

UNIVERSITATEA BABEȘ-BOLYAI
FACULTATEA DE BIOLOGIE ȘI GEOLOGIE

TEZĂ DE DOCTORAT

Datarea prin luminescență stimulată optic folosind cuarț
pentru construirea cronologiilor absolute a ultimului
ciclu glaciatic înregistrat în depozitele de loess.

On the dating of the last glacial cycle in loess deposits
using quartz optically stimulated luminescence.

DANIELA CONSTANTIN

PROMOTER (COORDONATOR ȘTIINȚIFIC)
PROF. DR. VLAD AUREL CÔDREA

CLUJ-NAPOCA 2015

- ✓ Studiile prezentate în această teză au fost realizate în cadrul Laboratorului de Datorare prin Luminescență Cluj-Napoca, Institutul de Cercetări Experimentale Interdisciplinare al Universității Babeș-Bolyai.

- ✓ Laboratorul de Datorare prin Luminescență a Universității Babeș-Bolyai a fost susținut financiar de proiectul PN II RU TE 3-2011-3-0062 (Ministry of Education and Scientific Research).

- ✓ Daniela Constantin a beneficiat de sprijinul financiar oferit prin Programul Operațional Sectorial Dezvoltarea Resurselor Umane 2007-2013, cofinanțat prin Fondul Social European, în cadrul proiectului POSDRU/159/1.5/S/133391, cu titlul “Programe doctorale și post-doctorale de excelență pentru formarea de resurse umane înalt calificate pentru cercetare în domeniile Științele Vieții, Mediului și Pământului”.

Cuprins

1	Introducere	3
1.1	Loessul ca arhivă a schimbărilor climatice din Cuaternar.....	3
1.2	Generalități privind datarea prin luminescență	3
1.3	Discrepanțe între vârstele raportate pe primele cronologii luminescente construite pe loess din România.....	5
1.4	Scopul și structura tezei.....	7
2	Contextul geologic al siturilor investigate.....	11
3	Datarea prin luminescență stimulată optic a depozitelor de loess folosind cuarț cu diferite fracțiuni granulometrice.....	13
3.1	Extracția cuarțului, aparatura și protocolul de măsurare.....	13
3.2	Determinarea dozelor anuale	16
3.3	Confirmarea discrepanțelor între vârstele OSL pentru diferite granule de cuarț extras din loess din România, Serbia și China.....	17
4	Investigații fundamentale privind cauza discrepanțelor de dintre cronologiile SAR OSL obținute pentru diferite fracțiuni granulometrice de cuarț	34
4.1	Emisia luminescentă a cuarțului în urma expunerii la câmp de radiații mixt alfa-beta	34
4.2	Curbe SAR OSL doză-răspuns naturale și artificiale contruite la doze mari folosind cuarț	36
5	În loc de concluzii	42
	Referințe.....	43

Cuvinte cheie: luminescență stimulată optic (OSL); datare prin luminescență; cuarț; loess; ultimul ciclu glaciatic; Bazinul Dunării; Platoul de loess din China

1 Introducere

1.1 Loessul ca arhivă a schimbărilor climatice din Cuaternar

Ultimul ciclu interglaciar-glaciar prezintă un interes deosebit întrucât în această perioadă a fost înregistrat un spectru complex de oscilații la scară orbitală, ce cuprind fluctuații climatice milenare, variații centenare, sau chiar la scara zecilor de ani (**Dansgaard et al., 1993; Svensson, 2008; Rasmussen et al., 2014**). Este de asemenea perioada de dezvoltare și migrare a omului anatomic modern, pentru care există o multitudine de proxii disponibile (ex: izotopi de oxigen, susceptibilitate magnetică). Investigarea variațiilor climatice cuaternare în detaliu deține un rol major în înțelegerea și prezicerea posibilelor viitoare schimbări climatice, fie ele naturale ori influențate de activități antropogenice es.

Depozitele loess-paleosol acoperă aproximativ 10% din suprafața terestră și reprezintă o arhivă continentală importantă, de rezoluție înaltă și cvasi-continuă a paleoclimatelor cuaternare. (**Figura 1**). Paradigma acceptată este că depozitarea prafului și deci formarea loess-ului este intensificată în perioadele glaciare, în timp ce procesele pedogenetice ce duc la formarea solului sunt mai puternice în timpul climatelor umede și calde, specifice perioadelor interglaciare. Cu toate acestea, o încadrare cronologică de încredere pentru depozite de loess care ar permite compararea independentă cu alte arhive reprezintă în continuare o problemă.

1.2 Generalități privind datarea prin luminescență

Datarea prin luminescență este în prezent singura metodă pentru construirea cronologiilor absolute a depozitelor de loess, care sunt considerate materiale

ideale pentru dezvoltarea, testarea și aplicarea tehnicilor de analiză luminescentă. Intervalul de vârstă în care această metodă poate fi aplicată variază de la 10^2 de ani sau mai puțin, până la peste 10^6 ani și se bazează pe proprietatea unor minerale precum cuarțul, feldspații, calcitul, de a stoca energia rezultată prin expunerea la câmpul de radiații natural pe parcursul depunerii lor în cadrul arhivelor sedimentare, și emisia acesteia, luminescentă în urma stimulării cu lumină sau căldură, realizându-se astfel și resetarea semnalului luminescent latent. Aceste materiale se numesc dozimetre și utilizarea lor în dozimetria respectivă se bazează pe relația funcțională dintre perioada de îngropare (tradusă prin energia stocată) și intensitatea semnalului luminescent emis în urma expunerii la lumină sau căldură. Vârsta OSL reflectă perioada de timp trecută de la ultima expunere la lumină a mineralului constituent al arhivei sedimentare. Simplificat, vârsta OSL reprezintă raportul dintre doza de iradiere absorbită în timpul îngropării (paleodoza) și doza anuală de radiații emisă de radionuclizii constituenți ai sedimentului. Estimarea paleodozei se face prin convertirea luminescenței emise de probă în doză folosind protocolul SAR (**Murray and Wintle, 2000; Wintle and Murray, 2006**), prin stabilirea relației doză răspuns a cuarțului investigat. Pe curba de creștere a semnalului indus în laborator este interpolat semnalul luminescent natural pentru determinarea dozei echivalente paleodozei acumulate pe parcursul îngropării (De). Doza anuală este calculată în aceste studii pe baza activităților specifice a unor izotopi naturali din seriile ^{238}U , ^{235}U , ^{232}Th și ^{40}K fiind determinate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Doza anuală cuprinde contribuțiile radiațiilor de tip alfa, beta, gama și cosmice. Factorii care influențează magnitudinea dozei anuale sunt umiditatea sedimentului, adâncimea, altitudinea, latitudinea etc.

Dezvoltările tehnologice din ultima decadă au condus la îmbunătățiri semnificative privind precizia și acuratețea datărilor prin luminescență; această metodă este considerată actualmente una dintre cele mai importante cronometre folosite în studiul Cuaternarului târziu (**Wintle, 2008**). În același timp, aplicații recente a metodelor luminescente pe depozitele de loess din România au revelat rezultate neașteptate.

1.3 Discrepanțe între vârstele raportate pe primele cronologii luminescente construite pe loess din România

Un prim studiu raportează vârste obținute prin luminescență stimulată optic (OSL) pentru secțiunea de loess de lângă Mircea Vodă (Dobrogea, SE României) folosind cuarț fin (4-11 μ m) ca și dozimetru (**Timar et al., 2010**). Deși s-a obținut un set de vârste optice consistente intern, compararea acestora cu un model magnetic timp-adâncime bazat pe măsurători de susceptibilitate magnetică a sugerat o subestimare sistematică a vârstelor după penultima perioadă glaciară (vârstele SAR OSL a 3 probe de sub pedocomplexul S1 au fost interpretate ca fiind subestimate). În mod interesant, semnalele OSL provenind de la aceste probe nu au indicat caracteristici neobișnuite. S-a ajuns la concluzia că datarea optică a cuarțului fin poate fi folosită pentru a stabili o cronologie de încredere pentru loess-ul din România de până la ~70 ka, ceea ce corespunde unei doze echivalente de ~200 Gy. Un astfel de comportament este consecvent cu rezultate obținute pe loessul din China (>70ka) (**Buylaert et al., 2007**), și cu sugestia mai generală conform căreia protocolul SAR subestimează vârstele reale în cazul intervalelor de vârste mai bătrâne (**Murray et al., 2007; Lowick et al., 2010a; Lowick et al., 2010b; Lowick and Preusser, 2011**). Astfel, o procedură OSL de măsurare în laborator

aparent de încredere nu garantează în mod necesar determinarea cu acuratețe a paleodozei. Un studiu ulterior aplicat pe cuarț grosier (63-90 μm) extras din aceeași secțiune (**Timar-Gabor et al., 2011**) a arătat că dozele echivalente obținute pe cuarțul grosier sunt sistematic mai mari decât cele obținute pe granule fine; diferența raportată nu este suficient de mare pentru a putea fi explicată de resetarea incompletă a semnalului sau de efecte microdozimetrice. În plus, ambele fracțiuni de cuarț au trecut testele procedurale ale protocolului SAR și au oferit seturi de vârste optice consistente intern.

Timar-Gabor et al. (2012) a desfășurat investigații în privința răspunsului luminescent în funcție de doză pentru cele două fracțiuni de cuarț în intervalul de doze înalte 5-10 Gy, având ca rezultat identificarea a două noi probleme de importanță generală pentru SAR. În primul rând, semnalul natural al unei probe „infinit” de bătrâne din punct de vedere a paleodozei, nu a fost găsit în saturație, implicând posibilitatea ca răspunsul la doză măsurat în laborator să nu simuleze umplerea capcanelor de electroni pe parcursul îngropării. În al doilea rând, s-a observat o diferență considerabilă între curbele de creștere a răspunsului la doză pentru cele două fracțiuni de cuarț, cuarțul fin saturând la doze mult mai mari. O observație similară a fost făcută de **Constantin et al. (2012)** într-un studiu care a comparat cuarț fin (4-11 μm) și cuarț grosier de diferite dimensiuni (63-90, 90-125, 125-180 μm) extras din situl Căciulătești (SV României). Aceste rezultate intrigă în special în corelație cu faptul că fracțiunea fină subestimează vârsta reală mai repede decât fracțiunea grosieră. De asemenea, valorile obținute pentru caracteristicile de saturație ale cuarțului fin sunt similare cu valorile raportate în alte studii internaționale (ex.. **Lowick et al., 2010b**) și dozele caracteristice de saturație determinate în acest studiu

sunt apropiate de valorile obținute anterior pe material grosier de cuarț din alte locații (Murray et al., 2007; Pawley et al., 2010).

1.4 Scopul și structura tezei

Această teză se bazează pe cele 5 articole publicate ca prim-autor și co-autor pe perioada celor 3 ani de studii doctorale. De asemenea, sunt prezentate rezultatele studiului realizat pe o secțiune de loess din China, ce vor constitui subiectul unor publicații viitoare. În cele ce urmează este prezentată structura de ansamblu a tezei și sunt descrise motivațiile studiilor din fiecare capitol.

Partea 1 cuprinde **Capitolele 2 – 5**. Cronologii de înaltă rezoluție sunt construite folosind luminescența stimulată optic pentru ultimul ciclu glacial, aplicând protocolul SAR (uni-alicotă regenerativ) pe cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm). Cele patru secțiuni de loess investigate au fost selectate astfel încât să ofere o perspectivă regională și transcontinentală asupra celor două probleme identificate în situl Mircea-Vodă: (i) subestimarea vârstelor obținute pe cuarț fin și grosier extras din probele mai bătrâne și (ii) caracteristicile diferite ale răspunsurilor luminescente în funcție de doză în cazul celor 2 fracțiuni de cuarț investigate.

În **capitolul 2** sunt raportate cronologii SAR-OSL de înaltă rezoluție obținute pe cuarț fin și grosier pentru alternanțele loess-paleosol L1, S1 și L2 identificate în situl Costinești, Dobrogea, sud-estul României, pentru a testa dacă discrepanțele obținute pentru vârstele ce corespund diferitelor granulații de cuarț reprezintă o trăsătură locală.

După cum a fost demonstrat anterior (Buggle et al., 2008), compoziția geochemică a loess-ului de la Mircea-Vodă (SE României) și a celui din Serbia

au în comun o componentă majoră derivată din aluviunile Dunării. Totuși, particule de loess din Dobrogea indică o contribuție semnificativă a unei surse secundare de loess, probabil sedimentele glaciofluviale din Ucraina, pentru care contribuții variabile de la arelele locale cu dune de nisip pot fi luate în considerare. Astfel, arealul de studiu este extins către depozite de loess mai vestice cu componente de origini diferite: situl Lunca în vestul României (bazinul inferior al Dunării) și situl Orlovat în Serbia (bazinul Carpatic). Prin urmare, **capitolele 2 și 3** analizează posibilitatea ca sursa cuarțului să reprezinte cauza problemelor menționate anterior.

Asemănările dintre caracteristicile loess-ului din sud-estul Europei și originile acestuia permit compararea și corelarea stratigrafică între aceste depozite de platou și cele din centrul Chinei (**Stevens et al., 2011; Marković et al., 2015**). Platoul de loess din partea nord-centrală a Chinei constituie cea mai extinsă și mai completă arhivă terestră de origine eoliană a schimbărilor climatice din ultimii ~ 2.5 Ma (**Liu and Ding, 1998; Guo et al., 2001**). Mulțumită multitudinii de proxy-uri existente, această arhivă a oferit informații fundamentale privind oscilațiile climatice din Cuaternar. Cu toate acestea, cronologiile absolute bazate pe datarea prin luminescență aplicată pe cuarț care ar trebui să susțină aceste modele paleoclimatice sunt rare și limitate la ultima perioadă glaciară sau chiar mai târziu, în funcție de metoda sau mineralul folosit. Pornind de la problemele raportate pe loess-ul din sud-estul Europei, în **capitolul 5** metoda datării prin luminescență este aplicată pe două fracțiuni de cuarț extras din faimoasa secțiune de loess Xifeng (**Kukla, 1987; Stevens et al., 2007a**). Comparând proprietățile luminescente ale cuarțului, este evaluată posibilitatea ca discrepanțele între vârstele obținute pe cele 2

fracțiuni de cuarț și creșterea diferită a semnalului OSL să fie o caracteristică globală.

Partea a 2a a acestei teze cuprinde investigații metodologice privind cauza discrepanțelor dintre vârstele OSL prezentate în **capitolele 6-7**.

O diferență fundamentală între datarea pe baza cuarțului fin și a cuarțului grosier constă în istoricul iradierii alpha. Astfel în **capitolul 6** este investigat posibilul efect pe care l-ar putea avea doza alpha primită de granulele fine pe parcursul ciclurilor geologice de iradiere și resetare a semnalului asupra caracteristicilor de saturație a răspunsului la doza dată în laborator.

În **capitolul 7**, este aprofundat studiul realizat de **Timar-Gabor et al. (2012)** conform căruia răspunsurile la doza dată în laborator nu reflectă creșterea semnalului OSL natural. Curbe de creștere mediate au fost construite până la doze foarte înalte utilizând stimulare optică în regim continuu (CW-OSL) și în pulsuri pentru probe de cuarț din România, Serbia și China pentru a le determina și compara caracteristicile de saturație. În plus, este testat efectul iradierilor anterioare, al stimulărilor optice sau al tratamentelor termice asupra caracteristicilor de saturație obținute în laborator. Spectrul emisiei luminescente în funcție de timp este obținut pe aceste probe de cuarț (i) pentru a testa dacă creșterea la doze mari a semnalului luminescent în laborator este caracteristic cuarțului și nu unui artefact cauzat de contaminarea cu feldspați și (ii) pentru a determina dacă la doze mari la emisia luminescentă contribuie centri de luminescență adiționali. Curbe de creșterea semnalului OSL în naturală sunt construite pe două situri de loess din România, pe baza datelor oferite de modelul timp-adâncime folosind susceptibilitatea magnetică. Acestea sunt comparate cu răspunsul mediat al semnalului luminescent în funcție de

dozele de iradiere date în laborator. Din cauza lipsei unui model de vârstă independent pentru situl Xifeng, construcția de curbe de creștere naturale nu a fost posibilă. Astfel, rezultatele obținute pe loess-ul din România au fost comparate cu singurele răspunsuri la doze naturale existente, pentru o secțiune diferită aparținând Platoului de Loess din China (**Chapot et al., 2012**). Experimente adiționale sunt desfășurate pe cuarțul extras din depozitele din România și China pentru a testa acuratețea cu care protocolul SAR poate recupera doze naturale sau artificiale mari.

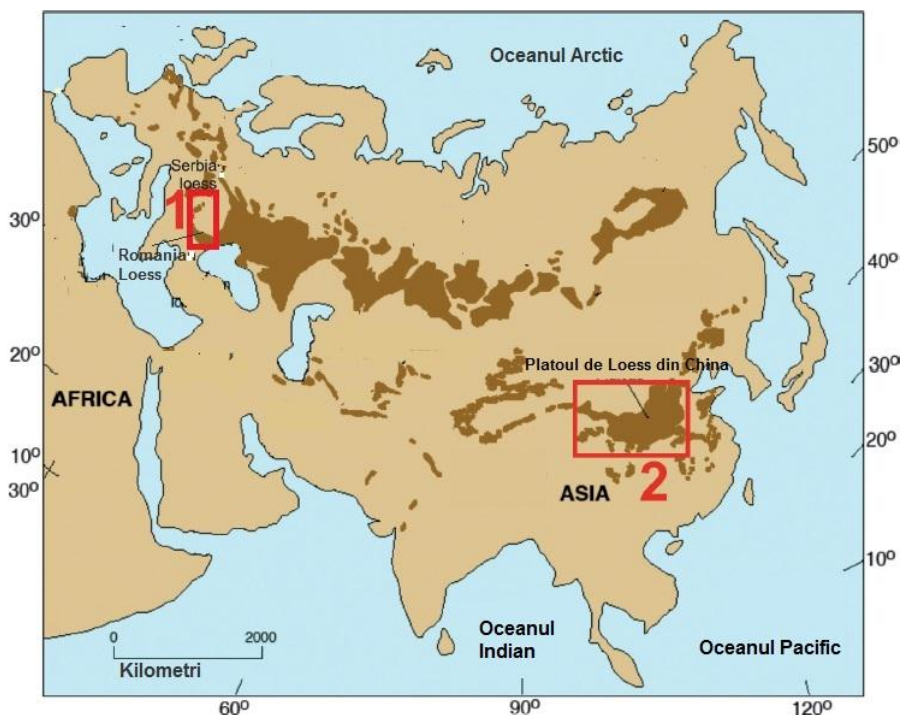


Figura 1 Centrura de loess euroasiatică. Hartă modificată după **Muhs (2007); Marković et al. (2012)**: 1. Loessul din România și Serbia; 2. Platoul de Loess din China.

2 Contextul geologic al siturilor investigate

Marković et al. (2015) a realizat corelarea stratigrafică directă între depozitele de loess din bazinul de Mijlociu și Inferior al Dunării și cele din centrul Platoului de Loess din China. Astfel, o schemă stratigrafică având la bază modelul stratigrafic chinezesc (**Kukla and An, 1989**) se aplică tuturor secțiunilor investigate în această teză pentru facilitarea comparațiilor. Unitățile stratigrafice de loess și paleosol sunt indicate cu L și S și sunt numerotate în ordinea crescătoare a vârstelor. În toate siturile investigate, cu excepția sitului Lunca, strategia de colectare a probelor a acoperit unitățile stratigrafice de la până în partea superioară a penultimului strat de loess.

Din punct de vedere structural, secvențele de loess investigate din România sunt localizate în Platforma Moesică. Situl din Costinești este situat în Dobrogea de Sud, o regiune distinctă a acestei platforme, identificată la suprafață între falia Capidava-Ovidiu și granița cu Bulgaria; pe când situl Lunca este localizat în sector vestic al Platformei Moesice. Situl din Costinești este o localizat pe o faleză expusă de-a lungul țărmului Mării Negre (43, 97° N; 28, 65° S; Dobrogea, SE Romania). La baza loess-ului Cuaternar se află calcare calcare Sarmatiene. Acesta este alcătuit din depozite de grosime de aproximativ 12.5 m, cuprinzând șase alternanțe sol-paleosol (L1 – L6, înglobând S1 – S5). Paleosolurile S1 și S2 sunt cernoziomuri, pe când S3 – S6 sunt soluri brun-roșcate de pădure. Măsurători primare de magnetizare remanentă restrâng vârsta acestei secțiuni la maxim 730 ka (**Ghenea and Rădan, 1993**).

În sud-vestul României, expuneri verticale de depozite de loess tipice măsurând zeci de metri grosime domină câmpia aluvială de-a lungul malului stâng al Oltului și a Dunării. Situl Lunca ($43^{\circ}50'55''$ N, $24^{\circ}45'56''$ E) este localizat în sudul Câmpiei Române, pe malul stâng al râului Olt, la aproximativ 15 km nord de confluența acestuia cu Dunărea. Această secțiune se prezintă ca o ravenă adâncă de ~36 m și a fost subiectul unor măsurători anterioare de susceptibilitate magnetică (**Necula, 2006**) ce au identificat cel puțin 6 alternanțe sol-paleosol.

Secțiunea de loess-paleosol investigată de la Orlovat este localizată la marginea nord-estică a platoului de loess Vojvodina, care din perspectivă structurală se încadrează Bazinului Panonic. Situl investigat este expus într-o lutărie ($45^{\circ}15'$ N, $20^{\circ}35'$ E) din partea centrală a platoului Tamiș în contact cu valea râului Tamiș, în regiunea Vojvodina, nordul Serbiei.

Depozitele de loess din vecinătatea orașului Xifeng sunt considerate ‘secțiuni de loess tipic’ din partea centrală a Platoului de Loess din China. Acesta este localizat în bazinul Ordos aparținând cratonului Chinei de nord. Secțiunile complete cuprind 33 de succesiuni loess-paleosol ce pot atinge grosimi de până la 300 m și au ca substrat formațiunea denumită informat „Argila Roșie-Red Clay”. Contactul dintre acestea a fost datat paleomagnetic la ~2.4 Ma. Argilele roșii din Xifeng s-au format în epocile magnetice Gilbert și Gauss (Pliocenul Târziu), iar pietrișul și nisipurile de la bază lor fac tranziția cu roca de bază Terțiară (**Kukla, 1987**). Noi datări de la baza formațiunii ‘Argile Roșii’ de pe Platoul de Loess Chinezesc indică debutul acumulării prafului transportat pe cale eoliană acum 8 Ma și au fost interpretată ca răspuns de mediu la o fază majoră a ridicării platoului Himalaya-Tibetan acum 9-8 Ma (**An et al., 2001**). În studiul de față, probe au fost colectate dintr-o expunere

de loess nouă pentru datarea OSL, altele decât cele studiate de **Kukla (1987)** sau de **Stevens (2006); (2007a)**. Strategia de colectare a avut la bază observații pe teren și variații de susceptibilitate magnetică pe adâncimea secțiunii pe parcursul a 3 profile separate dar consecutive ce ajung la 17 m.

3 Datarea prin luminescență stimulată optic a depozitelor de loess folosind cuarț cu diferite fracțiuni granulometrice

În Capitolele 2 – 5 sunt prezentate cronologiile absolute extinse pe parcursul ultimului ciclu glaciatic înregistrat în depozitele de loess din bazinul Dunării și Platoul de Loess din China. Măsurătorile de luminescență au fost realizate pe granule de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) pentru a testa dacă discrepanțele dintre vârstele OSL observate în situl de la Mircea-Vodă reprezintă un fenomen general. Cronologiile OSL obținute sunt comparate cu modele de vârstă în funcție de adâncime construite pe baza variațiilor de susceptibilitate magnetică pentru secțiunile Costinești și Lunca din România.

3.1 Extracția cuarțului, aparatura și protocolul de măsurare

Probele de loess au fost colectate folosind cilindri de oțel inserați la diferite adâncimi perpendicular pe profilul de loess curățat în prealabil (detalii privind strategia de prelavare sunt în **Tabelele 1-4**). Materialul de la capetele cilindrilor este destinat măsurătorilor de spectrometrie gamma de înaltă rezoluție și pentru estimarea umidității probei.

Procesul de prelucrare a probelor în datarea prin luminescență este unul dificil și de lungă durată. Întregul proces de preparare a probelor are loc în camera

obscură cu lumină roșie de mică putere pentru a evita stimularea semnalului luminescent din materiale. Se efectuează tratamente cu acid clorhidric HCl (10%) și peroxid H_2O_2 (10%, 30%) pentru îndepărtarea carbonaților, respectiv a materiei organice. Materialul rămas se cerne umed pe site de 63 și 90 μm pentru a separa granulația grosieră și fină, un amestec nediferențiat de granule minerale (cuarț, feldspați, minerale grele). Centrifugarea extraselor de 63-90 μm cu lichid greu (metatungstat de sodiu monohidrat, 3000 rpm, 30 min) de două densități (2.62 gcm^{-3} , 2.75 gcm^{-3}) se efectuează pentru separarea argilelor respectiv a mineralelor grele și a feldspaților). Decaparea cu acid fluorhidric HF (40%) timp de 40 minute a extraselor de 63-90 μm are rolul de a separa cuarțul de plagioclază. Astfel feldspații sunt îndepărtați datorită rezistenței slabe sub acțiunea acidului fluorhidric. Acesta din urmă acționează și asupra stratului exterior al granulelor de cuarț, înlăturând de asemenea contribuția externă a particulelor alfa. După acțiunea acidului fluorhidric probele se spală în HCl (10%) la 50 °C timp de 60 minute pentru îndepărtarea fluorurilor formate sub acțiunea HF. Materialul este clătit, uscat și supus unei sitări uscate finale pe sita de 63 μm pentru îndepărtarea granulelor cu diametrul redus la mai puțin de 63 μm . Separarea fracțiunii poliminerale cu diametrul >11 μm are loc prin depunerea în cilindri Atterberg a fracțiunii < 63 μm și extracția granulelor pe baza timpului estimat de softului Sedicalc conform legii lui Stokes. Atacul cu acid fluorosilicic H_2F_6Si timp de 10 zile se efectuează pentru îmbogățirea în cuarț a amestecului polimineral astfel rezultat. Separarea fracțiunii fine de cuarț 4-11 μm prin centrifugare cu apă distilată (1000 rpm, 1 min).

Pentru măsurătorile de luminescență granulele grosiere de cuarț se depun în formă uscată pe discuri de oțel inoxidabil cu diametrul de 10 mm, aderența

fiind asigurată printr-un ulei siliconic, care se pulverizează la suprafața discului. Alicotele de cuarț fin se obțin prin pipetarea a 1 ml de granule fine în suspensie (2 mg de granule/ 1 ml acetonă) pe 1 disc de aluminiu.

Puritatea extraselor de cuarț este validată de absența unui semnal luminescent emis prin stimulare IR la 60 °C după iradierea cu o doză regenerativă mare și prin monitorizarea picului de la 110 °C din curbei de strălucire TL pe parcursul preîncălzirii. Gradul de puritate al fiecărei alicote este cuantificat de testul depletării IR (**Duller, 2003**) .

Toate măsurătorile de luminescență în regim continuu de stimulare (CW-OSL) au fost realizate la Laboratorul de Datare din Cluj-Napoca folosind cititorul automat de luminescență Risø TL/OSL DA-20 echipat cu diode albastre (470 ± 30 nm) and IR (870 nm) și filtru Hoya U-340 UV de 7.5 mm. Irradierile s-au realizat cu sursa ^{90}Sr - ^{90}Y beta, calibrată folosind cuarț de calibrare furnizat de Risø National Laboratory. Emisia luminescentă a fost colectat în canale de 0.154 s. Toate probele au fost analizate folosind protocolul dozei regenerative unialicotă (SAR) (**Murray and Wintle, 2000, 2003**). Semnalul net OSL folosit pentru analize a fost izolat din primele 0.308 s a curvei de strălucire minus fondul derivat măsurarea semnalelor înregistrate între 2.464 și 3.080 s, conform studiilor anterioare de luminescență pe loessul din România (**Timar et al., 2010; Timar-Gabor et al., 2011**). Semnalele naturale și regenerate au fost măsurate după preîncălzirea timp de 10 s la 220°C iar răspunsul la doza test de iradiere (16 Gy) a fost măsurat după preîncălzirea la 180°C. Ulterior semnalul OSL a fost resetat prin stimulare cu diode albastre timp de 40 s la 280 °C.

Experimentele pentru determinarea spectrului emisiei luminescente în funcție de timpul de stimulare (TR-OSL) au fost realizate la Risø National Laboratory folosind readerul automat Risø TL/OSL-20 dotat cu unitate control al LEDuri prin pulsuri, și un atașament de înregistrare individuală a fotonilor (Photon Timer attachment). Acest tip de experimente au fost efectuate folosind aceeași parametri de măsurare cu din experimentele CW-OSL. Pentru stimularea și înregistrarea semnalelor TR-OSL timpul de măsurare a fost setat la 100 s, cu o durată totală a pulsului de 500 μ s: 50 μ s de iluminare și 450 μ s în care diodele sunt oprite; aceasta echivalează cu 10 s de măsurare în regim CW-OSL. Un număr total de 500 de canale au fost folosite pentru înregistrarea fotonilor. Măsurarea răspunsului luminescent stimulat în pulsuri în funcție de doză a fost proiectat astfel încât să reproducă cât mai fidel condițiile de măsurare în regim CW-OSL și pentru a minimiza contaminarea cu un posibil semnal emis de feldspații: (i) selecția duratei de iluminare de 50 μ s (ii) setarea fotomultiplicatorului dea înregistra doar în off-time; (iii) ignorarea primelor 4 μ s din off time în analiza datelor TR-OSL (**Ankjærgaard et al., 2010**).

Activitățile specifice ale radionuclizilor de interes pentru determinarea dozei anuale au fost estimate prin metoda spectrometriei gamma de înaltă rezoluție cu un detector de germaniu hiperpur ORTEC (volum activ 181 cm³, 0.878 keV FWHM la 5.9 keV, 1.92 keV FWHM la 34.2 % eficiență relativă la 1332.5 keV, calibrat pentru eficiență pe baza standardelor Agenție Internațională pentru Energie Atomică.

3.2 Determinarea dozelor anuale

Concentrațiile de ²³⁸U, ²³²Th, ⁴⁰K din probele investigate au fost determinate prin spectrometrie gamma de înaltă rezoluție. Dozele anuale au fost calculate

folosind factorii de conversie indicați de **Adamiec și Aitken (1998)**. Dozele anuale totale includ o contribuție redusă a radiației cosmice evaluate conform **Prescott și Hutton (1994)**. Factorul de atenuare și decaflare beta pentru fracțiunea 63-90 μm este 0.94 ± 0.05 (**Aitken, 1985**). Corecția pentru eficiența scăzută a radiației alfa în inducerea luminescenței în granulele fine a inclus adoptarea factorului a de 0.04 ± 0.02 (**Rees-Jones, 1995**).

3.3 Confirmarea discrepanțelor între vârstele OSL pentru diferite granule de cuarț extras din loess din Rimânia, Serbia și China

Toate probele investigate au prezentat semnale OSL strălucitoare care descresc rapid și nu sunt influențate de doza de iradiere. Inserurile din **Figura 2** redau un exemplu reprezentativ. Performanța protocolului SAR a fost evaluată pe toate probele pe baza testelor intrinseci de repetare a dozei, de depletare IR și recuperare a semnalului OSL. Comportamentul satisfăcător al probelor prezentat în Figura 2 este reprezentativ pentru toate probele investigate. Relația doză-răspuns este descrisă matematic de o sumă de două funcții exponențiale:

$$I(D) = I_0 + A \left(1 - e^{-\frac{D}{D_{01}}} \right) + B \left(1 - e^{-\frac{D}{D_{02}}} \right)$$

Unde $I(D)$ reprezintă semnalul OSL corectat indus de doza dată, I_0 indică maximul de intensitate a semnalului luminescent, D_{01} și D_{02} sunt dozele care caracterizează intrarea în saturație a fiecărei componente exponențiale iar A și B reprezintă semnalele luminescente corectate corespunzătoare dozelor D_{01} și D_{02} . Semnalul OSL emis de granulele fine crește la doze mai mare decât cel pe granule grosiere. În exemplul dat în Figura 2 și dar și pentru restul probelor

semnalul OSL corectat este interpolat mult sub nivelul de saturație a curbei doză răspuns.

Teste de recuperare a unei doze cunoscute au fost realizate pentru fiecare set de probe, conform metodologiei recomandate de **Murray și Wintle (2003)**. **Figura 3** prezintă rezultate reprezentative obținute pe granulele fine (**panel a**) alături de rezultatele obținute pe granulele grosiere (**panel b**). Se observă că pentru toate probele investigate dozele de iradiere au fost măsurate cu acuratețe și precizie.

Dozele echivalente au fost determinate ca media aritmetica a rezultatelor individuale obținute pe fiecare alicotă. **Tabelele 1-4** rezumă informațiile relevante pentru în acest sens dar și pentru determinarea vârstelor OSL pentru fiecare probă investigată în această teză. După cum a fost observat anterior pentru secțiune de la Mircea-Vodă, dozele echivalente pe cuarțul fin subestimează sistematic pe cele pe cuarțul grosier, peste limita de 100 Gy, contrar considerațiilor dozimetrice, valorile obținute pe cuarțul grosier sunt mai mari decât cele pentru cuarțul fin.

O posibilă cauză pentru acest fenomen este instabilitatea termică a semnalului OSL emis de granulele fine. Aceasta poate fi cauzată de contaminarea semnalului cu o componentă medie instabilă (**Choi et al., 2003; Steffen et al., 2009**)) sau de instabilitatea termică a componentei rapide (**Fan et al., 2011**). Astfel, dependența dozelor echivalente de temperatura de încălzire a fost testată pentru toate seturile de probe (exemplu **Figura 4 a** Lunca). Dependența emisiei luminescente în funcție de tratamentul termic aplicat a fost de asemenea investigată (**Figura 4 b**). Pentru toate probele de cuarț investigate, dozele echivalente nu variază cu temperatura de preîncălzire și experimentele

de pulse anneal sugerează că stabilitatea termică a semnalului OSL nu constituie o problemă.

O potențială contaminare cu feldspați, nedetectată de testele IR a fost exclusă pe baza experimentelor de TR-OSL care permit discriminarea cuarțului de feldspați (**Ankjærgaard et al., 2010**). Spectrul emisiei luminescenței în funcție de timp a fost determinat pentru ambele fracțiuni granulometrice din probele CST 3, LCA 26, ORL 4, XF 13 și XF 175. Pentru toate probele investigate semnalele emise descresc lent în off-time și redau spectrul tipic cuarțului iar forma și amplitudinea nu sunt influențate de simulări IR prealabile. **Figura 5** redă spectrul de emisie reprezentativ pentru cuarț indus de diferite doze de iradiere beta. Curbele doză răspuns construite în regim de stimulare în pulsuri au fost construite și dozele echivalente astfel obținute pe probele CST 3, ORL 4, XF 13 și XF 175 corespund cu dozele obținute în regimul standard CW-OSL .

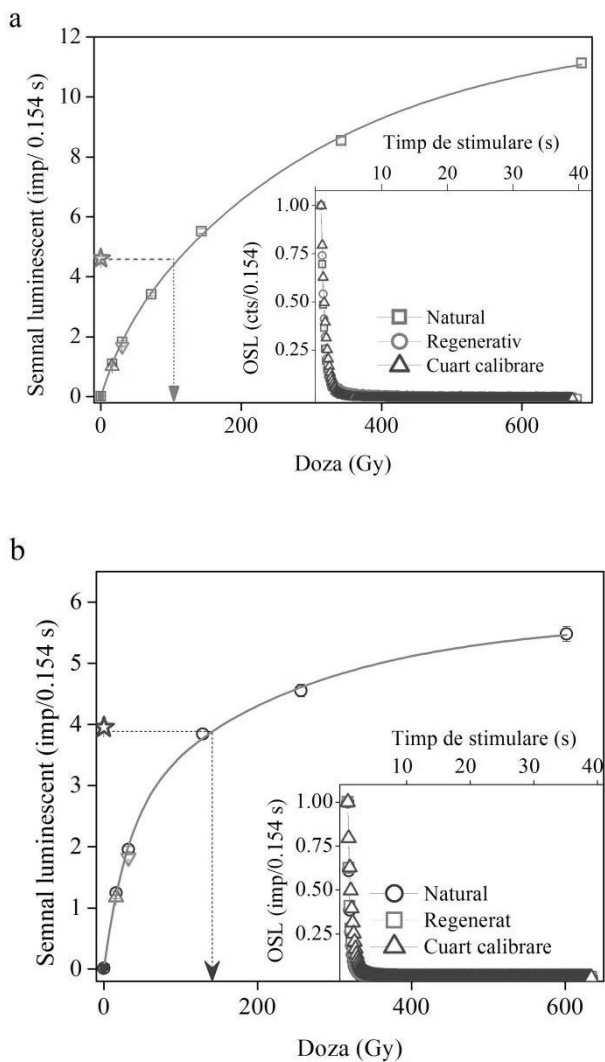


Figura 2 Curbe SAR-OSL reprezentative pentru o alicotă de **(a)** cuarț fin din proba LCA 15. și **(b)** cuarț grosier din proba LCA 24. Valorile testului de recuperare a semnalului sunt indicate cu **(a)** pătrat și **(b)** cerc umplute; punctele corespunzătoare testelor de repetare a dozei și depletare sunt indicate de triunghiuri. Semnalul luminescent natural este reprezentat ca stea și doza echivalentă indicată cu săgeată. In inserturi sunt comparate descreșterea semnalului natural și regenerat cu cel al cuarțului de calibrare.

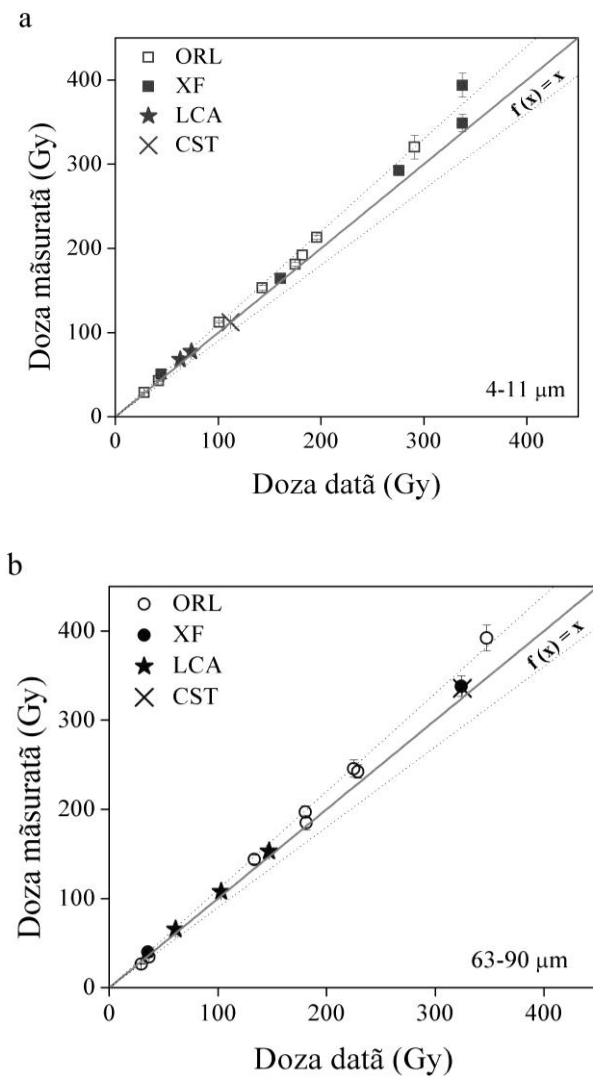


Figura 3 Sumarul testelor de recuperare a dozei pentru probe de cuarț fin (4-11 μm) **(a)** și grosier (63-90 μm) **(b)** din toate secțiunile investigate în această teză. Alicotele, al căror semnal OSL a fost resetat în prealabil au fost iradiate cu doze alese să aproximeze dozele echivalente așteptate.

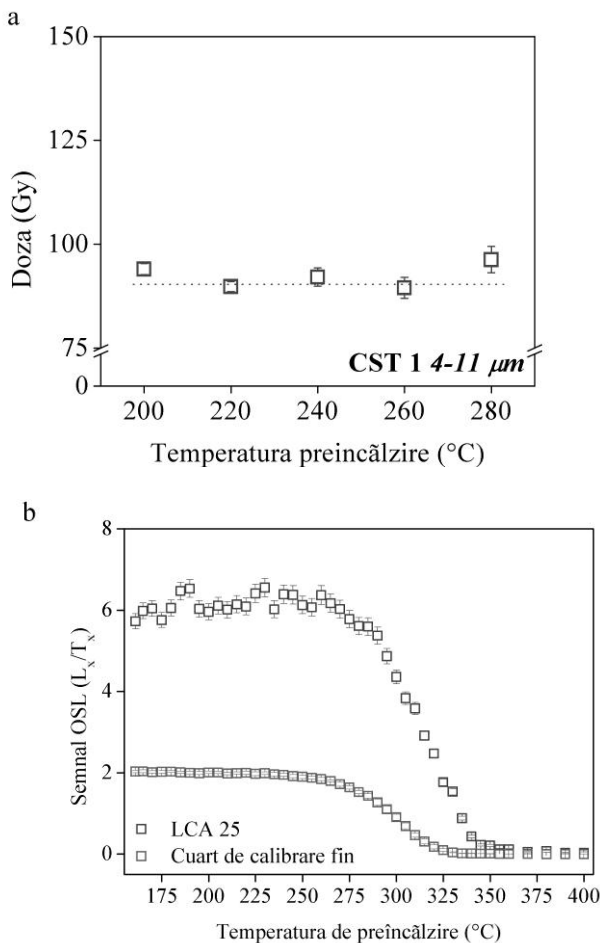


Figura 4 (a) Rezultate reprezentative privind variația dozei echivalente cu temperatura de preheat. **(b)** Variația emisiei luminescente în funcție de temperatura de preîncălzire înainte de citirea semnalului indus de dozele regenerative. Rezultatele obținute pe proba de la Lunca sunt comparate cu cele obținute pentru cuarțul de calibrare.

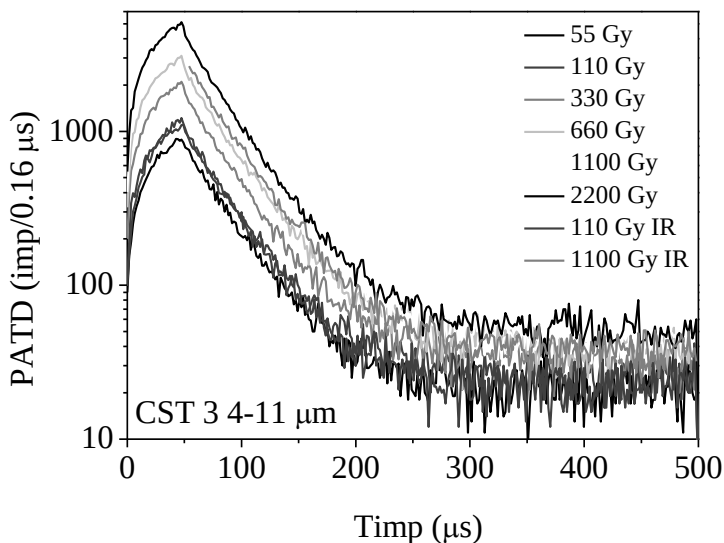


Figura 5 Spectrul emisiei luminescente în funcție de timp înregistrat după iradierea cu diferite doze beta.

Pe toate secțiunile de loess investigate, din Romania, Serbia și China se observă că vârstele OSL obținute pe diferitele granulometrii de cuarț sunt consistente doar pentru probele cu De-uri $< \sim 100$ Gy (~ 20 – 30 ka). la doze mai mari deci pentru probe mai bătrâne discrepanța dintre vârstele obținute pe materialul fin și cele obținute pe materialul grosier este considerabilă. Din punct de vedere stratigrafic dar și prin prisma modelului MS adâncime-vârstă, cronologia pe cuarțul fin subestimează mai devreme momentul depozitional așteptat.

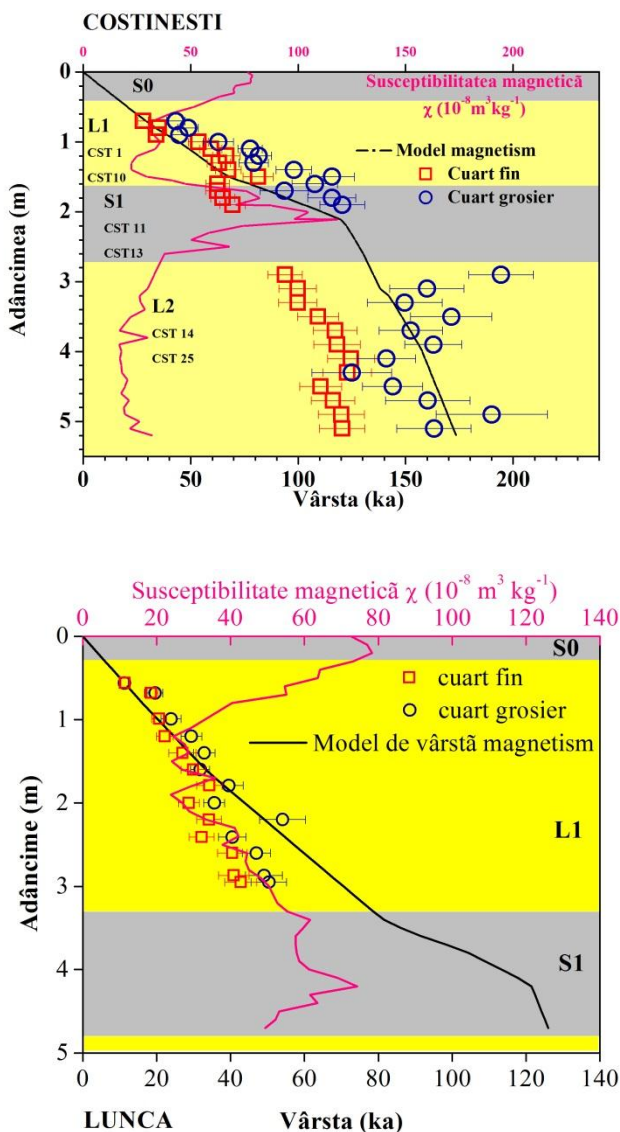


Figura 6 Cronologii OSL construite pentru secțiunile Costinești și Lunca folosind cuarț fin și grosier. Modelul magnetic vârstă-adâncime este folosit pentru comparație iar variația susceptibilității magnetice de-a lungul profilului este indicată cu linie roz. Unitățile loess paleosol sunt indicate cu L respectiv S și numerotate în ordine crescătoare a vârstei.

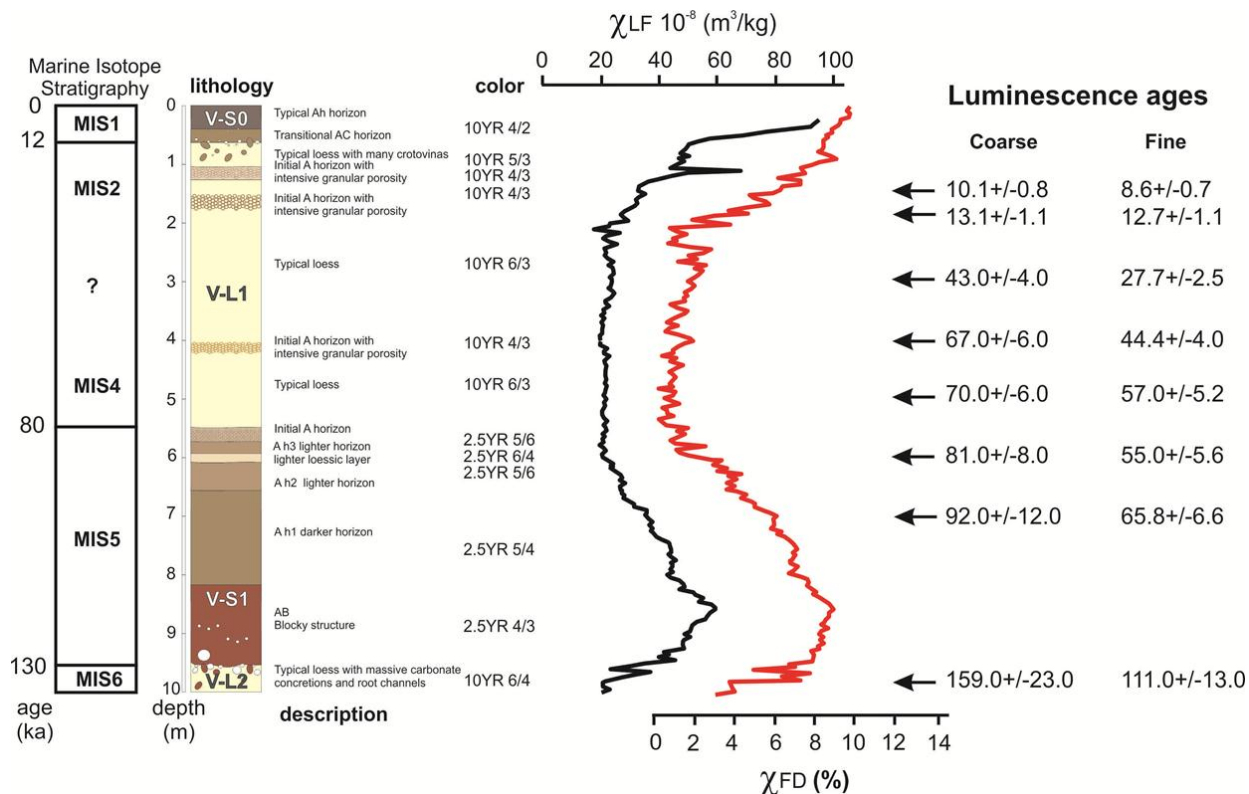


Figura 7 Situl Orlovat: Coloana stratigrafică, colorimetrie și proprietăți magnetice. Corelare cu MIS (Martinson et al., 1987) și datele de luminescență. Localizarea probelor OSL pe profil este indicată de săgeți.

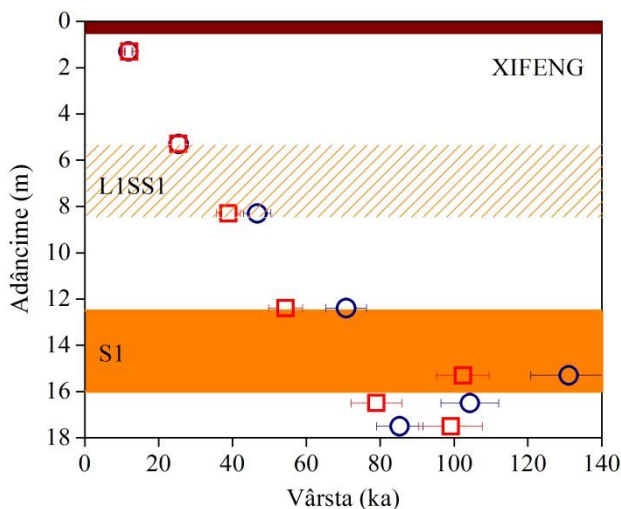


Figura 8 Cronologia OSL pentru situl Xifeng din centrul Platoului de Loess din China. Vârstele SAR-OSL pe cuarțul fin sunt redatate cu pătrate iar vârstele pe cuarțul grosier cu cercuri. al loess Complexul pedologic în ultimul interglaciar este indicat cu S1 iar L1SS1 indicată paleosolul slab dezvoltat din pleniglaciular mediu, care poate fi corelat to MIS 3.

S-a demonstrat că discrepanța dintre vârstele obținute pe granulele fine și grosiere de cuarț precum și relația doză-răspuns diferită a acestora la iradierea artificială este un fenomen valabil pentru depozitele de loess din bazinul Dunării dar și pentru cele din Platoul de Loess din China. Astfel se respinge ipoteza că originea cuarțului cauzează acest fenomen și se confirmă caracterul general la nivel mondial al acestuia.

Per ansamblu, cronologiile OSL obținute pentru loess-ul din România și Serbia indică faptul că aceste secțiuni au conservat succesiuni tipice ale Pleistocenului Târziu în bazinul Dunării. Astfel, depunerea stratului superior de loess (L1) a avut loc pe parcursul ultimului glacial și poate fi corelată cu

arhivele marine din MIS 2-4. Totuși, spre deosebire de alte secțiuni din Dobrogea sau Vojvodina, nici un indiciu al pedogenezei specifice pleniglacialului mediu (pedocomplexul slab dezvoltat L1S1) nu a fost observat. Mai mult, în cazul secțiunii Orlovat section, cronologia OSL sugerează drept cauză un hiatus în arhiva sedimentară. Datele de luminescență indică de asemenea că formarea paleosolului superior (S1) poate fi corelată cu MIS 5 pentru toate siturile studiate. Mai mult, pentru prima dată în datarea cu protocolul SAR-OSL pe bază de cuarț a depozitelor de loess, cronologia obținută pe cuarțul grosier la Costinești pentru penultimul strat de loess superior (L2) se extinde de la ~120 ka până la ~190 ka; astfel, nu este subestimată vârsta geologică absolută pentru penultima perioadă glaciară.

În ceea ce privește situl Xifeng, din Platoul de Loess din China, atât cuarțul fin cât și cel grosier atribuie vârsta de ~12 ka tranziției de la stratul de loess la solul modern și o vârstă de ~25 ka la limita dintre paleosolul slab dezvoltat și stratul de loess de deasupra. Aceste rezultate sunt foarte bine corelate cu cele obținute pe o altă secțiune faimoasă din CLP, situl Luochuan loess dar și cu limitele MIS 2/1 respectiv MIS 3/2 din arhivele marine. Ca și în cazul loessului din bazinul Dunării, pentru probele mai bătrâne de 25 ka apar discrepanțe între vârstele obținute pe diferite fracțiuni granulometrice de cuarț.

Tabel 1 Sumarul datelor relevante pentru obținerea cronologiilor OSL pe secțiunea Costinești, Dobrogea, SE Romania.

Adâncime (m)	Proba	$\phi(\mu\text{m})$	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem (%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)	
L1	70	CST 1	63-90	116±8 _{n=20}	33±1	35±2	458±7	7	7	2.69±0.04	43±4
			4-11	90 ±1 _{n=11}				2	8	3.19±0.04	28±2
	80	CST2	63-90	129±9 _{n=19}	33±1	35±2	445±7	7	7	2.65±0.04	49±5
			4-11	111±1 _{n=15}				1	9	3.14±0.04	35±3
	90	CST3	63-90	117±6 _{n=24}	31±2	33±1	461±7	5	7	2.62±0.03	45±4
			4-11	105±3 _{n=6}				3	8	3.09±0.04	34±3
	100	CST4	63-90	157±14 _{n=11}	32±1	32±1	419±6	9	7	2.50±0.02	63±7
			4-11	158±2 _{n=6}				2	9	2.97±0.03	54±5
	110	CST5	63-90	189±6 _{n=14}	30±1	31±1	412±5	3	7	2.43±0.03	78±6
			4-11	173±4 _{n=8}				3	9	2.88±0.03	59±5
	120	CST6	63-90	205±7 _{n=10}	32±1	32±1	416±6	4	7	2.49±0.03	82±6
			4-11	197±7 _{n=6}				4	9	2.94±0.03	67±6
	130	CST7	63-90	195±6 _{n=15}	31±1	34±1	449±7	5	7	2.59±0.02	79±7
			4-11	196±3 _{n=6}				2	9	3.07±0.04	63±6
	140	CST8	63-90	250±13 _{n=13}	30±1	32±1	453±7	5	7	2.55±0.03	98±8
			4-11	206±5 _{n=6}				2	8	3.02±0.04	68±6
	150	CST9	63-90	324±19 _{n=12}	33±1	36±1	498±7	6	7	2.80±0.04	116±10
			4-11	269±5 _{n=7}				2	8	3.29±0.04	81±7
	160	CST10	63-90	296±21 _{n=10}	32±1	36±2	480±7	7	7	2.74±0.04	108±11
			4-11	204±5 _{n=7}				2	9	3.24±0.04	63±6

Tabel 1 (Continuare)

Adâncime (m)	Proba	ϕ(μm)	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem(%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)
S1	170	CST11	63-90 270±27 _{n=10} 4-11 215±2 _{n=7}	33±1	40±1	505±7	10 2	7 9	2.88±0.03 3.42±0.04	94±11 63±6
	180	CST12	63-90 334±23 _{n=14} 4-11 217±1 _{n=14}	32±1	39±1	518±6	7 2	7 8	2.89±0.02 3.41±0.04	116±11 65±6
	190	CST13	63-90 342±18 _{n=14} 4-11 231±2 _{n=11}	32±2	37±1	519±8	5 2	7 8	2.84±0.04 3.35±0.04	121±10 70±6
L2	295	CST14	63-90 480±36 _{n=18} 4-11 270±5 _{n=14}	28±1	30±1	458±7	4 3	7 8	2.47±0.03 2.90±0.04	194±15 94±8
	310	CST15	63-90 429±38 _{n=18} 4-11 301±4 _{n=18}	28±1	35±1	485±7	8 2	7 8	2.63±0.03 3.02±0.04	160±17 100±9
	330	CST16	63-90 400±38 _{n=14} 4-11 314±9 _{n=6}	29±1	35±1	503±6	10 3	7 8	2.67±0.02 3.15±0.04	150±17 100±9
	350	CST17	63-90 404±33 _{n=10} 4-11 331±9 _{n=5}	29±1	33±1	469±7	8 3	7 8	2.54±0.03 3.00±0.04	159±17 109±10
	370	CST18	63-90 425±27 _{n=13} 4-11 387±8 _{n=5}	31±1	36±2	520±7	6 2	7 8	2.79±0.03 3.29±0.04	152±14 117±10
	390	CST19	63-90 452±22 _{n=10} 4-11 387±12 _{n=5}	35±1	31±1	521±8	5 4	7 8	2.79±0.03 3.30±0.04	162±14 118±11
	410	CST20	63-90 391±27 _{n=10} 4-11 410±7 _{n=5}	33±1	36±1	509±7	7 2	7 8	2.77±0.02 3.28±0.04	141±20 125±11
	430	CST21	63-90 365±48 _{n=12} 4-11 116±8 _{n=20}	34±1	40±1	532±8	13 3	7 9	2.92±0.03 3.47±0.04	125±19 123±11
	450	CST22	63-90 90 ±1 _{n=11} 4-11 129±9 _{n=19}	34±1	36±1	551±8	7 2	7 8	2.92±0.03 3.46±0.04	144±14 111±10
	470	CST23	63-90 111±1 _{n=15} 4-11 117±6 _{n=24}	39±1	35±1	557±8	10 2	7 9	3.01±0.03 3.57±0.04	160±20 116±10
	490	CST24	63-90 105±3 _{n=6} 4-11 157±14 _{n=11}	36±1	36±2	534±7	12 2	7 9	2.90±0.03 3.45±0.04	190±26 120±11
	510	CST25	63-90 409±12 _{n=6} 4-11 470±38 _{n=13}	30±1	38±1	557±8	8 3	7 8	2.88±0.03 3.39±0.04	163±17 121±10

Tabel 2. Sumarul datelor relevante pentru obținerea cronologiilor OSL pe secțiunea Lunca, SW Romania..

Adâncime (m)	Proba	ϕ(μm)	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem (%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)	
L1	56	LCA 1	4-11	40 ±1 _{n=10}	31.1±0.5	40.7 ± 0.8	479 ± 7	5	9	3.53 ± 0.15	11 ± 1
			63-90	34±2 _{n=14}				5	7	2.98 ± 0.03	11 ± 1
	68	LCA 2	4-11	65±1 _{n=6}	32.8±0.8	40.4 ± 0.1	466 ± 7	4	9	3.52 ± 0.15	19 ± 2
			63-90	58±5 _{n=9}				9	7	2.96 ± 0.03	20 ± 2
	78	LCA 3	4-11	75±1 _{n=4}	33.3±0.7	33.6 ± 1.3	466 ± 8	4	9	3.33 ± 0.14	22 ± 2
			63-90	88±9 _{n=7}				10	7	2.85 ± 0.03	31 ± 4
	89	LCA 4	4-11	79±1 _{n=4}	34.6 ± 0.7	39.1 ± 1.7	475 ± 8	5	9	3.57 ± 0.15	22 ± 2
			63-90	71±5 _{n=4}				5	7	2.99 ± 0.04	24 ± 2
	99	LCA 5	4-11	74±1 _{n=6}	33.6 ± 0.6	38.6 ± 1.1	498 ± 7	5	9	3.59 ± 0.15	21 ± 2
			63-90	72±7 _{n=3}				9	7	3.03 ± 0.03	25 ± 3
	110	LCA 6	4-11	76±1 _{n=5}	34.7 ± 0.4	41.3 ± 0.5	492 ± 8	5	9	3.66 ± 0.15	21 ± 2
			63-90	67±4 _{n=3}				7	7	3.07 ± 0.03	22 ± 2
	120	LCA 7	4-11	77±2 _{n=8}	32.1 ± 0.5	38.3 ± 1.6	480 ± 7	5	9	3.48 ± 0.15	22 ± 2
			63-90	86±6 _{n=14}				11	7	2.93 ± 0.04	29 ± 3
	140	LCA 9	4-11	103±10 _{n=3}	37.7 ± 0.4	41.1 ± 0.5	520 ± 7	11	9	3.82 ± 0.16	27 ± 4
			63-90	106±6 _{n=8}				6	7	3.20 ± 0.02	33 ± 3
	160	LCA 11	4-11	116±6 _{n=5}	36.7 ± 0.6	43.3 ± 1.0	529 ± 8	7	9	3.87 ± 0.16	30 ± 3
			63-90	103±5 _{n=11}				4	7	3.24 ± 0.03	32 ± 3
	179	LCA 13	4-11	117±2 _{n=9}	32.8 ± 0.7	36.4 ± 2.0	473 ± 6	5	9	3.42 ± 0.15	34 ± 3
			63-90	114±8 _{n=12}				7	7	3.28 ± 0.03	40 ± 4
	200	LCA 15	4-11	113±2 _{n=11}	38.0 ± 1.0	44.8 ± 0.1	531 ± 8	5	9	3.94 ± 0.17	29 ± 3
			63-90	117±5 _{n=17}				5	7	3.29 ± 0.03	36 ± 3
	220	LCA 17	4-11	129±2 _{n=3}	34.4 ± 0.2	43.6 ± 0.3	521 ± 8	4	9	3.78 ± 0.16	34 ± 3
			63-90	172±16 _{n=6}				9	7	3.17 ± 0.02	54 ± 6

Tabel 2 Sumarul datelor relevante pentru obținerea cronologiilor OSL pe secțiunea Lunca, SW Romania. (*Continuare.*)

Adâncime (m)	Proba	$\phi(\mu\text{m})$	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem (%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)
241	LCA 19	4-11	124±4 _{n=7}	34.3 ± 0.7	43.8 ± 0.4	546 ± 7	6	9	3.86 ± 0.17	32 ± 3
		63-90	132±8 _{n=13}				6	7	3.24 ± 0.02	41 ± 4
260	LCA 21	4-11	147±2 _{n=6}	32.9 ± 1.2	42.5 ± 0.4	495 ± 8	5	9	3.62 ± 0.15	41 ± 4
		63-90	143±6 _{n=12}				4	7	3.04 ± 0.03	47 ± 4
278	LCA 23	4-11	136±4 _{n=5}	33.5 ± 0.6	39.7 ± 0.8	487 ± 8	5	9	3.55 ± 0.15	38 ± 4
		63-90	154±7 _{n=7}				5	7	2.97 ± 0.03	52 ± 4
287	LCA 24	4-11	145±3 _{n=8}	33.2 ± 0.1	40.7 ± 0.1	483 ± 7	5	9	3.54 ± 0.15	41 ± 4
		63-90	145±11 _{n=13}				8	7	2.95 ± 0.02	49 ± 5
295	LCA 25	4-11	157±3 _{n=6}	33.6 ± 0.7	42.6 ± 0.5	507 ± 8	5	9	3.67 ± 0.16	43 ± 4
		63-90	155±10 _{n=10}				7	7	3.08 ± 0.03	50 ± 5
304	LCA 26	4-11	150±3 _{n=5}	32.6 ± 0.7	39.1 ± 0.8	523 ± 8	5	9	3.63 ± 0.16	41 ± 4
		63-90	161±5 _{n=6}				3	7	3.05 ± 0.03	53 ± 4

Tabel 3. Sumarul datelor relevante pentru obținerea cronologiilor OSL pe secțiunea Orlovat, platoul Vojvodina, Serbia.

	Adâncime (m)	Proba	$\phi(\mu\text{m})$	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem (%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)
L2	965	ORL 1	4-11	292 ± 10	32.4±0.9	35.6±0.3	406±4	3.6	11.1	2.63 ± 0.03	111 ± 13
			63-90	347 ± 38				11	9.2	2.18 ± 0.02	159 ± 23
S1	700	ORL 2	4-11	196 ± 4	31.9±0.6	38.6±0.4	456±7	2.4	9.8	2.98 ± 0.04	66 ± 7
			63-90	229 ± 24				10.5	7.9	2.49 ± 0.02	92 ± 12
	600	ORL 3	4-11	182 ± 4	37.0±0.6	38.2±0.3	471±7	2.5	9.9	3.31 ± 0.04	55 ± 6
			63-90	225 ± 13				5.8	7.9	2.76 ± 0.02	81 ± 8
L1	500	ORL 4	4-11	175 ± 4	32.1±0.4	36.0±0.4	444±7	2.6	8.8	3.07 ± 0.04	57 ± 5
			63-90	181 ± 10				5.6	6.7	2.57 ± 0.02	70 ± 6
	400	ORL 5	4-11	143 ± 3	34.4±0.4	37.1±0.3	462±6	2.4	8.8	3.22 ± 0.04	44 ± 4
			63-90	180 ± 10				5.6	6.7	2.70 ± 0.02	67 ± 6
	300	ORL 6	4-11	102 ± 2	37.4±0.5	42.6±0.3	546±7	2.3	8.7	3.69 ± 0.04	28 ± 3
			63-90	133 ± 7				5.3	6.7	3.10 ± 0.02	43 ± 4
	180	ORL 7	4-11	42.0 ± 0.5	35.7±0.6	34.9±0.4	481±7	1.7	8.6	3.39 ± 0.04	13 ± 1
			63-90	36.3 ± 1.8				5.0	6.6	2.78 ± 0.02	13 ± 1
	150	ORL 8	4-11	28.2 ± 0.3	34.8±0.7	35.7±0.2	476±6	1.6	8.6	3.29 ± 0.04	9 ± 1
			63-90	28.8 ± 1.1				3.9	6.6	2.77 ± 0.02	10 ± 1

Tabel 4 Sumarul datelor relevante pentru obținerea cronologiilor OSL pe secțiunea Xifeng, Platoul de Loess din China

Adâncime (m)		Proba	ϕ(μm)	Doza echivalentă (Gy)	U-Ra (Bq kg ⁻¹)	Th (Bq kg ⁻¹)	K (Bq kg ⁻¹)	Eroare totală aleat (%)	Eroare totală sistem (%)	Doza anuală (Gy ka ⁻¹)	Vârsta (ka)
L1	1.3	XF 13	4-11	43 ± 1 n=14	29.5 ± 1.1	39.6 ± 1.4	578 ± 9	2.46	8.18	3.55 ± 0.04	12 ± 1
			63-90	36 ± 2 n=19				4.70	6.70	3.02 ± 0.04	12 ± 1
	5.3	XF 53	4-11	98 ± 1 n=14	29.2 ± 3.3	44.1 ± 1.9	674 ± 11	1.66	8.12	3.87 ± 0.05	25 ± 2
			63-90	84 ± 4 n=6				5.60	6.80	3.29 ± 0.06	25 ± 2
	8.3	XF 83	4-11	159 ± 2 n=14	33.2 ± 0.4	45.7 ± 1.9	704 ± 11	1.61	8.25	4.07 ± 0.05	39 ± 3
			63-90	162 ± 6 n=8				4.00	6.90	3.45 ± 0.04	47 ± 4
S1	12.4	XF 124	4-11	215 ± 2 n=15	31.4 ± 0.8	44.4 ± 2.6	701 ± 12	1.65	8.22	3.96 ± 0.05	54 ± 5
			63-90	239 ± 8 n=13				3.60	6.90	3.37 ± 0.05	71 ± 6
	15.3	XF 153	4-11	280 ± 4 n=15	9.5 ± 1.4	13.2 ± 0.8	704 ± 16	2.12	6.65	2.74 ± 0.05	102 ± 7
			63-90	234 ± 9 n=16				3.50	7.10	2.47 ± 0.05	131 ± 10
	16.5	XF 165	4-11	276 ± 4 n=15	30.4 ± 0.6	40.6 ± 0.8	588 ± 10	2.05	8.46	3.49 ± 0.05	79 ± 7
			63-90	308 ± 9 n=15				3.00	6.90	2.95 ± 0.03	104 ± 8
L2	17.5	XF 175	4-11	332 ± 5 n=13	28.3 ± 0.4	39.4 ± 1.0	567 ± 9	1.97	8.44	3.35 ± 0.04	99 ± 9
			63-90	241 ± 6 n=17				2.70	6.90	2.83 ± 0.03	85 ± 6

4 Investigații fundamentale privind cauza discrepanțelor de dintre cronologiile SAR OSL obținute pentru diferite fracțiuni granulometrice de cuarț

4.1 Emisia luminescentă a cuarțului în urma expunerii la câmp de radiații mixt alfa-beta

O diferență fundamentală între datrea folosind granule de cuarț fin este reprezentată de istoricul de iradiere alfa experimentat de acestea față de granulele groiere al căror strat superior a fost îndepărtat. Cu toate acestea, efectul câmpului mixt de radiații alfa-beta a fost puțin investigat. În acest studiu s-a confirmat pe baza spectrului de emisie luminescentă în funcție de timp că semnalele OSL signals induse în cuarț de radiația alfa și beta rezultă în urma aceluiași mecanism de recombinare.

A fost de asemenea investigat dacă iradierile mixte artificiale α și β concepute pentru a reproduce cât mai fidel posibil câmpul de radiații natural produc o curbă de creștere a semnalului diferită față de cea indusă de iradierile pure beta. **Figura 9** demonstrează că răspunsul luminescent indus de doze mixte reproduce răspunsul luminescent indus de doze beta până la 800 Gy.

Dar cel mai important, a fost demonstrat că expunerea granulelor fine de cuarț la iradiere alfa pe parcursul ciclurilor de iradiere și resetare a semnalului anterioare depunerii, precum și expunerea la câmpul de radiații mixt pe parcursul depunerii nu sunt responsabile pentru diferențele de vârstă raportate. Pe baza rezultatelor redată în **Figura 10**, este puțin probabil ca expunerea la iradierea alfa are un rol semnificativ în modificare formei curbei doză-răspuns beta construită ulterior.

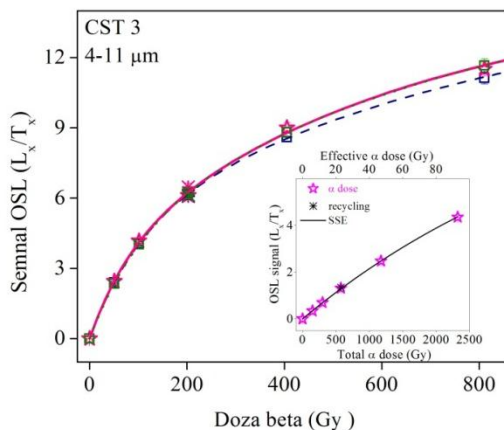


Figura 9. Curbe doză răspuns mixte α - β (linie continuă) normalizate la 17 Gy de beta. Fiecare doză combină contribuția de 12 % a radiației alfa și 88 % a radiației β pentru reproduce câmpul natural de radiații la care a fost expus proba CST3(6 Gy eff α + 45 Gy β , 12 Gy eff α + 90 β , 23 Gy eff α + 179 β , 47 Gy eff α + 358 β , 93 Gy eff α + 717 β). Curbe de creșete a semnalului indus de radiația beta au fost construite înainte (linie întreruptă) și după (linie punctată) construcția curbei mixte.

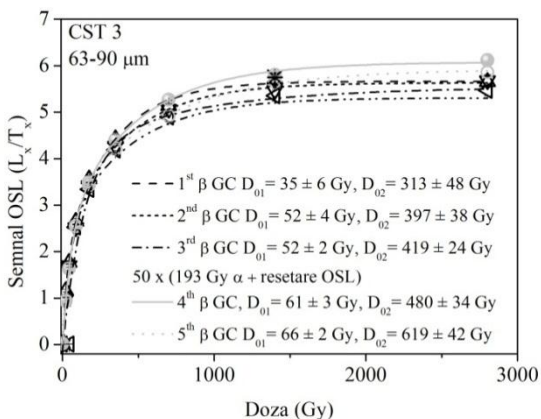


Figura 10. Efectul iradierii cu o doză α totală de 238.8 kGy anterioară construcției curbei de doză răspuns beta. Liniile întrerupte indică curbele beta construite consecutiv pe aceeași alicotă înainte iradierii alfa. Linia continua indică curba beta construită imediat după iradierea alfa în pulsuri de 193 Gy.

4.2 Curbe SAR OSL doză-răspuns naturale și artificiale contruite la doze mari folosind cuarț

După cum a fost demonstrat anterior de **Timar-Gabor et al. (2011)**, creșterea semnalului SAR-OSL emis de cuarțul fin și cel grosier din probe de loess din România nu poate este bine descrisă matematic de o funcție exponențială de saturație. În acest studiu, au fost construite și meidate curbe doyă răspuns până la saturație pe cuarș extras din diferite secțiuni de loess din țară (Mircea-Vodă, Costinești, Mostiștea, Lunca and Căciulatești). Pe baza fitării cu o sumă de două funcții exponențiale de saturație, parametri de saturație D_{01} și D_{02} obținuți au fost ~ 140 și ~ 1400 Gy (cuarț fin) respectiv ~ 65 și ~ 650 Gy (cuarț grosier) (**Fig. 11**). Parametri de saturație similari au fost determinați si pe probele de loess din China, ceea ce demonstrează că această creștere neobișuită a semnalului OSL în funcție de doză este o caracteristică inerentă cuarțului de diferite origini (**Fig. 12**). A mai fost demonstrat că parametrii de saturație în laborator nu sunt influențați de istoricul de iradiere, stimulare optică sau tratamentele termice aplicate. Analiza spectrului TR-OSL a indicat timpi de viață similari pentru semnalele luminescente a ambelor tipuri de granule de cuarț și că atât semnalele OSL induse natural cât și artificial urmează aceleași căi de recombinare independente de dozele date. Un exemplu reprezentativ este dat în **Figure 13** pe probele din situl Costinești.

În cazul secțiunii de la Costinești semnalele naturale ale unei probe cu o doză echivalentă estimată la au fost interpolate sub nivelul de saturație a curbei doză răspuns contruită în laborator pe ambele fracțiuni de cuarț. Această observație a fost aprofundată prin construirea curbelor de creștere a semnalului OSL în natură folosind datele oferite de modelele MS timp-adâncime. Curbele

naturale astfel obținute au fost comparate cu răspunsul OSL în funcție de doză determinat prin aplicarea protocolului SAR (**Fig. 14**). Pentru doze mai mari de 200 Gy curbele doză răspuns naturale și artificiale obținute pentru cuarțul fin diverg, cu semnalele naturale saturând mai devreme. Pentru cuarțul 63-90 μm evaluarea gradului de suprapunere a curbelor naturale și artificiale a fost împiedicată de împrăștierea mare a datelor; totuși, aceste rezultate indică clar că nivelele de saturație a semnalelor naturale și a celor artificiale diferă pentru ambele tipuri de fracțiuni granulometrice.

A fost de asemenea demonstrat că după ce probe de cuarț din România și China cu semnale naturale intacte sunt iradiate cu doze >8000 Gy prin măsurarea subsecventă cu protocolul SAR, răspunsul luminescent a fost interpolat sub nivelul de saturație din laborator. **Figura 15** prezintă rezultatele obținute pe secțiunea din Xifeng.

Experimente adiționale au arătat că protocolul SAR nu poate recupera cu acuratețe atât doze naturale (**Fig. 16**) cât și artificiale (**Fig. 17**) mari pe baza cuarțului din România și China; aceasta sugerează că protocolul SAR nu funcționează în cazul măsurării nu numai a dozelor naturale mari cât și a celor artificiale de aceeași magnitudine. Pe baza acestor observații, se recomandă ca adăugarea unei doze mari artificiale peste doza naturală și apoi raportarea semnalului măsurat la limitele de saturație să fie încorporat ca test standard pentru evaluarea performanței protocolului SAR, îndeosebi când aplicațiile sunt realizate în domeniul dozelor mari.

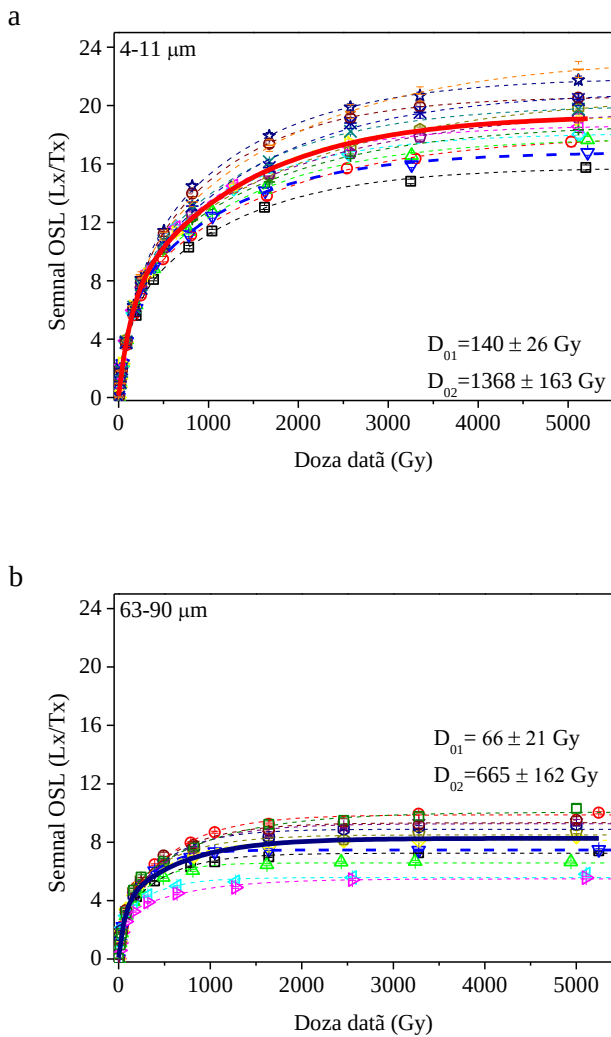


Figura 11: Curbe de creștere a semnalului în laborator pe **(a)** 15 alicote de cuarț fin și **(b)** 11 alicote de cuarț grosier (63-90 μm). Pentru granulele fine valorile individuale pentru D_{01} variază între $131 \pm 20 \text{ Gy}$ și $200 \pm 24 \text{ Gy}$, în timp ce pentru D_{02} valorile sunt între $1252 \pm 119 \text{ Gy}$ și $1917 \pm 280 \text{ Gy}$. Pentru granulele grosiere, valorile D_{01} variază între $30 \pm 3 \text{ Gy}$ și $68 \pm 6 \text{ Gy}$ iar pentru D_{02} sunt între $317 \pm 26 \text{ Gy}$ și $705 \pm 120 \text{ Gy}$. Curba medie pentru fiecare granulație este reprezentată cu linie continuă.

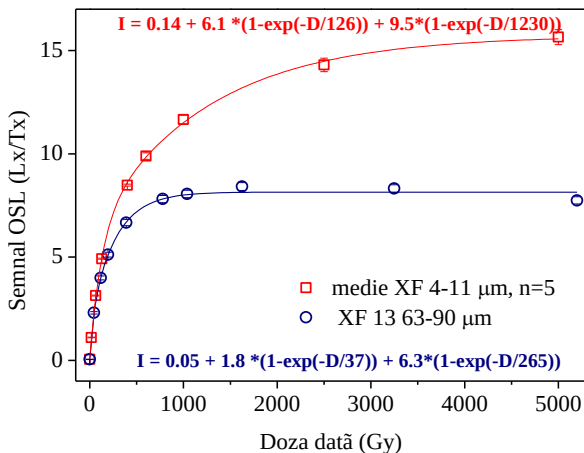


Figura 12 Curba medie construită până la 5000 Gy pe cuarț fin din probele XF 83, XF 153 și XF 165 comparată cu creșterea semnalului OSL pe o alicotă de cuarț grosier din proba XF 13. Funcția folosită pentru fitare este indicată.

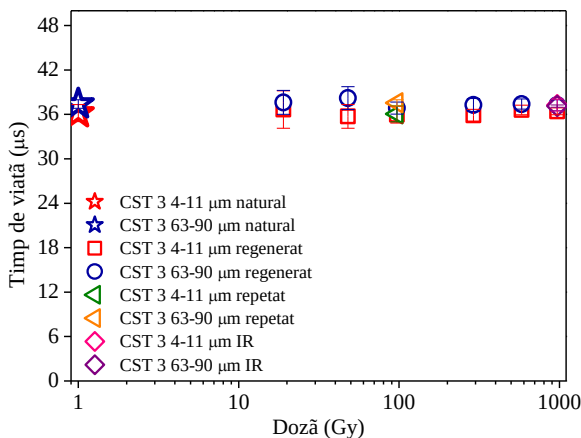


Figura 13 Timpii medii de viață în funcție de doză a cuarțului fin și grosier din proba CST 3. Fiecare punct reprezintă media obținută pe 10 alicote.

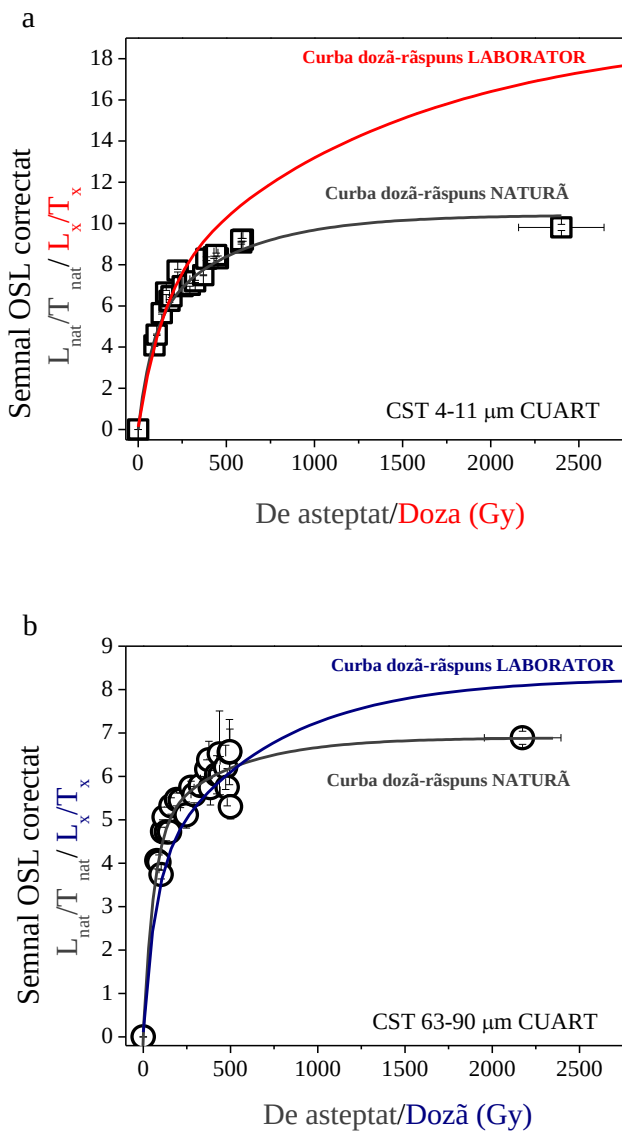


Figura 14 Curbe de creștere a semnalului OSL în natură construite pe baza celor 26 probe din situl Costinești pe cuarț (a) fin și (b) grosier comparate cu cele construite în laborator până la 5000 Gy.

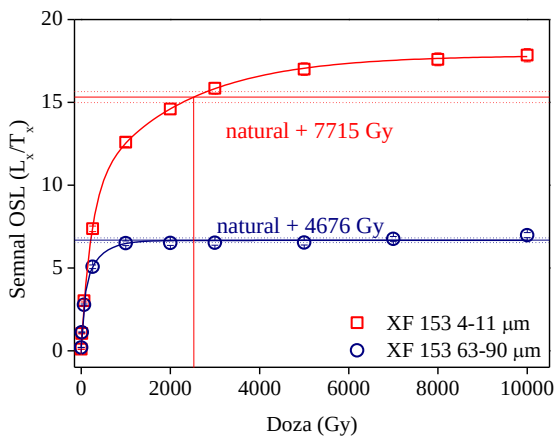


Figura 15 Creșterea semnalului OSL pe proba XF 153 ($D_e = 280 \pm 4$ Gy- cuarț fine; $D_e = 324 \pm 9$ Gy- cuarț grosier); după iradierea cu 7715 Gy pentru cuarțul fine și 5120 Gy pentru cuarțul grosier peste dozele naturale. Caracteristicile de saturație determinate pentru cuarț fin sunt $D_{01} = 225 \pm 20$ Gy și $D_{02} = 2106 \pm 207$ Gy iar pentru material grosier sunt $D_{01} = 67 \pm 29$ Gy și $D_{02} = 357 \pm 195$ Gy.

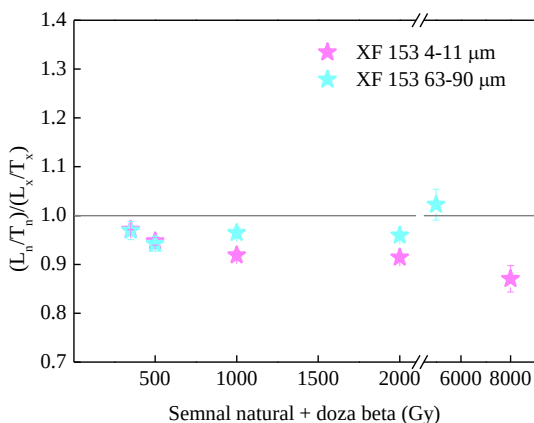


Figura 16 Protocolul SAR subestimează semnalele luminescente măsurate în primul ciclu raportat la semnalele luminescente induse de doze regenerative de aceeași magnitudine. Semnalele din primul ciclu SAR corespund semnalului natural și dozei beta adăugate peste.

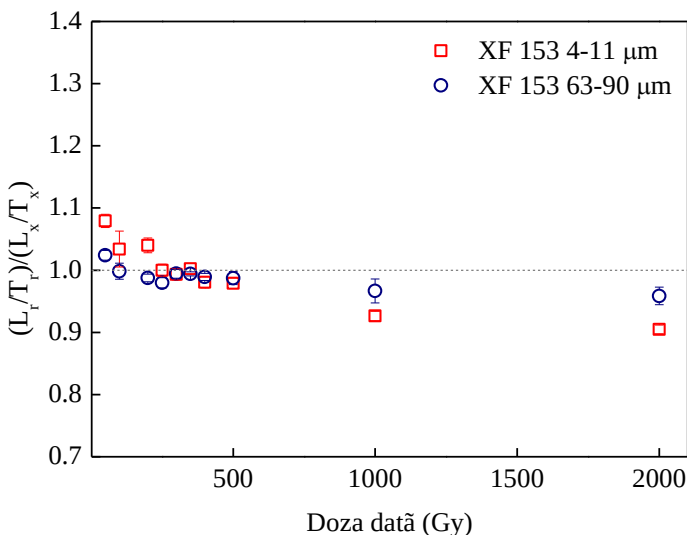


Figura 17 Protocolul SAR subestimează semnalele luminescente măsurate în primul ciclu raportat la semnalele luminescente induse de doze regenerative de aceeași magnitudine. Semnalele din primul ciclu SAR corespund semnalului indus de doza surrogat din testul de repetare a dozei aplicată după ce semnalul luminescent a fost șters printr-o dublă stimulare optică timp de 100 s la 20 °C.

5 În loc de concluzii

Pe baza informațiilor disponibile la ora actuală, diferențele dintre cronologiile OSL pe cuarț sunt cauzate de un fenomen dependent de doză de iradiere; după cum a fost demonstrat de caracteristicile de saturație diferite ale granulelor fine comparate cu cele grosiere, și de diferențele observate între curbele de creștere a semnalului în laborator și în natură. Până când mecanismele care stau la baza acestor fenomene nu sunt elucidate și corecții nu sunt aplicate pentru a le anula, este rezonabilă ipoteza că vârstele SAR OSL peste 30-40 ka pot fi incorecte. Deoarece am demonstrat că aceste observații sunt valabile

pentru depozite răspândite la scară transcontinentală, o multitudine de cronologii OSL astfel obținute la nivel mondial, raportate în literatură sunt puse la îndoială.

Deoarece comportamentul discrepant al semnalului OSL în cuarț pare a fi dependent de fracțiunea granulometrică folosită, este recomandat ca viitoarele experimente să utilizeze o gama mai largă de granulații, inclusiv material fin obținut prin zdrobirea sau decaparea chimică a granulelor de 63-90 μm . Diferite ferestre de emisie ar trebui investigate pe lângă cea tipică violet folosită în studiile de luminescență pe cuarț și capcane OSL mai adânci ar trebui accesate.

La ora actuală, în pofida numărului imens de studii de datare OSL la nivel global, mecanismele care stau la baza luminescenței emise de cuarț sunt în continuare insuficient cunoscute. O viitoare concentrare a investigațiilor de termoluminescență (TL), luminescență stimulată optic (OSL) și rezonanță electronică de spin (ESR) într-o abordare integrată ar putea îmbunătăți nivelul de cunoștiințe în acest sens.

Referințe

- Adamiec, G., Aitken, M., 1998. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL* **16**, 37-50.
- Aitken, M., 1985. *Thermoluminescence dating*. Academic Press, London.
- Aitken, M.J., Alldred, J.C., 1972. The assessment of error limits in thermoluminescent dating. *Archaeometry* **14**, 257–267.
- Aitken, M.J., 1976. Thermoluminescent age evaluation and assessment of error limits: revised system. *Archaeometry* **18**, 233–238.
- An, Z., John E., K., Warren L., P., Stefen C., P., 2001. Evolution of Asian monsoons and phased uplift of the Himalaya-Tibetan plateau since Late Miocene times. *Nature* **411**, 62-66.

- Ankjærgaard, C., Jain, M., Thomsen, K.J., Murray, A.S., 2010. Optimising the separation of quartz and feldspar optically stimulated luminescence using pulsed excitation. *Radiation Measurements* **45**, 778-785.
- Buggle, B., Glaser, B., Zöller, L., Hambach, U., Marković, S., Glaser, I., Gerasimenko, N., 2008. Geochemical characterization and origin of Southeastern and Eastern European loesses (Serbia, Romania, Ukraine). *Quaternary Science Reviews* **27**, 1058-1075.
- Buylaert, J.P., Vandenbergh, D., Murray, A.S., Huot, S., De Corte, F., Van den Haute, P., 2007. Luminescence dating of old (>70 ka) Chinese loess: A comparison of single-aliquot OSL and IRSL techniques. *Quaternary Geochronology* **2**, 9-14.
- Chapot, M.S., Roberts, H.M., Duller, G.A.T., Lai, Z.P., 2012. A comparison of natural- and laboratory-generated dose response curves for quartz optically stimulated luminescence signals from Chinese Loess. *Radiation Measurements* **47**, 1045-1052.
- Choi, J.H., Murray, A.S., Cheong, C.S., Hong, D.G., Chang, H.W., 2003. The resolution of stratigraphic inconsistency in the luminescence ages of marine terrace sediments from Korea. *Quaternary Science Reviews* **22**, 1201-1206.
- Constantin, D., Timar-Gabor, A., Veres, D., Begy, R., Cosma, C., 2012. SAR-OSL dating of different grain-sized quartz from a sedimentary section in southern Romania interbedding the Campanian Ignimbrite/Y5 ash layer. *Quaternary Geochronology* **10**, 81-86.
- Dansgaard, W., Johnsen, S.J., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N.S., Hammer, C.U., Hvidberg, C.S., Steffensen, J.P., Sveinbjornsdottir, A.E., Jouzel, J., Bond, G., 1993. Evidence for general instability of past climate from a 250-kyr ice-core record. *Nature* **364**, 218-220.
- Duller, G.A.T., 2003. Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements. *Radiation Measurements* **37**, 161-165.
- Fan, A., Li, S.-H., Li, B., 2011. Observation of unstable fast component in OSL of quartz. *Radiation Measurements* **46**, 21-28.
- Ghenea, C., Rădan, S.C., 1993. New data on the age of loess in Dobrogea. *Romanian Journal of Stratigraphy* **75**, 133-137.
- Guo, Z.T., Peng, S.Z., Hao, Q.Z., Biscaye, P.E., Liu, T.S., 2001. Origin of the Miocene–Pliocene Red-Earth Formation at Xifeng in Northern China and implications for paleoenvironments. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* **170**, 11-26.
- Kukla, G., 1987. Loess stratigraphy in central China. *Quaternary Science Reviews* **6**, 191-219.
- Kukla, G.J., An, Z.S., 1989. Loess stratigraphy in Central China. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* **72**, 203–225.
- Liu, T.S., Ding, Z.L., 1998. Chinese loess and the paleomonsoon. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* **26**, 111-145.
- Lowick, S.E., Preusser, F., Pini, R., Ravazzi, C., 2010a. Underestimation of fine grain quartz OSL dating towards the Eemian: Comparison with palynostratigraphy from Azzano Decimo, northeastern Italy. *Quaternary Geochronology* **5**, 583-590.

- Lowick, S.E., Preusser, F., Wintle, A.G., 2010b. Investigating quartz optically stimulated luminescence dose–response curves at high doses. *Radiation Measurements* **45**, 975–984.
- Lowick, S.E., Preusser, F., 2011. Investigating age underestimation in the high dose region of optically stimulated luminescence using fine grain quartz. *Quaternary Geochronology* **6**, 33–41.
- Marković, S.B., Hambach, U., Stevens, T., Jovanović, M., O'Hara-Dhand, K., Basarin, B., Lu, H., Smalley, I., Buggle, B., Zech, M., Svirčev, Z., Sümegei, P., Milojković, N., Zöller, L., 2012. Loess in the Vojvodina region (Northern Serbia): an essential link between European and Asian Pleistocene environments. *Netherlands Journal of Geosciences* **91**, 173–188.
- Marković, S.B., Stevens, T., Kukla, G.J., Hambach, U., Fitzsimmons, K.E., Gibbard, P., Buggle, B., Zech, M., Guo, Z., Hao, Q., Wu, H., O'Hara Dhand, K., Smalley, I.J., Újvári, G., Sümegei, P., Timar-Gabor, A., Veres, D., Sirocko, F., Vasiljević, D.A., Jary, Z., Svensson, A., Jović, V., Lehmkuhl, F., Kovács, J., Svirčev, Z., 2015. Danube loess stratigraphy — Towards a pan-European loess stratigraphic model. *Earth-Science Reviews* **148**, 228–258.
- Martinson, D.G., Pisias, N.G., Hays, J.D., Imbrie, J., Moore, T.C., Shackleton, N.J., 1987. Age dating and the orbital theory of the ice ages: Development of a high-resolution 0 to 300,000-year chronostratigraphy. *Quaternary Research* **27**, 1–29.
- Muhs, D.R., 2007. Loess deposits, origins, and properties, In: Elias, S.A. (Ed.), *Encyclopedia of Quaternary Sciences*. Elsevier, Amsterdam, pp. 1405–1418.
- Murray, A.S., Wintle, A.G., 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* **32**, 57–73.
- Murray, A.S., Wintle, A.G., 2003. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements* **37**, 377–381.
- Murray, A.S., Svendsen, J.I., Mangerud, J., Astakhov, V.I., 2007. Testing the accuracy of quartz OSL dating using a known-age Eemian site on the river Sula, northern Russia. *Quaternary Geochronology* **2**, 102–109.
- Necula, C., 2006. Rockmagnetic properties of loess-paleosol deposits from Romania: paleoclimatic implications. Phd Thesis, . *Fizica Atmosferei si a Globului Terestru*. University of Bucharest, Bucharest.
- Pawley, S.M., Toms, P., Armitage, S.J., Rose, J., 2010. Quartz luminescence dating of Anglian Stage (MIS 12) fluvial sediments: Comparison of SAR age estimates to the terrace chronology of the Middle Thames valley, UK. *Quaternary Geochronology* **5**, 569–582.
- Prescott, J.R., Hutton, J.T., 1994. Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations. *Radiation Measurements* **23**, 497–500.
- Rasmussen, S.O., Bigler, M., Blockley, S.P., Blunier, T., Bucharadt, S.L., Clausen, H.B., Cvijanovic, I., Dahl-Jensen, D., Johnsen, S.J., Fischer, H., Gkinis, V., Guillevic, M., Hoek, W.Z., Lowe, J.J., Pedro, J.B., Popp, T., Seierstad, I.K., Steffensen, J.P., Svensson, A.M., Vallelonga, P., Vinther, B.M., Walker, M.J.C., Wheatley, J.J., Winstrup, M., 2014. A stratigraphic framework for abrupt climatic changes during the Last Glacial period based

on three synchronized Greenland ice-core records: refining and extending the INTIMATE event stratigraphy. *Quaternary Science Reviews* **106**, 14-28.

- Rees-Jones, J., 1995. Optical dating of young sediments using fine-grain quartz. *Ancient TL* **13**, 9-14.
- Steffen, D., Preusser, F., Schlunegger, F., 2009. OSL quartz age underestimation due to unstable signal components. *Quaternary Geochronology* **4**, 353-362.
- Stevens, T., Armitage, S.J., Lu, H., Thomas, D.S.G., 2007. Examining the potential of high sampling resolution OSL dating of Chinese loess. *Quaternary Geochronology* **2**, 15-22.
- Stevens, T., Marković, S.B., Zech, M., Hambach, U., Sümegi, P., 2011. Dust deposition and climate in the Carpathian Basin over an independently dated last glacial–interglacial cycle. *Quaternary Science Reviews* **30**, 662-681.
- Stevens, T., Armitage, SJ, Lu, H, Thomas, DSG, 2006. Sedimentation and diagenesis of Chinese loess: implications for the preservation of continuous, high-resolution climate records. *Geology* **34**, 849-852.
- Svensson, A., Andersen, K. K., Bigler, M., Clausen, H. B., Dahl-Jensen, D., Davies, S. M., Johnsen, S. J., Muscheler, R., Parrenin, F., Rasmussen, S. O., Röthlisberger, R., Seierstad, I., Steffensen, J. P., Vinther, B. M., 2008. A 60 000 year Greenland stratigraphic ice core chronology. *Climate of the Past* **4**, 47-57.
- Timar-Gabor, A., Vandenberghe, D.A.G., Vasiliniuc, S., Panaoitu, C.E., Panaiotu, C.G., Dimofte, D., Cosma, C., 2011. Optical dating of Romanian loess: A comparison between silt-sized and sand-sized quartz. *Quaternary International* **240**, 62-70.
- Timar-Gabor, A., Vasiliniuc, Ș., Vandenberghe, D.A.G., Cosma, C., Wintle, A.G., 2012. Investigations into the reliability of SAR-OSL equivalent doses obtained for quartz samples displaying dose response curves with more than one component. *Radiation Measurements* **47**, 740-745.
- Timar, A., Vandenberghe, D., Panaiotu, E.C., Panaiotu, C.G., Necula, C., Cosma, C., van den haute, P., 2010. Optical dating of Romanian loess using fine-grained quartz. *Quaternary Geochronology* **5**, 143-148.
- Wintle, A.G., Murray, A.S., 2006. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. *Radiation Measurements* **41**, 369-391.
- Wintle, A.G., 2008. Luminescence dating: where it has been and where it is going. *Boreas* **37**, 471-482.