



SRMKA Sayı/ Issue 1  
Yıl/Year 2019, 136-153

Araştırma Makalesi / Research Article

Geliş Tarihi / Received: 19.09. 2019

Kabul Tarihi / Accepted: 17.11.2019

Yayın Tarihi/ Published: 27.12.2019

## SERAMİK ARKEOMETRİSİNDE SPEKTROSKOPİK

### YÖNTEMLERİN UYGULANMASI VE YORUMLANMASI: XRF, XRD

#### APPLICATION AND INTERPRETATION OF SPECTROSCOPIC METHODS

#### IN CERAMIC ARCHAEOLOGY: XRF, XRD

Cüneyt ÖZ\*

Özge ÖZER\*\*

#### Özet

Gelişen ve değişen teknolojiyle beraber bilim dalları arasındaki interaktif çalışmalar da yaygınlaşmıştır. Bu bilim dallarından biri olan arkeoloji, kazılarda ortaya çıkarılan maddi kalıntıları incelerken birçok bilim dalından faydalanmaktadır. Bunlardan biri de arkeometridir. Arkeolojik kazı alanlarında ortaya çıkarılan materyalleri (seramik, metal, tekstil, cam vb.) inceleyen arkeometri bilim dalı, özellikle fen ve sosyal bilimler başta olmak üzere birçok bilim dalını bir araya getiren çok disiplinli bir yaklaşımın ürünüdür. Arkeometri alanındaki çalışmalarda daha çok ışın-madde etkileşimine dayalı spektroskopik yöntemler kullanılmaktadır. X-ışını emisyonu (floresans) spektrometresi, birçok malzeme üzerinde uygulanabilir ve doğruluk düzeyi oldukça yüksek elementel okuma (tarama) sağlayabilmektedir. Element okuması yapılabilen malzemelerden biri de arkeolojik kazı alanlarında ortaya çıkarılan seramik buluntulardır. Seramikler, üretildiği ham madde (kil) ve bu ham maddenin içeriğindeki mineralojik özellikler bakımından spektroskopik yöntemlerle incelenmeye oldukça uygundur. XRF (X-ışını floresans) ve XRD (X-ışını difraksiyon) teknikleri seramik arkeometrisinde sıkça kullanılan spektroskopik yöntemlerdir. Antik Çağda elde veya çarkta üretilen seramik kalıntıları üzerinde yapılan XRF ve XRD analizleriyle seramiğin üretildiği ortam şartları ve ham madde özellikleri hakkında detaylı bilgiler elde edilebilmektedir. Bu bilgiler de araştırmacıların daha kesin ve net yorum yapabilmesini sağlamaktadır. Kilin elementel içeriği XRF analiziyle saptandıktan sonra uygun istatistikî

\* Arş. Gör. Dicle Üniversitesi, Edebiyat Fakültesi, Arkeoloji Bölümü, Diyarbakır/TÜRKİYE. e-posta: [cuneyt.oz@outlook.com](mailto:cuneyt.oz@outlook.com)

ORCID ID: 0000-0003-4229-1398

\*\* Arş. Gör. Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Antalya/TÜRKİYE. e-posta: [oozer@akdeniz.edu.tr](mailto:oozer@akdeniz.edu.tr)

ORCID ID: 0000-0003-2678-1194

yöntemler (parametrik testler gibi) seçilerek aynı sahadan alınan diğer seramiklerin elementel içerikleriyle kıyaslama da yapılabilmektedir. Antik Çağ seramik teknolojisinin anlaşılması bakımından son derece önemli olan bu iki spektroskopik yöntem arkeometrik çalışmalarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Makalede, bu tekniklerin seramikler üzerinde nasıl uygulandığı ve yorumlandığı incelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Arkeometri, Seramik, Spektroskopik Yöntemler, XRF, XRD

### Abstract

Due to rapidly developing and changing technology, interdisciplinary studies among the branches of science have become widespread. Archeology, which is particularly interdisciplinary, utilizes many fields when examining the materials uncovered during excavations. Archaeometry, which examines materials (ceramic, metal, textile, glass, etc.) uncovered from archaeological excavation sites, derives from a multi-disciplinary approach that brings together many other fields of study, from both the natural and social sciences. Spectroscopic methods based on beam-matter interaction are frequently used in archaeometric studies. The X-ray emission (fluorescence) spectrometer, which exactly uses the same wavelengths as X-rays, can be applied to many materials and provides elemental reading (scanning) with a very high accuracy level. The ceramic finds from an archaeological site are among the samples that can be examined using elemental reading. Ceramics are quite suitable for spectroscopic examination in terms of their raw material (clay) and the mineralogical contents. XRF (X-ray fluorescence) and XRD (X-ray diffraction) techniques are commonly used spectroscopic methods in ceramic archaeometry. XRF and XRD analyses on ancient ceramics can provide detailed information about the environmental conditions during their production and the properties of the ceramics' raw material. This information allows researchers to make more accurate and clear assessments. After determining the elemental content of clay by using XRF analysis, it can also be compared with the elemental compositions of ceramics from the same area by selecting appropriate statistical methods (such as parametric tests). These two spectroscopic methods, which are very important in terms of understanding ceramic technology in the Archaic Period, are widely used in archaeometric studies. How these techniques are applied to ceramics and interpreted is examined.

**Keywords:** Archaeometry, Ceramic, Spectroscopic Methods, XRF, XRD

## 1. Giriş

Arkeoloji, geçmişte yaşamış insan topluluklarının elinden çıkmış ve bu toplulukların kültürel, sosyo-ekonomik durumlarını, ekolojik doğal çevre özelliklerini ve daha birçok özellik hakkında temsil edici nitelikteki maddi kültür kalıntılarını belgeleyen, araştıran ve gelişim sürecini inceleyerek yorumlamalar yapan bir bilim dalıdır. Arkeoloji biliminin tanımı düşünüldüğünde, oldukça geniş kapsamlı bir çalışma alanına sahip olduğu anlaşılabilmektedir. Arkeolojik kazılarda ortaya çıkarılan maddi kalıntılar incelenirken birçok bilim dalından faydalanan arkeoloji bilimine fen bilimleri ve mühendislik dalları da yardımcı olmaktadır. Gün geçtikçe arkeolojiye bakış açısının değişmesi, bilimde kullanılan yöntemlerin de farklılaşarak çeşitlenmesini sağlamıştır. Bu bilinçle ortaya çıkmış olan arkeolojide kullanılan bilimsel

yöntemler, 20. yüzyılın ikinci yarısında “arkeometri” terimiyle tanımlanmıştır<sup>1</sup>. Arkeolojik kazılarda ele geçen maddi kültür kalıntılarını anlamak için eserin nerede ve ne şartlarda üretildiği, hangi tarihte yapıldığı ve ne amaçla kullanıldığı gibi sorular sorularak yanıtlar aranmaktadır. Tüm bu karmaşık soruların yanıtlarına ulaşmak için arkeolojik yöntemlerin yanı sıra fen ve doğa bilimlerinin bilimsel araştırma yöntemlerinden yararlanılması daha net cevaplara ulaşılmasını sağlamaktadır<sup>2</sup>.

Kullanılacak olan arkeometrik yöntemler, maddi kültür kalıntılarının özelliklerine göre seçilmektedir. Bazen tek bir arkeometrik yöntem aranılan soruların cevabını verirken, bazen de birden çok yöntem kullanılmaktadır. Arkeolojik kazılarda ortaya çıkarılan seramiklerin irdelenmesinde de çeşitli arkeometrik yöntemlerle<sup>3</sup> çalışılmaktadır. Bunlar arasında en sık kullanılan yöntemler ise spektroskopik tekniklerdir. Bölgesel jeolojiden oldukça fazla etkilenen arkeolojik buluntulardan biri olan seramikler, spektroskopik yöntemler ile incelendiğinde elde edilen verilerin mevcut ortam şartlarıyla da kıyaslanarak varılan sonuçları arkeometrik çalışmalar için oldukça önemlidir. Örneğin, Oshima Adası’nda bulunan arkeolojik sit alanı, spektroskopik yöntemler ile incelenerek (X-ışınları floresans yöntemi) çıkan sonuçlar çok değişkenli istatistiksel analizler yoluyla değerlendirilmiştir. Bölgenin volkanik bir arazi olması ve tuf akıntılarının etkileniyor oluşu arkeolojik numunelerde de gözlenmiş olup, çağlar öncesinde bölgede yaşayan insanların ortam koşullarında bulunan toprak ve kili kullanarak seramik yapımına yöneldikleri bilgisi ortaya çıkarılmıştır<sup>4</sup>.

Literatüre bakıldığında seramiklerin spektroskopik yöntemlerle incelenmesi üzerine yapılan birçok çalışma bulunmaktadır<sup>5</sup>. Bayazit ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada<sup>6</sup> seramikler üzerinde uygulanabilen spektroskopik yöntemlerden FTIR ve RAMAN analiz teknikleri irdelenmiştir. FTIR ve RAMAN analiz tekniklerinin çalışma prensiplerinin açıklandığı makalede, seramiklerden ne tür bilgiler elde edileceği ve bunların nasıl yorumlanacağı üzerinde durulmuştur.

---

<sup>1</sup> Yalçın 2012, 40; Aslında arkeometrinin başlangıcının 19. yüzyılın başlarına kadar gittiği söylenebilir. İlk kez M. H. Klaproth (1743-1817) Berlin Bilim Akademisinde camlar, sikkeler ve Ortaçağ heykelleri üzerine yaptığı bazı kimyasal analizlerin sonuçları hakkında bildiri sunmuştur (Esin 1985, 1).

<sup>2</sup> Yalçın 2012, 40.

<sup>3</sup> Bayazit vd. 2016, 659; ayrıca bkz. Işık 2018.

<sup>4</sup> Ichikawa vd. 2019, 107-125.

<sup>5</sup> Makale dipnotları dışındaki çalışmalar için ayrıca bk. Kuşç 1985; Peisach vd. 1991; Pillay vd. 2000; Ender 2006; Ergün 2006; Ionescu vd. 2007; Velraj vd. 2010; Er 2011; Palanivel-Rajesh Kumar 2011; Ramli vd. 2011; Rasmussen vd. 2012.

<sup>6</sup> Bayazit vd. 2016.

Bir diğer araştırmada İtalya'nın Sicilya şehrinde bulunan arkeolojik sit alanı olan Gela'dan alınan seramik örneklerinde petro-arkeometrik inceleme çalışmaları yürütülmüştür. Sahadan alınan numuneler XRD, XRF ve ince kesit analizlerine tabii tutulmuştur. Spektroskopik yöntemlerle ulaşılan sonuçlar yorumlanarak bölgede bulunan seramiklerin petrografik incelemesinde, seramiklerin iki farklı yerel üretim modeli ile üretildiği bilgisine ulaşılmıştır<sup>7</sup>.

Doğu Çin Denizi ile Pasifik Okyanusu arasında kalan bölgede Yaeyama Adası'nda bulunan arkeolojik kazıda çıkarılan seramik numuneleri üzerinde yapılan araştırmada ise tahribatsız muayene olarak tanımlanan kimyasal analitik yöntem X-ışını floresans (XRF) yöntemi uygulanmıştır. Farklı lokasyonlardan alınan seramik numunelerinin elementel içeriği birbirleriyle kıyaslanarak, seramik numunelerinin element içeriklerindeki farklılaşmaları ortaya çıkarılmıştır. Bu bilgiler ışığında araştırmacıların önerileri şu yönde olmuştur; çok noktalı ölçüm metoduyla çok değişkenli istatistiksel analiz kullanılarak elde edilen bulguların seramik üretimi için kullanılan orijinal kil ile seramik kültürü teknikleri ve doğal kaynak kullanımı arasındaki ilişki incelenmelidir. Ayrıca seramik numunelerinin mineralojik içeriklerinin tespit edilebilmesi için kullanılan spektroskopik yöntemler, jeolojik bakış açısıyla birleştirilerek aynı bölgeden veya dönemden daha fazla örneğin eklenmesi ile birlikte dönemin ekonomik şartlarının daha net anlaşılması için kullanılabilir<sup>8</sup>.

Spektroskopik yöntemlerle aynı arkeolojik alanda bulunan seramik örneklerinin ham madde içeriklerinin benzerlikleri ve farklılıkları ortaya çıkarılabilmektedir. Ayrıca spektroskopik yöntemlerin sonuçlarına göre yapılacak istatistiksel analizlerle, çalışılan seramiklerin özellikleri, bir başka kentin seramikleriyle de kıyaslanabilmektedir. Böylece farklı lokasyonlara ait arkeolojik kalıntılardan çıkan seramik numuneleriyle, aynı lokasyona ait numunelerin kendi içerisindeki farklılaşma nedenlerine dair cevaplar bulunabilir. Bir diğer veri ise farklı lokasyonlara ait seramiklerin ham madde içeriklerinin karşılaştırılmasıdır. Seramik kalıntılar buldukları ortam özelliklerini içeriklerinde barındırmaktadır. Spektroskopik yöntemlerle seramik kalıntılarının bulunduğu çevrenin mineralojik özelliklerini taşıyıp taşımadıkları saptanabilmektedir.

---

<sup>7</sup> Aquilia vd. 2012.

<sup>8</sup> Aoyama vd. 2018.

Çalışmada spektroskopik yöntemlerin sadece ikisi (X-ışını floresans, X-ışını difraksiyon)<sup>9</sup> üzerinde durulmaktadır. Arkeolojik buluntulardan özellikle seramikler, yapıldığı ana maddeden (kil) dolayı spektroskopik yöntemlerle incelemeye oldukça uygundur. Bu bağlamda XRF ve XRD tekniklerinin seramikler üzerinde nasıl uygulandığı, elde edilen analiz sonuçlarının istatistiksel yöntemlerle nasıl yorumlandığı incelenmiştir.

## 2. Materyal ve Yöntem

Eğitim araştırma ve analiz amaçlı kullanılan yapay radyasyon kaynakları olarak X-ışını üreten cihazlardan XRF ve XRD, günümüzde çok çeşitli malzeme üzerinde uygulanabilen yöntemler arasındadır. Bu tip radyasyon kaynakları sıklıkla yapı malzemelerinde, cevher ve mamul maddelerde bulunan element ve minerallerin tayininde kullanılmaktadır. Son yıllarda ise bu cihazlar, arkeometri bilim dalında seramik kalıntılarının yanı sıra birçok arkeolojik eser üzerinde element ve mineral içeriklerinin belirlenmesi amacıyla uygun olarak kullanılmaktadır. Arkeometride radyasyon kaynaklarının kullanımı şu şekildedir;

- Arkeolojik sit alanlarının tayini,
- Kalıntılardan çıkarılan malzemelerin fiziksel özelliklerinin belirlenmesi,
- Kalıntıların ve sit alanının yaş tayini (yaşlandırma teknikleri uygulanarak karbon-14 gibi yöntemler ile),
- Kalıntılardan çıkarılan malzemelerin kimyasal özelliklerinin belirlenmesi,
- Kalıntılardan çıkarılan metalürjik malzemenin özelliklerinin belirlenmesi,
- Malzeme kaynağının belirlenmesi,
- Sit alanı restorasyonu,
- Arkeolojik alanın ve malzemelerinin korunması

Seramiklerin XRF ve XRD sonuçları istatistiksel çalışmalarla (Principal Component Analysis-PCA gibi) yorumlanabilmektedir. Arkeolojide oldukça fazla kullanılan çok değişkenli istatistiksel analizler şöyle sıralanabilir; T-testleri, varyans analizi, regresyon, korelasyon, ki-kare ve küme analizi<sup>10</sup>. Seramiklerin buldukları bölge ve diğer arkeolojik kalıntılarla olan ilişkileri bu yorumlamanın sonucunda analiz sonucuna göre daha net sonuçlar verebilmektedir.

---

<sup>9</sup> Bu iki yöntem birçok malzeme üzerine uygulanabilir olup doğruluk düzeyi oldukça yüksek bir okuma (tarama) sağlamaktadır.

<sup>10</sup> Ayrıntılı bilgi için bkz. Cowgill 2015.

Tüm bunlar dışında XRF tekniği<sup>11</sup> özellikle boyalı ve sırlı seramiklerin karakterizasyonunda da kullanılmaktadır<sup>12</sup>.

Çalışmaya konu olan seramik buluntular, ait olduğu döneme ve topluma dair birçok bilgi aktarmaktadır. Araştırmacı öncelikle çalışacağı seramiklerde arayacağı soruların ve/veya sorunların neler olduğunun tespitini iyi yapmalıdır. Araştırmasındaki yol haritası belirlendikten sonra bu soru ve/veya sorunların odağı neyse numune seçimini ona göre yapmalıdır. Örneğin araştırmacının çalıştığı malzeme grubu bir antik kentin seramikleri ise bunların yerel mi yoksa ithal mi olduğuna dair soruların cevaplanabileceği şekilde bir numune seçimine yönelmelidir. Bu seçim şu şekilde olmalıdır: Öncelikle çalışılan seramiklerin kil renkleri ön çalışmayla belirlenmelidir. Daha sonra seramiklerin kendi içerisinde kil rengi gruplaması yapılmalıdır. Bu gruplamaya göre XRF ve XRD analizine seçilecek seramiklere karar vermek daha da kolay olacaktır. Çünkü kentte en çok bulunan kil rengi muhtemelen (istisnai durumlar her zaman söz konusudur) o bölgede üretim olduğunun işareti sayılabilir. Bundan hareketle yoğun olarak aynı kil renginde olan farklı formdaki seramikler analiz için seçilmelidir.<sup>13</sup> Seramiklerin analiz sonuçları ile antik kentin civarındaki olası kil yataklarından alınacak örneklerin analiz sonuçları karşılaştırılarak seçilen seramiklerin yerel üretim olup olmadığını yorumlaması yapılabilir. Yunanistan'ın kuzeybatısında bulunan Hellenistik Döneme ait Orraon antik kentinde yapılan çalışmada, sit alanından 64 adet seramik numunesi toplanmıştır. Bu örnekler, XRD yöntemiyle incelenmiş olup, çıkan sonuçlar çok değişkenli istatistiksel analiz metoduyla değerlendirilmiştir. Yapılan hiyerarşik sınıflamaya göre, 64 adet seramik numunesi kendi içinde 4 farklı gruba ayrılmıştır. Bu 4 farklı seramik grubu ve içeriği bölgesel üretim uygulamalarının farklılaştığına işaret etmektedir. Yine bu 4 farklı grubun kil içeriği (elementel kompozisyon ve mineralojik veriler) yapılan araştırma kapsamında tartışılmış olup, istatistiksel analizlerin de yardımıyla seramik üretiminin çeşitli yöntemleri yorumlanmıştır<sup>14</sup>.

Tüm bunlar dışında araştırmacının izleyeceği yol haritasına göre seramikler üzerinde yapılacak analizlerde hangi yöntemlerin seçileceğine karar vermek, çalışmasının bir diğer

---

<sup>11</sup> Bu yöntem aslında Enerji Dağılımlı X-ışını Floresansı'dır. Daha çok portatif olup arkeolojik malzemenin tahribatsız bir şekilde yerinde analizinin yapılmasına olanak sağlamaktadır (bkz. Gürçal 2015, 70-71).

<sup>12</sup> Ayrıntılı bilgi için bkz. Appoloni vd. 2001.

<sup>13</sup> Bunun tam tersi de düşünülebilir. En az yoğunluğu oluşturan kil rengine sahip seramiklerde analiz edilerek aynı sonuca ulaşılabilir. Belki de en az kil rengine sahip olan grup o kente ait bir kap formunun üretim yerini bize işaret ediyor olabilir.

<sup>14</sup> Papachristodoulou vd. 2006, 347-353.

önemli aşamasını oluşturmaktadır. Burada da yine seramikler hakkında ne gibi bir araştırma yapılacağı sorusu devreye girmektedir.

## **2.1. XRF (X-ışınları Floresans) Yöntemi**

Spektroskopik yöntem denildiğinde herhangi bir madde ile çeşitli tipte ışınların etkileşimine dayalı yöntemler anlaşılmaktadır. Günümüz teknolojiyle beraber spektroskopik yöntemlerin temelini oluşturan ve maddelerin temel özelliklerinden olan ışın yayma (floresans) ve tutma (absorbsiyon), kütle yük oranı, ısı veya elektrik iletkenliği, elektrot kapasitesi, ışın gibi özellikleri yaklaşık bir yüzyıldan fazla zamandır bilinmekle beraber, bunların uygulamaya aktarımı daha çok elektronik ve programlama alanlarındaki ilerlemelere paralel olarak gelişmiştir<sup>15</sup>. Jeolojik materyaller başta olmak üzere metal, alaşım, PVC ve seramik gibi birçok madde ve malzemenin analitik incelemesi yapılmak istendiğinde bu olanağı sunan spektroskopik yöntemlerden en yaygın kullanılanı XRF'dir. XRF yöntemi farklı analitik tekniklerle birlikte daha bütünlük sonuçlar elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Seramiklerin XRF yöntemiyle incelenmesi kısmında öncelikle seramik numunesinin XRF cihazına uygun hale getirilmesi gerekmektedir. Bu nedenle bir öğütücü yardımıyla her bir numune kırılarak toz haline getirilmektedir (Fig. 1). Toz halindeki seramik numuneleri pres-pastil yöntemiyle hidrolik pres (Fig. 2) altında 15 MPa uygulanarak pellet şekline dönüştürülür. Hazırlanan her bir pellet XRF cihazına (Fig. 3) taraması yapılmak için gönderilebilir duruma hazır hale getirilmiştir. Pellet yapım aşamasında her yeni pellet için temiz bir cam kroze kullanımı önemlidir. Başka bir numuneye geçerken hem hidrolik pres makinesi hem de örneklerin homojenize edildiği agat havan %10'luk seyreltilmiş HCl (Hidroklorik asit) ile sterilize edilmelidir.

---

<sup>15</sup> Skoog vd. 1998.



**Fig. 1.** Ögütülmüş seramik numunesi



**Fig. 2.** Hidrolik pres-pastil makinesi



**Fig. 3.** XRF cihazı

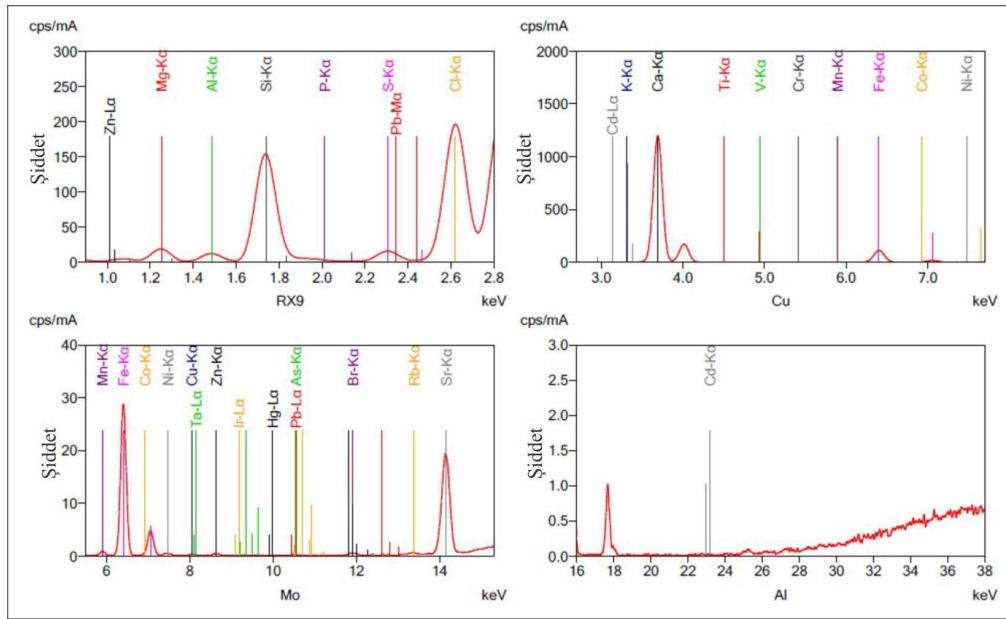
XRF cihazlarının genel prensibi gaz haldeki elementel atomların ışın üretmek üzere absorbe ettikleri enerjiyi daha sonra temel hale dönerken ışına yaparak vermeleri üzerinedir. Araştırma ve eğitim amaçlı kullanılan radyasyon kaynaklarından biri olan X-ışınları tüpü, kapalı kaynak sınıflamasına girmektedir. X-ışını üreten bir tüpe sahip olan XRF cihazlarının temeli, maddelerin karakteristik fiziksel ve kimyasal özelliklerine dayanır. Her bir maddenin karakteristik ışın emisyonu farklı özellik gösterir. Uyarılmış iyonlar daha yüksek enerji seviyesinde bulunan elektronların uygun geçişleri sonucu temel seviyeye döner. Bu sırada elektron bombardımanında oluşan uyarılma sonucu elde edilen karakteristik X-ışınlarıyla tamamen aynı dalga boylarında X-ışını emisyonu (floresans) ortaya çıkmaktadır. Absorbsiyon elektronun tamamen uzaklaştırılmasını yani iyonlaşmayı gerektirirken, emisyon elektronun atom içinde daha yüksek bir enerji seviyesinden daha düşük seviyelere geçişi sonucu oluşmaktadır. Bir X-ışını tüpünde numuneyi hedef alanına yerleştirerek X-ışınları emisyon spektrumunu (Fig. 4) elde etmek ancak yazılım programlarıyla mümkündür<sup>16</sup>.

Her bir element için ayrı enerji pikleri bulunmaktadır. Numune üzerine düşürülen X-ışınları sayesinde, numunenin içerisinde var olan elementlerin yörüngelerine X-ışını çarparak temel enerji seviyesine dönmesi sağlanır. Böylece cihaz numunenin içerisinde var olan tüm element yansımalarını tespit ederek Fig. 4'teki gibi bir spektrum grafiği oluşturur. Uzman bir kişi bu diyagramın piklerini literatürde var olan element pikleriyle kıyaslayarak hangi elemente

<sup>16</sup> Skoog vd. 1998.



ait olduğunu saptar ve numunenin içerisindeki elementlerin yüzdelik dilimlerini yine spektrum grafiğinden çıkarabilir<sup>17</sup>.



**Fig. 4.** Temsili XRF spektrumu

## 2.2. XRD (X-ışınları Difraktometresi) Yöntemi

X-ışınlarıyla ilgili çalışmalar devam ettikçe, elektromanyetik ışının özellikleri kullanılarak birçok analiz yöntemi geliştirilmiştir. Bunlardan biri de, karakterizasyon çalışmalarında kullanılan X-ışınları difraktometresi (XRD)'dir. Bu yöntemde XRD cihazı yine X-ışınları prensibiyle çalışmaktadır. Spektroskopik yöntemlerden olan XRF ve XRD'nin temel prensibi X-ışınları (Bragg yasası) kırınımıdır. Yapay X-ışını üreten tüpe sahip cihaz elektromanyetik dalga ile aynı dalga boyuna sahip olacak şekilde saçılım gösterir. X-ışınının doğru bir açıyla kırılması ve saçılması için pürüzsüz bir yüzeye sahip olması gereken numuneye X-ışını gönderilir. Numuneye çarpan X-ışını, farklı açı ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) ve şiddetlerde yansır. Böylelikle X-ışınları, analiz edilen maddenin içeriğinde gözlenen mineralojik ve elementel bileşimi tespit eder<sup>18</sup>.

Seramik numunesinin hazırlanma aşamasında, öğütülerek toz haline getirilen örnekler XRD cihazının numune odacığına yerleştirildikten sonra  $\text{CuK}\alpha$  ışını kullanılarak difraktogramlar alınmaktadır. Numunelerin mineral tanımlamaları ve bileşenlerinin miktarı

<sup>17</sup> Tang vd. 2001, 1015-1024.

<sup>18</sup> Ayrıntılı bilgi için bkz. James-Bragg 1948.

XRD analizi ile belirlenerek sonuçlar yorumlanmaktadır<sup>19</sup>. XRD ile yapılan analizler sonucu ortaya çıkan sonuçlar, arkeologlar tarafından da ayrıca yorumlanarak seramiğin genel özellikleri ile tarihsel süreci konusunda çıkarımlar yapılabilmektedir. XRD, tüm kayaç difraktometrik okuma ve taramanın yanında killerin mineralojik tanımlanmasında da başvurulan yöntemlerden birisidir. Kil, çeşitli doğa olayları (rüzgâr, sel vb.) sonucu belirli yerlerde oluşumunu tamamlayan çok çeşitli madde bileşenlerine sahip bir ham maddedir. Günümüzde plastik ne ise, antik çağda da kil aslında aynı ifadeyi çağrıştırmaktadır<sup>20</sup>.

XRD yönteminde, analize başlamadan önce seramik numunelerinin diğer minerallerden ve bağlayıcı malzemelerden santrifüj ve diğer yöntemler kullanılarak ayrıştırılması gerekir. Bu ayrıştırma işlemi için adımlar şöyle sıralanabilir; kimyasal çözme, yıkama ve sifonlama. Daha sonra ayrıştırılmış saf kil, XRD analizine alınarak X-ışınları ve elektron difraksiyon yöntemleriyle analiz edilir. XRD analizinin üç farklı çekimi vardır. Bunlar, normal (N) difraktogramı, etilen glikol desikatör (E), fırınlı çekim difraktogramı (F)'dir. Normal çekim 2-30°C aralığında pişmiş örnek üzerinde yapılmaktadır. Şişen killeri ayırmak için ise etilen glikol desikatör çekimi uygulanmaktadır. Ancak çekim yapılmadan önce örnek fırında 12 saat bekletilmelidir. Son çekim türü olan kaolin (kil türü) ise 490°C örnek 4 saat bekledikten sonra fırınlı çekim difraktogramı yöntemi kullanılarak analiz edilir. Her bir çekimin spektrumu farklı renk ile gösterilir ve bu spektrumlar bilgisayar programı kullanılarak karşılaştırılmaktadır<sup>21</sup> (Fig. 5).

---

<sup>19</sup> Işık 2018, 720. Ayrıca XRD ile atomların boyutlarını, minerallerin kat çözeltilerindeki kimyasal kompozisyonu ve faz dönüşümleri de incelenebilmektedir.

<sup>20</sup> Topaloğlu Uzunel 2015.

<sup>21</sup> Çelik Karakaya 2006, 556-597.

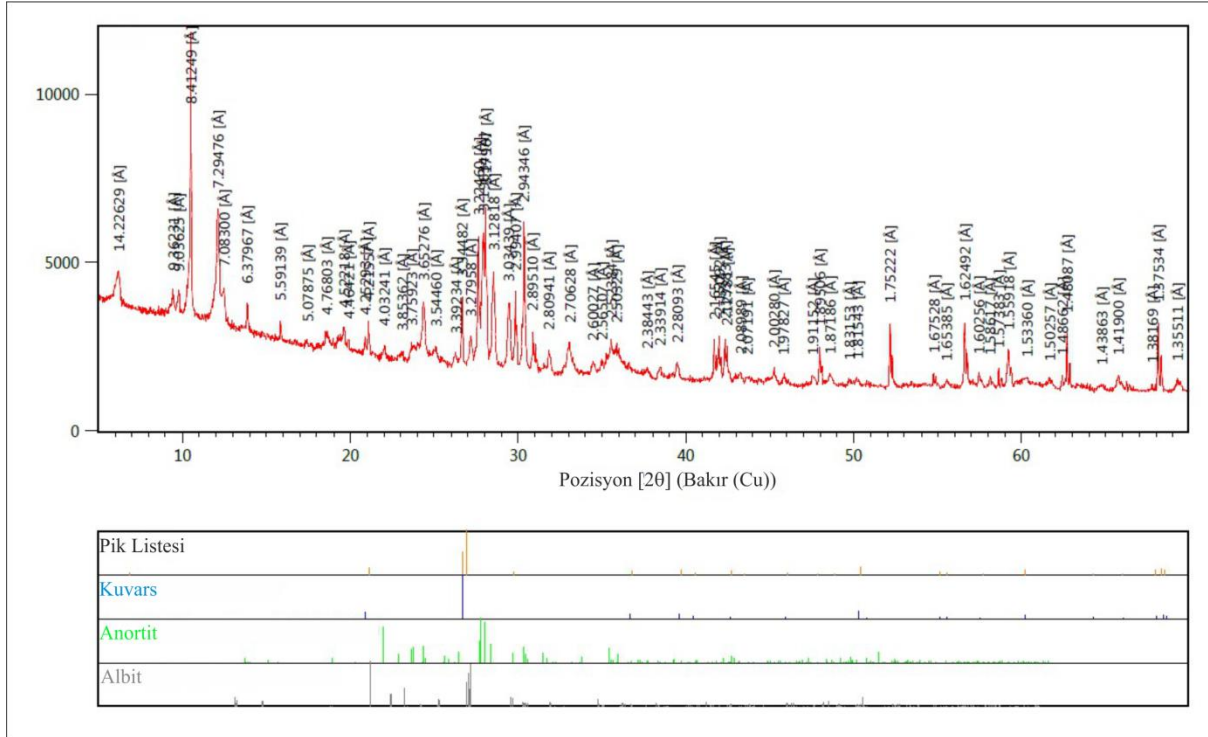


Fig. 5. Temsili XRD spektrumu

XRD grafiklerinin okunması ve yorumlanması ile ilgili olarak başlangıçta killerin 2-30 $\theta$  aralığında pik verdiklerinin bilinmesi gerekir. Ortaya çıkan her bir farklı renk spektrumu detaylıca incelenerek, literatürdeki bilinen mineral pikleri ile kıyaslanmaktadır. Bu sayede örneğin içindeki mineraller öğrenilmektedir (Fig. 6).

Mineraller	Normal difraktogram	Etilen glikol desikatör	Fırınıl çekim
Kaolinit	7	7	Yıkılma
İllit	10	10	10
Klorit	14	14	14
Vermikülit	14	14	10
Simektit	15	17	10
Simektit-Na	12	17	10
Sepiyolit	12,3	12,3	10
Atapulijit	10,5	10,5	10
Simektit-Klorit	14	16	12
Simektit-Vermikülit	14	16	10
İllit-Simektit	12	14	10

Klorit-Vermikülit	14	14	12
-------------------	----	----	----

**Fig. 6.** XRD analizi kil minerallerinin verdiği 2 $\Theta$  (two-theta) değerleri<sup>22</sup>

### 2.3. İstatistiksel Yorumlama ve Değerlendirme

Farklı X-ışınları spektroskopisi yöntemleriyle elde edilen verileri işlemek ve özetlemek, seramiği oluşturan elementlerin ve minerallerin arasındaki ilişkiyi incelemek, tahminler ve öngörüler yapabilmek amacıyla istatistiksel yöntemlere başvurulmaktadır. Merkezi eğilim ölçüleri, değişkenlik ölçüleri ve dağılım şekil ölçüleri kullanılarak tüm veri setinin betimsel istatistiği ortaya çıkarılır. Bu tanımlayıcı istatistiksel değerler (yer ölçüleri/merkezi eğilim ölçüleri, değişkenlik ölçüleri, dağılım şekil ölçüleri) arkeometri alanında yorumlamalar yapılabilmesini sağlar. Verilerin standart sapmaları, varyansları, değişim katsayıları, mod, medyan, kartiller gibi tanımlayıcı değerler veri setindeki aşırı ve uç değerlerin (farklılaşmaların) ayrılaşmasının bulunduğu örnekleri ortaya çıkarmaktadır. İstatistiksel yollarla ulaşılabilecek ve yorumlanabilecek bir diğer yöntem ise parametrik testlerdir<sup>23</sup>. Spektroskopik yöntemler yardımıyla ulaşılan ve elementel dağılımı gösteren veri seti normallik varsayımını sağlıyor ise (merkezi limit teoremine göre lineer doğru üzerine düşmüş olan veriler) parametrik testler; sağlamıyor ise (merkezi limit teoremine göre lineer doğru üzerine düşmemiş olan veriler) parametrik olmayan test alternatifleri kullanılmaktadır.

Parametrik testlerin arkeometride başlıca kullanılma amacı, arkeolojik kazıda ortaya çıkarılan seramiklerin elementel veya mineralojik içeriklerinin analiz sonuçlarını birbirleri içerisinde kıyaslayarak bu seramiklerin ortak ve farklı yönlerini ortaya çıkarmaktır. Diğer bir kullanım amacı ise farklı kültür ve çevreye ait seramikleri çalışılan seramiklerin içerikleriyle kıyaslayabilmektir. Bu değerlendirme sonucu farklı lokasyonlara ait arkeolojik kalıntıların birbirleriyle olan benzerlikleri ve farklılıklarını ortaya çıkarılabilmektedir. Ayrıca kültürel, sosyal ve ticari ilişkilerin değerlendirmesi de bu testlerden çıkan sonuçlarla mümkün olabilmektedir.

### 3. Değerlendirme ve Sonuçlar

Arkeolojik alanlarda en sık rastlanılan buluntu olan seramikleri değerlendirmek için üzerlerinde uygulanan farklı tip ve türde spektroskopik yöntemler bulunmaktadır. Bu çalışmada

<sup>22</sup> Brindley-Brown 1980.

<sup>23</sup> Ayrıntılı bilgi için bkz. Tarınc vd. 2019a; Tarınc vd. 2019b; Yalçın vd. 2019.

spektroskopik yöntemlerden olan XRF ve XRD tekniklerine değinilmiştir.<sup>24</sup> Bunların seramik numuneler üzerine nasıl uygulandığı, ardından çıkan sonuçların ne gibi bir verisinin olacağı üzerinde durularak okuyucuya aktarılmaya çalışılmıştır. XRF ve XRD yöntemleriyle seramik buluntunun yapılmış olabileceği kilin türü ve içeriğindeki elementel doku analiz sonuçlarıyla okunabilmektedir. Bu analiz verileri çalışılan seramiğin yerel mi yoksa ithal mi olduğu sorularına cevap aranmasını kolaylaştırarak, daha net ve kesin yorum yapılmasına olanak sağlamaktadır. Spektroskopik yöntemler aslında birbirlerinin tamamlayıcısıdır. XRF ve XRD analizleri yapılmadan önce seramik numunelerinin karakteristik özellikleri de dikkate alınıp belki öncesinde farklı bir spektroskopik yöntemler (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi-FTIR<sup>25</sup>) uygulanabilir. Ayrıca metodolojiye yardımcı olabilecek istatistiksel yöntemler (parametrik testler), seramiklerin mineralojik ve kimyasal yapılarındaki değişimlerin okunmasına yardımcı olmaktadır. Bu parametrik testlerle arkeolojik kazı alanlarından çıkarılan seramiklerin hem kendi içlerinde hem de başka bir arkeolojik kazı alanından çıkarılan seramiklerle kıyaslanarak ortak ve farklı özellikleri tespit edilebilmektedir.

XRF ve XRD teknikleriyle yapılan kil analizleri sonucu çalışılan seramik formlarının içerisinde kaç tip kil grubu olduğu ortaya çıkarılabilmektedir<sup>26</sup>. Ortaya çıkarılan bu kil tipleri farklı bölgelerdeki kil gruplarıyla yapılacak kıyaslamalarda oldukça önemlidir. Bu karşılaştırma sonucunda biz seramiklerin ithal mi yoksa yerel mi olabileceği hakkında daha net yorumlar yapabilmekteyiz.

Arkeometri bilimi, araştırmacılar için çok disiplinli bir çalışma olanağı sunmaktadır. Tarihsel süreç içerisinde farklı toplumların kültürel, ticari ve ekonomik dinamiklerinin araştırılmasında mevcut olan sorulara daha net ve kesin cevaplar arkeometri bilimiyle sağlanabilir.

---

<sup>24</sup> XRF ve XRD yöntemleri arkeometri çalışmalarına sağladıkları bilimsel katkılar sebebiyle, günden güne araştırmacılar tarafından rağbet gören bir metodoloji haline dönüşmüştür.

<sup>25</sup> Ayrıntılı bilgi için bkz. Bayazit vd. 2016.

<sup>26</sup> Killerin sınıflandırılması ve kullanım alanlarının belirlenmesi için bkz. Malayoğlu-Akar 1995.

## KAYNAKÇA

Aoyama vd. 2018

H. Aoyama- K. Yamagiwa- S. Fujimot- J. Izumi- R. Ishikawa- S. Kameshima- T. Arakaki, “A new nondestructive approach to chemical analysis of potsherds using an X-ray fluorescence microscope: Case study about the past pottery manufacture in the Yaeyama Islands”, X-Ray Spectrometry 47, No. 4, 2018, 265-272.

Appoloni vd. 2001

C. R. Appoloni- F. R. Espinoza Quinones- P. H. A. Aragao- A. O. dos Santos- L. M. da Silva- P. F. Barbieri- V. F. do Nascimento Filho- M. M. Coimbra, “EDXRF study of Tupi-Guarani archaeological ceramics”, Radiation Physics Chemistry, No. 61, 2001, 711-712

Aquilia vd. 2012

E. Aquilia- G. Barone- P. Mazzoleni- C. Ingoglia, “Petrographic and chemical characterisation of fine ware from three Archaic and Hellenistic kilns in Gela, Sicily”, Journal of cultural heritage 13, No. 4, 2012, 442-447.

Bayazit vd. 2016

M. Bayazit- A. A. Akyol- H. Ö. Ersan Eruş- G. Taşkıran, “Seramik Arkeometrisinde Spektroskopik Yöntemler (FTIR, Raman)”, 10. Uluslararası Eskişehir Pişmiş Toprak Sempozyumu 17 Eylül-02 Ekim 2016, Bildiriler, 2016, 658-669.

Brindley-Brown 1980

G. W. Brindley- G. Brown, “Quantitative X-ray mineral analysis of clays”, Crystal Structures of Clay Minerals and Their X-ray Identification, No. 5, 1980, 411-438.

Cowgill 2015

G. L. Cowgill, “Some things I hope you will find useful even if statistics isn't your thing”, Annual Review of Anthropology, No.44, 2015, 1-14.

Çelik Karakaya 2006

M. Çelik Karakaya, Kil Minerallerinin Özellikleri ve Tanımlama Yöntemleri, Ankara 2006.

Ender 2006

B. Ender, Erzincan (Büyükardıç) ve Erzurum (Güllüdere, Tasmacor, Tetikom ve Mağaratepe) Kazılarında Ele Geçen Demir Çağına Ait Seramiklerin XRF Tekniği İle İncelenmesi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi), Ankara 2006

Ergün 2006

N. Ergün, Adana-Yüceören, Urfa-Teleilat ve Sivas-Ziyaretsuyu Kazılarında Ele Geçen Helenistik Döneme Ait Arkeolojik Buluntuların XRF Tekniği İle Değerlendirilmesi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi), Ankara 2006.

Er 2011

M. B. Er, Mineralogy and Production Technology of Değirmentepe (Malatya) Pottery, Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Arkeometri Anabilim Dalı, (Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi), Ankara 2011.

Esin 1985

U. Esin, "Arkeolojide Kullanılan Arkeometrik Araştırmalara Genel Bir Bakış", ArkST I, Ankara 1985, 1-6.

Gürçal 2015

E. Gürçal, X-Işınları Floresans Tekniği İle Raman Spektroskopisi'nin Arkeolojide Kullanımı ve Gökçeada Uğurlu-Zeytinlik Yerleşmesindeki Malzemeler Üzerine Uygulamaları, Trakya Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Arkeoloji Anabilim Dalı, (Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi), Edirne 2015.

James-Bragg 1948

R. W. James, Bragg- S. W. L. Bragg, The Optical Principles of the Diffraction of X-rays, London 1948.

Kunç 1985

Ş. Kunç, “Arkeolojik Eserlerde İz Element Analiz Yöntemleri”, ArkST I, 1985, 47-54.

Malayoğlu-Akar 1995

U. Malayoğlu- A. Akar, “Killerin Sınıflandırmasında ve Kullanım Alanlarının Saptanmasında Aranılan Kriterlerin İrdelenmesi”, Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir 1995.

Topaloğlu Uzunel 2015

A. Topaloğlu Uzunel, “Kilin Arkeolojideki Yeri”, 16. Kil Sempozyumu Çanakkale 18 Mart Üniversitesi, Çanakkale 2-5 Eylül 2015.

Ichikawa vd. 2019

S. Ichikawa- T. Matsumoto- T. Nakamura- T. Kurisaki, “Provenance determination of prehistorical pottery from Oshima Island belonging to Izu islands (Tokyo, Japan) using X-ray fluorescence spectrometry”, X-Ray Spectrometry 48 (2), 2019, 107-125.

Işık 2018

İ. Işık, “Karakterizasyon ve Tarihlendirme Çalışmalarının Arkeometrik Yöntemlerle İncelenmesi”, Cedrus VI, 2018, 713-736.

Ionescu vd. 2007

C. Ionescu- L. Ghergari- M. Horga- G. Radulescu, “Early Medieval ceramics from the Viile Tecii archaeological site (Romania): an optical and XRD study”, Geologia 52 (2), 2007, 29-35.

Palanivel-Rajesh Kumar 2011

R. Palanivel- U. Rajesh Kumar, “The mineralogical and fabric analysis of ancient pottery artifacts”, Ceramica 57, 2011, 56-62.

Papachristodoulou vd. 2006



C. Papachristodoulou- A. Oikonomou- K. Ioannides- K. Gravani, “A study of ancient pottery by means of X-ray fluorescence spectroscopy, multivariate statistics and mineralogical analysis. *Analytica Chimica Acta*, 573-574, 2006, 347-353.

Peisach vd. 1991

M. Peisach- C. A. Pineda- L. Jacobson- J. H. N. Loubser, “Analytical Study of Pottery from Soutpansberg”, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, No. 151/1, 1991, 229-237.

Pillay vd. 2000

A.E. Pillay- C. Punyadeera- L. Jacobson- J. Eriksen, “Analysis of Ancient Pottery and Ceramic Objects Using X-Ray Fluorescence Spectrometry”, *X-Ray Spectrom*, No. 29, 2000, 53-62.

Ramli vd. 2011

Z. Ramli-Nik H. S. Nik A. Rahman- A. Jusoh- Y. Sauman, “X-Ray Diffraction and X-Ray Fluorescent Analyses of Prehistoric Pottery Shards from Ulu Kelantan”, *American Journal of Applied Sciences*, No. 8/12, 2011, 1337-1342.

Rasmussen vd. 2012

K. L. Rasmussen- G. A. De La Fuente- A. D. Bond- K. K. Mathiesen- S.D. Vera, “Pottery firing temperatures: A new method for determining the firing temperature of ceramics and burnt clay”, *Journal of Archaeological Science*, No. 39/6, 2012, 1705-1716.

Skoog vd. 1998

D. A. Skoog- F. J. Holler- T. A. Nieman, *Principles of instrumental analysis*. 5th. Thomson Learning, USA 1998, 849.

Tang vd. 2001

C. C. Tang- E. J. MacLean- M. A. Roberts- D. T. Clarke- E. Pantos- A. J. N. W. Prag, “The study of Attic Black Gloss Sherds using Synchrotron X-ray Diffraction”, *Journal of Archaeological Science*, 28 (10), 2001, 1015-1024.

Tarınç vd. 2019a

O. K. Tarınç- Ö. Özer- F. Yalçın- M. G. Yalçın, “Akçay Köyü (Elmalı, Antalya) Bölgesi Mermerlerinin Kimyasal Özellikleri Kullanılarak İstatistiksel Değerlendirmesi”, International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, TÜRKİYE, 2-4 Mayıs 2019, 1333-1338.

Tarınç vd. 2019b

O. K. Tarinc- Ö. Özer- B. Aydın- M. G. Yalcin, “Comparison of Physico-Mechanical Properties of Clova and Lyca Marbles in Akcay (Antalya) Region by Using Independent-Samples T-test”, Proceedings Book of The 2nd Mediterranean International Conference of Pure & Applied Mathematics and Related Areas (MICOPAM), 2019, 28-31.

Velraj vd. 2010

G. Velraj- R. Sudha- R. Hemamalini, “X-ray diffraction and TG-DTA studies of archaeological artifacts recently excavated in Salamankuppam Tamilnadu”, Recent Research in Science and Technology, No. 2/10, 2010, 89-93.

Yalçın 2012

Ü. Yalçın, “Neden Arkeometri?”, Türkiye’de Arkeometrinin Ulu Çınarları Prof. Dr. Ay Melek Özer ve Prof. Dr. Şahinde Demirci’ye Armağan, (Eds. A.A. Akyol, K. Özdemir), İstanbul 2012, 39-42.

Yalçın vd. 2019

F. Yalçın- Y. Ülkütanir- Ö. Özer, “İstatistiksel Analizlerde Bazı Parametrik Testler için Ampirik bir Uygulama: Akademik Başarı Değerlendirmesi”, International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, TÜRKİYE, 2-4 Mayıs 2019, 1446-1512.