

RÉGÉSZETI MIKROÁSVÁNYTAN - MIKROÁSVÁNYOK A RÉGÉSZETI KERÁMIÁKBAN, A MÓDSZER LEHETŐSÉGEI ÉS KORLÁTAI

MICROMINERALOGY IN ARCHAEOLOGICAL CERAMICS – OPPURTUNITIES AND CONSTRAINS OF ANALYTICAL METHODS

JÓZSA SÁNDOR¹; SZAKMÁNY GYÖRGY¹; OBBÁGY GABRIELLA¹; KÜRTHY DÓRA.^{1,2}

¹ELTE FFI Közettan-Geokémiai Tanszék, Budapest

²Kuny Domokos Múzeum, Tata

E-mail: sandor.jozsa@geology.elte.hu

Abstract

The most frequent archaeological artifacts are the ceramic remnants. Production of earthenware was common activity in the past. The raw materials for ceramics were continuously collected by potters. They travelled great distances for good quality material when it was necessary. Modest potteries were made usually of local, often lower quality materials. In favored situations the raw material was prepared from one kind of material, but in most of the cases two or more different originated materials were mixed, or if it was necessary temper was added to the clay. The latter identification of raw materials of archeological ceramic fragments only by traditional petrographic methods is not or only partly possible because of the finegrained nature of potteries. In this case the micromineralogy, or rather its branch the heavy mineral analysis can come into view. This discipline deals with the determination of so called accessory minerals, appearing usually in small quantity and size in many different rock types, and with disintegrated more dense rock forming minerals.

In this work beside the introduction to the traditional micromineralogical sample preparation and investigation methods we try to present the modern mineral determination methods adopted in micromineralogy. We are highlighting the benefits, disadvantages and possible role of heavy mineral determination methods in ceramic archaeometry. The methods described are represented by two heavy mineral case studies, the first one is on Iron Age ceramics from south Hungary, the second one is on Roman age Istrian ceramic sample series.

Kivonat

A régészeti feltárások leggyakoribb leletei a kerámia töredékek. A kerámia készítés a neolitikumtól a közelmúltig szinte mindennapos dolog volt. A készítésükhöz szükséges nyersanyagokat a fazekasok folyamatosan gyűjtötték, a jó nyersanyagért akár nagyobb távolságokat is hajlandók voltak megtenni. Az egyszerűbb edényekhez azonban inkább helyi, gyakran gyengébb minőségű anyagokat használtak föl. A nyersanyagot ritkábban, szerencsés adottságú helyeken egyféle anyagból, az esetek nagy többségében azonban többféle agyag keverésével állították elő, illetve szükség esetén soványító anyagot keverték hozzá. A cserép leletek nyersanyagának utólagos azonosítása kizárólag hagyományos petrográfiai módszerrel a kerámiák finomszemcsés jellege miatt általában nem, vagy csak részben lehetséges. Ekkor kerülhet előtérbe a mikroásványtan, illetve annak részterülete a nehézasvány vizsgálat, amely főleg a kőzetekben általában kis mennyiségben és méretben megjelenő ún. akcesszórius, vagy más néven mellékes ásványok, illetve az elaprózódott, nagyobb sűrűségű főbb kőzetalkotó ásványok meghatározásával foglalkozó tudományág.

Munkánkban a hagyományos mikroásványtani vizsgálatok mintaelőkészítési és vizsgálati módszerei mellett bemutatjuk az újabban alkalmazott ásványvizsgálati módszerek nyújtotta lehetőségeket is ezen a tudományterületen. Rávilágítunk a különböző nehézasvány vizsgálati módszerek előnyeire és hátrányaira, és a kerámiakutatásban betölthető szerepükre. Két esettanulmány révén, egy vaskori hazai és egy római kori isztriai mintasorozat nehézasvány vizsgálati eredményeinek bemutatásával szemléltetjük az ismertetett módszereket.

KEYWORDS: MICROMINERALOGY, HEAVY MINERALS, SAMPLE PREPARATION, ARCHAOMETRY, CERAMICS

KULCSSZAVAK: MIKROMINERALÓGIA, NEHÉZÁSVÁNY, MINTA-ELŐKÉSZÍTÉS, ARCHEOMETRIA, KERÁMIA

Bevezetés

A mikroásványtan fogalma

Mikroásványoknak a kőzetekben vagy mesterséges anyagokban (mint pl. a kerámia) előforduló, nagyon kisméretű, általában 250 μm -nél kisebb elegyrészeket nevezzük. Ez a megnevezés megtévesztő lehet, mert nemcsak az ásványokat soroljuk a mikroásványok közé, hanem – különösen a kerámiák mikromineralógiai vizsgálata során fontossá válható - egyéb alkotórészeket is (pl. ősmaradványok vagy recens élőlények maradványai, szerves eredetű anyagok, mesterséges eredetű anyagok (pl. üveg)). A finomszemcsés kőzetek ásványai esetében akár az összes kőzetalkotó ásvány ebbe a méretkategóriába tartozhat. A mikroásványok között a legtöbbször csak kis mennyiségben (általában 5% alatti, de gyakran csak néhány tized vagy század %-ban) előforduló ún. akcesszórius (mellékes és járulékos) ásványoknak (pl. turmalin, cirkon, stb., a legfontosabb nehézásványok tulajdonságait lásd Mange & Maurer, 1991) van igazán nagy jelentősége. Ezek jelentősen több információt árulnak el a kőzet eredetéről vagy képződési körülményeiről, mint a nagy mennyiségben előforduló azon ásványok, amelyek általánosan elterjedtek a kőzetekben (pl. kvarc, földpátok). Ezeknek a kis mennyiségben előforduló akcesszóriáknak a sűrűsége is nagyobb, mint a nagy mennyiségű lényeges elegyrészeké (általában 2,9 g/cm^3 feletti), ezért ezeket nehézásványoknak is nevezik. A mikroásványok hagyományos és elterjedt vizsgálati módszere a mikromineralógia, amellyel a – megfelelő minta előkészítés során (ld. később) leggyakrabban a 63-125 és a 125-250 μm közötti mérettartományba tartozó ásványszemcséket elemezzük.

A mikromineralógiai vizsgálati módszert elsősorban a geológiai anyagfeldolgozás során alkalmazzák, de számos egyéb területen is használják. Ezt jól példázza „Developments in Sedimentology” sorozat 58. kötete (Mange & Wright eds. 2007), amely több, mint ezer oldalon, a mikromineralógia alkalmazásának szinte minden területéről közöl modern szemléletű tanulmányokat. A sziliciklasztos és vulkanoklasztos, ritkábban egyéb üledékes kőzetekben előforduló mikroszkópos méretű törmeléksejtek (ásványok vagy finomszemcsés közettörmelékek) meghatározásával a lepusztulási területről adhat fontos információkat (pl. Durn et al. 2007). Ezen túlmenően a lepusztulási területről történt szállítás, illetve az üledék lerakódása után a kőzetté válás (diagenezis) eseményeiről is informálódhatunk (Morton & Hallsworth 2007, Turner & Morton 2007, van Loon & Mange 2007). A rétegtani vizsgálatoknál az egymásra települő rétegek lepusztulási területében történő változások nyomon

követésében értek el jelentős eredményeket (Schneiderman & Chen 2007, Weissbrod & Bogoch 2007). Mindemellett a nyersanyagkutatásban is nagyon eredményesen alkalmazható (pl. a torlatokban felhalmozódott nyersanyag meghatározásában, érces területek kutatásában) (pl. Pirkle et al. 2007). Környezetvédelmi munkák során a káros és mérgező anyagok esetében a toxikus szemcsék vagy az azokhoz kapcsolódó ásványszemcsék kimutatásában szintén hasznos módszer. Sőt, a bűnüldözésben nagyon eredményesen használható a helyszín azonosításában (Palenik, 2007, Isphording 2007). Az egyes mikroásványok elektron-mikroszkóppal történő ásványkémiái összetételének meghatározásával és a provenancia meghatározásával Morton foglalkozott elsősorban (Morton 1985a, 1985b, 1991, Morton & Hallsworth 1994, Mange & Morton 2007)

A módszer archeometriai felhasználása során a régészeti leletanyagokat tekintve egyrészt a köeszközök provenancia kutatásában, de legfőképpen a kerámiák nyersanyagának eredet meghatározásában lehet jelentősége (pl. Gassner & Sauer 2002, Mange & Bezecsky 2007, Bong et al 2010, Sauer 2013). Ugyanakkor azt tapasztaljuk, hogy a régészeti anyagok vizsgálatában a hagyományos mintaelőkészítési (ld. később) módszerekkel végzett mikromineralógiai vizsgálatok kevésbé elterjedtek. Ennek két oka van:

1) Egyrészt roncsolásos vizsgálat, amelyhez ráadásul viszonylag jelentős mennyiségű anyag szükséges, hogy megbízható eredményeket kapjunk, és ez régészeti leletanyagok esetében általában nem kivitelezhető (nincs elég anyag, nem lehet, vagy csak kismértékben lehet roncsolni)

2) A minta-előkészítés nagyon munka- és időigényes, és amennyiben sok mintából van szükség mikromineralógiai vizsgálatokra, akkor a feldolgozás és az eredmények értelmezése időben jelentősen elhúzódhat.

Ugyanakkor a mikroásványok meghatározása nagyon fontos a kerámia nyersanyagok származásának meghatározásában, sőt gyakran a kerámiagyártás technológiai körülményeinek rekonstruálásában is, ez utóbbi esetben például a nyersanyagkeverést illetően számíthatunk jelentős információkra. A minőségi meghatározáson túl a nehézásványok mennyiségi viszonyai is fontos információt jeleznek. A továbbiakban a teljesség igénye nélkül néhány példát felsorolunk a mikromineralógia kerámiakutatásban történt alkalmazásáról. Gassner & Sauer (2002) munkájában Kr.e. 6 század végi-5. századi dél-italiai kerámiákat valamint a környező agyagos, üledékeket vizsgálták sikeresen petrográfiai és mikromineralógiai módszerekkel, abból a célból, hogy a helyben készült és az import kerámiákat

elkülönítsék egymástól. Bong et al. (2010) kora- és középbronzkori kerámiákat vizsgált a törökországi Kaman-Kalehöyük lelőhelyről, amelynek során megállapította, hogy a nehézásványok között nagy mennyiségben előforduló amfibol változatok voltak a legalkalmasabbak a provenancia meghatározására. Hasonló eredményre jutott korábban Freestone és Middleton (1987), akik DK Angliában fellelt vaskori kerámiákban soványító anyagként előforduló amfibol változatok elemzésével feltételezték, hogy azok a Massif-Centralból származnak. Az Ephesosban fellelt római kori amphorák és a lelőhely közelében előforduló, kerámiagyártásra felhasználható üledékek részletes mikromineralógiai és petrográfiai vizsgálatát Sauer (2013) végezte. Ennek során, az Ephesosban fellelt számtalan típusú római amphorából készült nehézásvány-összetételét közölte. Az isztriai, Dressel 6B amphorák nehézásványait Mange és Bezeczy (2006, 2007) vizsgálata, amelynek folyamánként Obbágy és munkatársai (2014) Isztriáról gyűjtött terra rossa és flis, mint feltételezett nyersanyagként a nehézásvány-összetételét vizsgálta és hasonlította össze az amphorákban előforduló nehézásványokkal (ez utóbbiról részleteket ld. később az erről szóló esettanulmányban).

A kerámiák mikromineralógiai vizsgálata során kiemelkedő fontosságú a kerámia szóba jöhető nyersanyagainak megmintázása és azokkal történő összehasonlítása. Amennyiben lehetőség van rá, akkor érdemes elvégezni a kerámiák mikroásványainak összehasonlítását korabeli paticsokéval, valamint, ha van, akkor a kemenceanyagokéval is.

Ugyanakkor a kerámia vizsgálatok során nagy jelentősége van annak, hogy a vizsgált mikroszkopikus méretű elegyrészek szöveti helyzetét is meghatározzuk, azonban erről a hagyományos mikromineralógiai vizsgálatok során nem kapunk információt, mivel a minta-előkészítés során az egyes szemcséket kiragadjuk a környezetükből. A fenti kérdésre azonban a választ megkaphatjuk, ha a mikromineralógiai vizsgálatokkal egyidőben vékonycsiszolatos petrográfiai mikroszkópos elemzéseket is végzünk (ld. később).

A hagyományos mintán végzett vékonycsiszolatos, elektronmikroszkópos és egyéb nagy műszeres vizsgálatoknak nagy előnye a részletekbe menő pontosság. Esetükben csak az jelent hátrányt, hogy a nagyon pontos vizsgálati eredmény általában az adott mintának egy nagyon kis területéről származik és csak akkor vonatkoztatható a teljes megismerni kívánt anyagra, ha az rendkívül homogén. Ez a természetes anyagok nagy többségénél, de még a mesterséges anyagoknál sincs így. Ezzel szemben a mikroásványtanban szokásos minta előkészítés során bármekkora

feldolgozható mennyiségű mintából reprezentatív dúsítmányt készíthetünk. Így a vizsgálati eredményeink jobban tükrözhetik a vizsgált anyag egészének a tulajdonságait.

Ahogy a bevezetőben említettük, a hagyományos minta előkészítéssel történő mikromineralógiai vizsgálatok régészeti leletanyagok vizsgálata során nem minden esetben valósíthatók meg. Ennek ellenére a mikroásványok, különösen a nehézásványok minél pontosabb minőségi és mennyiségi meghatározása nagyon fontos információkat szolgáltat a nyersanyag származását tekintve. Éppen ezért, amennyiben nincs lehetőségünk a részletes, mindenre kiterjedő mikromineralógiai vizsgálat lefolytatására, akkor is figyelmet kell szentelnünk a mikroásványokra, és lehetőleg pontosan meghatározni ezeket.

A cikk célja: bemutatni a mikroásványok meghatározásának különböző szintű módszereit, és példákon keresztül bemutatni, hogyan és miként segíthet az archeometriai anyagok közül a kerámiák feldolgozásában. Kitérünk a teljes körű vizsgálat mintá előkészítésének részletes bemutatására, de arra is, hogy amennyiben azt nem áll módunkban elvégezni, azt milyen leegyszerűsített vizsgálatokkal pótolhatjuk. Ezek közül új módszernek számít a vékonycsiszolatból történő elektronmikroszkóppal végzett SEM-EDX vizsgálat, amely alkalmazásra hasonló példát eddig nem találtunk az irodalomban. Emellett kitérünk a különböző szintű vizsgálatok előnyeinek és korlátainak a bemutatására is.

A minta-előkészítés és vizsgálati módszerek összefoglalása

A mikroásványok megfigyelését és vizsgálatát két egymástól teljesen különböző fő mintaelőkészítési módszer szerint csoportosíthatjuk. A különböző anyagvizsgálati módszereket (fény- és elektronmikroszkópia, Raman spektroszkópia) a kétféle módon előkészített anyagokon egyaránt lehet alkalmazni:

1) Vékony-, vagy felületi csiszolat, esetleg *tört, kevésbé vagy nem megmunkált felület* vizsgálata. A minta előkészítés során néhány cm²-es vágásos roncsolást végzünk, melynek során a levágott darab szinte teljesen felhasználásra kerül (vékonycsiszolat), vagy egészben meg is maradhat (szelet felületi csiszolata), de kisebb darabok felületét roncsolásmentesen is vizsgálhatjuk. Ezeknek a mintaelőkészítési módszereknek az az előnye, hogy a vizsgált anyagban lévő elegyrészeket eredeti szöveti helyzetükben tartjuk meg. Nemcsak megfigyelhetjük különböző tulajdonságaikat, meghatározhatjuk összetételüket és szerkezetüket, hanem azt is láthatjuk, hogyan kapcsolódnak egymáshoz és képezik együtt az adott összetett egységet alkotó anyagot. Előnyt jelent az

is, hogy a vizsgált anyagban lévő alkotórészek a teljes mérettartományban rendelkezésünkre állnak, és csak a vizsgálati módszer lehetőségei szabnak méretbeli határokat. Mindemellett, mint korábban említettük, hátrányt jelent a kis vizsgálható mintaterület (egy sík felületen kb. 0,5-4 cm²) és mintatömeg (néhány mikrogramm), tehát vizsgálataink csak annyira lehetnek reprezentatívak, amennyire a mintadarab vizsgálható része az.

2) Hagyományos minta előkészítés – Ennek során a lehető legnagyobb mennyiségű anyag aprításával teljes roncsolást végzünk. Soklépéses, bonyolult, munka-, idő- és drága vegyszer igényes minta előkészítéssel kapunk olyan anyagot, amelyben már csak a megfelelő méretű (általában 63-250 µm) szemcsék vannak jelen. Ennek a mintaelőkészítési módszernek az az előnye, hogy nagy tömegű mintából nyeri ki a szemcséket. Ennek köszönhetően megtalálhatók köztük azok a szemcsék is, amelyek ritkák és/vagy fontos ismereteket hordoznak (informatívak), és az előzőleg ismertetett mintaelőkészítési módszerrel csak kis mennyiségben, vagy egyáltalán nem találkozánk velük megfelelő mennyiségben és minőségben. Az így kinyert szemcsék száma a néhány százat el kell, hogy érje, de akár több ezer, vagy tízezer is lehet, ami az anyagot már statisztikai vizsgálatok elvégzésére is alkalmassá teszi. Az előkészítés során kapott finomszemcsés maradék anyag (63 µm alatt) más vizsgálatokhoz (pl. XRD) felhasználható. Emellett viszont, mint korábban írtuk, hátránya ennek a mintaelőkészítésnek a nagy mennyiségű mintaanyag, munka-, idő- és pénzigény, a teljes roncsolás és a szemcsék szöveti viszonyainak elvesztése. Kerámiák esetén pl. egy-egy kisebb töredék esetében ez a módszer nem valósítható meg, és azt is figyelembe kell venni, hogy több, egymással nem összeillő töredéket nem szabad egy mintaként összevontan kezelni.

Mikroásványtani vizsgálatokat számos, a geológiai anyagvizsgálat terén használatos módszerrel végezhetünk, ezek közül a legalapvetőbbek a következők:

A két különböző módon előkészített mintatípusok közül a vizsgálandó tárgyról levágott szelet vékonycsiszolatát és a mikroásványok beágyazott szemcséit számos geológiai anyagvizsgálati módszerrel azonos módon lehet vizsgálni a korábban felsorolt hátrányok és előnyök megléte mellett. Ide sorolhatók egyebek mellett a *fénymikroszkópos* (SM-sztereo mikroszkóp, PM-petrográfiai mikroszkóp, OM-ércmikroszkóp), *elektronmikroszkópos* (SEM-EDX), *elektron mikroszondás és Raman spektroszkópos* vizsgálati módszerek. Ha csak nagyobb vastagságú anyagrészt (levágott szelet, kisebb mintadarab) polírozott sík felülete áll rendelkezésre, és a mérete nem túl nagy, az átvilágító petrográfiai fénymikroszkópos módszerrel kívül az összes előbb felsorolt módszer

ugyanúgy alkalmazható. Ugyanilyen jellegű, de nem csiszolt-polírozott, hanem természetes tört felület esetében már csak a sztereo mikroszkópos és az elektron mikroszkópos vizsgálati lehetőségek maradnak.

A hagyományos mikromineralógiai vizsgálatok minta-előkészítése, a vizsgálat menete

A hagyományos mikromineralógiai vizsgálatok során a vizsgálandó anyagból a megfelelő mérettartományú részleg elkülönítése után sűrűség szerint fizikailag elkülönítjük az ún. nehéz- és könnyű frakciókat.

A minta-előkészítés menete

- a minta kiválasztása (nehézasvány arányok, reprezentativitás stb.)

A minta előkészítése előtt tájékozódunk kell arról, mennyi kinyerhető nehézasvány várható az adott anyagból, hiszen ettől fog függeni, mennyi anyagot kell felhasználnunk a vizsgálatához. A természetes kőzetek közül a kristályos (magmás és metamorf) kőzetek általában viszonylag nagyobb mennyiséget (legalább a teljes kőzet 5 %-a, de gyakran több 10 %-a) tartalmaznak nehézasványokból, a törmelékes üledékes kőzeteknél ez a szám leggyakrabban 1-5 % között mozog. A mészkőzeteknél, kovakőzeteknél és agyagkőzeteknél ez a szám jóval 1 % alatt marad, de bizonyos esetekben előfordulhat, hogy egyáltalán nem tartalmaznak megfelelő méretű oldhatatlan nehézasvány szemcséket. A kerámiák fő nyersanyaga az agyag, ami az előbbieknél megfelelően nagyon kevés 100 µm körüli szemcsét tartalmaz. A kerámiák nyersanyagában azonban mindig található kisebb-nagyobb mennyiségben (kb. 1-30 %) természetesen benne lévő, vagy mesterségesen hozzáadott törmelék, ami a fentiek szerint általában nehézasványban gazdagabb (1-5 %). Mindezek figyelembevételével választjuk meg a mintamennyiséget.

A nehézasvány vizsgálatok egyik fő célja a vizsgálandó, finomtörmeléket tartalmazó anyagok forrásanyagainak azonosítása és azok származási helyeinek meghatározása. Ha csak az előbbire, tehát az összetevők eredeti anyagára vagyunk kíváncsiak (pl. egy homokkő esetén milyen kőzetek lepusztulásából származnak a homokszemcsék, vagy egy kerámia esetén milyen kőzet törmelékét vagy homokot használtak a soványításhoz, illetve milyen nehézasványokat tartalmazó agyagos üledéket használtak a kerámiakészítés során), leginkább csak a vizsgálandó anyag változékonyságát kell figyelembe vennünk a mintakiválasztásnál. Egyveretű, egyivású mintasorozat esetén például, ahol nem várható különbség a forrásanyagokban, az össz mintaszám és a minták egyéb szempontok szerinti tagoltsága (homokkőnél pl. a főbb rétegek száma, vagy

kerámiáknál pl. a korbesorolás, vagy edénytípusok száma) szabja meg, hány mintát választunk ki vizsgálatra és tekintünk reprezentatívnak a teljes anyag mikromineralógiai jellemzéséhez. Ha vizsgálati anyagaink egyes csoportjai jól láthatóan különböző összetevőkből származnak, akkor az egyes csoportokat külön kezelve kell az előbbiektől szerinti mintakiválasztást elvégezni.

Amennyiben a forrásanyagok származási helyére vagy kerámiák esetében a felhasznált nyersanyag(ok)ra is kíváncsiak vagyunk, sokkal összetettebb a feladat. Az előzőekben leírtak mellett meg kell ismernünk a lehetséges forrásterületek / nyersanyagok lehetséges forrásanyagait is. Ezt szakirodalmi tájékozódással kezdjük, majd a lehetséges forrásterületen található potenciális forrásanyagok terepi felkutatásával és mintavételezésével folytatjuk. Ebben az esetben a mintakiválasztást a vizsgálandó anyagok és lehetséges forrásanyagok együttes áttekintésével végezzük.

- dokumentálás (folyamatos fényképezés, tömegmérés)

A mikroásvány vizsgálatok során folyamatos adatrögzítésre, dokumentálásra van szükség. A terepi mintavételezéskor pl. úgy kell az adatokat képileg és írásosan is rögzíteni, hogy a minta megtalálási helyét, környezetében elfoglalt helyzetét, megjelenési módját, eredeti tulajdonságait, mennyiségi adatait bármikor vissza lehessen keresni. A laborműveletek során a minta egészét és utána minden elkülönített részét, valamint az elkülönítés módját és a minta előkészítésnél használt anyagokat is pontos mennyiségi mérésekkel kell dokumentálni (tömeg meghatározás), ezen kívül a mérési körülményeket, valamint a használt eszközök, műszerek típusát, paramétereit is fel kell jegyezni.

- szennyeződés letisztítása, roppantás, törés, aprítás, porítás, bomlasztás

Mintáinkat az anyagvizsgálati műveletek megkezdése előtt teljesen meg kell szabadítanunk minden idegen anyagtól, szennyeződéstől, akár a minta kismértékű vesztesége árán is.

Minta-előkészítés szempontjából megkülönböztetünk könnyen szétomló, puha és nem széteső, kemény anyagokat. Az első lépéseket csak a kemény anyagokon kell végrehajtani, amivel el kell érünk, hogy a lehető legapróbb, de még természetes egészésként felismerhető alkotóelemeire (ásvány, növényi vagy állati maradvány, üveg stb.) bomoljon szét az anyag, de ne keletkezzen fölöslegesen sok 50 µm-nél kisebb szemcseméretű finom por. A bomlasztáshoz (deaggregálás) alkalmazott módszert a minta anyaga határozza meg. *Kristályos kőzeteknél* csak a fizikai erővel történő durva roppantás és törés (néhány mm-es

mérettartományig), vagy finomabb aprítás, porítás (1-2 tized mm-ig) vezethet eredményre, amelyeket kézi erővel (pl. kalapácsos törés vagy mozsaras aprítás), vagy gépi módszerekkel (pofás törő) végzünk. A kemény anyagok legkíméletesebb bomlasztását sorozatos (legalább 20-30-szor váltakozó) fagyasztás-kiengedés/felolvasztás módszerével végezzük, de ez nem minden anyag esetén (pl. nem porózus kemény kőzetek) vezet eredményre. A *mész-kőzeteknél* a kőzet alapját képező, szempontunkból érdektelen mészsanyagot (pl. kalcit, dolomit) lehetőleg olyan kémiai módszerrel távolítjuk el, ami a számunkra fontos ásványszemcséket megkíméli (pl. híg sósavas, ecetsavas oldás). A *kovás alap- vagy kötőanyagú kőzetek* kovaanyagú mátrixát, vagy az erősen kövesedett agyagkőzeteket általában folyssavval (HF) oldhatjuk fel, de a kovaanyagot sokkal nehezebb úgy eltávolítani, hogy az esetleg benne lévő nehézásvány szemcsék ne oldódjanak fel. Minden esetben, ha savval oldunk, számolni kell azzal, hogy esetlegesen nem csak a kötőanyag, hanem a savban jól oldódó törmelékeny szemcsék is feloldódhatnak (pl. az apatit). Ha oldással nem megoldható a mátrix eltávolítása, végső esetben a kovás, vagy a hasonlóan kemény kőzetté vált, vagy átalakult (metamorf) agyagkőzeteknél is alkalmazhatjuk a törés, porítás módszerét. A nem konszolidált *agyagok* mátrixát vízben való áztatással oldjuk híg szuszpenziót képezve, amit aztán leöntünk a számunkra hasznos szilárd szemcsékről. Ezt az ún. iszapolást különböző adalékanyagokkal segíthetjük, gyorsíthatjuk, amelyek a szerves anyag oldását is segíthetik (pl. hidrogén peroxid, acetón). Ezekben az esetekben a maradék anyagunk (ún. oldási maradék és iszapolási maradék) elég finomszemcsés lesz ahhoz, hogy további aprítást ne kelljen alkalmazni. Az *égetett cserepek (kerámiák)*, ha jól ki vannak égetve, a nagyon kemény, kovás, vagy metamorf agyagkőzethez hasonlóan viselkednek, míg a gyengén kiégetettek kisebb fizikai ráhatás segítségével vízben áztatva is szétheshetnek.

- mérettartomány kiválasztása, szitálás, mosás, tömegmérések frakciónként

Az előbbi műveletek eredményeképpen elérhetjük tehát, hogy bármely vizsgálandó anyagunk nagyrészt tizedmilliméteres méretű szemcsék laza halmazaként álljon rendelkezésünkre (ha jól végeztük a porítást, kevés finomabb por és a szükségesnél nagyobb szemcse kíséretében).

Ebből a szemcsehalmazból ezek után külön kell választanunk a mikroásványtani vizsgálatokhoz legmegfelelőbb méretű szemcséket. Ez a mérettartomány függ a kiindulási anyagunktól és az alkalmazni kívánt vizsgálati módszertől is, de általában a 125-250 µm és a 63-125 µm közötti tartományokat jelenti. Ebben a kis méretben a szemcsék zöme már nem összetett, hanem egyedi

ásványszemcse, mégis elég nagyok ahhoz, hogy optikai módszerrel meg lehessen őket határozni. Bizonyos esetekben (pl. tufáknál vagy kerámiáknál) előfordulhat, hogy az ennél is kisebb méretű szemcsék között találjuk csak meg a kiszemelt, vizsgálni kívánt szemcsefajtákat (pl. cirkon). Azzal is számolni kell, hogy a különböző vizsgálandó anyagokban a nehézasványok más-más mérettartományban másképpen dúsulnak, tehát a reprezentatív mennyiségi arányok nem mindig ugyanabban a mérettartományban mutatkoznak (Lindholm 1987, Thomas 2007). Ezeket a dúsulási paramétereket, amennyiben fontosak, előzetes szakirodalmi tájékozódással lehet meghatározni.

A szemcseméret szerinti elkülönítéshez szitasort használunk, aminek a kiosztását (lyukméretek megválasztása) a fenti megfontolások alapján választjuk ki. Alapjában véve általában három féle lyukbőségű szitát használunk erre a célra: a 63, a 125 és a 250 μm -es szitákat. A teljes kiindulási anyag, valamint a szitálás utáni egyes szemcseméret tartományokba eső anyagrészek tömegét is nagy pontosságú (tized mikrogramm) mérlegen megmérjük, az adatokat rögzítjük.

Nagyon fontos, hogy a kiválasztott sziták teljesen tiszták legyenek, azaz egyetlen egy – esetleg korábbi mintából - beragadt szemcse se legyen a szövetben. Szitálás előtt ezért víz alatti ultrahangos tisztítást kell végezni. Ez, különösen a finomabb szitáknál, nem biztos, hogy elsőre megfelelő eredményt hoz, ezért szükség lehet a tisztítási folyamat megismétlésére akár forró vízzel és különböző síkosító szerek használatával is.

Ha az anyagunk kevés agyag méretű szemcsét tartalmazó homok, ami jól kiszáradt, először száraz szitálást alkalmazunk. Az egymásra rakott, felülről lefelé finomodó szitasoron végigrázzuk szemcséinket. Ezután folytatjuk a rázást egyidejűleg bőségesen adagolva a vizet a felső szitába. Az átmosást addig folytatjuk, amíg az alsó szitából kifolyó és felfogott víz teljesen tiszta nem lesz. Ekkor a szitákat levesszük egymásról és kiszárítjuk (ne alkalmazzunk 60°C -nál nagyobb hőt, mert a szita cinezése elengedhet). Tapasztalni fogjuk, hogy a száraz anyagot tovább szitálva újabb szemcsék hullanak alá minden frakcióból, ezért a műveletet az újra felépített szitasoron száraz szitálással fejezzük be. Az egyes szitákon maradt szemcséket külön edényekbe gyűjtjük.

- nehézasvány leválasztás (módszerek, sűrűség értékek, tömegmérések)

A szitálással kinyert két fő mérettartományba tartozó (63-125 és 125-250 μm -es, de megőrizve a 63 μm alatti és 250 μm fölötti anyagot is) száraz, pormentes, tiszta, homok megjelenésű törmelék részlegek különböző sűrűségű, mágnesezhetőségű, alakú, színű, átlátszóságú stb. szemcsékből tevődnek össze.



1. ábra: A nehézasvány leválasztáshoz használt felszerelés: állványzat, leválasztó edény, szűrőpapír, üvegtölcsér, gyűjtőedény, nehéz folyadék (bromoform) a leválasztó edényben és a barna üvegben

Fig 1.: Equipment for heavy mineral separation: stage, separating funnel, filter, glass cone, receptacle, heavy liquid (bromoform, in separating funnel and dark bottle)

Nagyon sokféle módszer létezik a szemcsék különböző tulajdonságok szerinti szétválogatására, dúsítására, szeparálására (flotálás, rázatas, vízben áramoltatás, magneto-hidrosztatikus lebegtetés stb.). A nehézasványok sűrűség különbségen alapuló kinyerésének egyik széles körben alkalmazott, kis anyagmennyiségek esetén leginkább elterjedt módszere a *nehézfolyadékos* leválasztás. Ennek elvi alapja az, hogy ha a szemcséket egy erre a célra kifejlesztett leválasztó-tölcsérben (**1. ábra**) olyan folyadékba tesszük, amelynek sűrűsége a nehéz és könnyű ásványok sűrűséghatára esik ($\sim 2,8-2,9 \text{ g/cm}^3$), akkor abban a nagyobb sűrűségűek („nehézebbek”) lesüllyednek, a kisebb sűrűségűek, vagyis a „könnyebbek” fölúsznak a folyadék felszínére.

Megvárva a teljes szétválást (ami mintegy 1-2 óra alatt végbemegy), a leválasztó edény alján összegyűlt „nehéz” szemcséket az alul lévő kifolyó csapon keresztül egyszerűen leeresztjük és felfogjuk egy edényben. A felúszott, maradék „könnyű” szemcséket egy következő leeresztéssel nyerjük ki. Nehézasvány leválasztásnál mind a kiindulási anyag, mind a nehéz és könnyű frakció tömegét lehetőleg tized mikrogramm pontossággal le kell mérni.

A nehézasvány leválasztáshoz sokféle nehézfolyadék szerezhető be: vannak egészségre nem veszélyesek, illetve mérgezőek, állandó, változtatható, vagy különlegesen nagy sűrűségűek, olcsóbbak és nagyon drágák (**1. táblázat**).

1. táblázat: A nehézasvány leválasztáshoz leggyakrabban használt nehézfolyadékok főbb adatai; + = mérgező, – = nem mérgező

Table 1.: Main characteristics of the frequently used heavy liquids. Legend: + = toxic, – = non toxic; alkohol = alcohol; víz = water

	nehéz folyadék / heavy liquid	sűrűség / density (g/cm ³ , 20 °C-on)	mérgezőség /toxicity + / –	főbb oldószere / main solvent
1	Bromoform (tribrómetán, CHBr ₃)	2,89	+	alkohol
2	Tetrabrómetán (acetilén tetrabromid, C ₂ H ₂ Br ₄)	2,96	+	alkohol
3	Metilén jodid (di-jodometán, CH ₂ I ₂)	3,32	+	alkohol
4	Clerici oldat (Tl(CHO ₂) + Tl(C ₃ H ₃ O ₄))	4,24	+	víz
5	Na-polivolfamát (3Na ₂ WO ₄ ·9WO ₃ ·H ₂ O)	1 - 3,1	–	víz

Kis mennyiségű anyagok laboratóriumi körülmények közötti leválasztásához manapság leginkább a *Na-polivolfamátot* használják. Előnye, hogy nem mérgező, vízzel oldható, nem illékony, tág határok között változtatható a sűrűsége és szinte teljes mennyiségben visszanyerhető a leválasztási művelet után, tehát kicsi a használati vesztesége. Hátrányai, hogy elég viszkózus, ami miatt lassan mozognak benne a szemcsék, érzékeny a mész és agyag tartalomra - az agyag és mésztartalmú szemcséket leválasztás előtt el kell távolítani a leválasztandó anyagból -, emellett nagyon drága.

A nehézfolyadékkal különválasztott nehéz és könnyű frakcióból egyes szűkebb szemecsecsoportokat, vagy egyedi ásványokat esetleg egyéb törmelékeket (pl. cirkon, közetüveg, csillámok) további szétválasztási módszerekkel (pl. kézi válogatás, mágneses szeparálás, nagyon nagy sűrűségű nehézfolyadékos leválasztás (pl. Clerici oldat) stb.) lehet elkülöníteni. Erre azonban csak különlegesebb, célirányos vizsgálatok tervezése esetén (pl.: cirkon – U/Pb kormeghatározás, csillámok – K/Ar kormeghatározás, közetüveg – kémiai összetétel meghatározás) van szükség.

- preparátum fajták, készítési módszerek a vizsgálati módszerekhez hangolva

A leválasztáskor használt vegyszerektől teljesen megszabadított, alaposan átöblített, átmosott és kiszáritott szemcséket közvetlenül, egyszerűen csak egy sík hordozó alapra (fényes, kemény, sima papírlap, üveglap, franke cella stb.) rászórva is tanulmányozhatjuk fénymikroszkópi módszerekkel (sztereo mikroszkóp (SM), polarizációs mikroszkóp (PM), ércmikroszkóp (ore microscope) (OM)). Ha azonban a szemcséinket műgyantába beágyazzuk, egyrészt szebb fénymikroszkópi képet kapunk, másrészt a többi, korábban már említett nagyműszeres vizsgálatot is elvégezhetjük az arra

alkalmas preparátumokon. Az ilyen preparátumok készítéséhez nagy türelem, tiszta körülmények, megfelelő szakértelem és gyakorlat szükséges.

A preparátumot úgy kell elkészíteni, hogy a tárgylemezre ragasztott, vagy műgyanta pogácsába beöntött szemcsék sűrűn egymás mellett sorakozzanak, de ne fedjék egymást. Lehetőleg minden egyes szemcse a legnagyobb átmérőjéig legyen lecsiszolva, ezen kívül tökéletes polírozás szükséges, vagyis az egyes szemcsék polírozott felületei egymáshoz képest egy szintben kell legyenek. Az így előállított felületek képezik a szemcsék különféle vizsgálatokkal elérhető részét. Ha tárgylemezre ragasztott szemcséről van szó, a hátoldal felől nézve fénymikroszkópi módszerekkel a szemcsék eredeti felszínformái (kristályalak, tört felszín, felületi oldódási jelenségek stb.) is jól tanulmányozhatók.

A vizsgálat menete, minőségi meghatározás

Sztereomikroszkóp segítségével az egyes szemcsék fő fizikai tulajdonságai (alak, szín, átlátszóság, hasadás, törés stb.) általában jól megfigyelhetők, ami alapján anyaguk is hozzávetőlegesen azonosítható. Nagyobb nagyítású, pontosabb képalkotás és mélyebbre ható optikai vizsgálat (pleokroizmus, törésmutató, kioltási szög, főzónajelleg, interferencia szín, optikai jelleg stb. meghatározása) azonban csak *polarizációs mikroszkóppal* lehetséges. Ezzel a módszerrel pontosabban lehet azonosítani a szemcséket, és jobban megfigyelhetők az ásványszemcsék fizikai tulajdonságai, valamint a bennük esetleg megjelenő átalakulási termékek, könnyen illó- (fluidum), olvadék- és ásványzárványok is.

Az ásványszemcsék nagy részének biztos azonosítását első lépésben *elektronmikroszkóppal*

(SEM-EDX - pásztázó elektronmikroszkóp, energia diszperzív detektor) célszerű végezni. Ezzel a módszerrel a szemcsék elemi összetételét lehet meghatározni és a szövet-szerkezet a fénymikroszkópinál sokkal nagyobb nagyítás (max. kb. 10,000-szeres, 10-15 μm -es szemcsék) mellett figyelhető meg. Hátránya ennek a módszernek, hogy az azonos elemi összetételű, de eltérő szerkezetű ásványok (pl. TiO_2 változatok), illetve a különböző kémiai összetételű, de hasonló összszerkezetű elemekből álló ásványfázisok (pl. turmalin, andaluzit, kianit valamint a földpát és a kvarc) a visszaszórt elektron (BSE) képen azonos szürkeárnyalatot mutatnak, nem különülnek el határozottan egymástól, tehát ezeknek a nehézásványoknak a felismerése nehézségekbe ütközik, azonosításuk esetleges. Ezen kívül bizonyos elemek (a periódusos rendszer elején előforduló a hidrogéntől a bóríg) nem mutathatók ki. Ezekben az esetekben az ásványazonosítás nehéz vagy nem lehetséges.

További lehetőségeket jelent a *Raman spektroszkópia*. Ezzel a módszerrel nem az elemi összetételre, hanem a kristályszerkezetre lehet következtetni, ami olyan ásványoknál is lehetőséget ad a biztos azonosításra, amelyek elektronmikroszkóppal nehezen, vagy egyáltalán nem határozhatók meg (pl. Lenain 2000, Smith & Clark 2004).

A vizsgálat menete, mennyiségi meghatározás

Amennyiben a mintában előforduló ásvány- és egyéb szemcséket sikerült a fenti módszerekkel meghatározni (minőségi elemzés), következhet a mennyiségi elemzés. Ha *nem beágyazott*, hanem csak szórt nehézásvány szeparátum szemcseanyagának mennyiségi összetételét szeretnénk meghatározni, akkor csak a fénymikroszkópos módszerek jöhetnek szóba. Ennél a számolási módszernél az üveglapra vagy fényes sík papírlapra szórt szemcsealmazt - nagy mennyiség esetén csak egy részét - ha lehet, beosztással ellátott vonalba rendezzük (pl. „hótoló módszer” (egyenestől kemény papírlap előre tolása), vagy papír hajtásba rendezés). Ez után a vonal mentén lévő szemcséket a minőségi meghatározás során megállapított kategóriák (pl. ásványfajták) valamelyikébe egyenként besoroljuk, a besorolt összetevőket kategóriánként összeszámoljuk, majd az összes megszámlált szemcsén (lehetőleg min. 200 db) belüli százalékos értékeket kiszámoljuk. Ha nemcsak a nehézásvány-együttes általános jellemzése, hanem a forrásközet behatárolása is célja a vizsgálatoknak, a lehetséges forrásközetek összetevőinek megismerése nélkül a mennyiségi értékelés kategóriáit nem biztos, hogy helyesen választjuk meg. U.i. a forrásközet ismerete nélkül nem tudhatjuk, nehézásvány együttesünk mely összetevőinek milyen szintű ismerete szükséges annak forrásközet összetevőkkel való

azonosításához (pl. egy cserépdarabból kinyert nehézásvány együttesben meghatározott turmalin, egyéb jellemzők nélkül sokféle kőzetből származhat, de egy pontosan jellemzett turmalin (pl. kék magvú, zárványos) már nagyobb eséllyel azonosítható egy bizonyos lehetséges forrásközet turmalinjával).

Ennek a módszernek az a hátránya, hogy számolás után, mivel nem rögzített, hanem ömlesztett szemcsékről van szó, a meghatározások csak a különválogatott egyes szemcséken ellenőrizhetők vissza és a kérdéses szemcsék is csak nehezen vizsgálhatók tovább pontosabb módszerekkel.

A *beágyazott szemcséken* történő mennyiségi elemzés esetén ezek a hátrányok nem jelentkeznek. A tárgylemezre szórt, rögzített szemcséket először fénymikroszkóp alatt vesszük számba. Ha számuk a több százat jelentősen meghaladja, a petrográfiában jól ismert számolási módszereket (pl. vonal menti számolás, sávszámolás) alkalmazzuk. Ha a szemcsék száma a néhány százat nem haladja meg, minden szemcsét számba veszünk. A szemcséket még a számolás előtt egyedi azonosító jellel (pl. sorszámmal) látjuk el (természetesen csak a mintáról készített digitális képen) és egyedileg azonosítható módon határozzuk meg. Így a fénymikroszkópi azonosítás későbbi pontosítása és más módszerekkel (pl. SEM-EDX, Raman spektroszkópia) való kiegészítése minden egyes szemcse esetén megvalósíthatóvá válik.

Kiértékelés

A fenti módszerek alkalmazásával egy olyan sokelemes adathalmazt kapunk egy adott minta, vagy mintasorozat nehézásványairól, amely tartalmazza az ásványfajták neveit, azok fizikai tulajdonságbeli (szín, alak, koptatottság, zárványosság, stb.) és kémiai összetételi különbségei alapján meghatározott alcsoportjait és ezeken belüli mennyiségüket.

Ha a kiértékelés célja csak a nehézásvány-együttes bemutatása és a lehetséges forrásközetekre és a szállítási távolságokra való következtetés, akkor egyrészt ásvány-genetikai csoportokat (forrásközetek körvonalazása), másrészt fizikai és kémiai ellenálló képesség, valamint koptatottság szerinti csoportokat (áthalmazottság mértékének meghatározása) kell kialakítani.

A kiértékelést nagyon megnehezítheti, ha egy kerámia nyersanyaga két vagy több különböző helyről származó anyag keverékéből állt össze, így például, ha soványító anyagot kevertek a felhasznált agyagos nyersanyaghoz. A kevert, soványított nyersanyag eltérő származású összetevőinek nyomozásánál a nehézséget az okozza, hogy a kerámiából hagyományos módszerrel kinyert nehézásványokat nem származási hely szerint csoportosítva, hanem

ömlesztve, keverten kapjuk meg. Ebben az esetben a lehetséges forrásközetek nehézasványjaival való összevetéskor megkülönböztető figyelmet kell fordítani a nehézasványok fizikai tulajdonságaira (alak, koptatottság, zárványosság, stb.). Emellett ugyanazon mintasorozatból származó több minta esetén a különböző ásványfajták mennyiségi adatai között fennálló korrelációs viszonyokat is érdemes vizsgálni. Ebből a nehézasványok származási helyének azonosságára vagy különbözőségére lehet következtetni.

A nehézasványok származási közetek szerinti szétválasztása legegyszerűbben a csiszolatos nehézasvány meghatározási módszer alkalmazásával valósítható meg. Ehhez olyan mintadarabokat kell találni, amelyekben a különböző helyekről származó egyes összetevők (pl. alapagyag, soványításhoz használt közetdarabok) megfelelően nagy méretben elkülönülten (pl. keveretlen agyagsomók és/vagy közetzárványok formájában) jelennek meg. Az ilyen kerámiák csiszolatában feltárt közetzárványokban megjelenő nehézasványok már bizonyosan csak az adott zárványok által képviselt egyes forrásközetek nem keveredett nehézasvány-együttesét tartalmazzák, vizsgálatukkal tehát az egyes forrásközetek nehézasvány spektrumát ismerhetjük meg.

Ha a lehetséges forrásközetekből összehasonlító adatsorok állnak rendelkezésünkre (akár szakirodalmi gyűjtőmunka, akár saját nehézasvány vizsgálat eredményeképpen), az előbb felvázolt következtetéseinket részletes összehasonlító értékeléssel egészíthetjük ki. Ennek során akár az egyes ásványok szintjén is pontos azonosítást végezhetünk, és végső soron azonosíthatjuk a kérdéses eredetű nehézasvány-együttes forrásközeit és származási helyét.

Egyszerűsített mikroásvány vizsgálatok

Mitévők legyünk, ha az előzőekben leírt hagyományos nehézasvány vizsgálatokat nem szeretnénk (pl. időhiány), vagy nincs lehetőségünk (pl. nem roncsolható nagymértékben a minta) elvégezni, de szükség lenne mikroásványtani ismereteket szerezni a mintáinkról? Ebben az esetben az „A minta-előkészítés és vizsgálati módszerek összefoglalása” c. fejezet első pontja alatt leírt mintaelőkészítési módszerek közül kell a legmegfelelőbbet kiválasztani, mérlegelve az ott leírt előnyöket és hátrányokat is.

A legszélesebb körű lehetőségeket a vékonycsiszolatos minta-előkészítés kínálja. Ez esetben mindazon vizsgálati lehetőségek rendelkezésünkre állnak, amelyeket a klasszikus nehézasvány vizsgálatoknál a beágyazott mintákon alkalmazhatunk. A módszer előnyei és hátrányai az előbb említett fejezetrészben részletesen olvashatók.

Gyakorlati példák, esettanulmányok

Regöly

Regöly a Dunántúlon, Tolna megye északi részén, a Kapos és a Koppány folyó összefolyásánál található kis település. A falu belterületén fekvő Strupka-Magyar birtokon lévő egykori halom maradványainak feltárása 2011 kora tavaszán kezdődött meg. A régészeti leletek (kerámiák, fém leletek, csontfaragványok) alapján a halmot az i.e. 7. század (vaskor) utolsó harmadában emelhettké a pannonok törzsi vezetőjük sírjaként. A regölyi halom felépítéséhez hasonló szerkezetet Közép-Ázsiából, a frigiai Gordionból ismerünk. Az előkerült nagy mennyiségű kerámialelet régészeti tipológia alapján igen változatos képet mutat: egy része a Hallstatt C időszak végéhez köthető, másik része azonban inkább az i.e. 7. századi etruszk edényművességgel mutat hasonlóságot. További két típus viszont más irányba, az Ókori Kelet felé mutat párhuzamot: a minőségi *bucchero* jellegű, valamint az Európában korábban ismeretlen fedőperemes edények (részleteket ld. Kürthy et al. 2015).

A halom szerkezete és a régészeti leletek alapján egy széles kapcsolatrendszer vázolható fel, amely a kimmerek Közép-Ázsiából kiinduló vándorlásához köthető. Hatásukra alakultak ki azok a rokon anyagi kultúrájú régészeti csoportok, melyek megtalálhatóak a Dunától az Adriáig terjedő területen (a mai Magyarország délnyugati felén, Horvátországban, Szlovéniában) a Kr.e. 7. század végétől. A Regöly-csoport népessége pedig a Hérodotosz által leírt iráni eredetű syginnákkal, a későbbi forrásokban említett pannonokkal azonosítható (Szabó & Fekete 2014).

A kerámia leletanyag archeometriai vizsgálatának célja a töredékek tipizálása, jellemzése, és ez alapján a helyi és az import, illetve import jellegeket mutató kerámiák elkülönítése, vagyis a potenciális kerámia nyersanyagok felderítése. Ezek alapján pedig a kimmerek vándorlási útvonalának, valamint az i.e. 7. századi népek eloszlásának és kapcsolatrendszerének pontosabb megismerése.

Megközelítőleg 6000 db kerámia töredék került elő a halomból, amelyek makroszkópos átvizsgálása alapján (szín, szemcseméret, szabad szemmel megfigyelhető törmelékszemsék minőségi és mennyiségi meghatározása) 14 főcsoportot különítettünk el. Elsőként a két leggyakoribb típusból – a durva kerámiákból és a vékonyfalú, finomszemcsés fekete kerámiákból – választottunk ki összesen 33 db reprezentatív mintát. Mivel a helyidegen anyag csak úgy ismerhető fel, ha a helyi anyagot jól ismerjük, ezért 12 Regöly környéki helyszínről (felszíni kibukkanás vagy sekélyfúrás) potenciális üledékmintát (folyóvízi üledékek, lösz, többféle agyag) gyűjtöttünk, valamint az ásatás során előkerült paticsokat is vizsgáltuk. Az

üledékmintákból mintatesteket formáltunk, majd elektromos kemencében 750 °C-on, 2 óra hőtartással kiégettük. Mivel a kerámialeletek esetében fontos volt a minél kisebb roncsolás, ezért a vékonycsiszolatos minta-előkészítést választottuk. A polarizációs mikroszkópos megfigyeléseinket kémiai információval (SEM-EDX) is terveztük kiegészíteni, ezért a minták felét polírozott felületűre készítettük.

Mivel célunk a kerámiák és a lehetséges nyersanyagok összetételének (plastikus és nem plastikus elegyrészek) pontos megismerése és összehasonlítása volt, ezért az üledékek esetében ugyanolyan minta-előkészítést, vagyis vékonycsiszolat készítését kellett alkalmaznunk.

Polarizációs mikroszkóppal a minták szöveti sajátosságait, valamint nem plastikus elegyrészeit (nagy hangsúlyt fektetve az akcesszóriákra) vizsgáltuk. Főként a finomszemcsés kerámiáknál azonban a nehézásványok megtalálása és azonosítása igen nehéz, vagy pedig lehetetlen volt. Így a nagyobb nagyítási, valamint kémiai információ kinyerési lehetőséget kihasználva 13 kerámia mintán és az összes üledék mintán SEM-EDX méréseket végeztünk.

A mikroásványok SEM-EDX-es vizsgálata során a 15 µm-nél nagyobb szemcséket vettük csak számításba, 100-120 szemcsét azonosítottunk mintánként, az azonosítás pedig spektrumok alapján történt. A mintákban sávonként haladva (pásztázva) azonosítottuk az akcesszóriákat, így kizárva annak a lehetőségét, hogy kétszer mérjük ugyanazt a szemcsét. A különböző nehézásvány típusok kémiai összetétele rögzítésre került. Abban az esetben, ha egy ásványnak eltérő kémiai összetételű változatait tartalmazta egy minta, mindegyik változat rögzítésre került, hiszen eltérő környezetre, forrásterületre utalhat. A mért adatokat táblázatba rendeztük, így a mérések végére kétféle táblázat készült:

- egyikben a mért mennyiségi adatok, vagyis az egyes mintákban a különböző nehézásvány típusokból hány szemcsé van.
- a másikba a könnyebb összehasonlíthatóság miatt a százalékos megoszlás került, mikroásvány típusonként. Néhány ásványból csak 1 db volt egy mintában, ezeket nem számítottuk bele az eloszlásba, mivel ez nem meghatározó mennyiség, a vizsgálati eredményeket nem befolyásolja.

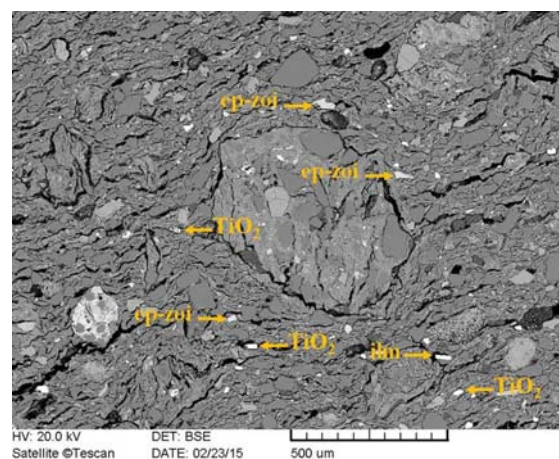
Alább csak a meghatározó, domináns mennyiségű (10% fölötti) nehézásványokat ismertetjük, de a részletes, pontos összehasonlításakor természetesen a 10%-nál kisebb mennyiségben lévő ásványokat is figyelembe vettük.

A mikroásványok vizsgálatának egyik eredménye, hogy a két főcsoporton (durva és finomszemcsés fekete kerámiák) belül alcsoportokat lehetett

elkülöníteni. Míg a mészkő közettörmelékekkel soványított durva kerámiákban az epidot-zoisit, ilmenit, TiO_2 és magnetit az uralkodó, kevesebb titanittal és apatittal (**2. ábra**), addig a granitoidos közettörmelékekkel soványítottakban a TiO_2 és az apatit a domináns, kevesebb ilmenittel és titanittal (mindössze 6% epidot-zoisittel, ami a későbbiekben lesz fontos) (**3. ábra**). A növényi soványítású kerámiákban (**4. ábra**) leggyakoribb a TiO_2 és az ilmenit, és kevesebb az epidot-zoisit. A finomszemcsés fekete kerámiák esetében az epidot-zoisit és ilmenit az uralkodó, egyetlen minta kivételével, amelyben magnetit, TiO_2 és jelentős mennyiségű Cr-spinell volt jellemző, kevesebb epidot-zoisit mellett (**5. ábra**).

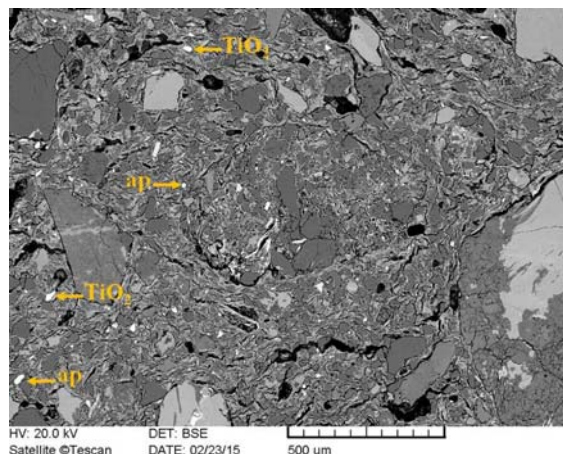
A helyi üledékek nehézásványos összetétele hasonló egymáshoz, de kis mértékben azért elkülönülnek a folyóvízi, a lösz, valamint a vörös (**6. ábra**), a szürke és a kék agyagminták (**7. ábra**). Az epidot-zoisit mindegyikben uralkodó mennyiségben van jelen, így ez valószínűleg helyi sajátosság. A folyóvízi üledékekben ezen kívül uralkodó a TiO_2 , az ilmenit, valamint meghatározó még az amfibol, a gránát és az apatit, a löszben pedig az ilmenit és a gránát. Az agyagok - 10% fölötti - nehézásványos összetételénél csak az arányokban van különbség: a vörös- és a szürke agyagokban az epidot-zoisit mellett a magnetit a leggyakoribb, a kék agyagban a TiO_2 . Ezen kívül mindegyikben meghatározó az ilmenit és a titanit.

Az üledékek közül a lösz csak soványító anyagként jöhetne szóba, mivel agyagtartalma nincs. A folyóvízi üledékeknek sokkal változatosabb az összetétele, mint a kerámiáké, így ez is kizárható, mint lehetséges nyersanyag.



2. ábra: Mészkő közettörmelékekkel soványított kerámia (Regöly, RHL20-003 minta) visszaszórt elektron képe (SEM-BSE); ep-zoi: epidot-zoisit, ilm: ilmenit

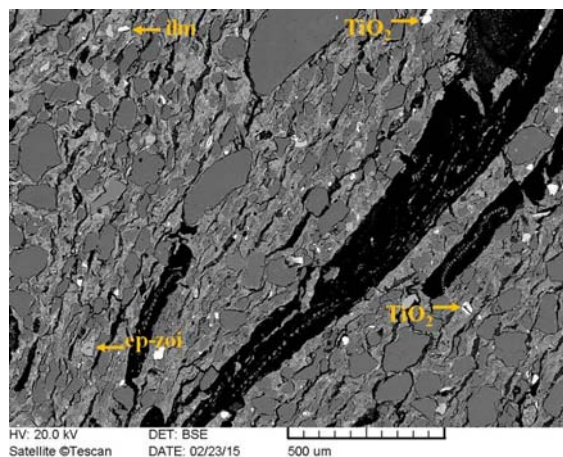
Fig. 2.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of the carbonate tempered ceramic (Regöly, sample RHL20-003); ep-zoi: epidote-zoisite, ilm: ilmenite



3. ábra: Granitoidos közettörmelékkal soványított kerámia (Regöly, RH3-27 minta) visszaszórt elektron képe (SEM-BSE); ap: apatit

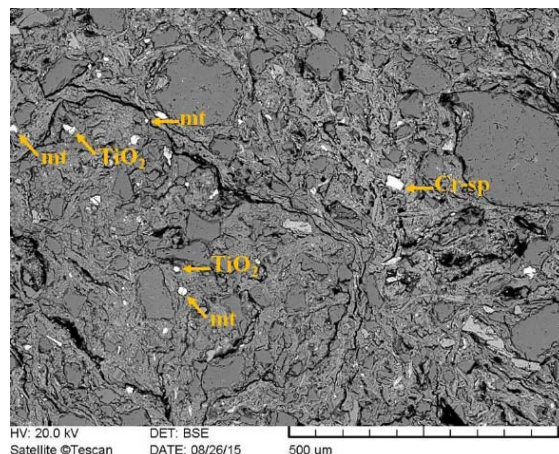
Fig. 3.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of the granitoid tempered ceramic (Regöly, sample RH3-27); ap: apatite

Az agyagoknak nagyon hasonló az összetétele, de a szürke- és kék agyagnak túl kevés az agyagtartalma ahhoz, hogy alkalmas legyen kerámia készítésre, ezen kívül a 10% alatti mennyiségben jelen lévő ásványok alapján egyértelműen a vörös agyagok hasonlítanak leginkább a mészkő törmelékkal soványított, valamint a fekete kerámiák döntő többségéhez (1 db kivételével). A granitoidos közettörmelékkal soványított kerámiák esetében a nehézasványos összetételt befolyásolja a helyidegen soványítóanyag, mivel a kiugróan nagy mennyiségű apatit forrása maga a granitoidos közettörmék lehet. Ezt figyelembe véve a kerámia alapanyaga szintén nagy hasonlóságot mutat a vörös agyagokkal.



4. ábra: Növényi soványítású kerámia visszaszórt elektron képe (Regöly RH7-64 minta) (SEM-BSE); ep-zoi: epidot-zoisit, ilm: ilmenit

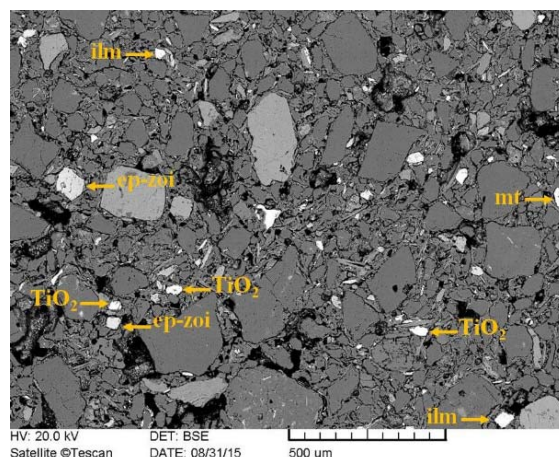
Fig. 4.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of the plant tempered ceramic (Regöly, sample RH7-64); ep-zoi: epidote-zoisite, ilm: ilmenite



5. ábra: Cr-spinell tartalmú kerámia (Regöly, RH4-6 minta) visszaszórt elektron képe (SEM-BSE); Cr-sp: Cr-spinell, mt: magnetit

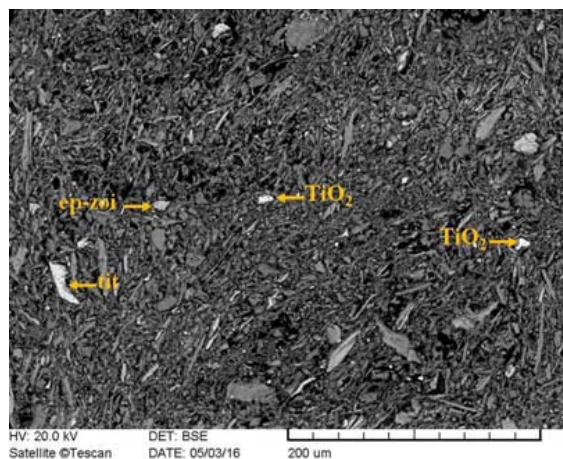
Fig. 5.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of the Cr-spinel bearing ceramic (Regöly, sample RH4-6); Cr-sp: Cr-spinel, mt: magnetite

A növényi soványítású töredéknél a nehézasványok alapján nem volt egyértelmű az eredmény, mivel az ásványos összetétel hasonlít a vörös agyagokéhoz, de az arányok kis mértékben eltérőek, ezért a fő összetevők (kvarc, földpátok) minőségi és mennyiségi összetételét is jobban figyelembe vettük. Ez alapján ennél a típusú kerámiánál is helyi nyersanyagot, vörös agyagot használhattak, azonban felmerülhet, hogy az agyag előkészítése kismértékű összetételi, szöveti változással járt. A 4. ábrán látható a kerámia szöveti képe: a többi kerámiától eltérően közepesen-jól osztályozott, főként koptatott szemcsékből álló anyagról van szó, amely lehet pl. iszapolás eredménye, viszont ez a beavatkozás megváltoztathatta a nehézasványok eredeti mennyiségi eloszlását is.



6. ábra: Vörös agyag (Regöly, REGF6a-1 minta) visszaszórt elektron képe (SEM-BSE); ep-zoi: epidot-zoisit, ilm: ilmenit, mt: magnetit

Fig. 6.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of a red clay (Regöly, sample REGF6a-1); ep-zoi: epidote-zoisite, ilm: ilmenite, mt: magnetite



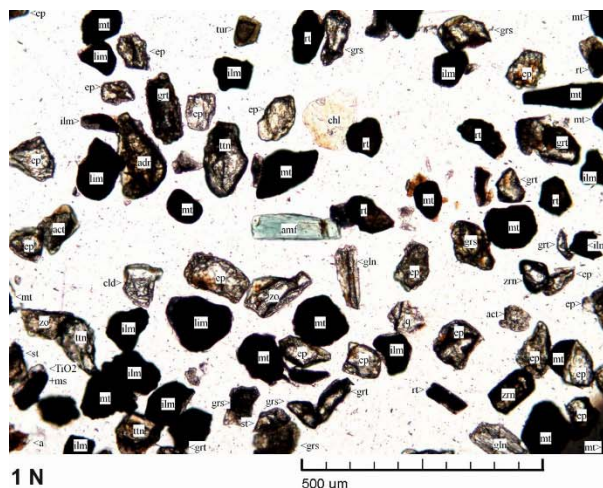
7. ábra: „Kék” agyag (Regöly, REGF11b minta) visszaszórt elektron képe (SEM-BSE); ep-zoi: epidot-zoisit, tit: titanit

Fig. 7.: Backscattered electron image (SEM-BSE) of a bluish clay (Regöly, sample REGF11b); ep-zoi: epidote-zoisite, tit: titanite

A Cr-spinell tartalmú töredék mikroásványos összetétele egyik helyi üledéktípuséhoz sem hasonlít, így feltehetőleg nem helyi nyersanyagból készült. További eredmények érdekében a Cr-spinellek kémiai összetételét vizsgáljuk részletesen, hogy hozzá tartozó forrásközetet, az alapján pedig lehetséges forrásterületet találjunk.

Fażana

Az amphorák a Római Birodalomban a nagybani kereskedelemben egyes élelmiszerek (pl. olívaolaj, bor) tömegesen használt szállítóedényei voltak.



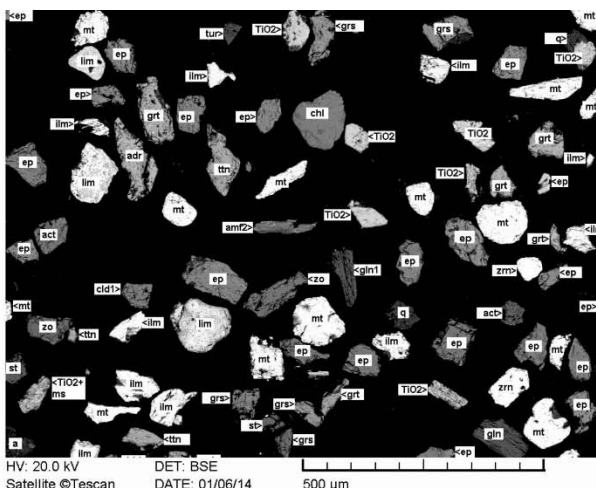
8a és 8b ábra: Dél-isztriai (Fażana közelében, IST 7a) *terra rossa* 63-125 µm közötti méretű, műgyantába ágyazott nehézásvány szemcséinek polarizációs mikroszkópi (8a ábra) és elektrton-mikroszkópos (SEM-BSE) (8b ábra) képe.

Fig. 8a and 8b: Heavy minerals with 63-125 µm grain size embedded in resin of *terra rossa* from South Istria (near Fažana, IST 7a). Polarizing microscopic (Fig. 8a) and SEM-BSE images (Fig. 8b) of the same preparation.

Vizsgálatukkal tehát betekintést nyerhetünk az egykori gyártási technológia fejlettségébe, a szállítási és kereskedelmi útvonalhálózat működésrendjébe, ezáltal az akkori társadalmi és gazdasági viszonyokat is jobban megismerhetjük.

A régészetileg egyik legjobban dokumentált amphora gyártó műhelyt a Laecanius család működtette i. e. 10-5 és i. sz. 78 között, az Isztriai-félsziget déli részén, Fažanában (Bezeczky 2016). Az itt termelt olívaolajat saját készítésű amphorákban, hajókon exportálták Észak-Itáliába és az Alpok-menti provinciákba, ezért volt szükség a jó minőségű cserépedényekre. A Laecanius család kihalása után a műhelyt a császári ház kezelte a Hadrianus kor végéig, majd végül a Kr. u. 2. század közepén Marcus Aurelius Iustus működtette, ezután megszűnt. A korábbi petrográfiai (Józsa & Szakmány, 1987) és röntgendiffrakciós mérések (Józsa et al., 1994) alapján az edények nyersanyaga és a gyártási technológia tulajdonképpen változatlan maradt a műhely működése során. A további petrográfiai (Józsa et al. 2016) és mikromineralógiai (Mange & Bezeczky, 2006; 2007) vizsgálatok alapján a gyártás során felhasznált nyersanyagok: (1) az Isztriai-félsziget déli részén, felszínén található vörös agyag (ún. *terra rossa*), (2) kevés tengeri üledék, illetve (3) a félsziget északi felén elterjedt agyagos-homokos-meszes üledékes kőzetösszetétel (ún. flis). A nyersanyagok megoszlása, keverési/keveredési arányai azonban még pontosan nem ismertek.

Mikromineralógiai vizsgálatainkat (a részleteket lásd: Obbágy et al. 2014) az eddiektől eltérő, fordított megközelítéssel végeztük, ami a lehetséges nyersanyagok nehézásványainak pontos feltérképezésével indult.



A minta-előkészítés során a területről begyűjtött flis és terra rossa mintákat savazás és nedves szitálás után nehézfolyadékkal leválasztottuk (63-125 μm és 125-250 μm közötti frakció), majd a kapott nehézasványokból preparátumot készítettünk. A minta tömegét minden munkafolyamat végén megmértük.

A nehézasványok mennyiségi és minőségi (alak, szín, koptatottság) meghatározását sztereo-mikroszkóppal, polarizációs mikroszkóppal és elektronmikroszkóppal végeztük. A mennyiségi meghatározások során 34 nehézasvány-preparátum készült. 5 reprezentatív mintából mintánként 100-300 szemcsét azonosítottunk.

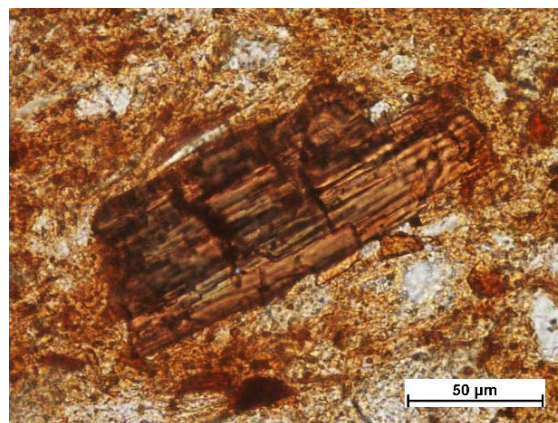
Ezek alapján a durvább szemcseméretű frakció mindkét esetben főleg autigén vagy epigén, vagyis a diagenézis során vagy azután, képződött opakásvány-szemcsékből áll, így ez a mérettartomány mennyiségi analízisre nem alkalmas.

A finomabb szemcseméretű tartomány viszont sokkal változatosabb: a terra rossa mintákat főleg az epidot-csoport tagjai, gránátok és kékeszöld amfibolok alkotják (8a és 8b ábra), míg a flisben epidot és amfibol csak nyomokban található, a krómspinell viszont jelentős mennyiségű. Emellett autigén barit és pirit is előfordul. A tömegmérések alapján a terra rossa átlagosan fél-egy nagyságrenddel több nehézasványt tartalmaz, mint a flis. Kismértékben mindkettő tartalmaz cirkont, turmalint és rutilt is, ezek alakja, illetve színe azonban alapvetően eltér egymástól. A turmalin a terra rossában elsősorban barna, míg a flisben inkább sötét kékeszöld színű. A rutil színe a terra rossában sokkal élénkebb, mint a flisben.



9. ábra: Zöld turmalin fažanai amphora vékonycsiszolatában. Polarizációs mikroszkópos kép (B-384, 1N)

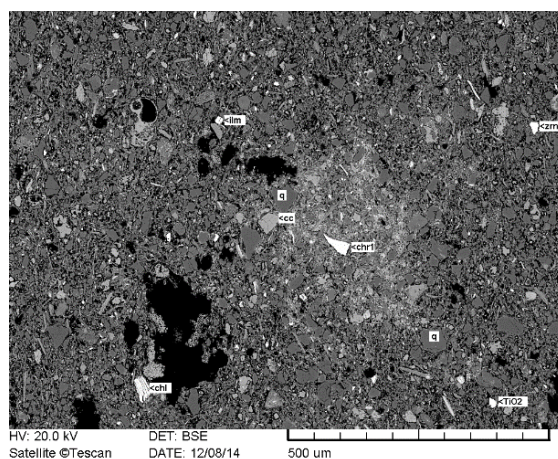
Fig. 9.: Green tourmaline in thin section of amphora from Fažana. Polarizing microscopic image (B-384, PPL)



10. ábra: Barna amfibol fažanai amphora vékonycsiszolatában. Polarizációs mikroszkópos kép (A-393, 1N)

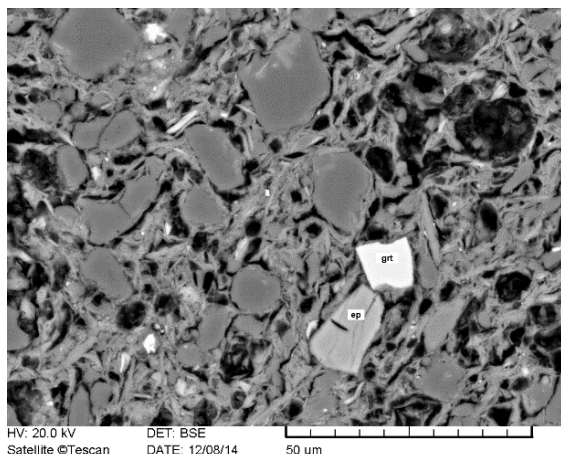
Fig. 10.: Brown hornblende in thin section of amphora from Fažana. Polarizing microscopic image (A-393, PPL)

A terra rossára a sajátalakú–félig sajátalakú, míg a flisre a félig sajátalakú–xenomorf megjelenésű ásványok jellemzők. Az amphorák cirkon, zöld színű turmalin (9. ábra), barna hornblende (10. ábra) és epidot kristályai (terra rossa) mellett krómspinell, barit, pirit és nehézasvánnyal kitöltött foraminiferák is előfordulnak, ami az eltérő nehézasvány-tartalom miatt egyértelműen a flis túlsúlyára utal (11. és 12. ábra). Morfológiai bélyegek alapján megállapítható, hogy nem minden szivacsú származhat a flisből. A korábbi petrográfiai vizsgálatok megállapításai alapján (Józsa et al. 2016) ezek a recens tengeri iszapból kerülhettek a nyersanyagba a gyártás során.



11. ábra: Nehézasványok fažanai amphora vékonycsiszolatában. Elektron-mikroszkópos (SEM-BSE) kép. chr1: krómspinell, ilm: ilmenit, TiO₂: rutil(?), zrn: cirkon, chl: klorit.

Fig. 11.: Heavy minerals in thin sections of amphora from Fažana. Electron microscopic (SEM-BSE) image. chr1: Cr-spinel, ilm: ilmenite, TiO₂: rutile(?), zrn: zircon, chl: chlorite.



12. ábra: Nehézásványok fažanai amphora vékonycsiszolatában. Elektron-mikroszkópos (SEM-BSE) kép. ep: epidot, grt: gránát.

Fig. 12.: Heavy minerals in thin section of amphora from Fažana. Electron microscopic (SEM-BSE) image. ep: epidote, grt: garnet.

Összefoglaló értékelés, tanulságok

A hagyományos mikroásvány vizsgálatok a földtani kutatásban máig is alkalmazott, régóta használt, kiforrott módszertannal rendelkeznek. Az újabb, ásvány meghatározó nagyműszeres módszerek megjelenésével a lehetőségek téra jelentősen kibővült. A hagyományos módszerekkel előkészített mintákon is alkalmazhatók az új meghatározási eljárások, emellett az újabb, másfajta vizsgálatokhoz előkészített mintákon is lehet nehézásvány meghatározást végezni. A fenti módszerek és példák ezeket a főbb eseteket mutatják be.

Azt a kérdést azonban még nem tárgyaltuk, milyen esetekben melyik módszert alkalmazzuk. Ennek a kérdésnek a megválaszolásához nyújt segítséget a bemutatott módszereket értékelő összesítő táblázat (**2. táblázat**).

A fentiek alapján egyértelműen kijelenthető, hogy pontos eredményt gyorsan, olcsón elérni nem lehetséges. Ezért az igényekhez és lehetőségekhez mérten a kerámia vizsgálatoknál is mérlegelni kell, melyik módszert alkalmazzuk. Ha eldöntöttük, hogy a kerámiák nyersanyagának származási helyének meghatározását nehézásvány vizsgálatokkal segítjük, először mérjük föl a vizsgálati anyagaink adta *igényeket*: összesen hány minta képviseli a megismerni kívánt anyagot, azok mennyire változatosak, hány vizsgálati csoportot lehet felállítani, a csoportokat alkotó cserépdarabok mennyire egyveretűek.

Ezek alapján megállapítható, hány minta vizsgálatára lenne szükség. Több cserépdarab egy

mintaként való kezelése csak akkor engedhető meg, ha azok biztosan egy edényből származnak (pl. összeilleszthetők). Második lépésben a minták, módszerek és anyagiak adta *lehetőségeket* vesszük figyelembe. A legfőbb korlátot az jelöli ki, hogy a kiszemelt reprezentatív mintákból mekkora mennyiség áll rendelkezésre, és azok milyen mértékben roncsolhatók. A hagyományos nehézásvány vizsgálathoz több cm^3 -nyi feláldozható anyagra van szükség. Ha a minta nem roncsolható, ezt a vizsgálatot nem lehet alkalmazni. Ha a mintánk nem vágható (pl. vékonysága miatt), de felületét szabad csiszolni és vékonyan beitatni műgyantával, akkor csak a polírozott felület elektronmikroszkópos vizsgálata végezhető el. Vékonycsiszolatot bármilyen kicsi (akár 1-2 mm-es) roncsolható mintadarabból készíthetünk, de ha szeretnénk, hogy maradjon a mintadarabból egy makroszkóposan még értékelhető darab, legalább fél cm^3 -es darabra és ultravékony vágókorong használatára van szükség.

Durvakerámiák esetében a soványító anyag azonosításához és származási helyének behatárolásához nem minden esetben kell nehézásvány meghatározást végezni. A kerámiákban lévő mm-esnél nagyobb törmeléksemcsék nagy része vékonycsiszolatban már közetként jelenik meg és ásványos összetételük, illetve szövetük alapján jól összevethetők a lehetséges forrásközetekkel. Ebben az esetben csak akkor lehet szükség nehézásvány vizsgálatra, ha a kérdéses közet típusa általánosan elterjedt és esetleg csak a sajátos akcesszórius összetevői alapján lehet a többi hasonló típusú közettől elkülöníteni.

Amennyiben nincs lehetőség a lehetséges forrásközetek összehasonlító vizsgálatára, csak akkor van értelme nehézásvány vizsgálatnak, ha a lehetséges forrásközetekről rendelkezésre áll megfelelő minőségű és mennyiségű szakirodalmi nehézásvány összetételi adat.

A nyersanyag forrásközeinek azonosítása különösen nehéz, ha többféle anyag keverésével állítják elő a végleges, megfelelő minőségű nyersanyagot. Cserépgyártáskor esetenként nemcsak az akár többféle különböző származású anyag felhasználásával történő soványítás, hanem a különböző helyről származó agyakok keverése is szóba jöhet. Hagyományos nehézásvány leválasztáskor mindezen anyagok nehézásványainak homogén keverékét kapjuk meg, így forrásközetük szerinti szétválasztásukhoz a lehetséges forrásközetek nehézásvány együttesének ismeretére, igen nagy ásvány-közettani szakértelemre és nagyon körültekintő kiértékelésre van szükség.

2. táblázat: A háromféle vizsgálati módszer összehasonlítása. (n.á. = nehézásvány)

	Vékonycsiszolat optikai mikroszkóp	Vékonycsiszolat SEM-EDX	Hagyományos minta előkészítés
minta szükséglet	kevés	kevés	sok
mintaelőkészítési mód	vékonycsiszolat	polírozott vékonycsiszolat	dezaggrálás, szitálás, n.á. leválasztás, preparátum készítés
minta-előkészítés idő- és munkaigénye	viszonylag rövid idő (kb. 1 hét), speciális labor	viszonylag rövid idő (kb. 1 hét), speciális labor	hosszú idő (>10 nap), speciális labor
vizsgált tömeg	kicsi – kb. 0,5-4 cm ² sík felület	kicsi – kb. 0,5-4 cm ² sík felület	nagy tömegű anyagból (>10 gramm)
minőségi meghatározás pontossága	függ a szemcsék méretétől és típusától, sokszor csak bizonytalanul adható meg	sok szemcse azonosítható, de ásványfajtól függő	pontos SEM-EDX módszerrel
szöveti viszonyok	vizsgálhatók	vizsgálhatók	nem ad információt
mennyiségi viszonyok	csak tájékoztatólag adható meg	többé-kevésbé meghatározható, de a teljes tömegre vonatkoztatva nem mindig pontos	pontosan meghatározható

Table 2.: Comparison of the three different investigation methods. (h.m. separ. = heavy mineral separation)

	Thin section light microscopy	Thin section SEM-EDX	Traditional sample preparation
sample requirement	few	few	much
sample preparation	thin section	polished thin section	disaggregation, sieving, h.m. separ., create specimen
duration and labor demand of sample preparation	comparatively short time (cc. 1 week), well-equipped lab	comparatively short time (cc. 1 week), well-equipped lab	long time (>10 days), well-equipped lab
sample mass used	few – cc. 0,5-4 cm ² plain surface	few – cc. 0,5-4 cm ² plain surface	large (>10 grams)
accuracy of qualitative determinations	depends on grain size and type, often with uncertainties	depends on grain type, few uncertainties	exact with SEM-EDX
textural relations	visible	visible	no information
quantitative information	roughly estimated	more or less determinable, but not always accurate for the whole sample	exactly determinable

A vékonycsiszolatos módszerrel az értékelés folyamata ennél egyszerűbb is lehet. Ehhez olyan cserépanyagot kell a vizsgálatra kiválasztani, amelynek nyersanyagát rosszul homogenizálták, ami makroszkóposan is jól látható

inhomogenitások, zárványok megjelenésében nyilvánul meg. Röviden szólva a hanyagul, elkapkodott módon előkészített, jól láthatóan selejtes darabokat kell keresni a sikeres forrásközetek biztosabb azonosítása érdekében.

Ebben az esetben a nehézasvány vizsgálatokat a különböző megjelenésű sávok, zárványok formájában elkülönülő egyes kiindulási nyersanyagok közöttani és petrográfiai vizsgálatával együttesen kell a vizsgálatokat és az értékelést elvégezni.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők köszönetet mondanak Bezeczky Tamásnak, Fekete Máriának és Szabó Gézának a régészeti anyagok vizsgálatra bocsátásáért.

Irodalomjegyzék

BEZECZKY T. (2016): Az isztriai olívaolaj gyártás és a Laecanius amphorák / Olive oil production in Istria and the amphorae of Laecanii. *Archeometriai Műhely* **XIII/2** 69–94.

BONG, W.S.K., MATSUMURA, K., YOKOYAMA, K. & NAKAI, I. (2010): Provenance study of early and middle bronze age pottery from Kaman-Kalehöyük, Turkey, by heavy mineral analysis and geochemical analysis of individual hornblende grains. *Journal of Archaeological Science* **37/9** 2165–2178. DOI: 10.1016/j.jas.2010.03.013.

DURN, G., ALJINOVIĆ, D., CRNJAKOVIĆ, M. & LUGOVIC, B. (2007): Heavy and Light Mineral Fractions Indicate Polygenesis of Extensive Terra Rossa Soils in Istria, Croatia. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 701–737.

FREESTONE, I.C. & MIDDLETON, A.P., (1987): Mineralogical applications of the analytical SEM in archaeology. *Mineralogical Magazine* **51** 21–31.

GASSNER, V. & SAUER, R. (2002): Archaeometrical characterisation and provenance studies on pottery found at Velia (Southern Italy). in: JEREM, E. & BIRÓ, K.T. (eds.): Archaeometry 98: Proceedings of the 31st Symposium Budapest, April 26 – May 3 1998. - *BAR International Series* Oxford **1043/II** 777–781.

ISPHORDING, W.C. (2007): Forensic use of Heavy Minerals in Civil and Criminal Investigations. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 963–982.

JÓZSA, S., SAUER, R., SZAKMÁNY, Gy., WEISZBURG, T. (1994): Mineralogisch petrografische Untersuchungen. In: BEZECZKY, T. (ed.) Amphorenfundes vom Magdalensberg und aus Pannonien, Ein Vergleich (143–166). Klagenfurt, *Archäologische Forschungen zu den Grabungen auf dem Magdalensberg* **12** 195 p.

JÓZSA, S., SZAKMÁNY, Gy., (1987): Petrology. In: BEZECZKY, T. (eds.) Roman Amphorae from

the Amber Route in Western Pannonia. *BAR International Series* Oxford **386** 103–124.

JÓZSA S., SZAKMÁNY Gy., OBBÁGY G., BENDŐ Zs., TAUBALD, H. (2016): A fažanai (Isztria, Horvátország) Laecanius amphorák archeometriája / Archaeometry of Laecanian amphorae from Fažana, Istria. *Archeometriai Műhely* **XIII/2** 95–130.

KÜRTHY D., SZAKMÁNY Gy., JÓZSA S., SZABÓ G. (2015): A regölyi vaskori sírhalom kerámiáinak előzetes archeometriai vizsgálati eredményei / Preliminary archaeometric results of ceramics from the iron age mound grave in regöly. *Archeometriai Műhely* **XII/3** 163–176.

LENAIN, B.P. (2000): Analytical Raman spectroscopy: a new generation of instruments. *Analysis* **28** 11–14.

LINDHOLM, R. (1987): A Practical Approach to Sedimentology. Allen & Unwin, London, 276 p.

MANGE, M. & BEZECZKY, T. (2006): Petrography and provenance of Laecanius amphorae from Istria, northern Adriatic region, Croatia. *Geoarchaeology: an International Journal* **21** 427–458.

MANGE, M.A. & BEZECZKY, T. (2007): The Provenance of Paste and Temper in Roman Amphorae from the Istrian Peninsula, Croatia. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 1007–1033.

MANGE, M.A. & MAURER, H. F. W. (1991): *Heavy Minerals in Colour*. Chapman and Hall, London, 147 p.

MANGE, M.A. & MORTON, A.C. (2007): Geochemistry of heavy minerals. *Developments in Sedimentology* **58** 345–391.

MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (2007): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* Elsevier, **58** 1283 p.

MORTON, A.C., (1985a): A new approach to provenance studies: electron microprobe analysis of detrital garnets from Middle Jurassic sandstones of the northern North Sea. *Sedimentology* **32** 553–566.

MORTON, A.C., (1985b): Heavy minerals in provenance studies. In: ZUFFA, G.G. (ed.), *Provenance of Arenites*. Reidel, Dordrecht: 249–277.

MORTON, A.C., (1991): Geochemical studies of heavy minerals and their application to provenance research. In: MORTON, A.C., TODD, S.P. & HAUGHTON, P.D.W. (eds.) *Developments in Sedimentary Provenance Studies. Geological Society of London Special Publication*, **57** 31–45.

MORTON, A.C. & HALLSWORTH, C. (2007): Stability of Detrital Heavy Minerals During Burial Diagenesis. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 215–245.

OBBÁGY G., JÓZSA S., SZAKMÁNY Gy., BENDŐ Zs. & BEZECZKY T. (2014): Isztriai amforák nyersanyagának nehézasvány-vizsgálati eredményei. *Gesta* **XIII** 39–58.

PALENIK, S. (2007): Heavy Minerals in Forensic Science. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 937–961.

PIRKLE, F.L., PIRKL, W.A. & PIRKLE, E.C. (2007): Heavy-Mineral Sands of the Atlantic and Gulf Coastal Plains, USA. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 1145–1232.

SAUER, R. (2013): Petrology. in: BEZECZKY, T.: The amphorae of Roman Ephesus. *Forschungen in Ephesos* **15/1** 197–212.

SMITH, G.D. & CLARK, R.J.H. (2004): Raman microscopy in archaeological science (Review article). *Journal of Archaeological Science* **31** 1137–1160.

SCHNEIDERMAN, J.S. & CHEN, Z. (2007): Interpretation of Quaternary Tectonic and Environmental Change Using Heavy Minerals of the Yangtze Delta Plain in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 607–620.

SZABÓ, G. & FEKETE, M. (2014): Pannon tumulus feltárásának előkészítése – Regöly, Strupka-Magyar birtok. *Wosinsky Mór Múzeum Évkönyve* **36** 7–158.

THOMAS, A.R.A. (2007): An Integrated Grain-Size and Heavy Mineral Analysis of the Palaeocene Strata of the London Basin. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 307–322.

TURNER, G. & MORTON, A.C. (2007): The Effects of Burial Diagenesis on Detrital Heavy Mineral Grain Surface Textures in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 393–412.

VAN LOON, A.J. & MANGE, M.A. (2007): ‘In situ’ Dissolution of Heavy Minerals Through Extreme Weathering, and the Application of the Surviving Assemblages and their Dissolution Characteristics to Correlation of Dutch and German Silver Sands in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 189–213.

WEISSBROD, T. & BOGOCH, R. (2007): Distribution Pattern and Provenance Implications of the Heavy Minerals in Neoproterozoic to Mesozoic Siliciclastic Successions in the Arabo-Nubian Shield and its Northern Periphery: A Review. in: MANGE, M.A. & WRIGHT, D.T. (eds.): Heavy Minerals in use. *Developments in Sedimentology* **58** 647–676.

