

DATAZIONE CON LUMINESCENZA: STATO DELL'ARTE E NUOVE PROSPETTIVE

La luminescenza stimolata termicamente e
otticamente (TL e OSL)

Strumentazione

Datazione

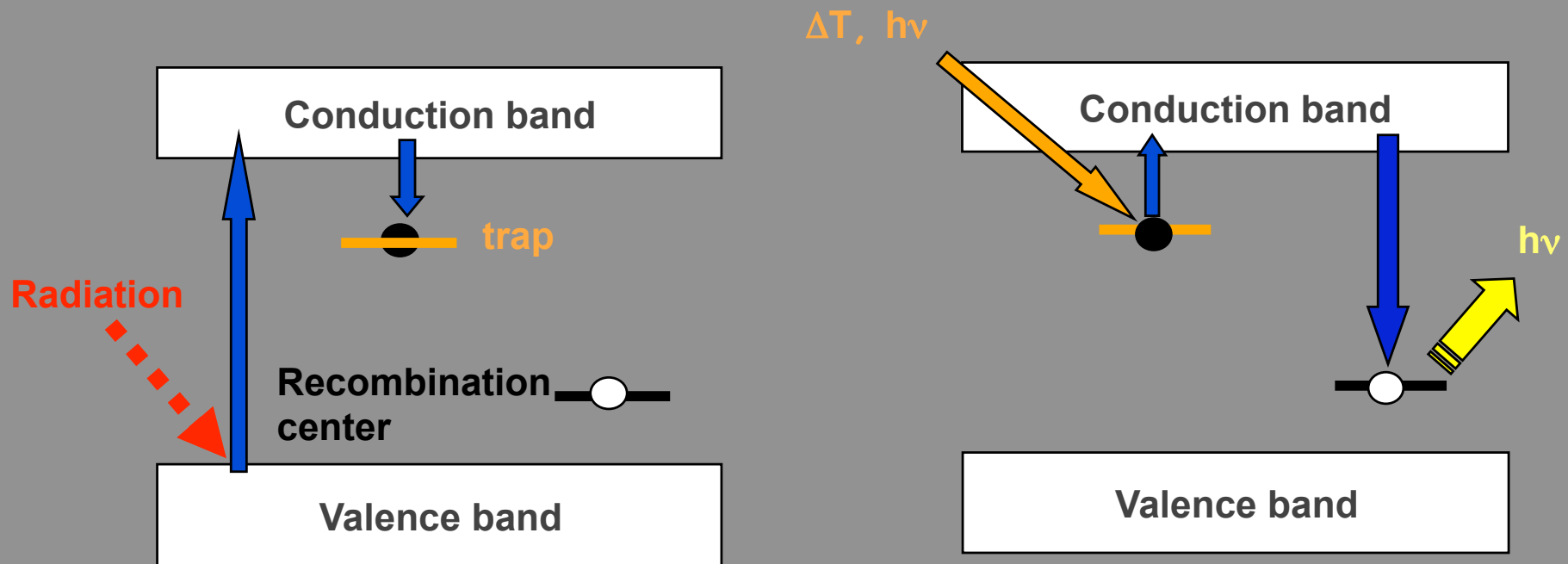
Campi di applicazione ed esempi

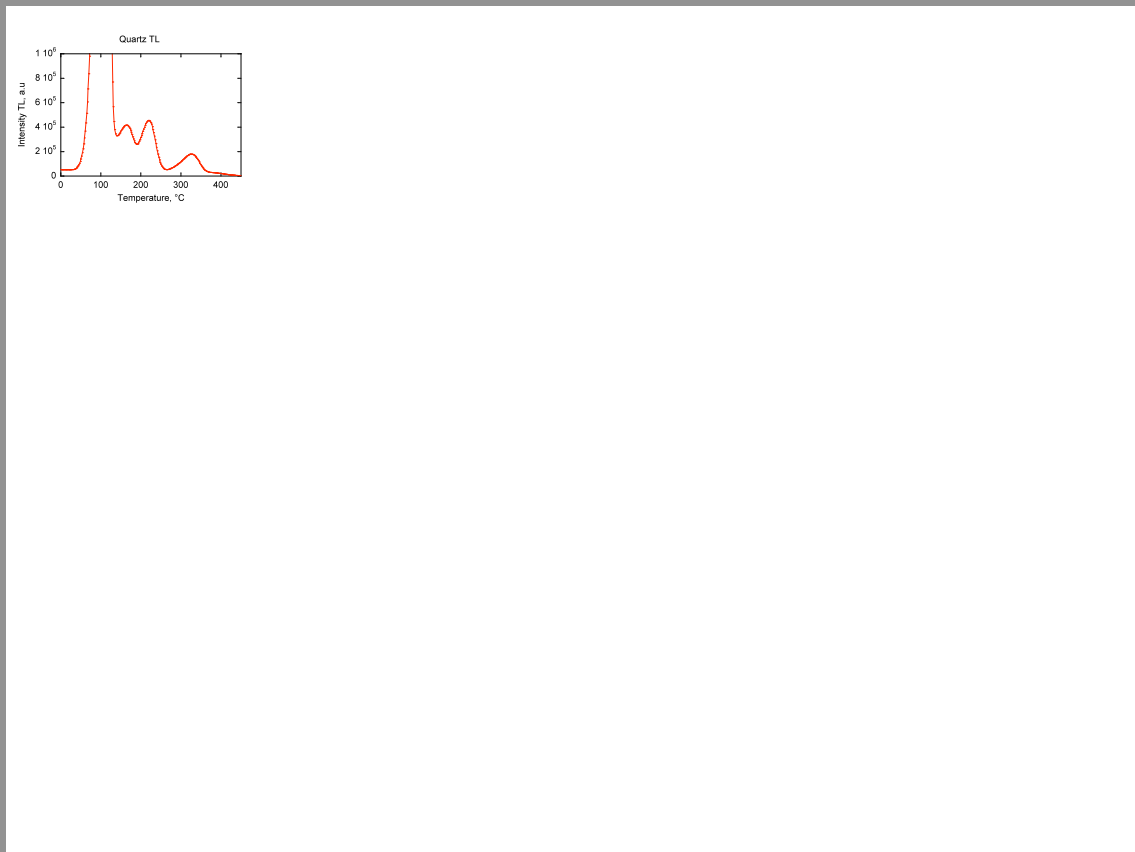
Emanuela Sibilìa
CUDaM - Laboratorio di Luminescenza
Dipartimento di Scienza dei Materiali
Università di Milano Bicocca
Via R. Cozzi 53, 20125 Milano
emanuela.sibilìa@unimib.it



IL FENOMENO FISICO

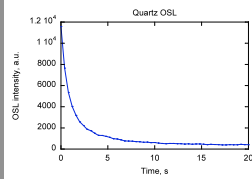
TL e OSL sono un tipo particolare di fosforescenza osservata in isolanti e semiconduttori, nei quali l'emissione luminosa successiva all'esposizione a radiazioni ionizzanti è ritardata per la presenza di livelli di trappola associati a difetti. Attraverso TL ed OSL è possibile misurare le cariche intrappolate usando come sorgente di stimolazione calore (TL) o luce di lunghezza d'onda e intensità opportune (OSL)





Riscaldando il materiale, si osserva un picco di emissione luminosa in corrispondenza di ogni livello di trappola presente nel materiale

GLOW CURVE

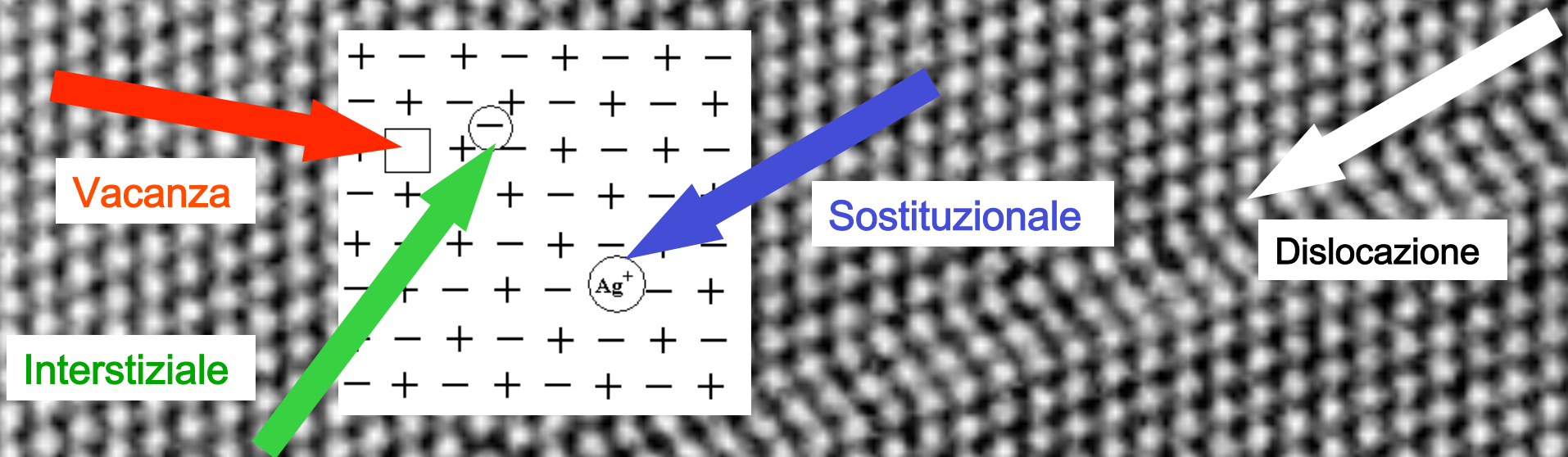


Illuminando il materiale, si osserva il decadimento del numero di fotoni emessi. La curva è di solito la sovrapposizione di più esponenziali

SHINE-DOWN CURVE

TRAPPOLE E CENTRI LUMINESCENTI

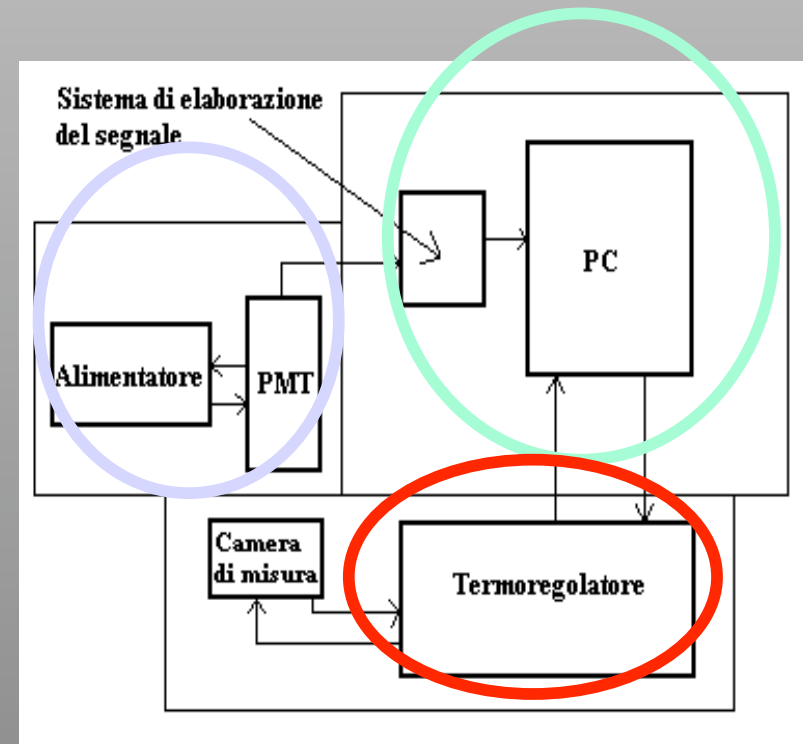
Un cristallo è un agglomerato di atomi o molecole uguali legati tra loro e disposti in modo regolare lungo le tre dimensioni spaziali. Ogni deviazione dalla struttura periodica perfetta costituisce un'imperfezione o difetto, che può comportarsi come centro di intrappolamento (trappola) o come centro di ricombinazione (centro luminescente).



Difetti semplici nella struttura di un cristallo ionico

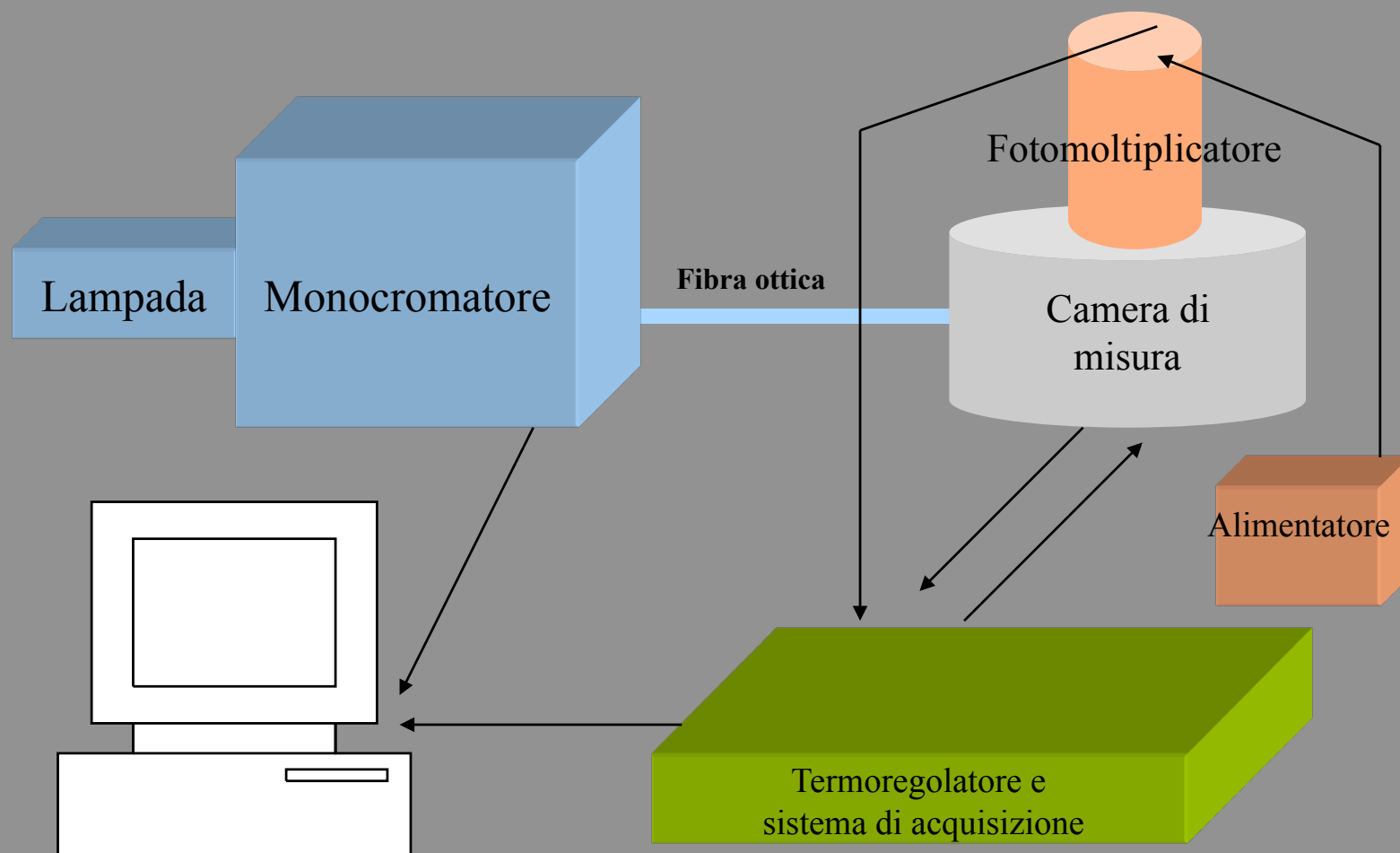


sistema di riscaldamento
sistema di rivelazione
sistema di elaborazione



STRUMENTAZIONE TL

STRUMENTAZIONE OSL



DOSIMETRIA

TL e OSL CONSENTONO DI MISURARE LA DOSE DI RADIAZIONE ASSORBITA

(energia assorbita a seguito dell'interazione con radiazioni ionizzanti, unità di misura SI: Gray $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg}$).

Dosimetria personale, dosimetria ambientale, da incidente o da fall-out

(Chernobil: misura della TL accumulata negli isolanti ceramici delle linee elettriche e nelle porcellane dei sanitari domestici)

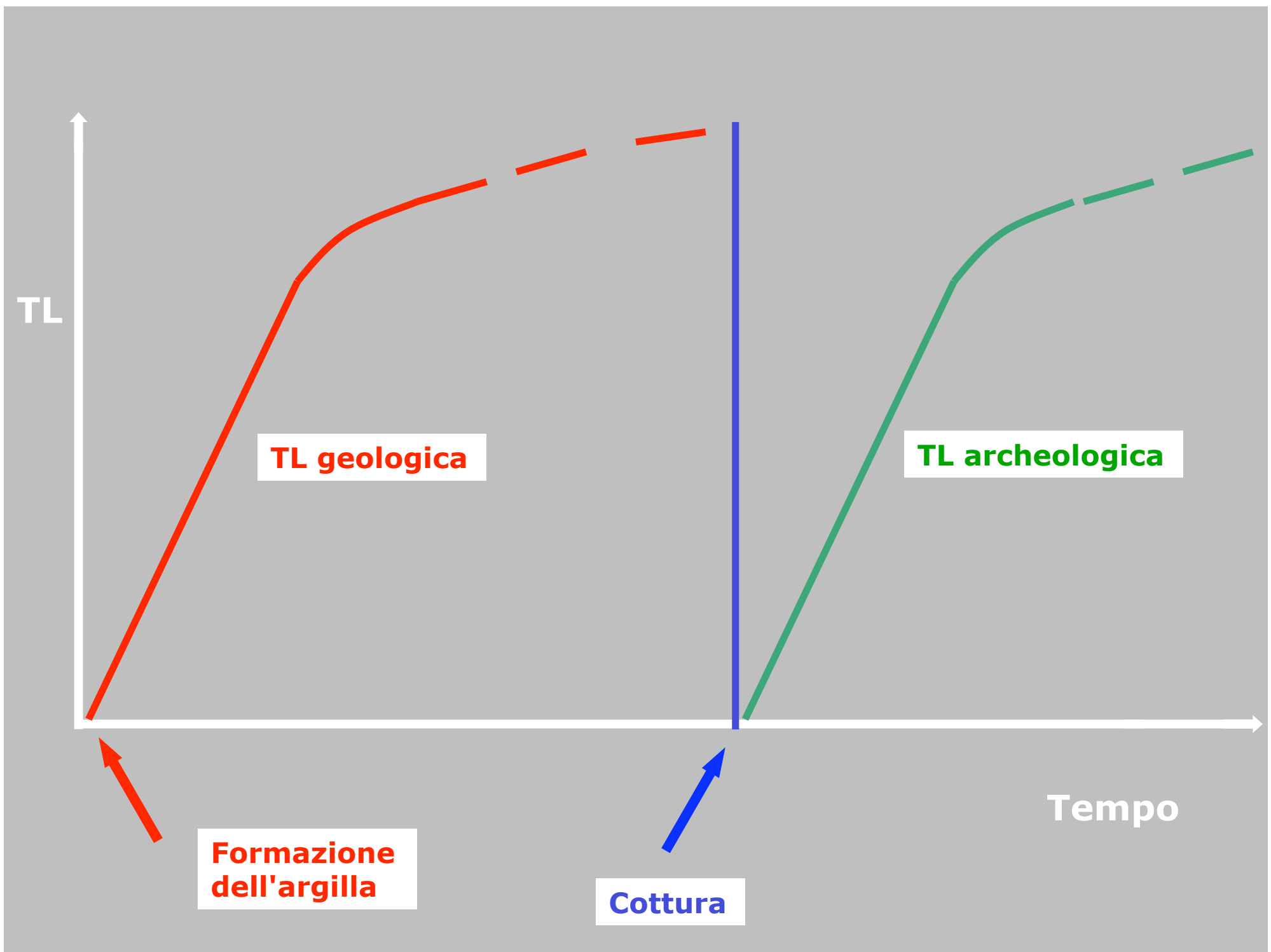
DATAZIONE DI CERAMICHE ARCHEOLOGICHE

DOSIMETRI: MINERALI NATURALI DELLE ARGILLE (quarzo e feldspati)

IRRAGGIAMENTO: RADIOATTIVITA' NATURALE (U, Th, K + RC)

**AZZERAMENTO DELL'OROLOGIO
LUMINESCENTE: COTTURA IN FORNACE**

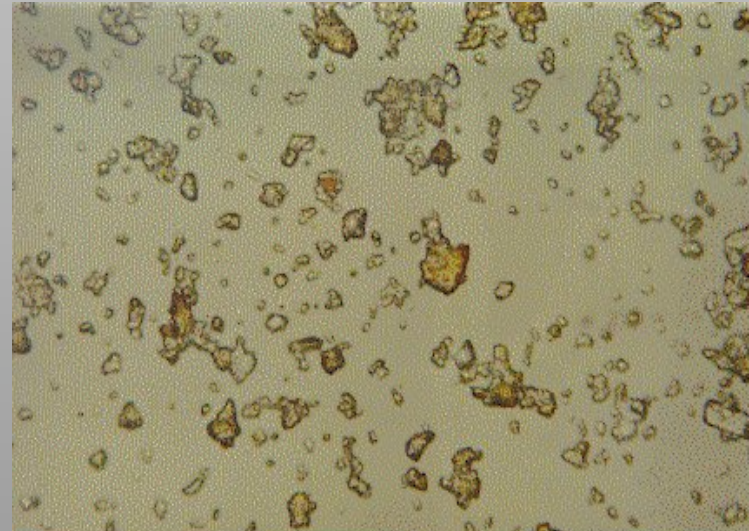
$$\text{ETA' (anni)} = \frac{\text{DOSE TOTALE ASSORBITA}}{\text{DOSE ANNUA}}$$



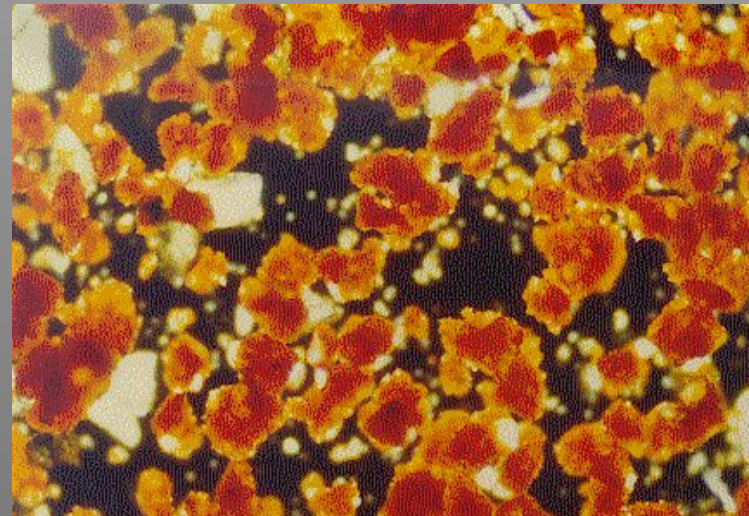
Preparazione dei campioni



Ceramica, sezione sottile



Fine-grain, 1-10 μm

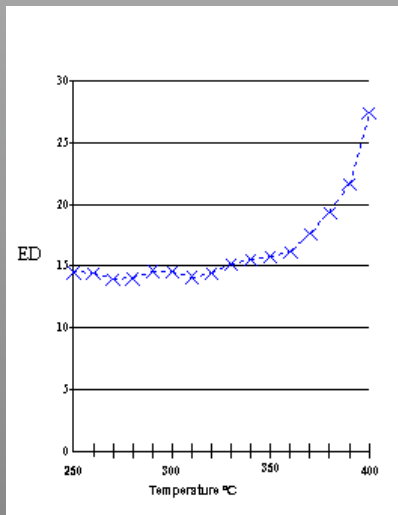


Inclusion, circa 100 μm

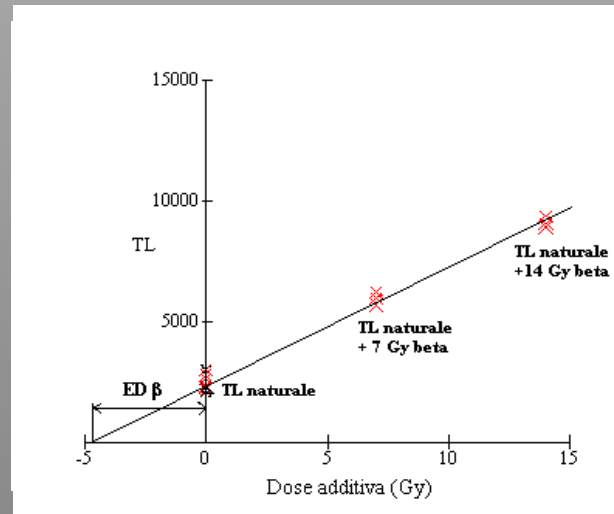
MISURA DELLA DOSE ASSORBITA

Per valutare la dose assorbita si utilizzano svariate aliquote, alcune per la misura della TL naturale ed altre per la misura della TL cui vengono aggiunte dosi diverse di radiazione.

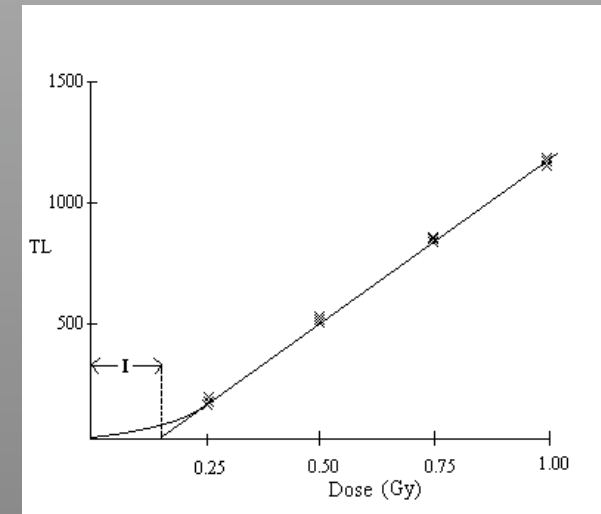
Si riproduce la curva di crescita di TL con la dose.



Plateau Test



La dose assorbita si calcola per interpolazione come intercetta sull'asse delle dosi



Correzione di sopralinearità

DOSE ANNUA

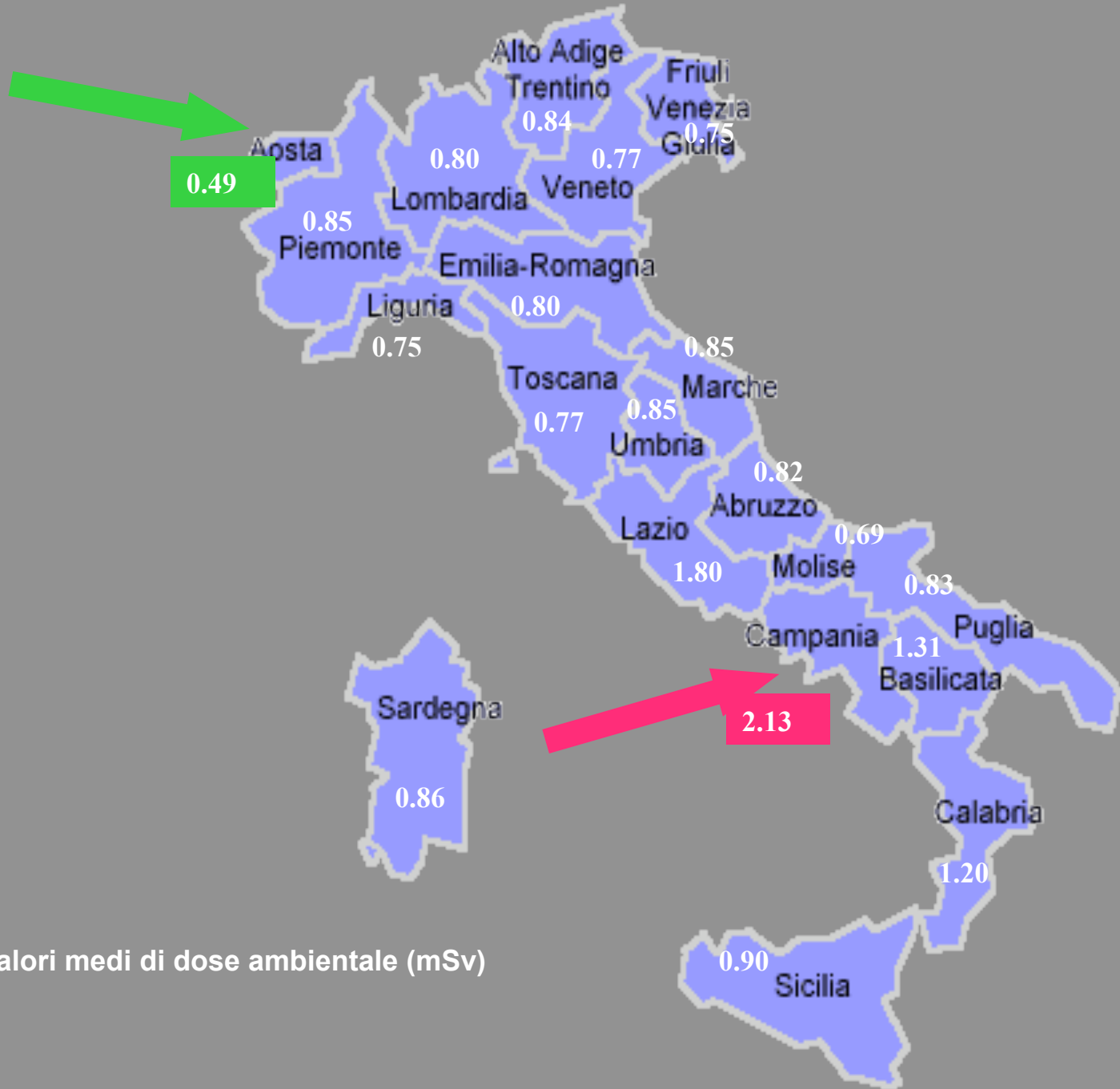
Nella maggior parte dei casi, la dose annua è dovuta, in parti all'incirca uguali, al potassio, torio ed uranio presenti nel corpo ceramico e nel terreno (cui si somma un piccolo contributo percentuale dovuto ai raggi cosmici).

Per valutare la dose annua, occorre misurare le concentrazioni dei radioattività di ciascun campione e dell'ambiente di conservazione.

Effetto dell'umidità

L'acqua eventualmente contenuta nella ceramica e nel terreno assorbe una parte della radiazione che altrimenti raggiungerebbe i cristalli termoluminescenti.

LA DOSE ANNUA "EFFICACE" E' INFERIORE (anche significativamente) A QUELLA STIMATA SU MATERIALE "SECCO"



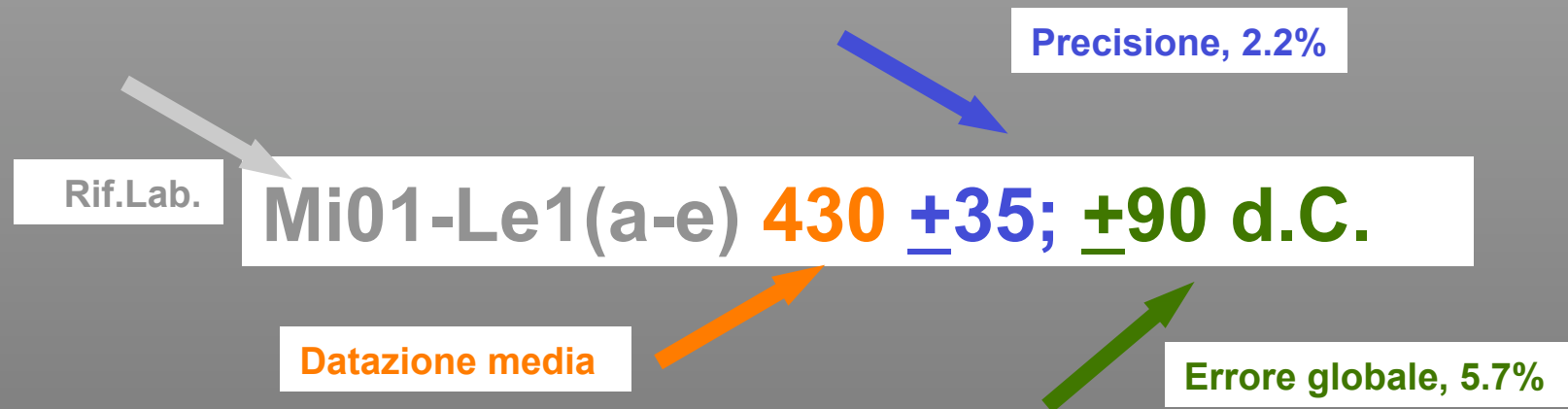
Valori medi di dose ambientale (mSv)

CALCOLO DEGLI ERRORI

L'errore totale è la radice quadrata della somma dei quadrati degli errori associati alle singole valutazioni sperimentali. (Distribuzione gaussiana e utilizzo della deviazione standard σ)

Si datano almeno 3 campioni coevi, e si calcola l'errore standard della media (precisione nella datazione di un contesto)

L'accuratezza è compresa tra $\pm 7\%$ e $\pm 10\%$ dell'età, riducibile in casi particolari a $\pm 4\%$.



La cottura e' avvenuta con il 68% di probabilità tra il 340 ed il 520 d.C.
Il 430 d.C. è la data più probabile.
La deviazione standard delle cinque datazioni è il 2.2%.

CAMPI DI APPLICAZIONE

1-Ceramica e laterizi

(scavi archeologici ed edifici storici)

2-Terre di fusione

3-Selci bruciate

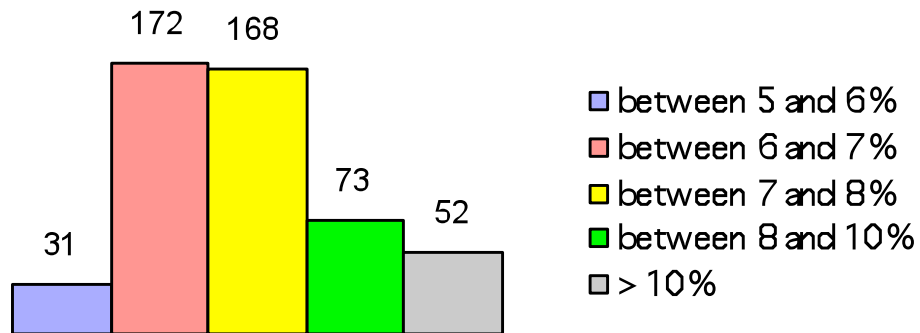
4-Vetri

5-Scorie di metallurgia

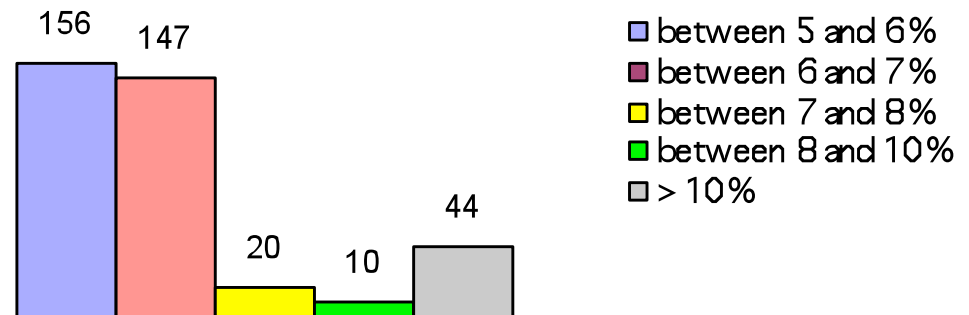
CERAMICHE DA SCAVO

EDILIZIA STORICA E MONUMENTALE

Excavation sites,
error distribution



Buildings,
error distribution





SCAVO DI SIPAN, CULTURA MOCHE, PERU'

14 tombe, di epoche diverse, con corredi preservati (vasi, ornamenti, gioielli in oro, leghe preziose, turchese e madreperla, armi di bronzo, stoffe, manti cerimoniali).

Lambayeque, Muséo de las Tumbas Reales de Sipán



RISULTATI A CONFRONTO: NUOVA CRONOLOGIA DEL SITO

TOMBA 14: 590 \pm 80 d.C. (TL) 640 \pm 50 d.C. (C-14)
II metà del VI secolo-I metà del VII secolo

t

| Tomba | C-14 MI (1 σ) | C-14 BX (1 σ) | TL MI (\pm 1 σ) | TL BX (\pm 1 σ) |
|----------------------------|--------------------------|--------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| T3 Vecchio Signore | 125-400 d.C. | | 270 \pm 120 d.C. | |
| T14 Sacerdote guerriero | 590-690 d.C. | | 590 \pm 80 .C. | |
| T1 Signore | 610-655 d.C. | | 690 \pm 60 d.C. | |
| T2 Sacerdote | | 600-720 d.C. | 650 \pm 65 d.C. | 675 \pm 80 d.C. |

**Cronologia assoluta
del sito Cham di
MySon
(Vietnam, V-XV sec.)**

**Datazione TL e C-14
di oltre 400
campioni di laterizi,
ceramiche e carboni**

**(Unesco MySon Conservation Project;
Progetto di cooperazione Italia-Vietnam
"Thermoluminescence dating of ceramic
materials, baked clays and ancient
buildings)**



TERRE DI FUSIONE

DATAZIONE INDIRETTA del getto di oggetti fusi a *cera persa*

PROBLEMI:

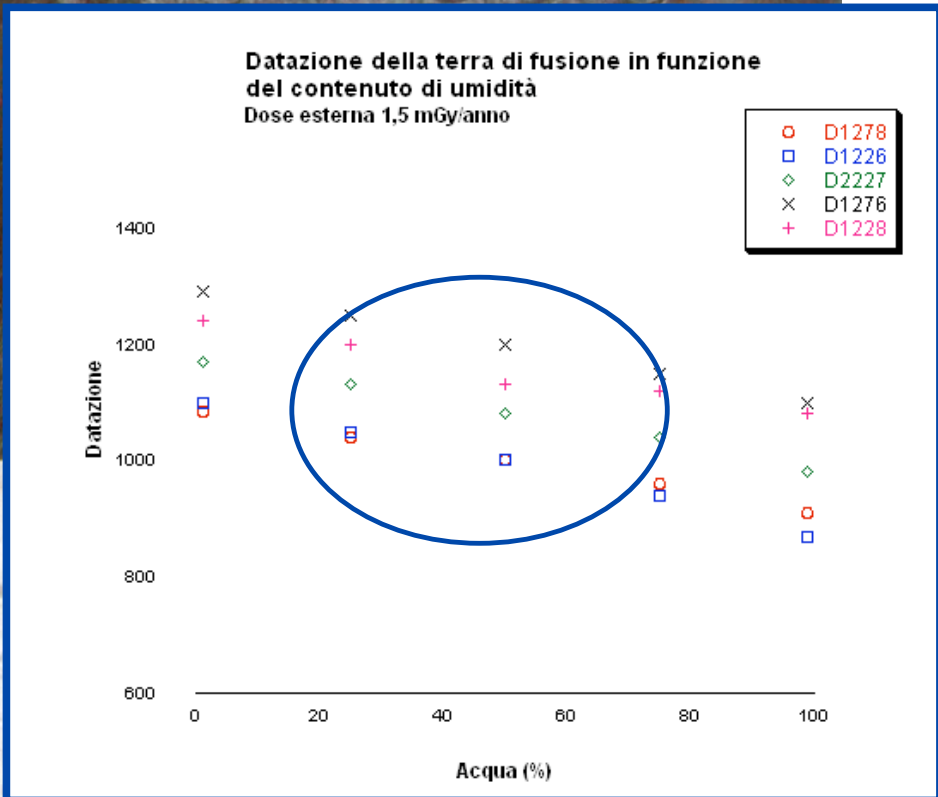
- 1-Caratteristiche TL del materiale
- 2-Quantità di materiale e prelievo
- 3-Valutazione della dose ambiente (effetto schermatura)
- 4-Restauri antichi eseguiti a caldo
- 5-Radiografie



TERMOLUMINESCENZA LA LUPA CAPITOLINA



LE ANALISI ESEGUITE SU 24
FRAMMENTI DI TERRA DI FUSIONE
ESCLUDONO DATAZIONI
PRECEDENTI AL IX SECOLO E
POSTERIORI AL XV



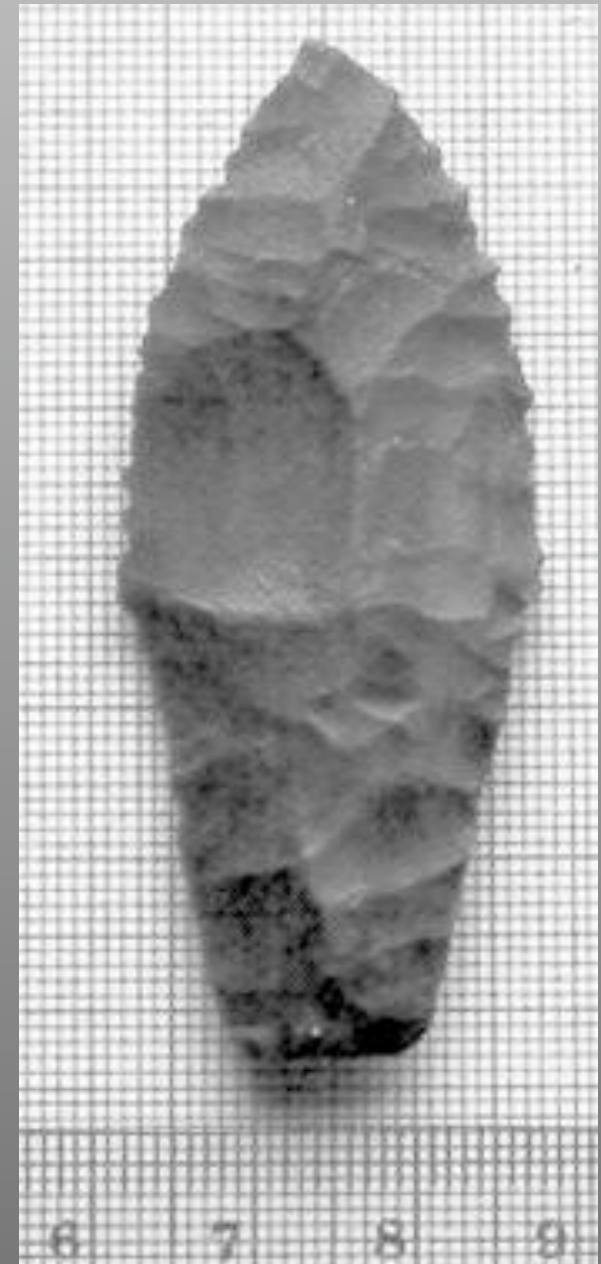
SELCI BRUCIATE

PROBLEMI:

- 1-Verifica della cottura
- 2-Durezza del materiale
- 3-Rimozione dei carbonati e TL spuria
- 4-Bassa emissione TL
- 5-Non linearità
- 6-Variazioni di sensibilità
- 7-Bassa radioattività interna
- 8-Contributo ambientale predominante

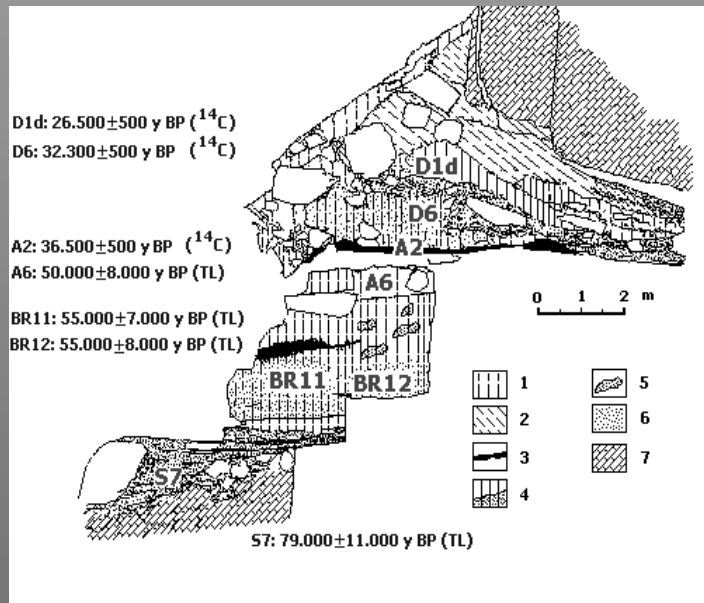


**BASSA PRECISIONE
ELEVATA PERCENTUALE DI INSUCCESSO
(75% di campioni NON DATABILI)**



APPLICATION: FUMANE CAVE

Dating of 20 burnt flints from the prehistoric site of Fumane, in North Italy. It is a huge cave, used as a shelter by ancient men, characterised by paleosurfaces extremely rich in bones and lithic manufactures.



The chronology obtained by TL, spanning from 79 ± 11 ka to 57 ± 12 ka BP, suggested the attribution of many loess sites of the Apennine fringe to the Mousterian culture, indicating an intensive occupation of loess area along both sides of the Po plain by the Mousterian hunter.

VETRI ARCHEOLOGICI

PROBLEMI:

- 1-Struttura amorfa
- 2-Bassa sensibilità TL
- 3-Bleaching ottico
- 4-Forti variazioni di sensibilità
- 5-Bassa radioattività interna

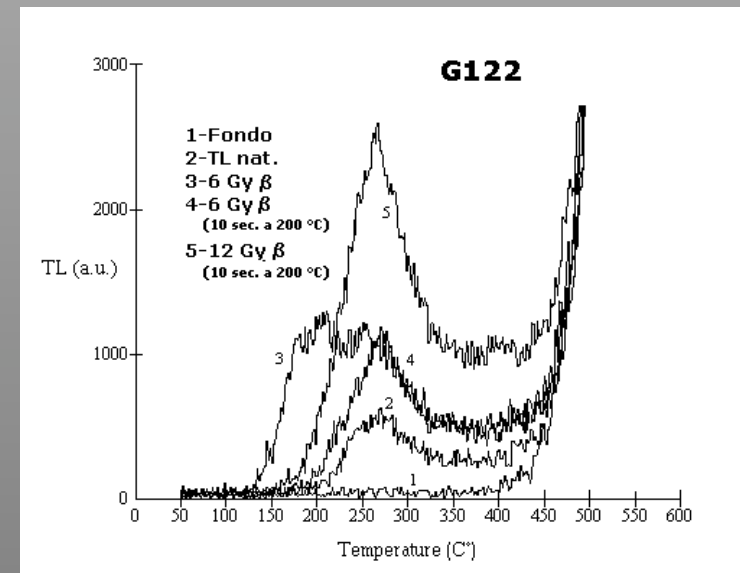


**BASSA PRECISIONE
ELEVATA PERCENTUALE DI
INSUCCESSO
(90-95% di campioni NON DATABILI)**



GLASS MOSAIC TESSERAE

TL emission is linked to the crystallinity degree of the vitreous matrix

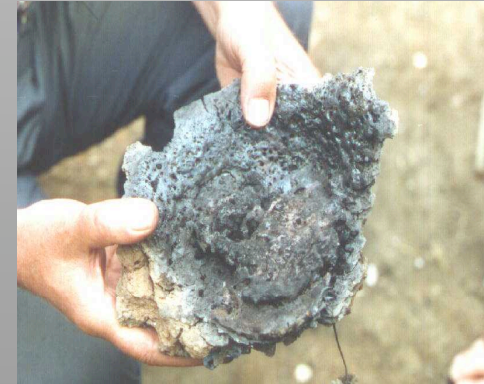


TSL emission is comparable to that of ceramics:
GOOD DATING PERSPECTIVES

SCORIE DI FUSIONE

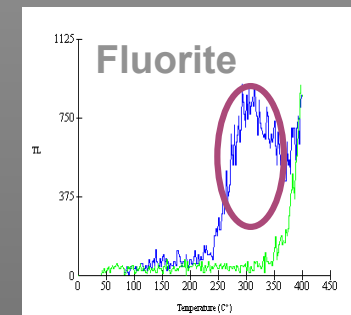
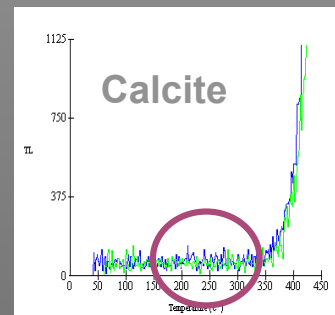
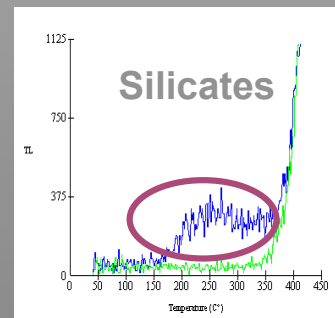
Gli scarti dell'attività di fusione (scorie) sono spesso l'unica testimonianza superstite delle antiche attività metallurgiche, documentate fin dalla preistoria.

La loro datazione consente di precisare la cronologia dell'evoluzione tecnologica della metallurgia antica e della sua diffusione.

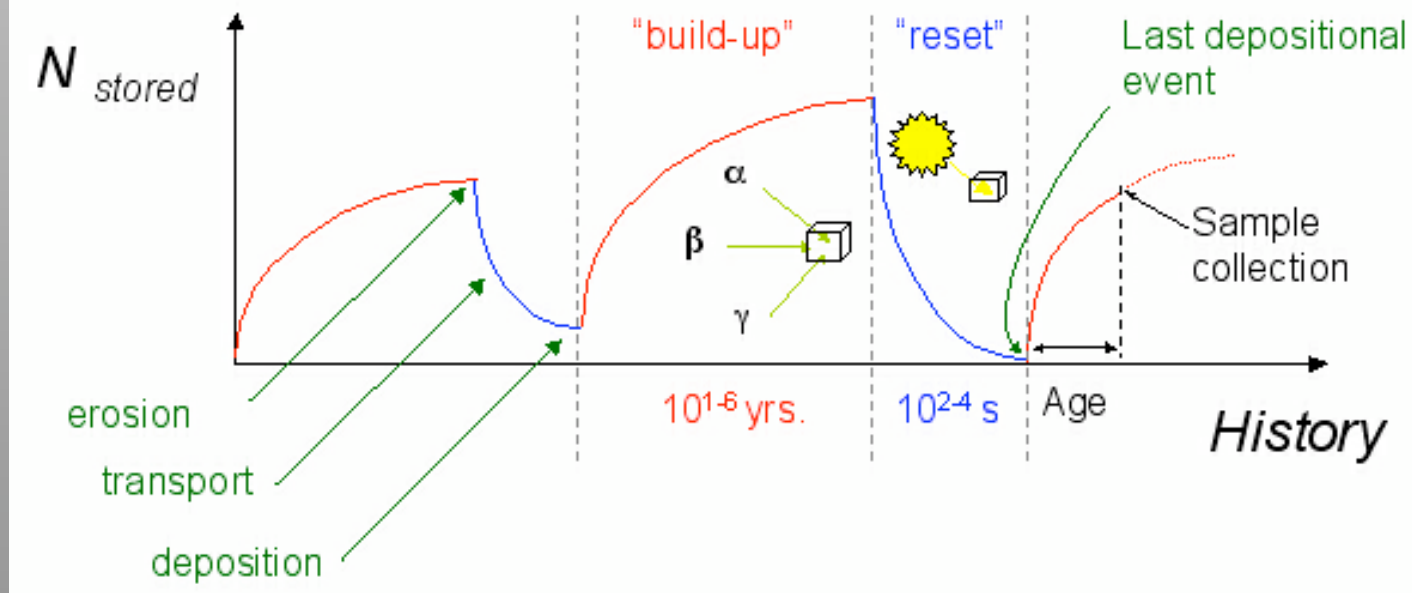


PROBLEMI:

- 1-Distribuzione disomogenea delle inclusioni cristalline
- 2-Separazione delle fasi mineralogiche
- 3-Bassa resa di preparazione (100 g di slag = circa 10 mg di campione per le analisi)
- 4-Distribuzione disomogenea della radioattività



Basic Concepts of Luminescence Dating



- **AZZERAMENTO DELL'OROLOGIO LUMINESCENTE: ESPOSIZIONE ALLA LUCE SOLARE DURANTE TRASPORTO E DEPOSIZIONE**
- **DATAZIONE DI MATERIALI NON COTTI**
- **LIMITE TEMPORALE: FINO A 500,000 ANNI (MA ANCHE EVENTI RECENTI)**
- **TRATTAMENTI CON HCl HF E H_2O_2 , SEPARAZIONE CON LIQUIDI PESANTI, SEPARAZIONE MAGNETICA PER SEPARARE LE FASI MINERALI**
- **EVITARE L' ESPOSIZIONE ALLA LUCE**

CAMPI DI APPLICAZIONE CONSOLIDATI

- **Sedimenti geologici eolici, glaciali e fluviali**
 - **Terremoti, inondazioni e tsunami anche recenti (200 anni)**
 - **Adobe**
- Livelli deposizionali antropici in scavi archeologici**

NUOVE POSSIBILI APPLICAZIONI A MATERIALE NON COTTO

- **Malte e leganti**
- **Superfici (crollo di colonne o elementi architettonici)**
- **Adobe**
- **Livelli deposizionali antropici in scavi archeologici**
- **Materiale extraterrestre (Marte)**
- **Diatomee fossili**

Cava di Bubano : OSL dating di una sequenza stratigrafica del tardo olocene. Confronto con C-14

