



Institut für Ur- und Frühgeschichte
und Archäologie des Mittelalters

CEZ Archäometrie gGmbH · C5, Zeughaus · 68159 Mannheim

Archibald-William-Milburn Stiftung
Lindenstrasse 20

71297 Mönshheim

An-Institut der Universität Tübingen

Institutsdirektor/Scientific Director
Prof. Dr. Ernst Pernicka

kfm. Geschäftsführer/ CFO
Sven Wiegand

Postadresse/Postal Address
C5 Zeughaus • 68159 Mannheim

Besucheradresse/House Address
D6, 3 • 68159 Mannheim

ernst.pernicka@cez-archaeometrie.de
sven.wiegand@cez-archaeometrie.de

Telefon 0621/293 8947 und 8948
Telefax 0621/293 8956

29.07.2011

Untersuchungsbericht 11-041

Auftraggeber: Herr Milburn
Auftragserfassung: 01.12.2010
Auftragsnummer: 100293
Betrifft: Lumineszenzdatierung von Keramiken
Datum des Berichts: 29.07.2011
Bearbeiter: Susanne Lindauer, Prof. Dr. Ernst Pernicka
Seitenzahl: 8
Unterschrift:

Prof. Dr. Ernst Pernicka

1. Einleitung

Das Curt Engelhorn Zentrum Archäometrie gGmbH erhielt von Herrn Milburn den Auftrag zur Lumineszenzdatierung von 32 Keramiken aus der Demokratischen Arabischen Republik Sahara DARS/Frente Polisario (Westsahara), von denen die 10 größten zur Datierung ausgewählt wurden. Umgebendes Dosismaterial wurde nicht mitgeliefert. Im folgenden Bericht wird ausschließlich auf die 10 datierten Keramikfragmente Bezug genommen.

Labornummer	Originalbez.	Untersuchungsmethoden
MA-104255	NTL 6; Sil-E439	OSL, NAA
MA-104256	NTL 10; Sil-E440	OSL, NAA
MA-104257	NTL 15; Sil-E441	OSL, NAA
MA-104258	NTL 19; Sil-E442	OSL, NAA
MA-104259	NTL 20; Sil-E443	OSL, NAA
MA-104260	NTL 21; Sil-E444	OSL, NAA
MA-104261	NTL 24; Sil-E445	OSL, NAA
MA-104262	NTL 26; Sil-E446	OSL, NAA
MA-104263	NTL 27; Sil-E447	OSL, NAA
MA-104264	NTL 28; Sil-E448	OSL, NAA

Tabelle 1: Zusammenstellung der verwendeten Proben und durchgeführten Untersuchungen.

Folgende Keramiken wurden mittels Lumineszenz untersucht:



Abbildung 1-4: Probe MA-104255 Vorder- und Rückseite, MA-104256 Vorder- und Rückseite.



Abbildung 5-8: Probe MA-104257 Vorder- und Rückseite, MA-104258 Vorder- und Rückseite.



Abbildung 9-12: Probe MA-104259 Vorder- und Rückseite, MA-104260 Vorder- und Rückseite.



Abbildung 13-16: Probe MA-104261 Vorder- und Rückseite, MA-104262 Vorder- und Rückseite.



Abbildung 17-20: Probe MA-104263 Vorder- und Rückseite, MA-104264 Vorder- und Rückseite.

2. Materialien und Methoden

Die Proben wurde im Dunkellabor ausgepackt und das belichtete Material von der Oberfläche der Fragmente entfernt. Das belichtete Material wurde zur Bestimmung der Dosisleistung (in Gray pro Jahr) verwendet. Dies ist notwendig, um die mit der Lumineszenz gemessene natürliche Dosis der Probe in einen zeitlichen Kontext zu bringen. Sie wird errechnet aus den Elementen, die mittels Neutronenaktivierungsanalyse (NAA) bestimmt werden. Von der Probe wurde zunächst der Wassergehalt zum Zeitpunkt der Einsendung bestimmt. Zur Abschätzung des maximalen Wassergehalts wurde der Sättigungsgehalt der Proben bestimmt. Der Wassergehalt beeinflusst die Strahlung in der Probe, da die Wassermoleküle radioaktive Strahlung abschwächen und dadurch weniger Strahlung im Mineral ankommt.

Das Material wurde anschließend in verschiedene Korngrößen durch Sieben getrennt und von eventuell vorhandenen Resten organischer Substanzen, sowie Kalk befreit. Für die Datierung mittels Lumineszenz mit Infrarotlicht (IRSL) wurde eine polymineralische Feinkornfraktion von 4-11 μm verwendet. Dabei wird ausgenutzt, dass die natürliche Radioaktivität aus der Probe selbst und der Umgebung in den Mineralkörnern Strahlenschäden induziert, die über den Lagerungszeitraum akkumuliert werden. Die Nullstellung des Signals erfolgt durch Erhitzen (thermisch) oder durch Belichtung (optisch), wodurch der Zeitpunkt der letzten Erhitzung oder Belichtung ermittelt werden kann. Zur Messung wurden die Proben auf mehrere Stahlscheibchen aufgebracht und nach Murray & Wintle (2000) so gemessen, daß für jede Teilprobe ein Alter erhalten wird.

3. Ergebnisse

Die Konzentrationen der für die Dosisleistungsbestimmung maßgeblichen Elemente Uran, Thorium und Kalium sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Lab-ID	Org-ID	U [$\mu\text{g/g}$]	Th [$\mu\text{g/g}$]	K [%]	Δ [%]	a-Wert]	D_e [Gy]
MA-104255	NTL 6; Sil-E439	8,7 \pm 0,4	27,4 \pm 0,6	3,2 \pm 0,1	0,3	0,14	15,9
MA-104256	NTL 10; Sil-E440	8,2 \pm 0,4	26,3 \pm 0,5	3,1 \pm 0,1	0,7	0,27	18,2
MA-104257	NTL 15; Sil-E441	9,4 \pm 0,5	33,0 \pm 0,7	3,2 \pm 0,1	0,4	0,13	18,1
MA-104258	NTL 19; Sil-E442	7,7 \pm 0,4	23,7 \pm 0,5	3,0 \pm 0,1	0,7	0,17	17,4
MA-104259	NTL 20; Sil-E443	7,6 \pm 0,4	23,5 \pm 0,5	3,2 \pm 0,1	0,9	0,23	24,0
MA-104260	NTL 21; Sil-E444	8,7 \pm 0,4	34,2 \pm 0,7	3,1 \pm 0,1	0,3	0,13	20,2
MA-104261	NTL 24; Sil-E445	9,1 \pm 0,4	28,5 \pm 0,6	3,1 \pm 0,1	0,6	0,19	19,6
MA-104262	NTL 26; Sil-E446	9,3 \pm 0,5	25,8 \pm 0,5	3,1 \pm 0,1	0,6	0,16	16,9
MA-104263	NTL 27; Sil-E447	7,1 \pm 0,4	25,5 \pm 0,5	2,9 \pm 0,1	1,0	0,15	18,3
MA-104264	NTL 28; Sil-E448	6,5 \pm 0,3	22,0 \pm 0,4	2,4 \pm 0,1	0,8	0,14	17,2

Tabelle 2: Konzentration der Elemente Uran, Thorium und Kalium in der Probe (NAA). Angaben für Uran und Thorium in $\mu\text{g/g}$, Kalium in Masseprozent, die Feuchte Δ der Probe in %, a-Wert (Dosis beta/Dosis alpha), sowie die natürliche Dosis D_e der Probe in Gy.

Da unklar ist, ob die Probe während des gesamten Zeitraums die gemessene Feuchte hatte, wurde eine relativ große Streubreite für die Feuchtebestimmung angenommen. Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass kein externes Material zur Bestimmung der Dosisleistung zur Verfügung stand. Der Auftraggeber beschrieb das Umgebungsmaterial als sandig mit wenig Granitgrus. Daher wurde für die externe Dosisleistung der Mittelwert von Datierungsergebnissen in einem ähnlichen Gebiet des Anti-Atlas verwendet (Thorp 2002).

Für eine möglichst präzise Datierung wäre es weiterhin vorteilhaft zu klären, ob radioaktives Gleichgewicht vorherrscht. Dies ist mit NAA nicht möglich, so dass für die Datierung sekuläres Gleichgewicht angenommen wurde.

Stellvertretend für alle Proben werden an dieser Stelle die Graphen einer einzigen Probe dargestellt.

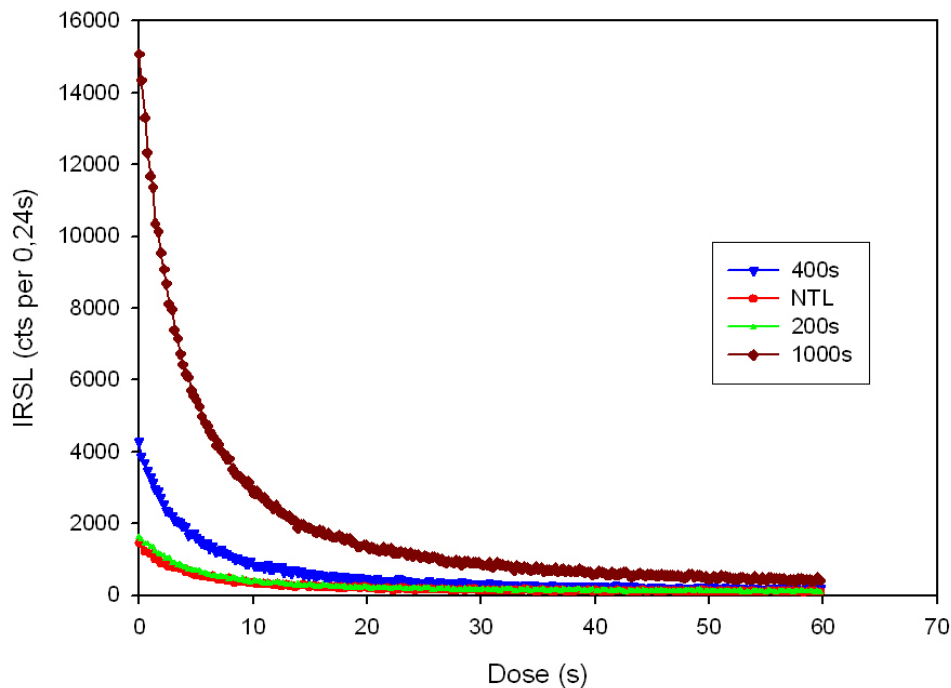


Abbildung 21: Typische IRSL-Shine-Down Kurven der Probe MA-104260 (NTL 21). Gezeigt ist das natürliche Signal sowie die durch künstliche Bestrahlung gewonnenen erhöhten Signale. Zur Auswertung benutzt wurden die ersten Sekunden, als Untergrund wurden die letzten 10-20 Sekunden abgezogen.

Zur Auswertung des IRSL-Signals wurden die ersten drei Sekunden verwendet, zur Bestimmung des Untergrunds die letzten 10 bis 20 Sekunden abgezogen, da sich hier das Signal nicht mehr ändert. Auf die Probe wurden nach Messung des natürlichen Signals mit einer Betaquelle verschiedene Strahlungsdosen aufgebracht, um eine Signalwachstumskurve in Abhängigkeit der Dosis aufbauen zu können, deren Verlauf meist nur exponentiell gefittet werden kann. Bei den Proben wurde ebenfalls der a -Wert bestimmt, der beschreibt, wie unterschiedlich sich Alpha- und Betabestrahlung auf die Probe auswirken und wie empfindlich die jeweilige Probe auf die entsprechende Bestrahlung reagiert. Dabei wird genauso wie für die Betabestrahlung das natürliche Signal gemessen und anschließend mit sukzessiven Alphabestrahlungen ein künstliches Signal erzeugt, aus dem sich dann die Alphadosis errechnen lässt. Das unterschiedliche Verhalten der Proben spricht dafür, dass sie nicht aus identischem Rohmaterial gefertigt wurden oder bei verschiedenen Brennprozessen hergestellt wurden.

MA-104260

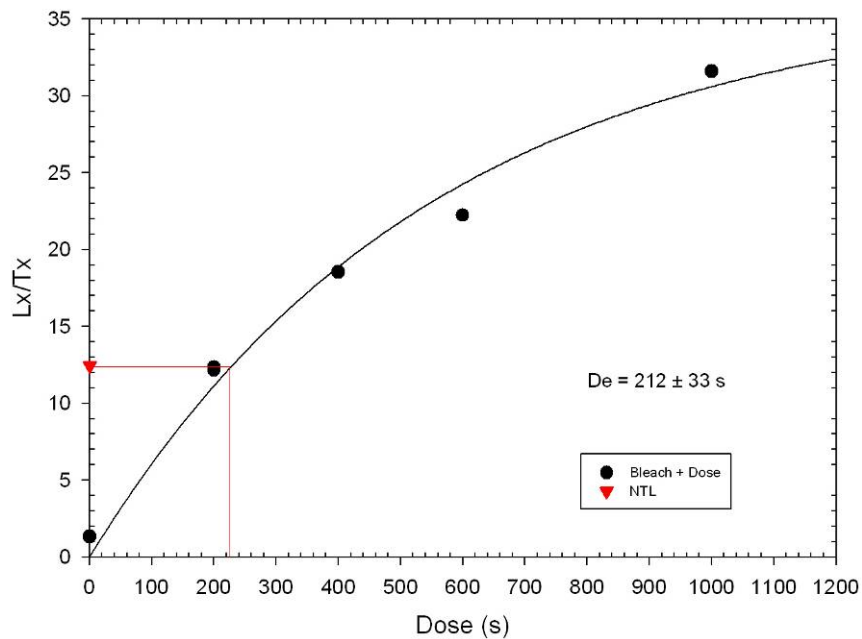


Abbildung 22: Wachstumskurve der Probe MA-104260 (NTL 21) mittels IRSL SAR Messung. Aus der NTL Messung (Natürliches Signal) wird anhand der Kurve eine Paläodosierung bestimmt. Die Einheit der ED ist in Sekunden und nicht in Gy angegeben.

Zusätzlich wurden an den Proben Fadingtests durchgeführt. Dabei wird die zeitliche Stabilität des Signals getestet, indem man mehrere Teilproben bestrahlt und in verschiedenen Zeitabständen misst. Leider zeigten alle Probe *fading*, d.h. das Signal war über den beobachteten Zeitraum (einige Tage) nicht stabil. Somit sind die bestimmten Alter nur Mindestalter. Da die erste Probe das geringste *fading* zeigte, mag sie als Maßstab für die Altersabschätzung gelten.

4. Auswertung

Zusammenfassend wurden die in Tabelle 3 aufgelisteten Mindestalter bestimmt. Da die erste Probe (mit dem geringsten Fading) das Alter wohl am besten trifft, wurde auf eine langwierige Korrektur (d.b. neue Fadingmessungen, auch mit Alphabestrahlung) verzichtet. Der Fehler, der durch nicht vorhandenes externes Dosismaterial in die Dosisleistungsberechnung und die damit verbundene Feuchtebestimmung mit eingeht ist recht groß und lässt auch mit Korrekturen nur die Bestimmung eines Mindestalters zu.

Lab-ID	Org-ID	Alter
MA-104255	NTL 6; Sil-E439	2538 ± 410
MA-104256	NTL 10; Sil-E440	2006 ± 305
MA-104257	NTL 15; Sil-E441	2836 ± 574
MA-104258	NTL 19; Sil-E442	2509 ± 530
MA-104259	NTL 20; Sil-E443	2954 ± 617
MA-104260	NTL 21; Sil-E444	3169 ± 845
MA-104261	NTL 24; Sil-E445	2600 ± 537
MA-104262	NTL 26; Sil-E446	2450 ± 580
MA-104263	NTL 27; Sil-E447	2831 ± 665
MA-104264	NTL 28; Sil-E448	2764 ± 703

Tabelle 3: Ermittelte Mindestalter der untersuchten Keramikproben.

Literatur

Lang, A., Lindauer, S., Kuhn, R., Wagner, G.A., 1996: Procedures used for optically and infrared stimulated luminescence dating of sediments in Heidelberg. *Ancient TL* **14** (3), 7-12

Aitken, M., 1985: Thermoluminescence Dating. Academic Press, Oxford.

Murray, A.S.; Wintle, A.G., 2000: Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol, *Radiation Measurements* **32**, 57-73.

Thorp, M; Glanville, P.; Stokes, S.; Bailey, R., 2002: Preliminary optical and radiocarbon age determination for Upper Pleistocene alluvial sediments in the southern Anti Atlas Mountains, Morocco. *Geoscience* **334**, 903-908.