

Bài báo nghiên cứu

**XÁC ĐỊNH NIÊN ĐẠI CỦA DI TÍCH KHẢO CỔ
VÒNG THÀNH ĐÁ TRẮNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP NHIỆT PHÁT QUANG
CẢI TIẾN TRÊN MẪU ĐÁ ONG**

*Nguyễn Thị Ngọc Huệ¹, Phạm Thị Huệ¹, Nguyễn Khánh Trung Kiên²,
Nguyễn Quốc Mạnh², Đặng Ngọc Kính², Lê Hoàng Phong², Nguyễn Nhật Phương²,
Trần Đông Xuân³, Trương Văn Minh⁴, Phan Trọng Phúc¹, Lỗ Thái Sơn¹,
La Lý Nguyễn¹, Ngô Đăng Trung¹, Nguyễn Quang Hưng^{3*}, Lưu Anh Tuyên^{1*}*

¹Trung tâm Hạt nhân Thành phố Hồ Chí Minh, Viện Năng lượng Nguyên tử Việt Nam, Việt Nam

²Trung tâm Khảo cổ học, Viện Khoa học Xã hội Vùng Nam Bộ, Việt Nam

³Viện Nghiên cứu Khoa học Cơ bản và Ứng dụng, Trường Đại học Duy Tân, Việt Nam

⁴Khoa Sư phạm Khoa học Tự nhiên, Trường Đại học Đồng Nai, Việt Nam

*Tác giả liên hệ: Lưu Anh Tuyên – Email: tuyenluuanh@gmail.com;

Nguyễn Quang Hưng, Email: nguyenquanghung5@duytan.edu.vn

Ngày nhận bài: 05-09-2024; ngày nhận bài sửa: 07-10-2024; ngày duyệt đăng: 08-10-2024

TÓM TẮT

Trong bài báo này, chúng tôi trình bày tổng quan về nghiên cứu ứng dụng phương pháp phát quang trên thế giới cho việc xác định niên đại của các kiến trúc cổ được xây dựng bằng vật liệu gạch, đá và các thách thức gặp phải. Phương pháp nhiệt phát quang (thermoluminescence - TL) cải tiến do nhóm nghiên cứu liên ngành chúng tôi phát triển sẽ được mô tả trong nghiên cứu này. Phương pháp này đã đưa ra một giải pháp cho việc xác định niên đại của các kiến trúc cổ mang đặc điểm đa lớp, bất đồng nhất và chồng lấn về niên đại với độ chính xác cao, vượt qua được các thách thức mà phương pháp TL truyền thống đang phải đối mặt. Bên cạnh đó, chúng tôi sẽ trình bày chi tiết về tầm quan trọng của di tích khảo cổ “Vòng Thành Đá Trắng” trong lịch sử và khảo cổ học và cơ sở khoa học cho việc ứng dụng phương pháp TL cải tiến trong việc xác định niên đại của di tích này với các bước nghiên cứu cụ thể. Đây là di tích thành cổ hiếm hoi còn sót lại tại Nam Bộ, ẩn chứa những thông tin quan trọng về văn hoá – lịch sử trước thời kì khẩn hoang miền đất phương Nam.

Từ khóa: niên đại khảo cổ; phương pháp nhiệt phát quang cải tiến; đá ong; vòng thành đá trắng

1. Giới thiệu**1.1. Ứng dụng phương pháp phát quang trong xác định niên đại các kiến trúc khảo cổ trên thế giới và các thách thức**

Cite this article as: Nguyen Thi Ngoc Hue, Pham Thi Hue, Nguyen Khanh Trung Kien, Nguyen Quoc Manh, Dang Ngoc Kinh, Le Hoang Phong, Nguyen Nhat Phuong, Tran Dong Xuan, Trương Văn Minh, Phan Trọng Phúc, Lỗ Thái Sơn, La Lý Nguyễn, Ngô Đăng Trung, Nguyễn Quang Hưng, & Lưu Anh Tuyên (2024). Dating of the White Stone Citadel archaeological site using improved thermoluminescence technique on laterites. *Ho Chi Minh City University of Education Journal of Science*, 21(12), 2168-2180.

Xác định niên đại cho các quần thể di tích cổ là một trong những nhiệm vụ quan trọng của ngành khảo cổ học. Phương pháp xác định niên đại truyền thống được áp dụng rộng rãi nhất trên thế giới trong hơn 80 năm qua là phương pháp ^{14}C hay còn gọi là phương pháp carbon phóng xạ (Enderson et al., 1947). Phương pháp này dựa trên việc xác định hàm lượng đồng vị ^{14}C còn lại trong các mẫu hữu cơ như các mảnh xương, gỗ... và từ đó suy ra thời điểm mà các mẫu vật đó bị chôn vùi dưới lòng đất. Tuy nhiên, phương pháp này chỉ cho phép xác định gián tiếp tuổi hay niên đại của các kiến trúc cổ bởi việc sử dụng các mẫu gỗ được đốn hạ trước khi xây dựng kiến trúc hàng trăm năm hay quá trình thay thế các vật liệu bằng gỗ trong suốt thời gian sử dụng kiến trúc cũng như sự xáo trộn các mẫu hữu cơ trong tầng văn hóa đã gây ra nhiều khó khăn cho việc thu thập mẫu, thậm chí gây nên một số tranh cãi về kết quả niên đại (Benko et al., 1989).

Trong bối cảnh đó, kể từ sau phát hiện của Aitken vào năm 1985 về hiện tượng phát quang có nguồn gốc từ hiệu ứng liều bức xạ tích lũy (Akiten, 1985), phương pháp định tuổi dựa trên phát quang đã được nhiều nước trên thế giới ứng dụng để xác định niên đại của di vật được làm từ gốm (Dunnell et al., 1994; Feathers, 1997) hay các kiến trúc được xây dựng từ gạch hoặc đá (Liritzis et al., 1980; Abeyratne, 1994). Hiện nay, có hai phương pháp định tuổi dựa trên hiện tượng phát quang là phương pháp nhiệt phát quang (thermoluminescence - TL) (Akiten, 1985) và phương pháp quang phát quang (optically stimulated luminescence - OSL) (Huntley et al., 1985). Trong khi phương pháp TL được áp dụng rất sớm từ khoảng năm 1950 cho các mẫu gốm, gạch, đất nung (Daniels et al., 1953) thì phương pháp OSL, ra đời muộn hơn nhiều (Huntley et al., 1985), lại phù hợp hơn trong việc xác định niên đại của các mẫu trầm tích, thạch nhũ. Phương pháp OSL cũng chỉ mới được ứng dụng trong việc xác định niên đại của các di vật và kiến trúc cổ gần đây. Hai phương pháp TL và OSL được chỉ ra là có nhiều ưu điểm hơn so với phương pháp ^{14}C trong xác định niên đại của các kiến trúc cổ do chúng không phụ thuộc vào việc thu thập và bảo tồn các mẫu hữu cơ trong suốt thời gian bị chôn vùi mà có thể trực tiếp sử dụng các mẫu vô cơ từ các kiến trúc trong phân tích (Daniels et al., 1953; Huntley et al., 1985). Ngoài ra, phương pháp TL được biết đến như một phương pháp tốn ít chi phí so với phương pháp OSL bởi phương pháp này không đòi hỏi quá cao về điều kiện thực hiện hay chi phí đầu tư trang thiết bị, phòng thí nghiệm. Do đó, đây là phương pháp phù hợp để áp dụng tại các nước đang phát triển như Việt Nam.

Trên thế giới, phương pháp TL đã được áp dụng rộng rãi vào việc xác định niên đại của các tượng đài, thành cổ xây dựng bằng gạch, đá tại nhiều quốc gia. Cụ thể, Liritzis và Thomas đã sử dụng phương pháp TL để đánh giá niên đại (trong khoảng 3300-3800 năm) của ba cung điện Minoan ở đảo Crete (Hi Lạp) bằng cách sử dụng các hạt thạch anh tách từ các bức tường bếp lò của cung điện (Liritzis et al., 1980). Sau đó Lu và cộng sự đã áp dụng phương pháp này để xác định niên đại (khoảng 2200 năm) của đội quân đất nung nổi tiếng trong lăng mộ Tần Thủy Hoàng ở thành phố Tây An (tỉnh Thiểm Tây, Trung Quốc) từ các mảnh gốm và từ chính các bức tượng làm bằng đất nung (Lu et al., 1988). Tương tự, các chế tác đá từ thời kì đầu của vương triều Sukhothai (Thái Lan) đã được Robertson và cộng sự

xác định với niên đại trong khoảng 600-800 năm (Robertson et al., 1988). Các đền thờ và thành cổ ở Sri Lanka đã được nghiên cứu bởi Abeyratne với kết quả về niên đại (cỡ 2500 năm) sử dụng các hạt thạch anh trong đồ gốm và gạch đỏ (Abeyratne, 1994). Các vết tích còn sót lại của thành phố La Mã chiến lược cổ xưa đặt tại Carnuntum (nay thuộc Áo) đã được Erlach và Vana phân tích bằng phương pháp TL trên các mẫu gạch men tại nhà tắm công cộng và các lò vôi với niên đại trong khoảng thế kỉ thứ I đến thế kỉ thứ IV trước Công nguyên (TCN) (Erlach et al., 1988). Các công sự cổ trên đồi Palatino ở thành phố Rome cũng được tìm thấy với niên đại 2600 năm qua các mẫu thạch anh có trong vật liệu gốm bởi Bacci và các cộng sự (Bacci et al., 1990).

Về kĩ thuật lấy mẫu trong xác định niên đại các tường thành cổ được xây dựng bằng đá, năm 1994, Liritzis là người mô tả chi tiết các công việc thông qua nghiên cứu của ông về niên đại của các khối đá vôi trên bức tường cổ Mycenaean nổi tiếng ở Hi Lạp (Liritzis, 1994). Trong nghiên cứu này, tác giả đã lấy một lớp vật liệu ở độ sâu 3 mm tính từ bề mặt của khối đá vôi và xác định rằng chỉ có lớp khoáng ngoài cùng bị chiếu bởi ánh sáng mặt trời trong suốt khoảng thời gian từ khi xây dựng đến nay với niên đại khoảng 3700 ± 500 năm. Kết quả này hoàn toàn phù hợp với các dữ liệu lịch sử trước đó. Trong khi đó các lớp vật liệu sâu hơn ở phía trong không phản ánh các thông tin liên quan đến niên đại xây dựng thành. Phương pháp này kể từ đó được mở rộng cho xác định niên đại của các kim tự tháp đá vôi (Theocaris et al., 1997) hay đền thờ Apollo ở Delphi (Liritzis et al., 1997). Phương pháp TL cũng đã được sử dụng trong các chương trình nghiên cứu liên quan đến niên đại của các mộ cổ trong văn hóa Cự Thạch, các kiến trúc đá khối ở Tây Âu (Rink et al., 1994), các tháp và đường vẽ từ đá ở cao nguyên Arnhem Land của Úc (Chaloupka, 1993) và một số tượng đài bằng đá hay ngay cả kiến trúc của khu vực chôn cất các chiến binh bị chặt đầu tại vùng Kimberley phía tây nước Úc. Năm 2006, Zacharias và các cộng sự đã tách các hạt thạch anh mịn từ các mảnh gốm trên bức tường cổ của một lò luyện kim tại Kythnos (Hi Lạp) để xác định niên đại bằng phương pháp TL. Dựa trên các mẫu đo, nhóm nghiên cứu đã làm sáng tỏ thời điểm khởi đầu của ngành luyện kim thời kì đồ đồng Cycladic cách đây 5000 đến 5500 năm (Nikos et al., 2006). Thành phần khoáng học của các mẫu cũng đã được xem xét trong nghiên cứu này nhằm xác định mối liên hệ giữa đặc tính phát quang và nhiệt độ tiếp xúc trong quá trình luyện kim. Các kết quả của nghiên cứu này đã làm sáng tỏ các nguyên nhân gây ra sai số trong việc xác định niên đại bằng phương pháp TL đối với các di tích lò nung cổ như các đặc trưng về độ nhạy và các thay đổi của thành phần khoáng.

Tại khu vực Đông Nam Á, năm 2010 đã có hoạt động tiến hành xác định niên đại của thành phố cổ Wiang Kaen, thuộc địa của Vương quốc Lanna đã từng tồn tại từ năm 1296 tới năm 1558 ở phía bắc Thái Lan (Won-in et al., 2008). Gần đây nhất, năm 2021, cũng tại Thái Lan, Vichaidid và Danworaphong đã tận dụng các mảnh gạch vụn có kích thước 2-5 cm của Thành cổ Songkhla để xác định niên đại (Vichaidid et al., 2021). Cụ thể, các mảnh gạch vụn đã được tách từ trầm tích của thành cổ để loại bỏ khoảng 3 mm lớp vật liệu bề mặt trong ánh sáng đỏ trước khi được làm sạch trong bể siêu âm và nước cất. Kết quả niên đại thu được từ

các mẫu (174-192 năm) là phù hợp với lịch sử ghi lại về bức tường được xây dựng vào khoảng giữa năm 1827-1841. Nghiên cứu này đã đi đến kết luận rằng phương pháp TL vẫn rất phù hợp để xác định niên đại của các mẫu đã được nung nóng như các mảnh gạch vụn trong các kiến trúc có niên đại rất gần đây.

Về thách thức trong xác định niên đại đối với phương pháp phát quang, một trong số các công trình nghiên cứu nổi bật nhất trong việc áp dụng phương pháp này là công trình nghiên cứu về niên đại của nơi được tin là hầm mộ Chúa Jesus do Moropoulou và cộng sự thực hiện vào năm 2018 (Moropoulou et al., 2018). Trong công trình nghiên cứu này, nhóm tác giả đã sử dụng các mẫu vôi vữa dùng xây dựng hầm mộ để phân tích niên đại bằng phương pháp OSL. Bên cạnh đó, mô hình truyền thống và cách xác định gián tiếp liều hấp thụ hằng năm vẫn được các tác giả áp dụng. Kết quả niên đại sớm nhất thu được vào khoảng năm 335 đến 345 công nguyên (CN) và muộn nhất vào khoảng năm 1815 CN. Do việc sử dụng mô hình truyền thống và xác định liều hấp thụ hằng năm bằng kỹ thuật phân tích gián tiếp (không đo đặc trực tiếp tại hiện trường) kết hợp với các tính toán số học cho các mạch vôi vữa bất đồng nhất, các kết quả niên đại của nghiên cứu này có sai số tương đối lớn từ 14% tới 16%. Kết quả của nghiên cứu này là minh chứng rõ ràng gần đây nhất về các thách thức đang phải đối mặt của phương pháp phát quang truyền thống trên thế giới.

1.2. Phương pháp nhiệt phát quang cải tiến, lời giải cho xác định niên đại của các kiến trúc bất đồng nhất, đa lớp và chồng lấn về niên đại

Về mặt cơ sở lý thuyết, phương pháp TL truyền thống dựa trên nguyên lý xác định niên đại (tuổi) thông qua việc xác định tỉ số giữa liều bức xạ hấp thụ tích lũy ($D_{\text{tích lũy}}$) và liều bức xạ hấp thụ hằng năm ($D_{\text{hàng năm}}$) trong các hạt thạch anh (SiO_2) hoặc feldpat (K_2O) mịn tồn tại trong các viên gạch hoặc đá xây dựng nên kiến trúc. Cụ thể, $D_{\text{tích lũy}}$ được xác định dựa trên quá trình tương tác của các bức xạ tự nhiên từ các đồng vị có sẵn (chuỗi ^{238}U , chuỗi ^{232}Th và ^{40}K) trong đất đá, vật liệu xây dựng kiến trúc, môi trường chôn vùi và tia vũ trụ kể từ khi kiến trúc được hình thành đến thời điểm mẫu được thu thập. Ngược lại, $D_{\text{hàng năm}}$ cũng được gây xác định tương tự như trên nhưng chỉ trong khoảng thời gian một năm. Trong khi $D_{\text{tích lũy}}$ phải được xác định trong phòng thí nghiệm thì $D_{\text{hàng năm}}$ có thể xác định bằng hai cách, tại hiện trường (kỹ thuật xác định trực tiếp) và trong phòng thí nghiệm (kỹ thuật xác định gián tiếp) thông qua đo đặc, tính toán hoạt độ phóng xạ của mẫu. Trên thế giới, phương pháp TL truyền thống thường thực hiện xác định $D_{\text{tích lũy}}$ trên các mẫu bột và $D_{\text{hàng năm}}$ qua kỹ thuật xác định gián tiếp nên sai số lớn và không khả thi đối với các kiến trúc đa lớp và chồng lấn niên đại.

Tại Việt Nam, ứng dụng phương pháp TL để xác định niên đại trong ngành khảo cổ đã được một số nhóm nghiên cứu tiến hành. Cụ thể, Phân viện Khoa học Vật liệu Nha Trang và Viện Vật lý đã thực hiện hợp tác với các nhà khoa học Italy để xác định niên đại của một số hiện vật gốm thu được từ di chỉ khảo cổ Xóm Rền (Phú Thọ), di chỉ Thành Dền (Hà Nội), di chỉ Đòng Đậu (Vĩnh Phúc), các tháp Chăm như Pô Klôngarai (Ninh Thuận), quần thể tháp Bà Ponagar (Khánh Hòa) và Thánh địa Mỹ Sơn (Quảng Nam) (Mien et al., 2008; Hanh et

al., 2006; Khiem et al., 2016). Tuy nhiên, hầu hết các nghiên cứu nói trên được tiến hành với quy mô nhỏ, các kết quả có sai số lớn do sử dụng mô hình truyền thống trong tính toán niên đại các kiến trúc. Đồng thời, các tác giả mới chỉ áp dụng kỹ thuật xác định liều hấp thụ hằng năm gián tiếp từ hoạt độ phóng xạ đo được trong các mẫu gạch. Hơn thế nữa, các nghiên cứu này cũng không thể phân biệt được niên đại của các kiến trúc đa lớp, có chồng lán hay ảnh hưởng của quá trình khai quật, quá trình thay đổi diện mạo kiến trúc đến kết quả niên đại.

Để giải quyết các thách thức phải đối mặt, năm 2016, nhóm nghiên cứu tại Trung tâm Hạt nhân Thành phố Hồ Chí Minh đã phát triển thành công việc chế tạo các mẫu tinh thể nhiệt phát quang (thermoluminescent dosimeter – TLD) từ các hạt thạch anh được tách ra từ các mẫu gạch với mật độ và kích thước tương đương các chip TLD chuẩn nhập ngoại để tiến hành phép đo liều tích lũy cho mẫu thay vì mẫu bột như cách đo truyền thống. Trên cơ sở đó, nhóm nghiên cứu đã ứng dụng thành công phương pháp TL với các cải tiến ban đầu này trong xác định niên đại của một số kiến trúc cổ tại khu di tích Cát Tiên (huyện Cát Tiên, tỉnh Lâm Đồng) và các mẫu trầm tích địa chất ở khu vực Đông Nam Bộ với sai số thấp hơn 7% (Khiem et al., 2016). Đặc biệt, từ năm 2020, phương pháp cải tiến này bắt đầu được áp dụng trong một phần công việc thuộc Đề án “Nghiên cứu khu di tích khảo cổ học Óc Eo – Ba Thê, Nền Chùa (văn hoá Óc Eo Nam Bộ)”, và đề tài Cấp Bộ Khoa học Công nghệ “Nghiên cứu xác định bổ sung các chỉ thị đặc trưng về nguyên tố đất hiếm đối với vật liệu khảo cổ khu di tích Cát Tiên và triển khai áp dụng cho khu di tích Óc Eo – Ba Thê bằng các kỹ thuật hạt nhân và liên quan”.

Để giảm thấp hơn nữa sai số trong việc xác định niên đại của 2 khu di tích trên, nhóm nghiên cứu liên ngành đã tiếp tục cải tiến đồng thời tất cả các công đoạn từ việc thu thập mẫu (cả mẫu gạch và đất vùi lấp), chế tạo các tinh thể TLD, đặt các chip TLD chuẩn tại hiện trường (trong thời gian tối thiểu 10 tháng để ghi nhận liều hấp thụ bức xạ hằng năm). Đặc biệt, nhóm nghiên cứu đã phát triển một mô hình tính toán mới để thay thế mô hình truyền thống với khả năng xác định được các đóng góp từ sự bất đồng nhất, đa lớp và chồng lán về niên đại cũng như ảnh hưởng của quá trình khai quật, tàn phá kiến trúc đến sai số của kết quả niên đại. Mô hình này dựa trên cấu hình hình trụ, được chia thành nhiều lớp vật liệu khác nhau theo đúng cấu hình thực tế ghi nhận tại hiện trường thay vì cấu hình hình cầu đồng nhất như mô hình truyền thống. Phương pháp TL với các cải tiến nói trên được gọi là phương pháp TL cải tiến với sai số của niên đại kiến trúc đều nhỏ hơn 5%. Nhóm nghiên cứu đã tiến hành kiểm chứng phương pháp cải tiến này tại khu di tích Óc Eo – Ba Thê (Phuc et al., 2023). Cụ thể, hơn 20 mẫu phân tích ban đầu tại đây cho kết quả niên đại của các kiến trúc trải rộng từ thế kỉ II đến thế kỉ XI CN. Kết quả phân tích của chúng tôi cũng là đầu tiên phát hiện niên đại chồng lán của một quần thể kiến trúc có tên gọi là KT2. Kết quả phân tích chỉ ra rằng trong quần thể kiến trúc này, lớp nền móng phía dưới có niên đại vào năm $794,45 \pm 37,64$ CN, trong khi đó lớp phía trên có niên đại vào năm $953,35 \pm 45,34$ CN (sau lớp dưới khoảng 150 năm). Sai số của các kết quả niên đại nói trên đều dưới 4,7%. Ngoài ra, độ chính xác cao trong kết quả phân tích niên đại của chúng tôi đối với kiến trúc KT2 (lớp trên) đã

được chứng minh khi các phân tích so sánh độc lập cho thấy sự phù hợp hoàn toàn với kết quả phân tích bằng phương pháp ^{14}C khối phổ trên máy gia tốc (AMS) của nhóm Nhật Bản đối với mẫu than thu thập được tại đúng vị trí này (niên đại trong khoảng 950-994 CN với độ tin cậy 57,26%) (Kien et al., 2022). Các kết quả ban đầu này đã được công bố trên tạp chí *Archaeological Science* (Phuc et al., 2023), một tạp chí uy tín hàng đầu về khảo cổ học trên thế giới, qua đó khẳng định độ tin cậy của phương pháp TL cải tiến mà nhóm chúng tôi đã phát triển thành công cho các kiến trúc chông lán, đá lớp và phức tạp được xây dựng bằng gạch, đá đặc trưng tại Ốc Eo – Ba Thê.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Di tích Vòng Thành Đá Trắng và vai trò của nó trong khảo cổ học và lịch sử

Vòng Thành Đá Trắng được các nhà nghiên cứu biết đến lần đầu tiên sau cuộc khảo sát của các cán bộ Bảo tàng Lịch sử Việt Nam vào năm 2002 tại xã Bình Châu, huyện Xuyên Mộc, tỉnh Bà Rịa – Vũng Tàu (Ba Ria – Vung Tau museum, 2022). Tên ban đầu của di tích này do các nhà nghiên cứu gọi chung là “Tuồng Thành Đá Trắng”. Đến tháng 8 năm 2007, sau đợt khảo sát thứ hai của Trung tâm Khảo cổ học, Viện Khoa học Xã hội vùng Nam Bộ, tên gọi “Vòng Thành Đá Trắng” chính thức được xuất hiện trong các tài liệu nghiên cứu và lưu trữ từ khoảng thời gian này (Ba Ria – Vung Tau museum, 2009). Sau đó, một số cuộc khai quật khác tiếp tục được thực hiện với quy mô lớn hơn bởi các nhà khoa học từ nhiều đơn vị nghiên cứu, trong đó nhóm nghiên cứu chúng tôi đã triển khai khảo sát, thu thập mẫu và đặt chip TLD vào tháng 5 năm 2023 (Hình 1).



Hình 1. Hình ảnh ghi nhận tại di tích Vòng Thành Đá Trắng trong chuyến khảo sát thu thập mẫu và đặt chip TLD để xác định liều hấp thụ bức xạ hằng năm của nhóm nghiên cứu liên ngành (hình ảnh chụp ngày 03/05/2023)

Về mặt tổng thể, di tích Vòng Thành Đá Trắng có diện tích khoảng 1 km^2 , tọa lạc trên một gò cao khoảng 12m so với mực nước biển, trên không gian tiếp giáp giữa vùng hợp lưu của sông Ray và sông Hoả, đổ ra cửa Lộc An (tên cũ là Xích Ram/cửa Bà Sam) thuộc tỉnh Bà Rịa – Vũng Tàu. Khu vực này cách tỉnh lộ 55 khoảng 1km về phía Nam theo đường chim bay (Ba Ria – Vung Tau museum, 2022).

Các khai quật gần đây đã làm xuất lộ phần nội vi là một vòng tường thành hình vuông (cạnh rộng 185-215 m), được xây bằng đá ong, kích thước tương đương $0,60\text{ m} \times 0,50\text{ m} \times$

0,25 m, bao bọc bên ngoài là vòng hào hình chữ nhật (265×410 m phân bố theo trục Bắc – Nam, lòng hào rộng 25-30 m, sâu đến 3 m). Hiện nay, theo ghi nhận tại hiện trường, các cạnh tường phía Bắc, Đông và Nam cao từ 1,1 m đến 1,5 m so với xung quanh. Bề mặt thành rộng trung bình từ 4 m đến 6 m. Các dấu vết về một hệ thống hào bao bọc bên ngoài thành ở ba mặt phía Bắc, phía Đông và phía Tây cách vòng thành khoảng từ 10m đến 15m đã được phát hiện phân bố nghiêng dốc từ bắc xuống Nam theo độ nghiêng của địa hình triền gò (Ba Ria – Vũng Tàu museum, 2009). Đường hào ở mặt phía Nam còn tồn tại mờ nhạt và cách cạnh phía Nam của vòng tường thành bằng đá ong khoảng 230 m về phía Nam.

Bởi tính chất quan trọng về lịch sử văn hoá của di tích Vòng Thành Đá Trắng, UBND tỉnh Bà Rịa – Vũng Tàu đã yêu cầu Sở Văn hóa và Thể thao tỉnh, UBND huyện Xuyên Mộc bảo vệ khẩn cấp để bảo tồn và phát huy giá trị của di chỉ. Trong đó, việc nghiên cứu các giá trị về văn hoá lịch sử của di tích này là hết sức trọng yếu vì chưa thấy sự hiện diện của nó trong các tư liệu lịch sử (Long, 2022; Giang, 2023). Bên cạnh đó, việc xác định niên đại của khu di tích sẽ đóng góp một phần đáng kể vào công tác nghiên cứu cũng như bổ sung mảnh ghép còn thiếu trong tiến trình lịch sử văn hoá vùng Nam Bộ.

2.2. Khả năng áp dụng phương pháp nhiệt phát quang cải tiến trong xác định niên đại của di tích Vòng Thành Đá Trắng

Cho đến nay, chưa có công bố khoa học nào về niên đại thực của di tích Vòng Thành Đá Trắng. Trong khi đó, đối với các tường, thành cổ được xây dựng chủ yếu bằng đá ong như Vòng Thành Đá Trắng, phương pháp ^{14}C chỉ là phương pháp gián tiếp và ít hiệu quả bởi những khó khăn trong tìm kiếm các mẫu hữu cơ trực tiếp liên quan đến thời điểm xây dựng thành. Hơn thế nữa, Vòng Thành Đá Trắng được xây dựng bằng đá ong, một loại vật liệu được khai thác từ tự nhiên khá đặc biệt. Đá ong được hình thành từ sự phong hóa của đá mẹ với thành phần chủ yếu là oxit sắt và nhôm ngậm nước hoặc không ngậm nước. Khi mất nước chúng liên kết chặt và trở nên cứng hơn. Do đó, đặc tính của đá ong ở dưới nước sâu là mềm, ngậm nước vì có nhiều lỗ rỗng. Nhưng khi chúng được đưa lên mặt đất để xây dựng thành thì kết dính sẽ tạo thành khối đá rắn chắc và bền.



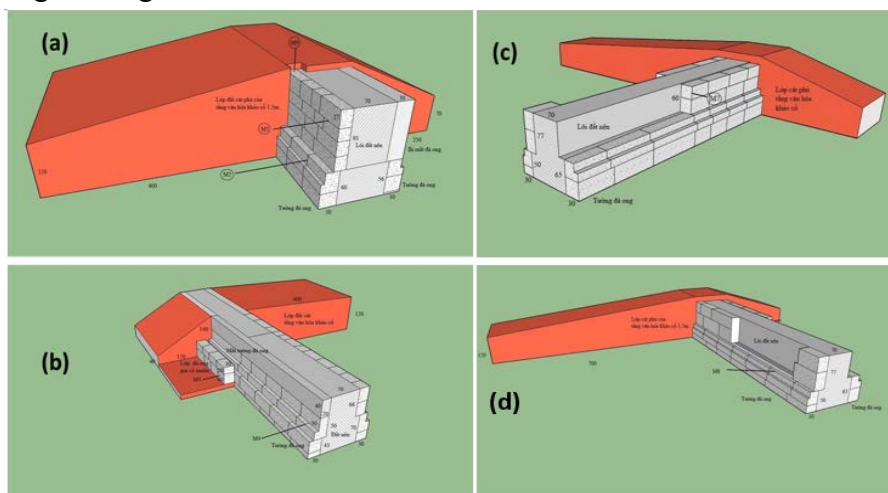
Hình 2. Minh họa một mặt ghép (giữa vòng màu đỏ) và một mặt ngoài (vòng màu vàng) của các khối đá tại di tích Vòng Thành Đá Trắng (hình ảnh chụp ngày 03/05/2024)

Theo khảo sát của nhóm nghiên cứu liên ngành chúng tôi tại hiện trường vào tháng 05/2023, các khối đá ong xây dựng nên Vòng Thành Đá Trắng ngoài các thành phần như mô

tả ở trên còn chứa rất nhiều các hạt cát và thạch anh nhỏ. Đây là đặc điểm quan trọng cho khả năng ứng dụng tốt phương pháp TL cải tiến để xác định niên đại của Vòng thành. Khác với kỹ thuật phân tích niên đại cho mẫu gạch nung, quá trình phơi sáng dưới ánh mặt trời sau khi các tảng đá ong được cất gọt chính là tác nhân tẩy sạch liều hấp thụ có sẵn trước đó trong các hạt thạch anh. Kể từ thời điểm các mặt ghép của từng khối đá được xếp lại với nhau, ánh sáng mặt trời không còn tác động đến liều hấp thụ bức xạ nữa và đó chính là thời điểm liều hấp thụ tích lũy mới được hình thành. Liều hấp thụ tích lũy chính xác sẽ được ghi nhận tại bề mặt ghép phía trong của các khối đá với khoảng cách 3 mm tính từ bề mặt từ. Việc xác định được liều hấp thụ tích lũy theo thời gian kể từ khi thành xây dựng đến thời điểm thu thập mẫu, kết hợp với việc xác định chính xác mức liều hấp thụ hằng năm thông qua việc đặt các chip TLD tại chính vị trí lấy mẫu trong 12 tháng là cơ sở để phân tích niên đại thực của Vòng thành. Bên cạnh đó, việc thu thập các mẫu ở các cạnh không ghép nối, chưa từng bị khai quật sẽ cung cấp thông tin về khoảng thời gian thành trở thành phế tích dưới dạng chôn vùi do điều kiện tự nhiên. Hơn thế nữa, việc thu thập thêm các mẫu tại những vị trí có dấu hiệu khác biệt về hình dạng, chắp nối, không liền mạch (Hình 2) sẽ cung cấp thông tin về khả năng người xưa đã gia cố, sửa chữa hoặc nâng cấp tường thành.

3. Kết quả và thảo luận

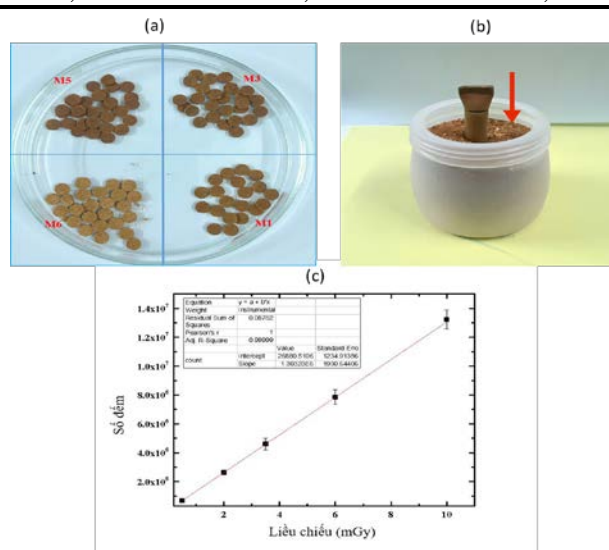
Từ các phân tích ở trên, trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành các khảo sát nhằm xác định niên đại của di tích Vòng Thành Đá Trắng bằng phương pháp TL cải tiến trên đối tượng mẫu đá ong – vật liệu chính xây dựng nên thành. Cụ thể, các mẫu đá ong và đất môi trường thu thập từ hiện trường khai quật sẽ được xử lí, đo đạc, tính toán liều bức xạ tích lũy. Liều bức xạ hằng năm sẽ được xác định bằng cách đặt chip TLD tại hiện trường và hiệu chỉnh các kết quả phép đo thông qua mô phỏng Monte Carlo cho các cấu hình thực tế của kiến trúc bằng chương trình MCNP-6.



Hình 3. Bản vẽ chi tiết 06 trong số 08 vị trí thu thập mẫu và đặt chip TLD chuẩn tại di tích Vòng Thành Đá Trắng ngày 03-04/05/2023. Các vị trí đặt mẫu được kí hiệu gồm M1-M2 (a), M3-M4 (b), M7 (c) và M8 (d)

Bảng 1. Thành phần ô xít của một số mẫu đá ong thu thập tại di tích được xác định bằng phương pháp phân tích huỳnh quang tia X bước sóng phân tán

Mẫu	M1	M3	M5	M6
Ô xít [%]				
Fe ₂ O ₃	42,927	38,246	51,555	25,856
SiO ₂	29,804	35,122	25,302	47,366
Al ₂ O ₃	24,385	23,838	20,391	24,073
TiO ₂	2,175	2,163	2,028	2,099
Cr ₂ O ₃	0,204	0,157	0,180	0,092
V ₂ O ₅	0,159	0,147	0,139	0,106



Hình 4. Các viên tinh thể TLD được chế tạo từ một số mẫu thu thập (a); quá trình xác định liều beta hằng năm (b) và đường chuẩn để xác định liều bức xạ hấp thụ đối với tia gamma và beta hằng năm (c)

Dựa trên kế hoạch nghiên cứu đã được xây dựng, trong chuyến khảo sát ngày 03-04/05/2023, chúng tôi đã tiến hành lựa chọn 08 vị trí để thu thập các mẫu tại các mặt ghép (M1-M6) và mặt ngoài (M7, M8) của các khối đá ong. Chi tiết về các vị trí lấy mẫu đã được thể hiện thành bản vẽ để phục vụ cho quá trình mô phỏng hiệu chuẩn liều hấp thụ bức xạ hằng năm như được mô tả tại Hình 3. Song song với quá trình thu thập mẫu, nhóm nghiên cứu đã tiến hành đặt 08 bộ chip TLD chuẩn để xác định liều hấp thụ hằng năm trong các hạt SiO₂ từ hiện trạng đã khai quật cũng như mở mới thêm trong quá trình thu thập mẫu. Một số mẫu đất đặc trưng cho đất nền cổ đã từng vùi lấp các kiến trúc thành đã được thu thập về phòng thí nghiệm để phân tích hàm lượng phóng xạ tự nhiên và làm đầu vào cho quá trình tính toán, mô phỏng. Cụ thể, thành phần hóa học dưới dạng khoáng ô xít trong các mẫu thu thập đã được xác định bằng phương pháp phân tích huỳnh quang tia X bước sóng phân tán. Kết quả cho thấy thành phần ô xít chính của các mẫu đá ong bao gồm Fe₂O₃, SiO₂ và Al₂O₃ (Bảng 1). Bên cạnh đó, chúng tôi đã tiến hành tách các hạt SiO₂ từ các mẫu đá ong và chế tạo các viên tinh thể TLD với kích thước chuẩn (đường kính 4,5 mm, bề dày 0,9 mm) để tiến hành thí nghiệm xác định liều bức xạ hấp thụ tích lũy (D_{tích lũy}). Hình 4a cho thấy các

viên tinh thể được chế tạo có màu sắc khác biệt đối với từng loại mẫu, qua đó phản ánh sự thay đổi của thành phần ô xít chính trong các mẫu. Quá trình xác định liều beta cũng được tiến hành dựa trên việc đặt đồng thời các chip TLD chuẩn trong một ống đồng (ghi nhận beta) và màng polymer (ghi nhận cả gamma lẫn beta) trong các hộp mẫu đã nghiền mịn (Hình 4b) trước khi niêm phong kín trong một buồng chì để loại phóng xạ trong khoảng thời gian 4 tháng. Để xác định liều bức xạ hấp thụ đối với tia gamma và beta hằng năm tác động lên các mẫu, đường chuẩn liều từ các phép chiếu chuẩn tại phòng chuẩn liều cấp II của Trung tâm Hạt nhân TP. HCM đã được xây dựng và trình bày trong Hình 4c.

Theo kế hoạch nghiên cứu, từ tháng 7-11/2024, nhóm nghiên cứu sẽ thực hiện chuyến khảo sát thứ hai để thu hồi các chip TLD chuẩn đã đặt tại hiện trường, đồng thời khảo sát các công việc còn lại liên quan đến độ cao, cấu hình tự che chắn của kiến trúc đối với bức xạ vũ trụ, để từ đó xác định chính xác liều hấp thụ bức xạ từ vũ trụ trong các hạt thạch anh cho từng vị trí lấy mẫu. Các kết quả niên đại dự kiến sẽ được xác định và công bố vào cuối năm 2024.

4. Kết luận

Trong nghiên cứu này, chúng tôi đã cung cấp một bức tranh tổng quan về nghiên cứu ứng dụng phương pháp phát quang trên thế giới cho các kiến trúc cổ được xây dựng bằng vật liệu gạch và đá. Từ các tổng quan chi tiết, các thách thức đối với phương pháp xác định niên đại phát quang đã được phân tích. Để giải quyết các thách thức như vậy, phương pháp nhiệt phát quang cải tiến do nhóm nghiên cứu liên ngành tự phát triển đã được trình bày như một giải pháp cho việc ứng dụng xác định niên đại các kiến trúc đa lớp, bất đồng nhất và chông lán. Tầm quan trọng của di tích Vòng Thành Đá Trắng trong lịch sử và khảo cổ học cùng với các thuận lợi và độ tin cậy của phương pháp nhiệt phát quang cải tiến đã được phân tích chi tiết nhằm đánh giá khả năng ứng dụng của phương pháp trong xác định niên đại của di chỉ trên. Trong giai đoạn đầu tiên của kế hoạch, 08 vị trí đã được lựa chọn để tiến hành thu thập mẫu đá ong và mẫu đất chôn vùi kiến trúc. Đồng thời, 08 bộ chip TLD chuẩn đã được đặt tại chính các vị trí lấy mẫu để ghi nhận liều bức xạ hấp thụ hằng năm trong các hạt thạch anh của các khối đá ong. Bản vẽ chi tiết mô tả các vị trí đặt chip, vị trí thu thập mẫu cũng như một số kết quả phân tích bước đầu về hàm lượng khoáng trong các mẫu và đường chuẩn liều xác định liều bức xạ hấp thụ đối với tia gamma và beta hằng năm cũng đã được thực hiện. Các công việc tiếp theo sẽ được tiếp tục tiến hành. Dự kiến các kết quả niên đại của di tích Vòng Thành Đá Trắng sẽ được xác định và công bố vào cuối năm 2024.

- ❖ **Tuyên bố về quyền lợi:** Các tác giả xác nhận hoàn toàn không có xung đột về quyền lợi.
- ❖ **Lời cảm ơn:** Nghiên cứu được thực hiện thông qua các nội dung nghiên cứu thuộc đề tài cấp Cơ sở, Mã số: CS-24/02-02. Nhóm tác giả trân trọng cảm ơn Viện Năng lượng nguyên tử Việt Nam (VINATOM), Viện Nghiên cứu Khoa học Cơ bản và Ứng dụng – Trường Đại học Duy Tân và Viện Khoa học Xã hội vùng Nam Bộ đã hỗ trợ một phần cho hoạt động nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Abeyratne, M. (1994). TL dating of Sri Lankan archaeological sites. *Quaternary Science Reviews* 13, 585-588.
- Aitken, M. J. (1985). *Thermoluminescence Dating*. Academic.
- Anderson, E.C., Libby, W.F., Weinhouse, S., Reid, A.F., Kirshenbaum, A.D., & Grosse, A.V. (1947). Radiocarbon from cosmic radiation. *Science*, 105, 576-577.
- Ba Ria – Vung Tau museum (2009). *Di tích Vong Thanh Da Trang - (Phan 1)* [Whitestone citadel archaeological site: Part 1]. Retrieved May 27, 2024, from <https://www.baotangbrvt.org.vn/di-tich-vong-thanh-da-trang-phan-1/> (Accessed date:).
- Ba Ria – Vung Tau museum (2022). *Bao cao dieu tra khao sat khao co hoc tren dia ban Ba Ria - Vung Tau nam 2002* [Report on archaeological survey at Ba Ria – Vung Tau in 2022].
- Bacci, C., Bernardini, P., Furetta, C., Rispoli, B., Sanipoli, C., Scacco, A., Carafa, P., Carandini, A., & Esposito, A. (1990). The Via Nova-Via Sacra archaic site on Palatino Hill: thermoluminescence archaeometric results. *Radiation Protection Dosimetry*, 34, 61-64.
- Benko, L., Horvath, F., Horvatincic, N., & Obelic, B. (1989). Radiocarbon and thermoluminescence dating of prehistoric sites in Hungary and Yugoslavia. *Radiocarbon*, 31, 992-1002.
- Chaloupka, G. (1993). *Journey in Time: the 50,000-year Story of the Australian Aboriginal Rock Art of Arnhem Land*. Reed New Holland, Sydney.
- Daniels, F., Boyd, C. A., & Saunders, D. F. (1953). Thermoluminescence as a research tool. *Science*, 117, 343-349.
- Dunnell, R. C., & Feathers, J. K. (1994). Thermoluminescence dating of surcial archaeological material. In C. Beck (Ed.), *Dating in Exposed and Surface Contexts* (pp.115-137). University of New Mexico Press, Albuquerque.
- Erlach, R., & Vana, N. (1988). TL-dating of archaeological samples from Carnuntum. *International Journal of Radiation and Applications in Instrumentation D: Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 295-298.
- Feathers, J. K. (1997). The application of luminescence dating in American archaeology. *Journal of Archaeological Method and Theory*, 4, 1-66.
- Giang, N. (2023). Nghe tieng ngan xua vong ve (*): Phat lo cang thi co vung Dong Nam Bo [Ancient voice echo: revealing an ancient port site in Southern Vietnam]. *Nguoi Lao Dong Press*. Retrieved May 27, 2024, from <https://nld.com.vn/thoi-su/nghe-tieng-ngan-xua-vong-ve-phat-lo-cang-thi-co-vung-dong-nam-bo-20230327211056917.htm>.
- Hanh, H. K., Thach, V. T., Viet, V. Q., Dung, P. T., Quang, V. X., Thanh, N. T., Ha, V. T., Martini, M., & Sibilila, E. (2006). Nghien cuu tinh tuoi khao co bang phuong phap nhiet phat quang tai di san van hoa My Son, Viet Nam [Application of thermoluminescence dating technique to My Son archaeological site in Vietnam]. *Proceedings of The VI National Conference on Physics* (pp. 192-195). Science and Technology Publisher.
- Huntley, D. J., Godfrey-Smith, D. I., & Thewalt, M. L. W. (1985). Optical dating of sediments. *Nature*, 313, 105-107.
- Khiem, D. D., Tuyen, L. A., Phuc, P. T., Hue, N. T. N., Hai, H. Q., Nguyen, L. L., & Hue, P. T. N. (2016). Application of thermoluminescence dating on pressed crystalline samples to determine the geological age at some areas in Southeast, Vietnam. *Ho Chi Minh City University of Education Journal of Science*, 3, 144-157.

- Kien, N. K. T., Yamagata, M., & Kubo, S. (2022). Góp phần xác định niên đại khu di tích khảo cổ học Oc Eo - Ba Thè qua các kết quả phân tích mới [Contribution to dating of Oc Eo - Ba Thè archaeological site using newly analytical results]. *Vietnam Journal of Archaeology*, 6, 12.
- Liritzis, I. (1994). A new dating method by thermoluminescence of carved megalithic stone building. *Comptes Rendus de L'Académie des Sciences*. Paris, 319 (Série II), 603-610.
- Liritzis, I., Guibert, P., Foti, F., & Schvoerer, M. (1997). The temple of Apollo (Delphi) strengthens novel thermoluminescence dating method. *Geoarchaeology*, 12, 479-496.
- Liritzis, Y., & Thomas, R. (1980). Palaeointensity and thermoluminescence measurements on Cretan kilns from 1300 to 2000 BC. *Nature*, 283, 54-55.
- Long, N. (2022). Vong Thanh Da Trang là di tích thành cổ Nam Bộ duy nhất còn hiện hữu trên thực địa [Whitestone citadel is a uniquely ancient citadel existed in Southern Vietnam]. *Thanh Niên Press*. Retrieved May 27, 2024, from <https://thanhnien.vn/vong-thanh-da-trang-la-di-tich-thanh-co-nam-bo-duy-nhat-con-hien-huu-tren-thuc-dia-1851450257.htm>
- Lu, Y., Zhang, J., Xie, J., & Wang, X. (1988). TL dating of pottery sherds and baked soil from the Xian Terracotta Army site, Shaanxi Province, China. *International Journal of Radiation and Applications in Instrumentation D: Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 283-286.
- Mien, N. Q., Phon, L. K., Huong, P. L., Liem, N. Q., Dung, N. T. K., Loat, B. V., & Lam L. C. L. (2008). Nghiên cứu xác định tuổi màu gốm cổ Việt Nam bằng phương pháp nhiệt phát quang [Dating of Vietnam ancient ceramics by thermoluminescence dating technique]. *Research project of Vietnam Academy of Social Sciences*.
- Moropoulou, A., Zacharias, N., Delegou, E.T., Apostolopoulou, M., Palamara, E., & Kolaiti, A. (2018). OSL mortar dating to elucidate the construction history of the Tomb Chamber of the Holy Aedicule of the Holy Sepulchre in Jerusalem. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 19, 80-91.
- Nikos, Z., Christodoulos, M., Olga, P. H., Anno, H., & Yannis, B. (2006). Fine-grain TL dating of archaeometallurgical furnace walls. *Journal of Cultural Heritage*, 7, 23-29.
- Phuc, P. T., Hue, N. T. N., Hue, P. T., Anh, T. T., Kien, N. K. T., Son, L. T., Nguyen, L. L., Xuan, T. D., Phuc, V. D., Long, N. H., Tiep, N. V., Vu, C. D., Thiem, L. N., Quynh, N. N., Kiet, H. A. T., Hung, N. Q., & Tuyen, A. L. (2023). Improved thermoluminescence dating for heterogeneous, multilayered, and overlapped architectures: a case study with the Oc Eo archaeological site in Vietnam, *Journal of Archaeological Science*, 155, Article 105800.
- Rink, W. J., Rhodes, E. J., & Grün, R. (1994). Thermoluminescence from Igneous and Natural Hydrothermal Quartz: Dose Response after Optical Bleaching. *Radiation Measurements* 23, 159-173.
- Robertson, G. B., & Prescott, J. R. (1988). The Thai ceramics archaeological project: TL characteristics of the artifacts. *International Journal of Radiation and Applications in Instrumentation D: Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 299-305.
- Theocaris, P. S., Liritzis, I., & Galloway, R. B. (1997). Dating of two Hellenic pyramids by a novel application of thermoluminescence. *Journal of Archaeological Science*, 24, 399-405.
- Vichaidid, T., & Danworaphong, S. (2021). Dating the historical old city walls of Songkhla Thailand using thermoluminescence technique. *Heliyon*, 7, e06166.
- Won-in, K., Wattanakul P., Dararutana P., Pongkrapan S., Takashima I., Ruangrunsi N., & Singharajwarapan F. S. (2008). Preliminary study of the age of the Lanna period by Thermoluminescence dating: A case study from the Wiang Kaen Ancient Site, Chiang Rai, Northern Thailand. In *Geoarchaeology and Archaeomineralogy*, Proceedings of the International Conference. Sofia: St. Ivan Rilski 2008.

DATING OF THE WHITE STONE CITADEL ARCHAEOLOGICAL SITE USING IMPROVED THERMOLUMINESCENCE TECHNIQUE ON LATERITES

*Nguyen Thi Ngoc Hue¹, Pham Thi Hue¹, Nguyen Khanh Trung Kien²,
Nguyen Quoc Manh,² Dang Ngoc Kinh², Le Hoang Phong², Nguyen Nhut Phuong²,
Tran Dong Xuan³, Truong Van Minh⁴, Phan Trong Phuc¹, Lo Thai Son¹,
La Ly Nguyen¹, Ngo Dang Trung¹, Nguyen Quang Hung^{3*}, Luu Anh Tuyen^{1*}*

¹Center for Nuclear Technologies, Vietnam Atomic Energy Institute, Vietnam

²Center for Archaeology, Southern Institute of Social Sciences, Vietnam

³Institute of Fundamental and Applied Sciences, Duy Tan University, Vietnam

⁴Faculty of Education in Natural Sciences, Dong Nai University, Vietnam

*Corresponding authors: Luu Anh Tuyền – Email: tuyenluuanh@gmail.com

Nguyễn Quang Hưng – Email: nguyenquanghung5@duytan.edu.vn

Received: September 05, 2024; Revised: October 07, 2024; Accepted: October 08, 2024

ABSTRACT

This paper provides an overview of luminescence-based dating techniques applied to ancient brick- and stone-built architectures, highlighting key challenges associated with these methods. We introduce our recently improved thermoluminescence (TL) technique as an optimal solution for dating heterogeneous, multilayered, and overlapping structures, offering higher reliability compared to traditional TL methods. Additionally, we discuss the historical and archaeological significance of the White Stone Citadel, a rare ancient structure in Southern Vietnam. This site may hold valuable insights into the history and culture of the southern region, making it an ideal case study for the application of our improved TL technique. Preliminary analyses of sample compositions, along with the standardization of gamma and beta doses, are also presented. Final dating results will be reported around the end of 2024.

Keywords: Chronology of ancient architecture; improved thermoluminescence technique; laterites; White Stone Citadel archaeological site