Übergänge zwischen den einzelnen Energiezuständen möglich, von denen die häufigsten in Abbildung 2.3 auf der nächsten Seite dargestellt sind. Übergang (1) veranschaulicht den Ionisationsprozess, der ein Elektron direkt aus dem Valenzband in das Leitungsband befördert. (2a-2c) stellen mögliche Übergänge an Elektronenfallen dar: (2a) den Einfang eines Elektrons, (2b) die Freigabe des Elektrons und (2c) den Sturz eines Elektrons aus einer Falle in eine freie Stelle des Valenzbandes, was sich besser als Rekombination eines Lochs mit einer besetzten Elektronenfalle verstehen lässt. Analog zeigen (3a-3c) mögliche Übergänge an Lochfallen: (3a) den Locheinfang, (3b) die Lochfreigabe und (3c) die Rekombination eines Elektrons mit einer besetzten Lochfalle. Schließlich ist (4) das Spiegelbild zu (1), eine direkte Rekombination. Direkte Übergänge zwischen Zentren sind ebenfalls möglich, wenn beide erlaubten Energieniveaus am selben Atom lokalisiert sind, und beispielsweise für die Erklärung der thermischen Unterstützung bei OSL wichtig.

Die Übergänge an Rekombinationszentren sind im Prinzip die gleichen wie an Fallen, tatsächlich lässt sich aufgrund der Wahrscheinlichkeit der Übergänge die Unterscheidung zwischen Falle und Rekombinationszentrum definieren. Ist für ein besetztes Elektronenzentrum der Übergang (2b) wahrscheinlicher als (2c), handelt es sich um eine Falle, andernfalls um ein Rekombinationszentrum. Ebenso verhält es sich mit den Übergängen (3b) und (3c) bei Lochzentren. Ob ein Zentrum eine Falle oder ein Rekombinationszentrum ist, hängt also nicht nur von der Tiefe des Zentrums ab, sondern auch von anderen Faktoren wie der momentanen Besetzungsdichte oder dem Wirkungsquerschnitt, den das besetzte Zentrum für freie Ladungsträger des „entgegengesetzten“ Typs hat (Löcher bei Elektronenfallen,

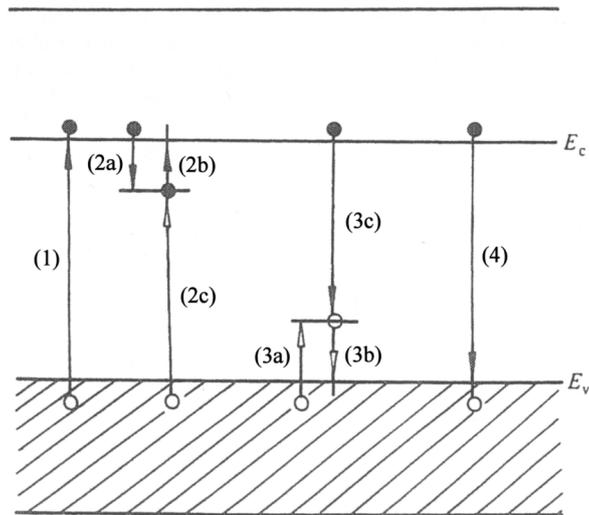


Abbildung 2.3: Typische Übergänge, modifiziert nach McKeever (1985)

Elektronen bei Lochfallen).

Wird eine Probe ionisierender Strahlung ausgesetzt, werden Elektronen nach dem Modell durch Ionisation (1) ins Leitungsband gehoben, wo sie sich im Kristall bewegen können, bis sie auf eine Elektronenfalle treffen (2a). Die freien Plätze im Valenzband werden durch Elektronen aus Lochfallen ausgefüllt (3a). Durch entsprechende Stimulierung (z.B. Wärme oder Licht) werden die Elektronen in den Fallen angeregt und ins Leitungsband gehoben (2b), von wo aus sie rekombinieren können (3c). Wird beim letzten Übergang die Energiedifferenz in Form von Licht abgegeben, nennt man die entsprechenden Rekombinationszentren Lumineszenzzentren. Auch Löcher können durch Rekombination (2c) zur Lumineszenz beitragen.

Eine Darstellung des Lumineszenzvorgangs am Beispiel eines realen Quarzkristalls ist in Abbildung 2.16 auf Seite 25 zu sehen.

Auch ohne ausreichende Anregungsenergie bleibt ein Elektron nicht auf unbegrenzte Zeit in einer Falle gefangen. Die mittlere Lebensdauer τ der einzelnen Elektronen ist von der Tiefe der Fallen E (Energieabstand zum Leitungsband) und der Temperatur T des Materials abhängig:

$$\tau = \frac{1}{s} \cdot e^{\frac{E}{k_B \cdot T}} \quad (2.1)$$

wobei s einen Frequenzfaktor und k_B die Boltzmannkonstante mit einem Wert von $k_B \approx 1.38065 \times 10^{-23} \text{ J/K} \approx 8.61734 \times 10^{-5} \text{ eV/K}$ repräsentiert.¹ Der Wert des Frequenzfaktors ist abhängig vom Typ der Falle und liegt typischerweise im Bereich von 10^9 Hz bis 10^{16} Hz (bildlich vorstellbar als „Ausbruchsversuche der Elektronen pro Sekunde“).

¹Aktuell (2006) empfohlener, gerundeter Wert des National Institute of Standards and Technology, <http://physics.nist.gov/cuu/>

Traptiefe E	τ bei 20 °C	τ bei 180 °C	τ bei 400 °C
0.75 eV	0.8 s	2.2×10^{-5} s	4.1×10^{-8} s
1.00 eV	4.3 h	1.3×10^{-2} s	3.1×10^{-6} s
1.25 eV	9.8 a	7.8 s	2.2×10^{-4} s
1.50 eV	1.9×10^5 a	1.3 h	1.7×10^{-2} s
1.75 eV	3.9×10^9 a	33.6 d	1.3 s
2.00 eV	7.7×10^{13} a	55.5 a	94.1 s

Tabelle 2.2: Mittlere Lebensdauer von Elektronen in Traps für $s = 10^{13}$ Hz

Mittels τ kann man auch eine Übergangswahrscheinlichkeit w definieren:

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

Nimmt man für den Frequenzfaktor einen realistischen Wert an, kann man mit diesen Formeln die mittlere Lebensdauer von Elektronen in Traps unterschiedlicher Tiefe abhängig von der Temperatur abschätzen. Tabelle 2.2 zeigt eine kleine Übersicht für einen Frequenzfaktor $s = 10^{13}$ Hz.

Diese Abschätzungen der mittleren Lebensdauer und die in späteren Abschnitten folgende Beschreibung des zeitlichen Verlaufs der Lumineszenz beruhen auf der Annahme, dass die Intensität der Lumineszenz ausschließlich von der Entkommrate der Elektronen aus den Traps abhängt, man nennt dies auch Kinetik erster Ordnung. Damit diese Annahme erfüllt ist, muss die Anzahl der verfügbaren Lumineszenzzentren zeitlich annähernd konstant bleiben und die Chance eines entkommenen Elektrons, vor der Rekombination wieder eingefangen zu werden, muss vernachlässigbar klein sein. Ist dies nicht der Fall, wird das mathematische Modell deutlich komplexer (z.B. Kinetik zweiter Ordnung, auf die hier aber nicht näher eingegangen wird).

Obwohl sich mit diesen Überlegungen und den darauf basierenden mathematischen Modellen Lumineszenz zumindest qualitativ erklären lässt, ist die exakte Beschreibung aller bei realen Festkörpern beobachteten Lumineszenzphänomene derzeit noch mit keinem Modell möglich, auch nicht unter Berücksichtigung von kinetischen Effekten höherer Ordnung.

2.3 Thermolumineszenz

Von Thermolumineszenz (TL) spricht man, wenn Radiolumineszenz durch thermische Energie stimuliert wird. Thermolumineszenz ist besonders für die Datierung von Keramiken und anderen gebrannten Mineralien wichtig, da hier von einer vollständigen Löschung der gespeicherten Energie an einem bestimmten Zeitpunkt ausgegangen werden kann. Auf die Verwendung von Lumineszenz zu Datierungszwecken wird in Kapitel 3 eingegangen.

2.3.1 Modell

Für die Erklärung der bei TL auftretenden Lumineszenzphänomene wird das in Abschnitt 2.2 beschriebene physikalische Modell verwendet. In Abbildung 2.4 sind die für TL relevanten Übergänge noch einmal explizit dargestellt.

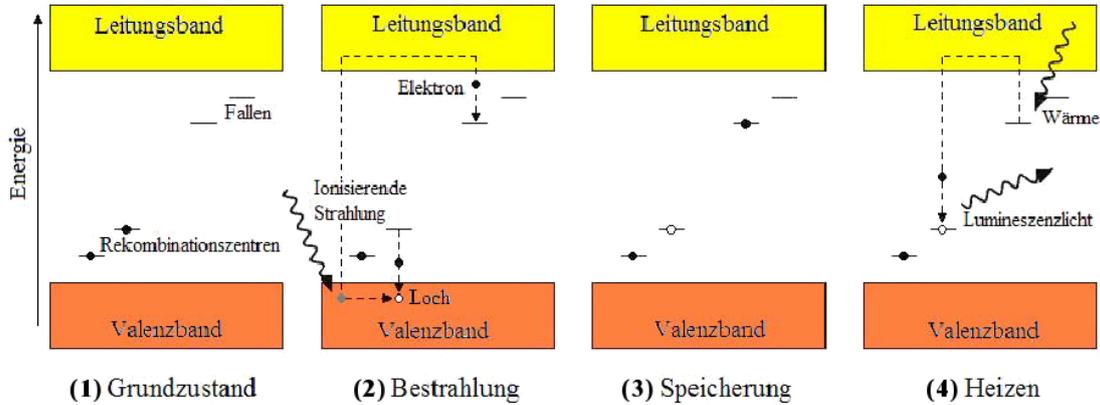


Abbildung 2.4: Zur Lumineszenz führende Übergänge bei TL, nach Bergmann (2005)

Im Grundzustand (1) sind die Elektronenzentren unbesetzt. In (2) wird durch ionisierende Strahlung ein Elektron ins Leitungsband gehoben, wo es sich durch den Kristall bewegen kann, bis es auf eine Falle trifft. Das Loch im Valenzband wird durch ein Elektron aus einem Lochzentrum aufgefüllt. Das Elektron bleibt in der Falle (abhängig von der Temperatur und der Traptiefe) gespeichert, wie Bild (3) zeigt. Bei der TL-Messung (4) wird es schließlich durch die Wärmeenergie stimuliert und wechselt wieder ins Leitungsband, von wo aus es unter Aussendung von Licht rekombiniert.

Dies ist wie erwähnt das einfachste Modell der Thermolumineszenz. Komplexere Modelle werden beispielsweise in McKeever (1985) und Chen und McKeever (1997) besprochen.

2.3.2 Glowkurve

Beim Erhitzen einer Probe auf eine bestimmte Temperatur sind die pro Zeiteinheit aus einer bestimmten Traptiefe entkommenden Elektronen und damit die Lumineszenzintensität proportional der Anzahl der noch in diesen Traps befindlichen Elektronen und der jeweiligen Übergangswahrscheinlichkeit (repräsentiert durch die in Gleichung 2.2 auf der vorherigen Seite definierte Übergangswahrscheinlichkeit w), es gilt:

$$I(t) = \underbrace{-\frac{dn}{dt}}_{\text{Entkommrate}} = w \cdot n(t) \quad (2.3)$$

Aus dieser Gleichung kann man die Anzahl n der nach der Zeit t noch verbleibenden Elektronen (bei einer Anfangszahl n_0) berechnen:

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

Wird die Probe nun bei linear steigender Temperatur T ausgemessen, kann man leicht sehen, dass die Übergangswahrscheinlichkeit mit zunehmender Zeit und Temperatur ansteigt („Probability of escape“ in Abbildung 2.5), während die Anzahl der verbleibenden Elektronen sinkt („Fraction remaining trapped“). Dies führt zu der Ausprägung eines Lumineszenzpeaks, wie er als dicke, mit „TL“ bezeichnete Linie zu sehen ist, wobei die Temperatur, bei der der Peak auftritt, von Typ und Tiefe der Falle bestimmt ist. Er erreicht sein Maximum bei der Peaktemperatur T^* , knapp nachdem die Hälfte der Elektronen entkommen sind.

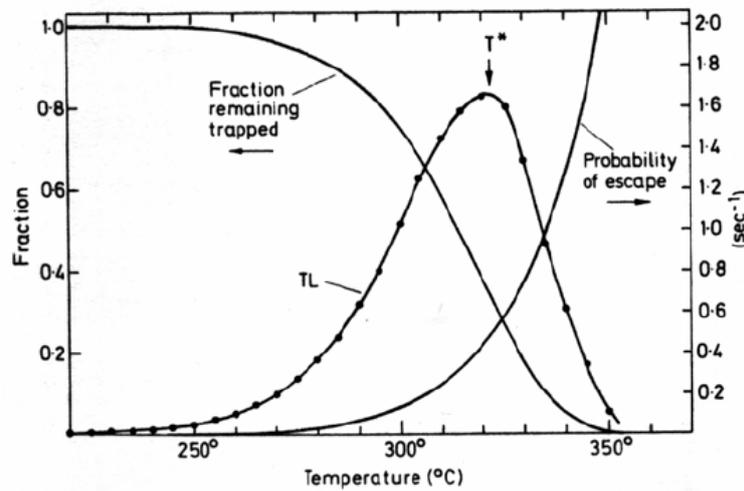


Abbildung 2.5: Entstehung des Lumineszenzpeaks, nach Aitken (1985)

Die Integration von $I(t)$ mit eingesetztem w und einer bestimmten Heizrate $\beta = dT/dt$ (angegeben in $\text{K/s} \hat{=} \text{°C/s}$) ergibt:

$$I(T) = n_0 \cdot \underbrace{s \cdot e^{-\frac{E}{k_B \cdot T}}}_w \cdot e^{-s \cdot \frac{1}{\beta} \int_{T_0}^T e^{-\frac{E}{k_B \cdot T'}} \cdot dT'} \quad (2.5)$$

Die Form der einzelnen Peaks wird maßgeblich durch die Heizrate beeinflusst. Je schneller die Probe erhitzt wird, desto weniger Zeit steht zur Entleerung der Fallen zur Verfügung, die Anzahl der in einer bestimmten Fallentiefe verbliebenen Elektronen ist also bei jeder Temperatur höher. Dies führt zu einer Verbreiterung und Versetzung des Peaks. Aus dem gleichen Grund stehen aber bei jeder Temperatur mehr Elektronen in den Traps zur Verfügung, der Peak wird also auch höher. Diese Effekte sind gut in Abbildung 2.6 auf der nächsten Seite zu erkennen.

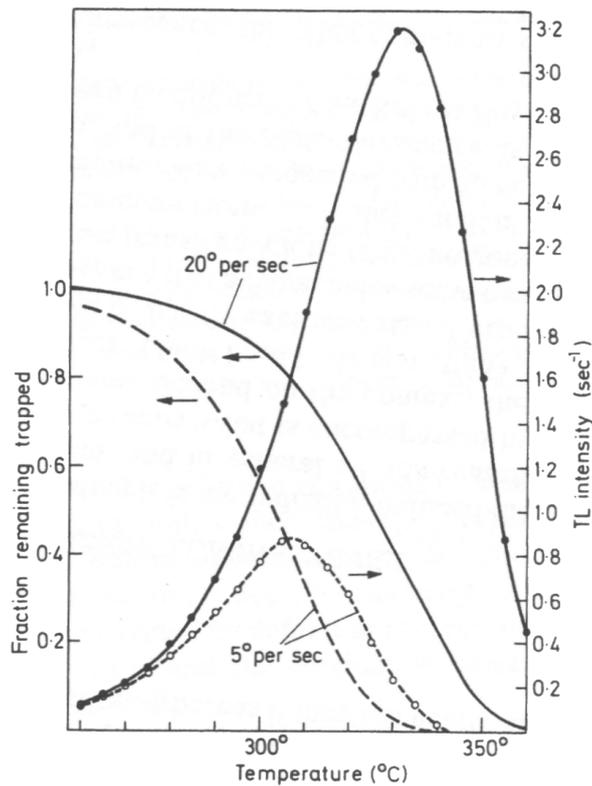


Abbildung 2.6: Abhängigkeit der Form des Lumineszenzpeaks von der Heizrate, nach Aitken (1985)

Die Überlagerung aller einzelnen Lumineszenzpeaks bei einer konstanten Heizrate bildet die Glowkurve. Ein Beispiel einer Glowkurve ist in Abbildung 2.7 dargestellt. Da in einem realen Kristall verschiedenste Arten von Defekten mit unterschiedlichen Fallentiefen auftreten, hat die Kurve mehrere lokale Maxima, die in der Abbildung mit Zahlen gekennzeichnet sind. Aus den Temperaturbereichen, in denen die einzelnen Maxima auftreten, kann man Rückschlüsse auf die Fallentiefe der zugehörigen Traps ziehen – je höher die Peaktemperatur (T^*), desto tiefer ist die entsprechende Falle. Der Zusammenhang wird durch folgende Gleichung beschrieben:

$$\frac{E}{k_B \cdot T^*} \cdot \exp\left(\frac{E}{k_B \cdot T^*}\right) = \frac{s \cdot T^*}{\beta} \quad (2.6)$$

Eine grobe Abschätzung der mittleren Lebenszeit für Fallen verschiedener Peaks mittels der Formeln 2.1 und 2.6 ist in Tabelle 2.3 auf der nächsten Seite zu finden.

2.3.3 Plateautest

Bei der Datierung wird generell die Lumineszenzausbeute von natürlich und künstlich bestrahlten Proben miteinander verglichen. Die Glowkurven dieser Proben sind jedoch

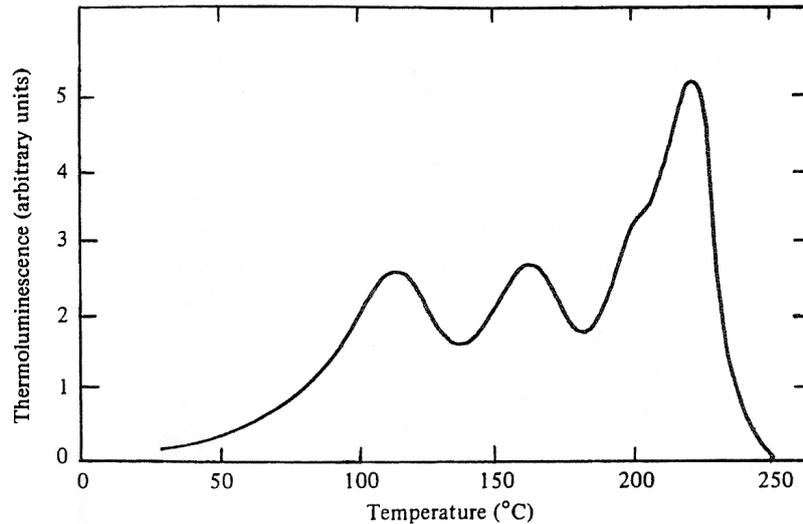


Abbildung 2.7: Beispielhafte Darstellung einer Glowkurve, nach McKeever (1985)

Peaktemperatur T^* :	100 °C	200 °C	300 °C	400 °C	500 °C
Lebensdauer bei 10 °C:	2 h	10 a	6×10^5 a	3×10^{10} a	2×10^{15} a
Lebensdauer bei 20 °C:	$\frac{1}{2}$ h	2 a	7×10^4 a	3×10^9 a	1×10^{14} a

Tabelle 2.3: Mittlere Lebensdauer von Peaks abhängig von T^* , nach Aitken (1985) für $s = 10^{13}$ Hz und $\beta = 20$ °C/s.

nicht über den gesamten Temperaturbereich proportional zueinander, da die künstliche Bestrahlung mit entsprechend hohen Dosisleistungen Veränderungen im Material verursacht, was beispielsweise zu einer Veränderung der Empfindlichkeit führen kann. Auch andere Effekte wie anomalous fading können zu unproportionalen Lumineszenzsignalen führen (mehr dazu in Kapitel 2.5). Bei einer ausreichend großen Fallentiefe (also in höheren Temperaturbereichen) ist die Proportionalität jedoch im Allgemeinen gegeben. Um einen geeigneten Bereich zu finden, wird der sogenannte Plateautest durchgeführt.

Beim Plateautest wird durch Division von natürlicher und künstlich bestrahlter Glowkurve eine neue Kurve berechnet. Ein Beispiel dafür zeigt Abbildung 2.8 auf der nächsten Seite. In einem Bereich, in dem diese Kurve in guter Näherung gerade und parallel zur Abszisse verläuft, sind die Messkurven einander proportional und somit zur Datierung geeignet. Typischerweise findet man einen solchen Bereich, der als Plateau bezeichnet wird, in einem Temperaturbereich ab etwa 300 °C. Ist jedoch kein Plateau vorhanden, kann die Probe nicht datiert werden.

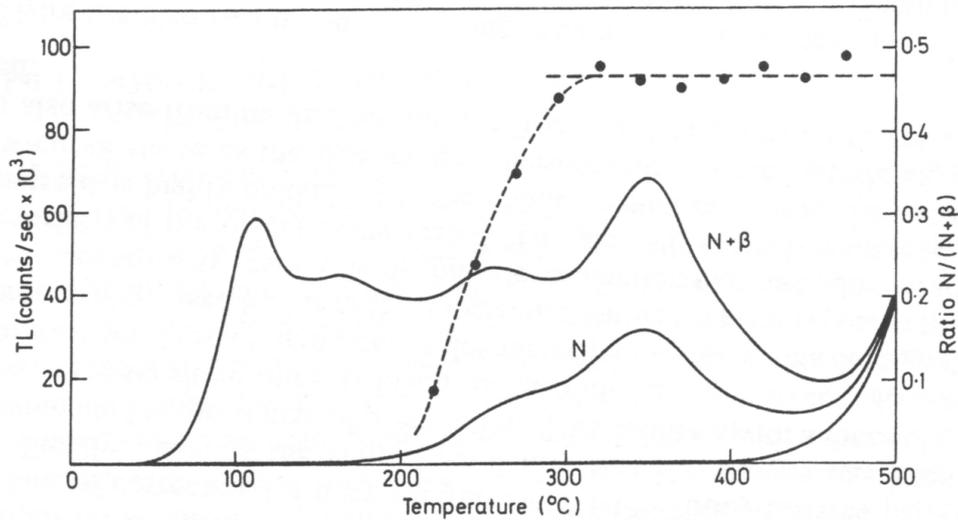


Abbildung 2.8: Plateautest, nach Aitken (1985)

2.4 Optisch stimulierte Lumineszenz

Von optisch stimulierter Lumineszenz (OSL) spricht man, wenn Radiolumineszenz durch optische Strahlung angeregt wird. OSL ist hervorragend für die Datierung von Sedimenten geeignet, da bei der Bleichung durch Sonnenlicht genau jene Traps gelöscht werden, die mit OSL ausgemessen werden.

Anders als bei TL kann man bei OSL durch die Wahl der Wellenlänge des anregenden Lichts bestimmen, welche Materialien in der Probe zur Lumineszenz stimuliert werden, beispielsweise ob eher Quarze oder eher Feldspate angeregt werden sollen. Dies liegt daran, dass die Energie E eines Photons direkt von seiner Wellenlänge λ abhängig ist, es gilt:

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (2.7)$$

wobei h für das Planck'sche Wirkungsquantum mit dem Wert $h \approx 6.62607 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s} \approx 4.13567 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s}$ steht. Für die Wellenlängen in für OSL relevanten Bereichen gibt es in sehr guter Näherung eine einfache Formel zur Berechnung der Photonenenergie:

$$E = \frac{1240 \text{ nm}}{\lambda} \text{ eV} \quad (2.8)$$

In Tabelle 2.4 auf der nächsten Seite sind für einen besseren Überblick verschiedene Wellenlängenbereiche sichtbaren Farben zugeordnet und die entsprechenden Energiebereiche angegeben. Im kürzerwelligen Bereich schließt ultraviolettes Licht an Violett an und auf Rot folgt bei steigender Wellenlänge Infrarot.

Farbe	Wellenlänge [nm]	Energie [eV]
■ Violett	380 – 424	3.26 – 2.92
■ Blau	424 – 486	2.92 – 2.55
■ Blau-Grün	486 – 517	2.55 – 2.40
■ Grün	517 – 527	2.40 – 2.35
■ Gelb-Grün	527 – 575	2.35 – 2.16
■ Gelb	575 – 585	2.16 – 2.12
■ Orange	585 – 647	2.12 – 1.92
■ Rot	647 – 780	1.92 – 1.59

Tabelle 2.4: Farbeinteilung nach DIN 5031

2.4.1 Modell

Um die bei OSL auftretenden Lumineszenzphänomene zu erklären, wird das in Kapitel 2.2 beschriebene physikalische Modell benutzt. In Abbildung 2.9 sind die für OSL relevanten Übergänge dargestellt, insbesondere auch die für die thermische Unterstützung wichtigen Übergänge zwischen Zentren.

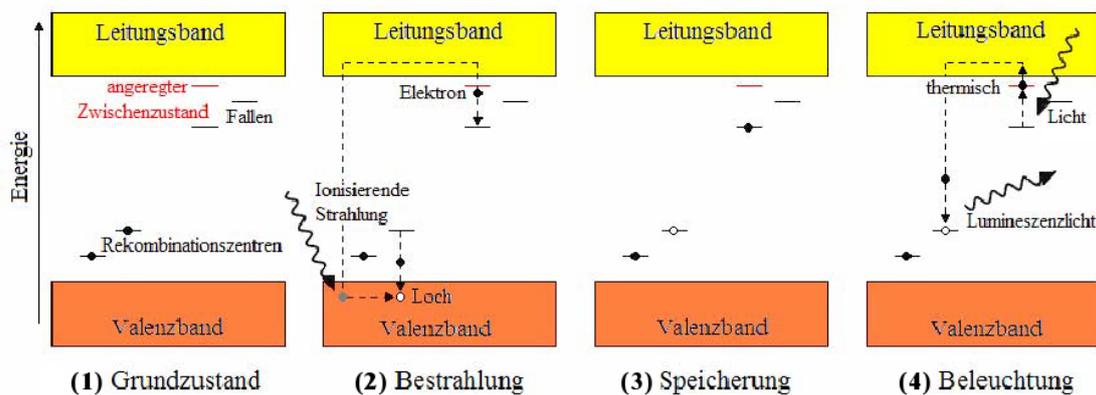


Abbildung 2.9: Zur Lumineszenz führende Übergänge bei OSL, modifiziert nach Bergmann (2005)

Im Grundzustand (1) sind die Elektronenzentren unbesetzt. In (2) wird durch ionisierende Strahlung ein Elektron ins Leitungsband gehoben, wo es sich durch den Kristall bewegen kann, bis es auf eine Falle trifft. Das Loch im Valenzband wird durch ein Elektron aus einem Lochzentrum aufgefüllt. Das Elektron bleibt in der Falle (abhängig von der Temperatur und der Traptiefe) gespeichert, wie Bild (3) zeigt. Bei der OSL-Messung (4) wird es schließlich durch optische Strahlung stimuliert und wechselt entweder direkt ins Leitungsband, oder in einen angeregten Zwischenzustand, von wo aus es mit Hilfe von thermischer Energie (durch Phononenanregung, also Anregung durch Gitterschwingungen) ins Leitungsband gehoben werden kann. Im Leitungsband können sich die Elektronen

wieder frei bewegen und rekombinieren an Lumineszenzzentren, wobei sie Licht einer kürzeren Wellenlänge aussenden.

In Abbildung 2.10 ist am Beispiel von Quarz das Verhältnis von thermischer Unterstützung und anregender Wellenlänge dargestellt.

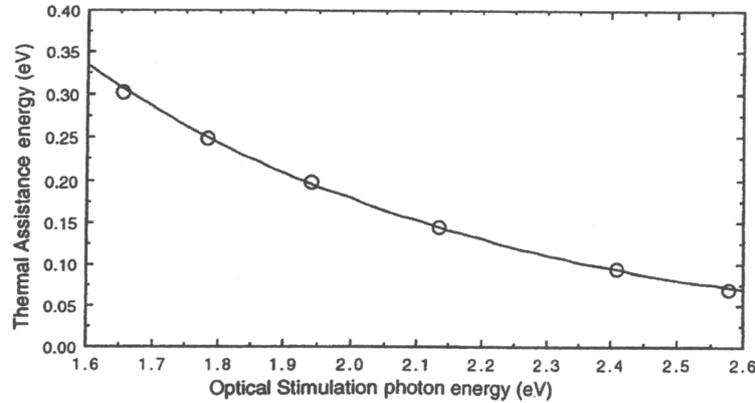


Abbildung 2.10: Energie der thermischen Unterstützung als Funktion der Stimulationsenergie bei Quarz, nach Spooner (1994)

2.4.2 Ausleuchtcurve

Für gewöhnlich wird eine Probe bei der Messung mit Licht konstanter Intensität angeregt; diese Methode nennt man CWOSL (continuous wave OSL). Das Licht ist dabei näherungsweise monochromatisch mit einer bestimmten Wellenlänge λ . Die Übergangswahrscheinlichkeit der Elektronen in den relevanten Traps wird wie bei TL durch Gleichung 2.2 auf Seite 8 bestimmt, doch da die Messung bei Raumtemperatur erfolgt, kann dieser Term, welcher die thermischen Übergänge beschreibt, vernachlässigt werden. Ausschlaggebend ist allein die Übergangswahrscheinlichkeit w infolge der optischen Stimulation, die proportional dem Photonenfluss Φ und dem Photoionisations-Wirkungsquerschnitt σ_p ist:

$$w = \Phi(\lambda) \cdot \sigma_p(\lambda) \quad (2.9)$$

Die Änderungsrate der noch gefangenen Elektronen n und damit die Intensität I der Lumineszenz ist durch folgende Differentialgleichung gegeben:

$$I(t) = \underbrace{-\frac{dn}{dt}}_{\text{Entkommrate}} = w \cdot n(t) \quad (2.10)$$

w ist dabei zeitlich konstant, da die Übergangswahrscheinlichkeit nur von λ abhängt. Die Lösung der obigen Gleichung ergibt, bei einer angenommenen Elektronen-Anfangszahl

n_0 , einen exponentiellen Abfall der Elektronenzahl:

$$n(t) = n_0 \cdot e^{-w \cdot t} \quad (2.11)$$

Werden kinetische Effekte zweiter Ordnung vernachlässigt, kann die Intensität des Lumineszenzsignals daher ebenfalls durch einen exponentiellen Abfall beschrieben werden:

$$I(t) = \underbrace{w \cdot n_0}_{I_0} \cdot e^{-w \cdot t} \quad (2.12)$$

Diese Kurve wird Ausleuchtcurve oder auch shine-down curve genannt. Beispiele mit verschiedenen Anfangsintensitäten I_0 sind in Abbildung 2.11 dargestellt.

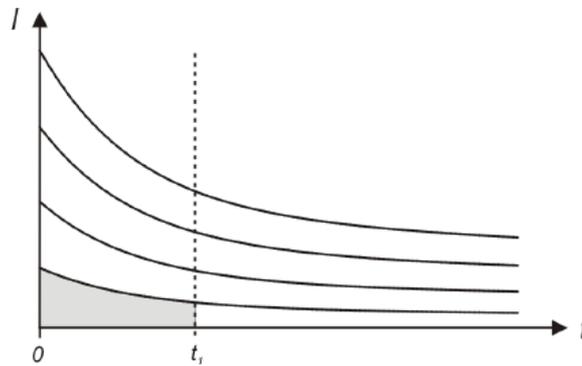


Abbildung 2.11: Ausleuchtcurven mit verschiedenen Anfangsintensitäten I_0 , nach Greilich (2004)

Allgemeinere Modelle, die unter anderem konkurrierende Fallen und Rekombinationszentren betrachten, sind beispielsweise in Chen und McKeever (1997) und Bøtter-Jensen et al. (2003) zu finden.

2.5 Spezielle Effekte

2.5.1 Sub- und Supralinearität

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Aufgrund des vereinfachten physikalischen Lumineszenzmodells würde man erwarten, dass die latent vorhandene Lumineszenz linear mit der aufgenommenen Strahlendosis ansteigt. Dies ist auch eine Grundannahme der Lumineszenzdatierung. Tatsächlich ist dies jedoch bei der durch β - oder γ -Strahlung induzierten Lumineszenz nicht immer der Fall. Bei einer großen Zahl von Proben steigt sie nur in einem bestimmten Bereich linear

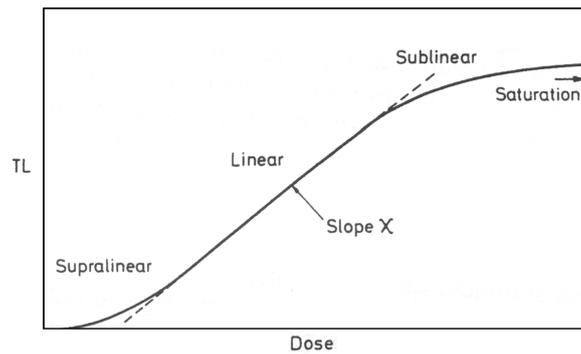


Abbildung 2.12: Lumineszenzemission in Abhängigkeit von der absorbierten Dosis mit sub- und supralinearen Bereichen, nach Aitken (1985)

an. Einen typischen Zusammenhang zwischen Dosis und Lumineszenz bei solchen Proben zeigt Abbildung 2.12.

Wie in Abbildung 2.12 zu sehen ist, findet man bei geringen Dosen einen supralinearen Bereich vor, in dem die Empfindlichkeit, also das Maß für die pro Doseinheit emittierte Lumineszenz (in der Abbildung als χ bezeichnet), ansteigt. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass es eine konkurrierende Art von Traps gibt, die jedoch bei der Ausmessung keine Lumineszenz erzeugt. Dieser Traptyp ist jedoch viel schneller als die lumineszenz erzeugenden Traps gesättigt, wodurch die Empfindlichkeit schnell auf einen konstanten Wert ansteigt.

Eine alternative Begründung ist die Erzeugung von zusätzlichen Lumineszenzzentren durch die Strahlung. Dies wird zu einem bestimmten Grad durch die Tatsache widerlegt, dass bei α -Strahlung, welche neue Defekte und damit mögliche Zentren mit einer wesentlich höheren Effizienz erzeugt, keine Supralinearität beobachtet werden kann. Ein Gegenargument ist jedoch, dass α -Teilchen ihre Energie viel konzentrierter abgeben und somit bei den für Supralinearität relevanten Dosen nahezu jedes α -Teilchen auf unverändertes Material trifft.

Bei hohen Dosen kommt es zur Sublinearität, die Sensitivität χ beginnt in diesem Bereich abzufallen. Der Grund dafür ist die zunehmende Sättigung der Traps. Die dafür nötige Dosis ist vom Material abhängig, sie kann sich auch durch Bestrahlung selbst noch verändern, da neue Traps eingebaut werden können. Sublinearität tritt bei im archäologischen Sinn entsprechend alten Proben immer auf, manchmal überraschenderweise aber auch bei jüngeren.

Die absorbierte Dosis von zu datierenden Proben liegt üblicherweise im linearen Bereich, für die Datierung muss jedoch der Effekt der Supralinearität bei geringen Dosen festgestellt und kompensiert werden. Dies erzielt man durch die Messung von second-glow Kurven, bei denen nach einem Ausheizvorgang die Probe künstlich (im Labor) bestrahlt wird. Näheres ist in Abschnitt 3.2 beschrieben.

2.5.2 Bleichen

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Wird eine Probe optischer Strahlung, beispielsweise Sonnenlicht, ausgesetzt, kann dies das Lumineszenzsignal schwächen, da ungewollt Traps entleert werden. Dies wird auch als Bleichen bezeichnet. Generell wird daher nur Probenmaterial zur Datierung verwendet, das nicht direkt dem Sonnenlicht ausgesetzt war, und die Aufbereitung dieses Materials erfolgt nur bei gedämpftem Rotlicht.

Der Effekt des Bleichens durch Sonnenlicht wirkt sich bei OSL-Messungen viel stärker aus als bei TL-Messungen, da hier genau die später auszumessenden, lichtempfindlichen Traps gelöscht werden. Die Abschwächung des natürlichen TL-Signals und des natürlichen OSL-Signals durch Sonnenlicht ist in Abbildung 2.13 zu sehen.

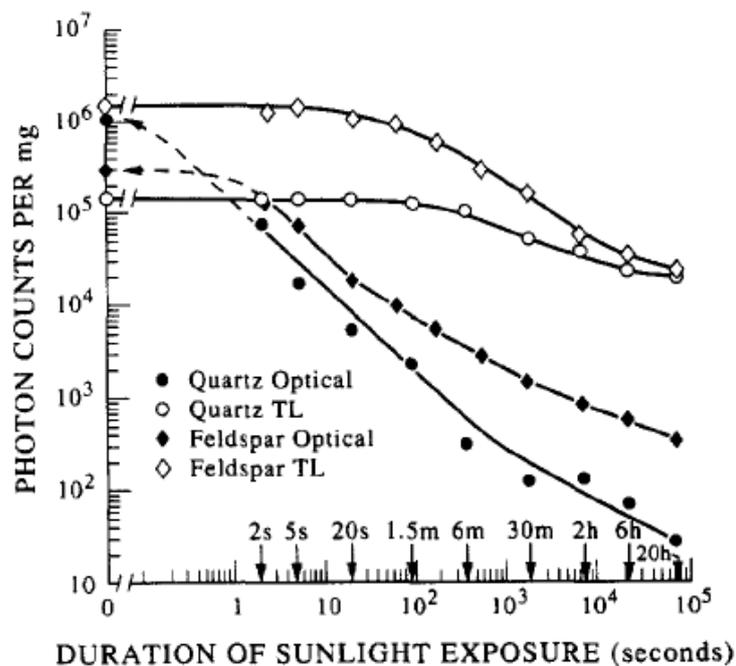


Abbildung 2.13: Abschwächung des TL- und OSL-Signals durch Sonnenlicht, nach Wintle (1997)

2.5.3 Anomalous Fading

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Als anomalous fading wird ein bei manchen Proben auftretendes Phänomen bezeichnet, bei dem deutlich merkbar Elektronen aus Traps entweichen, deren Tiefe dies nach den kinetischen Betrachtungen des Lumineszenzmodells eigentlich unmöglich machen sollte.

Tatsächlich spielt die Traptiefe für diesen Effekt offenbar keine Rolle, entsprechend wird er bei Glowkurven über den gesamten Temperaturbereich beobachtet, wenn auch in unterschiedlicher Ausprägung (siehe Abbildung 2.14).

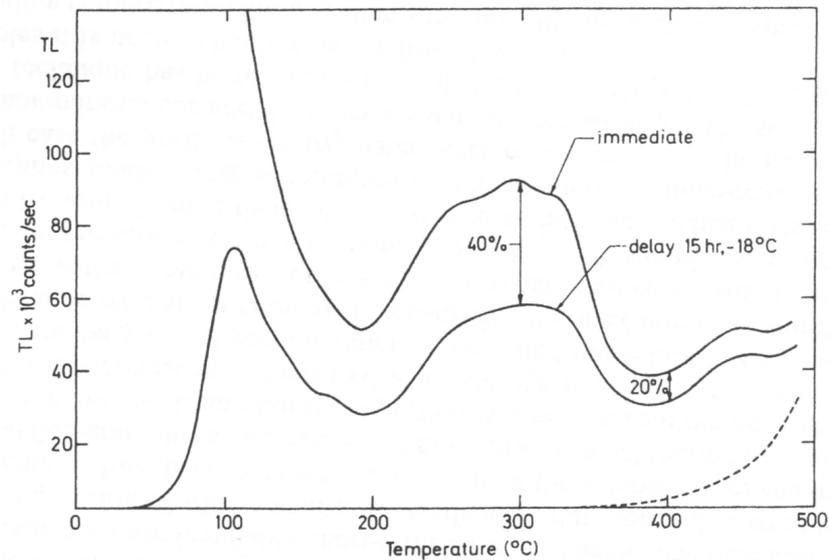


Abbildung 2.14: Anomalous fading, nach Aitken (1985). Vergleich zwischen den Glowkurven einer sofort gemessenen Probe (obere Kurve) und einer 15 Stunden lang bei $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ gelagerten Probe (untere Kurve).

Es ist noch nicht endgültig geklärt, wodurch dieser Effekt verursacht wird. Mögliche Gründe sind der Verlust von Rekombinationszentren und lokalisierte Übergänge von Elektronen zwischen Traps, als wahrscheinlichste Ursache gilt aber quantenmechanisches Tunneln. Dabei durchtunneln die Elektronen mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit die Potentialbarriere zum Rekombinationszentrum, was zu einem zeitlich exponentiellen Abfall der Besetzungsdichte dieser Traps führt. Durch die bei typischen Proben vorhandene Mischung verschiedener Materialien mit unterschiedlichen Häufungen von Potentialbarrieren ist dies aber wegen der Überlagerung der verschiedenen Anteile nicht unmittelbar zu erkennen.

Um zu bestimmen, ob bei einer Probe anomalous fading auftritt, teilt man sie vor der Messung in eine Anzahl identischer Proben auf. Nun bestrahlt man einen Teil dieser Proben mit einer bekannten Labordosis und misst sie unverzüglich aus. Den anderen Teil bestrahlt man mit derselben Dosis, bewahrt ihn dann jedoch mehrere Wochen lang bei Dunkelheit und Raumtemperatur auf, bevor die Ausmessung erfolgt. Ein auf diese Weise festgestellter Signalverlust kann zur Korrektur der archäologischen Dosis verwendet werden. Außerdem kann anomalous fading durch die Verwendung von Vorheizzyklen (beschrieben in Abschnitt 2.5.4) reduziert werden.

2.5.4 Thermische Instabilität

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Bei der für die Datierung notwendigen Laborbestrahlung werden in der Probe freie Traps verschiedener Tiefe aufgefüllt, darunter natürlich auch thermisch instabile Fallen, also jene mit bei Raumtemperatur kurzen Lebensdauern. Diese sind im natürlichen Zustand der Probe eben aufgrund der kurzen Lebensdauern praktisch leer. Wird die Probe direkt nach der Laborbestrahlung ausgemessen, verfälschen die mitgemessenen thermisch instabilen Traps das Ergebnis. Dies ist besonders bei OSL gefährlich, da in der Ausleuchtcurve nicht zwischen Fallen verschiedener Tiefe unterschieden werden kann (es gibt keine energieabhängigen Peaks in Ausleuchtcurven). Bei TL hingegen werden diese Traps im Verlauf des Ausheizens automatisch geleert und wirken sich am stärksten auf den Niedertemperaturbereich der Glowkurve aus, der nicht zur Datierung benutzt wird.

Um Verfälschungen durch thermisch instabile Traps zu vermeiden, wird bei der Messung ein kurzer Vorheizzyklus durchlaufen, dies ist das sogenannte Tempern oder pre-heating. Die Probe wird dabei für einen Zeitraum im Bereich von weniger als einer Minute bis hin zu einigen Stunden auf eine Temperatur zwischen 150 °C und 250 °C erhitzt, um Traps mit kurzen Lebensdauern zuverlässig zu entleeren, ohne dabei den Besetzungszustand tieferer Fallen merklich zu beeinflussen.

Der Temperzyklus kann an die Art der Messung (TL oder OSL) und an die spezifische Probe angepasst werden. Für TL hat sich eine Erwärmung auf 180 °C für eine Minute bewährt, bei OSL ist der optimale Zyklus stärker von der Art des anregenden Lichts und vom Typ der Probe abhängig. Es besteht kein allgemeiner Konsens über empfehlenswerte Temperaturbereiche oder Zeitdauern, vorgeschlagene Temperzyklen sind unter anderem 220 °C für 5 Minuten, 160 °C für 16 Stunden bis hin zu 100 °C für mehrere Tage. Eine kleine Übersicht ist bei Wintle und Murray (2000) zu finden. Für die vorliegende Arbeit wurde meistens ein Temperzyklus von 180 °C für 10 Minuten angewandt.

2.5.5 Thermal Quenching

Dieser Effekt ist bei TL zu beobachten.

Grundsätzlich kann ein Elektron sowohl unter Aussendung von elektromagnetischer Strahlung als auch unter Emission von Phononen, also strahlungsfrei, rekombinieren. Welche Art der Rekombination auftritt, hängt dabei vom Typ des Rekombinationszentrums ab. Bei der Ausmessung nimmt mit steigender Temperatur jedoch allgemein die Wahrscheinlichkeit der strahlungsfreien Rekombination zu. Dieses Phänomen wird auch als thermal quenching bezeichnet.

Thermal quenching ist im Normalfall nur für TL relevant, da bei OSL die Auswertung bei Raumtemperatur erfolgt.

2.5.6 Pre-dose Effekt

Dieser Effekt ist bei TL zu beobachten.

Bei vielen Arten von Proben verändert sich die Empfindlichkeit durch das Ausheizen der Probe, typischerweise steigt sie durch diesen Vorgang an. Die Sensitivität von second-glow Kurven ist daher oft erhöht. Dies kann daran liegen, dass die Probe durch die Erwärmung durchsichtiger wird, was aber nur beim ersten Erhitzen auftritt. Ein anderer Grund ist der pre-dose Effekt, bei dem es immer zu einer Empfindlichkeitssteigerung kommt.

Der Sensitivitätsanstieg durch den pre-dose Effekt ist direkt proportional zu der vor dem letzten Erhitzungsvorgang insgesamt aufgenommenen Dosis, weiters hängt er von Temperatur und Dauer des Ausheizens ab. Wie Supralinearität tritt auch der pre-dose Effekt nicht bei α -Strahlung auf.

Da der Effekt von der kumulierten Strahlendosis abhängt, kann man ihn für β - und γ -Strahlung auch direkt zur Dosisbestimmung nutzen, besonders bei dafür sehr empfindlichen Materialien, die für eine normale Datierung im archäologischen Sinn zu jung sind. Ein Beispielverfahren und ein Modell zur Erklärung des Effekts sind in Aitken (1985, Kapitel 6) zu finden.

2.5.7 Spurious Thermoluminescence

Dieser Effekt ist bei TL zu beobachten.

Für Datierungszwecke ist nur jenes Lumineszenzsignal relevant, das durch ionisierende Strahlung induziert wurde. Alle durch andere Ursachen hervorgerufenen Lumineszenzphänomene werden (da sie nur bei TL auftreten) als nicht-strahlungsinduzierte Thermolumineszenz oder englisch als spurious thermoluminescence bezeichnet.

Ein möglicher Beitrag zu spurious TL ist Chemithermolumineszenz, die aufgrund von durch Hitze ausgelösten chemischen Reaktionen oder Phasenübergängen in der Probe entsteht. Die Glowkurven werden dadurch auf unvorhersehbare Weise verändert und für die Datierung unbrauchbar. Um dies zu vermeiden, wird die Probe bei der Aufbereitung mit Essigsäure behandelt.

Eine andere mögliche Ursache von spurious TL ist Tribothermolumineszenz, welche durch Reibung hervorgerufen wird. Die genaue Ursache für diese Art von Lumineszenz ist noch nicht bekannt. Da es sich um einen Oberflächeneffekt handelt, sind kleine Körner anfälliger als große. Um diesen Effekt für die Datierung zu unterdrücken, wird die Messung in einer inerten Umgebung wie beispielsweise hochreinem Stickstoff durchgeführt. Hier ist wichtig, dass nur wenige ppm Sauerstoff oder Wasserdampf enthalten sind, um spurious TL vermeiden zu können.

2.5.8 Thermische Unterstützung

Dieser Effekt ist bei OSL zu beobachten.

Sowohl Quarz als auch Feldspat zeigen mit wenigen Ausnahmen bei der OSL-Ausmessung eine gewisse Temperaturabhängigkeit. Im Bereich der Raumtemperatur nimmt die Trap-Entkommrate bei gegebenem Photonenfluss um etwa 1% pro °C zu. Der Grund dafür ist die Unterstützung der Trapentleerung durch die steigende thermische Energie. Dies kann bei Proben mit schwacher Lumineszenz benutzt werden, um durch die schnellere Trapentleerung ein anfänglich stärkeres Lumineszenzsignal zu erhalten.

Der schnelleren Trapentleerung wirkt bei höheren Temperaturen der Effekt des in Abschnitt 2.5.5 beschriebenen thermal quenching entgegen.

2.5.9 Thermischer Transfer

Dieser Effekt ist bei OSL zu beobachten.

Das OSL-Signal kann naturgemäß schnell gebleicht werden (siehe Abbildung 2.13 auf Seite 18), es kann jedoch zu einer teilweisen Wiederauffüllung der OSL-Traps kommen, die nicht durch ionisierende Strahlung verursacht wird. Ein dafür verantwortliches Phänomen ist der thermische Transfer, der in zwei Variationen vorkommt: basic transfer und Rekuperation.

Beim basic transfer werden Elektronen aus tiefen Traps, die durch Bleichen kaum beeinflusst werden und auch thermisch stabil sind, durch eine Erhitzung wie beispielsweise bei Vorheizzyklen angeregt. Durch diese Stimulation wechselt ein Teil von ihnen in die mit OSL anregbaren Traps, was zu einem neuen, nicht strahlungsinduzierten OSL-Signal führt. Mehrere Vorheizzyklen können dabei kumulativ (wenn auch mit immer geringeren Beiträgen) wirken.

Eine andere Möglichkeit ist die Rekuperation, bei der die Elektronen in den OSL-Traps bei der Anregung durch Phototransfer (siehe Abschnitt 2.5.10) in andere Fallen (sogenannte „refuge traps“) wechseln und später mittels thermischer Anregung wieder in OSL-Traps zurückkehren. Damit dieser Effekt in nennenswerter Größenordnung auftreten kann, müssen die refuge traps widerstandsfähig gegen Bleichen sein und die richtige Tiefe haben, um durch Vorheizzyklen wieder in OSL-Traps gehoben werden zu können.

2.5.10 Phototransfer

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Ebenso wie durch Wärmeenergie beim thermischen Transfer ist es auch durch Anregung mit Photonen möglich, Elektronen zwischen Fallen zu bewegen. Aufgrund der Anregung

durch Licht nennt man diesen Vorgang Phototransfer. Üblicherweise werden Elektronen von tiefen Fallen in höherliegende Fallen befördert.

Der Phototransfer ist von besonderer Bedeutung für die phototransferierte TL (PTTL). Diese umfasst alle TL-Signale, die durch die Ausmessung weniger tiefer Traps entstehen, welche durch Phototransfer aus tieferliegenden Traps gefüllt wurden. Sie kann beispielsweise beobachtet werden, wenn eine bestrahlte Probe erst auf eine relativ hohe Temperatur erhitzt wird, bei der die weniger tiefen Traps geleert werden, und anschließend bei niedriger Temperatur mit Licht einer bestimmten Intensität beleuchtet wird. Durch den dabei auftretenden Phototransfer werden Elektronen aus tieferen Traps angeregt und weniger tiefe Traps gefüllt, welche bei einer anschließenden Ausheizung Thermolumineszenz verursachen.

Da das PTTL-Signal bei vielen Materialien proportional zur ursprünglichen Dosis ist, kann diese Methode auch zur Datierung benutzt werden, auch wenn dies eher unüblich ist. Der Vorteil dieser Methode ist, dass man jeweils nur einen geringen Anteil der in tiefen Fallen gefangenen Elektronen in weniger tiefe Fallen befördern muss und so mehrere Messungen der ursprünglichen Lumineszenz an derselben Probe vornehmen kann, wobei es wegen der geringeren Temperatur bei der Ausheizung (da man nur an den weniger tiefen Traps interessiert ist) nicht zu nennenswerten Empfindlichkeitsveränderungen im Material kommt.

2.5.11 Temperaturabhängigkeit bei der Bestrahlung

Dieser Effekt ist sowohl bei TL als auch bei OSL zu beobachten.

Die Temperatur von Probenmaterialien hat ebenfalls Einfluss auf die Lumineszenzsensitivität χ (das Maß für die pro Doseinheit erzeugte Lumineszenz). Dies wird unter anderem durch die sich ändernde Stabilität der Traps und durch die Tatsache erklärt, dass ionisierte Elektronen sich bei höherer Temperatur mit höherer Geschwindigkeit im Material bewegen und eine geringere Chance haben, in Traps gefangen zu werden. Insgesamt ist der Effekt jedoch bei Temperaturen in einem weiten Bereich um die Raumtemperatur nur minimal und muss daher im Normalfall nicht berücksichtigt werden.

2.6 Lumineszenzeigenschaften wichtiger Materialien

Für diesen Abschnitt wurden vor allem die folgenden Publikationen als Quellen benutzt: Wintle (1997), Krabetschek et al. (1997) und Bøtter-Jensen et al. (2003).

2.6.1 Quarz

Quarz ist ein kristallines Mineral mit der chemischen Zusammensetzung SiO_2 . Es ist nach den Feldspaten das häufigste Mineral in der Erdkruste und kommt in vielen Gesteinen vor, beispielsweise in Granit, Schiefer, Gneis und vulkanischem Gestein. In Sedimenten liegt es oft in Form von sandkorngroßen oder noch kleineren Körnern vor. Wegen seiner weiten Verbreitung ist es in vielen Keramiken und anderen mineralischen Proben vorhanden.

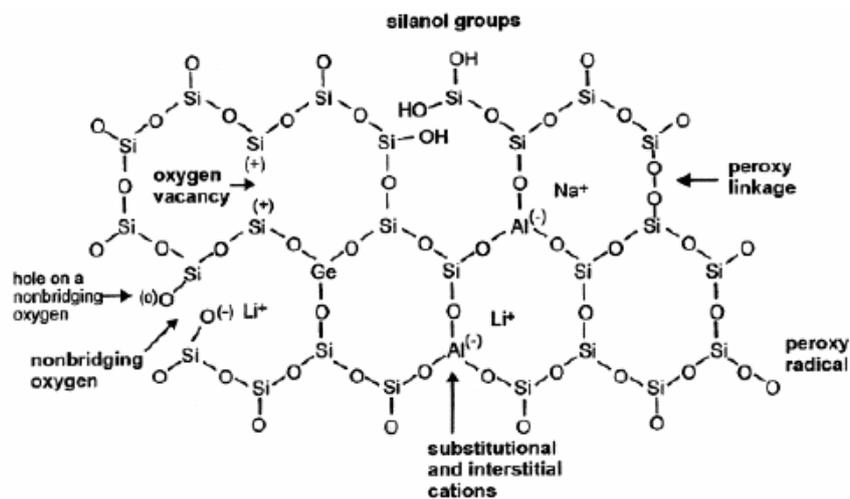


Abbildung 2.15: Schema des Kristallgitters von Quarz, mit häufigen Defekten, nach Bøtter-Jensen et al. (2003)

Das Kristallsystem von Quarz ist trigonal, wobei eine schematische Darstellung des Kristallgitters in Abbildung 2.15 zu sehen ist. Die Grundstruktur bilden dabei SiO_4 Tetraeder, die sich in einem dreidimensionalen Gitter die Sauerstoffatome teilen. Reiner Quarz ist vollkommen transparent und farblos, erscheint jedoch durch mikroskopische Einschlüsse von anderen Substanzen milchig trüb. Andere Färbungen sind durch den Einbau färbender Ionen (typischerweise Fe^{3+} oder Fe^{2+}) oder den Einschluss farbiger Mineralien möglich. Generell bauen Quarze wenige Fremdatome ein, vor allem im Vergleich zu den Feldspaten. Das häufigste Einbauelement ist Aluminium in Form von Al^{3+} , welches einen ähnlichen Ionenradius wie Si^{4+} hat.

Ein typischer Lumineszenzvorgang in einem realen Quarzkristall ist in Abbildung 2.16 auf der nächsten Seite dargestellt. Trotz vieler Bemühungen, spezifische Defekte mit bestimmten TL-Peaks in Verbindung zu bringen, ist dies bisher kaum gelungen. Eine

der wenigen Ausnahmen ist die Korrelation des TL-Peaks bei 110 °C mit der Elektronenfalle $(\text{GeO}_4)^{0/-}$. Auch der Versuch, eine bestimmte Emission einem konkreten Defekt zuzuordnen, ist wegen der breitbandigen und von Probe zu Probe unterschiedlichen Emissionswellenlängen schwierig.

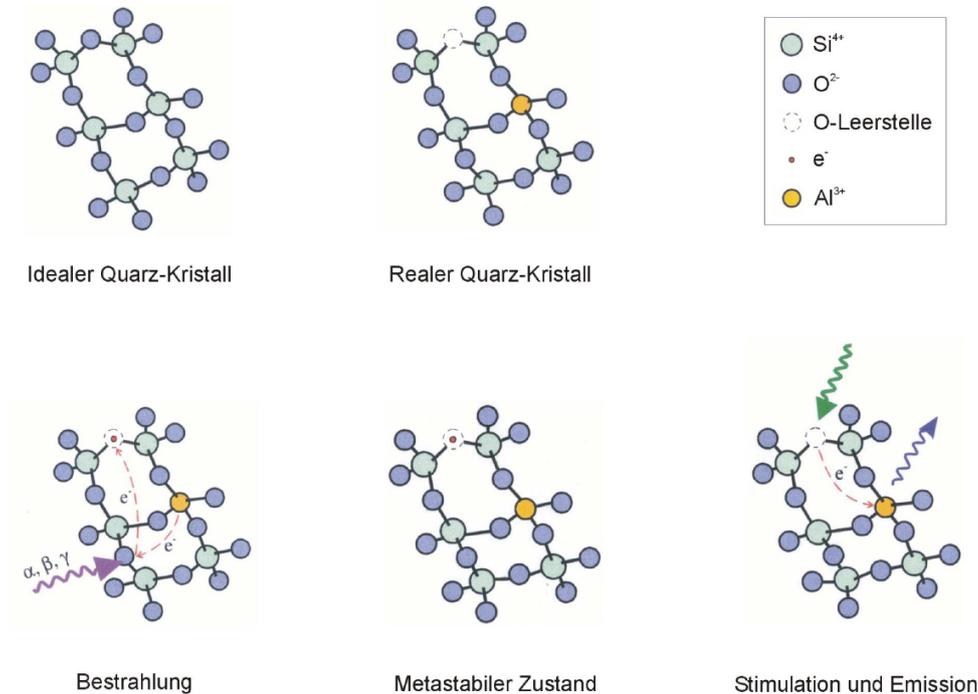


Abbildung 2.16: Lumineszenzvorgang in einem Quarzkristall, nach Greilich (2004)

Wichtige Wellenlängenbereiche der Lumineszenz-Emission liegen nach Krbetschek et al. (1997) bei 360 – 420 nm (nahes UV bis violett), 460 – 480 nm (blau) und 610 – 630 nm (orange). Für Datierungszwecke ist dabei vor allem das erstgenannte Emissionsband interessant. Ein typisches Emissionsspektrum für TL ist in Abbildung 2.17 auf der nächsten Seite dargestellt, für OSL in Abbildung 2.18 auf Seite 27.

Die TL-Glowkurve von Quarzproben weist eine Anzahl an typischen Peaks auf, abgesehen vom 110 °C Peak sind besonders jene bei 325 °C und 375 °C (für eine Heizrate von 5 °C/s) hervorzuheben. Sie sind in Abbildung 2.19 auf Seite 28 mit Pfeilen markiert. Nach verschiedenen in Wintle (1997) zusammengetragenen Untersuchungen ist der Peak bei 375 °C gut für die Datierung geeignet, während derjenige bei 325 °C ein schlechtes Dosisverhalten zeigt. Der Peak bei 110 °C tritt wegen der geringen mittleren Lebensdauer der Elektronen in der entsprechenden Falle nur bei Laborbestrahlungen auf und bildet aufgrund seiner hohen Empfindlichkeit für den pre-dose Effekt eine Grundlage für darauf basierende Messverfahren (siehe Abschnitt 2.5.6).

Die relative Intensität der gemessenen Peaks kann durch Verwendung geeigneter optischer Filter beeinflusst werden, da die jeweiligen Emissionsmaxima bei unterschiedlichen

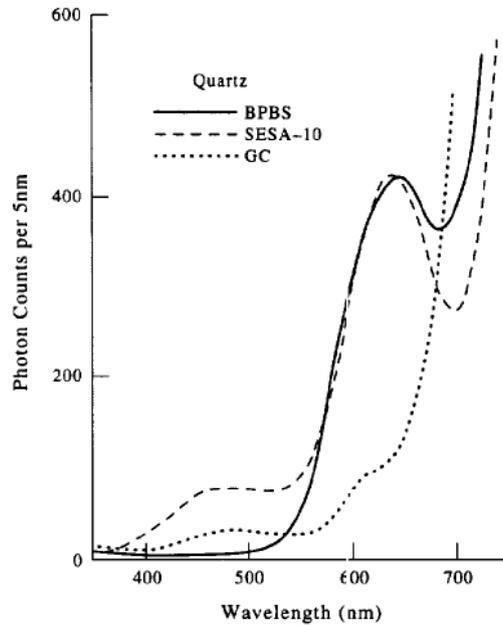


Abbildung 2.17: TL-Emissionsspektrum einer Quarzprobe, nach Huntley et al. (1988)

Peak	Traptiefe	Frequenzfaktor	τ bei 15 °C
375 °C	1.66 eV	$s = 10^{13}$ Hz	$> 10^8$ a
325 °C	1.69 eV	$s = 10^{14}$ Hz	$\approx 10^8$ a
110 °C	0.98 eV	$s \approx 10^{13}$ Hz	≈ 7 h

Tabelle 2.5: Traptiefe und mittlere Lebensdauer einiger TL-Peaks bei Quarz, nach Wintle (1997)

Wellenlängen liegen. Das des 375 °C Peaks liegt bei etwa 480 nm, jenes des 325 °C Peaks dagegen bei ungefähr 380 nm. Darüber hinaus kann der 325 °C Peak leicht mit grünem Licht gebleicht werden, bei dem der 375 °C Peak sehr viel langsamer ausbleicht. Der 110 °C Peak hat ebenfalls bei etwa 380 nm sein Maximum. Es wird angenommen, dass zu jedem der Peaks eine kleine Familie von Elektronenfallen beiträgt, die alle dasselbe Rekombinationszentrum benutzen. Genauere Daten zu diesen Peaks sind in Tabelle 2.5 zu finden.

Aufgrund des Bleichverhaltens des Peaks bei 325 °C wurde schon früh ein Zusammenhang mit dem OSL-Signal vermutet. Tatsächlich haben eingehendere Untersuchungen, zusammengefasst in Wintle und Murray (2000), starke Hinweise darauf ergeben, dass dieselben Traps für das Lumineszenzsignal des 325 °C Peaks und das OSL-Signal verantwortlich sind. Es wird weiterhin angenommen, dass diese beiden Lumineszenzsignale und das des 110 °C Peaks alle ein einziges Rekombinationszentrum nutzen, der vielversprechendste Kandidat dafür ist $(\text{H}_3\text{O}_4)^0$.

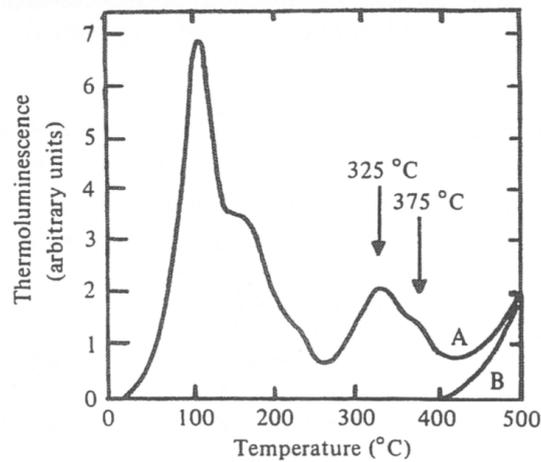


Abbildung 2.19: Glowkurve einer Quarzprobe, nach McKeever (1985). Die bei hohen Temperaturen erscheinende, mit B bezeichnete Kurve stellt die Lichtemission aufgrund der Schwarzkörperstrahlung dar.

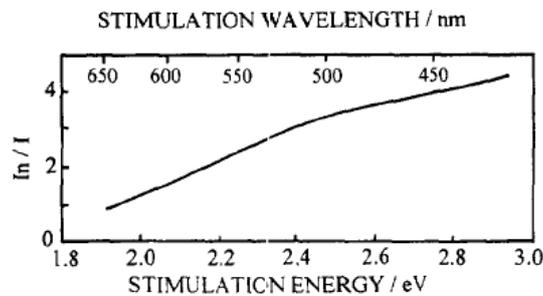


Abbildung 2.20: OSL-Stimulationseffizienz von Quarz, nach Krbetschek et al. (1997). Die Ordinate stellt die Lumineszenzintensität in logarithmischem Maßstab dar.

2.6.2 Feldspat

Feldspate sind eine Gruppe von Silikat-Mineralien mit unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen. Sie folgen der allgemeinen Form $\boxed{\text{Ba/Ca/Na/K/NH}_4} \boxed{\text{Al/B/Si}}_4\text{O}_8$, wobei die einzelnen Elemente in jeder Box innerhalb gewisser Grenzen untereinander ausgetauscht werden können, insbesondere muss das Mengenverhältnis der Boxen zueinander und zum Sauerstoff gewahrt bleiben. Der Grund für diese Austauschbarkeit liegt in der Struktur aus tetraederförmigen AlO_4 und SiO_4 Einheiten, die sich untereinander die Sauerstoffatome teilen (siehe Abbildung 2.21 auf der nächsten Seite). Generell sind Feldspate die in der Erdkruste am häufigsten auftretenden Minerale und haben entweder ein monoklines oder ein triklines Kristallsystem.

Der überwiegende und damit für die Lumineszenzdatierung relevante Anteil der Feldspate fällt in ein ternäres System, dessen jeweils reinste Vertreter KAlSi_3O_8 (Orthoklas), $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (Albit) und $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (Anorthit) sind. Allgemein gilt für diese Feldspate

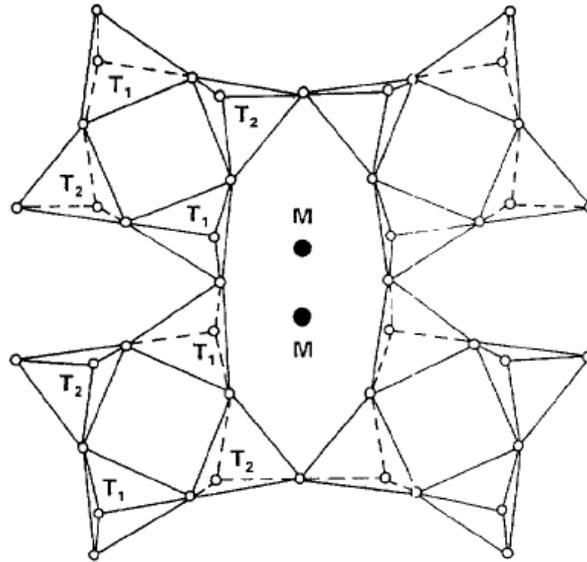


Abbildung 2.21: Struktur von Feldspat, nach Krbetschek et al. (1997)

nach Krbetschek et al. (1997) die Formel $\mathbf{K}_x\mathbf{Na}_y\mathbf{Ca}_{1-(x+y)}\mathbf{Al}_{2-(x+y)}\mathbf{Si}_{2+(x+y)}\mathbf{O}_8$. Die möglichen Mischformen zwischen den drei Extremen sind in Abbildung 2.22 auf der nächsten Seite dargestellt. Wichtig ist dabei die ebenfalls eingetragene Unterteilung der möglichen Mischungen in Kalifeldspate (englisch als alkali feldspar oder kurz „K-feldspar“ bezeichnet) und Kalknatronfeldspate, die auch Plagioklase genannt werden.

Feldspate bauen durch die leichte Austauschbarkeit der Elemente sehr häufig Fremdatome in ihre Struktur ein, dadurch variiert ihr Lumineszenzverhalten stark. Abhängig von Art und Konzentration gibt es eine Reihe unterschiedlicher Peaks in der Glowkurve. Viele kaliumreiche Feldspate weisen nach Wintle (1997) TL-Peaks bei 280 °C und 330 °C auf (für eine Heizrate von 2 °C/s), die in Abbildung 2.23 auf Seite 31 zu erkennen sind. Diese Peaks haben sehr variable mittlere Lebensdauern, die jedoch typischerweise in der Größenordnung von 10^6 a liegen. Bei Laborbestrahlung ist in Kalifeldspaten auch ein Peak bei 150 °C zu beobachten.

Je nach Struktur des Feldspats sind auch die Emissionsspektren unterschiedlich. Die TL-Emissionsspektren verschiedener Kalifeldspate und Plagioklase sind in Abbildung 2.24 dargestellt. Kalifeldspate haben ein wichtiges Emissionsband im violetten bis blauen Bereich (390 – 440 nm), Plagioklase im gelb-grünen Bereich (560 – 570 nm). Einige Emissionsbänder sind nahezu allen Feldspaten gemeinsam, beispielsweise bei 275 – 290 nm, bei 700 – 760 nm und weitere im gelb-grün-blauen Bereich, wo sie aber oft von den dominanteren Bändern überlagert werden. Es sind auch komplexere TL-Spektren bei Feldspaten mit anderer Struktur möglich, ohne dass ein einfacher Zusammenhang gefunden wurde. Für eine detaillierte Betrachtung der Emissionsspektren siehe Krbetschek et al. (1997).

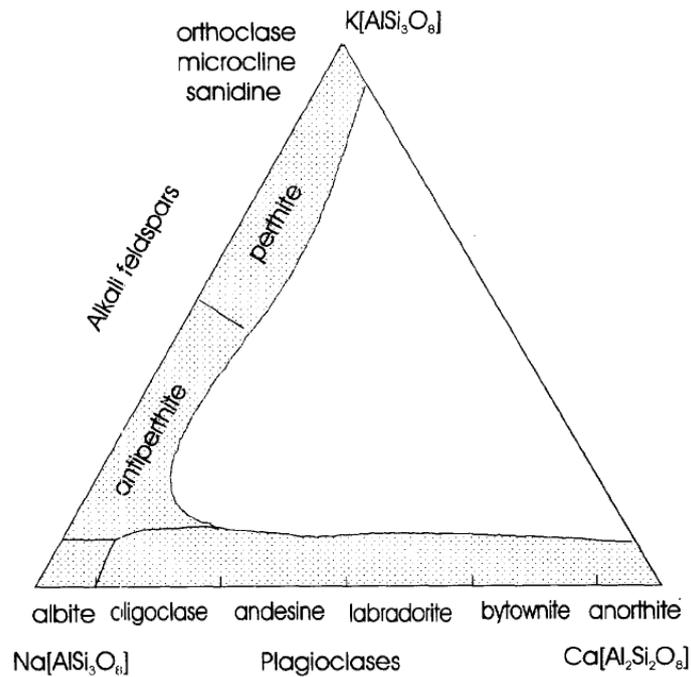


Abbildung 2.22: Mögliche Mischformen zwischen Orthoklas, Albit und Anorthit, nach Krötschek et al. (1997). Wie man sieht, gibt es zwei Mischreihen: eine zwischen Albit und Orthoklas (die Kalifeldspate) und eine zwischen Albit und Anorthit (die Plagioklasse). Im weiß markierten Bereich sind hingegen keine Mischungen möglich.

Das TL-Signal von Feldspaten bleicht unter Sonnenlicht im Allgemeinen relativ schnell aus, es gibt jedoch anders als bei Quarz keinen besonders anfälligen Peak, entsprechend kann dem Signal bei OSL-Ausmessung kein bestimmter TL-Peak zugeordnet werden. Auch Bestrahlung mit Infrarotlicht führt zur Bleichung des TL-Signals, wobei aber auch hier kein konkreter TL-Peak in Verbindung gebracht werden kann.

Für die OSL-Messung kann Feldspat wie Quarz mit grünem oder blauem Licht angeregt werden, es ist jedoch wie erwähnt auch eine Stimulation mit infrarotem Licht eines bestimmten Frequenzbereichs möglich (IRSL). Da dies mit Infrarotdioden sehr leicht und vergleichsweise kostengünstig realisiert werden kann, ist diese Methode weit verbreitet.

Das OSL-Emissionsspektrum für Kalifeldspate bei Anregung mit rotem Licht ist in Abbildung 2.25(a) zu sehen, das IRSL-Spektrum in Abbildung 2.25(b). Deutlich zu erkennen ist der Emissionspeak bei 400 nm, der den überwiegenden Beitrag zum OSL-Signal liefert. Eine Anregung von Plagioklasen mit grünem und rotem Licht (514 nm bzw. 633 nm) zeigt das gleiche Emissionsspektrum wie bei TL-Ausmessungen der gleichen Proben.

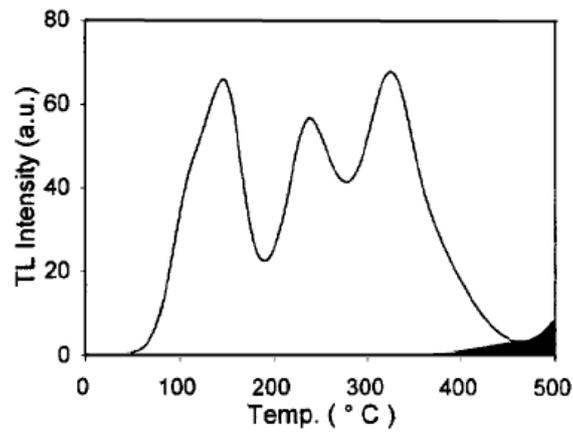
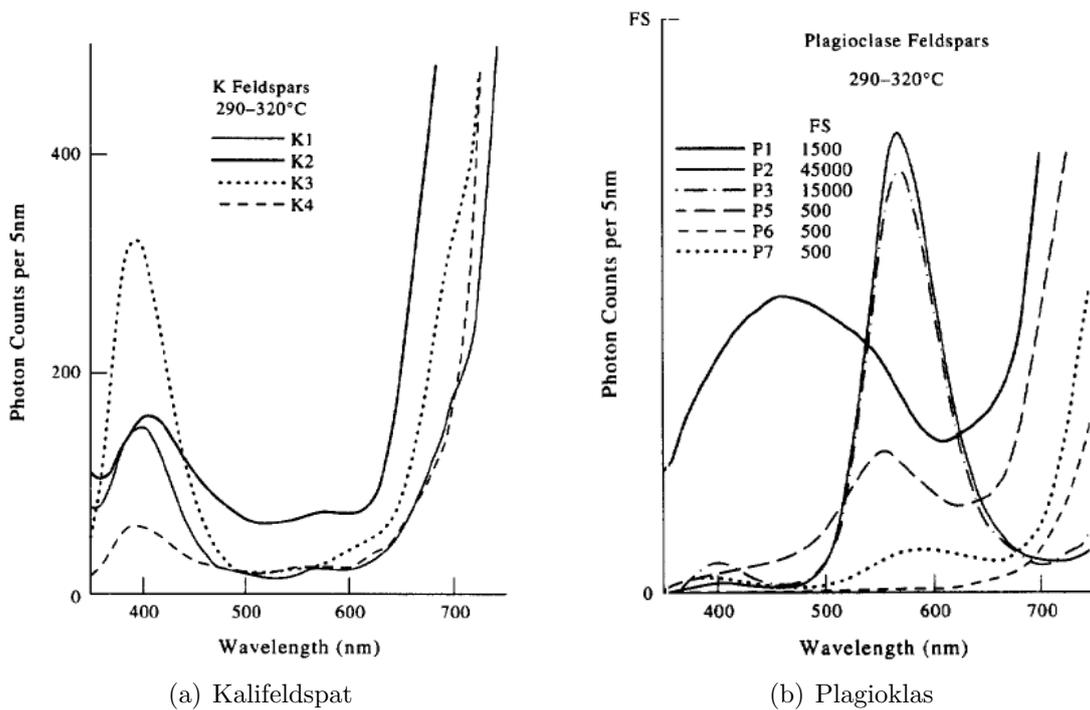


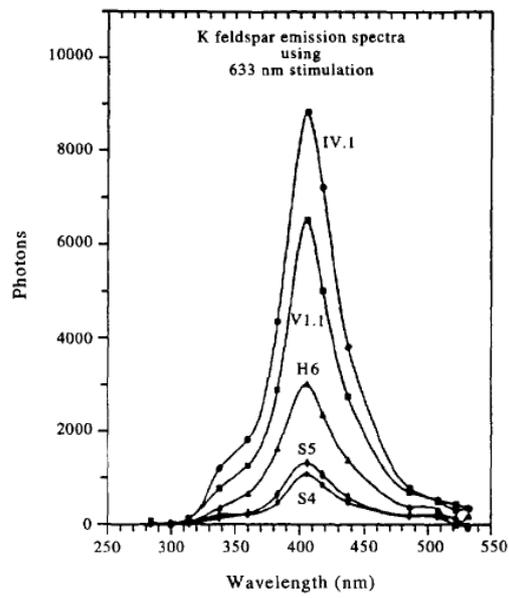
Abbildung 2.23: Glowkurve von kaliumreichem Feldspat, nach Bøtter-Jensen (1997)



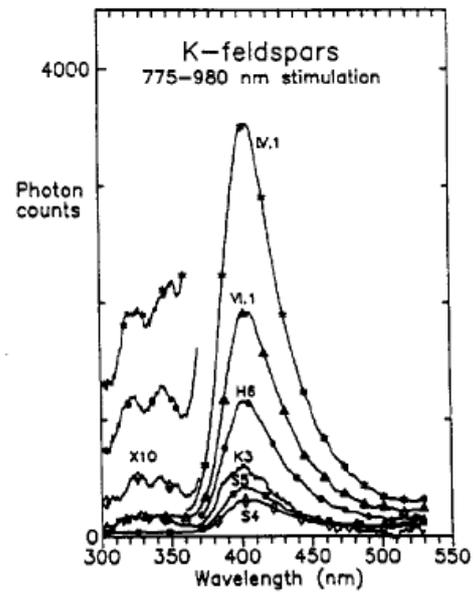
(a) Kalifeldspat

(b) Plagioklas

Abbildung 2.24: TL-Emissionsspektren für verschiedene Feldspate, nach Huntley et al. (1988)



(a) OSL-Emissionsspektrum



(b) IRSL-Emissionsspektrum

Abbildung 2.25: Emissionsspektren für Kalifeldspate, nach Huntley et al. (1991)

3 Datierung

Für dieses Kapitel wurden vor allem McKeever (1985), Aitken (1985) und Aitken (1998) als Quellen benutzt.

3.1 Grundlagen

Archäologische oder geologische Proben können kristalline Materialien enthalten, die Radiolumineszenz zeigen, üblicherweise sind dies Quarz und Feldspat. Wenn das der Fall ist, kann man sich diesen Effekt zum Zweck der Altersbestimmung zu Nutze machen. In allen natürlichen Materialien kommen in Spuren radioaktive Elemente vor, außerdem trifft andauernd die sogenannte kosmische Strahlung auf die Erde, so dass die Probe einer zwar geringen, aber immer vorhandenen Dosisleistung ausgesetzt ist. Diese Strahlung führt wie im vorigen Kapitel beschrieben zur Auffüllung von Traps und damit bei geeigneter Anregung zu einem Lumineszenzsignal.

Die lumineszenzfähigen Materialien in der Probe speichern vom Zeitpunkt ihrer Entstehung an solange Energie aus der Umgebungsstrahlung, bis diese durch ein bestimmtes Ereignis wieder gelöscht wird. Die Löschung kann durch hinreichende Erwärmung oder durch Bestrahlung mit Licht erfolgen. Beispiele wären etwa das Brennen von Keramiken, die Sonnenlichteinstrahlung bei der Ablagerung von Sedimenten oder die große Hitze, der vulkanisches Material vor dem Auswurf ausgesetzt ist. Durch diese Ereignisse wird ein „Nullzeitpunkt“ festgelegt, ab dem wieder Strahlungsenergie gespeichert wird, während von der vor diesem Zeitpunkt absorbierten Strahlendosis keine Energie mehr zurückbleibt. Ein solches Ereignis, auch Rücksetzung oder Nullsetzung genannt, ist in Abbildung 3.1 mit (1) markiert.

Nachdem nun eine gewisse (durch die Datierung zu bestimmende) Zeitspanne verstrichen ist (2), wird die Probe aus ihrer Umgebung entfernt, aufbereitet und einer Lumineszenzmessung unterzogen, unter Zuhilfenahme thermischer oder optischer Anregung. Das Lumineszenzsignal wird quantitativ erfasst, die entsprechenden Traps werden dabei geleert (3). Um von diesem Signal auf eine konkrete Dosis schließen zu können, wird die Probe einer bekannten künstlichen Strahlendosis ausgesetzt (4), und schließlich mit demselben Verfahren erneut ausgemessen (5). Aus dem Verhältnis zwischen künstlich induzierter und natürlicher Lumineszenz kann man die insgesamt akkumulierte natürliche Dosis, auch archäologische Dosis (paleodose) genannt, errechnen.

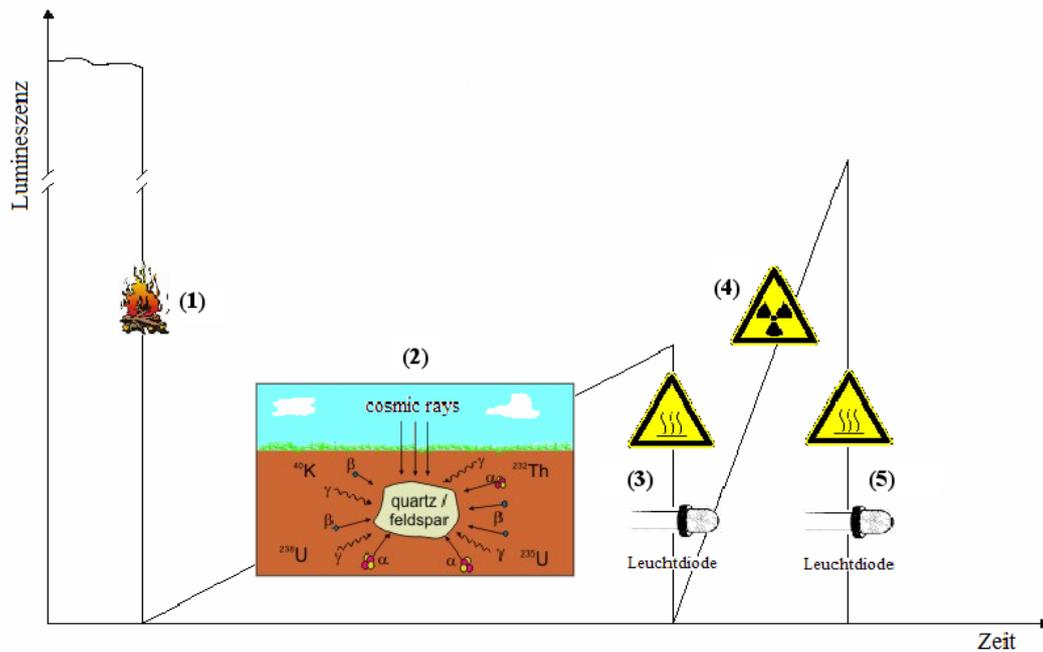


Abbildung 3.1: Prinzip der Lumineszenzdatierung, nach Bergmann (2005)

Der einzige Schritt, der nun zu einer Bestimmung des Alters fehlt, ist die Bestimmung der Strahlung, der die lumineszenzfähigen Materialien in der Probe seit der archäologischen Nullsetzung (1) ausgesetzt waren, wobei die in der Probe enthaltenen radioaktiven Elemente und die Strahlung aus der Umgebung der Probe berücksichtigt werden müssen. Sobald auf diese Weise bekannt ist, welche Dosis pro Jahr absorbiert wurde, kann das Alter sehr einfach berechnet werden:

$$\text{Alter} = \frac{\text{Archäologische Dosis}}{\text{Jährliche Dosis}} \quad (3.1)$$

Die archäologische Dosis wird dabei in Gray¹ (Gy) angegeben, die Jahresdosis in Gray pro Jahr (Gy/a). Entsprechend erhält man das Alter in Jahren.

Allerdings müssen für jede Probe eine Reihe von Voraussetzungen gegeben sein, damit die Lumineszenz zur Datierung herangezogen werden kann:

Nullsetzung

Durch ein klar definierbares Ereignis muss das Lumineszenzsignal vollkommen auf Null zurückgesetzt werden, sei es durch ausreichende Erwärmung oder optische Stimulation. Dies sollte natürlich nach Möglichkeit in einem vernachlässigbar kurzen Zeitraum erfolgen. Ist ein solches Ereignis in der Geschichte der Probe mindestens einmal aufgetreten, bestimmt eine „Datierung“ den Zeitpunkt des

¹Das Gray ist die Einheit der absorbierten Dosis. Ein Gray entspricht der Absorption von einem Joule Strahlungsenergie durch ein Kilogramm Materie. (Gy = J/kg)

jüngsten Ereignisses. Wurde hierbei jedoch das Signal nicht vollständig gelöscht, wird die seither verstrichene Zeit überschätzt.

Zeitlich konstante Dosisakkumulation

Die Strahlung, der die Probe zwischen den Rücksetzungen ausgesetzt ist, und damit die Rate der Dosisakkumulation, sollte über die ganze Zeit relativ konstant bleiben und bei der Auswertung bestimmbar sein. Ist dies nicht gegeben, wird das Alter der letzten Nullsetzung entsprechend falsch eingeschätzt.

Stabilität

Das Lumineszenzsignal muss zwischen zwei Nullsetzungen ausreichend stabil sein. Solange keine Löschung erfolgt, sollte das Signal über einen Zeitraum in der Größenordnung des Alters nur unwesentlich schwächer werden, andernfalls kommt es zu einer Altersunterschätzung.

Zusammenhang Dosis/Signal

Zwischen der akkumulierten Dosis und dem Lumineszenzsignal muss ein wohldefinierter Zusammenhang bestehen. Üblicherweise geht man davon aus, dass Dosis und Lumineszenzsignal einander direkt proportional sind. Ist dies nicht der Fall, muss zumindest ein eindeutiger funktionaler Zusammenhang bekannt sein, um vom Signal auf die Gesamtdosis schließen zu können.

Gute Kandidaten für eine Lumineszenzdatierung sind unter anderem künstlich hergestellte Produkte wie Keramiken, gebrannte Ziegel oder Bronzegusskerne, aber auch natürlich vorkommende mineralische Materialien wie Sedimente, vulkanische Produkte, Schlacke, Tropfsteine oder Gestein aus Meteoritenkratern.

3.2 Bestimmung der archäologischen Dosis

Es gibt verschiedene Methoden, die archäologische Dosis zu bestimmen. Allen gemeinsam ist jedoch, dass die natürliche Lumineszenz einer Probe mit künstlich induzierter Lumineszenz verglichen wird. Die künstliche Emission wird dabei durch die Bestrahlung mit einer bekannten Dosis (im Folgenden auch als Labordosis bezeichnet) verursacht. Auf diese Weise kann man einen Zusammenhang zwischen absorbierter Dosis und Lumineszenzsignal erkennen und aus dem natürlichen Lumineszenzsignal auf die archäologische Dosis schließen. Den Zusammenhang zwischen Dosis und Signal bezeichnet man auch als Dosischarakteristik.

Verschiedene Effekte, die zu einer falschen Berechnung der archäologischen Dosis führen können, und mögliche Gegenmaßnahmen sind in Abschnitt 2.5 beschrieben. Bei der folgenden Diskussion der Methoden wird insbesondere das übliche Vorheizen zur Löschung thermisch instabiler Fallen (siehe Abschnitt 2.5.4) vor jeder Lumineszenzmessung nicht explizit erwähnt. Einige dieser Effekte können auch für spezielle Datierungstechniken

genutzt werden, beispielsweise der Phototransfer oder der Pre-dose-Effekt (siehe dazu auch Abschnitt 2.5.10 und Abschnitt 2.5.6).

3.2.1 Additive Methode

Bei der additiven Methode, die auch Extrapolationsmethode genannt wird, teilt man die Probe in mehrere identische Teilproben (englisch: aliquots) auf. Diese Teilproben werden in Gruppen zusammengefasst, wobei mindestens drei Teilproben eine Gruppe bilden sollten.

Nun wird bei einer Gruppe direkt das natürliche Lumineszenzsignal N ausgemessen, die anderen Gruppen werden hingegen verschiedenen bekannten Labordosen ausgesetzt und danach ausgemessen. Man erhält also verschiedene Lumineszenzsignale, deren zugehörige Dosen alle unbekannt sind. Benutzt man beispielsweise die Labordosen 5, 10, 15, ... Gy, so entspricht das natürliche Lumineszenzsignal einer unbekanntem Dosis P , das Signal der ersten bestrahlten Gruppe der Dosis $P + 5$ Gy und die Signale der weiteren Gruppen entsprechen den Dosen $P + 10, 15, \dots$ Gy. Trägt man nun das gemessene Lumineszenzsignal über der künstlich hinzugefügten Dosis auf, erhält man im Optimalfall einen linearen Zusammenhang wie in Abbildung 3.2. Aus dieser sogenannten Regressionsgeraden extrapoliert man die archäologische Dosis P , indem man die Gerade bis zum Schnittpunkt mit der Dosis-Achse verlängert. Der Abstand dieses Punktes zum Koordinatenursprung gibt an, welche „negative Labordosis“ man zur natürlichen Dosis hinzufügen müsste, um die Lumineszenz und damit die natürliche Dosis P zum Verschwinden zu bringen.

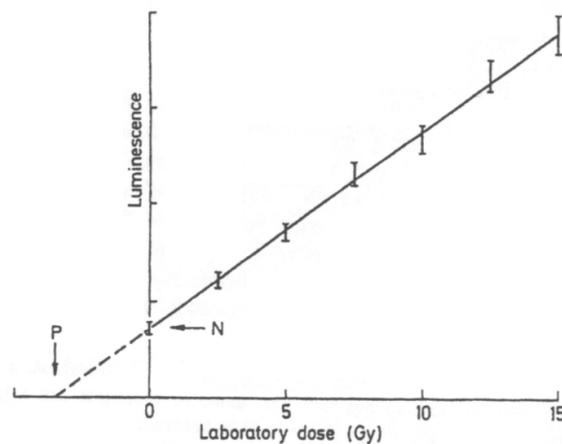


Abbildung 3.2: Additive Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis, nach Aitken (1998)

Der Nachteil dieser Methode besteht darin, dass man nur über die Dosischarakteristik von höheren als der archäologischen Dosis eine empirische Aussage treffen kann, insbesondere bleibt das bei TL häufig auftretende Phänomen der Supralinearität bei sehr

kleinen Dosen unberücksichtigt. Bei älteren Proben (und mit OSL zuweilen auch bei jüngeren Proben) kann möglicherweise auch schon eine sublineare Dosischarakteristik beobachtet werden – oder im ungünstigen Fall als lineare Dosischarakteristik mit geringer Lumineszenzsensitivität erscheinen. Diese Effekte wurden in Abschnitt 2.5.1 behandelt.

Die Beeinträchtigung durch eine supralineare Dosischarakteristik bei kleinen Dosen kann durch die Bestimmung des sogenannten Intercepts korrigiert werden. Zu diesem Zweck werden die bereits ausgemessenen Teilproben noch einmal mit bekannten β -Dosen bestrahlt (bei α -Strahlung tritt keine Supralinearität auf) und für eine zweite Regressionsgerade ausgemessen, dies sind die sogenannten second-glow Kurven. Wäre die Dosischarakteristik vollkommen linear, müsste eine Extrapolation dieser Geraden exakt durch den Koordinatenursprung verlaufen. Es tritt aber auch hier eine Verfälschung durch die Supralinearität auf, die durch den Abstand des Schnittpunktes von Regressionsgerade und Dosis-Achse zum Ursprung quantitativ bestimmt werden kann, wie in Abbildung 3.3 dargestellt. Diese Verfälschung ist der Intercept.

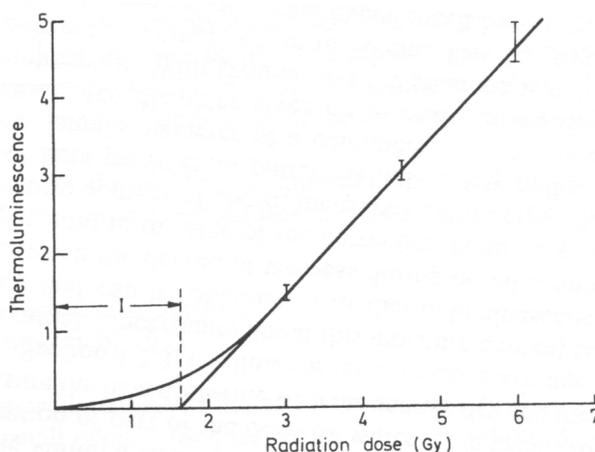


Abbildung 3.3: Bestimmung des Intercepts, nach Aitken (1985)

Unter Berücksichtigung dieses Effekts nennt man die mit der additiven Methode bestimmte Dosis die Äquivalenzdosis Q . Die archäologische Dosis P wird demnach durch Addition von Äquivalenzdosis Q und Intercept I berechnet, veranschaulicht in Abbildung 3.4 auf der nächsten Seite.

3.2.2 Regenerative Methode

Die regenerative Methode beruht ebenfalls auf der Aufteilung der Probe in mehrere Teilproben, die in Gruppen eingeteilt werden. Auch hier wird eine Gruppe einfach ausgemessen, um das natürliche Lumineszenzsignal zu erhalten. Die anderen Gruppen werden gebleicht oder ausgeheizt, um ihre gespeicherte Dosis nahezu auf Null zu setzen. Danach werden sie verschiedenen bekannten Labordosen ausgesetzt und ebenfalls gemessen.

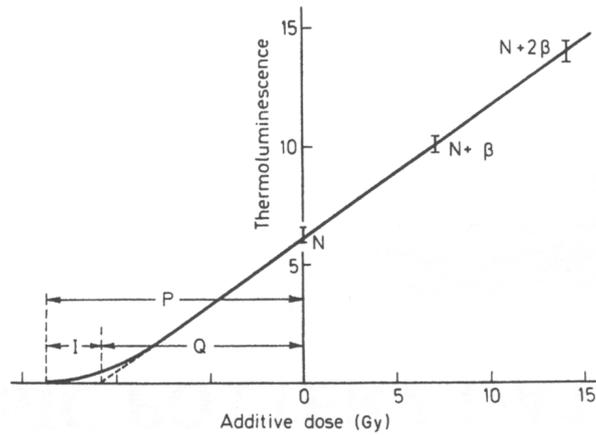


Abbildung 3.4: Additive Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis unter Berücksichtigung der Supralinearität, nach Aitken (1985)

Trägt man das Lumineszenzsignal dieser Gruppen über der Dosis auf, erhält man eine Darstellung der Dosischarakteristik, wie sie in Abbildung 3.5 dargestellt ist.

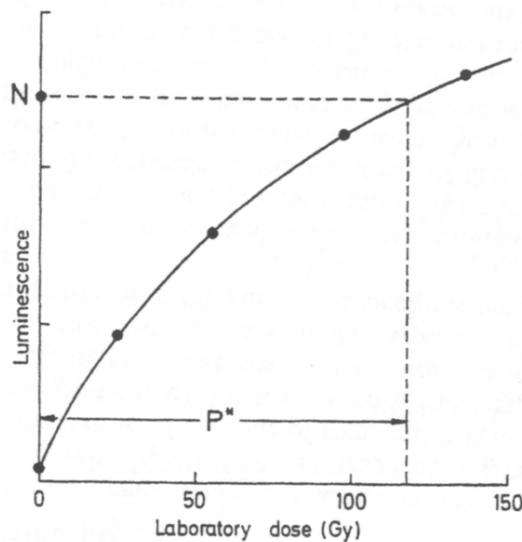


Abbildung 3.5: Regenerative Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis, nach Aitken (1998)

Zwischen den bekannten Messpunkten kann die Dosischarakteristik interpoliert werden und anschließend anhand des bekannten natürlichen Lumineszenzsignals N die entsprechende archäologische Dosis P^* abgelesen werden (der Stern dient zur Unterscheidung von der mit der additiven Methode bestimmten archäologischen Dosis, P^* wird auch als „paleodose by regeneration“ bezeichnet).

Bei der in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen additiven Methode wird die archäologische Dosis aus Messwerten in einem höheren Dosisbereich extrapoliert, was zu Fehlern führen

kann, wenn die Dosischarakteristik nicht linear verläuft. Der Vorteil der regenerativen Methode besteht darin, dass die Dosischarakteristik im Bereich um die archäologische Dosis selbst durch die Messungen bestimmt wird und zur Ermittlung von P^* lediglich eine Interpolation vorgenommen werden muss. Ein entscheidender Nachteil ist jedoch, dass es durch die Nullsetzung bei den laborbestrahlten Proben zu Empfindlichkeitsänderungen des Materials (Änderungen der Lumineszenzsensitivität χ) kommen kann. Sofern dies nicht korrigiert werden kann (beispielsweise mit Hilfe des 110 °C Peaks bei Quarz, eine Methode dafür ist in Aitken, 1998, Kapitel 4 beschrieben), wird die archäologische Dosis fehlerhaft bestimmt.

3.2.3 Slide Technique

Diese Methode ist besonders für Proben geeignet, die sich bereits im Sättigungsbereich befinden, erkennbar an der Sublinearität der Dosischarakteristik (siehe Abschnitt 2.5.1). Zunächst wird nach der additiven Methode vorgegangen und in einem Diagramm wie dort angegeben die Dosischarakteristik aufgetragen. Die Dosen sollten zu diesem Zweck nicht zu klein gewählt werden. Nach der Ausmessung aller Teilproben werden bei den einzelnen Gruppen die gleichen Dosen noch einmal appliziert und ausgemessen, wie bei der regenerativen Methode.

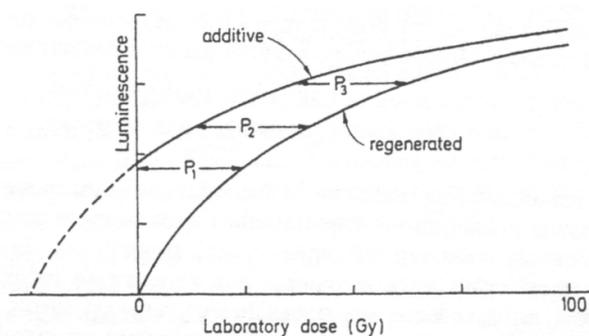


Abbildung 3.6: Slide Technique zur Bestimmung der archäologischen Dosis, nach Aitken (1998)

Auf diese Weise erhält man eine „additive“ und eine „regenerierte“ Kurve. Die Grundannahme der slide technique ist, dass diese Kurven prinzipiell dieselbe Form haben, aber um einen bestimmten Wert gegeneinander verschoben sind. Dieser Wert ist genau die archäologische Dosis. Abbildung 3.6 zeigt, wie sich die archäologische Dosis an mehreren verschiedenen Stellen der Kurve feststellen lässt (P_1, P_2, P_3). Sind die Werte praktisch identisch, hat man die archäologische Dosis P gefunden. Sind sie jedoch unterschiedlich, weil die Kurvenformen voneinander abweichen, kann man versuchen, mit statistischen Methoden einen Wert für P zu bestimmen.

3.2.4 Bereichsmethode

Diese Methode ist nur für OSL anwendbar. Man geht wie bei der additiven Methode vor, benötigt aber nur eine einzige Teilprobe pro Gruppe. Für jede Messung bestimmt man jedoch nicht nur ein Lumineszenzsignal, sondern unterteilt die Ausleuchtcurve in mehrere Bereiche (in Abbildung 3.7 sind *a – e* relevant, der Bereich *f* wird als Hintergrundwert von den anderen abgezogen). Es wird angenommen, dass das Gesamtsignal in jedem dieser willkürlich ausgewählten Bereiche proportional der Dosis ist. Auf diese Weise erhält man von jeder Messung mehrere Messwerte.

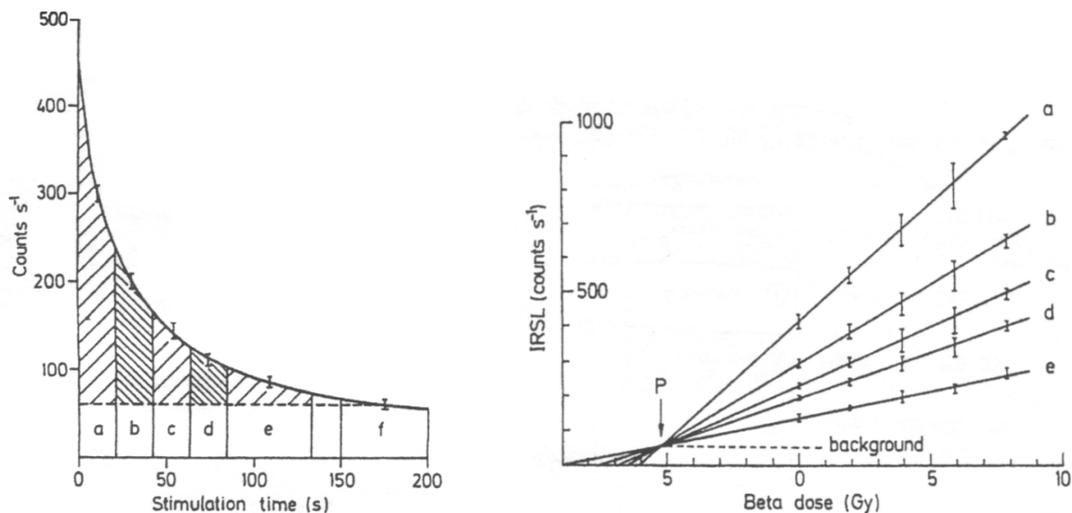


Abbildung 3.7: Bereichsmethode zur Bestimmung der archäologischen Dosis, nach Aitken (1998)

Für jeden Bereich trägt man nun die Dosischarakteristik auf, dadurch erhält man für jeden Bereich eine Regressionsgerade. Diese Geraden sollten sich alle in einem Punkt schneiden, wobei der Abstand der Dosis-Koordinate dieses Punktes vom Nullwert die archäologische Dosis angibt.

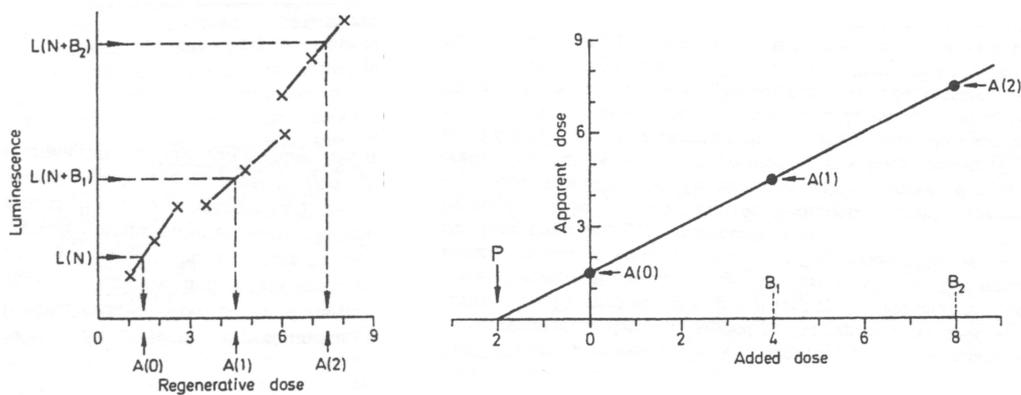
3.2.5 Single-Aliquot Methoden

Bei single-aliquot Methoden wird die Notwendigkeit vermieden, mehrere identische Teilproben anzufertigen oder die Ergebnisse bei voneinander abweichenden Teilproben zu normieren. Sämtliche Messungen werden an einer einzigen Probe oder an wenigen voneinander unabhängigen Teilproben durchgeführt. Single-aliquot Methoden werden seit den 1990er Jahren für Kalifeldspate und Quarz in Form von einzelnen Körnern eingesetzt.

3.2.5.1 SARA

SARA steht für Single Aliquot Regeneration Added dose, da hier sowohl die regenerative Methode zum Einsatz kommt, als auch wie bei der additiven Methode Labordosen zu natürlichen Dosen hinzugefügt werden. Die Methode ist jedoch nicht wirklich mit einer einzigen Probe durchführbar, man benutzt üblicherweise vier Teilproben. Diese müssen aber nicht identisch sein oder die Ergebnisse normiert werden.

Als erstes wird das natürliche Lumineszenzsignal einer Probe gemessen. Die drei anderen Proben werden wie bei der additiven Methode mit verschiedenen Labordosen bestrahlt und ebenfalls ausgemessen. Danach werden alle vier Proben wiederholt mit Labordosen bestrahlt und ausgemessen, wie bei der regenerativen Methode, bis bei jeder Probe die Dosischarakteristik im Bereich des jeweiligen Messwertes bekannt ist. Ebenfalls wie bei der regenerativen Methode interpoliert man nun für alle Proben aus dem ursprünglich gemessenen Lumineszenzsignal die sogenannte scheinbare Dosis – „scheinbar“ deshalb, weil sich die Empfindlichkeit des Materials durch die Nullsetzungen geändert haben könnte. Alle diese Vorgänge sind in Abbildung 3.8(a) zusammengefasst.



(a) Bestimmung der scheinbaren Dosen durch die SARA-Methode

(b) Berechnung der archäologischen Dosis aus den additiven scheinbaren Dosen

Abbildung 3.8: SARA-Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis, nach Aitken (1998)

Die scheinbaren Dosen aller Teilproben werden nun wie bei der additiven Methode über die jeweiligen Labordosen aufgetragen und liegen wünschenswerterweise auf einer Geraden. Die echte archäologische Dosis wird durch den Schnittpunkt dieser Geraden mit der Abszisse bestimmt. Dieser Schritt ist in Abbildung 3.8(b) zu sehen.

Das etwas komplex wirkende Vorgehen berücksichtigt die sich möglicherweise ändernde Lumineszenzsensitivität des Materials. Aufgrund dieses Effektes können sämtliche durch die regenerative Methode gewonnenen Lumineszenzsignale verfälscht sein und damit bei jeder Probe die scheinbare Dosis falsch interpoliert werden. Der Grundgedanke bei SARA ist, dass sich die Empfindlichkeit bei jeder Teilprobe auf die gleiche Weise ändert und somit alle scheinbaren Dosen um den gleichen Faktor verfälscht werden. Der letzte

geometrische Schritt multipliziert lediglich die scheinbare natürliche Dosis mit dem Faktor, in dem tatsächlich hinzugefügte Labordosis und Erhöhung der scheinbaren Dosis zueinander stehen.

3.2.5.2 Additive Methode mit Single Aliquot

Diese Methode ist nur bei OSL einsetzbar. Es werden mindestens zwei Teilproben benötigt, die aber nicht identisch sein müssen. Anders als bei den vorigen Methoden werden die Proben nie ganz ausgemessen um eine vollständige Ausleuchtcurve zu erhalten (sogenannte „shine-down“ Messungen), sondern immer nur kurz angeregt, um das aktuelle Lumineszenzsignal bestimmen zu können, ohne es wesentlich zu senken (diese kurzen Messungen bezeichnet man auch als „short shines“).

Bei einer Probe misst man nun einen short shine für die natürliche Dosis, danach appliziert man eine konstante Labordosis, misst wiederum einen short shine und wiederholt dies einige Male. Da die Probe nie vollständig ausgemessen wird, wirken die Labordosen kumulativ. Das resultierende Diagramm ist in Abbildung 3.9(a) in Form der weißen Kreise dargestellt.

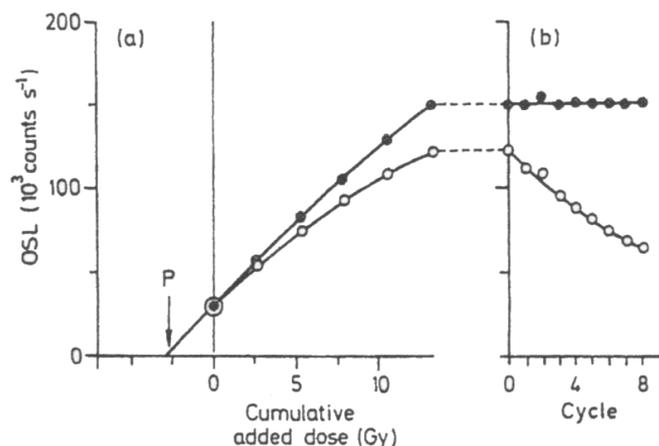


Abbildung 3.9: Additive Methode mit Single Aliquot, nach Aitken (1998)

Die einzig verfälschenden Einflüsse sind die short shines selbst und der vor jeder Messung notwendige Vorheizzyklus, der sich auf frühe Bestrahlungen natürlich ebenfalls kumulativ auswirkt. Um diese Einflüsse zu korrigieren führt man identische short-shine-Messungen an der zweiten Probe durch (inklusive Vorheizzyklen), allerdings ohne sie Labordosen auszusetzen. Das Lumineszenzsignal sollte im Idealfall einem exponentiellen Abfall folgen, also bei jedem Vorheiz/Mess-Zyklus um einen bestimmten Faktor abnehmen. Dies ist in Form von weißen Kreisen in Abbildung 3.9(b) zu sehen. Ist dieser Faktor bestimmt, kann man die Messergebnisse der ersten Probe einfach korrigieren. Die korrigierten Werte sind in der Abbildung als schwarze Kreise eingezeichnet. Wie ebenfalls zu sehen ist,

wird die archäologische Dosis P anschließend wie bei der regulären additiven Methode bestimmt.

3.3 Datierungstechniken

In diesem Abschnitt werden zwei gebräuchliche Datierungstechniken vorgestellt, die Feinkorntechnik und die Grobkorntechnik. Es gibt noch andere Methoden, die eigene Aufbereitungsprozeduren und Vorgehensweisen zur Altersbestimmung erfordern, auf die jedoch in dieser Arbeit nicht eingegangen wird.

Fein- und Grobkorntechnik unterscheiden sich besonders durch die Beeinflussung der Beiträge von internen und externen Quellen von α -, β - und γ -Strahlung zur Dosisleistung, der das bei diesen Techniken gewonnene Material ausgesetzt war. Dies ist bedingt durch die unterschiedliche Auswahl und Behandlung der Körner und die unterschiedliche Reichweite der verschiedenen Strahlungsarten. Nach Aitken (1985) beträgt in Mineralien die typische Reichweite bzw. für γ -Strahlung die Weglänge zur Abschwächung um den Faktor $\frac{1}{e}$:

- α -Teilchen: etwa 25 μm bei einer Energie von 3 – 8 MeV
- β -Teilchen: etwa 2 mm bei einer Energie > 2 MeV
- γ -Strahlung: etwa 30 cm bei Energien im MeV-Bereich

3.3.1 Feinkorntechnik (fine grain)

Bei dieser Methode entnimmt man Probenmaterial, das mindestens 2 mm von der Probenoberfläche entfernt ist, üblicherweise indem man erst eine entsprechend dicke Schicht abbohrt oder abschleift. Dies dient dazu, den Einfluss externer α - und β -Strahlung auszuschalten, darüber hinaus erhält man so Material, das nicht bereits versehentlich ausgebleicht wurde. Aus dem gewonnenen Probenmaterial werden die Körner im Größenbereich 1 – 8 μm verwendet. Ihr Durchmesser ist so gering, dass sie von der internen α -, β - und γ -Strahlung vollständig durchdrungen werden, ebenso natürlich von der externen γ -Strahlung.

α -Strahlung hat eine geringere Effektivität bei der Erzeugung von Lumineszenz als β - oder γ -Strahlung. Dies liegt daran, dass α -Teilchen ihre Energie sehr konzentriert abgeben und daher jedes α -Teilchen die Probe in einem sehr kleinen Bereich bis zur Sättigung bringt. Das Verhältnis des durch eine bestimmte α -Dosis erzeugten Lumineszenzsignals zu dem von der gleichen β -Dosis erzeugten bezeichnet man als α -efficiency a . Dieser Wert muss für jede Probe empirisch bestimmt werden, üblicherweise indem man die

in Abschnitt 3.2 beschriebenen Methoden sowohl mit α - als auch mit β -Labordosen durchführt und die resultierenden Äquivalenzdosen Q_α und Q_β vergleicht. Es gilt dann:

$$a = \frac{Q_\beta}{Q_\alpha} \quad (3.2)$$

Bei bekannten Dosisleistungen \dot{D}_α , \dot{D}_β , \dot{D}_γ und \dot{D}_k (Dosisleistung der kosmischen Strahlung) ergibt sich die gesamte zu berücksichtigende Dosisleistung \dot{D} bei der Feinkorntechnik folgendermaßen:

$$\dot{D} = \underbrace{a \cdot \dot{D}_\alpha}_{\dot{D}'_\alpha} + \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k \quad (3.3)$$

\dot{D}'_α wird auch als effektive α -Dosisleistung bezeichnet. Das Alter lässt sich nun bestimmen, indem man die archäologische Dosis, die sich aus der β -Äquivalenzdosis Q_β und dem Intercept I zusammensetzt, durch die Dosisleistung dividiert:

$$\text{Alter} = \frac{Q_\beta + I}{\dot{D}'_\alpha + \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k} \quad (3.4)$$

3.3.2 Grobkorntechnik (coarse grain)

Es gibt mehrere Variationen der Grobkorntechnik, die für verschiedene Probenmaterialien geeignet sind. Die Grundlagen werden im Folgenden anhand der Quarzeinschlusstechnik erläutert. Auch hier wird nur Material, das mindestens 2 mm von der Probenoberfläche entfernt liegt, entnommen. Dabei werden reine Quarzkörner mit einem Durchmesser von 90 – 120 μm aus dem Probenmaterial extrahiert, die praktisch keine radioaktiven Elemente enthalten. Die Trennung erfolgt dabei durch Sieben und anschließende magnetische Trennung (die Kristallkörner sind nichtmagnetisch).

Die äußerste Schicht dieser Körner wird bis in eine Tiefe von 20 μm mit Flußsäure weggeätzt, wodurch jegliche α -Strahlung vernachlässigt werden kann und auch die β -Strahlung geringfügig geschwächt wird, was durch eine Korrektur von 10% berücksichtigt wird.² Durch diese und andere Säurebehandlungen werden auch Feldspate und Calcit aus dem Material entfernt. Bei bekannten Einzeldosisraten gilt dann für die Gesamtdosisrate:

$$\dot{D} = 0.9 \cdot \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k \quad (3.5)$$

und für die Altersberechnung entsprechend:

$$\text{Alter} = \frac{Q_\beta + I}{0.9 \cdot \dot{D}_\beta + \dot{D}_\gamma + \dot{D}_k} \quad (3.6)$$

²Ein Problem stellen Bruchstücke ursprünglich größerer Körner dar, da diese von der β -Strahlung nicht wie hier angenommen durchdrungen wurden.

3.3.3 Differenzmethode

Fasst man bei Feinkorn- und Grobkorn-Technik die jeweiligen Terme $Q_{\beta} + I$ wieder zur archäologischen Dosis P_{FK} beziehungsweise P_{GK} zusammen, kann man die Altersformeln folgendermaßen anschreiben:

$$P_{\text{FK}} = \text{Alter} \cdot (\dot{D}'_{\alpha} + \dot{D}_{\beta} + \dot{D}_{\gamma} + \dot{D}_k) \quad (3.7)$$

$$P_{\text{GK}} = \text{Alter} \cdot (0.9 \cdot \dot{D}_{\beta} + \dot{D}_{\gamma} + \dot{D}_k) \quad (3.8)$$

Durch Subtraktion kann man das Alter auch ohne Kenntnis der γ -Dosisrate \dot{D}_{γ} und der kosmischen Dosisrate \dot{D}_k bestimmen:

$$\text{Alter} = \frac{P_{\text{FK}} - P_{\text{GK}}}{\dot{D}'_{\alpha} + 0.1 \cdot \dot{D}_{\beta}} \quad (3.9)$$

Wie man sieht, ist hierbei kein Wissen über die Umgebungsstrahlung erforderlich, sämtliche benötigten Dosisraten können durch Messungen am Material selbst bestimmt werden. Die Probe muss sich jedoch sowohl mit Feinkorn- als auch mit Grobkorn-Technik gut datieren lassen, was oft nicht der Fall ist. Ein weiterer Nachteil dieser Methode ist die hohe Ungenauigkeit des Ergebnisses: Einerseits wird es durch die Subtraktion von zwei nicht genau bekannten Werten berechnet, andererseits hängt es besonders von der effektiven α -Dosisleistung \dot{D}'_{α} ab, welche wiederum stark durch den Feuchtigkeitsgehalt der Probe beeinflusst wird.

3.4 Bestimmung der Dosisleistungen

Die für die Berechnung des Alters notwendigen Dosisleistungen sind für jede Probe unterschiedlich. Die Beiträge stammen von natürlichen Radionukliden in der Probe selbst und in ihrer Umgebung sowie von der kosmischen Strahlung. Wichtige Radionuklide sind beispielsweise ^{235}U , ^{238}U und ^{232}Th sowie ^{40}K und ^{87}Rb .

Die gesamte Dosisleistung wird aufgeteilt in die α -, β - und γ -Dosisleistungen $\dot{D}_{\alpha,\beta,\gamma}$ und die Dosisleistung der kosmischen Strahlung \dot{D}_k . Aufgrund der erwähnten geringen Reichweite von α - und β -Strahlung werden die entsprechenden Dosisleistungen bei der Verwendung üblicher Datierungstechniken ausschließlich von Isotopen aus dem Inneren der Probe verursacht, bei der γ -Strahlung gibt es hingegen einen internen und einen externen Anteil.

Interne Anteile an der Dosisleistung werden anhand einer Bestimmung der vorhandenen Radionuklide berechnet. Dazu wird die Uran-, Thorium- und Kaliumkonzentration ermittelt. Die Konzentration an Tochterprodukten wird dabei unter der Annahme bestimmt, dass sich die Probe im radioaktiven Gleichgewicht befindet, dass sich also Zerfall und Neuproduktion der Tochterprodukte die Waage halten. Dies muss in der Praxis nicht

gegeben sein (beispielsweise ist das Zerfallsprodukt Radon gasförmig und kann aus der Probe entweichen), auf solche und ähnliche Probleme wird in dieser Arbeit jedoch nicht näher eingegangen.

Externe Anteile an der Dosisleistung können auf zwei verschiedene Arten bestimmt werden:

1. Durch Berechnung anhand der Radionuklid-Konzentrationen im die Probe umgebenden Erdreich, wobei man jedoch den α - und β -Anteil nicht berücksichtigen muss. Zu dieser externen γ -Dosisleistung kommt noch die Dosisleistung der kosmischen Strahlung, die aus Strahlenkarten abgelesen werden kann. Da zur korrekten Bestimmung der externen γ -Dosisleistung große Mengen des umgebenden Erdreichs erforderlich sind, wird diese Methode in der Praxis kaum angewandt.
2. Durch direkte Messung der externen Dosisleistung am Probenfundort mittels Szintillationsmessgerät oder TL-Dosimetern.

Für eine korrekte Bestimmung der α -, β - und γ -Dosisleistungen ist es notwendig, die Feuchtigkeit der Probe zu berücksichtigen. Dazu müssen das Trockengewicht T , das Gewicht der feuchten Probe A und schließlich das Sättigungsgewicht S (bei maximaler Wasseraufnahme) bekannt sein. Das zur Ermittlung erforderliche Verfahren ist in Abschnitt 4.1.2 beschrieben. Mit diesen Werten kann man die Sättigungsgewichtszunahme W und den Feuchtigkeitsanteil F berechnen, die in die Formeln der Dosisleistungen eingehen:

$$W = \frac{S - T}{T} \quad (3.10)$$

$$F = \frac{A}{S} \quad (3.11)$$

In den folgenden Unterkapiteln werden die Vorgehensweisen zur Bestimmung der einzelnen Dosisleistungsanteile detaillierter beschrieben.

3.4.1 α – Dosisleistung

Die effektive α -Dosisleistung $\dot{D}'_{\alpha} = a \cdot \dot{D}_{\alpha}$ setzt sich zusammen aus der Dosisleistung, die von Zerfällen aus der Thoriumzerfallsreihe stammt, und jener, die von der Uranzerfallsreihe herrührt. Die Grundannahme für eine einfache Bestimmung der Dosisleistung anhand der α -Zerfälle ist, dass in der Probe ein radioaktives Gleichgewicht herrscht, dass also von jedem Tochterprodukt in einer Zerfallsreihe ebenso viele Kerne neu entstehen wie zerfallen. Die Halbwertszeiten der Mutterisotope ^{232}Th und ^{238}U bzw. ^{235}U sind gegenüber den mit Lumineszenzdatierung messbaren Zeiträumen so groß, dass ihre Abnahme nicht berücksichtigt werden muss. Da Zerfallsarten, Halbwertszeiten und Mengenverhältnisse für alle Tochterprodukte bekannt sind, kann man nun allein über die gemessenen α -Zerfälle die Dosisleistung berechnen, wenn man dabei das Verhältnis von Thorium zu Uran berücksichtigt.

Die folgende Formel ergibt die Dosisleistung in Gy/a, wenn man für α_{Th} und α_{U} die „Thorium“- bzw. „Uran“-Zerfälle pro Kilosekunde einsetzt:

$$\dot{D}'_{\alpha} = a \cdot \frac{1.2728 \cdot \alpha_{\text{Th}} + 1.2792 \cdot \alpha_{\text{U}}}{1 + 1.5 \cdot W \cdot F} \quad (3.12)$$

Diese Zerfälle können mit einem α -Counter bestimmt werden, wenn dieser an eine geeignete Koinzidenzschaltung gekoppelt ist, um rasch hintereinander erfolgende Zerfälle (sogenannte Paarzerfälle) gesondert zu registrieren. Solche Paarzerfälle treten sowohl in der Thoriumzerfallsreihe als auch in der Uranzerfallsreihe auf. Bei der Thoriumreihe liegt der zeitliche Abstand zwischen den Zerfällen dabei in der Größenordnung von 0.15 s, da ^{220}Rn zu ^{216}Po zerfällt, welches selbst ein α -Strahler mit eben dieser Halbwertszeit ist. Bei der Uranreihe treten die Paarzerfälle hingegen beim Zerfall von ^{219}Rn zum α -Strahler ^{215}Po auf, welcher eine Halbwertszeit von nur 1.78 ms hat. Ist das Koinzidenzfenster geeignet dimensioniert, um zwar die langsamen Paarzerfälle der Thoriumreihe, nicht jedoch die schnellen der Uranreihe als Koinzidenzpaare d zu zählen, ergeben sich folgende Beziehungen:

$$\alpha_{\text{Th}} = 21 \cdot \left(d - \frac{0.38 \cdot \alpha^2}{1000} \right) \quad (3.13)$$

$$\alpha_{\text{U}} = \alpha - \alpha_{\text{Th}} \quad (3.14)$$

Sowohl die Anzahl der erfassten α -Teilchen „ α “ als auch jene der erfassten Koinzidenzpaare d ist wieder auf eine Kilosekunde bezogen.

Ist es nicht möglich, das Thorium/Uran-Verhältnis zu bestimmen, nimmt man generell an, dass die Aktivitäten gleich sind und somit $\alpha_{\text{Th}} = \alpha_{\text{U}} = \frac{\alpha}{2}$ gilt. Siehe dazu auch Abschnitt 3.5.3.2.

3.4.2 β – Dosisleistung

Die β -Dosisleistung lässt sich auf die Zerfälle aus den Thorium- und Uranreihen sowie auf Kalium und Rubidium aufteilen:

$$\dot{D}_{\beta} = \dot{D}_{\beta(\text{Th, U})} + \dot{D}_{\beta(\text{K, Rb})} \quad (3.15)$$

Die erste Komponente lässt sich mit den im vorigen Abschnitt erwähnten Werten berechnen:

$$\dot{D}_{\beta(\text{Th, U})} = \frac{0.057 \cdot \alpha_{\text{Th}} + 0.087 \cdot \alpha_{\text{U}}}{1 + 1.25 \cdot W \cdot F} \quad (3.16)$$

Für die zweite Komponente muss der Gewichtsanteil von K_2O in der Probe bestimmt werden, der mit m bezeichnet wird. Dies geschieht üblicherweise durch eine Neutronenaktivierungsanalyse (NAA), bei welcher der Gewichtsanteil von Kalium bestimmt und mit dem Faktor 1.205 multipliziert wird, um das Gewicht des Sauerstoffatoms zu berücksichtigen. Bei natürlichem K_2O verursacht das Isotop ^{40}K bei einem Gewichtsanteil von 1% eine Dosisleistung von 0.689 mGy/a. Wird der Rubidiumgehalt nicht eigens bestimmt,

nimmt man üblicherweise ein Kalium/Rubidium-Verhältnis von 200:1 an. In diesem Fall beträgt die durch das Rubidiumisotop ^{87}Rb verursachte Dosisleistung bei 1% K_2O -Anteil weitere 0.019 mGy/a, wodurch sich eine gesamte Dosisleistung von 0.708 mGy/a ergibt. Die Formel lautet somit:

$$\dot{D}_{\beta(\text{K}, \text{Rb})} = \frac{0.708 \cdot m}{1 + 1.25 \cdot W \cdot F} \quad (3.17)$$

3.4.3 γ – Dosisleistung

Zwei Anteile tragen zur γ -Dosisleistung bei: jener, der durch Strahlung aus dem Inneren verursacht wird, und jener, der aufgrund von externer Strahlung zustande kommt. Der interne Anteil stammt wie bei α - und β -Strahlung von den in der Probe enthaltenen Radioisotopen, der externe Anteil wird von verschiedenen Isotopen im die Probe umgebenden Erdreich erzeugt und kann nicht durch Messungen an der Probe selbst bestimmt werden.

$$\dot{D}_{\gamma} = \dot{D}_{\gamma_{\text{int}}} + \dot{D}_{\gamma_{\text{ext}}} \quad (3.18)$$

Die interne γ -Strahlung stammt aus den Zerfällen der Thorium- und Uranzerfallsreihen und aus jenen des Kaliumisotops ^{40}K :

$$\dot{D}_{\gamma_{\text{int}}} = \dot{D}_{\gamma_{\text{int}}(\text{Th}, \text{U})} + \dot{D}_{\gamma_{\text{int}}(\text{K})} \quad (3.19)$$

Im Prinzip lassen sich sämtliche internen Anteile aus bereits bekannten Werten berechnen:

$$\dot{D}_{\gamma_{\text{int}}(\text{Th}, \text{U})}^{\infty} = \frac{0.103 \cdot \alpha_{\text{Th}} + 0.068 \cdot \alpha_{\text{U}}}{1 + 1.14 \cdot W \cdot F} \quad (3.20)$$

$$\dot{D}_{\gamma_{\text{int}}(\text{K})}^{\infty} = \frac{0.241 \cdot m}{1 + 1.14 \cdot W \cdot F} \quad (3.21)$$

Die γ -Strahlung hat jedoch eine viel größere Reichweite als α - und β -Strahlung, insbesondere liegt die Reichweite in oder über der Größenordnung typischer Probenabmessungen. Die genannten Formeln gelten für die Dosisleistung einer unendlich ausgedehnten Probe, auch „Infinite-Matrix-Dosisleistung“ genannt. Für reale Proben müssen die Ergebnisse, ebenso wie die Ergebnisse für die externe Dosisleistung, noch mit einem Korrekturfaktor $\frac{p}{100}$ gewichtet werden, in den Abmessungen und Form der Probe einfließen. Dabei ist bei einer gegebenen Infinite-Matrix-Dosisrate $\frac{p}{100}$ der Anteil, der aus dem Inneren der realen Probendimensionen auf die Probe wirkt, $(1 - \frac{p}{100})$ hingegen entsprechend dem Superpositionsprinzip der Anteil, der aus dem unendlichen Bereich außerhalb der realen Probendimensionen auf die Probe wirkt. Sind also die Infinite-Matrix-Dosisleistungen der Probe $\dot{D}_{\gamma_{\text{int}}}^{\infty}$ sowie die der Umgebung $\dot{D}_{\gamma_{\text{ext}}}^{\infty}$ bekannt, gilt für die tatsächliche Gesamtdosisleistung:

$$\dot{D}_{\gamma} = \frac{p}{100} \cdot \dot{D}_{\gamma_{\text{int}}}^{\infty} + \left(1 - \frac{p}{100}\right) \cdot \dot{D}_{\gamma_{\text{ext}}}^{\infty} \quad (3.22)$$

Um den sogenannten Eigendosisanteil p zu bestimmen, werden für gebräuchliche Probenformen mit Abmessungen in der Größenordnung von Millimetern oder Zentimetern folgende Formeln verwendet.

Für kugelförmige Proben mit einem Durchmesser von d cm gilt:

$$p = 2 \cdot d \quad (3.23)$$

Für Proben mit zwei parallelen Seiten und einer Dicke von d cm gilt:

$$p = 100 \cdot \left(1 - e^{-(0.06+0.07 \cdot d)}\right) \quad (3.24)$$

Um die externe γ -Dosisleistung zu bestimmen, kann diese an der Fundstelle entweder mit einem Szintillationsmessgerät oder ebenfalls durch Thermolumineszenzmessung, mit Hilfe von speziellen TL-Dosimetern, gemessen werden. Beide Methoden messen natürlich auch die kosmische Strahlung, für eine reine γ -Dosisleistungsbestimmung muss die Dosisleistung der kosmischen Strahlung daher abgezogen werden. Wird die Messung nicht genau am Probenfundort oder in ähnlich steiniger Umgebung vorgenommen, ist außerdem die Verfälschung des Ergebnisses durch Felsen und Steine im die Probe umgebenden Erdreich zu berücksichtigen. Eine Abschätzung des Fehlers ist in Abschnitt 3.5.2.3 zu finden.

Das Szintillationsmessgerät liefert schnell und ohne großen Aufwand Messergebnisse, kann aber dadurch die natürlichen Schwankungen der Umweltbedingungen nicht berücksichtigen. Die TL-Dosimeter, die im Nachhinein durch Thermolumineszenzmessung ausgewertet werden, können hingegen in einem Behälter am Fundort vergraben und über mehrere Wochen oder Monate der Umgebungsstrahlung ausgesetzt werden. Der Einfluss der im Laufe der Zeit schwankenden Faktoren wie Feuchtigkeit usw. wird dadurch besser erfasst als beim Szintillationsmessgerät. Die gemessene Dosisrate entspricht dabei in sehr guter Näherung der gesuchten Infinite-Matrix-Dosisrate. Besteht ein Unterschied zwischen der Feuchtigkeit während der γ -TL-Erfassung und während der Lagerung der Probe, kann dies durch die Bestimmung der Feuchtigkeit des Bodens F_S und der Sättigungsgewichtszunahme des Bodens W_G korrigiert werden:

$$\dot{D}_{\gamma\text{ext}}^{\infty} = \dot{D}_{\text{TL}} \cdot \frac{1 + 1.14 \cdot W_S \cdot F_S}{1 + 1.14 \cdot W_S \cdot F} - \dot{D}_k \quad (3.25)$$

3.4.4 Dosisleistung der kosmischen Strahlung

Die kosmische Strahlung dringt, wie der Name vermuten lässt, aus dem Weltraum in die Erdatmosphäre. Sie wurde früher auch Höhenstrahlung genannt. Bevor sie mit einer Flussdichte von etwa 1000 Teilchen pro Quadratmeter und Sekunde auf die äußere Atmosphäre trifft, besteht sie zu etwa 87% aus Protonen, zu 12% aus α -Teilchen und zu 1% aus schwereren, ionisierten Atomkernen. Einen geringen Anteil haben auch Elektronen, Neutrinos und γ -Strahlung. Diese hochenergetische Primärstrahlung kann die Erdatmosphäre

bis in eine Höhe von etwa 20 km durchdringen, dann entsteht durch Interaktion mit den Atomen und Molekülen der Atmosphäre die Sekundärstrahlung, wie in Abbildung 3.10 dargestellt. Ebenfalls eingezeichnet ist die Unterteilung der Sekundärstrahlung in die weiche Komponente (Elektronen, Positronen und Photonen), die harte Komponente (Mesonen) und die nukleonische Komponente (vorwiegend Protonen und Neutronen). Nur ein kleiner Teil dieser Strahlung erreicht die Erdoberfläche.

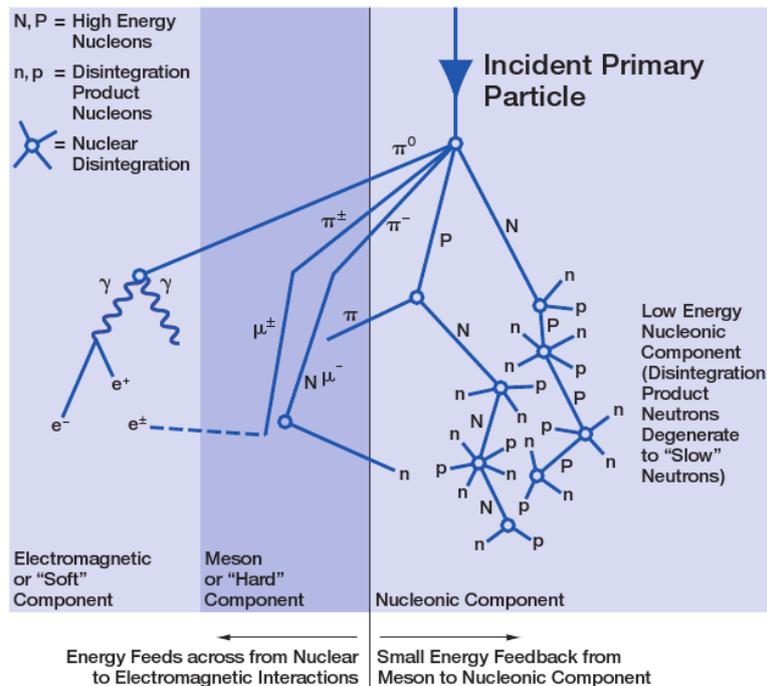


Abbildung 3.10: Durch kosmische Primärstrahlung verursachter Teilchenschauer, entnommen aus Schlaepfer (2003)

Die durch die Sekundärstrahlung verursachte kosmische Dosisleistung \dot{D}_k muss für die Lumineszenzdatierung ebenfalls berücksichtigt werden. Sie wird üblicherweise aus speziellen Strahlenkarten abgelesen und hängt vor allem von der Höhe sowie der geomagnetischen Breite der Fundstelle ab. Bei der direkten Messung der externen Dosisleistung wird sie, wie aus Gleichung 3.25 auf der vorherigen Seite ersichtlich, zusammen mit der externen γ -Dosisleistung erfasst.

3.5 Fehlerabschätzung

Bei jeder Messung einer physikalischen Größe ist das Ergebnis nur bis zu einer gewissen Messgenauigkeit bekannt, die vom eingesetzten Messgerät und den Bedingungen, unter denen die Messung erfolgt, abhängt. Selbst das Ausmaß dieser Ungenauigkeit ist im Regelfall nicht exakt bekannt und kann nur abgeschätzt werden. Das Abschätzen dieser

Verfälschungen und die Beurteilung ihres Einflusses auf das Endresultat sind Gegenstand der Fehlerabschätzung. Erst durch dieses Verfahren kann man die Aussagekraft der erhaltenen Resultate beurteilen.

Die folgenden Formeln zur Abschätzung der einzelnen Fehler wurden von Aitken und Alldred im Laufe der 1970er Jahre für die TL-Datierung entwickelt und sind dem Anhang von Aitken (1985) entnommen. Sie sind in dem für diese Arbeit benutzten Datierungsprogramm integriert und werden sowohl für TL- als auch für OSL-Datierung benutzt.

Zur einfacheren Schreibweise werden folgende Abkürzungen für die einzelnen Anteile an der Gesamtdosisleistung benutzt:

$$f_\alpha = \frac{\dot{D}'_\alpha}{\dot{D}}; \quad f_\beta = \frac{\dot{D}_\beta}{\dot{D}}; \quad f_\gamma = \frac{\dot{D}_\gamma}{\dot{D}}; \quad \text{bzw. allgemein: } f_x = \frac{\dot{D}_x}{\dot{D}}$$

3.5.1 Gesamtfehler

Das Alter als Endergebnis der Lumineszenzdatierung ist von vielen Faktoren abhängig, dementsprechend gibt es auch viele Arten von Fehlern, die das Ergebnis beeinflussen können. Eine wichtige Unterscheidung ist jene zwischen statistischen Fehlern und systematischen Fehlern.

Als statistische Fehler bezeichnet man solche, die bei jedem einzelnen Messvorgang in verschiedener Weise auftreten und dazu führen, dass die erhaltenen Messwerte um den tatsächlichen Wert verteilt sind. Typischerweise sind dies unkontrollierbare Schwankungen in den Versuchsbedingungen oder den Messgeräten, Rundungsfehler bei der Digitalisierung oder Ablesung von Messwerten oder auch simple Ablesefehler. Solche Fehler können durch die Durchführung mehrerer Einzelmessungen mit anschließender Mittelwertbildung reduziert werden.

Systematische Fehler zeichnen sich hingegen dadurch aus, dass sie bei jedem Messvorgang in gleicher Weise auftreten, solange die Versuchsbedingungen gleich bleiben, wodurch die erhaltenen Messwerte in einem gleichbleibenden funktionalen Zusammenhang zum tatsächlichen Wert stehen. Typische Ursachen sind fehlerhaft kalibrierte Messgeräte, ein konstanter äußerer Einfluss auf Versuch oder Messgeräte oder ein falsch bestimmter Parameter, auf den die Messung angewiesen ist.

Im Allgemeinen kann man annehmen, dass die einzelnen Fehler nicht korreliert sind und einer Gaußverteilung folgen. Betrachtet man die jeweilige relative Standardabweichung σ , kann man die des Gesamtfehlers des Alters als Wurzel der Quadratsumme der Standardabweichungen von gesamtem statistischem Fehler und gesamtem systematischem Fehler schreiben:

$$\sigma_{\text{ges}} = \sqrt{\sigma_{\text{stat}}^2 + \sigma_{\text{sys}}^2} \quad (3.26)$$

3.5.2 Statistischer Fehler

Der gesamte statistische Fehler setzt sich aus drei Fehlern zusammen: dem Fehler bei der Lumineszenzmessung σ_{LM} , dem Fehler bei der Bestimmung der jährlichen Dosis σ_{JD} und dem Fehler σ_{SU} , der durch eine steinige Umgebung am Probenfundort hervorgerufen wird.

$$\sigma_{\text{stat}} = \sqrt{\sigma_{\text{LM}}^2 + \sigma_{\text{JD}}^2 + \sigma_{\text{SU}}^2} \quad (3.27)$$

3.5.2.1 Fehler bei der Lumineszenzmessung

Bei der Lumineszenzmessung selbst werden die Äquivalenzdosen Q_β und Q_α sowie der Intercept I bestimmt. Diese Größen weisen die Fehler δQ_β , δQ_α und δI auf, wobei es sich um absolute Standardabweichungen der entsprechenden Messgrößen handelt. Die Fehler sind untereinander nicht korreliert, entsprechend ergibt sich der gesamte Fehler bei der Lumineszenzmessung in Prozent zu:

$$\sigma_{\text{LM}}^2 = \left[\left(1 - \frac{Q_\beta + I}{Q_\beta} \cdot f_\alpha \right) \cdot \frac{100}{Q_\beta + I} \cdot \delta Q_\beta \right]^2 + \left[\frac{100}{Q_\beta + I} \cdot \delta I \right]^2 + \left[f_\alpha \cdot \frac{100}{Q_\beta} \cdot \delta Q_\alpha \right]^2 \quad (3.28)$$

3.5.2.2 Fehler bei der Bestimmung der jährlichen Dosis

Der Fehler bei der Bestimmung der Jahresdosis rührt von den dazu erforderlichen Messungen der α -Countrate, des Kaliumgehalts und der externen γ -Strahlung her. Er kann direkt in Dosisleistungsanteilen f_x ausgedrückt werden, wobei der resultierende Zahlenwert für σ_{JD} wie bei allen folgenden Formeln als relative Standardabweichung in Prozent zu verstehen ist. Dazu werden jeweils alle Dosisleistungsanteile, die von derselben Messung abhängen und deshalb korreliert sind, in der Gleichung in einem Term zusammengefasst:

$$\sigma_{\text{JD}}^2 = 25 \cdot \left[\underbrace{\left(f_\alpha + f_{\beta(\text{Th, U})} + f_{\gamma_{\text{int}}(\text{Th, U})} \right)^2}_{\text{abh. von } \alpha\text{-Countrate}} + \underbrace{\left(f_{\beta(\text{K, Rb})} + f_{\gamma_{\text{int}}(\text{K})} \right)^2}_{\text{abh. von Kaliumgehalt}} + f_{\gamma_{\text{ext}}}^2 \right] \quad (3.29)$$

3.5.2.3 Fehler durch steinige Umgebung am Fundort

Bei der Bestimmung der Umgebungsstrahlung wird angenommen, dass das Erdreich um die Probe homogen ist, was in der Praxis nicht der Fall sein muss. Felsen oder größere Steine können durch Abschirmung oder Streuung zu einer fehlerhaften Bestimmung der γ -Dosisleistung führen. Der Fehler wird folgendermaßen abgeschätzt:

$$\sigma_{\text{SU}} = 100 \cdot r \cdot f_\gamma \cdot \left(\frac{\dot{D}_{\text{E}} - \dot{D}_{\text{S}}}{\dot{D}_\gamma} \right) \quad (3.30)$$

wobei \dot{D}_{E} die γ -Dosisleistung des Erdreichs und \dot{D}_{S} die γ -Dosisleistung der Steine ist. r stellt den Gewichtsanteil der Steine am Bodenmaterial in der Probenumgebung dar.

3.5.3 Systematischer Fehler

Der gesamte systematische Fehler setzt sich aus dem gesamten Kalibrierungsfehler σ_{KG} , dem Fehler im Thorium/Uran-Verhältnis σ_{TU} und dem Fehler bei der Feuchtigkeitsmessung σ_{FM} zusammen.

$$\sigma_{\text{sys}} = \sqrt{\sigma_{\text{KG}}^2 + \sigma_{\text{TU}}^2 + \sigma_{\text{FM}}^2} \quad (3.31)$$

3.5.3.1 Gesamter Kalibrierungsfehler

Anders als viele andere Datierungsverfahren ist die Lumineszenzdatierung nicht relativ, für jede Probe wird unabhängig ein absolutes Alter bestimmt. Daher ist die Berücksichtigung von Kalibrierungsfehlern von besonderer Bedeutung. In den Gesamtfehler der Kalibrierung fließen verschiedene Einzelfehler ein, darunter die Kalibrierungsfehler sämtlicher Messinstrumente (beispielsweise α -Counter), jene bei der Kaliumgehaltbestimmung (durch den verwendeten K_2O -Standard) und jene der zur Datierung verwendeten Bestrahlungsquellen. Ausgedrückt in Dosisleistungsanteilen setzt man den Gesamtfehler der Kalibrierung folgendermaßen an:

$$\sigma_{\text{KG}}^2 = 25 \cdot \left[f_{\alpha}^2 + (1 - f_{\alpha})^2 + \left(f_{\alpha} + f_{\beta(\text{Th, U})} + f_{\gamma_{\text{int}}(\text{Th, U})} \right)^2 + \left(f_{\beta(\text{K, Rb})} + f_{\gamma_{\text{int}}(\text{K})} \right)^2 + f_{\gamma_{\text{ext}}}^2 \right] \quad (3.32)$$

3.5.3.2 Fehler im Thorium/Uran – Verhältnis

Wird das Thorium/Uran-Verhältnis nicht bestimmt, nimmt man im Regelfall an, dass die Aktivitäten gleich sind, also $\alpha_{\text{Th}} = \alpha_{\text{U}}$. Je nach tatsächlichem Verhältnis erhält man so fehlerhafte Werte, aber wie aus Gleichung 3.16 auf Seite 47 hervorgeht, liegt der Fehler für die β -Dosisleistung bei maximal 20%. Nimmt man an, dass ein Verhältnis von 2:1 (in beide Richtungen) mit einer Wahrscheinlichkeit von 68% nicht überschritten wird, beträgt der entsprechende Fehler lediglich etwa 7%. Für die γ -Dosisleistung gilt, wie in Gleichung 3.20 auf Seite 48 zu sehen ist, fast exakt dasselbe, jedoch mit entgegengesetztem Vorzeichen. Für die α -Dosisleistung hat der Fehler in der Praxis keine Auswirkung (siehe Gleichung 3.12). Der Gesamtfehler im Thorium/Uran-Verhältnis beträgt somit:

$$\sigma_{\text{TU}} = 14 \cdot \left| f_{\beta(\text{Th, U})} - f_{\gamma_{\text{int}}(\text{Th, U})} \right| \quad (3.33)$$

3.5.3.3 Fehler bei der Feuchtigkeitsmessung

Bei der Feuchtigkeitsmessung kann ein Fehler nicht nur bei der eigentlichen Messung auftreten, sondern vor allem auch durch die Ungewissheit über die Bedingungen während der Lagerung der Probe im Erdreich. Beispielsweise können sich der Grundwasserspiegel

oder andere Bodenverhältnisse geändert haben, darüber hinaus können die Niederschlagsmengen andere gewesen sein. Die Ungewissheit der Feuchtigkeit δF fließt in die Nenner der α -, β - und γ -Dosisleistungen ein, der dadurch verursachte Gesamtfehler beträgt:

$$\sigma_{\text{FM}} = 100 \cdot \left[(1.5 \cdot f_{\alpha} + 1.25 \cdot f_{\beta} + 1.14 \cdot f_{\gamma_{\text{int}}}) \cdot W + (1.14 \cdot f_{\gamma_{\text{ext}}}) \cdot W_S \right] \cdot \delta F \quad (3.34)$$

3.6 Grenzen der Lumineszenzdatierung

Die Lumineszenzdatierung ist selbstverständlich nur bei Materialien anwendbar, die Lumineszenz zeigen. Darüber hinaus ist durch den Effekt der Sättigung ein oberes Limit für das datierbare Alter gegeben, in der Praxis liegt es bei etwa 270.000 Jahren. Da dieser Effekt bei jeder Probe anders ausfällt, sind aber möglicherweise auch jüngere Proben problematisch. Abhängig von der Intensität der auf die Probe einwirkenden Strahlung, der Messgenauigkeit und der verwendete Methodik variiert auch das jüngste datierbare Alter. Mit der Pre-dose-Technik ist eine Datierung von Proben möglich, die nur 10 Jahre alt sind.

Wie in Abschnitt 3.5 beschrieben, wird die Datierung durch eine Vielzahl von Parametern beeinflusst, aber auch durch unzureichende Kenntnisse über die Bedingungen, denen die Probe im fraglichen Zeitraum ausgesetzt war. Abhängig von der Probe und der verwendeten Technik kann das Alter durch die Lumineszenzdatierung auf 7 – 15 % genau bestimmt werden, unter Umständen sind auch Genauigkeiten von 5 % möglich. Für Authentizitätsbestimmungen und Einordnungen in einen bestimmten Alterszeitraum sind diese Ergebnisse ausreichend. Soll das Alter präziser bestimmt werden, müssen die Umgebungsbedingungen genau erfasst werden und es muss an mehreren Stellen der Probe Material entnommen und datiert werden. Auf diese Weise kann unter bestimmten Bedingungen eine Genauigkeit von 2 % erreicht werden.

4 Arbeitsmethoden und Messanlagen

4.1 Bestimmung der Datierungsparameter

4.1.1 Probendimensionen

Die Bestimmung der Probendimensionen ist, wie in Abschnitt 3.4.3 beschrieben, für die Berechnung der internen und externen γ -Dosisleistung erforderlich. Das benutzte Altersberechnungsprogramm kann den Eigendosisanteil p für kugelförmige Proben sowie für flache Proben mit zwei parallelen Seitenflächen automatisch entsprechend den Formeln 3.23 und 3.24 bestimmen und in der Dosisleistungsberechnung berücksichtigen. Der Benutzer muss lediglich die Form der Probe auswählen und den Durchmesser beziehungsweise die Dicke eingeben.

4.1.2 Feuchtigkeitsbestimmung

In der Probe enthaltene Feuchtigkeit kann die Ergebnisse der Datierung deutlich beeinflussen, da sie einen Teil der Strahlung absorbiert (insbesondere α -Strahlung). Wird dies nicht berücksichtigt, rechnet man deshalb bei der Altersbestimmung mit zu hohen Jahresdosen.

Das Datierungsprogramm ermöglicht die Eingabe des Feuchtigkeitsanteils und der Gewichtszunahme bei Sättigung, um den Einfluss der Feuchtigkeit zu berücksichtigen. Um diese zwei Parameter zu bestimmen, geht man nach einem festgelegten Verfahren vor. Zunächst trennt man ein kleines Fragment der Probe im Originalzustand ab und bestimmt sein Gewicht, welches auch als Gewicht der feuchten Probe A bezeichnet wird. Sollte die Feuchtigkeit durch Transport oder Handhabung der Probe bereits vom ursprünglichen Zustand abweichen, muss man diesen Wert so gut wie möglich korrigieren. Als nächstes trocknet man das Fragment 4 Tage lang bei 80 °C und geöffneter Abzugsöffnung im Ofen, woraufhin es erneut abgewogen wird, um das Trockengewicht T der Probe zu bestimmen. Abschließend bewahrt man das Fragment für weitere 4 Tage in destilliertem Wasser auf und misst danach das Sättigungsgewicht S der Probe.

Mit diesen drei Messwerten kann man nun den Feuchtigkeitsanteil F und die Gewichtszunahme bei Sättigung W bestimmen:

$$F = \frac{A}{S} \quad (4.1)$$

$$W = \frac{S - T}{T} \quad (4.2)$$

4.1.3 Uran/Thorium – Verhältnis

Wie in Abschnitt 3.4.1 erläutert, ist es für die Berechnung der α -, β - und γ -Dosisraten wichtig, durch die Messung der Gesamtzahl der α -Zerfälle „ α “ und der Koinzidenzpaare d pro Kilosekunde das Uran/Thorium-Verhältnis zu bestimmen.

Der α -Zähler muss dabei nicht nur mit einer Koinzidenzschaltung Paarzerfälle erfassen können, sondern auch zwischen den langsamen Paaren (Halbwertszeit 0.15 s) der Thoriumreihe und den schnellen Paaren (Halbwertszeit 1.78 ms) der Uranreihe diskriminieren. Für diese Arbeit kam ein α -Counter des Typs 582 der Firma Daybreak zum Einsatz, der die erforderlichen Eigenschaften aufweist und die Ausbreitung des Probenstaubs auf eine Messfläche mit 42 mm Durchmesser erlaubt.

4.1.3.1 Arbeitsweise des α – Zählers

In Abbildung 4.1 ist der α -Counter beim Messvorgang schematisch dargestellt.

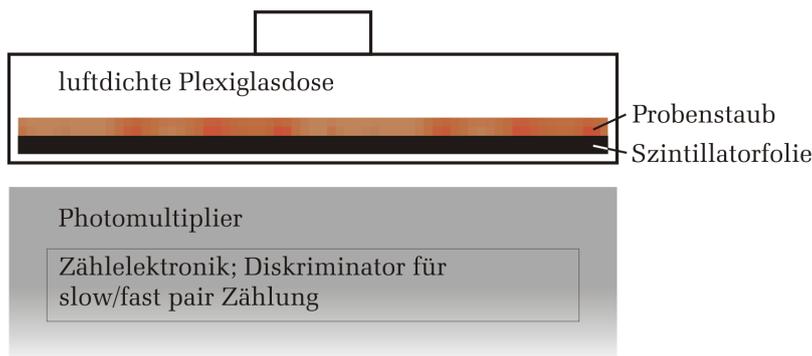


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung des α -Counters

Der Probenstaub wird in einer luftdichten Plexiglasdose auf eine Szintillatorfolie aufgetragen, so dass diese vollständig bedeckt ist. Eine dickere Belegung ist zwar aufgrund der geringen Reichweite der α -Strahlung für das Messergebnis unerheblich, garantiert aber vollständige Abdeckung auch bei kleinen Verrutschungen des Probenmaterials durch das Hantieren. Die Szintillatorfolie hat auf der dem Probenstaub zugewandten Seite eine Zinksulfidschicht, welche durch die einfallenden α -Teilchen zur Lichtemission angeregt wird. Unter der Plexiglasdose mit der Szintillatorfolie befindet sich ein Photomultiplier, um diese Lichtblitze zu verstärken und zu messen. Die Lichtblitze treffen dabei auf eine Photokathode und lösen Photoelektronen heraus. Hinter der Photokathode sind weitere

Dynoden mit konstanten Spannungsdifferenzen angebracht, wodurch die Elektronen immer zur jeweils nächsten Dynode hin beschleunigt werden und dort einen ganzen Schauer an Sekundärelektronen erzeugen. Auf diese Weise vervielfacht sich die Anzahl der Elektronen mit jeder weiteren Dynode, bis sie schließlich bei der Anode als deutlicher Stromimpuls messbar sind. Eine nachgeschaltete Elektronik zählt die Zerfälle und unterscheidet die Koinzidenzpaare.

4.1.3.2 Messablauf

Vor der eigentlichen Messung wird mit dem α -Counter erst der aktuelle Backgroundwert bestimmt. Dazu wird die Plexiglasdose lediglich mit einer Szintillatorfolie bestückt, die aber nicht mit Probenmaterial bedeckt wird. Nun misst man für mehrere Tage die registrierten Zerfälle und Paare, notiert die gemessenen Werte und setzt das Zählwerk wieder zurück. Nun trägt man wie oben beschrieben den Probenstaub auf die Szintillatorfolie auf und misst abermals für mehrere Tage. Zur Auswertung der erhaltenen Werte dient das Programm ALCTR.EXE, welches von Gratzl (1989) entwickelt wurde. Hier können für die Backgroundbestimmung und Messung jeweils die registrierten Werte sowie Beginn und Ende der Messung angegeben werden, woraus das Programm die für die Datierung benötigten Zählraten α und d berechnet. Abbildung 4.2 zeigt das Ergebnis einer solchen Berechnung.

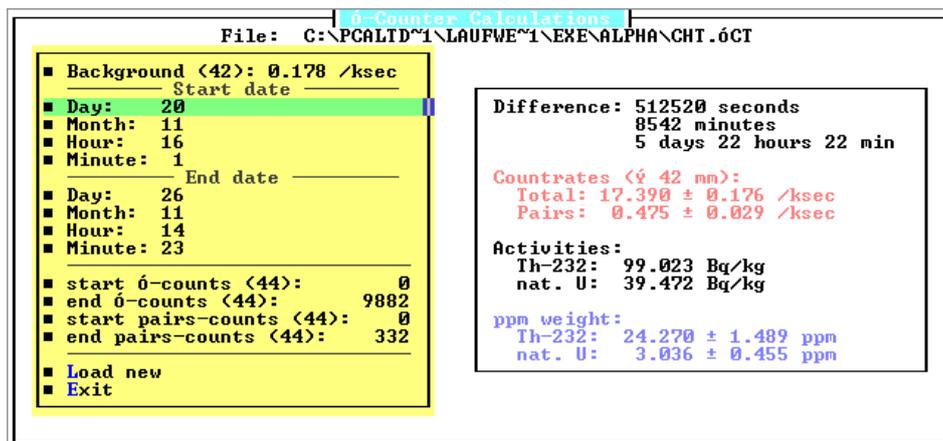


Abbildung 4.2: Beispiel einer Berechnung der α -Zählraten mit dem Programm ALCTR.EXE. Links sind Messbeginn, Messende, der zuvor berechnete Backgroundwert und die registrierten Zerfälle und Koinzidenzpaare eingetragen, rechts sind daraus folgende Werte wie Messdauer, Zählraten und Isotopenkonzentrationen zu sehen.

Die erhaltenen Zählraten können in das Altersberechnungsprogramm eingegeben werden, wodurch sie automatisch in die Datierung mit einbezogen werden.

4.1.4 Kaliumanteil

Für die Berechnung der β - und γ -Dosisleistungen ist unter anderem der Anteil an ^{40}K in der Probe relevant. Im Datierungsprogramm ist die Eingabe des Gewichtsanteils von K_2O erforderlich, welcher durch Multiplikation des Kaliumanteils mit dem Faktor 1.205 errechnet wird, um das Gewicht des Sauerstoffatoms zu berücksichtigen. Zur Bestimmung des Kaliumanteils gibt es verschiedene Möglichkeiten, darunter die Gamma-spektrometrie und die im Folgenden beschriebene Neutronenaktivierungsanalyse (NAA). Die Neutronenaktivierungsanalyse erfordert Zugang zu einer Neutronenquelle und ist relativ arbeitsintensiv, man benötigt jedoch nur Probenmaterial im Milligrammbereich. Für die einfacher durchzuführende Gamma-spektrometrie sind hingegen Probenmengen von 20 g und mehr erforderlich, weswegen nur der gemittelte Kaliumanteil eines relativ großen Probenvolumens bestimmbar ist und die Methode bei einer Vielzahl von Proben überhaupt nicht eingesetzt werden kann. Ein Gamma-spektrometer ist für beide Verfahren erforderlich.

4.1.4.1 Prinzip der Neutronenaktivierungsanalyse

Die Neutronenaktivierungsanalyse ermöglicht es, die in einer Probe enthaltenen Elemente qualitativ und quantitativ zu bestimmen. Zu diesem Zweck werden Elemente in der zu analysierenden Substanz durch Wechselwirkung mit Neutronen aktiviert, also in Radionuklide umgewandelt. Diese Radionuklide zerfallen unter Aussendung einer charakteristischen Strahlung, aus deren Intensität man auf die Konzentration des jeweiligen Ursprungsnuklids schließen kann. Eine detaillierte Beschreibung der Neutronenaktivierungsanalyse ist in Bichler (2007) zu finden.

4.1.4.2 Aktivierungsgleichung

Zur Aktivierung wird das Probenmaterial mit Neutronen bestrahlt, die üblicherweise eine konstante Flussdichte Φ aufweisen. Die Zahl N der beschossenen Kerne eines bestimmten Nuklids ändert sich während der Bestrahlungszeit nur um einen vernachlässigbaren Betrag. Die Bildungsrate r , also die Anzahl der pro Zeiteinheit entstandenen Radionuklide, ist daher ebenfalls konstant und zu Φ und N proportional. Bezeichnet man die Zahl der Radionuklide mit N^* , so ist deren Änderungsrate damit gleich der Bildungsrate abzüglich der Zerfallsrate der bereits existierenden Radionuklide:

$$\frac{dN^*}{dt} = r - \lambda N^* \quad (4.3)$$

Daraus ergibt sich für $N^* = 0$ bei $t = 0$:

$$N^* = \frac{r}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda t}) \quad (4.4)$$

Nimmt man für die betrachteten Kerne N einen Aktivierungsquerschnitt σ an, kann man damit die Aktivität A ausdrücken:

$$A = \sigma\Phi N \cdot (1 - e^{-\lambda t}) \quad (4.5)$$

Mit zunehmender Zeit t nähert sich die Aktivität also, wie in Abbildung 4.3 zu sehen ist, einer Sättigungsaktivität A_s an, bei der die Bildungsrate gleich der Zerfallsrate ist:

$$A_s = \sigma\Phi N \quad (4.6)$$

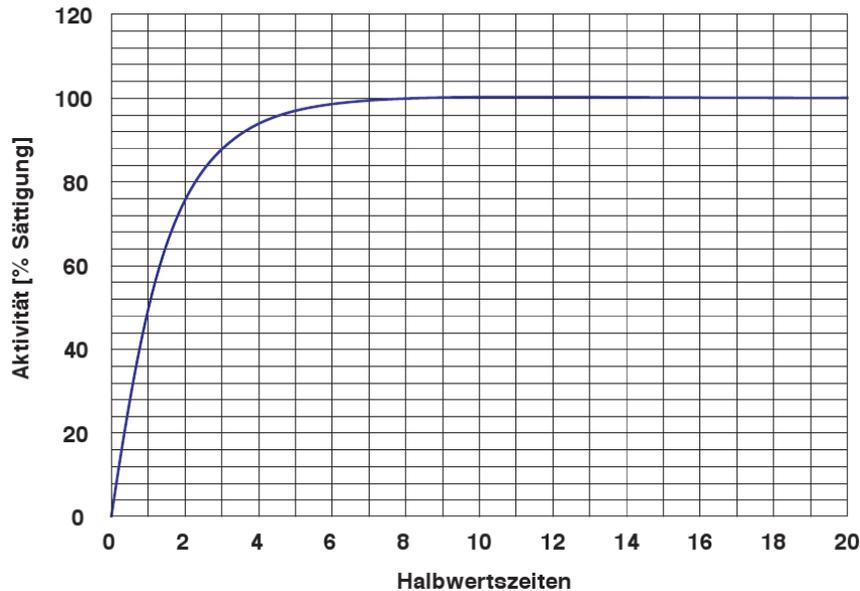


Abbildung 4.3: Aktivitätsannäherung an die Sättigungsaktivität A_s , aus Bichler (2007)

4.1.4.3 Probenaufbereitung

Für die Neutronenaktivierungsanalyse ist Material erforderlich, das homogen und repräsentativ für die Probe ist. Zu diesem Zweck wird ein ausreichend großer Teil der Probe zermahlen und davon eine für die Untersuchung ausreichende Menge entnommen. Dabei ist vor allem die Möglichkeit einer Verunreinigung durch die benutzten Werkzeuge zu beachten – das resultierende Material kann beispielsweise durch Abrieb von Hammer, Meißel oder Mahlgefäß kontaminiert sein, bei der Gewinnung durch Abbohren auch durch Abrieb des Bohrkopfes.

Konkret wird bei der Aufbereitung folgendermaßen vorgegangen:

1. Mit Hammer und Meißel spaltet man repräsentative Stückchen der Probe ab oder bohrt mit einem Hartmetallbohrer an passender Stelle ein Loch, wobei man den anfallenden Probenstaub sammelt.

2. Das so gewonnene Material wird in einer Reibschale fein gemahlen und der homogenisierte Staub in einem gereinigten Glasgefäß gesammelt.
3. Um Verfälschungen durch Feuchtigkeit zu vermeiden, stellt man das Glasgefäß für 24 h bei 110 °C zur Trocknung in einen Ofen.
4. Schließlich wird eine kleine Menge des Materials (etwa 100 mg) in geeignet gewählte Bestrahlungsbehälter eingewogen und luftdicht verschlossen.
5. Alle so präparierten Behälter einer Messreihe werden in einer Bestrahlungskapsel gesammelt und im Reaktor dem Neutronenfluss ausgesetzt.

4.1.4.4 Aktivierung

Bei der Bestimmung der Bestrahlungszeit muss darauf geachtet werden, dass die resultierende Aktivität der Probe nicht höher ist als notwendig (ALARA-Prinzip: As Low As Reasonably Achievable). Die optimale Bestrahlungszeit für eine bestimmte Messung hängt neben diesem Kriterium von den Halbwertszeiten der erzeugten Radionuklide ab. Jene mit geringerer Halbwertszeit erreichen während der Bestrahlung schneller die Sättigungsaktivität, klingen aber nach dem Ende der Bestrahlung auch entsprechend schneller ab. Die Aktivitäten der Elemente nach verschiedenen Bestrahlungszeiten bei typischen Neutronenflüssen und die jeweiligen Sättigungsaktivitäten können in Tabellen nachgeschlagen werden.

Im Reaktor des Atominstututs beträgt der maximale Neutronenfluss im zentralen Bestrahlungsrohr $10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Zur Bestimmung der Kaliumkonzentration wird das Radionuklid ^{42}K benutzt, welches durch Neutroneneinfang aus dem mit einem Anteil von 6.73% natürlich vorkommenden ^{41}K entsteht:



Das so erzeugte ^{42}K zerfällt mit einer Halbwertszeit von 12.36 h, wobei es γ -Strahlung mit einer charakteristischen Energie von 1525 eV abgibt:



Aufgrund der Halbwertszeit ist eine Bestrahlung von einer Stunde für eine Messung des Kaliumgehalts ausreichend, danach lässt man die Bestrahlungskapsel 12 – 16 h in einem Bleischrank abklingen. Ist die Aktivität danach im zulässigen Bereich, kann die Kapsel an einem geeigneten Platz mit laufendem Luftabzug unter Verwendung einfacher Schutzkleidung geöffnet und die Bestrahlungsbehälter mit einer langen Pinzette entnommen werden.

4.1.4.5 Messung

Die Messung erfolgt mittels Gammaskpektrometrie, einer wichtigen Messmethode für Umweltproben. Die dafür nötige Anlage besteht hauptsächlich aus einem Detektor zur Umwandlung der Gammastrahlung in energieproportionale elektrische Impulse, einem Vielkanal-Analysator zur Speicherung und Einteilung dieser Impulse und aus einem Computer, auf dem eine geeignete Software zur Messauswertung läuft. Auf diese Weise können nicht nur vorhandene Radionuklide anhand ihrer Gammastrahlung erkannt, sondern auch deren Aktivitäten berechnet werden. Dies gilt natürlich nur für solche Radionuklide, die einen eindeutig identifizierbaren und hinreichend wahrscheinlichen Gammaübergang aufweisen. Zur Bestimmung der Kaliumkonzentration wird wie erwähnt die Messung der Aktivität von ^{42}K herangezogen.

4.1.4.6 Auswertung

Die verwendete Auswertungssoftware kann automatisch Peaks in einem Gammaskpektrum erkennen, die Peakfläche mit abgezogenem Hintergrund bestimmen und das Ergebnis einem Radionuklid zuordnen. Die Peakfläche ist der Aktivität dieses Radionuklids proportional.

Prinzipiell ist bei bekannter Probengeometrie im Detektor und Kenntnis von weiteren Faktoren wie beispielsweise der Detektor-Totzeit eine direkte Bestimmung der Aktivität eines Radionuklids möglich. Ebenso kann man bei exakt bekanntem Neutronenfluss während der Aktivierung unter Berücksichtigung weiterer Einflüsse wie Selbstabschirmung der Probe oder Abschirmung durch den Probenbehälter aus einer bekannten Aktivität auf die Konzentration des Ursprungsnuklids schließen, wenn man auch noch dessen Aktivierungsquerschnitt kennt. Diese Methode ist jedoch durch die vielen möglichen Fehlerquellen nur sehr schwer korrekt durchzuführen.

Deutlich einfacher (und üblicher) ist der Vergleich mit einem Standard. Ein Standard ist ein Referenzmaterial, das der Probe möglichst ähnlich ist, dessen Zusammensetzung jedoch genau bekannt ist. Probe und Standard werden dabei in die gleichen Behälter verpackt, in derselben Bestrahlungskapsel aktiviert und nach der Abklingphase auf die gleiche Weise gemessen, sodass nach Berücksichtigung des steten Zerfalls das Verhältnis der gemessenen Peaks direkt dem Masseverhältnis des zugehörigen Radionuklids entspricht.

Identische Messzeiten für alle Proben und Standards vorausgesetzt, bezeichnet man zur Berechnung der Konzentration eines Radionuklids zunächst die gemessenen Impulse beim zugehörigen Peak als Aktivität A_t – die Aktivität zum Startzeitpunkt t der Messung. Da die Messungen zu verschiedenen Zeiten t erfolgen, ergibt sich bei bekannter Zerfallskonstante $\lambda = \frac{\ln(2)}{\tau}$ des Nuklids und der Probenmasse m die folgende spezifische Aktivität S zum Zeitpunkt $t_0 = 0$:

$$S = \frac{1}{m} \cdot \underbrace{A_t \cdot e^{\lambda t}}_{A_0} \quad (4.9)$$

Diese spezifischen Aktivitäten S sind den Konzentrationen C des Radionuklids und damit auch jenen des ursprünglichen Nuklids, das aktiviert wurde, proportional. Die Konzentrationen in den Standards sind bekannt, woraus sich direkt die gesuchten Konzentrationen in den Messproben ergeben:

$$C_{\text{Probe}} = \frac{S_{\text{Probe}}}{S_{\text{Standard}}} \cdot C_{\text{Standard}} \quad (4.10)$$

4.1.5 Gammaskpektrometrie

Wie bereits erwähnt ist die Bestimmung der Probenzusammensetzung, insbesondere der Anteil von Thorium, Uran und Kalium, auch mittels Gammaskpektrometrie möglich. Voraussetzung dafür ist jedoch eine ausreichende Menge an Material, mindestens 20 g sind für eine Messung empfehlenswert. Da bei der Gammaskpektrometrie ebenfalls durch den Vergleich der Probe mit Referenzmaterialien gearbeitet wird, ergibt sich die im konkreten Fall benötigte Materialmenge aus der durch die Standards vorgegebenen Probengeometrie.

Die für die Gammaskpektrometrie erforderliche Messanlage ist im Rahmen der Neutronenaktivierungsanalyse in Abschnitt 4.1.4.5 beschrieben. Der Messvorgang selbst ist bei den beiden Verfahren im Prinzip derselbe, allerdings werden bei der reinen Gammaskpektrometrie anstelle von künstlich erzeugten, hochaktiven Radionukliden in einer sehr kleinen Probenmenge die natürlich vorkommenden Radionuklide in einer deutlich größeren Probenmenge erfasst. Auf diese Weise kann man zum Beispiel den Gammaübergang von ^{40}K direkt messen, bei Thorium und Uran auch Übergänge von Zwischenprodukten aus der jeweiligen Zerfallsreihe.

Die Auswertung über die Fläche des einem Übergang zugeordneten Peaks läuft nach demselben Schema ab wie bei der Neutronenaktivierungsanalyse. Anders als bei der NAA setzt man aber hier voraus, dass sich sowohl Probe als auch Standard im radioaktiven Gleichgewicht befinden. Die bei einem bestimmten Peak gemessenen Impulse pro Sekunde und Gramm Material (die spezifische Aktivität S_{Probe} beziehungsweise S_{Standard}) sind der Konzentration des zugehörigen Radionuklids direkt proportional. Da die Konzentration im Standard (C_{Standard}) bekannt ist, kann jene in der Probe mit derselben Formel wie bei der Neutronenaktivierungsanalyse berechnet werden:

$$C_{\text{Probe}} = \frac{S_{\text{Probe}}}{S_{\text{Standard}}} \cdot C_{\text{Standard}} \quad (4.11)$$

wobei das Verhältnis $S_{\text{Probe}}/S_{\text{Standard}}$ aufgrund des angenommenen radioaktiven Gleichgewichts für alle Tochternuklide einer Zerfallsreihe jenem des Mutternuklids entsprechen sollte.

4.1.6 Umgebungsstrahlung

Die Dosisleistung der externen γ -Strahlung und der kosmischen Strahlung kann, wie in Abschnitt 3.4.3 beschrieben, entweder mit einem Szintillationsmessgerät oder mittels TL-Dosimetern vor Ort erfasst werden, oder aus Strahlenkarten abgelesen werden. Die durch eine dieser Methoden bestimmten Werte kann man direkt in das Altersbestimmungsprogramm eintragen, um sie in die Berechnung mit einzubeziehen.

4.2 Probenaufbereitung (Feinkorntechnik)

Die Aufbereitung der zu datierenden Proben für die Lumineszenzmessung ist ein besonders heikler Arbeitsschritt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden sämtliche Proben sowohl für TL als auch für OSL mit der Feinkorntechnik aufbereitet. Wie in Abschnitt 3.3.1 beschrieben, ist es für die Datierung mit der Feinkorntechnik wichtig, Probenstaub aus dem Inneren der Probe mit Korndurchmessern von 1 – 8 μm zu gewinnen. Um den gewonnenen Staub mit den verwendeten Messanlagen untersuchen zu können, muss er darüber hinaus homogen auf Aluminiumplättchen mit 10 mm Durchmesser verteilt werden. Die dazu notwendigen Schritte werden in diesem Kapitel beschrieben. Besonders zu beachten ist, dass alle Prozeduren mit zu datierendem Material nur in gedämpftem Rotlicht durchgeführt werden dürfen, da sonst unbeabsichtigt Traps durch Bleichen geleert werden, was das Ergebnis verfälschen würde.

4.2.1 Reinigung von Laborutensilien

Bechergläser Bechergläser sollten zuerst mit Leitungswasser ausgespült und mit einem Blatt Küchenrolle trockengewischt werden, um grobe Verunreinigungen zu entfernen. Anschließend spült man die gesamte Innenseite mit Aceton ab und hält das Glas für kurze Zeit ins Ultraschallbad. Das Aceton wird abgeleert und das Glas mit einem frischen Blatt Küchenrolle ausgewischt.

Reagenzgläser Reagenzgläser werden ebenso wie Bechergläser gereinigt. Das Auswischen ist allerdings etwas schwieriger, hier empfiehlt es sich, ein Blatt Küchenrolle mit kontinuierlichen Drehbewegungen in das Reagenzglas bis zum Boden zu stopfen und wieder herauszuziehen.

Aluminiumständer Die Aluminiumständer werden zuerst grob mit Leitungswasser ausgespült. Danach werden sie im Ultraschallbad versenkt, so dass die Luft aus den Öffnungen entweicht, unter Wasser umgedreht und so mit den Öffnungen nach unten auf den Käfigboden gestellt. Nach 5 Minuten Ultraschallbehandlung werden sie wieder herausgenommen, kurz abgespült und die Öffnungen mit Wattestäbchen nachgereinigt,

um die Probenrückstände früherer Aufbereitungen zu entfernen. Anschließend werden die Ständer fast bis zum Rand mit Aceton gefüllt. So wird jeder Ständer nun wiederum für 5 Minuten ins Ultraschallbad gehalten, wobei man darauf achten muss, die Ständer nicht zu tief einzutauchen, damit das Wasser nicht in die Öffnungen laufen kann. Danach wird das Aceton abgeleert.

Aluminiumplättchen Die Aluminiumplättchen werden in ein kleines Becherglas gegeben, mit Aceton bedeckt und für 2 Minuten in das Ultraschallbad gehalten. Danach wird das Aceton abgeleert. Diese Prozedur wird nun nach Bedarf wiederholt. Abschließend kann man die Plättchen wenn nötig noch mit Küchenrolle nachputzen.

Reibschale Für die Reinigung der Reibschale ist spezieller, synthetischer Siliziumsand vorgesehen. Man gibt ein wenig davon in die Reibschale und benutzt sie dann so, als ob man den Sand zerreiben wollte. Danach schüttet man den Sand weg. Bei besonders starken Verunreinigungen kann dieser Vorgang auch wiederholt werden.

4.2.2 Bohren / Mahlen

Um Material aus dem Probeninneren in Form kleiner Körner zu bekommen, stehen zwei Methoden zur Auswahl: Bohren und Mahlen. Bohren ist typischerweise schonender für die Probe und begrenzt die Beschädigungen auf ein notwendiges Minimum. Mahlen hat hingegen den Vorteil, eine höhere Ausbeute an Probenstaub zu erzielen und das Material dabei weniger zu erwärmen.

4.2.2.1 Vorbereitung

Vor Beginn der Arbeit sollte der eingesetzte Bohrkopf gereinigt werden, um eine Kontamination des Probenmaterials zu vermeiden. Der Bohrkopf kann dazu in einem mit ein wenig Aceton gefüllten Becherglas kurz in das Ultraschallbad gehalten werden. Ebenfalls erforderlich sind zwei oder drei saubere Papierblätter und ein gereinigtes Reagenzglas.

Für das Mahlen werden darüber hinaus auch Hammer, Meißel und eine saubere Reibschale benötigt. Der Meißel sollte vor der Benutzung kurz mit destilliertem Wasser abgespült und mit einem Stück Küchenrolle trockengewischt werden.

4.2.2.2 Bohren

Die Arbeitsprozedur beim Bohren besteht prinzipiell aus zwei Schritten:

1. Abbohren der Probenoberfläche auf einem kleinen Bereich bis in 2 mm Tiefe, um Zugang zu jenem Material zu haben, das definitiv keiner Sonnenstrahlung ausgesetzt war und bei dem die externe α - und β -Strahlung nicht berücksichtigt werden muss. Der dabei entstehende Staub kann auf einem Blatt Papier aufgefangen und als Material für den α -Counter benutzt werden (für eine ausreichende Menge muss mehr Material abgebohrt werden als alleine für den Zugang zum Probeninneren nötig wäre, man kann aber natürlich ohne Bedenken tiefer als 2 mm bohren).
2. Abbohren des Materials aus dem Probeninneren. Der dabei anfallende Probenstaub wird auf einem anderen Blatt Papier gesammelt und dient als Ausgangsmaterial für die Fraktionierung. Kann man mit dem Material ein Reagenzglas zu etwa 0.5 cm auffüllen, sollte die Menge für eine Datierung ausreichen (generell gilt: je feiner das Material, desto weniger wird benötigt).

Bei dieser Arbeit darf der Bohrer nicht mit zu hoher Drehzahl betrieben werden, da sich das Material sonst erwärmt und Elektronenfallen entleert werden. Die Drehzahl sollte demzufolge so gering wie möglich gewählt werden. Ein anderer wichtiger Punkt ist die Vermeidung von Kontaminationen des Probenstaubs, welche beispielsweise auftreten können, wenn der Staub die Außenseite der Probe berührt. Schließlich sollte man noch darauf achten, als Bohrstelle ein Gebiet mit möglichst homogener Materialbeschaffenheit auszuwählen, da abgebohrte Einschlüsse die Datierung negativ beeinflussen können.

4.2.2.3 Mahlen

Beim Mahlen lässt sich die Prozedur in drei Schritte unterteilen:

1. Abfräsen der äußeren Oberfläche. Dazu wählt man den Teil der Probe aus, der gemahlen werden soll, und entfernt mit einem geeigneten Bohrkopf die gesamte Oberfläche bis in 2 mm Tiefe, wodurch man beim verbleibenden Material die externe α - und β -Strahlung nicht berücksichtigen muss. Der bei diesem Schritt entstehende Staub kann auf einem Blatt Papier aufgefangen und als Material für den α -Counter benutzt werden. Ist die Oberfläche entfernt, spaltet man einen Teil mit Hammer und Meißel von der restlichen Probe ab.
2. Zerkleinern der Fragmente. Der oder die abgespalteten Teile sind üblicherweise zu groß, um sie direkt mahlen zu können, daher werden sie in ein sauberes Blatt Papier verpackt, welches mehrmals gefaltet wird. Die Fragmente können dann durch wenige Hammerschläge zertrümmert werden.
3. Mahlen der Fragmente. Die verbliebenen kleinen Bruchstücke können nun in der Reibschale mit einem Stößel zermahlen werden. Im Normalfall kann man aufhören, wenn man beim Mahlen keine fühlbaren Körner mehr bemerkt. Das resultierende feine Material kann nun für die Fraktionierung herangezogen werden. Füllt das Material ein Reagenzglas zu etwa 0.5 cm, sollte die Menge für eine Datierung ausreichen.

4.2.3 Fraktionieren

Durch das Fraktionieren werden aus dem Probenstaub Körner mit ungeeignetem Korndurchmesser (kleiner als $1\ \mu\text{m}$ oder größer als $8\ \mu\text{m}$) in ausreichendem Ausmaß herausgefiltert. Die Selektion basiert dabei auf dem Stokes'schen Fallgesetz, welches für Partikel in einer Flüssigkeit deren Sedimentationsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von Dichteunterschied, Viskosität und Partikelradius ausdrückt.

4.2.3.1 Vorbereitung

Für das Fraktionieren wird ein Reagenzglas benötigt, in dem sich der Probenstaub befindet, sowie ein 200 ml fassendes Becherglas, ein weiteres (zentrifugentaugliches) Reagenzglas und eine Stoppuhr. Alle Gläser sollten bei einer Höhe von 6 cm eine gut sichtbare Markierung aufweisen. Außerdem sind hochreines Aceton, destilliertes Wasser sowie 5%ige Essigsäure erforderlich.

4.2.3.2 Durchführung

Das Vorgehen umfasst die folgenden Schritte:

1. Der Probenstaub im Reagenzglas wird mit reinem Aceton bis zur 6 cm-Markierung aufgeegossen. Nach 2 Minuten wird die Flüssigkeit mit den noch in Schwebelage befindlichen Teilchen vorsichtig in das Becherglas abgeleert, ohne den Bodensatz mitzunehmen. Diesen Vorgang wiederholt man, bis das Becherglas ebenfalls bis zur 6 cm-Markierung gefüllt ist. Die Flüssigkeit im Reagenzglas wird dabei von Mal zu Mal heller, da die Ausbeute geringer wird. Im Becherglas sollte sich auf diese Weise nur Material mit einem Korndurchmesser von $\leq 8\ \mu\text{m}$ befinden.
2. Die Flüssigkeit im Becherglas wird einmal gut umgerührt. Nachdem sie zur Ruhe gekommen ist, wartet man 20 Minuten und leert das Aceton ab, wobei man wiederum den Bodensatz zurücklässt, der nun eine Korngröße von $1 - 8\ \mu\text{m}$ aufweisen sollte.
3. In das Becherglas gibt man etwas Aceton und hält es für 2 – 3 Minuten ins Ultraschallbad, um den Bodensatz aufzulockern. Nun leert man den Bodensatz in das zweite Reagenzglas (Rückstände im Becherglas können auch ein zweites Mal mit Aceton aufgelockert und dazugeleert werden) und gibt es für 2 – 3 Minuten in die Zentrifuge. Danach leert man das Aceton ab.
4. Die Probe wird mit 5%iger Essigsäure auf 1 – 2 cm aufgeegossen und für 10 Minuten in das Ultraschallbad gehalten. Dadurch werden die Körner aufgelockert und gereinigt. Anschließend wird die Probe wieder 2 – 3 Minuten zentrifugiert und die Essigsäure abgeleert.

5. Um die Essigsäure aus der Probe zu entfernen und Effekte wie Chemilumineszenz zu vermeiden, wird das Reagenzglas mit destilliertem Wasser bis zur 6 cm-Markierung aufgefüllt und für 2 – 3 Minuten ins Ultraschallbad gehalten. Anschließend gibt man das Glas wieder 2 – 3 Minuten in die Zentrifuge und leert das destillierte Wasser ab.
6. Schritt 5 wird noch einmal wiederholt.
7. Nun wird die Probe mit Aceton bis zur 6 cm-Markierung aufgegossen und für 2 – 3 Minuten ins Ultraschallbad gehalten. Danach wird sie 2 – 3 Minuten lang zentrifugiert und das Aceton abgeleert.
8. Schritt 7 wird noch einmal wiederholt.
9. Die Probe wird nochmals mit Aceton bis zur 6 cm-Markierung aufgegossen und kurz umgerührt. Nachdem die Flüssigkeit zur Ruhe gekommen ist, wartet man 20 Minuten und leert sie vorsichtig ab. Dadurch sollten die Körner mit einer Größe von weniger als 1 μm , die durch den Essigreinigungszyklus entstanden sind, wieder entfernt werden.
10. Der Bodensatz im Reagenzglas wird im Ofen bei 40 °C mindestens 8 Stunden lang getrocknet. Längere Trockenzeiten haben keine schädlichen Auswirkungen.

4.2.3.3 Abwägen

Ist das verbleibende Probenmaterial vollständig getrocknet, muss es noch abgewogen werden. Zu diesem Zweck, und zur bequemen Aufbewahrung, benötigt man eine oder mehrere lichtundurchlässige Filmdosen.

1. Man schätzt anhand des Bodensatzes grob ab, auf wie viele Filmdosen man das Material aufteilen will. Die entsprechende Anzahl wird durch Abspülen mit Leitungswasser und danach mit destilliertem Wasser gereinigt und mit Küchenrolle gründlich getrocknet.
2. Man verschließt die Filmdosen, wiegt sie einzeln mit einer empfindlichen Waage und notiert das Ergebnis.
3. Der Bodensatz wird mit Hilfe eines sauberen kleinen Spatels auf die Filmdosen aufgeteilt. Diese werden abermals gewogen und die Differenz zum vorherigen Ergebnis berechnet, um das Gewicht des darin enthaltenen Probenstaubs zu bestimmen.

4.2.4 Sedimentieren

Das Verfahren zur Sedimentation wurde ebenso wie die dabei verwendeten Aluminiumständer von Primerano (1999) entwickelt.

4.2.4.1 Vorbereitung

Zum Sedimentieren werden Aluminiumständer, Aluminiumplättchen sowie ein großes (200 ml) und ein kleines (100 ml) Becherglas benötigt, die natürlich alle sauber sein müssen. Darüber hinaus ist hochreines Aceton, eine normale Pipette und eine Mikropipette erforderlich. Die Pipetten können durch Aufziehen von Aceton gereinigt werden.

4.2.4.2 Durchführung

1. Die Aluminiumständer werden auf eine vibrationsfreie Arbeitsfläche gestellt. Die Aluminiumdisks werden in die Öffnungen gelegt, so dass sie am Boden plan aufliegen.
2. Das große Becherglas wird mit hochreinem Aceton gefüllt, es dient als Reservoir für die Pipetten.
3. Die Plättchen werden mit Aceton benetzt. Dafür reicht es aus, mit der Mikropipette in jede Öffnung $\frac{1}{2}$ ml oder weniger zu füllen.
4. Der Probenstaub wird in das kleine Becherglas geleert und anschließend mit der normalen Pipette mit einer geeigneten Menge Aceton aufgegossen. Je nach Situation sollten in 1 ml Lösung 1 – 2 mg Probenmaterial enthalten sein, für gewöhnlich bewegt man sich bei TL eher am unteren Ende, bei OSL eher am oberen. Die Lösung wird nun für 1 Minute ins Ultraschallbad gehalten, danach sollte kein Bodensatz mehr erkennbar sein.
5. In jede Öffnung wird unabhängig von Konzentration und Lösungsmenge 1 ml der Lösung pipettiert. Dies kann entweder geschehen, indem die Mikropipette langsam und gleichmäßig knapp über der Oberfläche der Aluminiumdisk in deren Mitte entleert wird, oder indem die Mikropipette an die Wand gehalten wird und dort gleichmäßig entleert wird. Je nach Probenmaterial erbringt die eine oder die andere Methode bessere Ergebnisse. Die Lösung sollte dabei nach einigen Pipettierungsvorgängen wieder ins Ultraschallbad gehalten werden, um die Ausbildung von Bodensatz zu verhindern.
6. Die fertig pipettierten Ständer werden für 20 Minuten stehen gelassen, damit sich ein Großteil der Probenpartikel gleichmäßig auf die Oberfläche der Aluminiumplättchen absinken kann.
7. Die Ständer werden nun vorsichtig auf die große Steinplatte im Ofen gestellt und dort bei 40 °C für mindestens 8 Stunden getrocknet. Längere Trockenzeiten haben keine schädlichen Auswirkungen.
8. Nach der Trocknungsphase werden die Plättchen aus den Ständern genommen. Dazu legt man ein sauberes Blatt Papier auf die Arbeitsfläche und kippt den Aluminiumständer vorsichtig über die kurze Seite in Richtung der Unterlage. Die meisten Plättchen werden dabei nicht herausfallen. Wenn man einen Winkel von

etwa 25° zum Lot erreicht hat, klopft man einmal (beispielsweise mit der Rückseite einer Pinzette) auf den Ständerboden, woraufhin die verbleibenden Plättchen auf das Papier fallen sollten, der Großteil davon hoffentlich mit der beschichteten Seite nach oben. Den Rest kann man mit einer Pinzette vorsichtig wenden. Die Plättchen sollten von nun an in den dafür vorgesehenen lichtdichten Mappen aufbewahrt werden.

4.3 Messung

4.3.1 TL

4.3.1.1 Messgerät

Zur Ausmessung der Plättchen mittels TL wird eine automatisierte Messanlage benutzt, die sogenannte HVK, welche in Abbildung 4.4 zu sehen ist. Der Name setzt sich aus den Anfangsbuchstaben der Gründungsväter der Anlage zusammen: Henzinger, Vana und Kubelik.



Abbildung 4.4: Foto der TL-Messanlage

Die Messanlage besteht im Wesentlichen aus einem beweglichen Ring, auf dem die Proben platziert werden können, einer Messkammer mitsamt Heizelement und Photomultiplier und aus einer α -Quelle (^{241}Am) sowie einer β -Quelle ($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$).¹ Eine schematische Darstellung davon zeigt Abbildung 4.5. An die Anlage sind außerdem eine Vakuumpumpe, eine Druckflasche mit hochreinem Stickstoff und ein Steuerungscomputer angeschlossen. Durch ein Programm auf dem Computer kann man Bestrahlungsarten und -zeiten für mehrere Proben festlegen, woraufhin das Programm nach Einbringen der Proben automatisch die Anlage evakuiert, die Proben bestrahlt, tempert, unter Stickstoff ausmisst und die Ergebnisse abspeichert. Eine detaillierte Beschreibung der HVK ist in der Dissertation von Henzinger (1993) zu finden, in deren Rahmen sie entwickelt wurde.

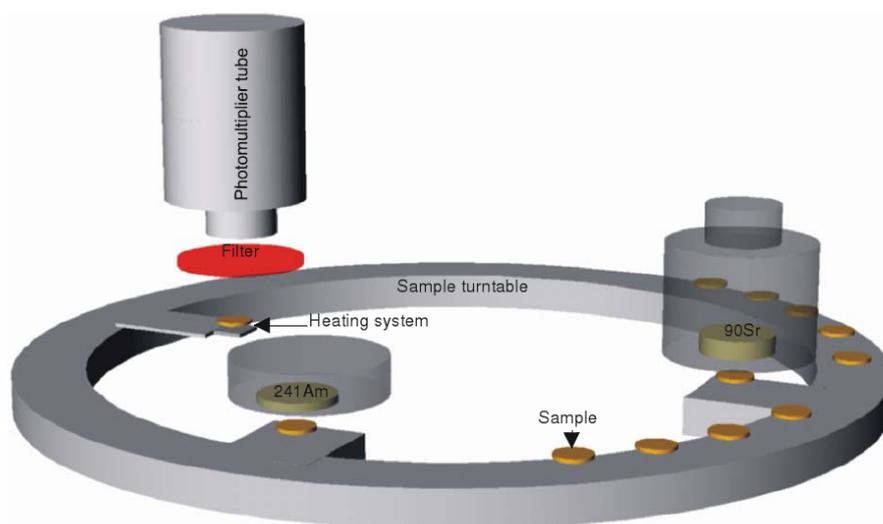


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung der TL-Messanlage, nach Tatlisu (2004)

4.3.1.2 Messablauf

Zunächst stellt man im Steuerungsprogramm die gewünschten Parameter wie Bestrahlungsdosen, Heizrate und Heizbereich ein. Danach führt man mit den ersten vier Plättchen einen Test durch, um festzustellen, ob die Probe datierbar ist und welche Äquivalenzdosis zu erwarten ist. Zu diesem Zweck heizt man zwei Plättchen ohne vorherige Bestrahlung aus, das dritte nach 5 und das vierte nach 10 Minuten Bestrahlung durch die β -Quelle. Diese Bestrahlungszeiten entsprechen einer Dosis von 2.6 Gy beziehungsweise 5.2 Gy. Das erste Plättchen wird nun ebenfalls 5, das zweite 10 Minuten lang mit der β -Quelle bestrahlt und nochmals ausgeheizt (die ganze Prozedur kann mit einer einzigen Bestückung der Messanlage automatisch ausgeführt werden).

¹Die Aktivitäten der in der HVK eingebauten Quellen betragen zum Messzeitpunkt:
5.55 MBq für die α -Quelle, 925 MBq für die β -Quelle

Für die Abschätzung interessant ist die natürliche Thermolumineszenz (durch die erste Ausheizung der ersten zwei Plättchen) und die Thermolumineszenz der um 2.6 Gy bzw. 5.2 Gy erhöhten Äquivalenzdosis. Durch Übereinanderlegen und Vergleichen der Glowkurven in einem Auswertungsprogramm kann man die natürliche Äquivalenzdosis abschätzen, außerdem sieht man bereits, ob für die gemessenen β -bestrahlten Plättchen ein linearer Zusammenhang zwischen Dosis und Lumineszenz besteht. Sogar eine sehr grobe Altersabschätzung ist für Keramiken anhand der geschätzten natürlichen Äquivalenzdosis möglich, indem man eine gesamte jährliche Dosis von 5 mGy annimmt. Ein Beispiel für eine Abschätzung ist in Abbildung 4.6 dargestellt.

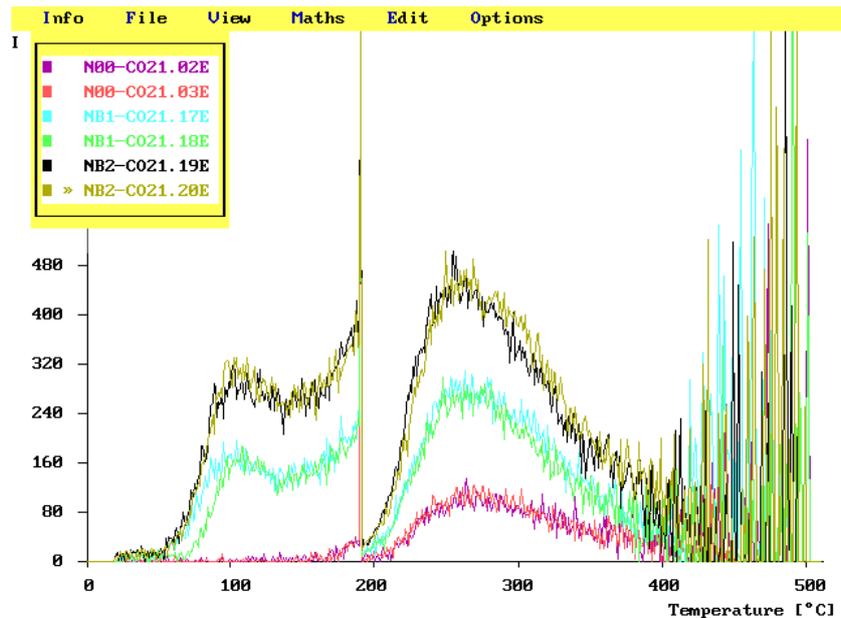


Abbildung 4.6: Beispiel einer Dosisabschätzung. Durch den Vergleich der beiden natürlichen Glowkurven mit jenen der zusätzlich mit 2.6 Gy bzw. 5.2 Gy bestrahlten Plättchen kann man die natürliche Dosis auf etwa 1.5 Gy schätzen. Bei einer angenommenen Jahresdosis von 5 mGy würde dies ein Alter von rund 300 Jahren bedeuten.

Aufgrund all dieser Näherungen wählt man geeignete Bestrahlungszeiten für die restlichen Plättchen aus, wobei nach Abschluss der Messung für jede mögliche Bestrahlung mehrere Messpunkte vorhanden sein sollten. Je mehr Plättchen ausgemessen werden, desto genauer kann die Probe datiert werden.

4.3.2 OSL

4.3.2.1 Messgerät

Zum Ausmessen von Plättchen mittels OSL kommt eine Anlage zum Einsatz, die im Rahmen einer Diplomarbeit von Florian Smetana entwickelt wurde und in Abbildung 4.7 zu sehen ist. Der Hauptbestandteil ist eine lichtdichte Messkammer, in welche die Plättchen manuell mit einem Schubladelement eingebracht werden können. In die schrägen Wände sind rote, grüne und blaue Hochleistungsleuchtdioden eingebaut, an der Oberseite ist für die eigentliche Messung ein Photomultiplier angebracht. Sowohl zwischen Leuchtdioden und Messkammer als auch zwischen Messkammer und Photomultiplier sind geeignet gewählte Filter angebracht, um die ungewollte Messung des anregenden Lichts zu verhindern.

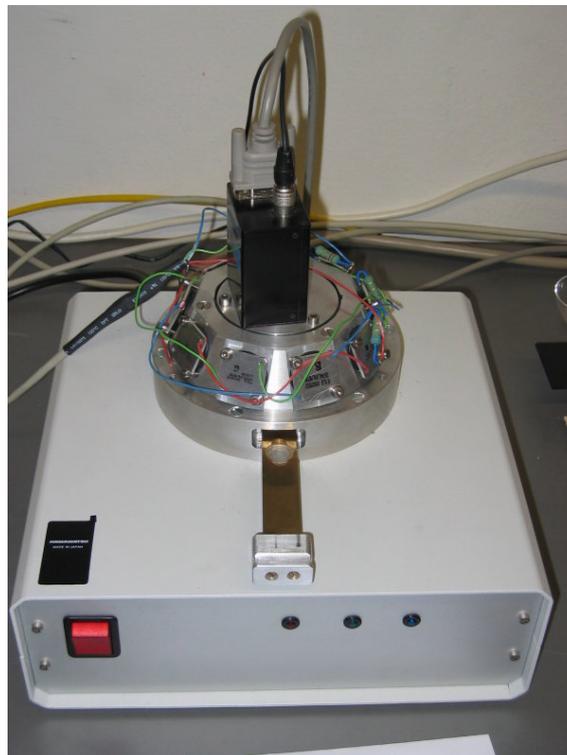


Abbildung 4.7: Foto der OSL-Messanlage

Im Gegensatz zur HVK-Messanlage ist hier immer nur die Messung eines einzelnen Plättchens möglich, darüber hinaus sind keine Strahlenquellen oder Heizelemente in die Anlage integriert. Die Bestrahlung und das Tempern der Plättchen muss also extern erfolgen. Ein Steuercomputer kontrolliert bei jeder Einzelmessung die Leuchtdioden und registriert die Messergebnisse aus dem Photomultiplier sowie die Temperatur in der Messkammer. Ebenfalls registriert wird die Stärke des anregenden Lichts über eine Photodiode im Boden der Messkammer, zu diesem Zweck besteht ein Teil des

Schubladenelements aus Plexiglas. Eine genaue Beschreibung der Anlage findet man in der Diplomarbeit von Smetana (2006).

4.3.2.2 Messablauf

Ebenso wie bei der TL-Datierung kann man auch bei der OSL-Datierung einen Test mit einigen Plättchen durchführen, um die Probe auf Datierbarkeit zu prüfen und die voraussichtliche Äquivalenzdosis abzuschätzen. Wie bereits erwähnt müssen die Plättchen mittels einer externen Quelle bestrahlt werden, zur besseren Vergleichbarkeit wurde in dieser Arbeit dazu für alle Datierungen ebenfalls die HVK-Anlage benutzt (natürlich ohne die Plättchen auszuheizen). Danach werden die Plättchen einem geeigneten Temperzyklus unterzogen, beispielsweise in einem Ofen. Bewährt hat sich die Platzierung der Disks auf einer Metallplatte, die nach 10-minütigem Tempern bei 180 °C sofort auf nasse Tücher gelegt wird, um eine schnelle Abkühlung zu gewährleisten.

Das übrige Vorgehen, um für die Datierung geeignete Messergebnisse zu erhalten, ist das gleiche wie bei der TL-Datierung.

4.4 Auswertung

4.4.1 Vorbereitungen bei TL

4.4.1.1 Abziehen des Backgrounds

Im Ausgabeverzeichnis des TL-Messcomputers finden sich für jede einzelne Messung zwei Kurven, die sich nur durch die Dateiendung unterscheiden. Die eigentliche Messkurve trägt die Endung *.xxT*, der unmittelbar danach gemessene Background hingegen die Endung *.xxB*. Das Datierungsprogramm kann unter dem Menüpunkt *Batch processing* automatisch von allen dann ausgewählten Kurven den Background von der Messkurve abziehen und das Resultat mit der Dateiendung *.xxE* speichern. Für die Datierung werden nur diese Kurven mit bereits abgezogenem Background benutzt.

4.4.1.2 Plateautest

Wie in Abschnitt 2.3.3 beschrieben, muss ein Plateautest durchgeführt werden, um einen für die Datierung geeigneten Temperaturbereich der Glowkurven zu finden. Verglichen werden dabei natürliche Kurven sowie Kurven mit verschiedenen β -Bestrahlungen. Die dafür notwendige Division der ausgewählten Kurven durch eine gemeinsame Kurve kann direkt in der Datierungssoftware durchgeführt werden. Zu diesem Zweck selektiert man im Menüpunkt *View glowcurves* die zu vergleichenden Kurven und dividiert sie dann einzeln mittels *Maths* \rightarrow *Plateau1*. Anschließend sollte noch *View* \rightarrow *Equal scaling* aktiviert

werden. Der Bereich, in dem die Verhältnisse der Glowkurven zueinander konstant sind (die neu berechneten Quotientenkurven also parallel zueinander und zur Abszisse verlaufen), wird als Plateau bezeichnet und ist üblicherweise in der Nähe von 300 °C angesiedelt. Er wird mit den über *View* → *show X-cursors* aufgerufenen Cursors markiert und mittels *Maths* → *store iNtegr. interval* gespeichert. Ein Beispiel für einen Plateautest ist in Abbildung 4.8 zu sehen.

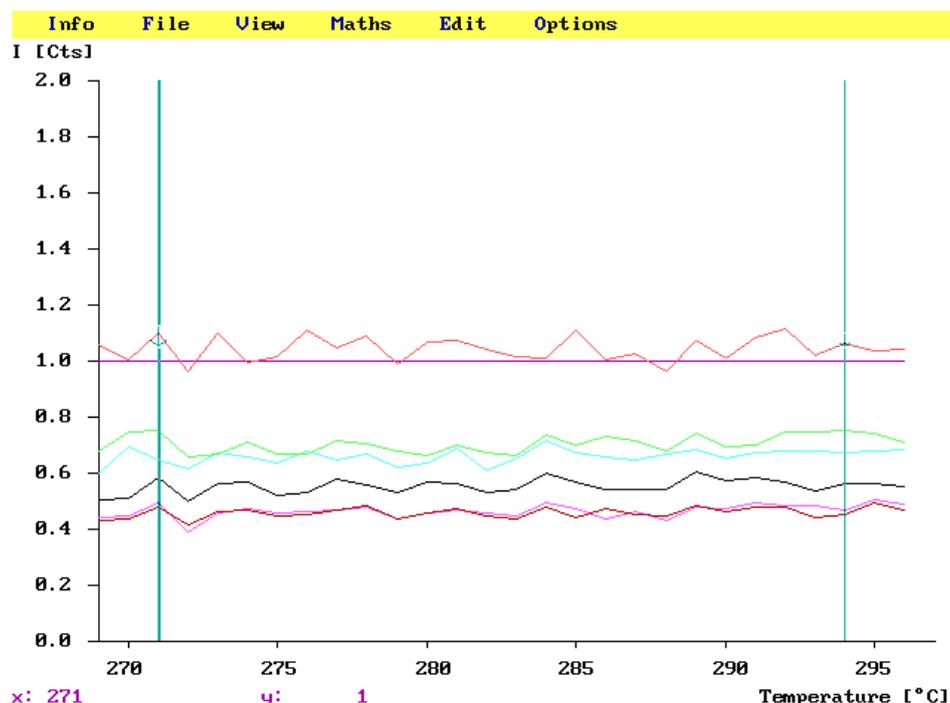


Abbildung 4.8: Beispiel für einen Plateautest

4.4.2 Vorbereitungen bei OSL

Um die vom Messcomputer der OSL-Anlage ausgegebenen Kurven im Datierungsprogramm auswerten zu können, sind einige zusätzliche Schritte erforderlich, die jedoch größtenteils automatisiert werden können. Die entsprechenden Programme, die für den internen Gebrauch entwickelt wurden und daher ein eher spartanisches Userinterface aufweisen, werden im Folgenden kurz beschrieben. Eine genauere Übersicht der jeweils möglichen Parameter erhält man durch die Eingabe von:

```
<Programmname> --help
```

4.4.2.1 Dateinamen anpassen

Das Messprogramm zur Steuerung der OSL-Anlage basiert auf Windows und nutzt deshalb die Möglichkeit, lange Dateinamen zu verwenden. Das DOS-basierte Datierungsprogramm erwartet die Dateinamen jedoch in einem fix vorgegebenen Format. Es empfiehlt sich daher, im OSL-Messprogramm die folgende Konvention einzuhalten:

Datenpfad

Beliebiges Verzeichnis.

Expositionsart

Beliebige Bezeichnung, aber maximal 8 Zeichen. Bei der Konvertierung der Dateinamen werden die Dateien in nach diesem Eintrag benannte Unterverzeichnisse aufgeteilt.

Expositionsart

Bestrahlungskennzeichnung, exakt 3 Zeichen. Beispiele:

N00 für natürliche Kurven

NA2 für Kurven mit natürlicher plus aus α_2 -Bestrahlung² stammender Dosis

NB1 für Kurven mit natürlicher plus aus β_1 -Bestrahlung stammender Dosis

Gruppe

Bezeichnung wie bei TL-Auswertungen, exakt 4 Zeichen. Beispiel: **COL1**

Dosimeter-ID

Zweistellige Zahl. Beispiel: **01**

Kurventyp

Aus der Dropbox den Typ **TLN** auswählen.

Die daraus resultierenden Dateinamen kann man mit dem Programm `rename.py` in das vom Datierungsprogramm erwartete Format bringen, wobei die Dateien in Unterverzeichnisse entsprechend dem Eintrag „Expositionsart“ aufgeteilt werden. Die Syntax für die Konvertierung lautet:

```
rename.py -s <Verzeichnis der OSL-Kurven> -o <Ausgabeverzeichnis>
```

Dieser Schritt ist auch für manche der folgenden Programme wichtig, die Informationen aus dem Dateinamen beziehen.

²Im Steuerprogramm der HVK können für die eingebauten Quellen verschiedene Bestrahlungszeiten definiert und einer Zahl von 1 bis 9 zugeordnet werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden für beide Quellen Bestrahlungszeiten von 5, 10, 15 und 20 Minuten verwendet. Die entsprechenden Labordosen werden kurz als α_1 , α_2 , α_3 und α_4 bzw. β_1 , β_2 , β_3 und β_4 bezeichnet.

4.4.2.2 Background abziehen

Aufgrund des beträchtlichen Rauschens und des recht aufwändigen Bleichens bei der OSL-Messung ist es sinnvoll, statt eines gemessenen einen synthetischen Background abzuziehen. Dies ist mit dem Programm `offset.py` möglich. Bei einer Messung mit 5 Kanälen pro Sekunde bei Anregung mit blauem Licht macht der Background typischerweise 4.4 Counts pro Kanal aus, weshalb vom Programm auch `-4.4` als Defaultwert für den Offset eingesetzt wird.

```
offset.py -m <Verzeichnis der Messkurven> [-f <Offset>]
```

4.4.2.3 Labordosis eintragen

Da die OSL-Anlage keine eingebauten Quellen hat, muss die Labordosis von Hand eingetragen werden. Wurden die Plättchen in der HVK bestrahlt, kann dies mit dem Programm `gray.py` automatisch anhand des Dateinamens erfolgen.

```
gray.py -m <Verzeichnis der Messkurven>
```

4.4.2.4 Falsche Peaks entfernen

Bei der Messung mit der OSL-Anlage kommt es mitunter zu starken kurzzeitigen Messsignalen, die zum Teil mehrere Größenordnungen über den tatsächlichen Werten liegen. In der Ausleuchtkurve sind sie als extrem hohe, scharfe Peaks zu erkennen. Da diese Peaks das Messergebnis stark verfälschen können, empfiehlt es sich, sie vor der Auswertung zu entfernen. In einem ersten Durchlauf identifiziert das Programm `peakfrag.py` diese Peaks soweit wie möglich:

```
peakfrag.py -m <Verzeichnis der Messkurven> [-c <Sprunghöhe>]
```

Der Parameter zur Bestimmung der Sprunghöhe dient zur Festlegung, ab welcher plötzlichen Wertänderung ein Peak als Messfehler gewertet werden soll. In den meisten Fällen sollte der Defaultwert von 1000 für eine korrekte Unterscheidung geeignet sein. Wurden die Peaks richtig identifiziert, können sie im zweiten Durchgang durch den Mittelwert aus den unmittelbar davor- und dahinterliegenden Werten ersetzt werden:

```
peakfrag.py -m <Verzeichnis der Messkurven> [-c <Sprunghöhe>] -y
```

4.4.2.5 Integrationsintervall wählen

Bei der üblicherweise benutzten Continuous Wave OSL (CWOSL) weist die Ausleuchtcurve, wie in Kapitel 2.4.2 gezeigt, einen einfachen exponentiellen Abfall auf. Theoretisch kann daher jeder beliebige Bereich der Kurve als Integrationsintervall für die Berechnung der Regressionsgeraden ausgewählt werden. In der Praxis ist es natürlich sinnvoll, sich auf einen Bereich zu beschränken, der sich ausreichend vom Background abhebt. Das so gewählte Integrationsintervall wird in der Kurvenansicht mit den über *View* → *show X-cursors* aufgerufenen Cursors markiert und mittels *Maths* → *store iNtegr. interval* gespeichert.

4.4.3 Datierung

4.4.3.1 Dosisbestimmung

Ist das Integrationsintervall gesetzt, kann vom Hauptmenü aus mit *Correlation & Integration* → *Integration* in allen Kurven über diesen Bereich integriert werden. Da das Programm auch von jeder Kurve die zugehörige Labordosis kennt, kann es selbstständig die in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Regressionsgeraden berechnen. Das Ergebnis kann unter *ED*, *AED*, *intercept* angesehen werden, ein Beispiel ist in Abbildung 4.9 auf der nächsten Seite zu finden. Einzelne Punkte, die aus dem Rahmen fallen, können nun nach Aktivierung von *View* → *show X-cursor* markiert und mit *Maths* → *Delete* gelöscht werden, die aktive Gerade wird dabei unter dem Menüpunkt *Info* gewechselt. Abschließend können die Geraden und die daraus folgenden Äquivalenzdosiswerte mit *File* → *Save all* gespeichert werden.

4.4.3.2 Altersberechnung

Zur Berechnung des Probenalters aus der Dosis wird das entsprechende Modul im Hauptmenü unter *Age calculation* aufgerufen. Die aus den Regressionsgeraden bestimmten Werte für die Äquivalenzdosen Q und Q_α sowie für den Intercept I werden automatisch übernommen, die übrigen Parameter, welche zur Ermittlung der internen und externen Dosisraten dienen, müssen von Hand eingegeben werden. Das Programm benutzt die in Kapitel 3 beschriebenen Formeln, um aus all diesen Daten auf das Alter zu schließen und den dabei auftretenden Fehler zu berechnen. Ein Beispiel für eine Altersberechnung ist in Abbildung 4.10 auf der nächsten Seite zu sehen.

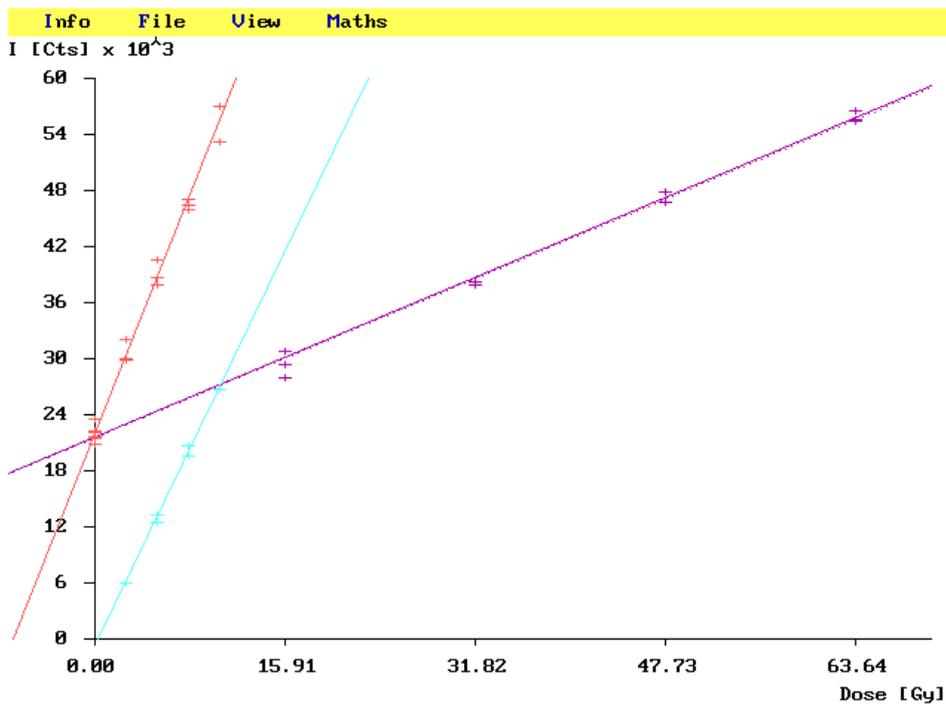


Abbildung 4.9: Beispiel für Regressionsgeraden

Sample "DNG3"	
Q: 89.447 ± 3.442 Gy	Qα: 481.382 ± 22.160 Gy
I: 0.541 ± 0.383 Gy	A: 0.186 ± 0.001 Gy
Parameters	
α-Countrate: 4.00 /ksec	Pairsrate: 0.10 /ksec
Saturation weight increase: 0.20	
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00	α-Doserate: 0.747 mGy/a 26.9%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 2.00 Wt%
	β-Doserate: 1.392 mGy/a 50.2%
Internal γ-doserate: 0.683 mGy/a	γ-Doserate: 0.533 mGy/a 19.2%
External γ-doserate: 0.500 ± 0.050 mGy/a	Cosmic doserate: 0.100 mGy/a 3.6%
Shape: F Thickness: 2.0 cm p: 18 %	
Sat. weight incr. of soil: 0.00	Total doserate: 2.772 mGy/a
Errors	
TL measurement: 3.08 %	Annual dose: 2.99 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 4.29 %
Calibration: 4.91 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.91 %
	Total error: 6.52 %
Age: 32467 ± 2117 years (30459 b.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 4.10: Beispiel für die Altersberechnung

5 Durchführung und Ergebnisse

5.1 Referenzdatierung mit TL



Um aussagekräftige Messungen mit der OSL-Anlage zu ermöglichen, war eine mit TL gut datierbare Referenzkeramik erforderlich. Zu diesem Zweck bot sich ein Ziegel aus Alkoven in Oberösterreich (siehe nebenstehende Karte) mit einem bereits bekannten Alter von etwas mehr als 1000 Jahren an, von dem mehr als genug Material für Probenahmen vorhanden war. Ein Foto des Ziegels ist in Abbildung 5.1 zu sehen.

Gewonnen wurde das Material wie bei fast allen folgenden Datierungen durch Mahlen, die Aufbereitung erfolgte wie bei allen Proben mit der Feinkorntechnik. Die Datierungsparameter wie Feuchtigkeitswerte oder externe γ -Dosisleistung waren bereits bekannt, allerdings wurde das Thorium/Uran-Verhältnis und die Kaliumkonzentration neu bestimmt. Die so erhaltenen Werte stimmten gut mit den bekannten überein. Tabelle 5.1 auf der nächsten Seite fasst die wichtigsten Probenparameter zusammen.



Abbildung 5.1: Foto des Referenzziegels

Anfänglich schwankte die Beschichtungsqualität der Plättchen relativ stark. Dies wurde zunächst durch Kalibriermessungen korrigiert, bei der alle Plättchen nach der eigentlichen

Parameter	Wert
Probendicke	2 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.2
Feuchtigkeitsanteil F	0.8
α -Zählrate	16.38 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.345 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	3.14%
Externe γ -Dosisleistung	0.327 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.281 mGy/a

Tabelle 5.1: Probenparameter für den Referenzziegel

Messung mit einer identischen Labordosis bestrahlt und noch einmal ausgemessen wurden. Eine deutliche Besserung brachte dann jedoch der Wechsel der Sedimentierungstechnik. Ursprünglich wurde die Pipette beim Abgeben des gelösten Materials auf die acetondeckten Plättchen frei schwebend gehalten, nach der neuen Methode hingegen an die Wand des Aluminiumständers gedrückt.

5.1.1 Datierung

Abbildung 5.2 auf der nächsten Seite zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.3 auf der nächsten Seite zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 47.7 Gy).

In Abbildung 5.4 auf Seite 82 sind zusätzlich zu den natürlichen Glowkurven drei Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.5 auf Seite 82 zeigt den Plateautest des Ziegels mit dem gewählten Auswertungsbereich (271 – 294 °C).

In Abbildung 5.6 auf Seite 83 sind die TL-Regressionsgeraden des Ziegels dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die β -Regressionsgerade verläuft annähernd parallel zur Second-Glow-Regressionsgeraden.

In Abbildung 5.7 auf Seite 83 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

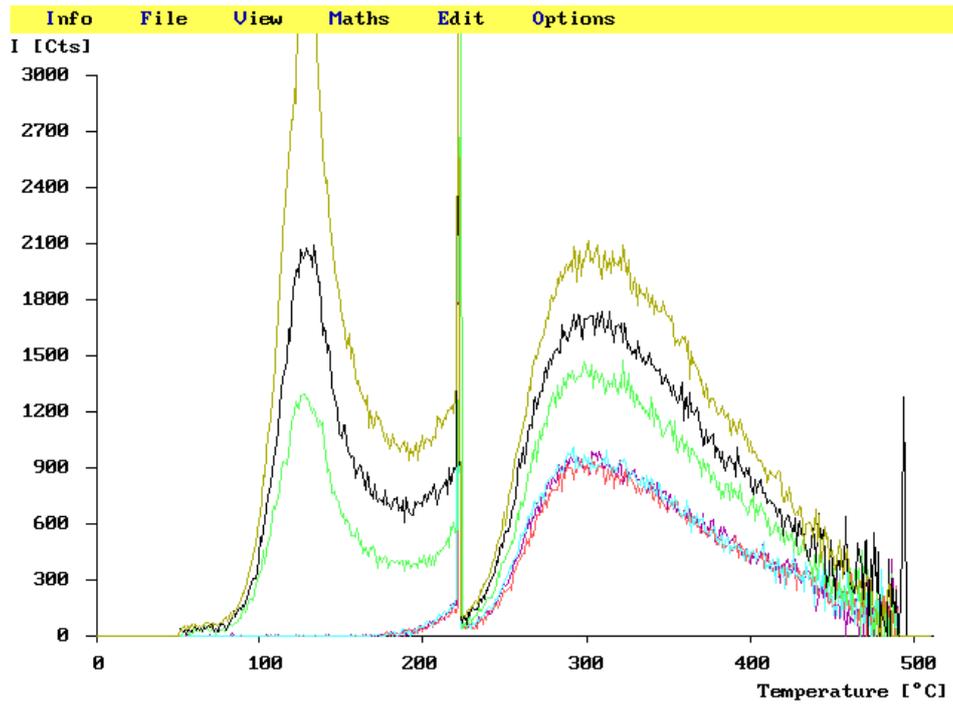


Abbildung 5.2: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven des Referenzziegels

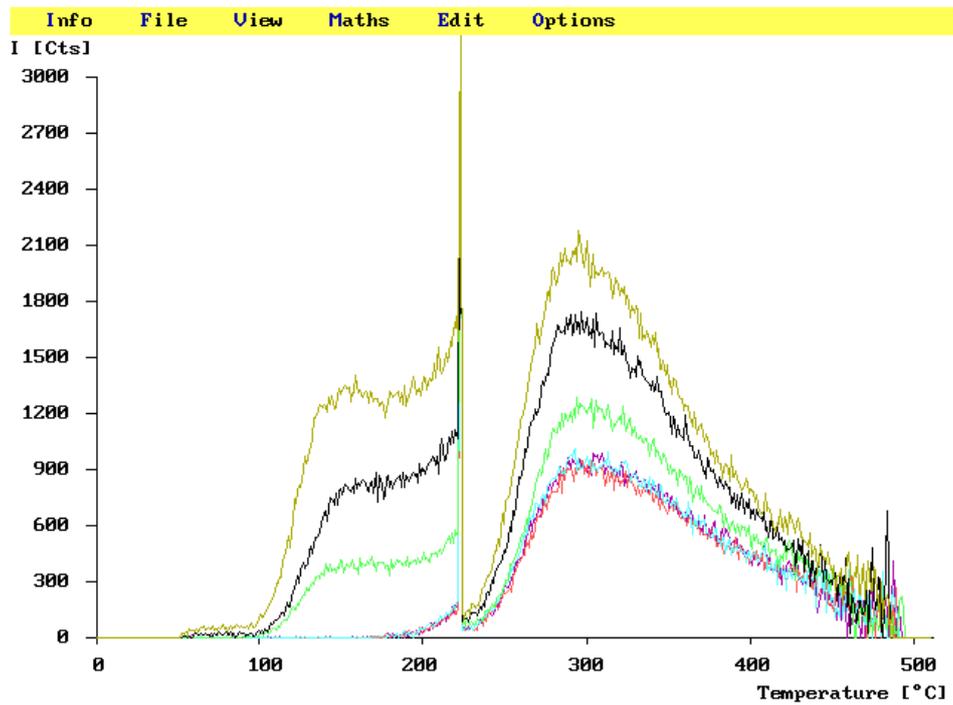


Abbildung 5.3: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven des Referenzziegels

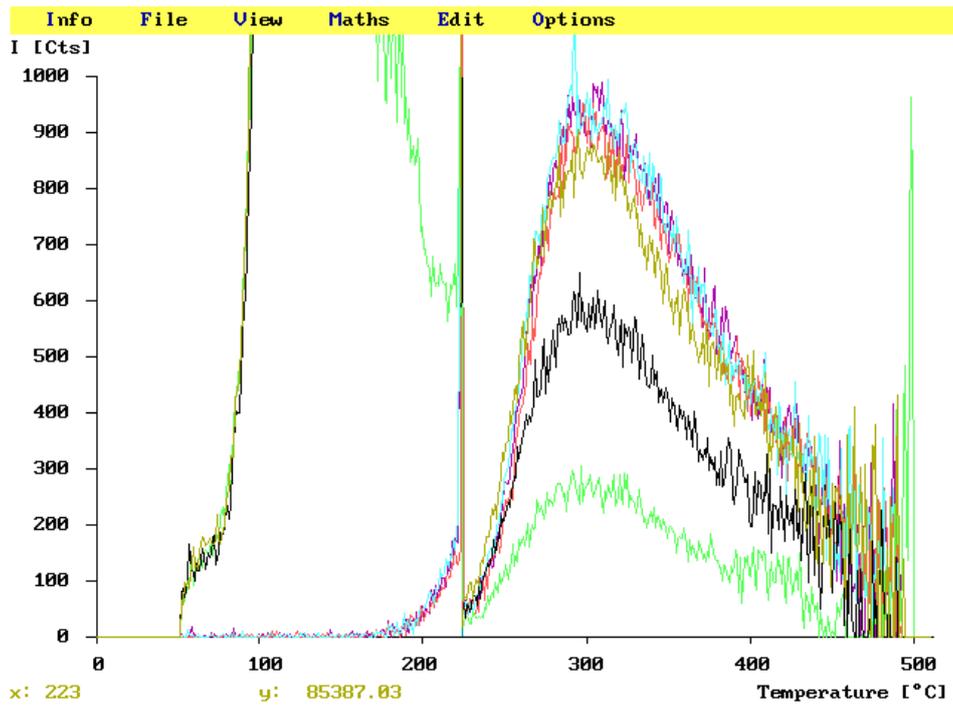


Abbildung 5.4: Natürliche Kurven und Second-Glow-Kurven des Referenzziegels mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

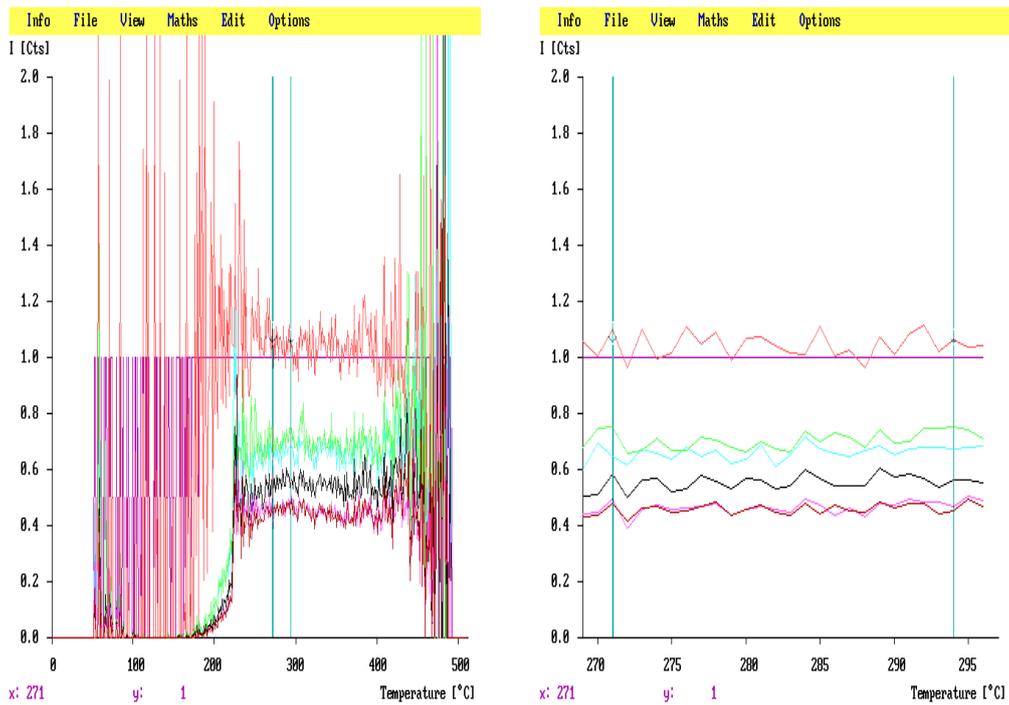


Abbildung 5.5: Plateautest des Referenzziegels

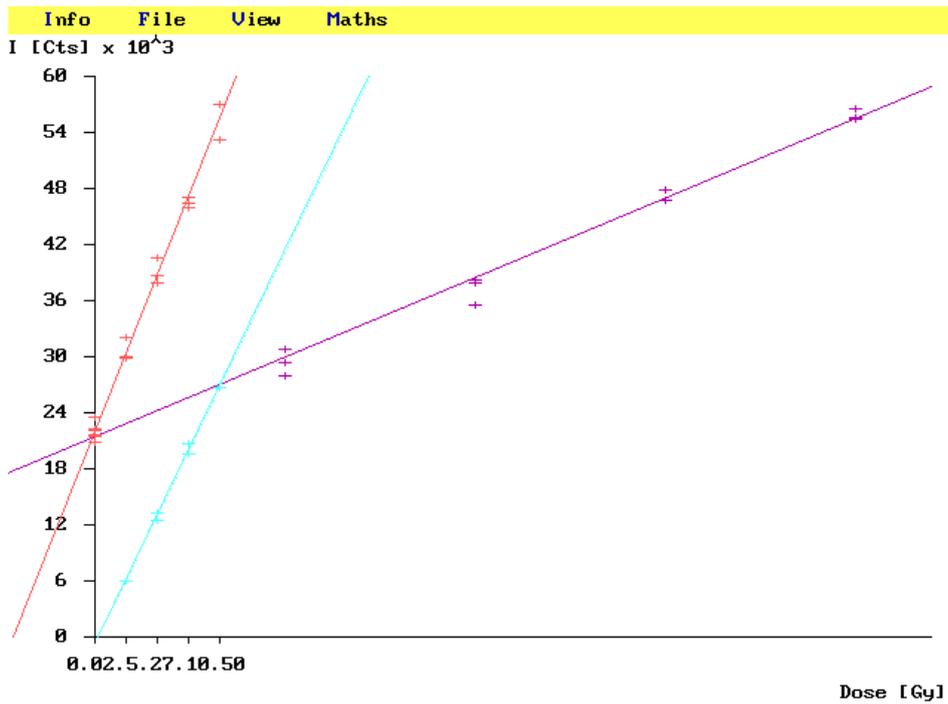


Abbildung 5.6: TL-Dosischarakteristik des Referenzziegels

Sample "CI23"	
Q: 6.809 ± 0.348 Gy	Qα: 40.072 ± 2.061 Gy
I: 0.322 ± 0.145 Gy	A: 0.170 ± 0.000
Parameters	
α-Countrate: 16.00 /ksec	Pairsrate: 0.34 /ksec
Saturation weight increase: 0.20	
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00	α-Doserate: 2.800 mGy/a 42.8%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 3.14 Wt%
	β-Doserate: 2.885 mGy/a 44.1%
Internal γ-doserate: 1.711 mGy/a	γ-Doserate: 0.578 mGy/a
External γ-doserate: 0.327 ± 0.050 mGy/a	8.8%
Shape: F Thickness: 2.0 cm p: 18 %	Cosmic doserate: 0.281 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.00	4.3%
	Total doserate: 6.544 mGy/a
Errors	
TL measurement: 4.03 %	Annual dose: 3.43 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 5.29 %
Calibration: 4.95 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.95 %
	Total error: 7.25 %
Age: 1090 ± 79 years (918 a.c.)	
Recalc	Part. recal
Load new	Exit

Abbildung 5.7: TL-Altersbestimmung des Referenzziegels

5.2 Erste Messungen mit OSL

5.2.1 Erste Schritte

Nach der Bestimmung des Alters des Ziegels mittels TL konnte das Material als Ausgangsbasis für Experimente an der neu konstruierten OSL-Anlage dienen. Der entscheidende Test war die Ausmessung der natürlichen Dosis eines Ziegel-Plättchens mit blauem Licht. Das Resultat war ein zwar nicht überwältigendes, aber doch deutliches Signal, das in Abbildung 5.8 zu sehen ist. Die Kurvenstruktur ist hier durch die geringe zeitliche Auflösung von einem Messpunkt pro Sekunde besonders gut zu erkennen.

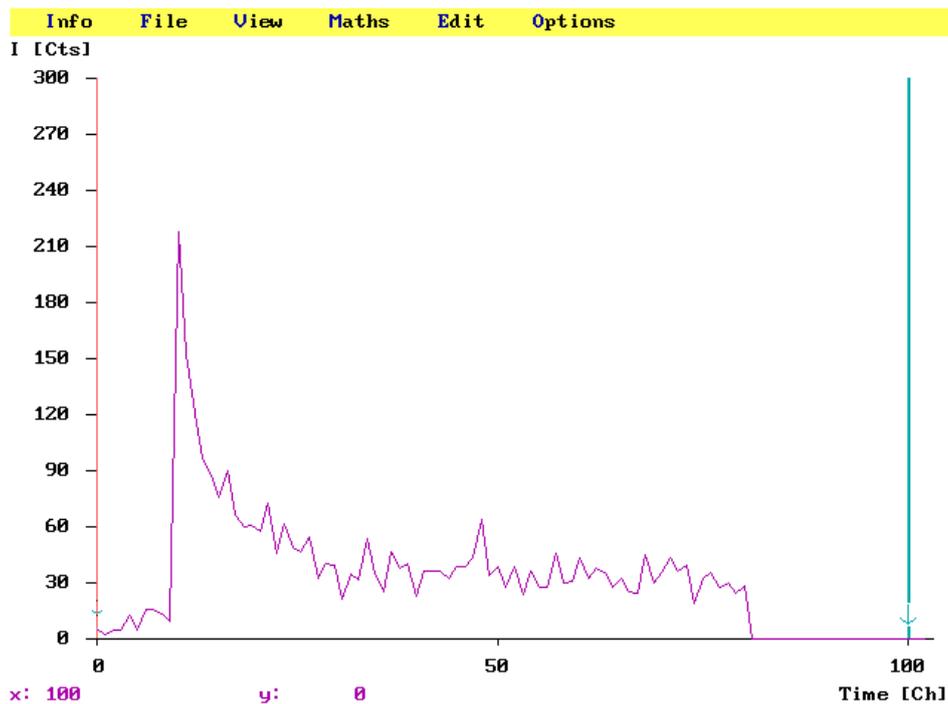


Abbildung 5.8: Erstes OSL-Signal bei Ausmessung mit blauem Licht (1 Ch/s)

Messungen mit grünem Licht (wie in Abbildung 5.9 auf der nächsten Seite dargestellt) zeigten keine erkennbare Kurve, was auch nicht zu erwarten war. Für Quarz sinkt beispielsweise, wie in Abschnitt 2.6.1 beschrieben, mit steigender Anregungs-Wellenlänge die Stimulationseffizienz. Sowohl Quarz als auch Feldspate emittieren außerdem bei Anregung mit grünem Licht vor allem in Wellenlängenbereichen, die durch die in der OSL-Anlage eingebauten Filter blockiert werden. Feldspatreiche Proben könnten aber vermutlich bei Verwendung eines dafür geeigneten Filters durchaus mit der Anlage datiert werden.

Nach erfolgter Ausmessung in der OSL-Anlage wurden einige Plättchen mit TL gemessen. Sie zeigten wie erwartet eine immer noch vorhandene, aber über weite Temperaturbereiche

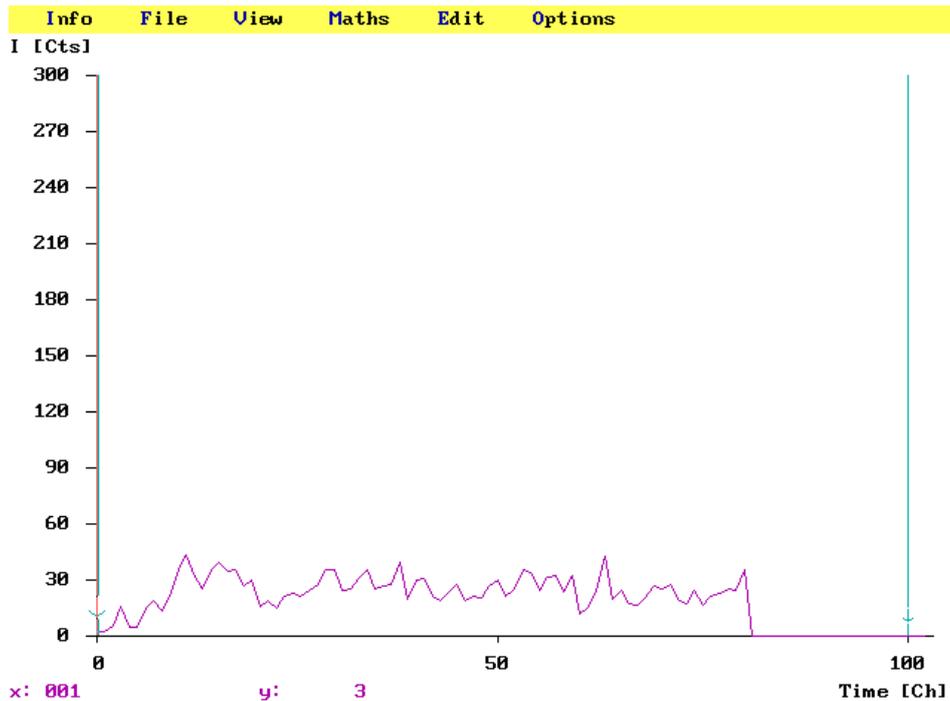


Abbildung 5.9: OSL-Signal bei Ausmessung mit grünem Licht (1 Ch/s)

abgeschwächte Glowkurve. Umgekehrt war nach einer ersten TL-Datierung aufgrund der dadurch verursachten Ausheizung kein OSL-Signal mehr nachweisbar.

Schließlich wurden noch erste OSL-Messungen mit zusätzlich zur natürlichen Dosis applizierten Labordosen durchgeführt. Diese zeigten in guter Näherung einen linearen Zusammenhang zwischen Dosis und Signal.

5.2.2 Nachteile

Der Hauptnachteil von OSL gegenüber TL ist das deutlich geringere Verhältnis zwischen Signal und Rauschen, welches vor allem in Kurven mit größerer zeitlicher Auflösung zu sehen ist. Dadurch kommt es zu einer im Vergleich zu TL stärkeren Streuung der Punkte bei der Bildung der Regressionsgeraden.

Ein weiterer problematischer Aspekt ist das spontane Auftauchen signifikant hoher Peaks in der Messkurve, die nicht auf ein Lumineszenzsignal zurückzuführen sind. Sie treten zufällig auf und können verschiedene Höhen aufweisen, von hunderten oder tausenden bis hin zu Milliarden Counts. Diese Zufallspeaks müssen vor der Auswertung entfernt werden, wenn sie im Integrationsbereich liegen, beispielsweise durch das Ersetzen mit Interpolationswerten.

5.2.3 Messparameter

Für die weiteren Messungen wurde die zeitliche Auflösung auf 5 Messpunkte bzw. Messkanäle pro Sekunde (5 Ch/s) erhöht. Bei dieser Auflösung ist die Kurvenstruktur noch direkt sichtbar, die oben beschriebenen Zufallspikes können aber durch die größere Anzahl an Messpunkten mit geringerem Informationsverlust korrigiert werden. Die Messungen beinhalteten jeweils 10 Sekunden ohne Anregung, danach weitere 60 Sekunden bei Anregung mit blauem Licht. Integriert wurde üblicherweise über den Bereich der ersten 75 Messpunkte (entsprechend einer Zeitspanne von 15 Sekunden) nach Aktivierung der optischen Anregung. Danach hebt sich das Signal bereits zu wenig vom Hintergrund ab.

Um den Hintergrund herauszurechnen, wurde eine Anzahl von Plättchen nach der Messung durch Ausheizen oder Bleichen geleert und danach nochmals in der OSL-Anlage gemessen. Aus dem resultierenden Hintergrund-Messwert wurde ein durchschnittlicher Background pro Messpunkt berechnet und von den eigentlichen Messkurven abgezogen. Aus diesem Grund liegen in den folgenden Auswertungen auch Teile der OSL-Ausleuchtkurven unterhalb der Abszisse.

5.3 Datierung des Referenzziegels mit OSL

5.3.1 Temperzyklus

Erste Datierungsversuche des Referenzziegels zeigten rasch die Notwendigkeit auf, einen geeigneten Temperzyklus zu finden. Ausgehend von Bergmann (2005) wurden anfangs 220 °C für 10 min gewählt, was aber das natürliche Signal in zu großem Ausmaß löschte. Nach einer Reihe von weiteren Experimenten mit jeweils natürlichen und β -bestrahlten Plättchen stellte sich wie bei TL 180 °C als gute Vorheiz-Temperatur heraus. Eine Datierung mit einem Temperzyklus von 180 °C für 1 h zeigte jedoch ein unerwartetes Ergebnis bei α -bestrahlten Plättchen: diese streuten wesentlich mehr als bei einer Messung ohne Vorheiz-Zyklus. Ein Beispiel ist in Abbildung 5.10 auf der nächsten Seite dargestellt.

Weitere Variationen des Temperns führten schließlich zu einem passenden Zyklus von 180 °C für 10 min, sowohl für α -bestrahlte, als auch für die in dieser Richtung deutlich unempfindlicheren β -bestrahlten Plättchen. Die Auswirkung auf die Streuung der α -bestrahlten Plättchen ist in Abbildung 5.11 auf der nächsten Seite zu sehen. Die Plättchen wurden vor der Bestrahlung für 2 min gebleicht und die natürliche Dosis auf diese Weise größtenteils gelöscht, um die Effekte des Temperns besser sehen zu können.

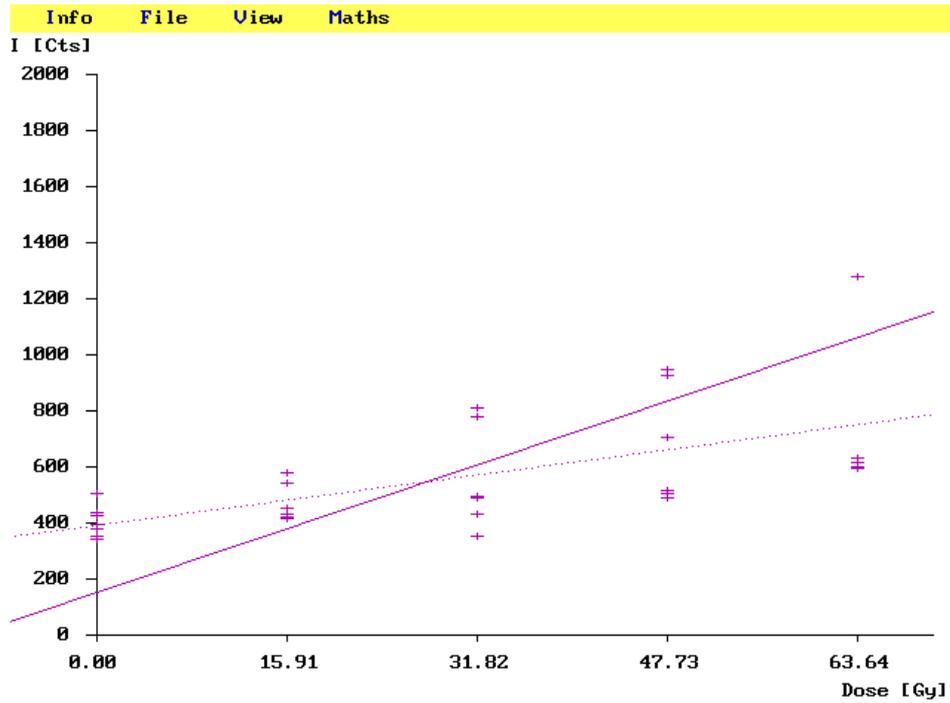


Abbildung 5.10: OSL: Starke Streuung bei α -bestrahlten Plättchen bei einem Temperzyklus von 180 °C für 1 h

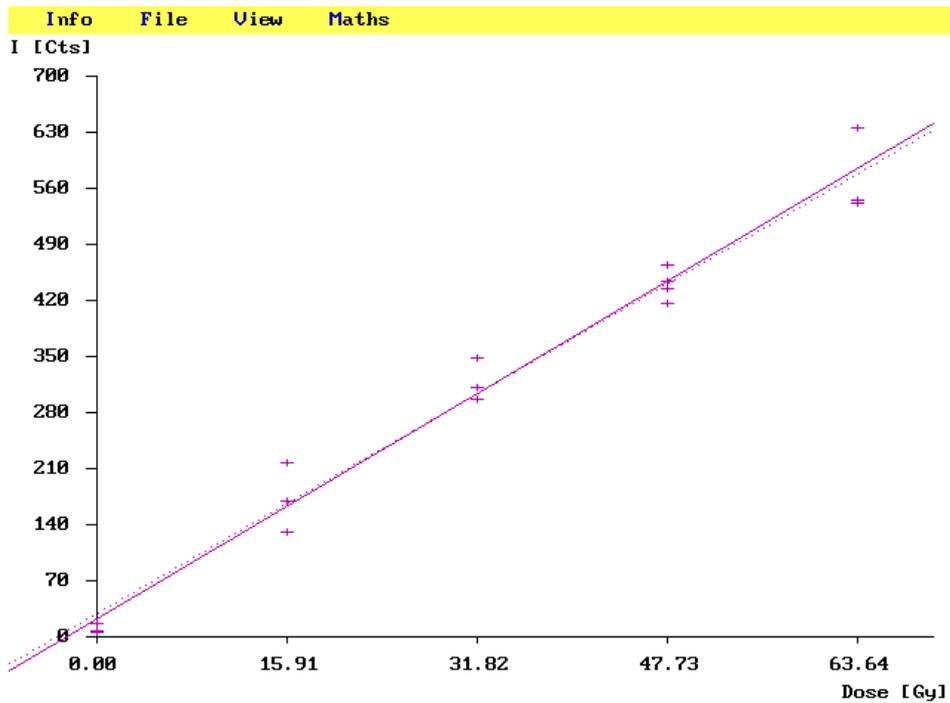


Abbildung 5.11: OSL: Akzeptable Streuung bei α -bestrahlten Plättchen bei einem Temperzyklus von 180 °C für 10 min (vor der Bestrahlung für 2 min gebleicht)

5.3.2 Datierung

Alle OSL-Messungen zu Datierungszwecken erfolgten mit einer zeitlichen Auflösung von 5 Messpunkten pro Sekunde (5 Ch/s). Teile der Kurven liegen unterhalb der Null-Linie, da von allen Punkten ein mittlerer Background-Wert abgezogen wurde.

Abbildung 5.12 auf der nächsten Seite zeigt zwei natürliche Ausleuchtkurven (lila und rot) und Ausleuchtkurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (hellblau $\hat{=}$ 5.2 Gy, grün $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.13 auf der nächsten Seite zeigt dieselben natürlichen Ausleuchtkurven (lila und rot) sowie Ausleuchtkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (hellblau $\hat{=}$ 31.8 Gy, grün $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.14 auf Seite 90 sind die OSL-Regressionsgeraden des Ziegels dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila eingezeichnet).

In Abbildung 5.15 auf Seite 90 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

5.3.3 Intercept

Bei OSL tritt nach Aitken (1998) üblicherweise keine Supralinearität bei geringen Dosen auf. Tatsächlich war bei einer entsprechenden Messung beim Ziegel kein Intercept oberhalb der Fehlergrenze nachweisbar.

5.3.4 Resultate

Die OSL-Datierung liefert im Vergleich zur TL-Datierung eine niedrigere β -Äquivalenzdosis, jedoch eine geringere α -efficiency und eine entsprechend höhere α -Äquivalenzdosis. Das resultierende Alter stimmt sehr gut mit dem durch TL ermittelten überein.

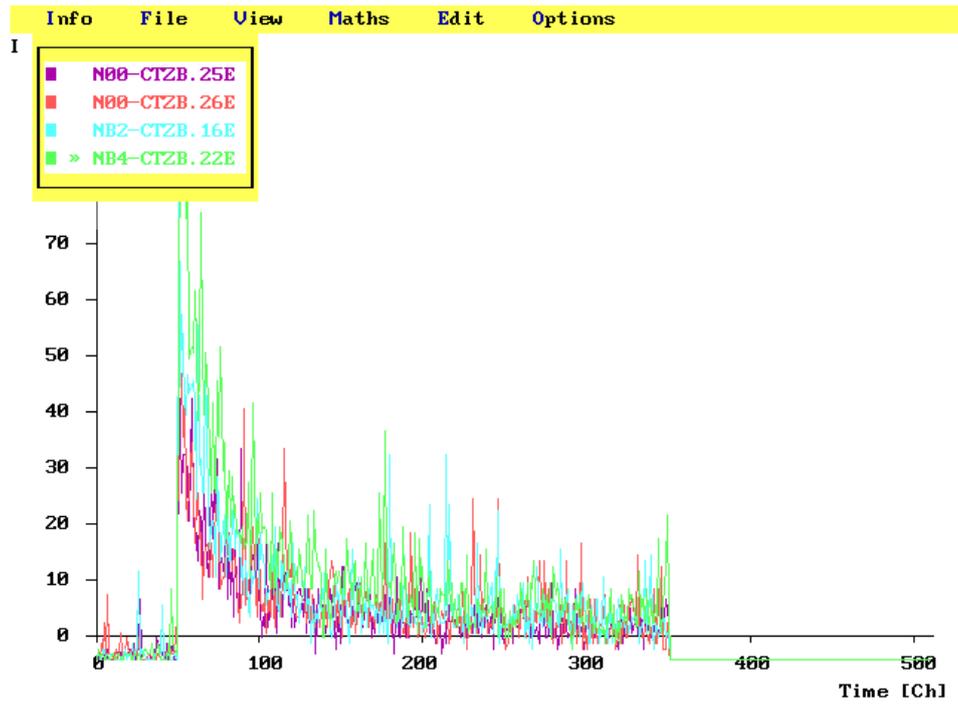


Abbildung 5.12: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven des Referenzziegels

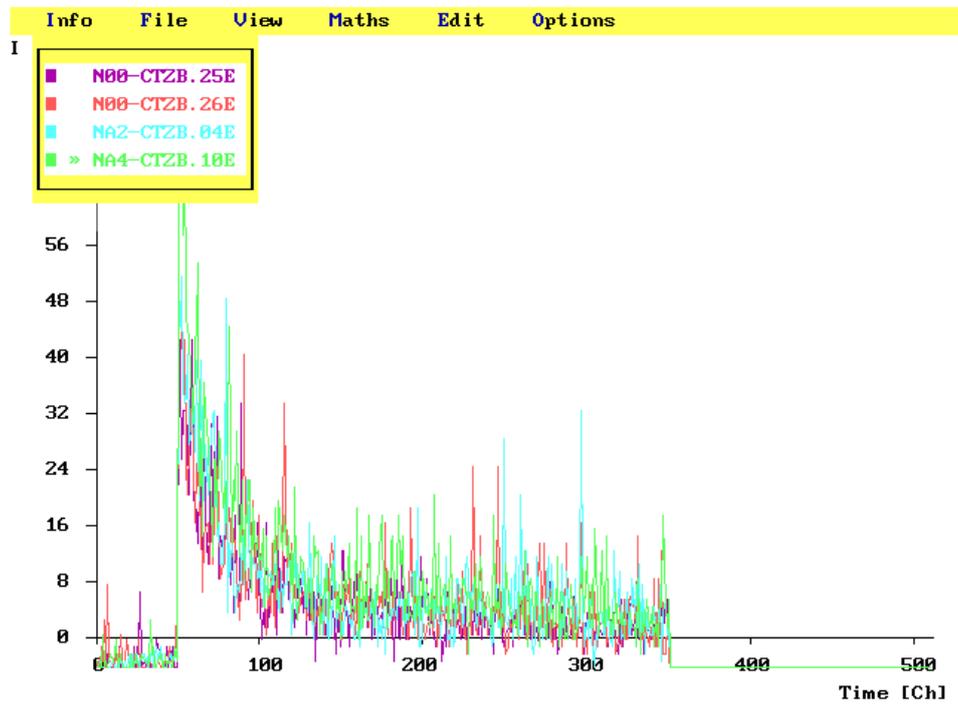


Abbildung 5.13: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven des Referenzziegels

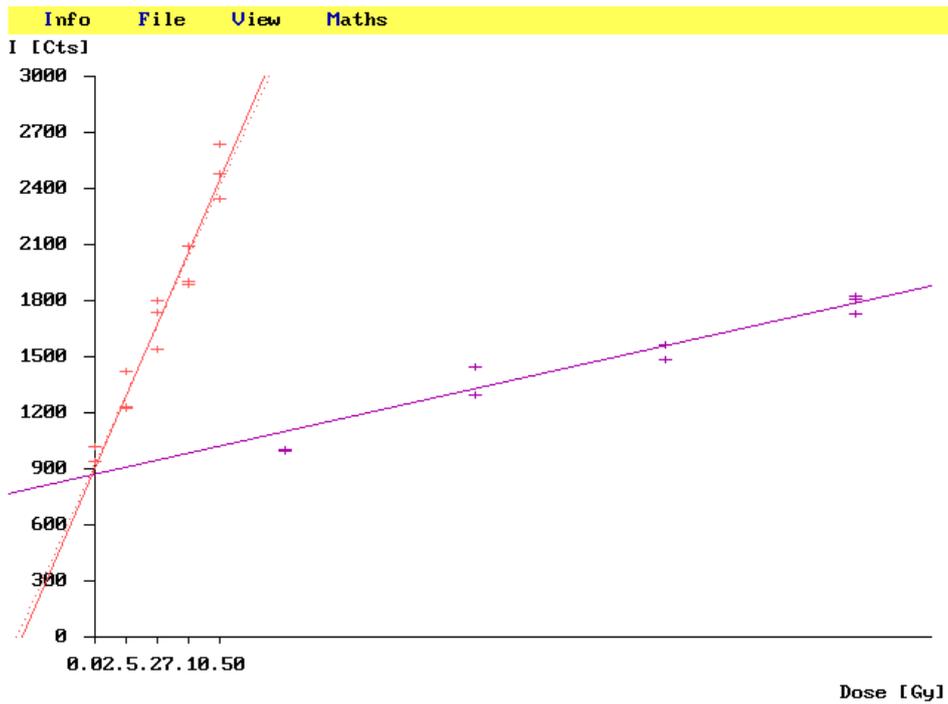


Abbildung 5.14: OSL-Dosischarakteristik des Referenzziegels

Sample "CTZB"	
Q: 6.072 ± 0.779 Gy	Qα: 54.118 ± 8.784 Gy
I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.112 ± 0.004
Parameters	
α-Count rate: 16.38 /ksec	Pair rate: 0.34 /ksec
Saturation weight increase: 0.20	
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00	α-Dose rate: 1.893 mGy/a 33.4%
β-Attenuation: 1.00	K2O-Contents: 3.14 Wt%
	β-Dose rate: 2.915 mGy/a 51.4%
Internal γ-dose rate: 1.730 mGy/a	γ-Dose rate: 0.581 mGy/a
External γ-dose rate: 0.327 ± 0.050 mGy/a	10.3%
Shape: F Thickness: 2.0 cm p: 18 %	Cosmic dose rate: 0.281 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.00	5.0%
	Total dose rate: 5.671 mGy/a
Errors	
TL measurement: 10.12 %	Annual dose: 3.29 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 10.64 %
Calibration: 4.97 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. system error: 4.97 %
	Total error: 11.74 %
Age: 1071 ± 126 years (937 a.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.15: OSL-Altersbestimmung des Referenzziegels

5.4 Proben aus der Ziegelrohit – Alt

Die Proben Ker3 und Ker2 stammen aus der sogenannten Ziegelrohit, welche in Abschnitt 5.5 genauer beschrieben wird. Beide Proben wurden bereits in Bergmann (2005) datiert.

5.4.1 Probe Ker3

Abbildung 5.16 zeigt ein Foto der Probe Ker3, in Tabelle 5.2 sind außerdem die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.16: Foto der Probe Ker3

Parameter	Wert
Probendicke	0.8 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.22
Feuchtigkeitsanteil F	0.83
α -Zählrate	11.27 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.260 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	2.28 %
Externe γ -Dosisleistung	0.478 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.2: Probenparameter für Ker3

5.4.1.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.17 auf der nächsten Seite zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.18 auf der nächsten Seite zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 47.7 Gy).

In Abbildung 5.19 auf Seite 94 sind vier Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila/rot $\hat{=}$ 2.6 Gy, blau/grün $\hat{=}$ 5.2 Gy).

Abbildung 5.20 auf Seite 94 zeigt den Plateautest von Ker3 mit dem gewählten Auswertungsbereich (369 – 391 °C). Wie man sieht, ist erst in einem ungewöhnlich hohen Temperaturbereich ein Plateau zu finden.

In Abbildung 5.21 auf Seite 95 sind die TL-Regressionsgeraden von Ker3 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die Parallelität zwischen β -Regressionsgerade und Second-Glow-Regressionsgerade ist sehr schlecht.

In Abbildung 5.22 auf Seite 95 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

5.4.1.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.23 auf Seite 96 zeigt drei natürliche Ausleuchtkurven (lila, rot und blau) sowie Ausleuchtkurven mit unterschiedlichen β -Laborbestrahlungen (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.24 auf Seite 96 zeigt dieselben natürlichen Ausleuchtkurven (lila, rot, blau) sowie Ausleuchtkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.25 auf Seite 97 sind die OSL-Regressionsgeraden von Ker3 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila). Die schöne Lage der Punkte trägt ein wenig: Bei den beiden einzelnen β -Messwerten bei 5.2 Gy und 7.8 Gy mussten stark streuende Punkte entfernt werden.

In Abbildung 5.26 auf Seite 97 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

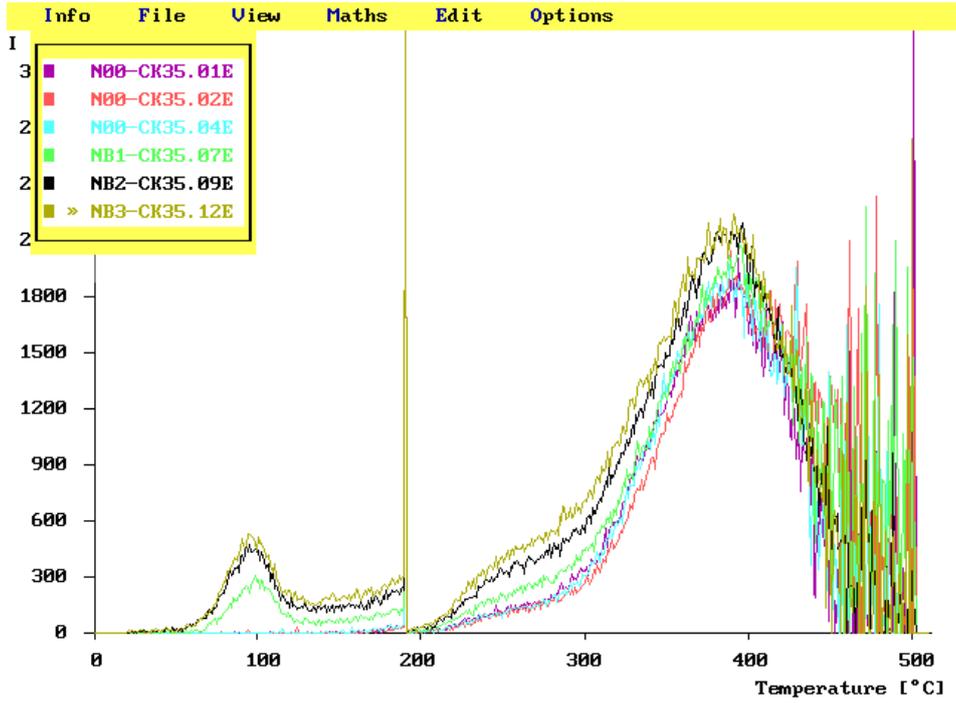


Abbildung 5.17: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe Ker3

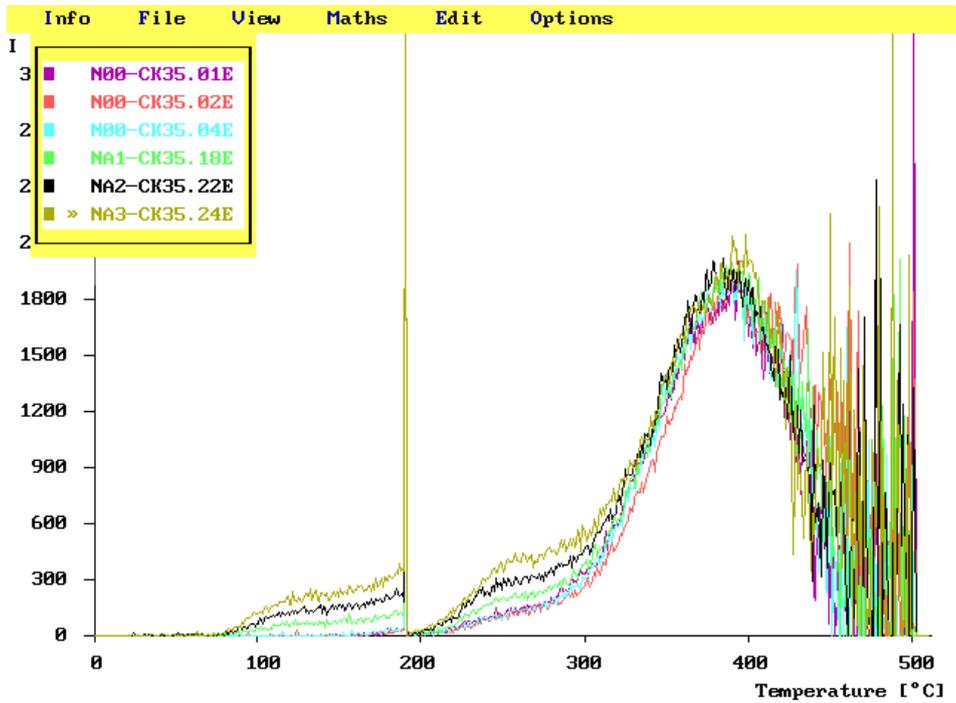


Abbildung 5.18: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe Ker3

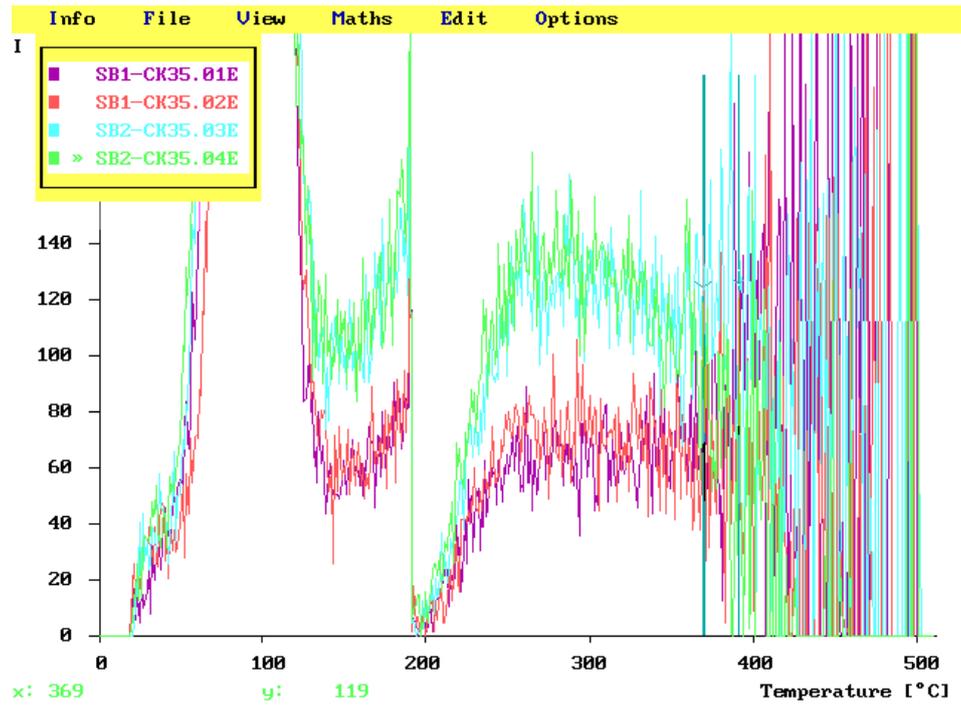


Abbildung 5.19: Second-Glow-Kurven der Probe Ker3 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

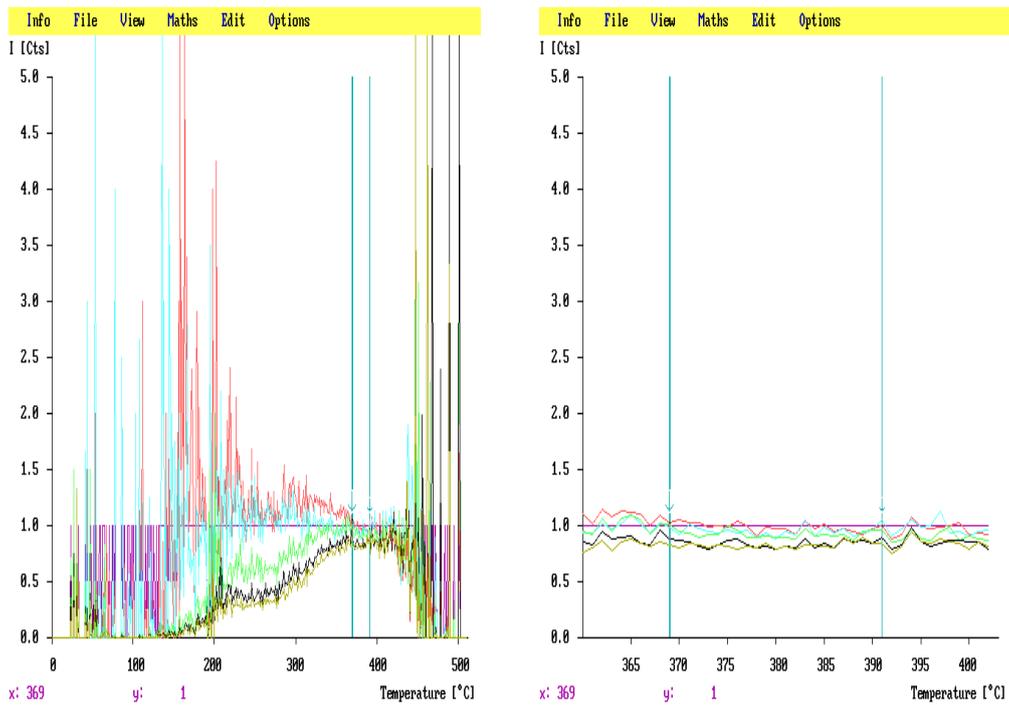


Abbildung 5.20: Plateautest der Probe Ker3

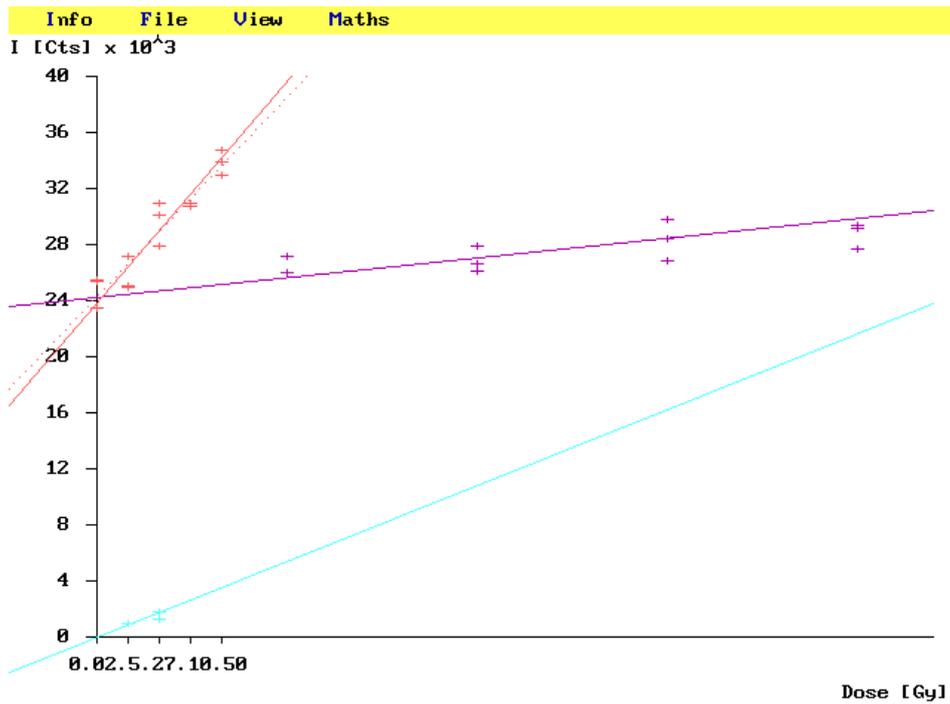


Abbildung 5.21: TL-Dosischarakteristik der Probe Ker3

Sample "CK35"	
Q: 24.065 ± 1.191 Gy	Qα: 272.710 ± 12.457 Gy
I: 0.145 ± 0.801 Gy	A: 0.088 ± 0.000 Gy
Parameters	
α-Count rate: 11.27 /ksec	Pair rate: 0.26 /ksec
Saturation weight increase: 0.22	
Saturation fraction: 0.83 ± 0.00	α-Dose rate: 0.997 mGy/a 25.7%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 2.28 Wt%
	β-Dose rate: 2.004 mGy/a 51.8%
Internal γ-dose rate: 1.218 mGy/a	γ-Dose rate: 0.559 mGy/a
External γ-dose rate: 0.478 ± 0.050 mGy/a	14.4%
Shape: F Thickness: 0.8 cm p: 11 %	Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.00	8.0%
	Total dose rate: 3.871 mGy/a
Errors	
TL measurement: 5.06 %	Annual dose: 2.94 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 5.85 %
Calibration: 4.91 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. system. error: 4.91 %
	Total error: 7.64 %
Age: 6255 ± 478 years (4247 b.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.22: TL-Altersbestimmung der Probe Ker3

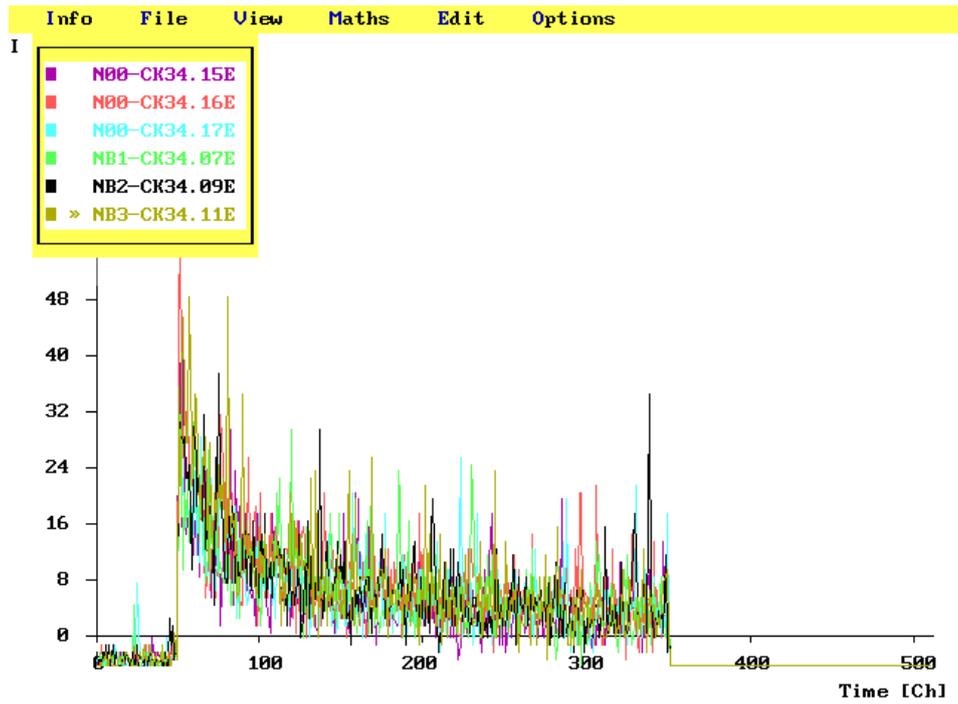


Abbildung 5.23: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe Ker3

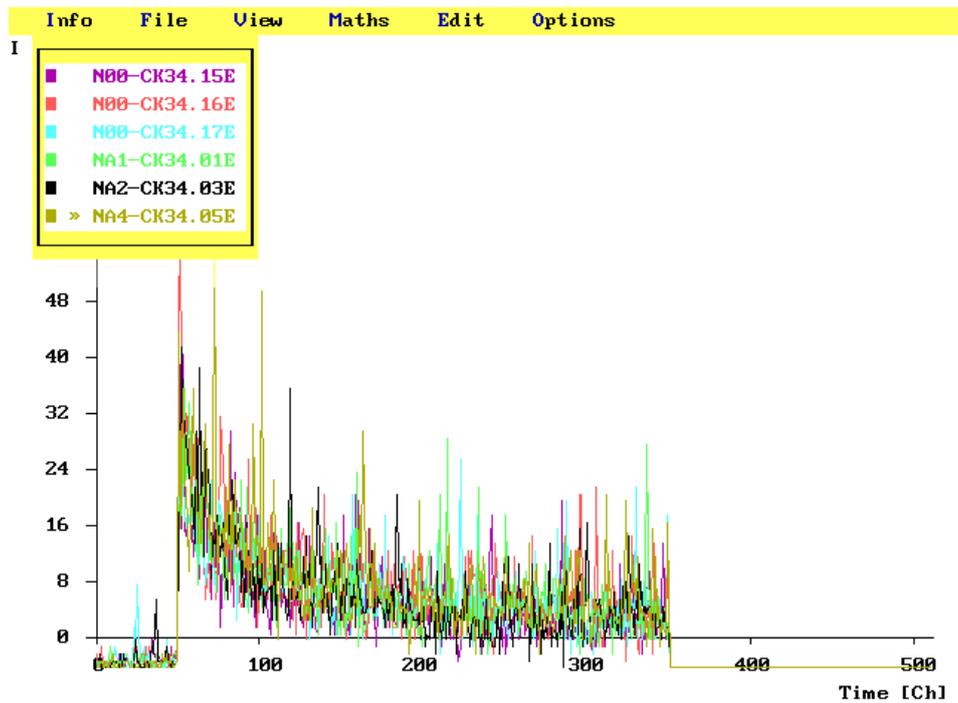


Abbildung 5.24: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe Ker3

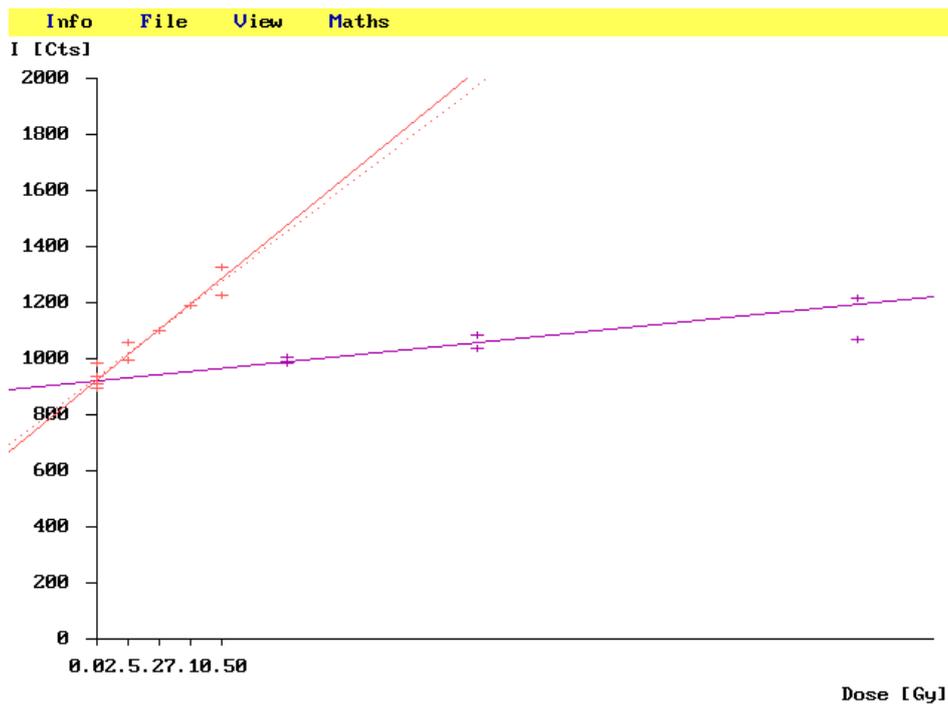


Abbildung 5.25: OSL-Dosischarakteristik der Probe Ker3

Sample "CK34"			
Q: 26.731 ± 1.017 Gy	Q α : 214.023 ± 11.203 Gy	I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.125 ± 0.002
Parameters			
α -Count rate: 11.27 /ksec		Pair rate: 0.26 /ksec	
Saturation weight increase: 0.22			
Saturation fraction: 0.83 ± 0.00		α -Dose rate: 1.411 mGy/a 32.9%	
β -Attenuation: 1.00		K ₂₀ -Contents: 2.28 Wt%	
		β -Dose rate: 2.004 mGy/a 46.8%	
Internal γ -dose rate: 1.218 mGy/a		γ -Dose rate: 0.559 mGy/a	
External γ -dose rate: 0.478 ± 0.050 mGy/a		13.0%	
Shape: F Thickness: 0.8 cm p: 11 %		Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a	
Sat. weight incr. of soil: 0.00		7.3%	
Total dose rate: 4.285 mGy/a			
Errors			
TL measurement: 3.08 %	Annual dose: 3.05 %	Tot. random error: 4.33 %	
Stone content: 0.00 %	Th/U Ratio: 0.00 %	Tot. system. error: 4.82 %	
Calibration: 4.82 %		Total error: 6.48 %	
Wetness fraction: 0.00 %			
Age: 6239 ± 404 years (4231 b.c.)			
Recalc Part. recal		Load new Exit	

Abbildung 5.26: OSL-Altersbestimmung der Probe Ker3

5.4.2 Probe Ker2

Abbildung 5.27 zeigt ein Foto der Probe Ker2, in Tabelle 5.3 sind die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.27: Foto der Probe Ker2

Parameter	Wert
Probendicke	1 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.24
Feuchtigkeitsanteil F	0.82
α -Zählrate	14.65 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.290 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	2.94%
Externe γ -Dosisleistung	0.478 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.3: Probenparameter für Ker2

5.4.2.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.28 auf Seite 100 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.29 auf der nächsten Seite zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.30 auf Seite 101 sind sechs Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila/rot $\hat{=}$ 2.6 Gy, blau/grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz/braun $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.31 auf Seite 101 zeigt den Plateautest von Ker2 mit dem gewählten Auswertungsbereich (310 – 347 °C).

In Abbildung 5.32 auf Seite 102 sind die TL-Regressionsgeraden von Ker2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die Parallelität zwischen β -Regressionsgerade und Second-Glow-Regressionsgerade ist etwas besser als bei der Probe Ker3.

In Abbildung 5.33 auf Seite 102 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

5.4.2.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.34 auf Seite 103 zeigt drei natürliche Ausleuchtcurven (lila, rot und blau) sowie Ausleuchtcurven mit unterschiedlichen β -Laborbestrahlungen (grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz $\hat{=}$ 7.8 Gy, braun $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.35 auf Seite 103 zeigt dieselben natürlichen Ausleuchtcurven (lila, rot, blau) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 31.8 Gy, schwarz $\hat{=}$ 47.7 Gy, braun $\hat{=}$ 63.6 Gy).

Die Probe Ker2 war bei der OSL-Auswertung sehr problematisch. Trotz mehrerer Aufbereitungen waren die Ergebnisse stets von massiven Streuungen geprägt, die eine genaue Datierung unmöglich machten. Ein Beispiel ist in Abbildung 5.36 auf Seite 104 zu sehen. Schließlich wurde versucht, durch Variationen in der Auswertung einen groben Altersbereich abzuschätzen. In Abbildung 5.37 auf Seite 104 sind beispielhaft OSL-Regressionsgeraden von Ker2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila).

In Abbildung 5.38 auf Seite 105 ist das Ergebnis einer OSL-Altersabschätzung zu sehen. Anhand der OSL-Ergebnisse lässt sich das Alter der Probe lediglich auf einen Bereich von ungefähr 5000 bis 9000 Jahren eingrenzen.

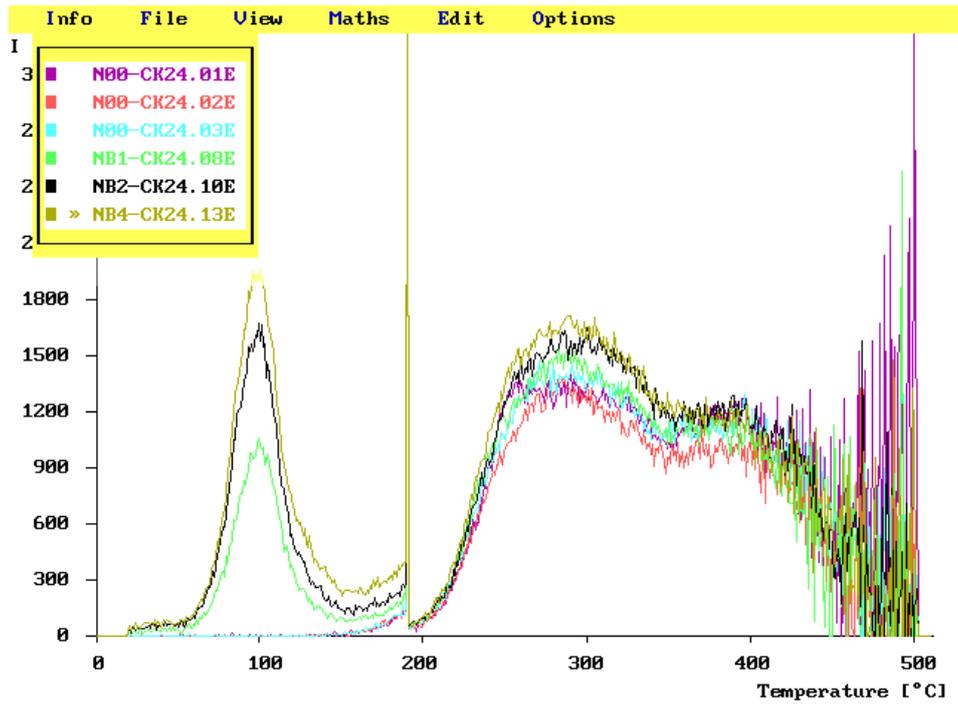


Abbildung 5.28: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe Ker2

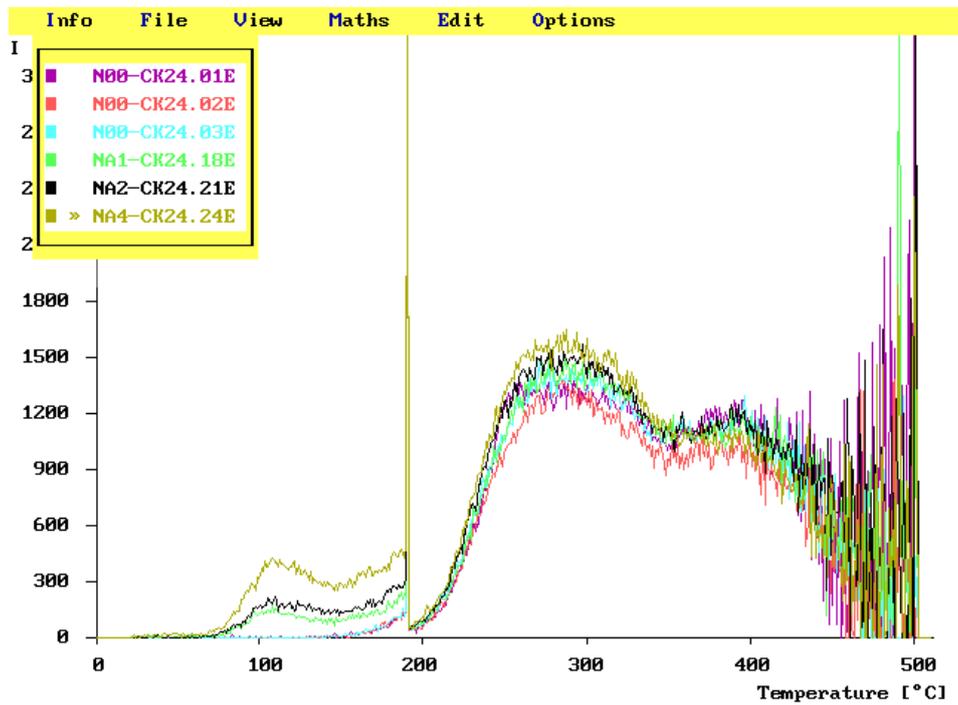


Abbildung 5.29: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe Ker2

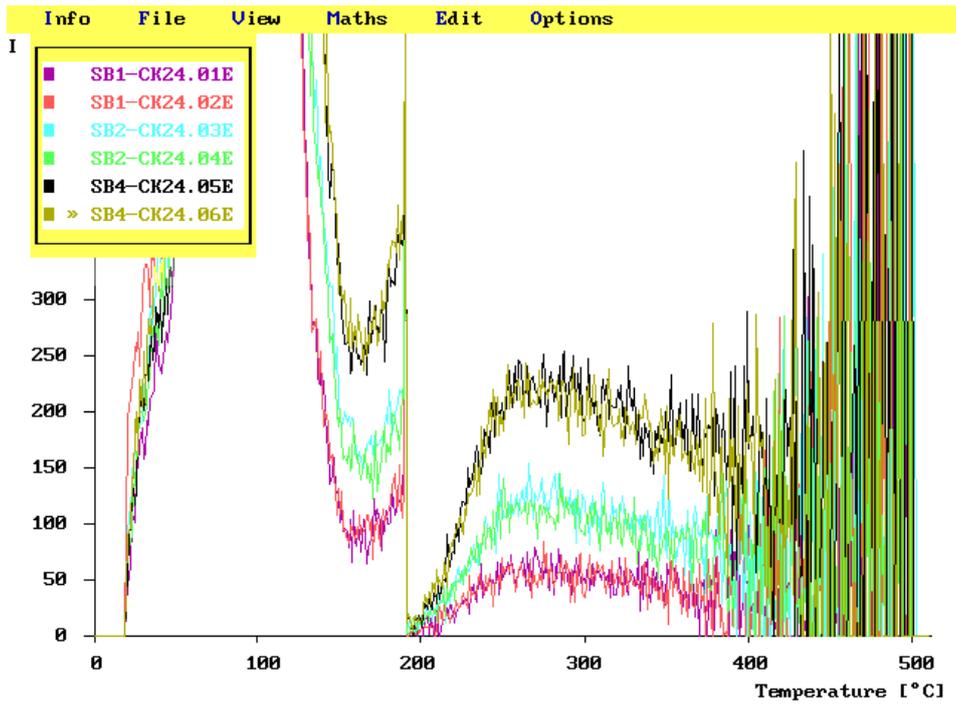


Abbildung 5.30: Second-Glow-Kurven der Probe Ker2 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

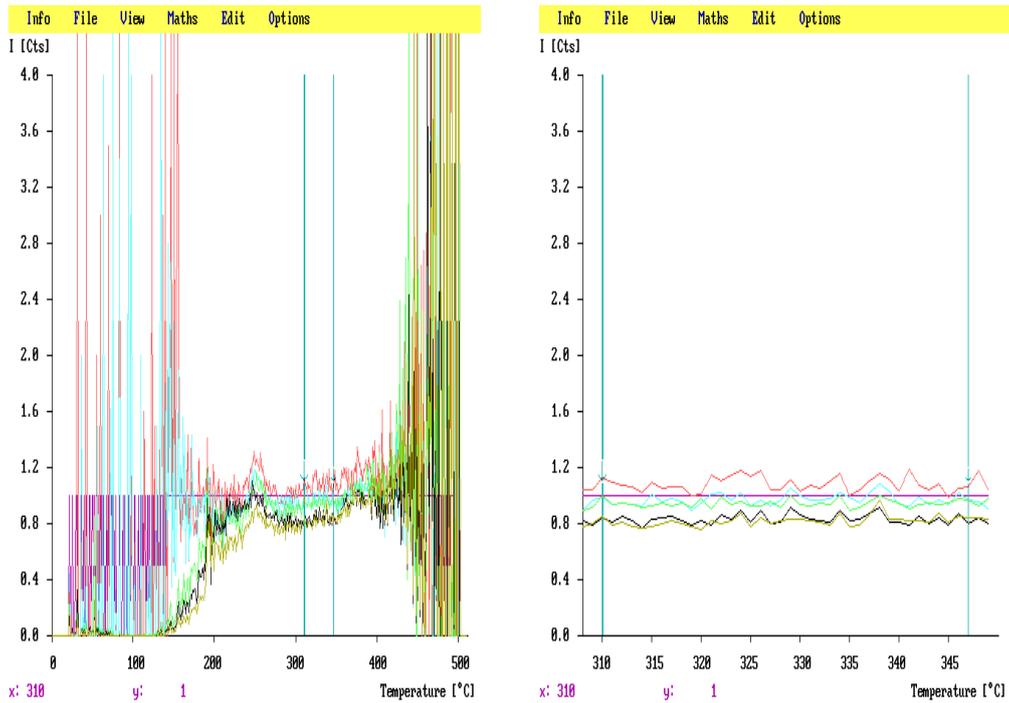


Abbildung 5.31: Plateautest der Probe Ker2

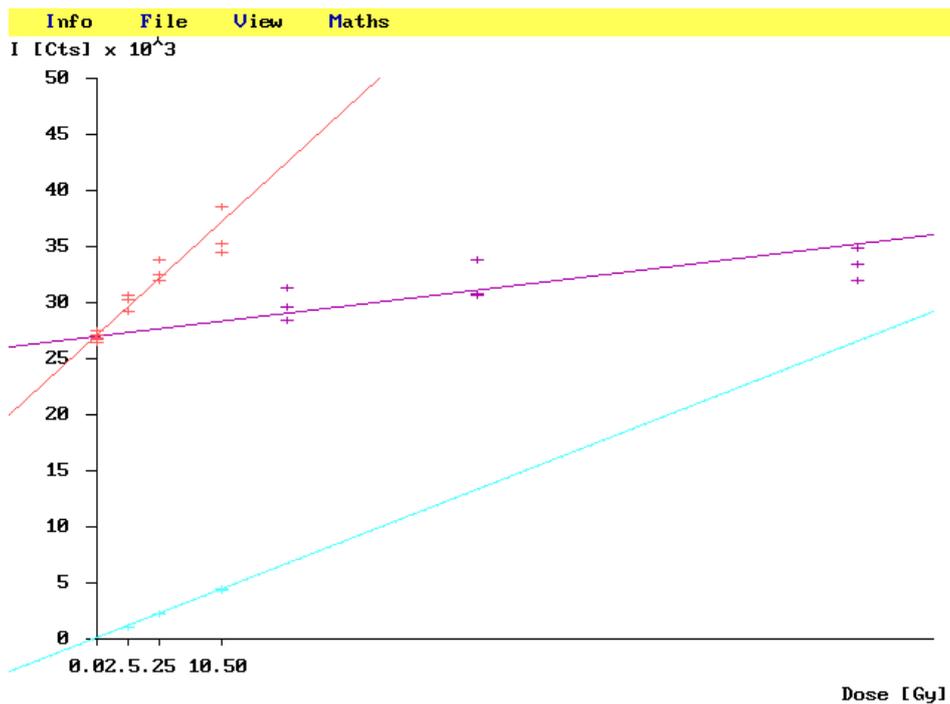


Abbildung 5.32: TL-Dosischarakteristik der Probe Ker2

Sample "CK24"	
Q: 27.964 ± 1.178 Gy	Qα: 206.008 ± 10.931 Gy
I: -0.169 ± 0.136 Gy	A: 0.136 ± 0.001 Gy
Parameters	
α-Count rate: 14.65 /ksec	Pair rate: 0.29 /ksec
Saturation weight increase: 0.24	
Saturation fraction: 0.82 ± 0.00	α-Dose rate: 1.961 mGy/a 35.9%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 2.94 Wt%
	β-Dose rate: 2.588 mGy/a 47.4%
Internal γ-dose rate: 1.517 mGy/a	γ-Dose rate: 0.605 mGy/a
External γ-dose rate: 0.478 ± 0.050 mGy/a	11.1%
Shape: F Thickness: 1.0 cm p: 12 %	Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.00	5.7%
	Total dose rate: 5.465 mGy/a
Errors	
TL measurement: 3.36 %	Annual dose: 3.19 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 4.63 %
Calibration: 4.87 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. system. error: 4.87 %
	Total error: 6.72 %
Age: 5086 ± 342 years (3078 b.c.)	
Recalc	Part. recal
Load new	Exit

Abbildung 5.33: TL-Altersbestimmung der Probe Ker2

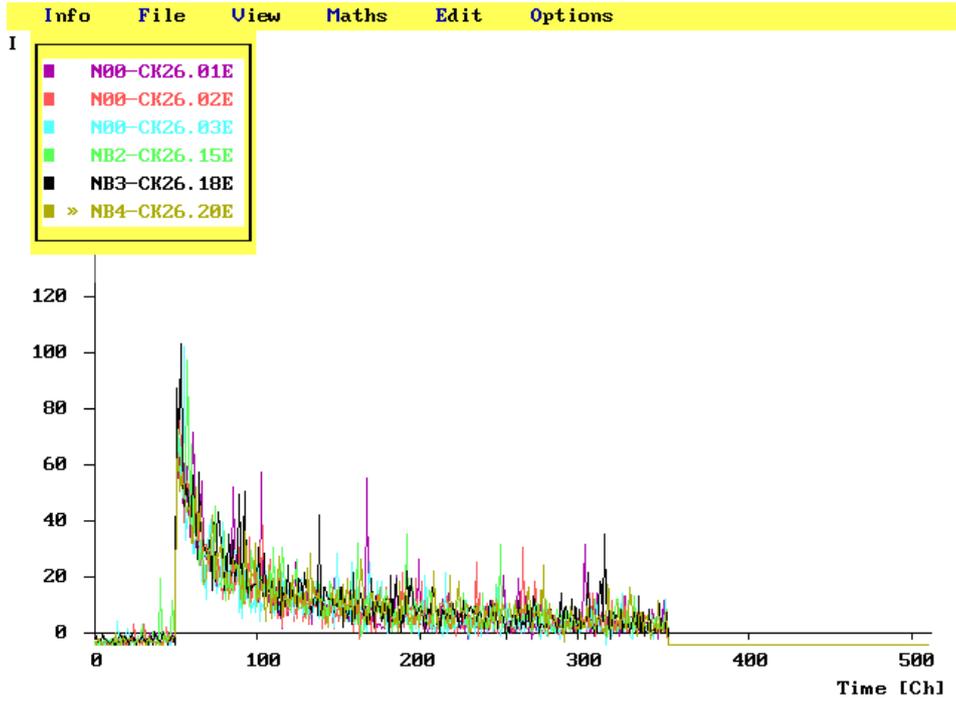


Abbildung 5.34: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe Ker2

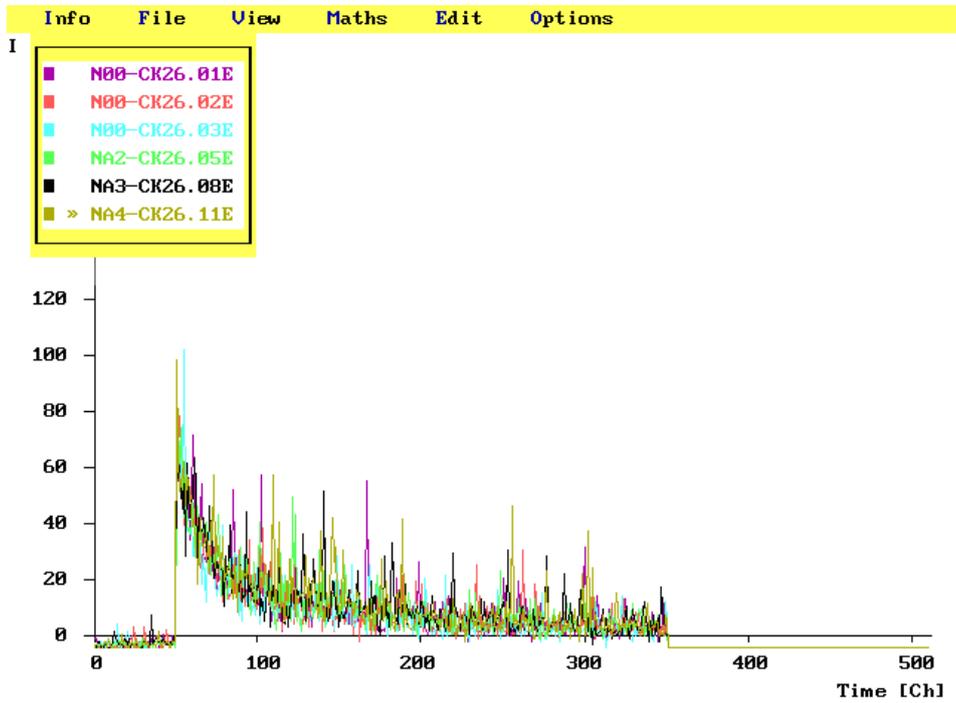


Abbildung 5.35: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe Ker2

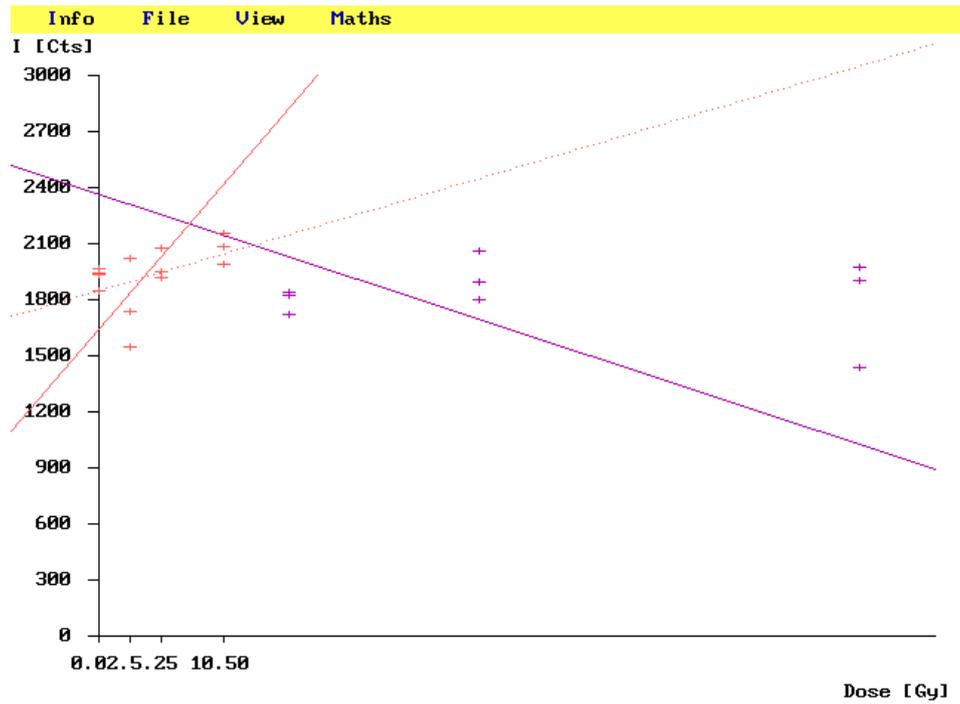


Abbildung 5.36: Probleme bei der OSL-Dosischarakteristik der Probe Ker2

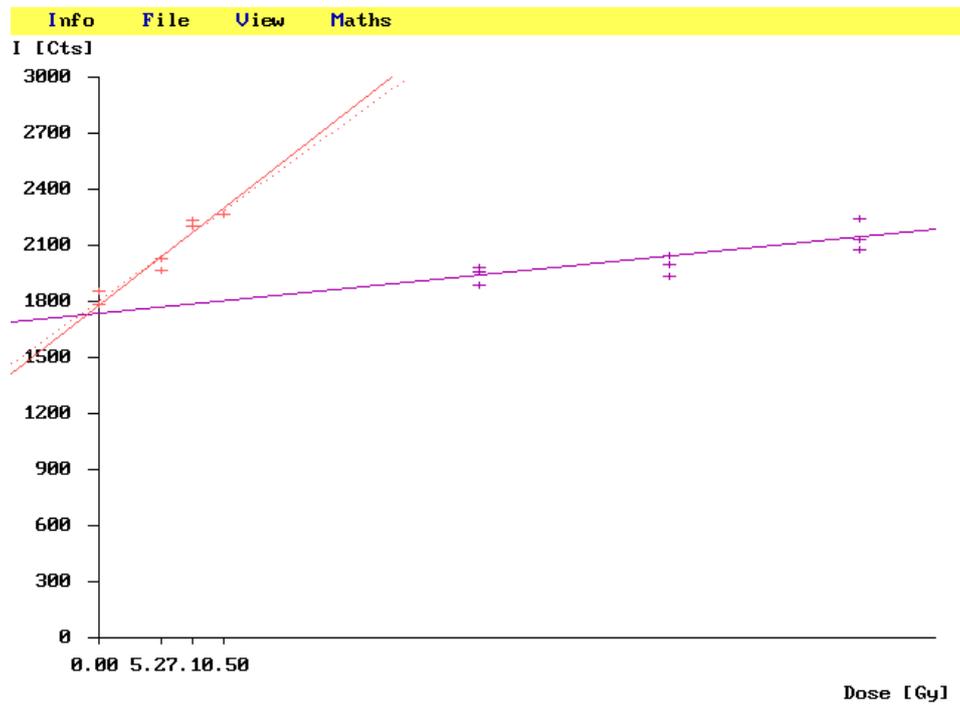


Abbildung 5.37: Beispiel-OSL-Dosischarakteristik der Probe Ker2

Sample "CK26"			
Q:	35.938 ± 0.938 Gy	Qα:	269.094 ± 10.384 Gy
		I:	0.000 ± 0.000 Gy
		A:	0.134 ± 0.002 Gy
Parameters			
α-Countrate:	14.65 /ksec	Pairsrate:	0.29 /ksec
Saturation weight increase:	0.24		
Saturation fraction:	0.82 ± 0.00	α-Doserate:	1.929 mGy/a
			35.5%
β-Attenuation:	1.00	K20-Contents:	2.94 Wt%
		β-Doserate:	2.588 mGy/a
			47.6%
Internal τ-doserate:	1.517 mGy/a	τ-Doserate:	0.605 mGy/a
External τ-doserate:	0.478 ± 0.050 mGy/a		11.1%
Shape: F	Thickness: 1.0 cm	p:	12 %
Sat. weight incr. of soil:	0.00	Cosmic doserate:	0.311 mGy/a
			5.7%
		Total doserate:	5.433 mGy/a
Errors			
TL measurement:	2.17 %	Annual dose:	3.18 %
Stone content:	0.00 %	Tot. random error:	3.85 %
Calibration:	4.87 %	Th/U Ratio:	0.00 %
Wetness fraction:	0.00 %	Tot. sytem. error:	4.87 %
		Total error:	6.21 %
Age: 6614 ± 411 years (4606 b.c.)			
Recalc		Part. recal	
		Load new	
		Exit	

Abbildung 5.38: Beispiel-OSL-Altersabschätzung der Probe Ker2

5.4.3 Resultate

Die Probe Ker3 war sowohl mit TL als auch OSL gut zu datieren. Die Altersergebnisse der beiden Datierungsverfahren stimmen nahezu perfekt überein, es ist allerdings zu beachten, dass sie sich bei der errechneten β - und besonders α -Äquivalenzdosis voneinander unterscheiden. In Bergmann (2005) wurde für Ker3 ein TL-Alter von 5960 und ein IRSL-Alter von 5971 Jahren bestimmt, was mit den hier ermittelten Datierungsergebnissen gut übereinstimmt.

Bei der Probe Ker2 war zwar eine TL-Datierung, jedoch keine exakte OSL-Datierung möglich. Das berechnete TL-Alter von 5086 Jahren liegt sehr nahe an der TL-Datierung mit einem Alter von 4925 Jahren durch Bergmann (2005).

Eine Interpretation der Datierungsergebnisse aller Proben aus der Ziegelrohit ist in Abschnitt 5.5.5 zu finden.

5.5 Proben aus der Ziegelroit – Neu



Die als P1, P2 und P3 bezeichneten Proben wurden speziell für diese Arbeit aus der Ziegelroit entnommen. Die Ziegelroit (auch Ziegelroith oder Ziegelreut) ist ein etwa 30×50 Meter großes Gebiet in einem Gebirgswald in der Nähe von Geboltskirchen, Oberösterreich. Der Erdboden ist hier mit Bruchstücken von Ziegeln in verschiedensten Größen und Formen übersät. Auch das Erdreich ist von solchen Ziegeltrümmern durchsetzt.

Die Herkunft dieser Ziegelbruchstücke ist völlig unbekannt. Namen auf „-roit“ entstanden üblicherweise zur Zeit der Besiedelung des Landes, etwa um das Jahr 1000 – dies deutet darauf hin, dass die ersten Siedler die Ziegel bereits an dieser Stelle vorgefunden haben. Es finden sich keine Spuren glatter Oberflächen oder Kanten, die einen Rückschluss auf die Form der Ziegel erlauben würden. Mündliche Überlieferungen verbinden die Ziegelroit mit einem Vorwerk des Schlosses Gröbming oder mit dem Schloss selbst. Andere Theorien über die Entstehung der Ziegelroit vermuten hier die Reste eines römischen Signalturms oder eines Feldziegelofens. Auch ein nichtmenschlicher Ursprung wird als Erklärungsversuch herangezogen: Da der Boden von Lehm durchzogen ist und es in der Nähe große Braunkohlevorkommen gibt, weisen Bergleute darauf hin, dass ein unterirdischer Flözbrand die Ursache der Ziegelbruchstücke sein könnte.

5.5.1 Probennahme

Die Proben wurden an zwei verschiedenen Stellen aus dem Boden ausgegraben: an der ersten Stelle die Probe P1 aus einer Tiefe von 15 cm, an der zweiten Stelle P2 aus einer Tiefe von 10 cm und P3 aus 20 cm Tiefe. Anschließend wurde an beiden Stellen die gesamte γ -Umgebungsstrahlung (die Summe aus externer und kosmischer Strahlung) mit einem Szintillationsmessgerät ermittelt. In Abbildung 5.39 ist zur Illustration die erste Stelle vor der Probennahme zu sehen, wobei auch die Durchsetzung der Erde mit Ziegelfragmenten gut erkennbar ist.

Es wurde bei allen Proben wie in Abschnitt 4.1.2 beschrieben eine Feuchtigkeitsbestimmung durchgeführt. Da es jedoch am Tag der Probennahme stark regnete, waren die Ergebnisse des Feuchtigkeitsanteils F (bei allen Proben nahezu 1.0) nicht repräsentativ. Für die Datierungen wurde ein Wert von 0.9 angenommen.

5.5.2 Probe P1

Abbildung 5.40 auf Seite 108 zeigt ein Foto der Probe P1, in Tabelle 5.4 auf der nächsten Seite sind außerdem die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.39: Foto der ersten Probennahmestelle

5.5.2.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.41 auf Seite 109 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.42 auf Seite 109 zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.43 auf Seite 110 sind sechs Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila/rot $\hat{=}$ 2.6 Gy, blau/grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz/braun $\hat{=}$

Parameter	Wert
Probendicke	3 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.18
Feuchtigkeitsanteil F	0.9 (<i>geschätzt</i>)
α -Zählrate	16.00 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.388 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	3.57%
Externe γ -Dosisleistung	1.012 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.4: Probenparameter für P1



Abbildung 5.40: Foto der Probe P1

7.8 Gy).

Abbildung 5.44 auf Seite 110 zeigt den Plateautest von P1 mit dem gewählten Auswertungsbereich (304 – 322 °C).

In Abbildung 5.45 auf Seite 111 sind die TL-Regressionsgeraden von P1 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Second-Glow- und β -Regressionsgerade verlaufen nicht besonders parallel.

In Abbildung 5.46 auf Seite 111 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

5.5.2.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.47 auf Seite 112 zeigt eine natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.48 auf Seite 112 zeigt dieselbe natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (rot $\hat{=}$ 31.8 Gy, blau $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.49 auf Seite 113 sind die OSL-Regressionsgeraden von P1 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila eingezeichnet). Die Plättchenzahl war bei dieser Aufbereitung recht gering.

In Abbildung 5.50 auf Seite 113 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

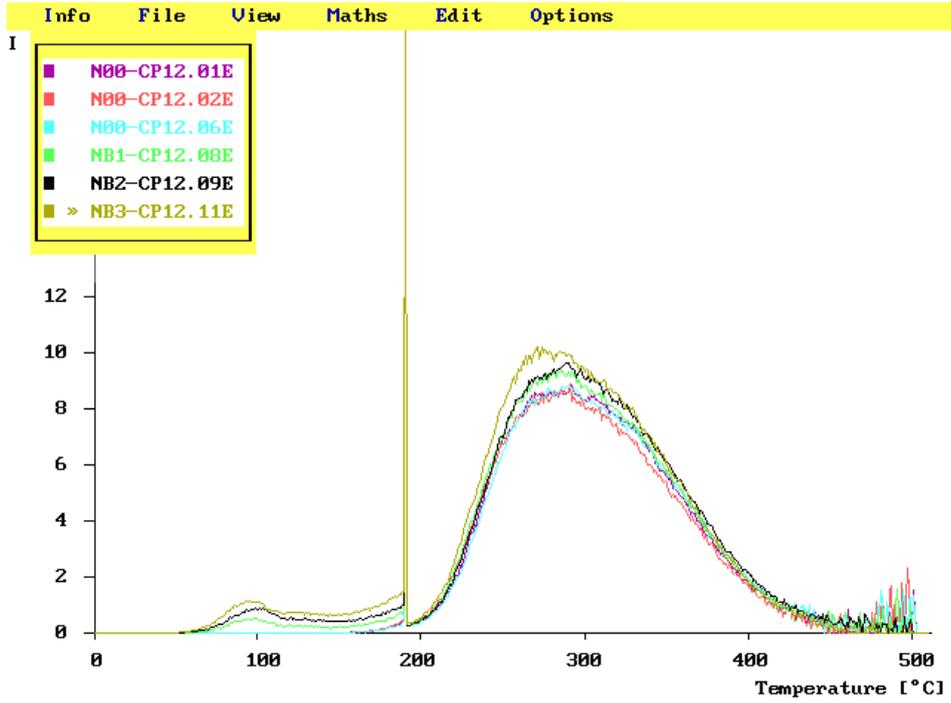


Abbildung 5.41: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe P1

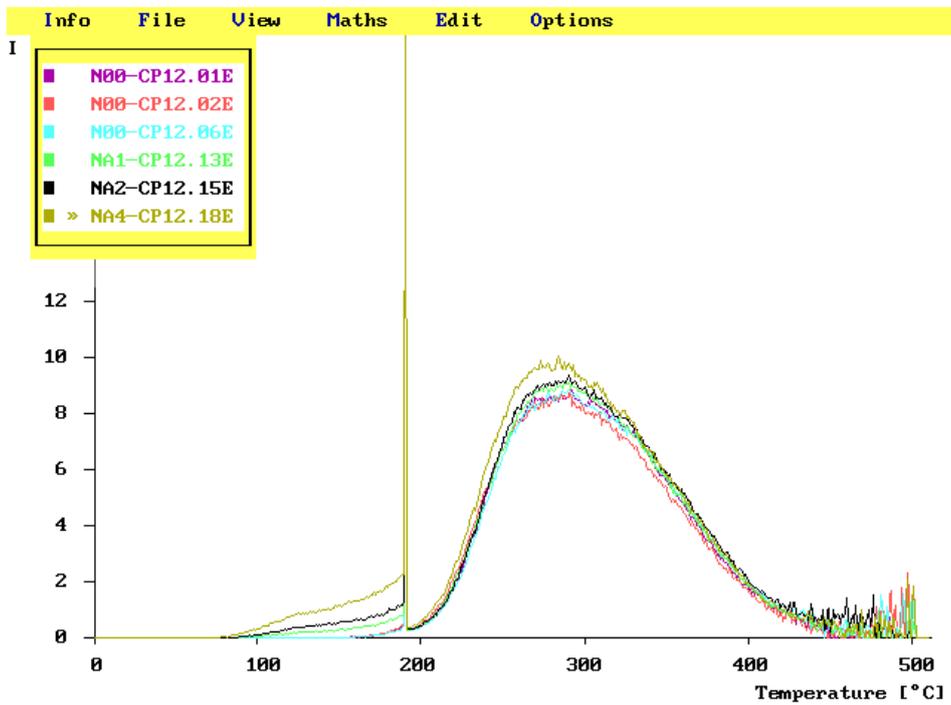


Abbildung 5.42: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe P1

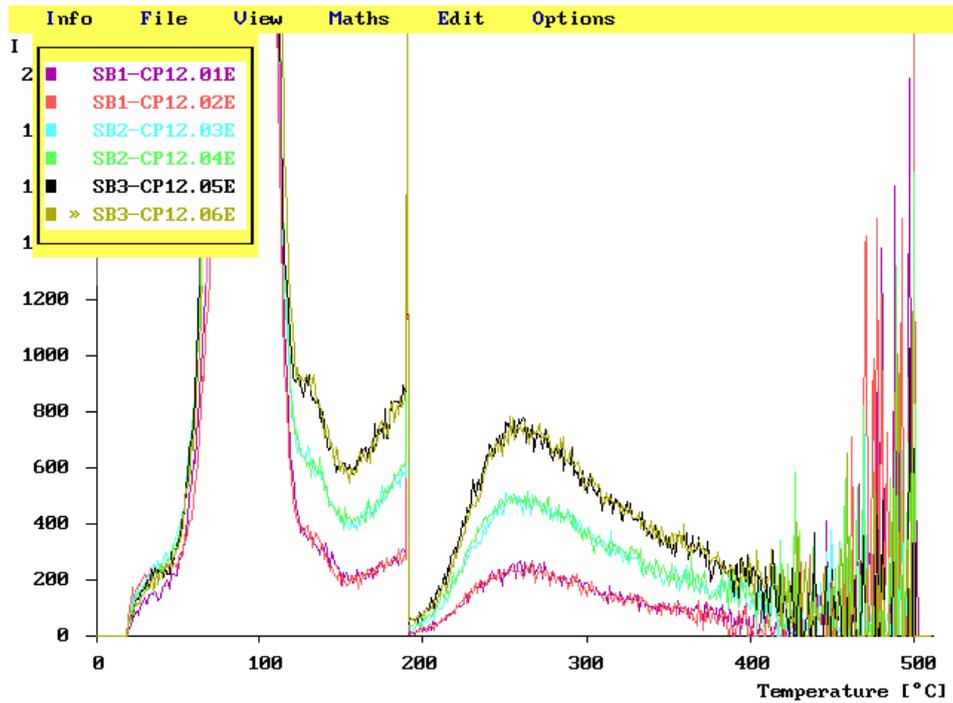


Abbildung 5.43: Second-Glow-Kurven der Probe P1 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

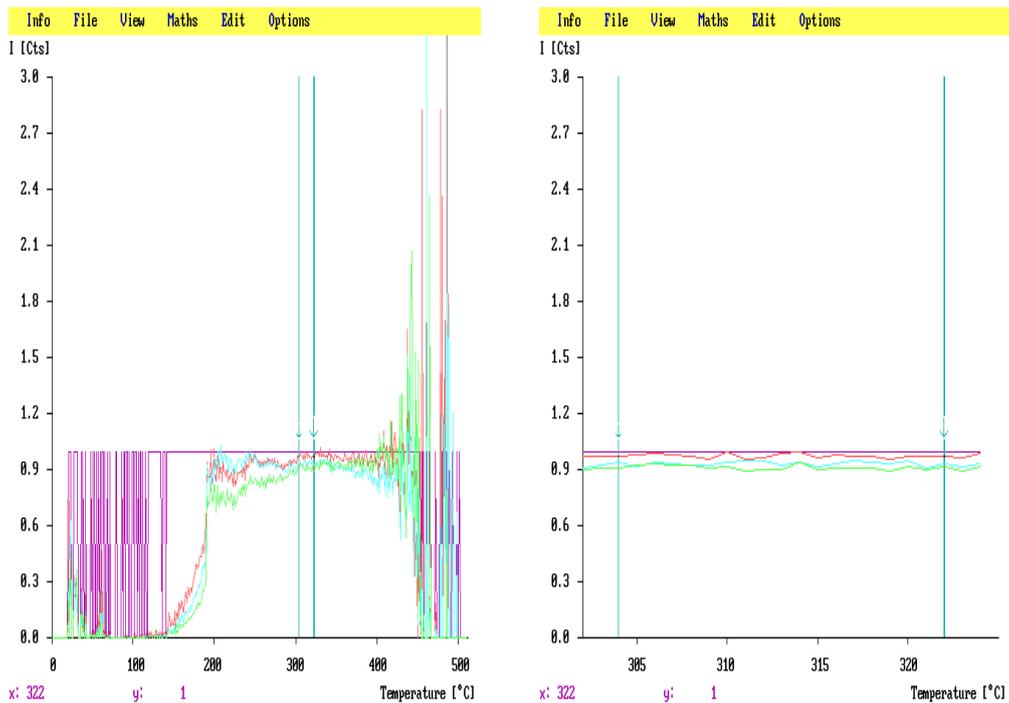


Abbildung 5.44: Plateautest der Probe P1

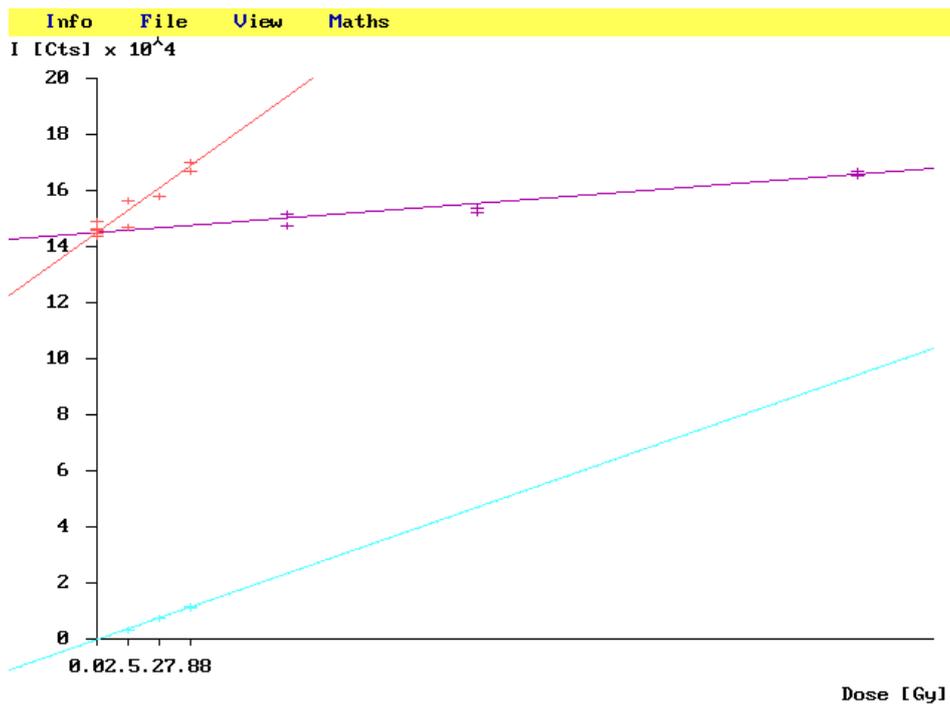


Abbildung 5.45: TL-Dosischarakteristik der Probe P1

Sample "CP12"	
Q: 47.761 ± 0.954 Gy	Qα: 444.415 ± 6.146 Gy
I: 0.167 ± 0.070 Gy	A: 0.107 ± 0.001 Gy
Parameters	
α-Count rate: 16.00 /ksec	Pair rate: 0.39 /ksec
Saturation weight increase: 0.18	
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00	α-Dose rate: 1.766 mGy/a 27.6%
β-Attenuation: 1.00	K2O-Contents: 3.57 Wt%
	β-Dose rate: 3.106 mGy/a 48.6%
Internal γ-dose rate: 1.826 mGy/a	γ-Dose rate: 1.205 mGy/a
External γ-dose rate: 1.012 ± 0.050 mGy/a	18.9%
Shape: F Thickness: 3.0 cm p: 24 %	Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.00	4.9%
	Total dose rate: 6.388 mGy/a
Errors	
TL measurement: 1.50 %	Annual dose: 3.03 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 3.38 %
Calibration: 4.92 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. system. error: 4.92 %
	Total error: 5.96 %
Age: 7503 ± 447 years (5495 b.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.46: TL-Altersbestimmung der Probe P1

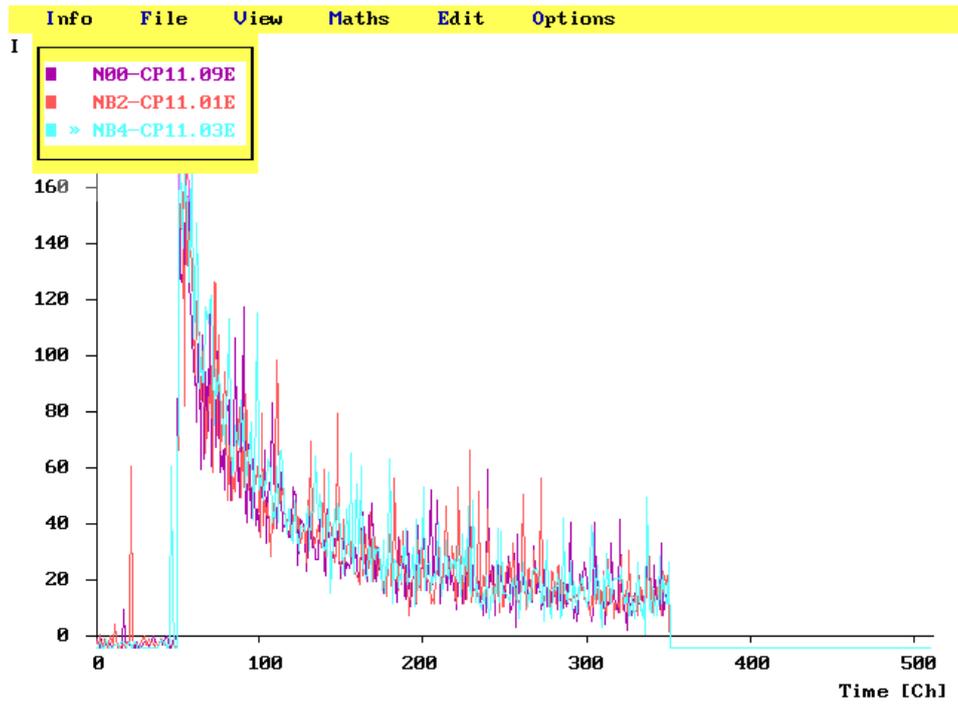


Abbildung 5.47: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P1

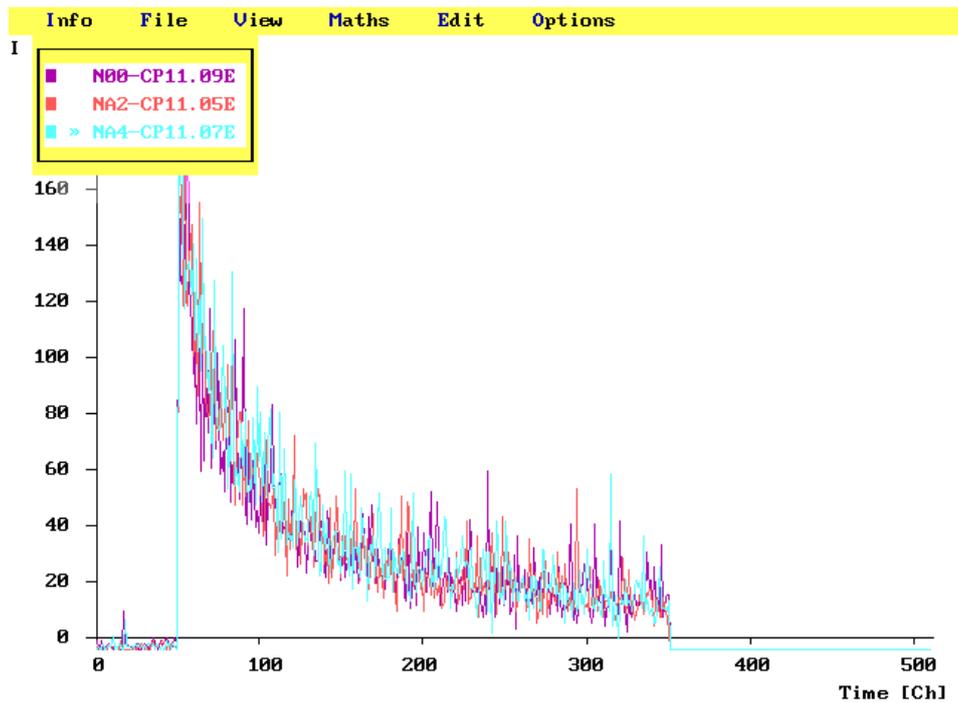


Abbildung 5.48: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P1

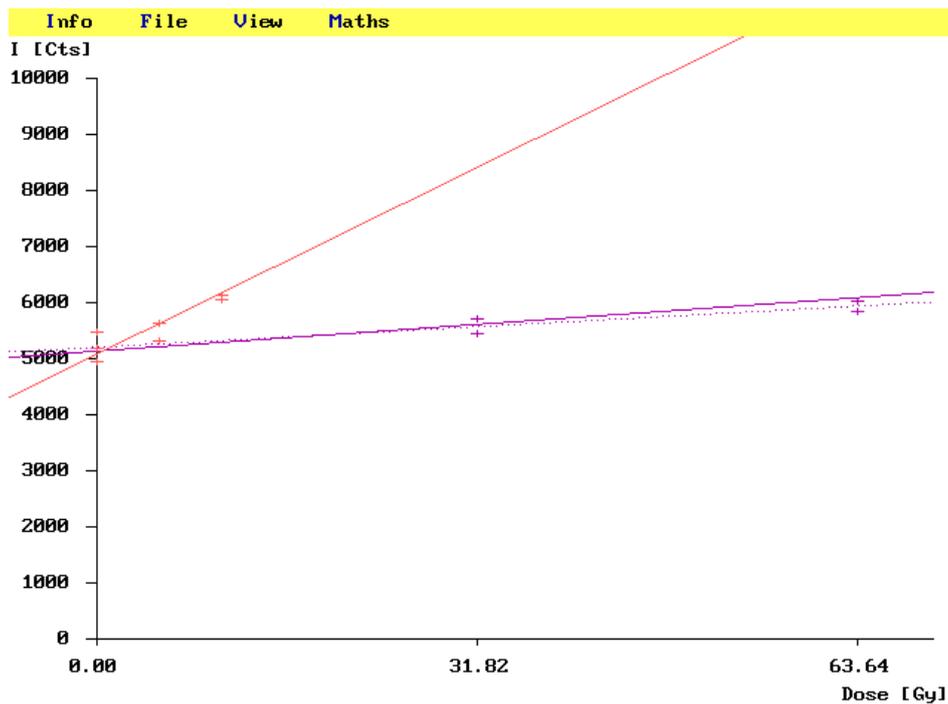


Abbildung 5.49: OSL-Dosischarakteristik der Probe P1

Sample "CP11"	
Q: 48.341 ± 1.985 Gy	Qα: 341.627 ± 12.505 Gy
I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.142 ± 0.001
Parameters	
α-Countrate: 16.00 /ksec	Pairsrate: 0.39 /ksec
Saturation weight increase: 0.18	
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00	α-Doserate: 2.325 mGy/a 33.5%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 3.57 Wt%
	β-Doserate: 3.106 mGy/a 44.7%
Internal γ-doserate: 1.826 mGy/a	γ-Doserate: 1.205 mGy/a
External γ-doserate: 1.012 ± 0.050 mGy/a	17.3%
Shape: F Thickness: 3.0 cm p: 24 %	Cosmic doserate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.20	4.5%
	Total doserate: 6.947 mGy/a
Errors	
TL measurement: 2.99 %	Annual dose: 3.11 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 4.32 %
Calibration: 4.85 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.85 %
	Total error: 6.49 %
Age: 6958 ± 452 years (4950 b.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.50: OSL-Altersbestimmung der Probe P1

5.5.3 Probe P2

Abbildung 5.51 zeigt zwei Fotos der Probe P2, weiters sind in Tabelle 5.5 die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.

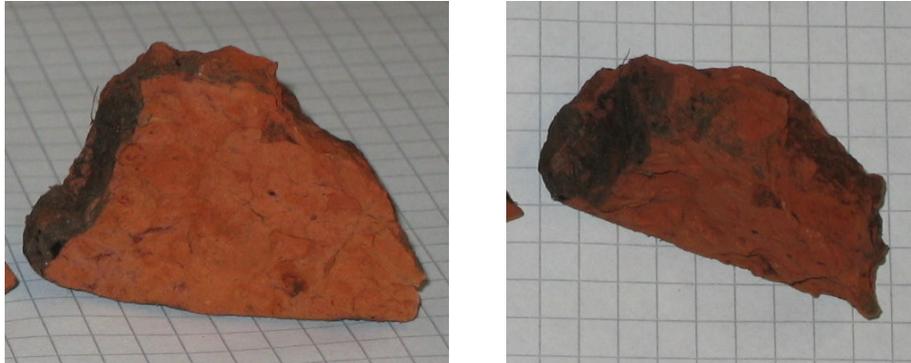


Abbildung 5.51: Zwei Fotos der Probe P2

Parameter	Wert
Probendurchmesser	4 cm (\varnothing)
Sättigungsgewichtszunahme W	0.17
Feuchtigkeitsanteil F	0.9 (<i>geschätzt</i>)
α -Zählrate	19.39 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.535 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	4.06%
Externe γ -Dosisleistung	0.811 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.5: Probenparameter für P2

5.5.3.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.52 auf Seite 116 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.53 auf Seite 116 zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 47.7 Gy).

In Abbildung 5.54 auf Seite 117 sind drei Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila $\hat{=}$ 2.6 Gy, rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.55 auf Seite 117 zeigt den Plateautest von P2 mit dem gewählten Auswertungsbereich (282 – 295 °C). Wie man sieht, ist kein klares Plateau erkennbar, die berechneten Kurven steigen über den gesamten Temperaturbereich an.

In Abbildung 5.56 auf Seite 118 sind die TL-Regressionsgeraden von P2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die Punkte streuen relativ stark.

In Abbildung 5.57 auf Seite 118 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen. Durch das Fehlen eines wirklichen Plateaus ist das Resultat nicht aussagekräftig.

5.5.3.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.58 auf Seite 119 zeigt eine natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.59 auf Seite 119 zeigt dieselbe natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (rot $\hat{=}$ 31.8 Gy, blau $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.60 auf Seite 120 sind die OSL-Regressionsgeraden von P2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila). Auch bei OSL streuten die Punkte besonders stark, die Ausreißer waren aber recht gut erkennbar und wurden eliminiert.

In Abbildung 5.61 auf Seite 120 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen. Aufgrund der starken Streuung der Messergebnisse ist es deutlich unsicherer als der vom Programm angegebene Fehler, liegt jedoch im Vergleich zur TL-Messung in einem realistischeren Altersbereich.

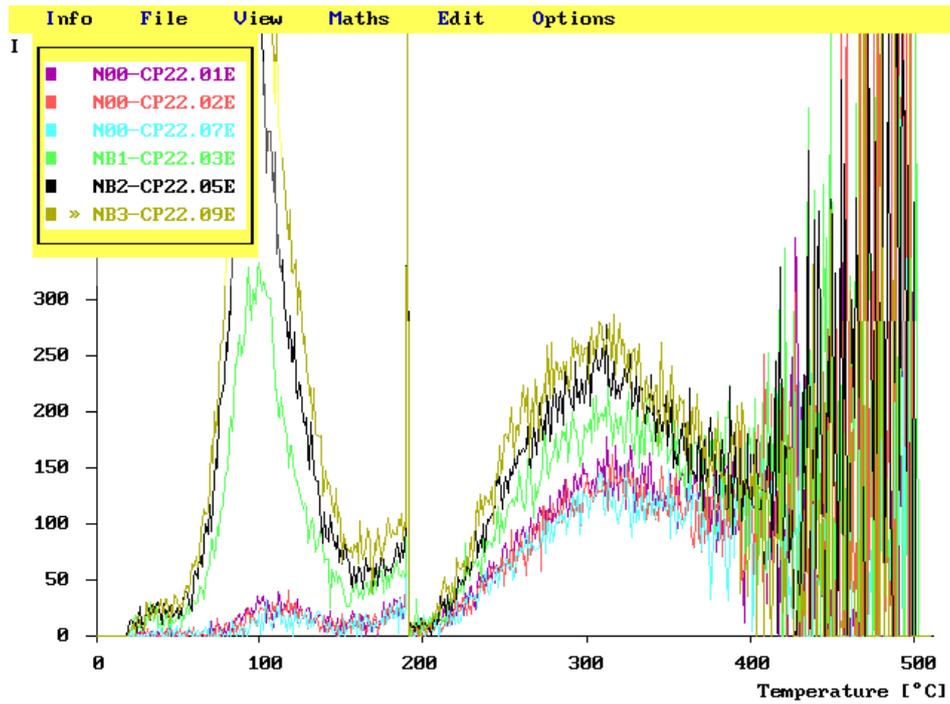


Abbildung 5.52: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe P2

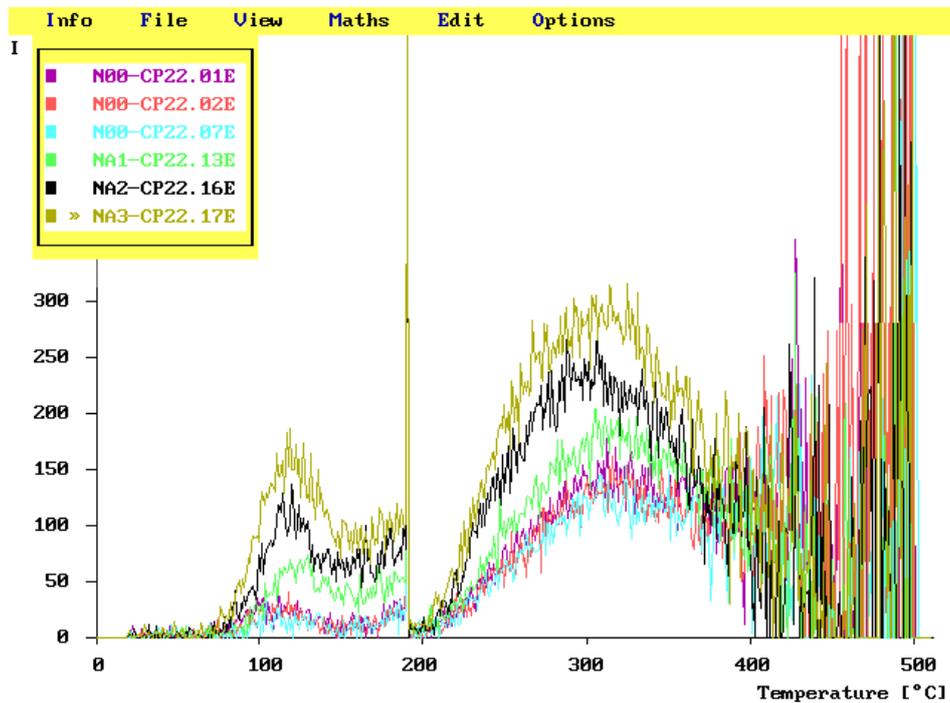


Abbildung 5.53: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe P2

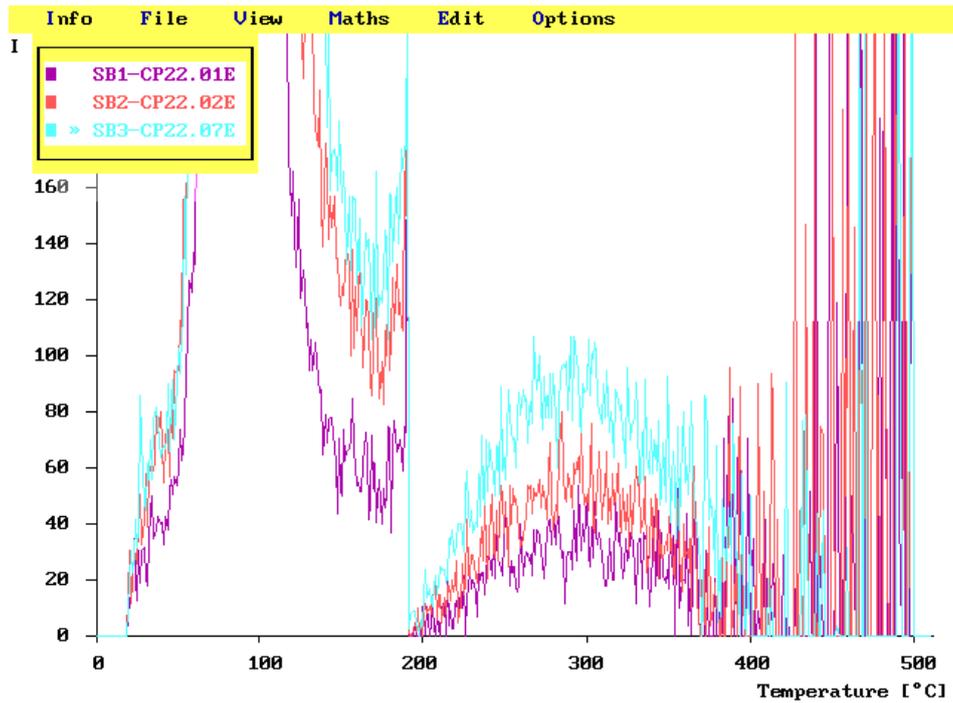


Abbildung 5.54: Second-Glow-Kurven der Probe P2 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

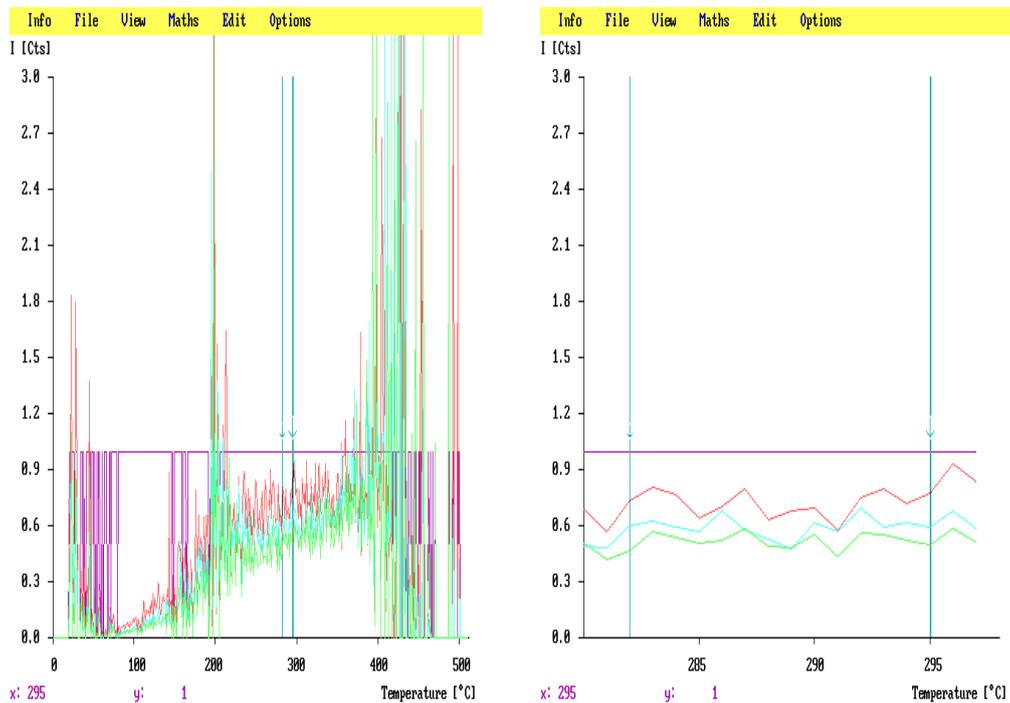


Abbildung 5.55: Plateautest der Probe P2

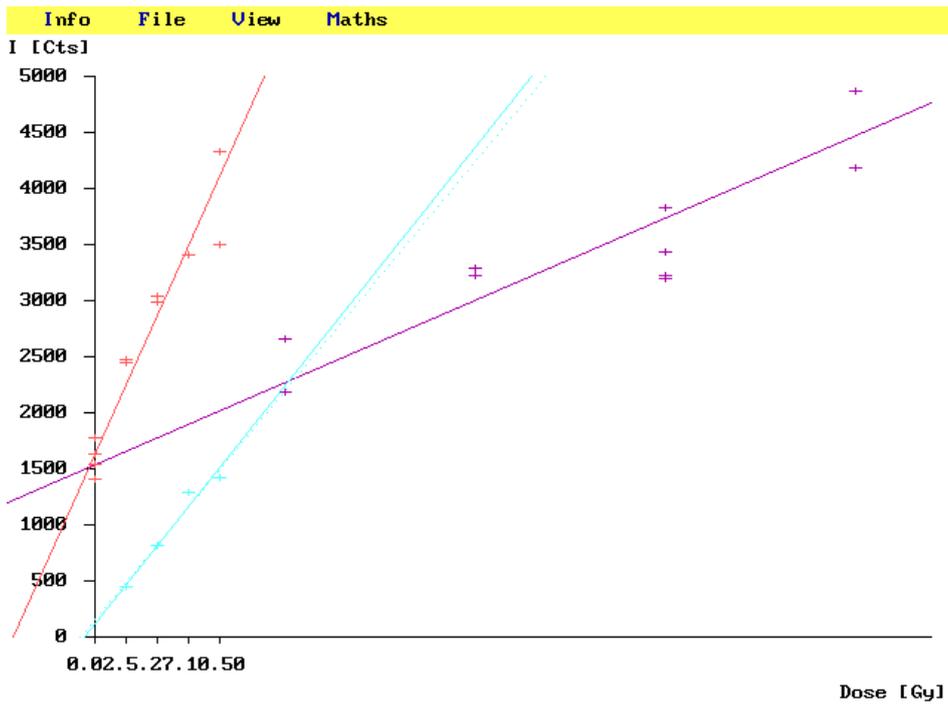


Abbildung 5.56: TL-Dosischarakteristik der Probe P2

Sample "CP22"	
Q: 6.893 ± 1.023 Gy	Qα: 33.394 ± 6.534 Gy
I: -0.922 ± 0.578 Gy	A: 0.206 ± 0.010
Parameters	
α-Countrate: 19.39 /ksec	Pairrate: 0.53 /ksec
Saturation weight increase: 0.17	
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00	α-Doserate: 4.155 mGy/a 46.1%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 4.06 Wt%
	β-Doserate: 3.624 mGy/a 40.2%
Internal γ-doserate: 2.198 mGy/a	γ-Doserate: 0.922 mGy/a
External γ-doserate: 0.811 ± 0.050 mGy/a	10.2%
Shape: S Thickness: 4.0 cm p: 8 %	Cosmic doserate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.20	3.5%
	Total doserate: 9.013 mGy/a
Errors	
TL measurement: 16.76 %	Annual dose: 3.36 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 17.10 %
Calibration: 4.89 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.89 %
	Total error: 17.78 %
Age: 663 ± 118 years (1345 a.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.57: TL-Altersbestimmung der Probe P2

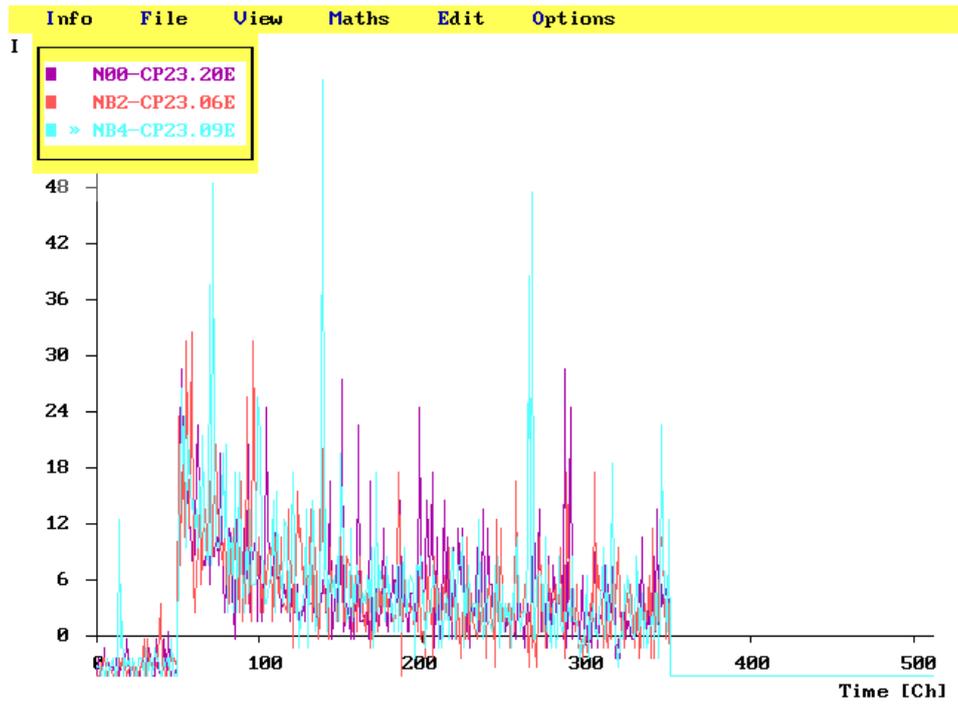


Abbildung 5.58: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P2

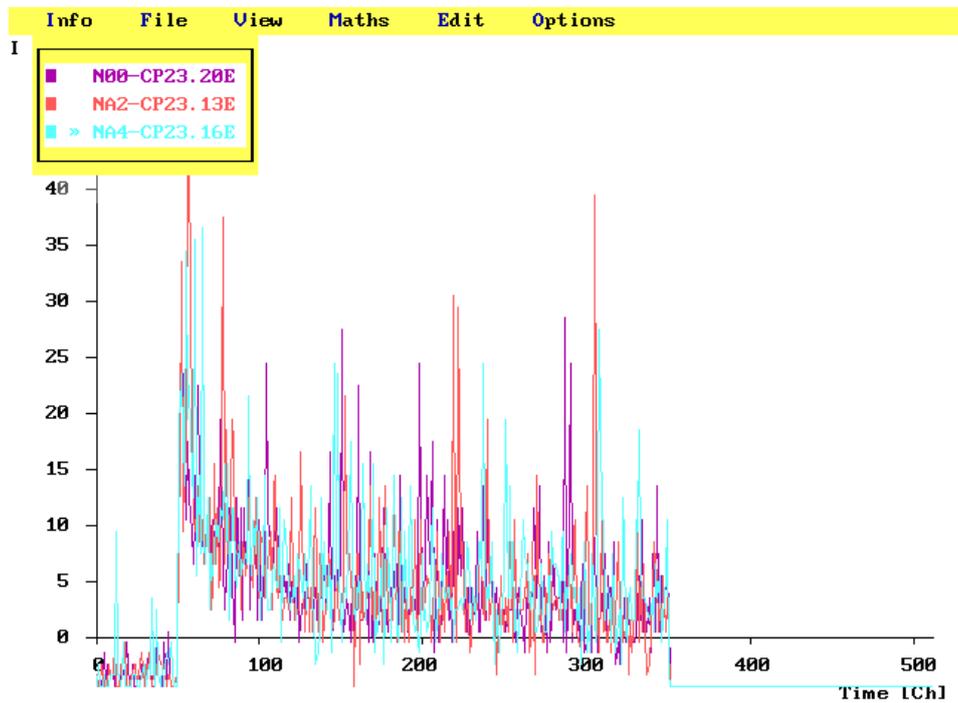


Abbildung 5.59: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P2

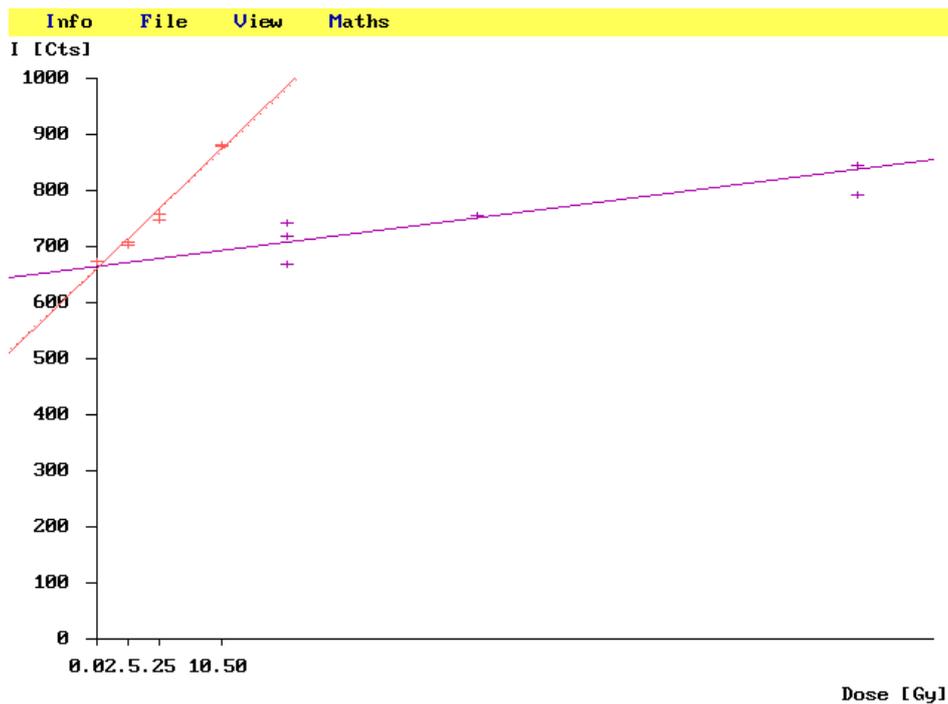


Abbildung 5.60: OSL-Dosischarakteristik der Probe P2

Sample "CP23"			
Q: 32.287 ± 0.564 Gy	Qα: 245.234 ± 9.435 Gy	I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.132 ± 0.003
Parameters			
α-Count rate: 19.39 /ksec		Pair rate: 0.53 /ksec	
Saturation weight increase: 0.17			
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00		α-Dose rate: 2.650 mGy/a 35.3%	
β-Attenuation: 1.00		K2O-Contents: 4.06 Wt%	
		β-Dose rate: 3.624 mGy/a 48.3%	
Internal γ-dose rate: 2.198 mGy/a		γ-Dose rate: 0.922 mGy/a	
External γ-dose rate: 0.811 ± 0.050 mGy/a		12.3%	
Shape: S Thickness: 4.0 cm p: 8 %		Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a	
Sat. weight incr. of soil: 0.20		4.1%	
Total dose rate: 7.500 mGy/a			
Errors			
TL measurement: 1.77 %	Annual dose: 3.16 %	Tot. random error: 3.62 %	
Stone content: 0.00 %			
Calibration: 4.85 %	Th/U Ratio: 0.00 %	Tot. system. error: 4.85 %	
Wetness fraction: 0.00 %		Total error: 6.05 %	
Age: 4300 ± 260 years (2292 b.c.)			
Recalc	Part. recalc	Load new	Exit

Abbildung 5.61: OSL-Altersbestimmung der Probe P2

5.5.4 Probe P3

Abbildung 5.62 zeigt ein Foto der Probe P3, in Tabelle 5.6 sind außerdem die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.62: Foto der Probe P3

Parameter	Wert
Probendicke	3 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.17 (<i>geschätzt</i>)
Feuchtigkeitsanteil F	0.9 (<i>geschätzt</i>)
α -Zählrate	16.59 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.318 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	3.50% (<i>geschätzt</i>)
Externe γ -Dosisleistung	0.811 mGy/a
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.6: Probenparameter für P3

5.5.4.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.63 auf Seite 123 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.64 auf Seite 123 zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 31.8 Gy, schwarz $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.65 auf Seite 124 sind drei Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila $\hat{=}$ 5.2 Gy, rot $\hat{=}$ 7.8 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.66 auf Seite 124 zeigt den Plateautest von P3 mit dem gewählten Auswertungsbereich (372 – 384 °C). Auch hier steigen die berechneten Kurven fast über den gesamten Bereich an, zeigen in einem sehr hohen Temperaturbereich aber noch ein Plateau.

In Abbildung 5.67 auf Seite 125 sind die TL-Regressionsgeraden von P3 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die Second-Glow-Regressionsgerade steigt etwas steiler an als die β -Regressionsgerade.

In Abbildung 5.68 auf Seite 125 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

5.5.4.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.69 auf Seite 126 zeigt eine natürliche Ausleuchtkurven (lila) sowie Ausleuchtcurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.70 auf Seite 126 zeigt dieselbe natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (rot $\hat{=}$ 31.8 Gy, blau $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.71 auf Seite 127 sind die OSL-Regressionsgeraden von P3 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila).

In Abbildung 5.72 auf Seite 127 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

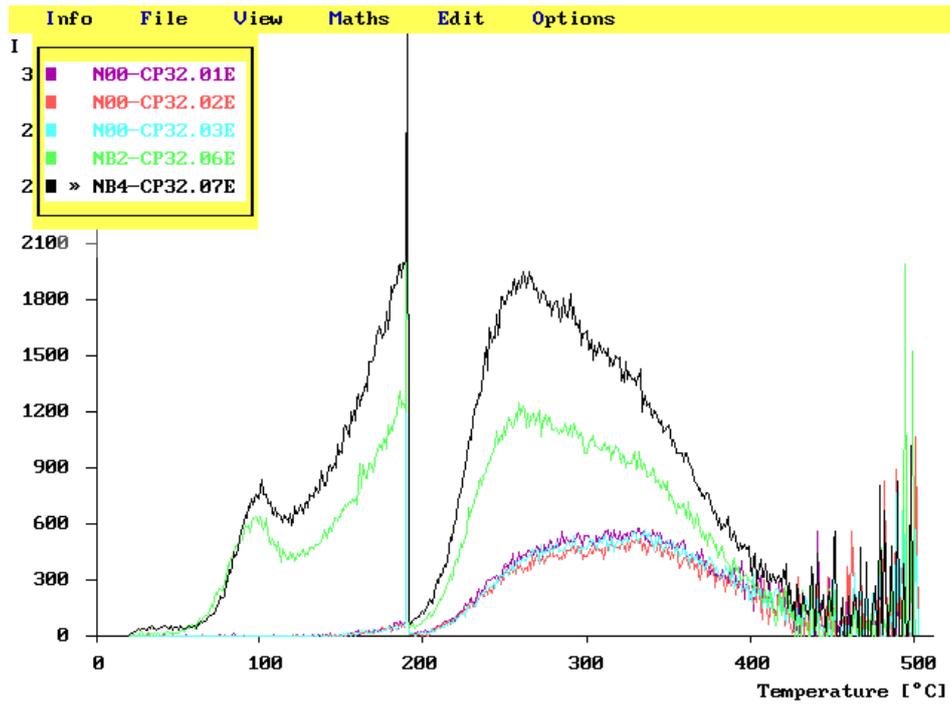


Abbildung 5.63: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe P3

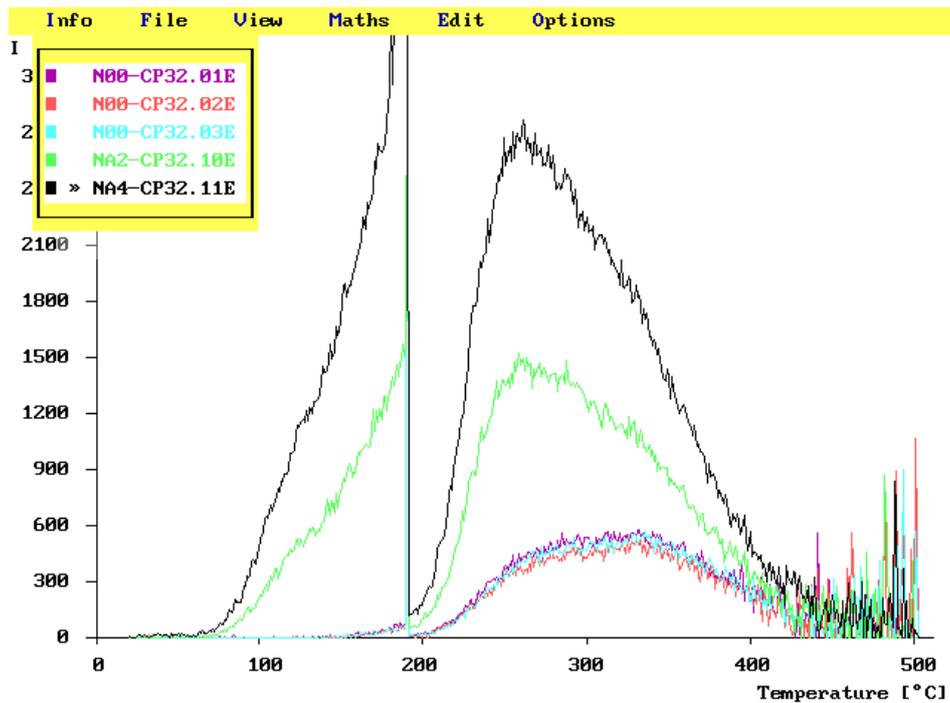


Abbildung 5.64: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe P3

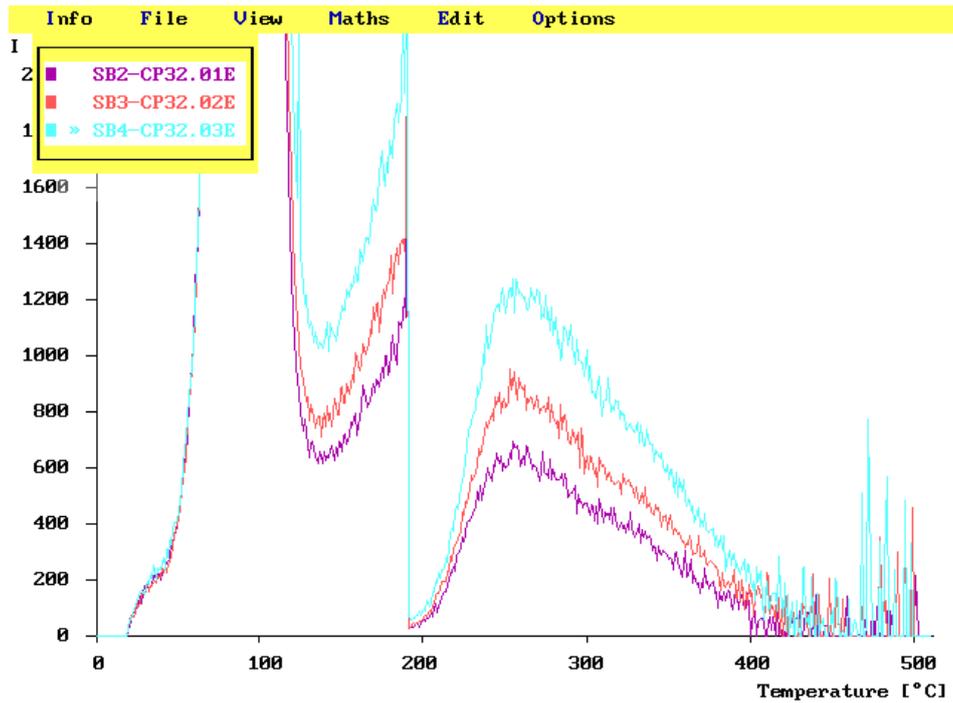


Abbildung 5.65: Second-Glow-Kurven der Probe P3 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

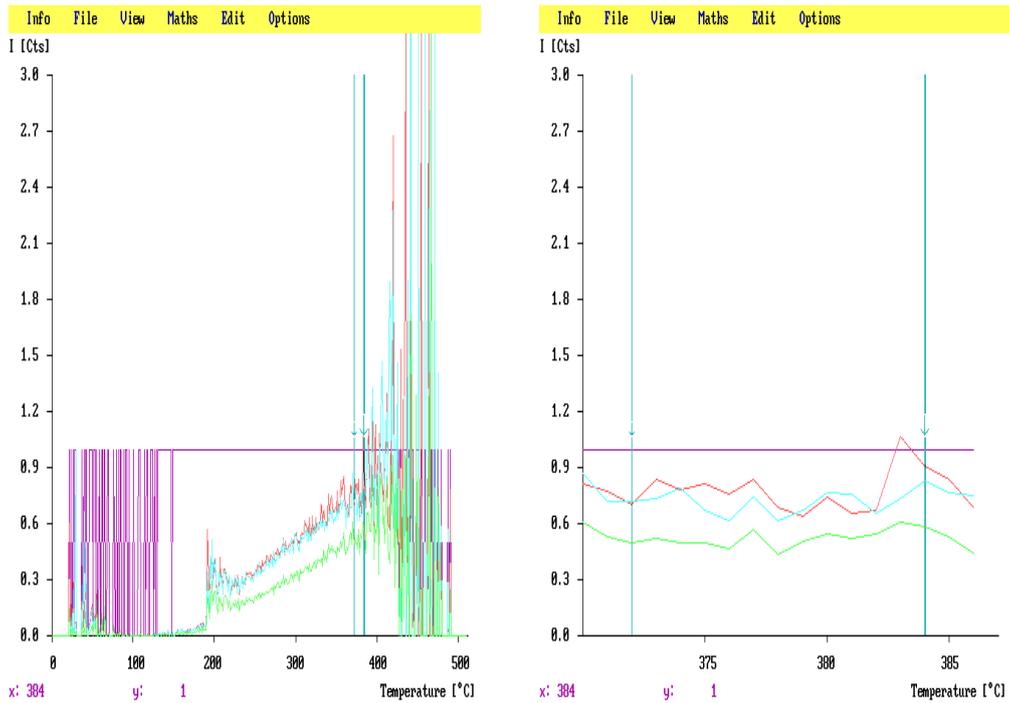


Abbildung 5.66: Plateautest der Probe P3

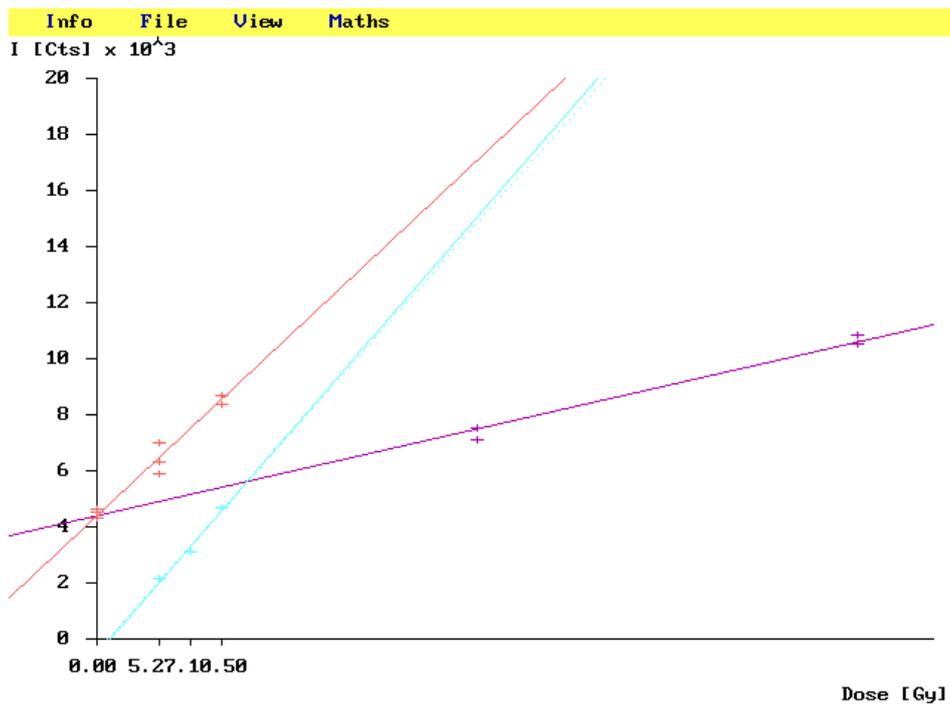


Abbildung 5.67: TL-Dosischarakteristik der Probe P3

Sample "CP32"	
Q: 11.145 ± 0.794 Gy	Qα: 45.781 ± 2.193 Gy
I: 1.067 ± 0.314 Gy	A: 0.243 ± 0.006
Parameters	
α-Count rate: 16.59 /ksec	Pairs rate: 0.32 /ksec
Saturation weight increase: 0.17	
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00	α-Doserate: 4.196 mGy/a 48.0%
β-Attenuation: 1.00	K2O-Contents: 3.50 Wt%
	β-Doserate: 3.178 mGy/a 36.4%
Internal γ-doserate: 1.814 mGy/a	γ-Doserate: 1.048 mGy/a
External γ-doserate: 0.811 ± 0.050 mGy/a	12.0%
Shape: F Thickness: 3.0 cm p: 24 %	Cosmic doserate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.20	3.6%
	Total doserate: 8.733 mGy/a
Errors	
TL measurement: 4.62 %	Annual dose: 3.45 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 5.77 %
Calibration: 4.94 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.94 %
	Total error: 7.60 %
Age: 1398 ± 106 years (610 a.c.)	
Recalc	Part. recalc
Load new	Exit

Abbildung 5.68: TL-Altersbestimmung der Probe P3

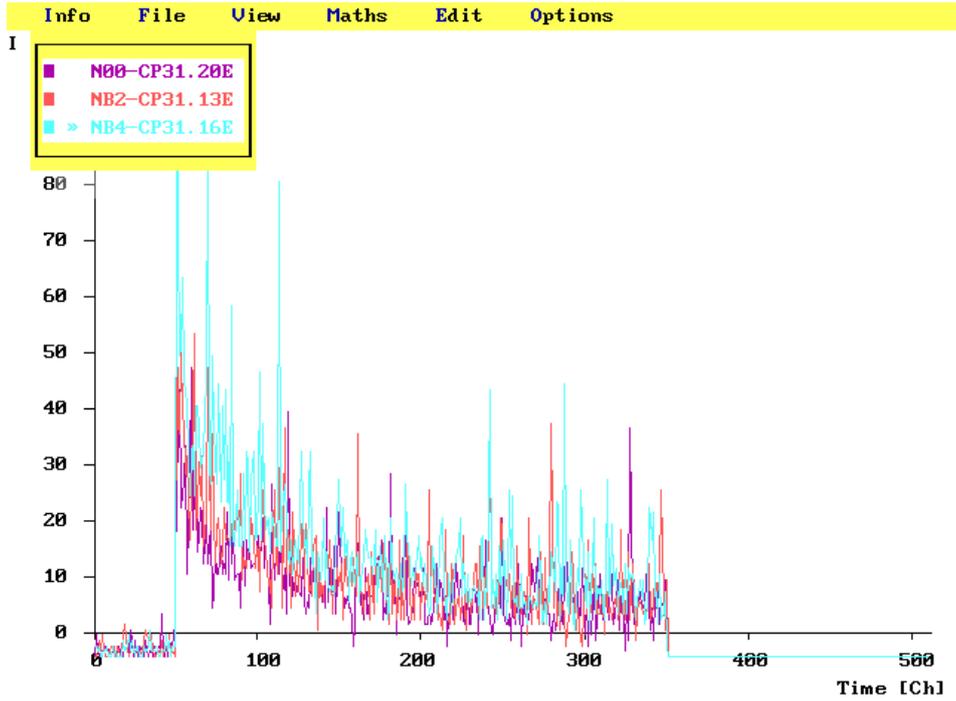


Abbildung 5.69: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P3

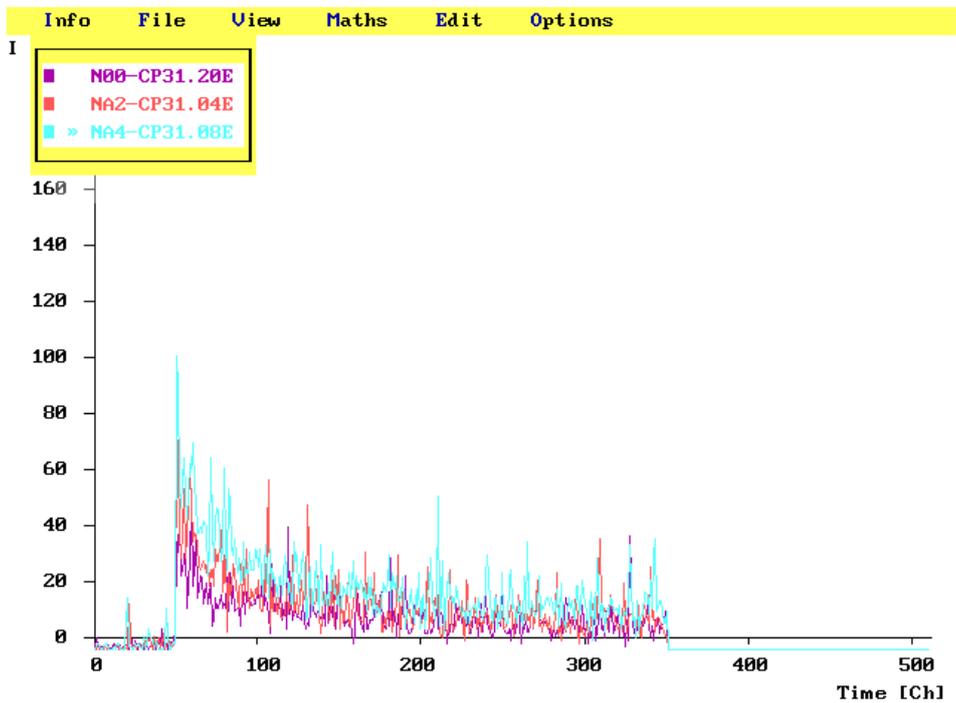


Abbildung 5.70: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe P3

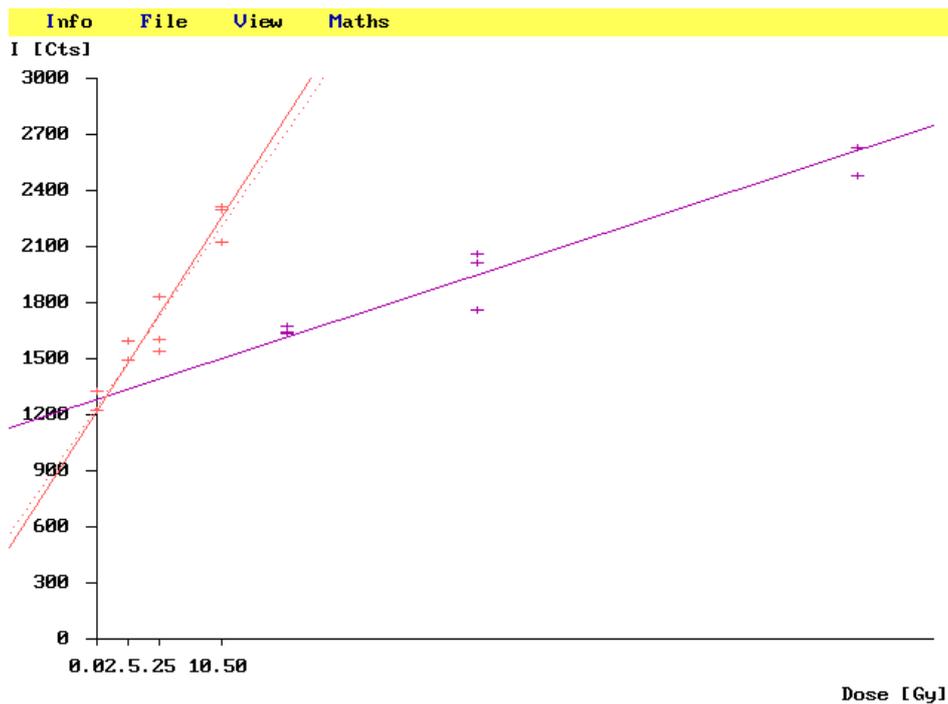


Abbildung 5.71: OSL-Dosischarakteristik der Probe P3

Sample "CP31"			
Q: 12.307 ± 1.032 Gy	Q _α : 60.946 ± 4.126 Gy	I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.202 ± 0.003
Parameters			
α-Countrate: 16.59 /ksec		Pairrate: 0.32 /ksec	
Saturation weight increase: 0.17			
Saturation fraction: 0.90 ± 0.00		α-Doserate: 3.481 mGy/a 43.4%	
β-Attenuation: 1.00		K20-Contents: 3.50 Wt%	
		β-Doserate: 3.178 mGy/a 39.6%	
Internal γ-doserate: 1.814 mGy/a		γ-Doserate: 1.048 mGy/a	
External γ-doserate: 0.811 ± 0.050 mGy/a		13.1%	
Shape: F Thickness: 3.0 cm p: 24 %		Cosmic doserate: 0.311 mGy/a	
Sat. weight incr. of soil: 0.20		3.9%	
Total doserate: 8.018 mGy/a			
Errors			
TL measurement: 5.58 %	Annual dose: 3.35 %	Tot. random error: 6.51 %	
Stone content: 0.00 %			
Calibration: 4.89 %	Th/U Ratio: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.89 %	
Wetness fraction: 0.00 %		Total error: 8.14 %	
Age: 1535 ± 125 years (473 a.c.)			
Recalc	Part. recalc	Load new	Exit

Abbildung 5.72: OSL-Altersbestimmung der Probe P3

5.5.5 Resultate

Die TL- und OSL-Datierungen von P1 und P3 stimmen recht gut überein. Beide Methoden ergeben hier auch nahezu identische β -Äquivalenzdosen, während die α -Äquivalenzdosen voneinander abweichen. P3 ist im Vergleich zu den übrigen hier datierten, von der Ziegelroitziegelroitz stammenden Proben deutlich jünger.

Einen Sonderfall stellt die Probe P2 dar. Die Annahme der Undatierbarkeit aufgrund des fehlenden Plateaus bei TL bestätigt sich durch die OSL-Ergebnisse, welche deutlich abweichen. Bei OSL kann kein Plateautest durchgeführt werden, allerdings weisen auch hier stark streuende Punkte auf mangelnde Datierbarkeit hin.

Insgesamt zeigen die Proben aus der Ziegelroitziegelroitz eine interessante Altersverteilung. Berücksichtigt man auch die in Bergmann (2005) datierten Proben, so weist ein Großteil der Ziegelfragmente ein Alter zwischen 4000 und 6500 Jahren auf. Es gibt jedoch einzelne Ausreißer, die ein deutlich jüngeres Alter aufweisen. Die große Spannweite der Ergebnisse scheint am ehesten die Theorie der Entstehung durch einen Flözbrand zu stützen. Hier könnten verschiedene Lehmschichten unterschiedlich heiß und lange gebrannt worden sein, was zu einer unterschiedlich ausgeprägten Löschung der akkumulierten Dosis geführt hätte. Eher unwahrscheinlich erscheint aufgrund der Resultate die Zuordnung der Fragmente zu einem römischen Wachturm oder einem Schloss. Eine definitive Antwort kann basierend auf den durchgeführten Lumineszenzdatierungen jedoch nicht gegeben werden.

5.6 Proben aus Oberleim



Die Proben OL1 und OL2 sind mit Rillen verzierte Bruchstücke von Gefäßen aus gebranntem Ton. Diese stammen ursprünglich aus einer Hafnerei für Weißhafnerkeramik, die im oberösterreichischen Oberleim angesiedelt war. Da die Herkunft bekannt ist, können Archäologen die beiden Proben anhand von Referenzfunden in einen bestimmten Altersbereich einordnen. Diese Information wurde vor der Datierung jedoch bewusst nicht eingeholt.

5.6.1 Probe OL1

Abbildung 5.73 zeigt zwei Fotos der Probe OL1, in Tabelle 5.7 auf der nächsten Seite sind außerdem die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.73: Zwei Fotos der Probe OL1

5.6.1.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.74 auf Seite 131 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.75 auf Seite 131 zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 47.7 Gy).

In Abbildung 5.76 auf Seite 132 sind sechs Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila/rot $\hat{=}$ 2.6 Gy, blau/grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz/braun $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Parameter	Wert
Probendicke	1 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.2 (<i>geschätzt</i>)
Feuchtigkeitsanteil F	0.8 (<i>geschätzt</i>)
α -Zählrate	16.35 Counts/ks (<i>geschätzt</i>)
α -Paarzählrate	0.242 Counts/ks (<i>geschätzt</i>)
Gewichtsanteil K_2O	1.62% (<i>geschätzt</i>)
Externe γ -Dosisleistung	0.911 mGy/a (<i>geschätzt</i>)
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.7: Probenparameter für OL1

Abbildung 5.77 auf Seite 132 zeigt den Plateautest von OL1 mit dem gewählten Auswertungsbereich (294 – 314 °C).

In Abbildung 5.78 auf Seite 133 sind die TL-Regressionsgeraden von OL1 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die β -Regressionsgerade und die Second-Glow-Regressionsgerade liegen sehr schön parallel.

In Abbildung 5.79 auf Seite 133 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen. Zu beachten ist, dass der Intercept bei dieser Auswertung einen sehr großen Beitrag zum Ergebnis liefert.

5.6.1.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.80 auf Seite 134 zeigt eine natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.81 auf Seite 134 zeigt dieselbe natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (rot $\hat{=}$ 31.8 Gy, blau $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.82 auf Seite 135 sind die OSL-Regressionsgeraden von OL1 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila).

In Abbildung 5.83 auf Seite 135 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

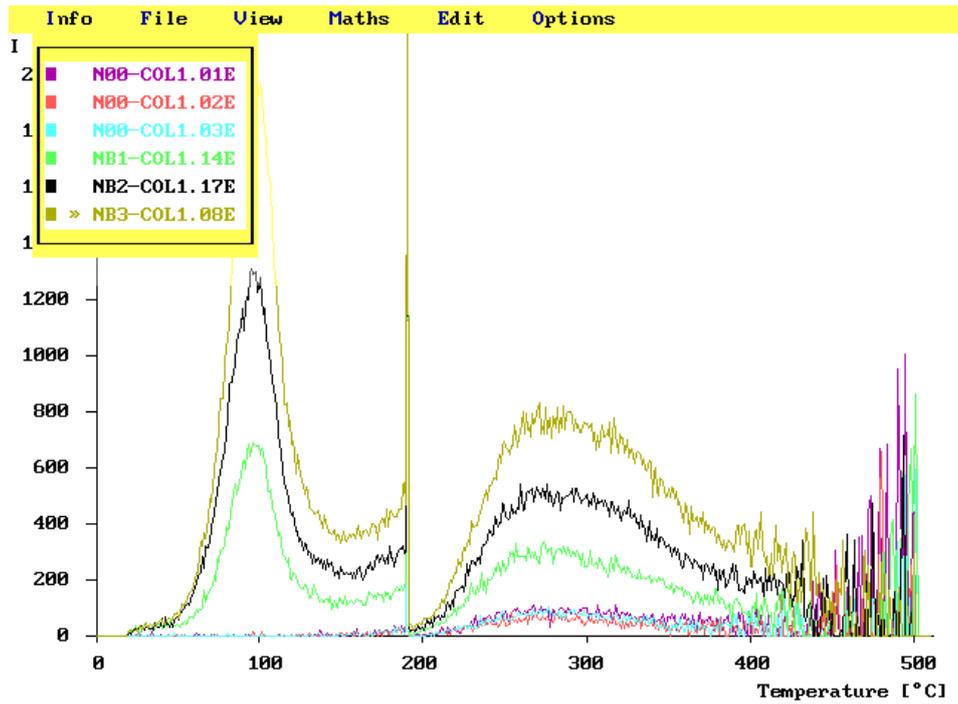


Abbildung 5.74: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe OL1

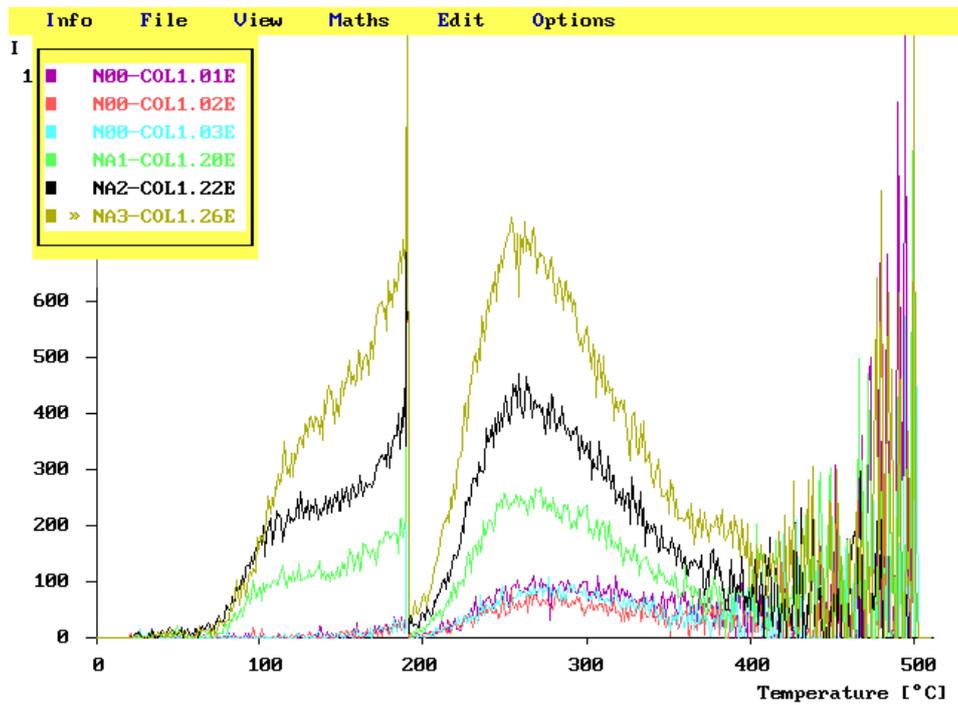


Abbildung 5.75: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe OL1

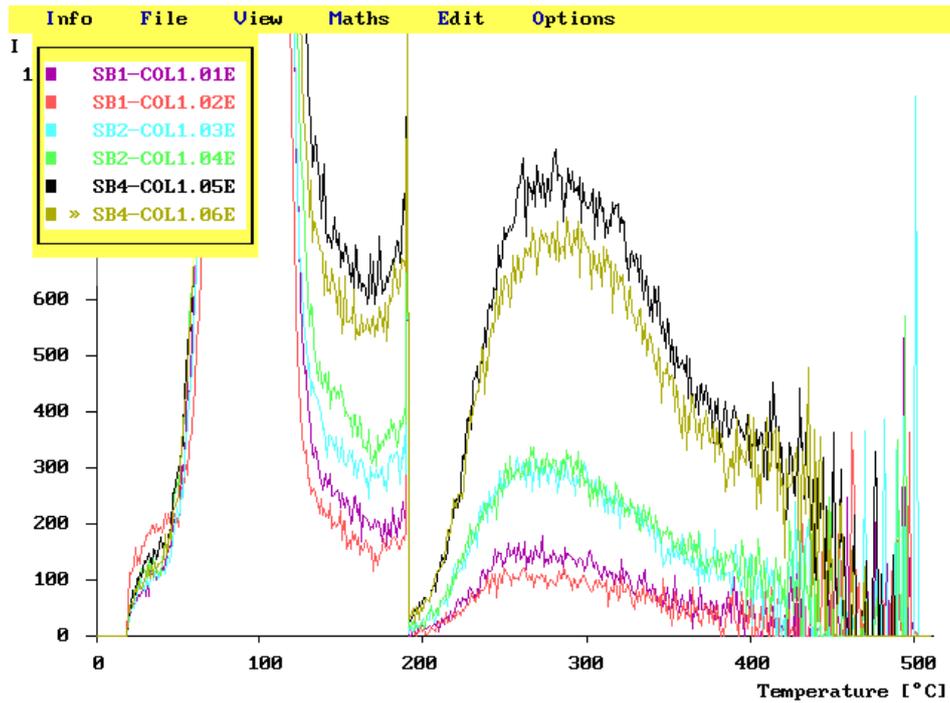


Abbildung 5.76: Second-Glow-Kurven der Probe OL1 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

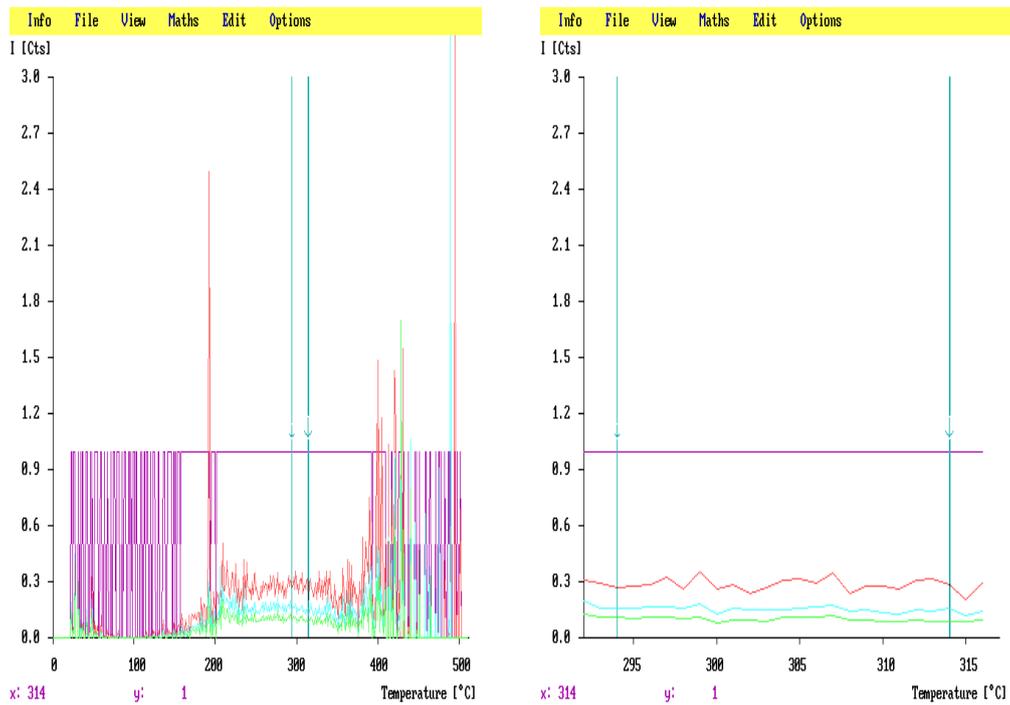


Abbildung 5.77: Plateautest der Probe OL1

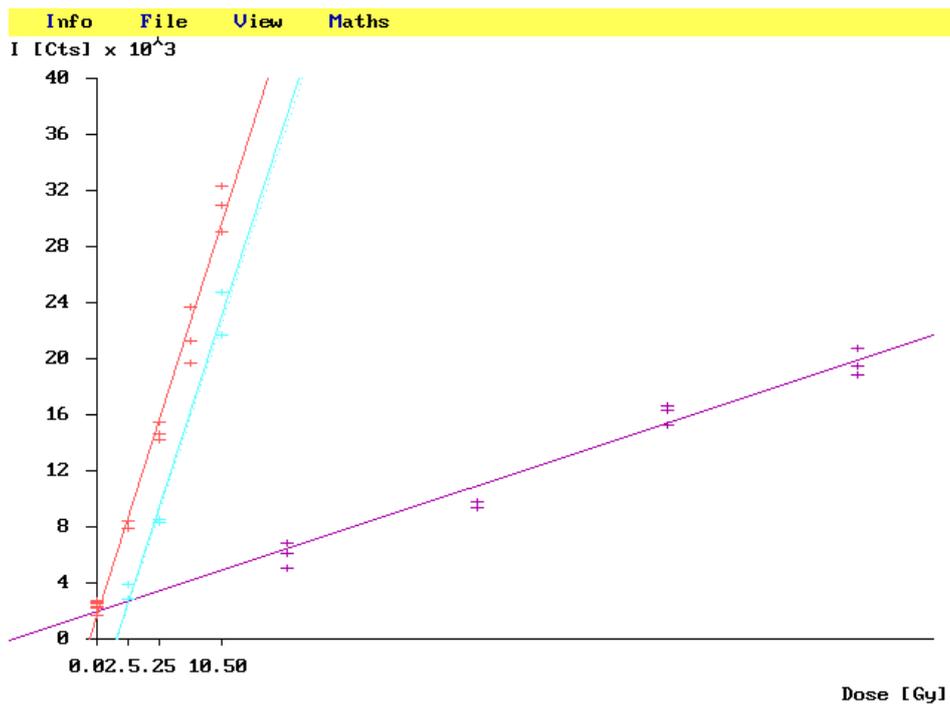


Abbildung 5.78: TL-Dosischarakteristik der Probe OL1

Sample "COL1"	
Q: 0.655 ± 0.482 Gy	Qα: 7.174 ± 2.974 Gy
I: 1.637 ± 0.463 Gy	A: 0.091 ± 0.029
Parameters	
α-Countrate: 16.35 /ksec	Pairsrate: 0.24 /ksec
Saturation weight increase: 0.20	
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00	α-Doserate: 1.539 mGy/a 31.5%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 1.62 Wt%
	β-Doserate: 2.069 mGy/a 42.4%
Internal γ-doserate: 1.357 mGy/a	γ-Doserate: 0.965 mGy/a 19.8%
External γ-doserate: 0.911 ± 0.050 mGy/a	Cosmic doserate: 0.311 mGy/a 6.4%
Shape: F Thickness: 1.0 cm p: 12 %	
Sat. weight incr. of soil: 0.20	Total doserate: 4.883 mGy/a
Errors	
TL measurement: 24.15 %	Annual dose: 3.13 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 24.35 %
Calibration: 4.90 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.90 %
	Total error: 24.84 %
Age: 469 ± 117 years (1539 a.c.)	
Recalc	Part. recal
Load new	Exit

Abbildung 5.79: TL-Altersbestimmung der Probe OL1

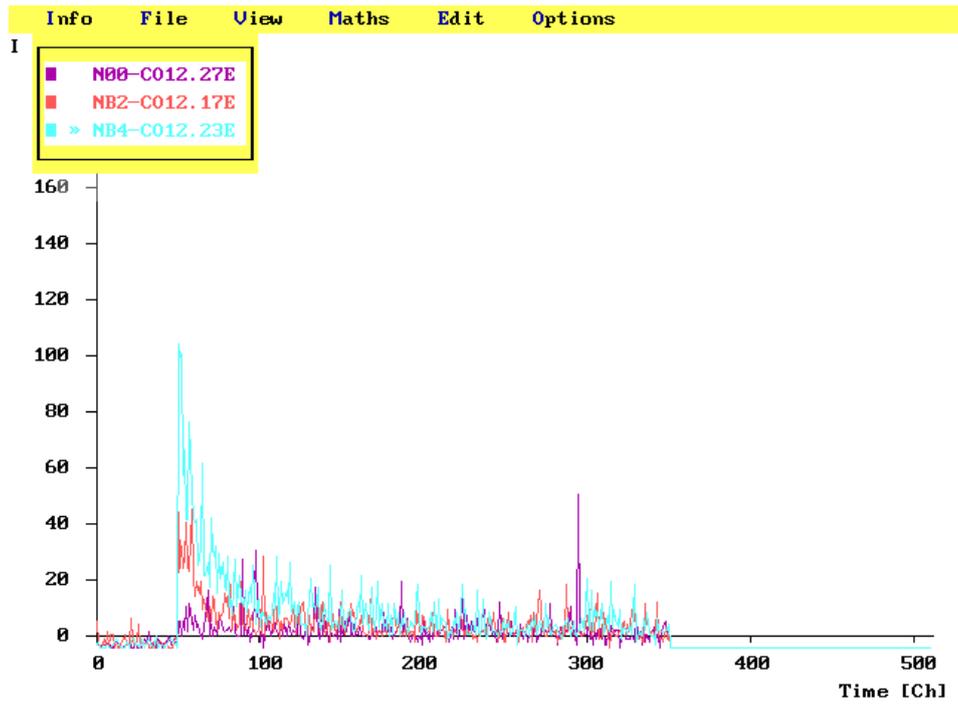


Abbildung 5.80: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe OL1

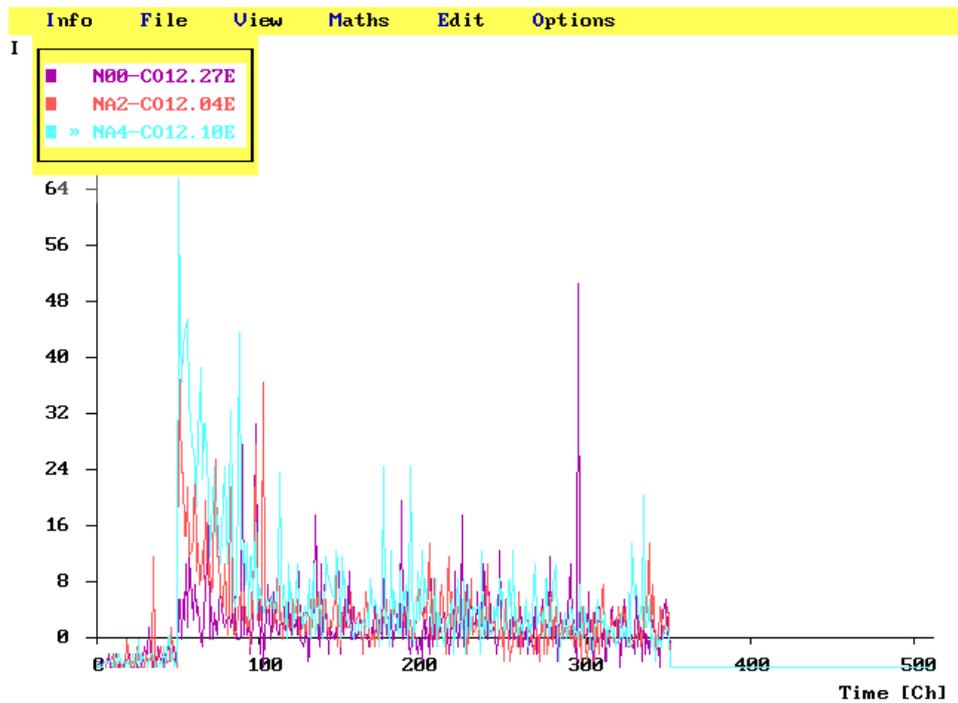


Abbildung 5.81: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe OL1

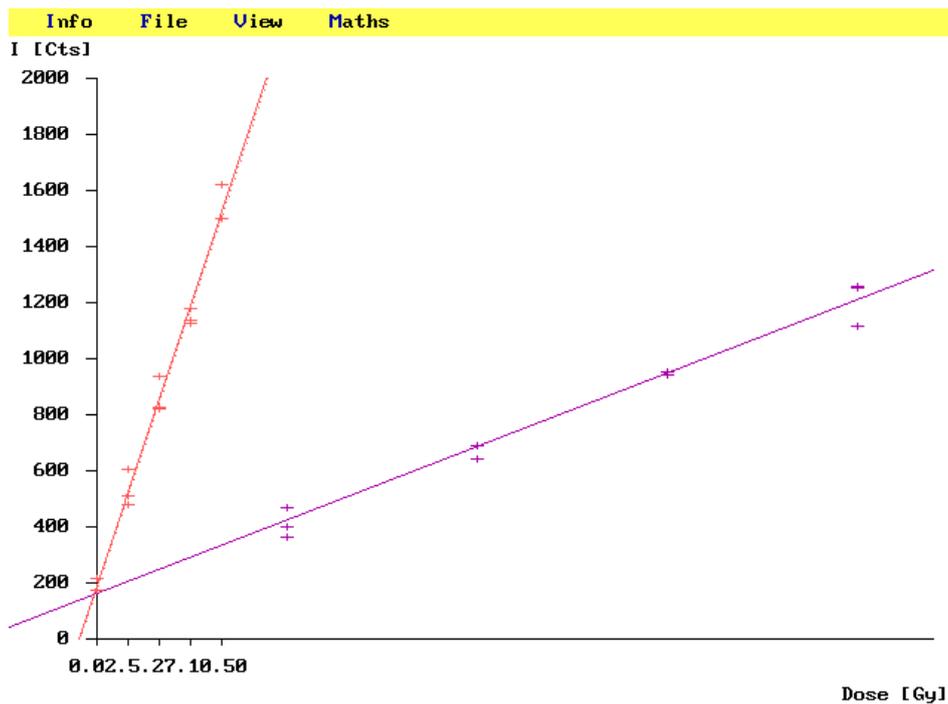


Abbildung 5.82: OSL-Dosischarakteristik der Probe OL1

Sample "C012"			
Q: 1.433 ± 0.412 Gy	Q _α : 9.977 ± 2.648 Gy	I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.144 ± 0.003
Parameters			
α-Count rate: 16.35 /ksec		Pair rate: 0.24 /ksec	
Saturation weight increase: 0.20			
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00		α-Dose rate: 2.420 mGy/a 42.0%	
β-Attenuation: 1.00		K ₂₀ -Contents: 1.62 Wt%	
		β-Dose rate: 2.069 mGy/a 35.9%	
Internal γ-dose rate: 1.357 mGy/a		γ-Dose rate: 0.965 mGy/a	
External γ-dose rate: 0.911 ± 0.050 mGy/a		16.7%	
Shape: F Thickness: 1.0 cm p: 12 %		Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a	
Sat. weight incr. of soil: 0.20		5.4%	
Total dose rate: 5.765 mGy/a			
Errors			
TL measurement: 20.06 %	Annual dose: 3.36 %	Tot. random error: 20.34 %	
Stone content: 0.00 %	Th/U Ratio: 0.00 %	Tot. system. error: 4.91 %	
Calibration: 4.91 %		Total error: 20.92 %	
Wetness fraction: 0.00 %			
Age: 249 ± 52 years (1759 a.c.)			
Recalc	Part. recalc	Load new	Exit

Abbildung 5.83: OSL-Altersbestimmung der Probe OL1

5.6.2 Probe OL2

Abbildung 5.84 zeigt zwei Fotos der Probe OL2, weiters sind in Tabelle 5.8 die wichtigsten Probenparameter zusammengefasst.



Abbildung 5.84: Zwei Fotos der Probe OL2

Parameter	Wert
Probendicke	0.9 cm
Sättigungsgewichtszunahme W	0.2 (<i>geschätzt</i>)
Feuchtigkeitsanteil F	0.8 (<i>geschätzt</i>)
α -Zählrate	16.35 Counts/ks
α -Paarzählrate	0.242 Counts/ks
Gewichtsanteil K_2O	1.63%
Externe γ -Dosisleistung	0.911 mGy/a (<i>geschätzt</i>)
Kosmische Dosisleistung	0.311 mGy/a

Tabelle 5.8: Probenparameter für OL2

5.6.2.1 Datierung mittels Thermolumineszenz

Abbildung 5.85 auf Seite 138 zeigt drei natürliche Glowkurven (lila, rot und blau) und Glowkurven mit zusätzlicher β -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 2.6 Gy, schwarz $\hat{=}$ 5.2 Gy, braun $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.86 auf Seite 138 zeigt dieselben natürlichen Glowkurven (lila, rot, blau) sowie Glowkurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (grün $\hat{=}$ 15.9 Gy, schwarz $\hat{=}$ 31.8 Gy, braun $\hat{=}$ 47.7 Gy).

In Abbildung 5.87 auf Seite 139 sind fünf Second-Glow-Kurven mit unterschiedlicher β -Bestrahlung zu sehen (lila/rot $\hat{=}$ 2.6 Gy, blau/grün $\hat{=}$ 5.2 Gy, schwarz $\hat{=}$ 7.8 Gy).

Abbildung 5.88 auf Seite 139 zeigt den Plateautest von OL2 mit dem gewählten Auswertungsbereich (270 – 301 °C).

In Abbildung 5.89 auf Seite 140 sind die TL-Regressionsgeraden von OL2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila und die Second-Glow-Regressionsgerade hellblau). Die Parallelität zwischen Second-Glow- und β -Regressionsgerade ist nicht so gut wie bei der Probe OL1.

In Abbildung 5.90 auf Seite 140 ist das Ergebnis der TL-Altersberechnung zu sehen.

5.6.2.2 Datierung mittels optisch stimulierter Lumineszenz

Abbildung 5.91 auf Seite 141 zeigt eine natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit verschiedenen β -Laborbestrahlungen (rot $\hat{=}$ 5.2 Gy, blau $\hat{=}$ 10.4 Gy).

Abbildung 5.92 auf Seite 141 zeigt dieselbe natürliche Ausleuchtcurve (lila) sowie Ausleuchtcurven mit zusätzlicher α -Laborbestrahlung (rot $\hat{=}$ 31.8 Gy, blau $\hat{=}$ 63.6 Gy).

In Abbildung 5.93 auf Seite 142 sind die OSL-Regressionsgeraden von OL2 dargestellt (die β -Regressionsgerade ist rot, die α -Regressionsgerade lila eingezeichnet).

In Abbildung 5.94 auf Seite 142 ist das Ergebnis der OSL-Altersberechnung zu sehen.

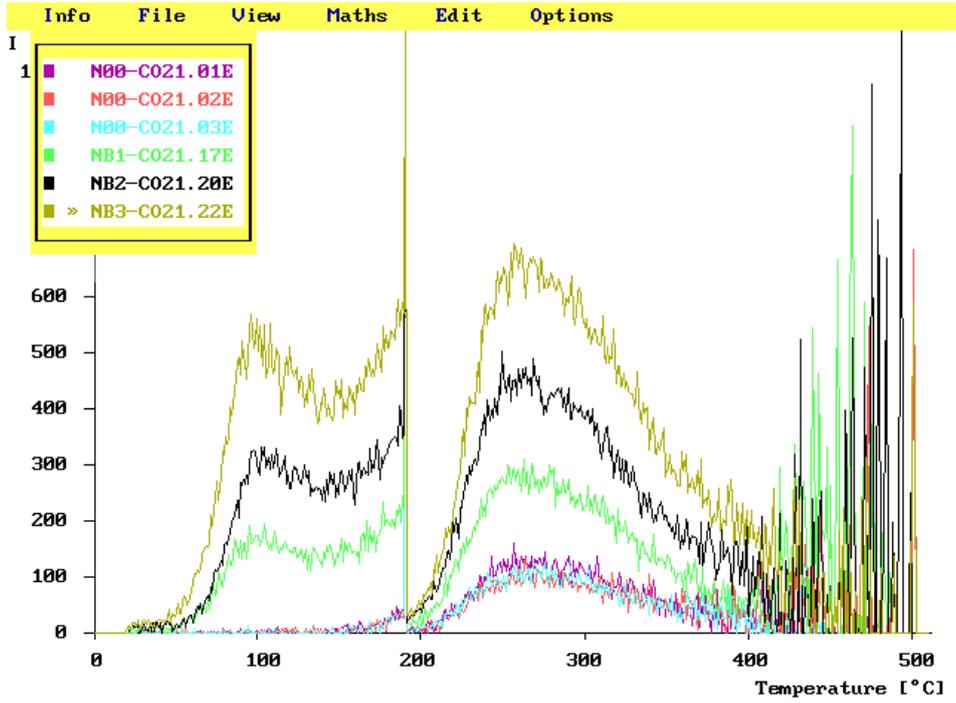


Abbildung 5.85: Natürliche und β -bestrahlte Glowkurven der Probe OL2

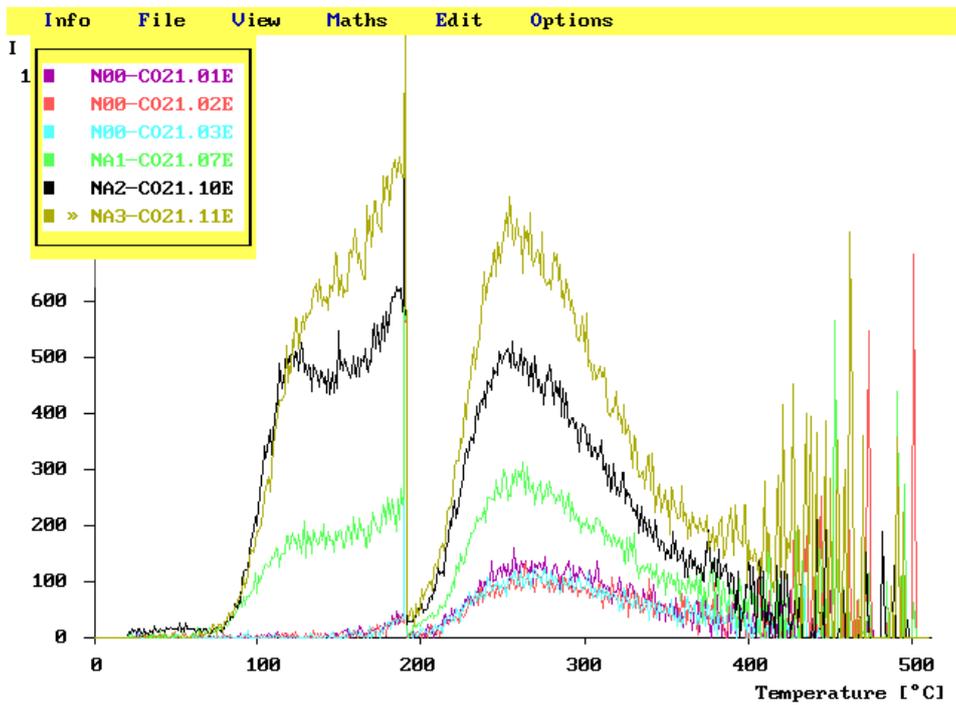


Abbildung 5.86: Natürliche und α -bestrahlte Glowkurven der Probe OL2

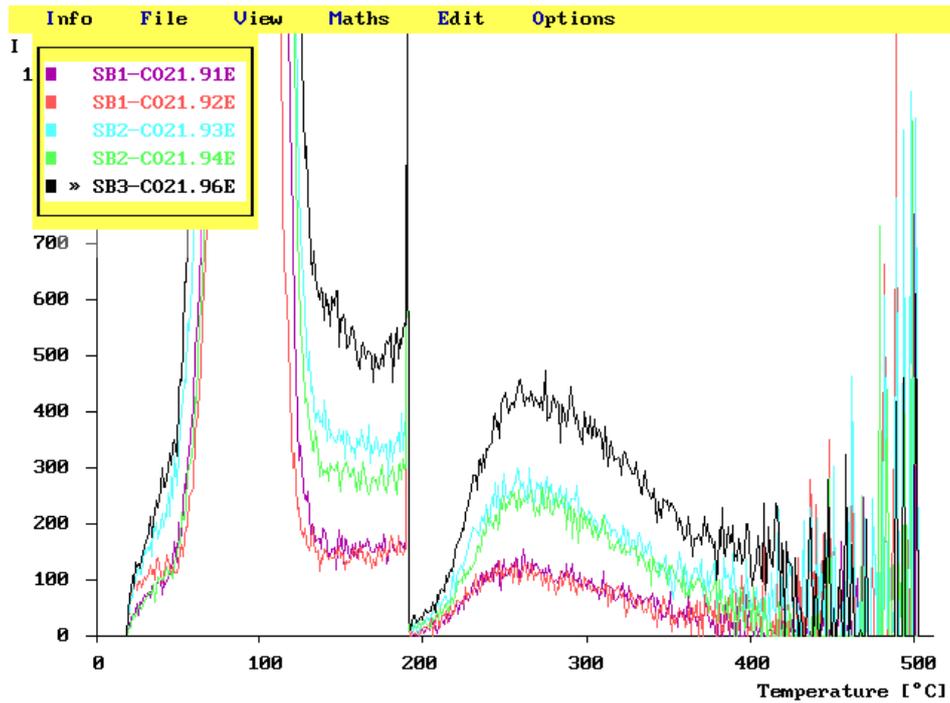


Abbildung 5.87: Second-Glow-Kurven der Probe OL2 mit unterschiedlicher β -Bestrahlung

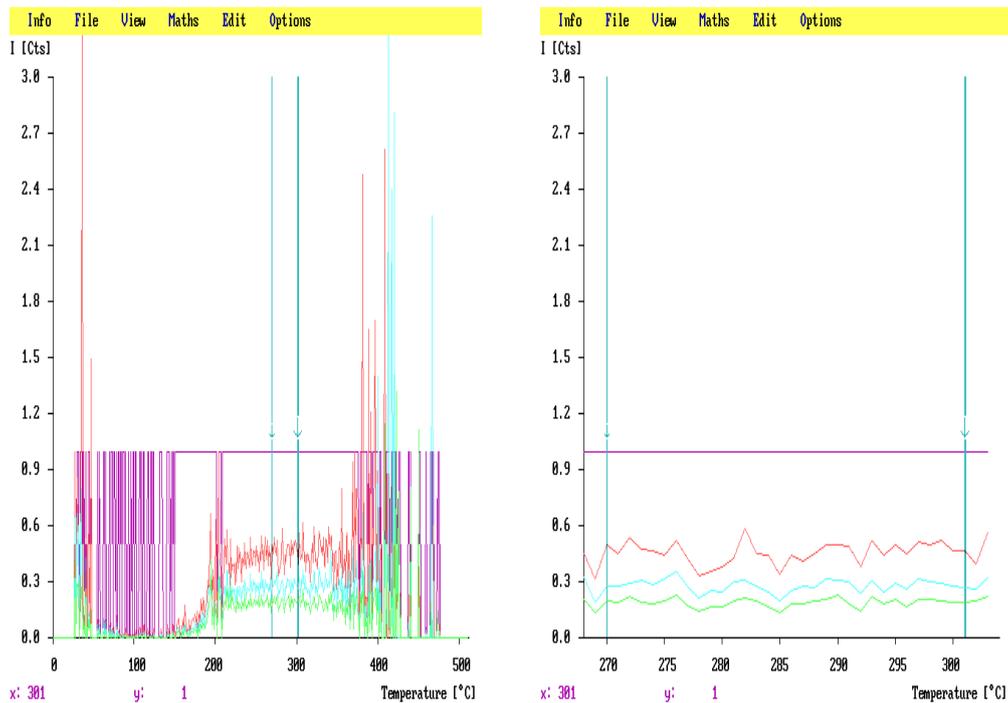


Abbildung 5.88: Plateautest der Probe OL2

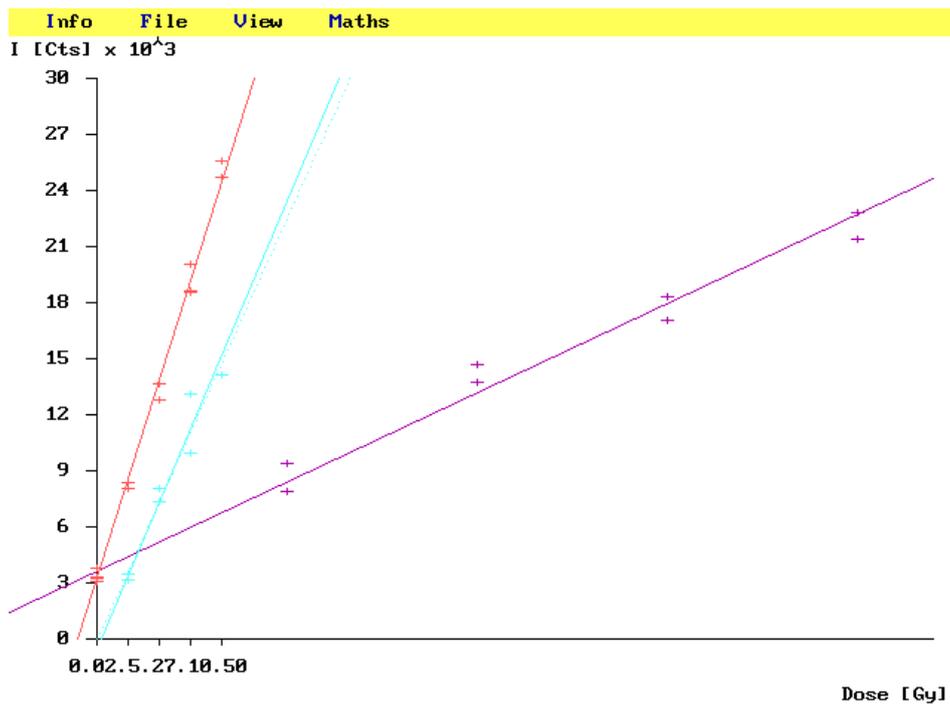


Abbildung 5.89: TL-Dosischarakteristik der Probe OL2

Sample "CO21"	
Q: 1.613 ± 0.279 Gy	Qα: 12.158 ± 2.341 Gy
I: 0.369 ± 0.657 Gy	A: 0.133 ± 0.003 Gy
Parameters	
α-Count rate: 16.35 /ksec	Pairs rate: 0.24 /ksec
Saturation weight increase: 0.20	
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00	α-Doserate: 2.235 mGy/a 40.0%
β-Attenuation: 1.00	K20-Contents: 1.63 Wt%
	β-Doserate: 2.074 mGy/a 37.2%
Internal γ-doserate: 1.359 mGy/a	γ-Doserate: 0.963 mGy/a
External γ-doserate: 0.911 ± 0.050 mGy/a	17.2%
Shape: F Thickness: 0.9 cm p: 12 %	Cosmic doserate: 0.311 mGy/a
Sat. weight incr. of soil: 0.20	5.6%
	Total doserate: 5.583 mGy/a
Errors	
TL measurement: 34.77 %	Annual dose: 3.31 %
Stone content: 0.00 %	Tot. random error: 34.92 %
Calibration: 4.89 %	Th/U Ratio: 0.00 %
Wetness fraction: 0.00 %	Tot. sytem. error: 4.89 %
	Total error: 35.26 %
Age: 355 ± 125 years (1653 a.c.)	
Recalc	Part. recal
Load new	Exit

Abbildung 5.90: TL-Altersbestimmung der Probe OL2

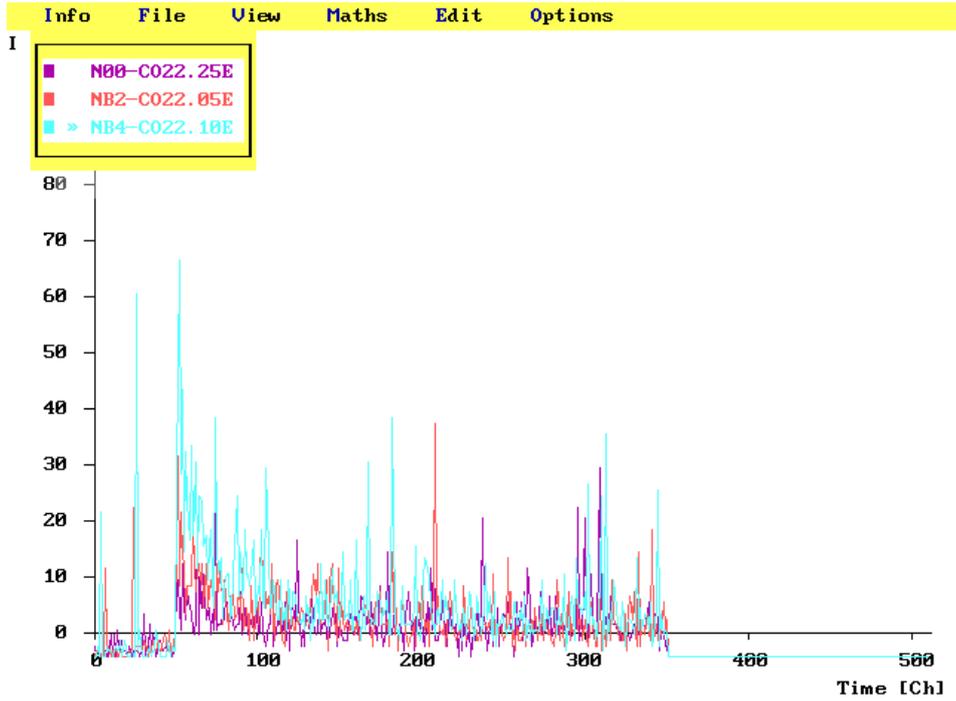


Abbildung 5.91: Natürliche und β -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe OL2

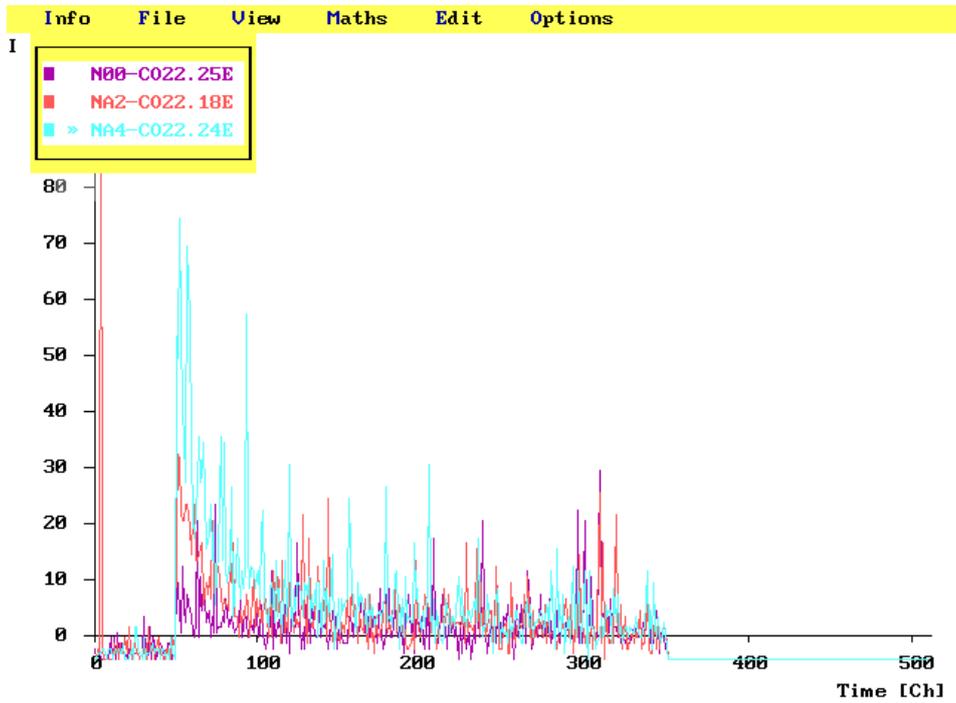


Abbildung 5.92: Natürliche und α -bestrahlte Ausleuchtcurven der Probe OL2

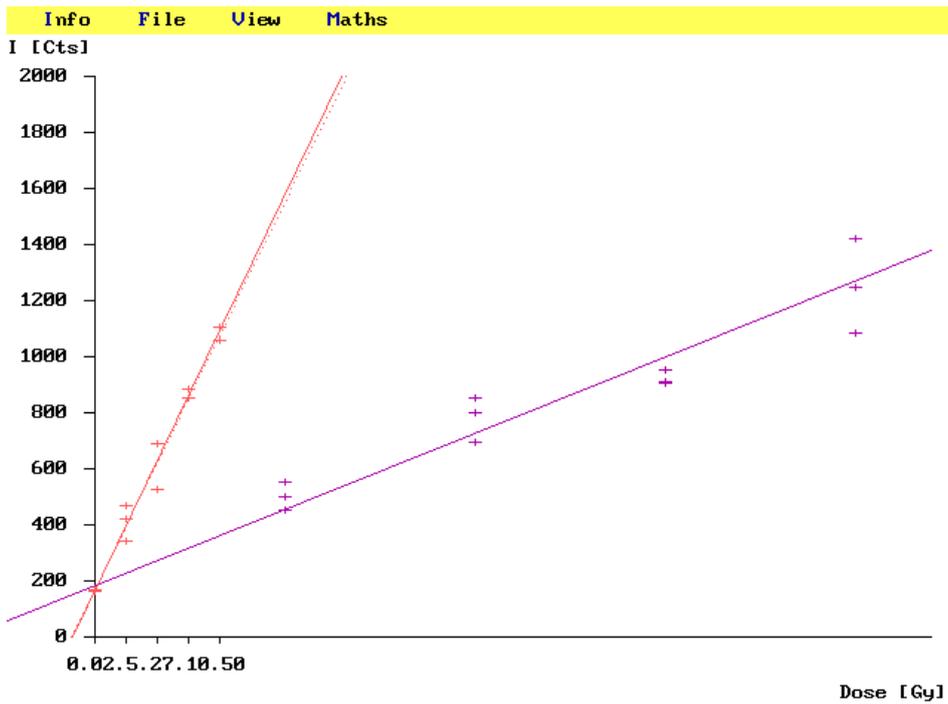


Abbildung 5.93: OSL-Dosischarakteristik der Probe OL2

Sample "CO22"			
Q: 2.026 ± 0.554 Gy	Qα: 11.539 ± 5.038 Gy	I: 0.000 ± 0.000 Gy	A: 0.176 ± 0.029
Parameters			
α-Count rate: 16.35 /ksec		Pair rate: 0.24 /ksec	
Saturation weight increase: 0.20			
Saturation fraction: 0.80 ± 0.00		α-Dose rate: 2.959 mGy/a 46.9%	
β-Attenuation: 1.00		K2O-Contents: 1.63 Wt%	
		β-Dose rate: 2.074 mGy/a 32.9%	
Internal γ-dose rate: 1.359 mGy/a		γ-Dose rate: 0.963 mGy/a	
External γ-dose rate: 0.911 ± 0.050 mGy/a		15.3%	
Shape: F Thickness: 0.9 cm p: 12 %		Cosmic dose rate: 0.311 mGy/a	
Sat. weight incr. of soil: 0.20		4.9%	
Total dose rate: 6.307 mGy/a			
Errors			
TL measurement: 25.10 %	Annual dose: 3.47 %	Tot. random error: 25.34 %	
Stone content: 0.00 %	Th/U Ratio: 0.00 %	Tot. system. error: 4.96 %	
Calibration: 4.96 %		Total error: 25.83 %	
Wetness fraction: 0.00 %			
Age: 321 ± 83 years (1687 a.c.)			
Recalc	Part. recal	Load new	Exit

Abbildung 5.94: OSL-Altersbestimmung der Probe OL2

5.6.3 Resultate

OL1 und OL2 waren beide unproblematischer zu datieren als die aus der Ziegelroitz stammenden Proben. Bei OL2 stimmen die mittels TL und OSL ermittelten Resultate sehr gut überein, ebenso die Äquivalenzdosen.

Bei OL1 fällt bei der TL-Altersbestimmung auf, dass der Intercept mehr als doppelt so hoch wie die β -Äquivalenzdosis ist. Die natürliche Dosis liegt so niedrig, dass sie selbst noch in den supralinearen Bereich fällt, wodurch die simple Addition von β -Äquivalenzdosis und Intercept ein falsches Ergebnis liefert. Dies zeigt auch die OSL-Datierung, bei der die ermittelte β -Äquivalenzdosis etwa dem TL-Wert mit dem halben addierten Intercept entspricht.

Trotz der prinzipiell guten Ergebnisse weichen die TL- und OSL-Datierungen beider Proben deutlich von den archäologischen Erwartungen ab – diese ordnen den Proben anhand gesicherter Referenzfunde ein Alter von rund 700 Jahren zu. Ähnliche Diskrepanzen wurden auch bei Altersbestimmungen weiterer Proben der gleichen Herkunft gefunden. Die Ursache für diese Abweichungen ist nicht bekannt.

5.7 Ergebnisse für OSL

Die durchgeführten Datierungen zeigen, dass eine Altersbestimmung von Keramiken mittels OSL durchaus möglich ist. Besonders die für die Datierung wichtige β -Äquivalenzdosis kann mit OSL gut ermittelt werden. Problematischer ist die α -Äquivalenzdosis, die teilweise deutlich von der durch TL ermittelten abweicht. Sie hat jedoch im Normalfall einen deutlich geringeren Einfluss auf das errechnete Alter als die β -Äquivalenzdosis.

Neben der Abweichung der α -Äquivalenzdosis kann sich auch das höhere Rauschen der OSL-Messung negativ auf die Datierung auswirken. Bei den Regressionsgeraden streuen die Punkte bei OSL aus diesem Grund üblicherweise stärker als bei TL. In der Praxis stellt dies jedoch ein geringeres Problem dar als erwartet.

Die OSL-Methode weist auch Vorteile gegenüber TL auf. Abgesehen von der besseren Eignung bei durch Bleichung gelöschten Proben ist auch die durchgehend lineare Dosischarakteristik der gemessenen Traps bei niedrigen natürlichen Dosen hilfreich.

Insgesamt weicht beim Großteil der in diesem Kapitel untersuchten Proben der mit OSL bestimmte Alterswert um nicht mehr als 10% von dem mit TL ermittelten ab.

5.8 Vergleich verschiedener Probenanalyseverfahren

Im Rahmen der Arbeit ergab sich die Gelegenheit, die Probe P1 ebenso wie das sie umgebende Erdreich („Erde1“) und das Erdreich an der Fundstelle der Proben P2 und P3 („Erde2“) mit mehreren Verfahren auf ihre Zusammensetzung hin zu untersuchen. Durchgeführt wurden jeweils eine Neutronenaktivierungsanalyse, eine Messung mit dem α -Counter und Gammaspektrometrien mit zwei verschiedenen Detektoren.

Die Gammaspektrometrien wurden von Dipl.Ing. Dr. Andreas Musilek und ADir. Ing. Manfred Fugger an jeweils einem Detektor durchgeführt, die Neutronenaktivierungsanalyse erfolgte mit Unterstützung von Ao.Univ.Prof. Dr. Max Bichler und Dipl.Ing. Dr. Johannes Sterba.

Eine Gegenüberstellung der Ergebnisse der einzelnen Untersuchungsverfahren ist in Tabelle 5.9 zu finden. Wie man sieht, stimmen die Resultate vor allem bei der Bestimmung des Kalium- und Thoriumgehalts gut überein. Ebenfalls ersichtlich ist, dass die Bestimmung des Thorium/Uran-Verhältnisses mit dem α -Counter in guter Übereinstimmung mit dem Schnitt der anderen Messungen liegt. Dies ist besonders erfreulich, da die Neutronenaktivierungsanalyse zur Ermittlung des Thorium/Uran-Verhältnisses deutlich aufwändiger ist als zur reinen Bestimmung des Kaliumgehalts, weshalb zu diesem Zweck in der Praxis der α -Counter verwendet wird.

Element	Probe	NAA	Musilek	Fugger	α -Counter	Mittelwert
Kalium [%]	P1	2.97	2.84	3.04	–	$2.95 \pm 3.4\%$
	Erde1	1.60	1.68	1.67	–	$1.65 \pm 2.6\%$
	Erde2	2.06	2.08	2.18	–	$2.11 \pm 3.1\%$
Thorium [ppm]	P1	20.62	17.18	18.58	19.23	$18.90 \pm 7.6\%$
	Erde1	–	11.54	12.42	11.40	$11.79 \pm 4.7\%$
	Erde2	–	11.52	11.76	11.74	$11.68 \pm 1.2\%$
Uran [ppm]	P1	4.27	3.89	4.38	4.24	$4.20 \pm 5.1\%$
	Erde1	–	3.81	5.36	4.13	$4.43 \pm 18.5\%$
	Erde2	–	3.19	3.60	3.00	$3.26 \pm 9.4\%$

Tabelle 5.9: Vergleich verschiedener Probenanalyseverfahren

6 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde für die in Smetana (2006) beschriebene OSL-Messanlage eine Methodik zur Datierung von Keramiken entwickelt. Zu diesem Zweck wurden an einer Referenzkeramik vergleichende Messungen mittels TL und OSL vorgenommen und anschließend eine Anzahl unterschiedlicher Proben sowohl mit TL als auch mit OSL ausgewertet. Dabei wurde für alle Proben die Feinkorntechnik benutzt.

Bei den untersuchten Keramiken wurden die relevanten Datierungsparameter durch direkte Messung bestimmt oder anhand von Proben der gleichen Herkunft abgeschätzt. Eine Übersicht ist in Tabelle 6.2 auf Seite 147 zu finden.

Ein Vergleich der Resultate von TL und OSL und damit eine Überprüfung der Zuverlässigkeit des OSL-Verfahrens für Datierungszwecke ist interessant, weil sich die optisch stimulierte Lumineszenz zur Auswertung bestimmter Probenarten besonders anbietet. Ein Beispiel dafür stellen Sedimente dar, deren Nullsetzung durch Sonnenlicht erfolgt ist. Während der Einfluss des Sonnenlichts auf die mit TL ausgemessenen Traps nicht exakt bestimmbar ist, kann bei den für OSL relevanten Traps von einer vollständigen Löschung ausgegangen werden. Durch diesen Vorteil wird das stärkere Rauschen der OSL-Messungen mehr als ausgeglichen.

Ergebnisse

Der Referenzziegel konnte mit beiden Methoden der Altersbestimmung datiert werden. Wie bereits bekannt war, wurde er gegen Ende des Frühmittelalters hergestellt. Interessanterweise weist gerade diese gut datierbare Probe die größte Diskrepanz zwischen den mit TL und OSL ermittelten β -Äquivalenzdosen auf, wie auch in Tabelle 6.3 auf Seite 148 zu sehen ist.

Die beiden bereits durch Bergmann (2005) datierten Keramiken Ker3 und Ker2 aus der Ziegelroitziegel erbrachten bei der TL-Messung keine unerwarteten Resultate. Die Proben stammen aus der späten Jungsteinzeit bzw. aus der Kupferzeit. Während Ker3 auch mit OSL gut zu datieren war, traten bei den OSL-Messungen von Ker2 Probleme durch die starke Streuung der Ergebnisse auf. Aus diesem Grund wurde auf eine reguläre OSL-Datierung verzichtet und stattdessen ein möglicher Altersbereich abgeschätzt.

Die Proben P1, P2 und P3 wurden wie Ker3 und Ker2 aus der Ziegelroitziegel entnommen. P1 und P3 waren sowohl mit TL als auch mit OSL in guter Übereinstimmung datierbar. P1 stammt aus der Jungsteinzeit, P3 hingegen aus der Spätantike. Obwohl die drei Proben

Probe	TL-Alter	Jahr	Epoche
Ziegel	1090 ± 79	918 n. Chr.	spätes Frühmittelalter
Ker2	5086 ± 342	3078 v. Chr.	Kupferzeit
Ker3	6255 ± 478	4247 v. Chr.	späte Jungsteinzeit
P1	7503 ± 447	5495 v. Chr.	Jungsteinzeit
P2	<i>663 ± 118</i>	<i>1345 n. Chr.</i>	<i>Spätmittelalter</i>
P3	1398 ± 106	610 n. Chr.	Spätantike
OL1	<i>469 ± 117</i>	<i>1539 n. Chr.</i>	Neuzeit
OL2	355 ± 125	1653 n. Chr.	Neuzeit

Tabelle 6.1: Einordnung der Proben in geschichtliche Epochen

Nicht gesicherte Ergebnisse sind in kursiver Schrift dargestellt

äußerlich kaum Unterschiede aufweisen, war P2 in Ermangelung eines Plateaus nicht mit TL datierbar, was sich auch in Form des unwahrscheinlich niedrigen Alters zeigt. Die Untersuchung mit OSL ergab bei dieser Probe stark streuende Werte und ein gegenüber TL deutlich höheres Alter. Wie in Tabelle 6.2 auf der nächsten Seite zu sehen ist, weist P2 höhere α -Zählraten als die übrigen Proben sowie einen ungewöhnlich hohen K_2O -Gehalt auf. Dies spricht für die Hypothese, dass die Datierungsprobleme der Probe P2 auf die Materialzusammensetzung zurückzuführen sind.

Die Datierungen der Proben aus der Ziegelroitz zeigen ein ähnliches Bild wie die entsprechenden Auswertungen in Bergmann (2005). Die meisten der Ziegelfragmente sind mit mehreren tausend Jahren relativ alt, weisen jedoch untereinander große Altersdifferenzen auf. Einige der Proben sind wiederum deutlich jünger. Über die Herkunft der Ziegelfragmente kann basierend auf den bisherigen Ergebnissen nach wie vor kein Urteil abgegeben werden. Am ehesten wird die Theorie eines Flözbrandes gestützt.

Die Keramiken OL1 und OL2 sind Bruchstücke von Gefäßen aus Oberleim. OL2 konnte mit TL und OSL übereinstimmend datiert werden. Bei OL1 gab es Abweichungen zwischen den beiden Altersbestimmungsmethoden, welche vermutlich auf den überdurchschnittlich starken Einfluss des Intercepts bei der TL-Auswertung zurückzuführen sind. Beide Proben wurden laut den Datierungsergebnissen in der Neuzeit gebrannt. Diese Ergebnisse weichen allerdings von den aufgrund von Referenzfunden erwarteten Werten ab, laut denen die Proben ein Alter von rund 700 Jahren aufweisen und somit aus dem frühen Spätmittelalter stammen sollten.

In Tabelle 6.1 ist die geschichtliche Einteilung aller Proben noch einmal zusammengefasst. Zur Einordnung wurden die Ergebnisse des TL-Verfahrens herangezogen.

Die mit TL und OSL bestimmten α - und β -Äquivalenzdosen, die jeweils ermittelten jährlichen Dosen \dot{D} und die daraus folgenden Altersbestimmungen sind in Tabelle 6.3 auf Seite 148 gegenübergestellt.

Parameter	Ziegel	Ker2	Ker3	P1	P2	P3	OL1	OL2
Probendicke [cm]	2	1	0.8	3	4 (⊙)	3	1	0.9
Sättigungsgewichtszunahme W	0.2	0.24	0.22	0.18	0.17	0.17	0.2	0.2
Feuchtigkeitsanteil F	0.8	0.82	0.83	0.9	0.9	0.9	0.8	0.8
α -Zählrate [Counts/ks]	16.38	14.65	11.27	16.00	19.39	16.59	16.35	16.35
α -Paarzählrate [Counts/ks]	0.345	0.290	0.260	0.388	0.535	0.318	0.242	0.242
Gewichtsanteil K_2O [%]	3.14	2.94	2.28	3.57	4.06	3.50	1.62	1.63
Externe γ -Dosisleistung [mGy/a]	0.327	0.478	0.478	1.012	0.811	0.811	0.911	0.911
Kosmische Dosisleistung [mGy/a]	0.281	0.311	0.311	0.311	0.311	0.311	0.311	0.311

Tabelle 6.2: Probenparameter

Abgeschätzte Parameter sind in kursiver Schrift dargestellt

Probe	TL- α -ÄD [Gy]	OSL- α -ÄD [Gy]	TL- β -ÄD ^a [Gy]	OSL- β -ÄD [Gy]	TL-D [mGy/a]	OSL-D [mGy/a]	TL-Alter [Jahre]	OSL-Alter [Jahre]
Ziegel	40.072	54.118	7.131	6.072	6.544	5.671	1090 ± 79	1071 ± 126
Ker2	206.008	–	27.795	–	5.465	<i>5.433</i>	5086 ± 342	$\approx 7000 \pm 2000$
Ker3	272.710	214.023	24.210	26.731	3.871	4.285	6255 ± 478	6239 ± 404
P1	444.415	341.627	47.928	48.341	6.388	6.947	7503 ± 447	6958 ± 452
P2	<i>33.394</i>	<i>245.234</i>	<i>5.971</i>	<i>32.284</i>	<i>9.013</i>	<i>7.508</i>	<i>663 ± 118</i>	<i>4300 ± 260</i>
P3	45.781	60.946	12.212	12.307	8.733	8.018	1398 ± 106	1535 ± 125
OL1	7.174	9.977	<i>2.292</i>	1.433	4.883	5.765	<i>469 ± 117</i>	249 ± 52
OL2	12.158	11.539	1.982	2.026	5.583	6.307	355 ± 125	321 ± 83

Tabelle 6.3: Ergebnisse der Altersbestimmungen

^aInklusive Intercept

Nicht gesicherte Ergebnisse sind in kursiver Schrift dargestellt

Vergleich von TL und OSL

In Abbildung 6.1 sind TL- und OSL-Altersbestimmungen auf zwei Achsen aufgetragen. Wie man sieht, liegt der Großteil der datierten Proben in der Nähe der Diagonale – die beiden Methoden zur Altersbestimmung erbringen für diese Proben also ein annähernd gleiches Ergebnis. Deutliche Abweichungen zeigt die Probe Ker2, bei der mittels OSL nur eine Abschätzung möglich war, ebenso wie die Probe P2, bei der die Datierung aufgrund des fehlenden TL-Plateaus nicht aussagekräftig ist.

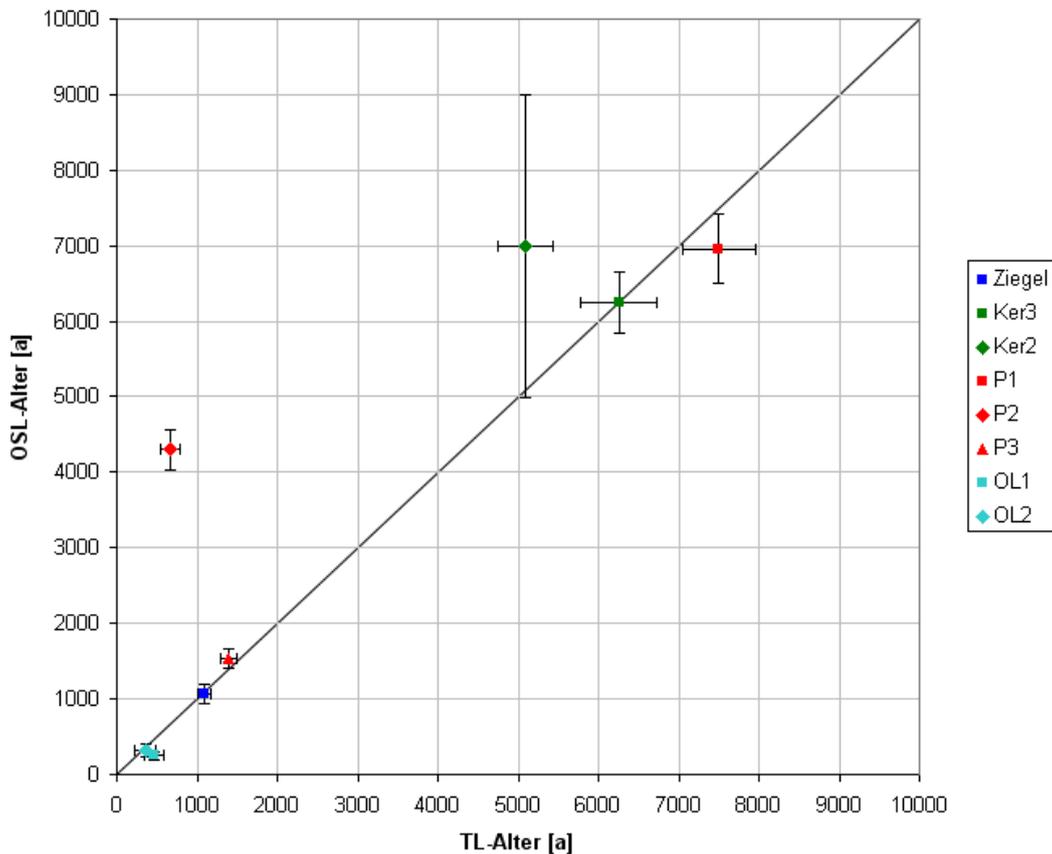


Abbildung 6.1: Vergleich der Datierungsergebnisse von TL und OSL

Insgesamt zeigt sich aufgrund der Untersuchungsergebnisse, dass das OSL-Verfahren durchaus zur Altersbestimmung von Keramiken geeignet ist. Die Qualität der OSL-Ergebnisse ist dabei trotz der in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen Nachteile mit jener der TL-Ergebnisse vergleichbar.

Literaturverzeichnis

- M. J. Aitken. *An Introduction to Optical Dating: The Dating of Quaternary Sediments by the Use of Photon-stimulated Luminescence*. Oxford University Press, Oxford, 1998.
- M. J. Aitken. *Thermoluminescence Dating*. Academic Press, London, 1985.
- R. Bergmann. *Vergleichende Untersuchungen der optisch stimulierten Lumineszenz und der Thermolumineszenz von Keramiken zum Zweck der Altersbestimmung*. Diplomarbeit, TU Wien, 2005.
- M. Bichler. *Radiochemie*. Skriptum zur Vorlesung, 4. Auflage, TU Wien, 2007.
- L. Bøtter-Jensen. *Luminescence techniques: instrumentation and methods*. Radiation Measurements Vol. 27, p. 749 – 768, 1997.
- L. Bøtter-Jensen, S. W. S. McKeever, und A. G. Wintle. *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*. Elsevier Science B.V., Amsterdam, 2003.
- R. Chen und S. W. S. McKeever. *Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena*. World Scientific Publishing, Singapore, 1997.
- W. Gratzl. *EDV-unterstützte Untersuchung des Einflusses des Thorium- und Urangehalts archäologischer Proben auf deren Thermolumineszenzdatierung*. Diplomarbeit, TU Wien, 1989.
- S. Greilich. *Über die Datierung von Gesteinsoberflächen mittels optisch stimulierter Lumineszenz*. Dissertation, Ruprecht-Karls-Universität, Heidelberg, 2004. <http://www.ub.uni-heidelberg.de/archiv/4588/>.
- R. C. Henzinger. *Entwicklung einer vollautomatischen Thermolumineszenz-Auswertanlage und ihre Anwendung in Dosimetrie und Archäometrie*. Dissertation, TU Wien, 1993.
- D. J. Huntley, D. I. Godfrey-Smith, M. L. W. Thewalt, und G. W. Berger. *Thermoluminescence spectra of some mineral samples relevant to thermoluminescence dating*. Journal of Luminescence Vol. 39, p. 123 – 136, 1988.
- D. J. Huntley, D. I. Godfrey-Smith, und E. H. Haskell. *Light-induced emission spectra from some quartz and feldspars*. Nuclear Tracks and Radiation Measurements Vol. 18, p. 127 – 131, 1991.

- M. R. Krbetschek, J. Götze, A. Dietrich, und T. Trautmann. *Spectral information from minerals relevant for luminescence dating*. Radiation Measurements Vol. 27, p. 695 – 748, 1997.
- S. W. S. McKeever. *Thermoluminescence of solids*. Cambridge University Press, Cambridge, first paperback edition, 1985.
- N. R. J. Poolton, L. Bøtter-Jensen, und O. Johnsen. *Thermo-optical properties of optically stimulated luminescence in feldspars*. Radiation Measurements Vol. 24, p. 531 – 534, 1995.
- W. Primerano. *Thermolumineszenzdatierung von archäologischen Funden aus dem Mittelneolithikum, Bronzezeit und der römischen Kaiserzeit*. Diplomarbeit, TU Wien, 1999.
- H. Schlaepfer. *Cosmic Rays*. Spatium Vol. 11, International Space Science Institute, Association Pro ISSI, Bern, 2003.
- F. Smetana. *Entwicklung einer Anlage zum Einsatz der optisch stimulierten Lumineszenz in Dosimetrie und Archäometrie*. Diplomarbeit, TU Wien, 2006.
- N. A. Spooner. *On the optical dating signal from quartz*. Radiation Measurements Vol. 23, p. 593 – 600, 1994.
- H. Tatlisu. *Sediment Dating by Thermoluminescence and Optical Stimulated Luminescence*. Diplomarbeit, TU Wien, 2004.
- F. Urbach. *Bandenbreite und Temperaturabhängigkeit der Emissionsbanden von Alkalihalogenidphosphoren*. Sitzungsberichte, Akademie der Wissenschaften in Wien, Mathematisch-Naturwissenschaftliche Klasse Abteilung IIa, Band 139, S. 349, Wien, 1930.
- A. G. Wintle. *Luminescence dating: laboratory procedures and protocols*. Radiation Measurements Vol. 27, p. 769 – 817, 1997.
- A. G. Wintle und A. S. Murray. *Quartz OSL: Effects of thermal treatment and their relevance to laboratory dating procedures*. Radiation Measurements Vol. 32, p. 387 – 400, 2000.

A DOSBox

Durch den Umstieg auf Windows XP ist es nicht mehr möglich, von DOS-Programmen wie dem Altersbestimmungsprogramm direkt Screenshots anzufertigen. Um dieses Problem zu umgehen, können solche Programme in der DOSBox ausgeführt werden, einer speziellen Anwendung, die einen virtuellen Computer mit Intel 80386 CPU und DOS-Betriebssystem emuliert. Hier ist auch die Erstellung von Screenshots möglich.

Auf dem Computer im Archäometrielabor ist diese Software bereits installiert, dieses Kapitel befasst sich ausschließlich mit der Benutzung des Programms auf diesem Rechner.

A.1 Anleitung

Daten kopieren Das komplette Verzeichnis, in dem sich die gewünschten TLD-Daten befinden, muss in den Ordner `C:_DOSBox\TLD` kopiert werden. Im folgenden Text wird angenommen, dass dieses Verzeichnis `XYZ` heißt.

Dateien umbenennen Die Sonderzeichen für Alpha und Beta, die von der Auswertesoftware benutzt werden, machen in der DOSBox Probleme. Durch den Aufruf einer simplen Batch-Datei können sie in allen Dateinamen durch A bzw. B ersetzt werden.

Zu diesem Zweck klickt man auf *Start* → *Ausführen*, gibt die Buchstaben `cmd` in das Feld ein und klickt auf *OK*. Auf der nun auftauchenden Kommandozeile tippt man:

```
to_dosbox.bat C:\_DOSBox\TLD\XYZ
```

wobei `XYZ` durch den tatsächlichen Verzeichnisnamen ersetzt werden muss. Die nun folgenden Fehlermeldungen über nicht gefundene Dateinamen können ignoriert werden. Danach kann man die Kommandozeile wieder schließen.

DOSBox starten Die DOSBox sollte über das Icon auf dem Bildschirm gestartet werden. Das Auswerteprogramm wird automatisch geladen und kann wie gewohnt bedient werden, es werden jedoch Zeilen, die Sonderzeichen für Alpha oder Beta enthalten, fehlerhaft angezeigt. In der Praxis betrifft dies Graphiken der Regressionsgeraden bei eingblendeten Dosen und Intercept.

Mit **ALT** + **ENTER** kann die Vollbild-Darstellung aktiviert oder deaktiviert werden, die Maus kann im Fenstermodus mit **CTRL** + **F10** „befreit“ werden.

Screenshots erstellen Mit der Tastenkombination **CTRL** + **F5** kann vom aktuellen Bildschirminhalt der DOSBox ein Screenshot erstellt werden. Dieser wird im Verzeichnis `C:_DOSBox\capture` unter einem Namen gespeichert, der sich aus dem aktuellen Programm-Modul und einer fortlaufenden Zahl zusammensetzt.

Auf diese Weise können beliebig viele Screenshots erzeugt werden.

DOSBox beenden Sind sämtliche Screenshots angefertigt, kann das Auswerteprogramm wie üblich beendet werden. Danach kann die DOSBox geschlossen werden.

Um nachfolgenden Benutzern die Arbeit zu erleichtern, sollte man die erstellten Screenshots in ein privates Verzeichnis verschieben und `C:_DOSBox\capture` leer hinterlassen.

Screenshots invertieren Um die Screenshots leichter drucken zu können, ist es empfehlenswert, sie zu invertieren. Dies ist beispielsweise mit dem Programm IrfanView möglich, welches ebenfalls über ein Icon am Desktop gestartet werden kann.

Mit *File* → *Open* kann die gewünschte Datei geöffnet werden, die Invertierungsfunktion ist unter *Image* → *Negative* zu finden. Anschließend kann man die Datei mit **CTRL** + **S** wieder abspeichern und IrfanView beenden.

B Dateiformate

Für die Arbeit wurden zwei Versionen eines Altersbestimmungsprogramms benutzt, eine DOS-basierte und eine Windows-basierte Variante. Beide benutzen ein ähnliches Binärformat zur Speicherung der gemessenen Kurven. Um die OSL-Kurven mit demselben Programm wie die TL-Kurven auswerten zu können, war es zweckdienlich, die Kurven direkt zu bearbeiten und entsprechend das Dateiformat zum Teil zu entschlüsseln. Um ähnliche Vorhaben in Zukunft zu erleichtern, ist das Format hier soweit bekannt dokumentiert.

B.1 Repräsentation von Floating-Point-Zahlen

Ein großer Teil der Dateien besteht aus einer Aneinanderreihung von Gleitkommazahlen (floating point), die in einem Pascal-eigenen, 6 Byte großen Format gespeichert sind. Dabei ist ein Byte für den binären Exponenten reserviert und 5 Byte für Mantisse und Vorzeichen.

Der Exponent im ersten Byte kann einen Wertebereich von -128 bis +126 annehmen (ein Wert ist für die Darstellung des Gesamtwertes Null reserviert). Die Mantisse beginnt danach mit ihrem unsignifikantesten Byte, im letzten Byte ist das Vorzeichen im ersten Bit codiert. Der folgende Python-Code erläutert den Algorithmus.

Die Funktion `f_tpr6b` nimmt eine Liste mit 6 Bytes und liefert die entsprechende Gleitkommazahl zurück:

```
1 def f_tpr6b(tpr):
2     """Converts Turbo Pascal 6-byte reals to Python floats"""
3     if (tpr[0] == 0): return 0.0
4
5     # Mantisse berechnen
6     q = 1.0/256
7     mantisse = 1.0 + 2 * (((tpr[1] * q + tpr[2]) * q + tpr[3]) * q +
8                          tpr[4] * q + (tpr[5] & 127)) * q
9     if (tpr[5] > 127): mantisse *= -1
10
11    # Exponenten berechnen
12    faktor = 2 ** abs(tpr[0] - 129)
13    if ((tpr[0] - 129) < 0): faktor = 1.0/faktor
14
15    return mantisse * faktor
```

Die Funktion `tpr6b_f` kehrt diesen Prozess um und liefert zu einer Gleitkommazahl die entsprechende Repräsentation im 6-Byte-Format:

```

1 def tpr6b_f(f):
2     """Converts Python floats to Turbo Pascal 6-byte reals """
3     f = float(f)
4     if (f == 0): return [0,0,0,0,0,0]
5
6     # Vorzeichen entfernen
7     if (f >= 0):
8         negativ = 0
9     else:
10        negativ = 1
11        f *= -1
12
13    # Exponenten berechnen
14    exponent = 129
15    while (f >= 2):
16        exponent += 1
17        f /= 2
18    while (f < 1):
19        exponent -= 1
20        f *= 2
21    if (exponent <= 0) or (exponent > 255):
22        raise FloatingPointError("Exponent out of range")
23
24    # Mantisse berechnen
25    tpr = [exponent,0,0,0,0,0]
26    fm = ((f-1.0)/2) * (256 ** 5)
27    im = int(round(fm, 0))
28    for i in xrange(1, 6):
29        tpr[i] = int(im % 256)
30        im = im // 256
31    assert im == 0
32    if negativ:
33        tpr[5] += 128
34
35    return tpr

```

B.2 Dateien mit 3090 Byte

Dateien mit 3090 Byte werden ausschließlich vom DOS-Programm ausgegeben, das den Messcomputer steuert (Dateiendungen `.xxT` und `.xxB`). Es handelt sich allem Anschein nach um 515 Werte, die im beschriebenen Floating-Point-Format gespeichert sind. Darunter befinden sich auch die 510 Messwerte der Kurve und der Wert der Laborbestrahlung. Diese Kurven müssen nicht direkt bearbeitet werden.

B.3 Dateien mit 3127+ Byte

Diese Dateien werden vom DOS-Altersbestimmungsprogramm als Resultat nach Abzug des Backgrounds ausgegeben (3127 Byte), sowie vom Windows-Programm (eventuell mehr als 3127 Byte). Das Binärformat der ersten 3127 Byte ist identisch und in Tabelle B.1 dokumentiert. Gleitkommazahlen im oben beschriebenen Format sind dabei als FP6 bezeichnet.

In der Datei ist neben den 510 einzelnen Messwerten auch die Laborbestrahlung in der Einheit Gray als Gleitkommazahl gespeichert, darüber hinaus ein Multiplikator. Dieser wird bei der Erstellung der Datei auf den Wert 1.0 gesetzt, danach wird er bei jeder Multiplikation der Kurvenwerte mit dem gleichen Faktor multipliziert. Auf diese Weise bleiben entsprechende Nachbearbeitungen der Kurve jederzeit nachvollziehbar.

Position	Bedeutung
1...6	<i>Bytes mit unbekannter Funktion</i>
7...12	Laborbestrahlung der Probe in Gray (FP6)
13...39	<i>Bytes mit unbekannter Funktion</i>
40...45	Multiplikator (FP6)
46...47	<i>Bytes mit unbekannter Funktion</i>
48...3107	Die 510 Messwerte der Kurve (510 x FP6)
3108...3127	<i>Bytes mit unbekannter Funktion</i>
3128...(<i>Ende</i> - 10)	Falls vorhanden, Kommentare als CSV
(<i>Ende</i> - 9)...(<i>Ende</i>)	<i>10 Bytes mit unbekannter Funktion</i>

Tabelle B.1: Binärformat der Kurven mit 3127+ Byte

Abbildungsverzeichnis

2.1	Bändermodell bei einem periodischen Atomgitter	5
2.2	Energieniveaus in der Bandlücke	6
2.3	Typische Übergänge	7
2.4	Zur Lumineszenz führende Übergänge bei TL	9
2.5	Entstehung des Lumineszenzpeaks	10
2.6	Abhängigkeit der Form des Lumineszenzpeaks von der Heizrate	11
2.7	Beispielhafte Darstellung einer Glowkurve	12
2.8	Plateautest	13
2.9	Zur Lumineszenz führende Übergänge bei OSL	14
2.10	Energie der thermischen Unterstützung bei Quarz	15
2.11	Ausleuchtkurven mit verschiedenen Anfangsintensitäten I_0	16
2.12	Sub- und Supralinearität	17
2.13	Abschwächung des TL- und OSL-Signals durch Sonnenlicht	18
2.14	Anomalous fading	19
2.15	Schema des Kristallgitters von Quarz, mit häufigen Defekten	24
2.16	Lumineszenzvorgang in einem Quarzkristall	25
2.17	TL-Emissionsspektrum einer Quarzprobe	26
2.18	OSL-Emissionsspektrum einer Quarzprobe	27
2.19	Glowkurve einer Quarzprobe	28
2.20	OSL-Stimulationseffizienz von Quarz	28
2.21	Struktur von Feldspat	29
2.22	Mischreihen von Feldspat	30
2.23	Glowkurve von kaliumreichem Feldspat	31
2.24	TL-Emissionsspektren für verschiedene Feldspate	31
2.25	Emissionsspektren für Kalifeldspate	32
3.1	Prinzip der Lumineszenzdatierung	34
3.2	Additive Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis	36
3.3	Bestimmung des Intercepts	37
3.4	Additive Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis unter Berücksichtigung der Supralinearität	38
3.5	Regenerative Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis	38
3.6	Slide Technique zur Bestimmung der archäologischen Dosis	39
3.7	Bereichsmethode zur Bestimmung der archäologischen Dosis	40
3.8	SARA-Methode zur Bestimmung der archäologischen Dosis	41
3.9	Additive Methode mit Single Aliquot	42

3.10	Durch kosmische Primärstrahlung verursachter Teilchenschauer	50
4.1	Schematische Darstellung des α -Counters	56
4.2	Berechnung der α -Zählraten	57
4.3	Aktivitätsannäherung an die Sättigungsaktivität	59
4.4	Foto der TL-Messanlage	69
4.5	Schematische Darstellung der TL-Messanlage	70
4.6	Beispiel einer Dosisabschätzung	71
4.7	Foto der OSL-Messanlage	72
4.8	Beispiel für einen Plateautest	74
4.9	Beispiel für Regressionsgeraden	78
4.10	Beispiel für die Altersberechnung	78
5.1	Referenzziegel: Foto	79
5.2	Referenzziegel: Natürliche und $N\beta$ -Glowkurven	81
5.3	Referenzziegel: Natürliche und $N\alpha$ -Glowkurven	81
5.4	Referenzziegel: Natürliche und Second-Glow-Kurven	82
5.5	Referenzziegel: Plateautest	82
5.6	Referenzziegel: TL-Dosischarakteristik	83
5.7	Referenzziegel: TL-Altersbestimmung	83
5.8	Erstes OSL-Signal bei Ausmessung mit blauem Licht	84
5.9	OSL-Signal bei Ausmessung mit grünem Licht	85
5.10	OSL: α -Regressionsgerade bei Temperzyklus 180 °C für 1 h	87
5.11	OSL: α -Regressionsgerade bei Temperzyklus 180 °C für 10 min	87
5.12	Referenzziegel: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtkurven	89
5.13	Referenzziegel: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtkurven	89
5.14	Referenzziegel: OSL-Dosischarakteristik	90
5.15	Referenzziegel: OSL-Altersbestimmung	90
5.16	Probe Ker3: Foto	91
5.17	Probe Ker3: Natürliche und $N\beta$ -Glowkurven	93
5.18	Probe Ker3: Natürliche und $N\alpha$ -Glowkurven	93
5.19	Probe Ker3: Second-Glow-Kurven	94
5.20	Probe Ker3: Plateautest	94
5.21	Probe Ker3: TL-Dosischarakteristik	95
5.22	Probe Ker3: TL-Altersbestimmung	95
5.23	Probe Ker3: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtkurven	96
5.24	Probe Ker3: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtkurven	96
5.25	Probe Ker3: OSL-Dosischarakteristik	97
5.26	Probe Ker3: OSL-Altersbestimmung	97
5.27	Probe Ker2: Foto	98
5.28	Probe Ker2: Natürliche und $N\beta$ -Glowkurven	100
5.29	Probe Ker2: Natürliche und $N\alpha$ -Glowkurven	100
5.30	Probe Ker2: Second-Glow-Kurven	101
5.31	Probe Ker2: Plateautest	101

5.32	Probe Ker2: TL-Dosischarakteristik	102
5.33	Probe Ker2: TL-Altersbestimmung	102
5.34	Probe Ker2: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	103
5.35	Probe Ker2: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	103
5.36	Probe Ker2: Probleme bei OSL-Dosischarakteristik	104
5.37	Probe Ker2: Beispiel-OSL-Dosischarakteristik	104
5.38	Probe Ker2: Beispiel-OSL-Altersabschätzung	105
5.39	Foto der ersten Probennahmestelle	107
5.40	Probe P1: Foto	108
5.41	Probe P1: Natürliche und $N\beta$ -Glowcurven	109
5.42	Probe P1: Natürliche und $N\alpha$ -Glowcurven	109
5.43	Probe P1: Second-Glow-Kurven	110
5.44	Probe P1: Plateautest	110
5.45	Probe P1: TL-Dosischarakteristik	111
5.46	Probe P1: TL-Altersbestimmung	111
5.47	Probe P1: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	112
5.48	Probe P1: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	112
5.49	Probe P1: OSL-Dosischarakteristik	113
5.50	Probe P1: OSL-Altersbestimmung	113
5.51	Probe P2: Foto	114
5.52	Probe P2: Natürliche und $N\beta$ -Glowcurven	116
5.53	Probe P2: Natürliche und $N\alpha$ -Glowcurven	116
5.54	Probe P2: Second-Glow-Kurven	117
5.55	Probe P2: Plateautest	117
5.56	Probe P2: TL-Dosischarakteristik	118
5.57	Probe P2: TL-Altersbestimmung	118
5.58	Probe P2: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	119
5.59	Probe P2: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	119
5.60	Probe P2: OSL-Dosischarakteristik	120
5.61	Probe P2: OSL-Altersbestimmung	120
5.62	Probe P3: Foto	121
5.63	Probe P3: Natürliche und $N\beta$ -Glowcurven	123
5.64	Probe P3: Natürliche und $N\alpha$ -Glowcurven	123
5.65	Probe P3: Second-Glow-Kurven	124
5.66	Probe P3: Plateautest	124
5.67	Probe P3: TL-Dosischarakteristik	125
5.68	Probe P3: TL-Altersbestimmung	125
5.69	Probe P3: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	126
5.70	Probe P3: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	126
5.71	Probe P3: OSL-Dosischarakteristik	127
5.72	Probe P3: OSL-Altersbestimmung	127
5.73	Probe OL1: Foto	129
5.74	Probe OL1: Natürliche und $N\beta$ -Glowcurven	131
5.75	Probe OL1: Natürliche und $N\alpha$ -Glowcurven	131

5.76	Probe OL1: Second-Glow-Kurven	132
5.77	Probe OL1: Plateautest	132
5.78	Probe OL1: TL-Dosischarakteristik	133
5.79	Probe OL1: TL-Altersbestimmung	133
5.80	Probe OL1: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	134
5.81	Probe OL1: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	134
5.82	Probe OL1: OSL-Dosischarakteristik	135
5.83	Probe OL1: OSL-Altersbestimmung	135
5.84	Probe OL2: Foto	136
5.85	Probe OL2: Natürliche und $N\beta$ -Glowkurven	138
5.86	Probe OL2: Natürliche und $N\alpha$ -Glowkurven	138
5.87	Probe OL2: Second-Glow-Kurven	139
5.88	Probe OL2: Plateautest	139
5.89	Probe OL2: TL-Dosischarakteristik	140
5.90	Probe OL2: TL-Altersbestimmung	140
5.91	Probe OL2: Natürliche und $N\beta$ -Ausleuchtcurven	141
5.92	Probe OL2: Natürliche und $N\alpha$ -Ausleuchtcurven	141
5.93	Probe OL2: OSL-Dosischarakteristik	142
5.94	Probe OL2: OSL-Altersbestimmung	142
6.1	Vergleich der Datierungsergebnisse von TL und OSL	149

Tabellenverzeichnis

2.1	Einteilung von Lumineszenzphänomenen nach Energiezufuhr	3
2.2	Mittlere Lebensdauer von Elektronen in Traps	8
2.3	Mittlere Lebensdauer von Peaks abhängig von T^*	12
2.4	Farbeinteilung nach DIN 5031	14
2.5	Traptiefe und mittlere Lebensdauer einiger TL-Peaks bei Quarz	26
5.1	Probenparameter für den Referenzziegel	80
5.2	Probenparameter für Ker3	91
5.3	Probenparameter für Ker2	98
5.4	Probenparameter für P1	107
5.5	Probenparameter für P2	114
5.6	Probenparameter für P3	121
5.7	Probenparameter für OL1	130
5.8	Probenparameter für OL2	136
5.9	Vergleich verschiedener Probenanalyseverfahren	144
6.1	Einordnung der Proben in geschichtliche Epochen	146
6.2	Probenparameter	147
6.3	Ergebnisse der Altersbestimmungen	148
B.1	Binärformat der Kurven mit 3127+ Byte	156

Index

- 110 °C Peak, 25, 27
- additive Methode, 36–38
- Aktivatorterme, 6
- Aktivierungsgleichung, *siehe* Neutronen-
aktivierungsanalyse
- aliquot, 36
- α -Counter, 56–57
- α -Dosisleistung, 46–47
- α -efficiency, 43–44
- anomalous fading, 12, 18–19
- archäologische Dosis, 33, 35
- Ausleuchtcurve, 15–16, 42

- Background, 73, 76
- Bändermodell, 4
- band gap, *siehe* Bandlücke
- Bandlücke, 5
- basic transfer, *siehe* thermischer Transfer
- Bereichsmethode, 40
- β -Dosisleistung, 47–48
- Bleichen, 18
- Bohren, 64–65

- Chemithermolumineszenz, 21
- coarse grain, *siehe* Grobkorntechnik
- CWOSL, 15

- Dateiformat, 154–156
- Datierung, 33–35, 77
- Differenzmethode, 45
- DOSBox, 152–153
- Dosischarakteristik, 35

- Eigendosisanteil, 48–49
- Elektronenfallen, 6
- Elektronenzentren, 5

- Empfindlichkeit, 17, 21, 23, 39
- Extrapolationsmethode, *siehe* additive
Methode

- Fallen, *siehe* Traps
- Fehlerabschätzung, 50–54
- Feinkorntechnik, 43–44, 63
- Feldspat, 28–30
- Feuchtigkeit, 46, 49, 53–56
- fine grain, *siehe* Feinkorntechnik
- Fraktionieren, 66–67
- Frequenzfaktor, 7

- γ -Dosisleistung, 48–49
- Gammastrahlung, 58, 61–62, 144
- Glowkurve, 9–11
- Gray, 34
- Grobkorntechnik, 44

- Höhenstrahlung, *siehe* kosmische Strah-
lung

- infinite matrix, 48–49
- Instabilität, thermische, 20
- Intercept, 37

- Kalium, 47–48, 58–62
- Kinetik, 8
- Koinzidenzpaare, 47
- kosmische Strahlung, 49–50
 - Dosisleistung, 49–50
 - Primärstrahlung, 49
 - Sekundärstrahlung, 50
- Kristallfehler, 5

- Lochfallen, 6
- Lochzentren, 5
- Löschung, *siehe* Rücksetzung

- Lumineszenz
 Definition, 3
 Einteilung, 3–4
 Geschichte, 1–2
 Modell, 4–8
 optisch stimulierte, *siehe* OSL
 thermisch stimulierte, *siehe* TL
- Lumineszenzpeak, 10
- Lumineszenzzentren, 7
- Mahlen, 65
- NAA, *siehe* Neutronenaktivierungsanalyse
- Neutronenaktivierungsanalyse, 58–62, 144
 Aktivierungsgleichung, 58–59
- Nullsetzung, *siehe* Rücksetzung
- Oberleim, 129
- OSL, 13–16
 Ergebnisse, 143, 149
 erste Messungen, 84–85
 Messablauf, 73
 Messgerät, 72–73
 Nachteile, 85
- Paarzerfälle, *siehe* Koinzidenzpaare
- paleodose, *siehe* archäologische Dosis
- Peak, *siehe* Lumineszenzpeak
- Phototransfer, 22–23, 27
- Plateau, 12
- Plateautest, 11–12, 73–74
- pre-dose, 21, 25
- pre-heating, *siehe* Temperzyklus
- Proben
 Ker2, 98
 Ker3, 91
 OL1, 129
 OL2, 136
 P1, 106
 P2, 114
 P3, 121
 Ziegel, 79, 88
- Probenaufbereitung, 63–69
- Probenparameter, 147
- PTTL, *siehe* Phototransfer
- Quarz, 24–27
- regenerative Methode, 37–39
- Regressionsgerade, 36
- Rekombinationszentren, 6
- Rekuperation, *siehe* thermischer Transfer
- Rubidium, 47–48
- Rücksetzung, 33
- Sättigung, 17
- Sättigungsgewicht, *siehe* Feuchtigkeit
- SARA, 41–42
- Screenshot, *siehe* DOSBox
- second-glow, 17, 21, 37
- Sedimentieren, 67–69
- Sensitivität, *siehe* Empfindlichkeit
- shine-down curve, *siehe* Ausleuchtcurve
- short shines, 42
- single-aliquot, 40–43
- slide technique, 39
- spurious thermoluminescence, 21
- Sublinearität, 17, 37
- Supralinearität, 17, 36–37
- tempern, *siehe* Temperzyklus
- Temperzyklus, 19, 20, 86
- thermal quenching, 20
- thermische Unterstützung, 6, 14–15, 22
- thermischer Transfer, 22
- Thermolumineszenz, *siehe* TL
- Thorium, 46–47, 53, 56–57
- TL, 8–12
 Messablauf, 70–71
 Messgerät, 69–70
- Traps, 6
 Lebensdauer, 7–8
- Tribothermolumineszenz, 21
- Trockengewicht, *siehe* Feuchtigkeit
- Übergänge, 6–7, 9, 14
- Uran, 46–47, 53, 56–57
- Vorheizzyklus, *siehe* Temperzyklus

Zentren, 4–8
Zerfallsreihe
 Thorium, *siehe* Thorium
 Uran, *siehe* Uran
Ziegelroit, 106, 128
Zone, verbotene, *siehe* Bandlücke
Zusammenfassung, 145–149
 Ergebnisse, 145–146, 148