



**XII. Erdélyi Tudományos Diákköri Konferencia  
Kolozsvár, 2009 május 15-17**



## Régészeti kerámialeletek röntgen pordiffrakciós vizsgálata

**Szerző:**

**Pataki Bernadeth**

„Babeş-Bolyai” Tudományegyetem  
Kémia és Vegyészmérnöki Kar  
Kolozsvár, Románia  
Mesteri I év

**Témavezetők:**

**Dr. Veress Erzsébet**, tudományos főmunkatárs  
Az Erdélyi Múzeum-Egyesület Kutatóintézete  
Kolozsvár, Románia

**Dr. Indrea Emil**, tudományos főmunkatárs  
Országos Izotóp- és Molekulatechnológiai Kutatóintézet  
Kolozsvár, Románia

**Dr. Cosma Constantin**, Professor  
„Babeş-Bolyai” Tudományegyetem, Környezettudományi Kar  
Kolozsvár, Románia

## RÉGÉSZETI KERÁMIALELETEK RÖNTGEN PORDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLATA

*Pataki Bernadeth*, Babeş-Bolyai Tudományegyetem, Kémia és Vegyészmérnöki Kar, Mesteri I. év, „Modern technikák a kémiai szintézisben”

Témavezetők:

*Dr. Veress Erzsébet*, Erdélyi Múzeum-Egyesület Kutatóintézete

*Dr. Emil Indrea*, Országos Izotóp- és Molekulatechnológiai Kutatóintézet

*Dr. Cosma Constantin*, Babeş-Bolyai Tudományegyetem, Környezettudományi Kar

### Kivonat

Munkánk célja egyrészt a rendelkezésünkre álló műszerek-módszerek régészeti kerámiák archeometriai jellemzésére való alkalmasságának, valamint egy újabban felmerült tudományos kérdés vizsgálata. Egyes szerzők véleménye szerint ugyanis téves a feltételezés, hogy a régmúltban a fazekasműhelyek kimondottan a közvetlen közelből kitermelt agyagot és soványítókat használták föl munkájuk során. A mindenkori szakember a nyersanyagot az adott kor igényei, ismeretei és lehetőségei függvényében választotta ki.

A röntgendiffraktogramok standard Bruker D8 Advance röntgendiffraktométeren készültek (mérési paraméterek: 45 kV, 45 mA, monokromatikus koherens  $\text{CuK}\alpha$  sugárzás, adatgyűjtés  $0,01^0$  lépésként, spektrális tisztaságú  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (korund, belső standard). Az eredményekből arra következtetésre jutottunk, hogy a soványító anyagok minden minta esetében más-máshonnan származnak.

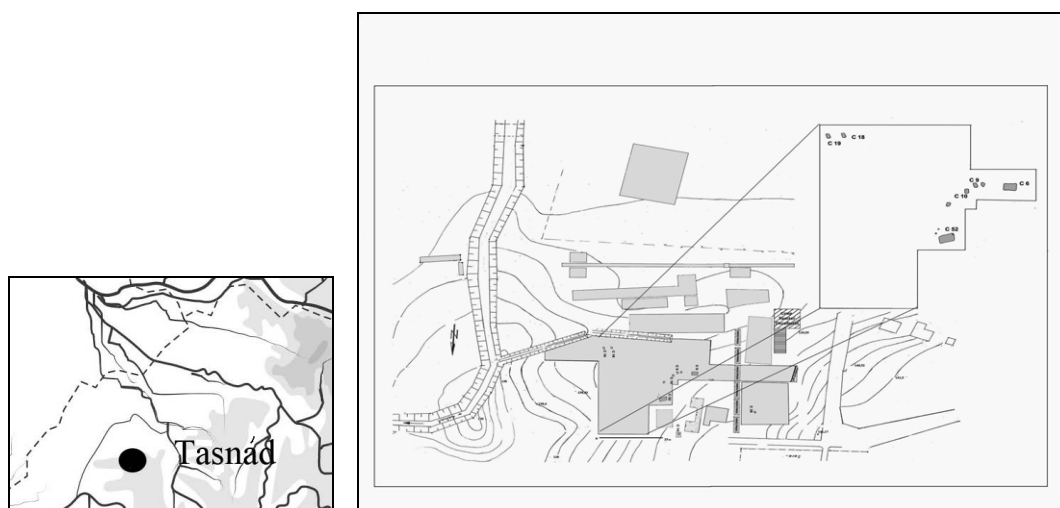
### Bevezetés

A régészeti kerámialeletek kémiai és ásványtani vizsgálata újabban felfedte, hogy egyes lelőhelyeken a fazekasok által használt nyersanyagok összetétele viszonylag hirtelen megváltozik, a nyersanyag (agyag és soványító anyagok) megváltozott származási helyére utalva. Ez a változás többnyire (bár nem minden esetben) jól követi a feltárt területen régészetileg bizonyíthatóan bekövetkezett populációváltást, ha ugyanis a betelepülő új populáció új technológiai ismerteket, szokásokat, környezeti ismereteket hozott magával, az új technológiák meghonosítása következtében szükségszerűen megváltoztak a nyersanyaggal szembeni elvárások. A régészeti leletek pontos értelmezéséhez tehát nem elég azt figyelembe venni, hogy honnan, milyen rétegből kerültek elő, a leletek archeometriai vizsgálatának eredményei sem hagyhatók figyelmen kívül.

Mivel Tasnádon van olyan lelőhely, ahol egymás közvetlen közeléből nagy mennyiségű, láthatóan több kategóriába tartozó cseréptörmelék kerül elő, megvizsgáltuk, hogy a felhasznált kiindulóanyag szempontjából mennyire térnek el egymástól. Ennek érdekében meghatároztuk a legrepresentatívabbként kiválasztott néhány minta ásvány-közzettani jellemzőit (ásványfázis összetételét), és (csak a kvarc kristallitokra vonatkozóan) szemcseméret eloszlását, ez utóbbit abból a megfontolásból, hogy kvarc kristallitok méreteloszlásának különbözősége a fazekasok által felhasznált soványító és/vagy agyagásvány eltérő származási helyére enged következtetni. [1]

### *Történelmi háttér*

A szakirodalomban a Cseholy patak nyugati teraszán levő Tasnád-Melegházak régészeti lelőhely (1. ábra) neolitikus kori településeiről vált ismeretessé, a területen azonban bronz kori és római kori komplexumok is fellelhetőek. A kiterjedt római kori település minden valószínűség szerint néhány száz méter hosszan terült el a patak teraszán.



**1. Ábra. A lelőhely.**

A lelőhely szisztematikus feltárása az 1980-as években kezdődött Németi János és Neța Iercoșan felügyelete alatt, utóbb (2002-2007 között), a tasnádi termálfürdővel kapcsolatos beruházások miatt, a Szatmár Megyei Múzeum nagymértékű mentőásatásokat hajtott végre. A felszínre került kerámia leletanyag változatos, a leletek között vannak pecsételt motívumokkal díszített korongolt tárgyak (cserepek), szürke színű, kézzel formázott kerámiák, hólyagdíszítésű vörösesbarna kerámiák, egy fogantyús csésze és négy (edény)láb is [2].

Régészeti kerámialeletek röntgen pordiffrakciós vizsgálata



a. 5-2-1



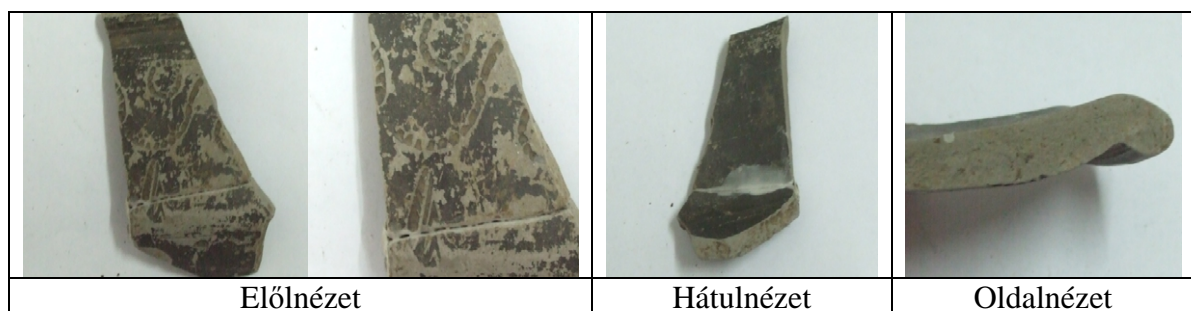
b. 5-2-2



c. 5-2-3



d. 5-2-4



e. 5-2-5

2. Ábra.

A dolgozatban tárgyalt mintákat a 2. ábrán mutatom be:

## **Kristályos anyagok röntgen pordiffrakciós szerkezetvizsgálata**

### *A röntgen pordiffrakció alapjai*

A *kristályok* hosszú távú háromdimenziós rendezettséggel rendelkező szilárd anyagok. A kristályok alkotórészeinek (atomoknak, ionoknak) rendezett elhelyezkedése révén kialakuló szerkezet a *kristályrács*. Az alkotórészek (*rácselemek*) a kristályrács *rácspontjaiban* helyezkednek el. A kristály rácspontjain átfektetett síkok a *rácssíkok* (hálózati síkoknak), az egymással párhuzamos, egymástól egyenlő távolságra lévő rácssíkok összessége a *rácssík-sereg*. Két rácssík-sereg akkor különbözik, ha a koordinátatengelyekhez képesti állásuk, vagy a szomszédos síkjaik távolsága, esetleg mindkettő különbözik. A kristályrácsok rácssík-seregei a hozzájuk rendelhető (*hkl*) számhármassokkal (*Miller-indexekkel*) egyértelműen azonosíthatók.

A kristályszerkezet meghatározható a kristályra eső röntgensugárzás elhajlásával (diffrakciójával) kapott intenzitásmaximumok térbeli helyzetének és relatív erősségének ismeretében. A röntgendiffrakciós szerkezetmeghatározás a *Bragg egyenleten* alapul, amely megadja a mintán diffraktálódó sugarak erősítő interferenciájának (az intenzitásmaximumok létrejöttének) feltételét:

$$2d(\sin\theta) = n\lambda$$

$\lambda$  = a mintát megvilágító röntgensugár hullámhossza

$\theta$  = a mintát megvilágító röntgensugár beesési szöge

(a beeső sugár és a visszaverő felület által bezárt szög, egyenlő a diffraktálódó sugár elhajlási szögével)

$d$  = a rácssíkok távolsága

$n$  = a diffrakciós rend

Ha feltételezzük, hogy a szóródás *rugalmas* (a rácselem elektronburkán (szórócentrumon) történő szóródás során a röntgenfoton hullámhossza nem változik:  $\lambda = \lambda_{hkl}$ ), *koherens* (a diffrakció során bekövetkező fáziseltolódás bármelyik szórócentrum esetén ugyanakkora), és *egyszeres* ( $n=1$ , mivel a szórt hullám nem szóródik újra; ez a feltevés minden esetben jó közelítéssel érvényes, ha a szórt sugárzás intenzitása jóval kisebb mint a szórócentrumra eső hullám intenzitása), a Bragg egyenlet alakja leegyszerűsödik:

$$\theta = \lambda_{hkl} 2d_{hkl}$$

és adott  $k_0$  besugárzási irány esetére, a  $\lambda_{hkl}$  hullámhosszú röntgensugárzás és  $d_{hkl}$  rácssíktávolság ismeretében megadja a szórt sugárzás intenzitásmaximumainak megfelelő  $2\theta$  szöget. Mivel

*egykristályok*, vagy nagyméretű kristályszemcsékből álló minták röntgendiffrakciós vizsgálata során a mérés eredményeként kapott diffraktogram intenzitáseloszlása függ a besugárzási iránytól, a kellő pontosságú szerkezet felderítés érdekében vagy a mintát, vagy a sugárforrást körbeforgatják.

A kerámiák általában *polikristályos* szerkezetű szilárd testek. A polikristályos testek kisebb-nagyobb méretű, véletlenszerűen orientált, azonos vagy eltérő kémiai összetételű kristallitból állanak, szerkezetvizsgálatukra a **röntgen pordiffrakciós** eljárás alkalmas. A pordiffrakciós mérés eredményeként kapott diffraktogram intenzitáseloszlása nem változik a minta forgatásakor.

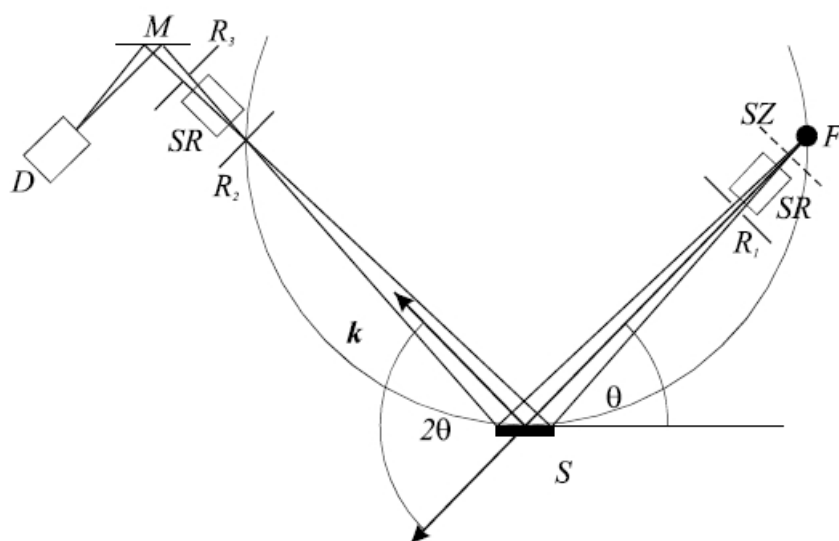
A gyakorlatban pordiffrakciós mérés esetében a szórt sugárzás minta körüli intenzitáseloszlását mérjük  $2\theta$  függvényében (diffraktogram). A kristályrácsot jellemző  $d_{hkl}$  rácstávolságoknak megfelelő  $2\theta$  szögeknél intenzitásmaximumok (csúcsok) jelentkeznek, amelyek mindegyike egy-egy (hkl) rácstávolságnak felel meg. A csúcsok alatti területnek megfelelő teljes (integrális) I intenzitás kiszámítása a következő összefüggés segítségével történik:

$$I = I' m_{hkl} [F(hkl)]^2 e^{-2M} LP$$

ahol  $I'$  függ a beeső sugár intenzitásától, a minta és a detektor távolságától, a besugárzott anyagtérfogattól, az elemi cella térfogatótól, az abszorpció mértékétől és a sugárzás hullámhosszától.

Az  $I'$  tényező egy adott pordiffraktogram esetében minden csúcsra ugyanakkora, a csúcsok közötti relatív intenzitáskülönbségeket a másik négy tényező eredményezi. Az  $m_{hkl}$  *multiplicitás* azt fejezi ki, hogy egy adott  $d_{hkl}$  rácstávolság érték (az elemi cella szimmetria tulajdonságainak megfelelően) több különböző Miller-indexű síksereghez tartozhat. Ilyen esetben a róluk reflektálódott sugárzás ugyanannál a  $\theta$  szögnél ad diffrakciós csúcsot, és megnöveli a csúcs intenzitását.  $[F(hkl)]^2$  a *szerkezeti tényező* négyzete. A hőmozgás miatt az atomok a kristályrácsban folyamatosan rezegnek egyensúlyi pozíciójuk körül, rezgési amplitúdójuk nő (a hatás erősödik) a hőmérséklet és a  $\theta$  diffrakciós szög növekedésével. A diffrakciós csúcsok intenzitásának csökkenését eredményező hatást az  $e^{-2M}$  *Debye–Waller-faktorral* vesszünk figyelembe. A *Lorentz-féle polarizációs faktor* (LP) a Bragg-szög növekedésekor először relatív intenzitáscsökkenést, majd nagy Bragg-szögeknél intenzitásnövekedést okoz; szögfüggését (az alábbi kísérleti elrendezésben) az  $(1+\cos 2\theta)/(\sin \theta \sin 2\theta)$  függvény írja le.

*A pordiffraktométer felépítése*



*A pordiffraktométer felépítése. F – röntgen sugárforrás, SZ– szűrő, SR– Soller-rés, S – minta, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> – rések, M – monokromátor, D – detektor*

**3. Ábra**

Esetünkben a *sugárforrás* (F) wolframkatódos röntgenső. Az izzó wolframkatódból kilépő elektronok a vákuumban a nagyfeszültségű térben felgyorsulva az anódnak ütköznek, és egyrészt folytonos spektrumú fékezési sugárzást (fehér sugárzást), másrészt az anód anyagára (esetünkben rézre) jellemző *karakterisztikus sugárzást* generálnak. A karakterisztikus sugárzás K<sub>β</sub> csúcsa azoknak a röntgenfotonoknak felel meg, amelyek a katódról érkező elektron által a K héjról kilökött elektron helyének az M héjról való betöltődésekor keletkeznek (M→K elektronátmenet). Az L→K elektronátmenetnek megfelelő K<sub>α</sub> csúcs két nagyon közeli K<sub>α1</sub> és K<sub>α2</sub> részből áll, a K héj két elektronállapotának megfelelően. A röntgensőből kilépő kissé széttartó röntgennyaláb divergenciáját a rajz síkjában az R1 és R3 résekkel, arra merőlegesen pedig a vékony, egymással párhuzamos lemezekből álló *Soller-résekkel* (SR) korlátozzuk. A mérés során a minta (S) és a detektor (D) az ábra síkjára merőlegesen, és a minta közepén átmenő tengely körül forognak. A

detektorral együtt mozgó R2 rész és a sugárforrás (F) a mintától egyenlő távolságra helyezkednek el. Az R2 résen, a sugárforráson (F) és a minta közepén átmenő, a rajz síkjában elhelyezkedő kör a *fókuszáló kör*. A fókuszáló kör a mintából egy körívet metsz ki, amelynek pontjaiban az adott pontbeli érintővel párhuzamos síkokról reflektálódó nyalábok az R2 résnél találkoznak (az irányváltoztatás azonos  $2\theta$  szöge miatt). A fókuszáló kör által a mintából kimetszett körív (illetve a Bragg-reflexió esetén a detektorba jutó intenzitás) akkor a legnagyobb, ha a minta síkja a fókuszáló körre illeszkedik. Ez úgy érhető el, ha a detektor  $2\theta$  szöggel való elforgatásakor a mintát  $\theta$  szöggel forgatjuk el ( $\theta - 2\theta$  diffraktométer).

A párhuzamos nyalábra érvényes összefüggések alkalmazhatóak kissé divergens nyaláb esetén is, mivel a szórócentrumok közötti maximális távolság (a minta kristályszemcséinek mérete) több nagyságrenddel kisebb, mint a minta távolsága a sugárforrástól, illetve az R2 résztől.

Forgás közben a detektor begyűjti a különböző  $2\theta$  szögekben szórt röntgenfotonokat. A mérés során a mintára eső és a mintáról a detektor irányába szórt nyalábnak a minta felületével bezárt szöge mindvégig egyenlő (*szimmetrikus sugármenet*). Bár az ilyen felépítésű diffraktométernél mindig csak a minta felületével közel párhuzamos rácssíkokról reflektálódó sugárzás jut a detektorba, mivel porminta (polikristályos minta) esetén a kristályszemcsék véletlenszerű irányítása miatt minden lehetséges rácssík előfordul a minta felületével párhuzamosan, a pordiffraktogramon a kristályszerkezetnek megfelelő összes reflexió megjelenik. Ahhoz, hogy a diffraktogramon minden rácssíksereghez csak egy csúcs tartozzék, a röntgensugárzást monokromatizálni kell (a röntgenső spektrumából csak az egy adott hullámhosszal rendelkező fotonokat szabad a detektorba engedni). A legtöbb monokromatizált foton a  $\text{CuK}_\alpha$  sugárzásnak megfelelő hullámhossz kiválasztásával kapjuk. A röntgenső spektrumából a nem kívánatos részt *szűrő* (SZ) és *monokromátor* (M) alkalmazásával választjuk le. A szűrő az anód anyagánál eggyel kisebb rendszámú anyagból készült, közvetlenül a röntgenső után elhelyezett egykristály vagy vékony lemez (Cu anód esetében Ni lemez), amely biztosítja, hogy a mintát érő sugárzás ne tartalmazza a  $\text{K}_\beta$  összetevőt, és a háttérrel csökkentve kiszűri a mintáról rugalmatlanul szóródó sugárzást is (fluoreszcens fotonokat, Compton szórásból eredő fotonokat, stb.). Az általunk használt *detektor* proporcionális számláló. A beérkező röntgen fotonok ionizálják a detektorban lévő argon-metán gázkeveréket, majd az így létrejött elektron-ion párok elektromos impulzust keltenek. A *mérésvezérlést* és az *adatgyűjtést* számítógép végzi. A vezérlő programban beállítható a kezdeti és a végső  $2\theta$  szög, a detektor lépésmagysága, valamint a mérési idő (az az idő, ameddig a detektor egy adott pozícióban a fotonokat gyűjti). A számítógép az egy adott detektorhelyzetben mért beütésszámot a helykoordináta függvényében adatfájlként tárolja.

***Szemcseméret meghatározás diffrakciós vonalprofil analízissel***



Minden olyan jelenség, ami megbontja a kristályrács hosszútávú szabályos rendjét (például a kristályszemcsék határai, vagy a rácstorzulást okozó, kristályszemcséken belül elhelyezkedő rácshibák), a diffrakciós vonalak kiszélesedését eredményezi. Mivel a diffrakciós csúcsok kiszélesedése annál nagyobb mértékű, minél kisebb az anyagot felépítő kristályszemcsék mérete, és minél nagyobb a rácshibakoncentráció, a vonalprofil szélességéből következtethetünk azok mértékére.

A szemcseméretnek és a rácsdeformációnak a vonalszélességre gyakorolt hatása eltérő. Izotróp szemcsék szemcseméret okozta vonalszélesedése csak a szemcsemérettől függ (azonos mértékű,  $\sin\theta)/\lambda$  egységekben, minden reflexiónál), míg a rácsdeformáció által okozott vonalszélesedés nő a Bragg-szöggel (kis szögeknél többnyire el is hanyagolható). Ez a különbség lehetővé teszi, hogy az átlagos szemcseméretet a diffraktogramon a legkisebb szögnél megjelenő reflexió (az első reflexió) szélességéből meghatározhassuk. A reflexiók szélességének jellemzésére a félértékszélességet (FWHM, Full Width at Half Maximum) vagy az integrális szélességet ( $\beta$ ) szokták használni. Az előbbi a maximum felénél meghatározott csúcshélesség, míg az utóbbi a csúcs alatti terület és a maximális intenzitás hányadosa. Természetesen mindkét szélességet a háttér levonása után kell meghatározni, a diffrakciós profilnak ugyanis akkor is véges szélessége van, ha a diffraktogram nagyon nagy szemcseméretű, hibamentes kristályról készült (instrumentális szélesség,  $\beta_i$ ). Az instrumentális szélességet nagyszemcsés, rácshibákat csak kis koncentrációban tartalmazó standard anyagon megmérve, a vizsgálandó anyag diffrakciós csúcsának szélességét korrigálják, a  $\beta_f$  korrigált érték a szemcseméretből adódó fizikai csúcshélesség:

$$\beta_f = (\beta^2 - \beta_i^2)^{1/2}$$

(az egyenlet csak akkor érvényes pontosan, ha a vonalprofil Gauss-függvénnyel írható le).

Az integrális szélességből meghatározható a térfogattal súlyozott átlagos szemcseméret ( $\langle \chi \rangle_{vol}$ ). Gömb alakú szemcséket feltételezve ( $\beta_f$  értékét radiánban megadva):

$$\langle \chi \rangle_{vol} = 4\lambda / (3 \beta_f \cos\theta)$$

Hagyományos pordiffraktométereknél az instrumentális szélesedés mintegy 0.1 fok, emiatt a szemcseméret-mérés felső határa néhány száz nm.

Természetesen a rácsdeformációtól származó vonalszélesség a kis szögeknél megjelenő csúcsoknál is jelentkezik kis mértékben, ezért a fenti eljárás a valódi szemcseméretet csak közelítőleg adja meg. A háttérkorrekció bizonytalansága, valamint az integrális szélesség meghatározásának a  $K_{\alpha 1}$  és  $K_{\alpha 2}$  csúcsok együttes megjelenése miatti bizonytalansága miatt  $\beta$  helyett gyakran használják az említett hibaforrásokra kevésbé érzékeny FWHM értéket [3].

## Kísérleti eljárás

A *mintaelőkészítés* során a vizsgálandó cserepek agátmozsárban, majd rázóasztalos golyósmalomban 10 percig tartó őröléssel voltak porítva. Az így nyert, megfelelően finomra őrölt port acetonban oldott PVC-vel ragasztottuk a mintatartóra.

A *méréseket* standard Bruker D8 Advance diffraktométerrel végeztük, 45 kV és 45 mA-en mérve. A méréshez Ni lemezen szűrt Cu  $K_{\alpha}$  sugárzást használtunk, amely sugárzást Solter résenen párhuzamosítottunk. A diffraktogramm adatai  $\Delta 2\theta=0,01^{\circ}$  lépésként voltak összegyűjtve. Tiszta Al port használtunk por standardként, a műszeres adatok kiterjesztése végett.

Az elemi cella paraméterei a Rietveld finomítás segítségével voltak kiszámítva a PowerCell számítógépes program felhasználásával [4]. A program a bemenő szerkezeti adatokat gyűjti össze és a számított diffrakciós mintára egy szerkezeti modellt készít, amit könnyedén összehasonlíthatunk a kísérleti mintánkkal, hogy megnézzük mennyire áll közel a számított modellhez. A szerkezeti paramétereket egy egymásra ható profil finomítás segítségével illeszthetjük egymásra az emléleti és a gyakorlati minta esetében.

A kristályfázis összetételt a MATCH! (pordiffrakciók fázisazonosító programja) program felhasználásával határoztam meg. A referencia adatbázis: „IUCr/COD/AMCSD” volt, ami a programmal egyidejűleg telepíthető automatikusan és kristályos fázisok azonosítására használatos. A referencia adatbázis pordiffraktogramokat tartalmaz az „American Mineralogist Crystal Structure Database” (AMCSD) által megadott kristályszerkezeti adatok alapján.

A SiO<sub>2</sub>-kvarc bemenő szerkezeti adatai az alábbi táblázat tartalmazza:

| Az atom rácsponthelye<br>(SiO <sub>2</sub> ) |      |   | 4.9124Å, 4.9124 Å, 5.4039 Å, 90 <sup>0</sup> , 90 <sup>0</sup> , 90 <sup>0</sup> .<br>PNAM (154); V=118.25 Å <sup>3</sup> |       |       |     |          |
|--|------|---|---|-------|-------|-----|----------|
|  |      |   | x   | y     | z     | B   | Betöltés |
| Si   | (4c) | 4 | 0.470   | 0.000 | 0.667 | 0   | 1        |
| O  | (4c) | 2 | 0.414   | 0.267 | 0.786 | 0.0 | 1        |

1. Táblázat. Az elemi cella paraméterei

A mikroszerkezeti információkat a SiO<sub>2</sub> minták egyes Fourier röntgensugárprofil anízisével nyertük, ahol az effektív krisztallit átlag méret  $D_{\text{eff}}(\text{nm})$  és az  $(\epsilon^2)^{1/2}_{\text{hkl}}$  a hkl irány hosszában átlagolt mikrodeformáció átlagok gyökének négyzete (rms). Az egyes (1 0 0) SiO<sub>2</sub> gamma és (2 0 0) SiO<sub>2</sub> kvarc röntgendiffrakciós profiljait a SiO<sub>2</sub> kvarc mikroszerkezeti paramétereinek meghatározása végett analizáltam. [5, 6]. A Warren-Averbach Fourier röntgensugárprofil anízisét alkalmaztuk [7] (1 0 0) SiO<sub>2</sub> kvarc és (2 0 0) SiO<sub>2</sub> kvarc csúcsok profiljaira, amelyek a XRLINE [8] számítógépes program segítségével felhasználásával.

Régészeti kerámialeletek röntgen por diffrakciós vizsgálata

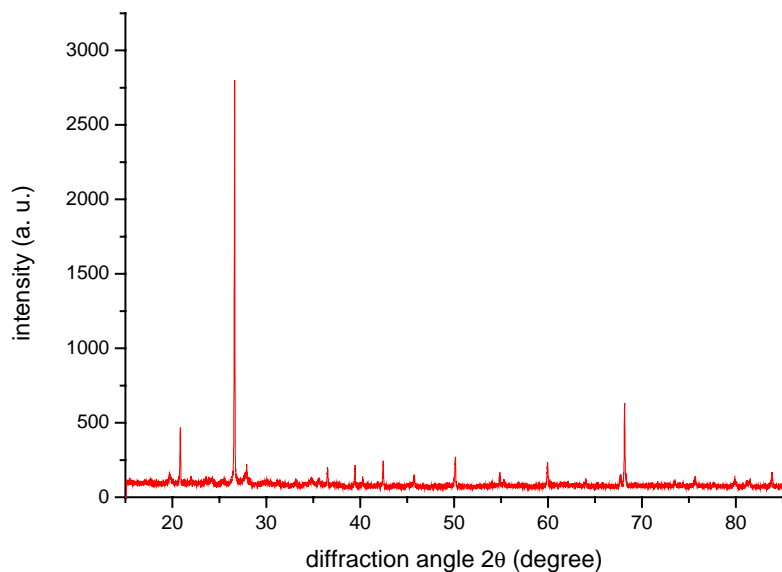
A 2. táblázat összesíti a SiO<sub>2</sub> kvarc elemi cella mikroszerkezeti paramétereit

| Minták | D <sub>eff</sub><br>[nm] | $(\langle \epsilon^2 \rangle)^{1/2}_{hkl} \cdot 10^2$ | a<br>[nm] | b<br>[nm] | c<br>[nm] | V · 10 <sup>3</sup><br>[nm] <sup>3</sup> |
|--------|--------------------------|---|-----------|-----------|-----------|--|
| 2-2-1  | 124                      | 0.142   | 0.49187   | 0.49187   | 0.53973   | 0.11310                                  |
| 2-2-2  | 112                      | 0.186   | 0.49116   | 0.49116   | 0.54028   | 0.11287                                  |
| 2-2-3  | 86                       | 0.258   | 0.49057   | 0.49057   | 0.54054   | 0.11266                                  |

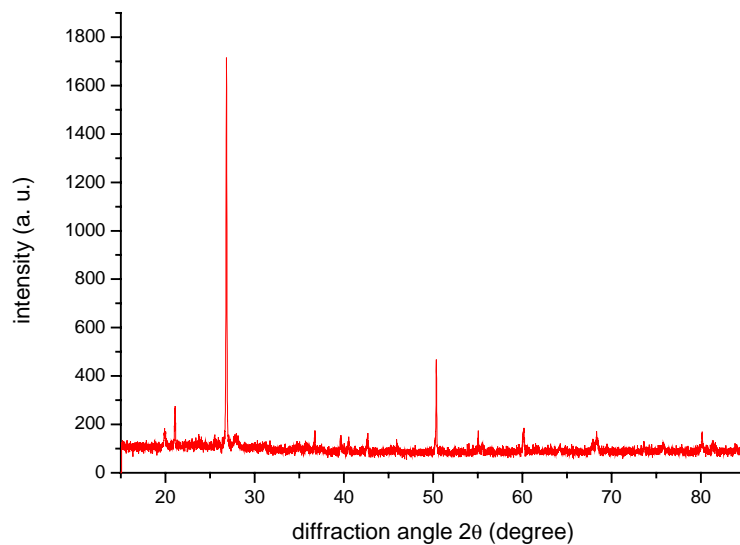
2. Táblázat.

| Minta száma | Effektív krisztallit méret (Å) | Az elemi cella paramétereit |        | Az elemi cella térfogata (Å <sup>3</sup> ) |
|-------------|--------------------------------|-----------------------------|--------|--|
|             |                                | a (nm)                      | c (nm) |  |
| 5-2-1       | 1245,9                         | 4,9070                      | 5,4009 | 112,624                                    |
| 5-2-2       | 1516,3                         | 4,9137                      | 5,4021 | 112,968                                    |
| 5-2-3       | 1677,4                         | 4,9216                      | 5,3960 | 113,193                                    |
| 5-2-4       | 430,2                          | 4,8932                      | 5,4076 | 112,190                                    |
| 5-2-5       | 440,5                          | 4,9151                      | 5,4091 | 113,168                                    |

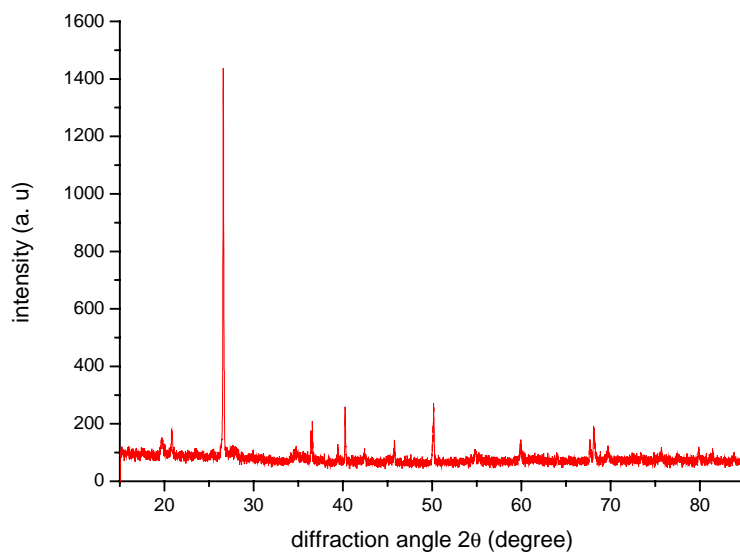
3. Táblázat



5-2-1 minta



5-2-2 minta



5-2-3 minta

### Köszönetnyilvánítás

Elsősorban köszönetet szertének mondani a *Szatmári Történelmi Múzeumnak*, mert rendelkezésemre bocsátották a mintákat, megfelelő történelmi háttérrel biztosítva ezzel a kutatásnak, valamint *Dr. Gindele Róbertnek*, aki megfelelő történelmi adatokkal látta el kutatócsoportunkat.

Továbbá, köszönetnyilvánításomban kiemelném **Horváth Zoltán** munkásságát, tanácsait, amivel hozzájárult e munka létrejöttéhez.

## **Bibliográfia**

1. R. Martineau, A.-V. Walter-Simonnet, B. Grobéty, M. Buatier: *Clay Resources And Technical Choices For Neolithic Pottery (Chalain, Jura, France): Chemical, Mineralogical And Grain-Size Analyses*, *Archaeometry* 49, 1,23–52, 2007
2. Robert Gindele, *Așezarea din epoca romană de la Tășnad- Sere*, **2007**
3. Gubicza Jenő, Zsoldos Lehel, *Röntgendiffrakció*
4. W. Kraus, and G. Nolze, G. “PowderCell for Windows”, Version 2.3, Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany, **1999**.
5. J.G.M. van Bercum, A.C. Vermeulen, R. Delhez, T.H. de Keijser and E.M. Mittemeijer, *J.Appl. Phys.*, 27 345-353, **1994**.
6. E. Indrea and Adriana Barbu, *Appl. Surf. Sci.*, 106 498-501, **1996**.
7. N. Aldea and E. Indrea, *Comput. Phys. Commun.*, 60 155-159, **1990** .
8. Fong, C.;Kennedy, B.J.;Elcombe, M.M. *Zeitschrift fuer Kristallographie* (1994) **209**, 941-945 ; PDF 44-142.