



Universitatea Babeș-Bolyai, Facultatea de Știință și Ingineria Mediului, Cluj-Napoca

**STUDII DE DATARE PRIN LUMINESCENȚĂ
EFECTUATE PE SECȚIUNI DE LOESS-PALEOSOL
DIN EUROPA ȘI AMERICA DE NORD CARE
ÎNREGISTREAZĂ SCHIMBĂRI CLIMATICE DIN
PLEISTOCENUL TÂRZIU-HOLOCEN**

Rezumatul tezei de doctorat

Viorica Tecșa

Conducător de doctorat: Prof. Dr. Alida Gabor (Timar)

Cluj-Napoca 2020

Investigațiile datării prin luminescență prezentate în această teză au fost efectuate în cadrul Centrului de Radioactivitate Naturală și Datare Nucleară, Institutul de Cercetări Interdisciplinare în BioNano-Științe, Universitatea Babeș-Bolyai Cluj-Napoca, România.

Analizele de susceptibilitate magnetică, granulometrie și geochimice prezentate în această teză au fost efectuate la Universitatea Bayreuth din Germania și la Universitatea din Wisconsin-Madison, SUA.

Viorica Tecșa a beneficiat de sprijin financiar oferit de:

- Autoritatea Națională pentru Cercetare Științifică, PN-III-P3-3.6-H2020-2016-0015, 7/2016.
- Consiliul European pentru Cercetare prin programul de cercetare și inovare “Horizon 2020” al Uniunii Europene, proiect ERC-2014-StG 639904–RELOS.
 - EEA-RO-NO-2018-0126, 3/2019.

Cuprins

1. Introducere	6
1.1. Introducere	6
1.2. Structura tezei.....	8
2. Datarea prin luminescență a secțiunilor de loess-paleosol.....	9
2.1. Concepte de bază în datarea prin luminescență	9
2.1.1. Principiile datării prin luminescență stimulată optic	9
2.1.2. Mecanismul de producere a luminescenței.....	9
2.1.3. Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)	9
2.1.4. Mineralele și fracțiunea granulometrică utilizate în studii de datare.....	10
2.1.5. Prepararea probelor.....	11
2.1.6. Aparatura	11
2.2. Loessul - o arhivă care înregistrează schimbările climatice din trecut	11
2.3. Corelațiile loessului la scară - glaciari-interglaciari	11
2.4. Schimbări climatice abrupte.....	12
2.5. Schimbări climatice abrupte înregistrate în loess.....	13
2.6. Studii de datare prin luminescență a schimbărilor climatice abrupte înregistrate în loessul din Europa	13
3. Studiu de datare a secțiunii Kurortne (Ucraina): secțiune clasică înregistrând doar schimbări climatice majore.....	14
3.1. Introducere	14
3.2. Situl investigat.....	14
3.3. Metode și aparatură	14
3.3.1. Analize sedimentologice.....	14
3.3.2. Datarea prin luminescență stimulată optic (OSL)	15
3.4. Rezultate și discuții	16
3.4.1. Datele sedimentologice și geochimice	16
3.4.2. Caracteristici luminescente și doze echivalente	18
3.4.3. Vârstele OSL și validarea corelațiilor regionale pe baza datelor de luminescență	20
3.5. Corelații regionale bazate pe datele magnetice, litologice și pedologice.....	22
3.6. Concluzii	23

4. Episoade de formare a solului într-un termen scurt în loessul din perioada ultimului glaciator localizat în Europa de Est, studiu bazat pe metode multiple ale datării prin luminescență	25
4.1. Introducere	25
4.2. Materiale si metode	25
4.2.1. Secțiunea N-Stayky și colectarea probelor.....	25
4.2.2. Datarea prin luminescență	25
4.3. Rezultate și discuții	27
4.3.1. Performanța protocoalelor de măsurare.....	27
4.3.2. Investigații suplimentare privind acuratețea dozelor echivalente obținute în regiunea dozelor mari.....	30
4.3.3. Vârstele luminescente.....	33
4.4. Implicații paleoenvironmentale și cronostratigrafice	37
4.4.1. Datarea unităților stratigrafice Dnieper, Pryluky și Vytachiv	37
4.4.2. Loessul Bug (bg) și solurile embrionare din MIS 2	38
4.5. Concluzii	39
5. Loessul din perioada Pleistocenului superior și Holocen localizat în Marile Câmpii centrale: datarea prin luminescență stimulată optic și analize multi-proxy a secțiunilor de loess Enders și Kuma (Nebraska, SUA).....	40
5.1. Introducere	40
5.2. Secțiunile investigate.....	40
5.3. Metode și aparatură	41
5.3.1. Susceptibilitatea magnetică	41
5.3.2. Analiza granulometrică.....	42
5.3.3. Datarea OSL	42
5.4. Rezultate.....	42
5.4.1. Rezultatele analizei granulometrice și a susceptibilității magnetice	42
5.4.2. Caracteristici luminescente și doze echivalente	43
5.4.3. Vârstele OSL	44
5.5. Discuții	48
5.5.1. Implicații privind înregistrările paleoclimatice de înaltă rezoluție din solul Brady și loessul Bignell de la secțiunile Enders și Wauneta	48

5.5.2. Cmparație cu înregistrările loessului din Eurasia ale tranziției ultimului ciclu glaci- interglaci-iar și Holocen.....	49
5.6. Concluzii	50
Concluzii	51
Referințe.....	53

Cuvinte cheie: datare prin luminescență; cuarț fin; cuarț grosier; fracțiune fină poliminerală, analiză multi-proxy; secvențe de loess-paleosol europene; secvențe de loess-paleosol nord americane; Pleistocenul târziu; Holocen; schimbări climatice din trecut.

1. Introducere

1.1. Introducere

Cuaternarul reprezintă cea mai recentă perioadă din istoria geologică și este împărțit în două epoci: Pleistocenul și Holocenul. Perioada cuaternară acoperă ultimele ~ 2,6 milioane de ani și este caracteristică prin alternanțele ciclice ale schimbărilor climatice din perioadele glaciare și interglaciare. Pe durata ultimului ciclu interglaciar-glaciar au apărut două tipuri de schimbări climatice abrupte: evenimentele Dansgaard-Oeschger (DO) (Dansgaard et al., 1984) și evenimentele Heinrich (Heinrich, 1988). Pe durata Pleistocenului târziu au apărut și alte evenimente climatice abrupte, cum ar fi încălzirea Bølling-Allerød (B-O, ~14,7-12,9 ka) și răcirea Younger Dryas (YD, ~12,9-11,7 ka) (Alley și Clark, 1999). În timp ce schimbările climatice abrupte din ultimele glaciațiuni sunt bine înregistrate în sedimentele marine (Bond și colab., 1993; Schulz și colab., 1998) și în carotele de gheață din Groenlanda (Dansgaard și colab., 1993; Grootes et al., 1993), manifestarea lor în altă parte este puțin mai redusă.

Secvențele de loess-paleosol (LPS) reprezintă una dintre cele mai valoroase arhive terestre deoarece oferă o înregistrare de înaltă rezoluție a ciclurilor glaciare-interglaciare din Cuaternar. În cele mai multe regiuni, loessul s-a depus în perioadele glaciare, în timp ce paleosolurile s-au format în perioadele interglaciare. Cu toate acestea, studiile anterioare au indicat că există unele excepții de la generalizarea depozitării loessului doar în perioadele glaciare (Roberts și colab., 2001; Muhs și colab., 2004; Miao și colab., 2005; 2007a). Datorită diferențelor ambientale dintre înregistrările de loess de pe diferite continente, este esențială determinarea unor cronologii adecvate ale depozitelor de loess. Studiile anterioare au raportat corelații reușite între stratigrafia straturilor principale de loess și Stadiul Isotopic Marin (MIS) echivalent (Lisiecki și Raymo, 2005). Cu toate acestea, corelațiile directe ale înregistrărilor de loess cu schimbările climatice abrupte sunt încă în dezbatere, iar principala problemă este reprezentată de controlul inadecvat al vârstei (Rousseau și colab., 2002, 2007; Antoine și colab., 2009, 2013). În scopul obținerii unei imagini complete a diversității temporale și spațiale a schimbărilor ambientale continentale pe o scară emisferică, datarea de înaltă rezoluție trebuie să fie inclusă în studiile ulterioare ale secvențelor de loess-paleosol. Loessul poate fi datat direct folosind metode, cum ar fi datarea prin luminescență, o tehnică importantă pentru datarea depozitelor din Cuaternarul târziu.

Tehnica datării prin luminescență este o metodă cronologică, care se aplică în general pe cuarț și feldspat. Aceste minerale pot fi stimulate în laborator cu căldură (termoluminiscentă - TL) sau cu lumină (luminescență stimulată optic - OSL), iar acest lucru conduce la emiterea unui semnal luminos care poate fi măsurat. Acest semnal provine din expunerea granulelor minerale la radiații ionizante (dezintegrarea uraniului, toriului, potasiului și din radiația cosmică) în mediul natural. Semnalul luminescent se acumulează constant în timp, după depunerea granulelor minerale. Mecanismul de resetare al semnalului luminescent constă în expunerea obișnuită la lumina soarelui în timpul transportului, în cazul granulelor sedimentare. Astfel, datarea OSL poate oferi o estimare a timpului din momentul în care granulele de cuarț sau feldspat au fost expuse ultima dată la lumina soarelui (Aitken, 1998; Huntley și colab., 1985). Vârsta este determinată prin împărțirea dozei echivalente la doza anuală. Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000; 2003; Wintle și Murray, 2006) reprezintă metoda cea mai frecvent utilizată pentru determinarea dozei echivalente. Doza anuală este calculată în această lucrare pe baza activităților specifice ale izotopilor naturali din seria ^{238}U , ^{235}U , ^{232}Th și ^{40}K determinate prin spectrometrie gamma de înaltă rezoluție.

În majoritatea studiilor OSL, cronologia generală a fost stabilită folosind o singură fracțiune granulometrică, fie cea mai reprezentativă, fie cea mai abundentă din depozitul respectiv. Există diferențe substanțiale între vârstele obținute pe diferite fracțiuni granulometrice de cuarț? Studiile anterioare efectuate pe secțiuni de loess din Europa și China au raportat discrepanțe neașteptate între vârstele obținute pe fracțiuni de cuarț grosier ($>63\ \mu\text{m}$) și fin ($4-11\ \mu\text{m}$), deși aceste diferențe apar în general pentru vârste de peste $\sim 40-50\ \text{ka}$ (Timar -Gabor și colab., 2011, 2015; 2017; Constantin și colab., 2014, 2015). Există două motive importante pentru a efectua investigații pe dimensiuni diferite fracțiuni granulometrice ale cuarțului (de exemplu, $4-11\ \mu\text{m}$, $63-90\ \mu\text{m}$, $90-125\ \mu\text{m}$) pentru fiecare probă. În primul rând, dacă vârstele obținute pe diferite fracțiuni granulometrice sunt în concordanță, acesta reprezintă un argument pentru acuratețea lor. În al doilea rând, un set de vârste diferite care sunt în concordanță permite calcularea unei vârste medii (Aitken, 1985) care reflectă mai bine vârsta de depozitare și pentru care se reduce eroarea statistică. Sunt necesare studii suplimentare pentru a testa dacă vârstele datării prin luminescență obținute pe diferite fracțiuni granulometrice de cuarț sunt în concordanță pentru secvențe de loess-paleosol de pe diferite continente.

Rezultatele prezentate în această teză fac parte dintr-un proiect de cercetare finanțat de Consiliul European de Cercetare (ERC) (INTERTRAP- Integrated dating approach for terrestrial records of past climate using trapped charge methods, StG 678106, HORIZON 2020). Această teză aduce o contribuție importantă la proiectul INTERTRAP și oferă oportunitatea de a testa dacă o cronologie robustă cuplată cu analiza multi-proxy (susceptibilitate magnetică, geochimie și granulometrie) obținute pe secvențe de loess-paleosol din Europa și America de Nord pot oferi o înregistrare coerentă la nivel regional a schimbărilor climatice din Pleistocenul târziu-Holocen.

1.2. Structura tezei

Această teză este compusă din 4 capitole principale. Capitolele 3 și 5 se bazează pe articole publicate ca prim-autor (Tecsă și colab., 2020a și b), iar capitolul 4 prezintă rezultate dintr-un articol publicat în calitate de co-autor (Veres și colab., 2018). **Capitolul 1** prezintă partea de introducere a acestei teze. **Capitolul 2** se bazează pe studiul literaturii și oferă informațiile necesare pentru înțelegerea studiilor prezentate în această teză. **Capitolul 3** prezintă un studiu detaliat de datare OSL cuplat cu rezultate sedimentologice și geochimice asupra secțiunii de loess-paleosol Kurortne din sud-vestul Ucrainei. Scopul acestui studiu este de a clarifica corelațiile cronostratigrafice locale, stabilind reconstrucții mai sigure ale schimbărilor climatice din Pleistocenul târziu în zona de nord a Mării Negre precum și de a testa corespondența cu modelul cronostratigrafic al loessului din zona Dunării. **Capitolul 4** oferă o cronologie robustă a datării prin luminescență pentru secțiunea Stayky (Ucraina) bazată pe luminescență stimulată optic pe granule de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm) și luminescență stimulată în infraroșu-post infraroșu (pIR-IRSL) pe granule fine poliminerale. Scopul acestui studiu este clarificarea mai multor probleme cronostratigrafice nerezolvate anterior pentru secvența Stayky. **Capitolul 5** prezintă o cronologie detaliată a luminescenței stimulată optic precum și o analiză multi-proxy obținute pentru prima dată pe secțiunile Enders și Kuma, situate în sud-vestul statului Nebraska. Scopurile acestui studiu sunt: (i) oferirea primei oportunități de a investiga dacă vârstele OSL obținute pe trei fracțiuni diferite de cuarț sunt în concordanță în secțiuni importante din America de Nord; (ii) a testa dacă aceste secțiuni pot oferi o înregistrare coerentă la nivel regional a schimbărilor climatice din perioada tranziției Pleistocen-Holocen și Holocen. La sfârșitul tezei, sunt rezumate concluziile.

2. Datarea prin luminescență a secțiunilor de loess-paleosol

2.1. Concepte de bază în datarea prin luminescență

2.1.1. Principiile datării prin luminescență stimulată optic

Semnalul luminescent apare în urma expunerii mineralelor la radiații ionizante (în principal din dezintegrarea uraniului, toriului, potasiului precum și din radiația cosmică) în mediul natural, iar semnalul se acumulează constant în timp, după depunerea mineralelor. După erodarea mineralului, acesta este transportat, depozitat și expus la lumina soarelui în tot acest timp, eliberând astfel energia acumulată anterior, iar semnalul luminescent este resetat la zero. Atunci când mineralul este îngropat, semnalul luminescent începe din nou să se acumuleze în timp, iar cu cât doza de radiație este mai mare, cu atât semnalul luminescent va fi mai mare. Semnalul luminescent acumulat de către minerale de la ultima expunere la soare poate fi îndepărtat în laborator prin expunerea granulelor minerale la lumină sau la căldură.

Vârsta OSL este egală cu raportul dintre doza echivalentă, D_e (Gy) a probei și debitul anual al dozei (Gy/a). Doza anuală este determinată în această lucrare prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție, iar cea mai frecventă metodă de determinare a D_e este protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000, 2003).

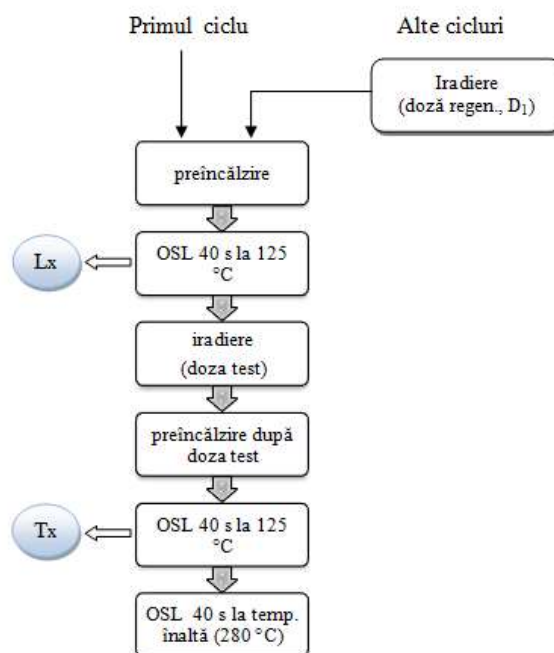
2.1.2. Mecanismul de producere a luminescenței

Deși mecanismul de producere a luminescenței este complex și nu este încă pe deplin înțeles, principalele procese de producere a luminescenței în cuarț pot fi descrise cu ajutorul diagramei bezilor energetice (Aitken, 1998). Acest model simplificat este denumit modelul „o capcană/un centru” care implică doar o configurație a capcanei (T) și a unui centru de recombinare (L). Cu toate acestea, cristalele naturale de cuarț sunt sisteme complexe în care există mai multe tipuri de capcane și centrii de recombinare. Procesul de luminescență are trei etape inițiale în transferul de sarcină (ionizare, stocare și evacuare) care pot fi ilustrate folosind diagrama bezilor energetice.

2.1.3. Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)

Protocolul SAR necesită construirea unei curbe OSL doză-răspuns printr-un ciclu repetat de preîncălziri, măsurarea dozelor și stimulări optice a unei probe (vezi **figura 2.1**).

Figura 2.1. Protocolul SAR redesenat după Murray și Wintle (2003). L_x este semnalul natural sau regenerat și T_x reprezintă semnalul produs în urma dozei test.



Pentru a evalua performanța protocolului SAR, sunt aplicate testul de recuperare, testul de repetare și testul de stimulare a semnalului în infraroșu (IR), aceste teste reprezentând un criteriu pentru acceptarea sau respingerea alicotelor. În scopul evaluării temperaturii de preîncălzire asupra estimărilor dozei echivalente, se folosește un test care investighează dependența D_e de temperatura de preîncălzire. Testul final pentru evaluarea performanței protocolului SAR este testul de recuperare a dozei, acesta este utilizat pentru a verifica dacă o doză cunoscută administrată în laborator poate fi recuperată cu acuratețe în protocolul SAR.

2.1.4. Mineralele și fracțiunea granulometrică utilizate în studii de datare

Cele mai utilizate minerale în datarea prin luminescență sunt cuarțul și feldspații. Alegerea fracțiunilor granulometrice de cuarț utilizate pentru datare depinde de dimensiunea predominantă a granulelor prezentă în unitatea sedimentară, iar majoritatea studiilor de datare au folosit o singură fracțiune granulometrică. Deși s-a presupus că diferite fracțiuni granulometrice ar trebui să ofere vârste similare utilizând OSL, studiile anterioare efectuate pe mai multe secțiuni de loess din China (Timar-Gabor și colab., 2017), precum și secțiuni de loess din Europa (Timar-Gabor și colab., 2011, 2015; Constantin și colab., 2014, 2015) au raportat discrepanțe între vârstele obținute pe fracțiuni de cuarț fin (4-11 μm) și fracțiuni de cuarț grosier (granule mai mari de 63 μm). Mai precis, aceste diferențe apar în general pentru vârste peste 40-50 ka.

2.1.5. Prepararea probelor

Prepararea probelor se efectuează în laborator sub lumină roșie de putere joasă pentru a evita pierderea semnalului luminescent. Protocolul pentru extragerea cuarțului (Aitken, 1985) implică mai multe etape, incluzând tratamente cu acid, sitări, separări pe baza densității, separări pe baza legii lui Stokes și centrifugări cu apă distilată.

2.1.6. Aparatura

Pentru a determina doza echivalentă, măsurătorile au fost efectuate utilizând cititoare standard și automate Risø TL/OSL-DA-20 echipate cu sursă de detecție și stimulare clasică sau automatizată (Lapp și colab., 2015).

Debitul dozei este calculat pe baza activităților specifice ale izotopilor naturali din seriile ^{238}U , ^{235}U , ^{232}Th și ^{40}K determinate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție.

2.2. Loessul - o arhivă care înregistrează schimbările climatice din trecut

Loessul este un sediment care a fost antrenat, transportat și depozitat de vânt, fiind compus de obicei din cuarț, feldspat, plagioclaz, carbonat, mică, minerale argiloase și minerale grele (Pye, 1987). Loessul a devenit una dintre cele mai importante arhive ale schimbărilor climatice cuaternare în ultimii 150 de ani și poate fi folosit pentru a reconstrui paleoclimatologia la scară sinoptică pe perioade de ordinul mileniilor (Muhs, 2013). Depozitele de loess și paleosolurile intercalate (solurile îngropate) oferă una dintre cele mai complete înregistrări terestre ale ciclului interglacial-glaciar. Avantajul loessului în comparație cu alte sedimente cuaternare este că acesta poate fi datat direct folosind metode precum datarea prin luminescență (Aitken, 1998). Determinarea susceptibilității magnetice și a altor proprietăți magnetice ale mineralelor reprezintă cea mai frecventă metodă aplicată asupra paleosolurilor derivate din loess pentru studii paleoclimatice (Verosub și colab., 1993; Maher și colab., 1994; Porter, 2001; Singer și Verosub, 2007).

2.3. Corelațiile loessului la scară - glacial-interglaciar

Corelațiile autentice pentru loess la scară regională sau chiar continentală sunt posibile numai la nivelul unităților de prim ordin (mai exact MIS sau loessul din perioada glacială și unități de pedocomplex din perioada interglaciară), deși cercetările recente au oferit progrese

semnificative în ceea ce privește corelațiile între profiluri și compararea directă a diferitelor înregistrări paleoclimatice (Marković și colab., 2018).

Studiile secvențelor de loess-paleosol au luat o abordare relativ simplă de datare, considerând solul modern (Holocen) echivalent cu ultimul interglaciar, iar solurile mai vechi sunt corelate cu episoadele interglaciare anterioare. Orizonturile de loess sunt reprezentate cu L_i , iar paleosolurile intercalate cu S_i . În general loessul s-a depozitat în perioadele glaciare, iar solurile s-au format în perioadele interglaciare. Cu toate acestea, există unele excepții cu privire la depozitarea loessului numai în perioadele glaciare.

Deși au existat încercări reușite privind corelațiile între stratigrafia straturilor principale de loess și MIS-ul lor echivalent (de exemplu, Lisiecki și Raymo, 2005), aplicabilitatea studiilor stratigrafice în cercetarea loessului pentru determinarea unui eveniment climatic este încă problematică. De exemplu, corelațiile directe ale înregistrărilor de loess cu schimbările climatice abrupte (Rousseau și colab., 2002, 2007; Antoine și colab., 2009, 2013) sunt încă în dezbatere, iar principala problemă este reprezentată de controlul inadecvat al vârstei.

2.4. Schimbări climatice abrupte

Înregistrările paleoclimatice de înaltă rezoluție din carotele de sediment, gheață și alte surse, prezintă o serie de schimbări climatice abrupte care apar la o scară a timpului surprinzător de scurtă (mai exact câteva decenii sau câțiva ani). Potrivit Consiliului Național de Cercetare al SUA, „o schimbare climatică abruptă” reprezintă orice schimbare care apare atunci când sistemul climatic este forțat să depășească un prag (Consiliul Național de Cercetare, 2001).

Ultimul ciclu climatic (MIS 4, 3 și 2; ~130-12 ka) a fost caracterizat prin oscilații climatice la scară milenară cu o periodicitate neregulată. Au fost descrise două tipuri de schimbări climatice abrupte: ciclurile Dansgaard-Oeschger (D-O) (Dansgaard și colab., 1984) și perioadele reci asociate cu evenimentele Heinrich (Heinrich, 1988). Ciclurile D-O reprezintă unul dintre cele mai bine observate, precum și cele mai interesante exemple de schimbări climatice abrupte care se caracterizează prin tranziții rapide (deceniu sau mai scurt) între condiții glaciare (Stadial Groenlandez, GS) și climă caldă (Interstadial Groenlandez, GI) care durează multe secole (Svensson și colab. 2006). Alte exemple de schimbări climatice abrupte care au avut loc în Pleistocenul superior sunt încălzirea Bølling-Allerød (B-O, ~14,7 - 12,9 ka) și răcirea Younger Dryas (YD, ~12,9 - 11,7 ka) (Alley și Clark, 1999).

2.5. Schimbări climatice abrupte înregistrate în loess

Depozitele de loess, în special din emisfera nordică, au înregistrat schimbări climatice din trecut la o scară milenară și sub-milenară. Studiile anterioare au confirmat înregistrarea schimbărilor climatice abrupte în secvențele de loess din Europa (Rousseau și colab., 2002; 2007, 2011; Sima și colab., 2009; 2013; Antoine și colab., 2009; 2013), Asia Centrală (Vanderberghe și colab., 2006) și China (Porter și An, 1995; Sun și colab., 2012). Înregistrarea schimbărilor climatice abrupte a fost rareori raportată în loessul din America de Nord.

2.6. Studii de datare prin luminescență a schimbărilor climatice abrupte înregistrate în loessul din Europa

Rousseau și colab. (2011) au investigat o secțiune importantă de loess din Europa de Est (Stayky), localizată în Ucraina, folosind analize multi-proxy și datarea prin luminescență stimulată în infraroșu (IRSL). Au fost raportate patru vârste cuprinse între 16-30 ka folosind granule fine (4-11 μm) poliminerale. Solurile embrionare (ES) identificate în loessul Bug au fost asociate cu interstadialele Groenlandeze (GIS) 7 până la 2, iar cambisolul Vytachiv ($30,2 \pm 3,1$ ka) cu GIS 8 (Rousseau și colab., 2011). Autorii au sugerat de asemenea că prima creștere semnificativă a indicelui granulometric (înainte de vârsta IRSL de $27,6 \pm 2,7$ ka) corespunde evenimentului Heinrich (H) 3, iar creșterea maximă a acestuia (după $27,6 \pm 2,7$ ka) a fost corelată cu H2. Kadereit și Wagner (2014) au sugerat că solurile embrionare de deasupra solului Vytachiv, posibil să nu fie corelate cu GIS7, ci probabil după GIS5, iar solurile incipiente din loessul Bug (ES8 la ES5/4b) probabil s-au dezvoltat în timpul fazei finale a MIS 3.

Variații climatice la scară sub-milenară corelate cu cele din zona Atlanticului de Nord au fost identificate într-o altă secțiune importantă de loess din vestul Europei, la Nussloch, Germania (Antoine și colab., 2001, 2009). Rousseau și colab. (2011) au propus o corelație între secvențele Nussloch și Stayky pe baza datelor disponibile și a asemănărilor stratigrafice.

Secțiunea Dolní Věstonice (DV), situată în Europa centrală, este bine cunoscută pentru secvența sa de loess-paleosol de înaltă rezoluție din ultimul ciclu climatic interglacial-glaciar. Această secțiune este caracterizată de patru secvențe pedo-sedimentare (I-IV). Potrivit cronologiei OSL, precum și a investigațiilor paleopedologice și sedimentologice, complexul de soluri (subsecvența I) al secțiunii DV a înregistrat toate evenimentele climatice principale de la GI 25 la 19 apărute în înregistrarea GRIP Nord (Fuchs și colab., 2012; Antoine și colab., 2013).

3. Studiu de datare a secțiunii Kurortne (Ucraina): secțiune clasică înregistrând doar schimbări climatice majore - Tecsă și colab. (2020a)

3.1. Introducere

Scopul acestui studiu este de a clarifica corelațiile cronostratigrafice locale, stabilind reconstrucții mai sigure ale schimbărilor din perioada Pleistocenului superior, în nordul Mării Negre. Sunt discutate schimbările mediului din perioada Pleistocenului superior în sud-vestul Ucrainei, bazându-ne pe integrarea datării prin luminiscență stimulată optic a diferitelor fracțiuni de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm), cu o analiză multi-proxy de înaltă rezoluție care include date magnetice, granulometrice și geochimice pentru secvența de loess-paleosol (LPS) Kurortne. Prin compararea cu alte înregistrări ale loessului din zona Dunăre-Marea Neagră, demonstrăm că secvența investigată se extinde pe durata ultimului ciclu glaciatic, oferind o corelare importantă cu alte LPS regionale și o înregistrare semnificativă pentru compararea stratigrafiei Cuaternarului din Ucraina cu loessul din zona Dunării (Marković și colab., 2015).

3.2. Situl investigat

LPS Kurortne (45°54'N, 30°16' E) este situată în apropierea comunei Kurortne (regiunea Odessa, Ucraina), la malul Mării Negre. Secțiunea cuprinde cca. 15 m de unități de loess și paleosol intercalate (Gozhik și colab., 2000), iar pentru acest studiu am investigat în detaliu partea de sus până la 4,5 m (**Fig. 3.1**). În scopul îmbunătățirii cadrului cronostratigrafic existent pentru LPS Kurortne, 12 probe au fost colectate pentru datarea prin luminescență stimulată optic (OSL). În cazul analizelor sedimentologice și geochimice, probele au fost colectate contiguu la o rezoluție de 2 cm până la adâncimea de 130 cm, iar apoi eșantionarea s-a efectuat la rezoluție de 4 cm până la adâncimea de 450 cm.

3.3. Metode și aparatură

3.3.1. Analize sedimentologice

Analizele sedimentologice au fost efectuate la Universitatea Bayreuth din Germania.

Protocolul de măsurare a proprietăților magnetice (Zeeden și colab., 2018) constă în umplerea unor cutii de plastic de 6,4 cm³ cu material uscat, comprimat și fixat cu vată pentru a preveni mișcarea particulelor în timpul măsurătorilor analitice. Susceptibilitatea magnetică χ a

fost măsurată la frecvențe de 0,31 kHz (χ_{lf}) și 3 kHz (χ_{hf}) folosind instrumentul Magnon VSM. Dependența de frecvență susceptibilității magnetice a fost calculată: $\chi_{fd} = (\chi_{lf} - \chi_{hf}) / \chi_{lf} * 100$ [%] (**Fig. 3.1**).

Distribuția granulometrică a fost determinată utilizând un analizor de mărime a particulelor de difracție laser (Beckman Coulter LS 13 320), prin calcularea frecvenței procentuale a 116 clase într-un interval de mărime de 0,04-2000 μm cu o eroare de 2% (exprimată printr-un coeficient de variație, CV). Distribuția granulometrică clasică a fost determinată prin aplicarea teoriei Mie (Fluid RI: 1,33; Proba RI: 1,55; RI imaginar: 0,1; Özer și colab., 2010; ISO 13320, 2009; Schulte și colab., 2016).

Pentru a evalua variabilitatea geochimică pe termen lung la secțiunea Kurortne, concentrația elementelor selectate a fost măsurată pe fracțiunile fine extrase prin sitarea materialului <63 μm și uscarea acestuia la 105 °C timp de 12 ore. Toate probele au fost măsurate de două ori cu un spectrometru SpectroXepos (XRF) de fluorescență cu raze X. Ulterior, valorile medii au fost calculate din cele două măsurători, urmând instrucțiunile din Spectro (2007), iar variabilitatea datelor oxizilor majori este prezentată în **Figura 3.1**. Indicele chimic de alterare (CIA) a fost calculat conform Nesbitt și Young (1982): $CIA = [Al_2O_3 / (Al_2O_3 + Na_2O + CaO^* + K_2O)] * 100$ (în proporții molare; CaO* se referă la silicat de calciu).

3.3.2. Datarea prin luminescență stimulată optic (OSL)

Au fost colectate douăsprezece probe pentru datarea prin luminescență de la LPS Kurortne pentru a extrage cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm și 90-125 μm). Măsurătorile de luminescență au fost efectuate cu ajutorul a două cititoare Risø TL/OSL-DA-20 echipate cu surse de detecție și stimulare clasice sau automatizate (Lapp și colab., 2015), iar semnalele luminescente au fost detectate prin tuburile fotomultiplicatoare EMI 9235QA și PDM 9107Q-AP-TTL-03 (Thomsen, 2006). Caracteristicile luminescente ale granulelor fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm și 90-125 μm) de cuarț au fost analizate folosind protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000; 2003). Robustețea protocolului SAR a fost verificată cu ajutorul testelor intrinseci (repetare și recuperare) (Murray și Wintle, 2003). Puritatea granulelor de cuarț extrase a fost verificată folosind testul de stimulare a semnalului în infraroșu (IR) (Duller, 2003).

Pentru determinarea concentrațiilor de activitate ale radionuclizilor, s-a utilizat spectrometria gama de înaltă rezoluție. Valorile dozelor anuale, precum și concentrațiile activităților radionuclizilor pentru aceste probe sunt prezentate în **Tabelul 3.1**.

3.4. Rezultate și discuții

3.4.1. Datele sedimentologice și geochimice

Rezultatele susceptibilității magnetice obținute la secțiunea Kurortne prezintă valori ridicate în paleosoluri și valori mai mici în loess, variind între $28 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ (loessul Uday) până la $94 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ (solul Holocen) (**Fig. 3.1**). Trendul χ_{fd} se aseamănă cu trendul χ_{lf} (**Fig. 3.1**), cele două proxy-uri fiind bine corelate ($R^2=0.648$), însă prezintă o variabilitate mai mare în unitățile Pryluky, Uday și Vytachiv. În general, χ_{fd} oscilează în jurul valorii de 11% în unitatea Kaydaky și în solul Holocen, atingând valori minime de 6-7% în unitățile Vytachiv și Bug (**Fig. 3.1**). Pragul susceptibilității magnetice la secțiunea Kurortne, poate fi sesizat la sfârșitul formării loessului din unitatea Bug. Astfel, sfârșitul formării loessului din Pleniglaciuar și începutul proceselor pedogenetice, care duc la formarea solurilor incipiente ale subunității Prychornomorya și ulterior la formarea solului S0 Holocen, este posibil să fie plasat în jurul adâncimii de 1 m.

Figura 3.1 prezintă datele geochimice indicând variabilitatea concomitentă în toți oxizii majori între unitățile de paleosol și de loess care se reflectă bine în litostratigrafie. Valorile SiO_2 variază între 42,7% și 62,7% (media 52,3%), în timp ce Al_2O_3 variază între 7,8% și 12,7%, cu o medie de 10,4%. Alți oxizi majori sunt prezenți în concentrații mai mici. CaO atinge valori cuprinse între 1,2% și 14,9% (media 7,5%) și reflectă bine modificările litostratigrafice, atingând valori mai mari atât în unitățile Dnipro, Uday și Bug, cât și în părțile inferioare ale solurilor Kaydaky și Vytachyv, iar cele mai mici valori în solul Holocen.

Componentul principal al distribuției granulometrice este reprezentat de cSi (20-63 μm) pentru întregul set de date. Frațiunea <2 μm prezintă valori ridicate în solul Kaydaky și la tranziția solului Vytachiv spre loessul Uday. Creșterea continuă a fracțiunii de 2-20 μm poate reflecta o scădere pe termen lung a intensității vântului. Frațiunea >63 μm prezintă cea mai mică proporție în solul Kaydaky, iar fracțiunea 20-63 μm prezintă valori scăzute în paleosolurile Kaydaky și Vytachiv.

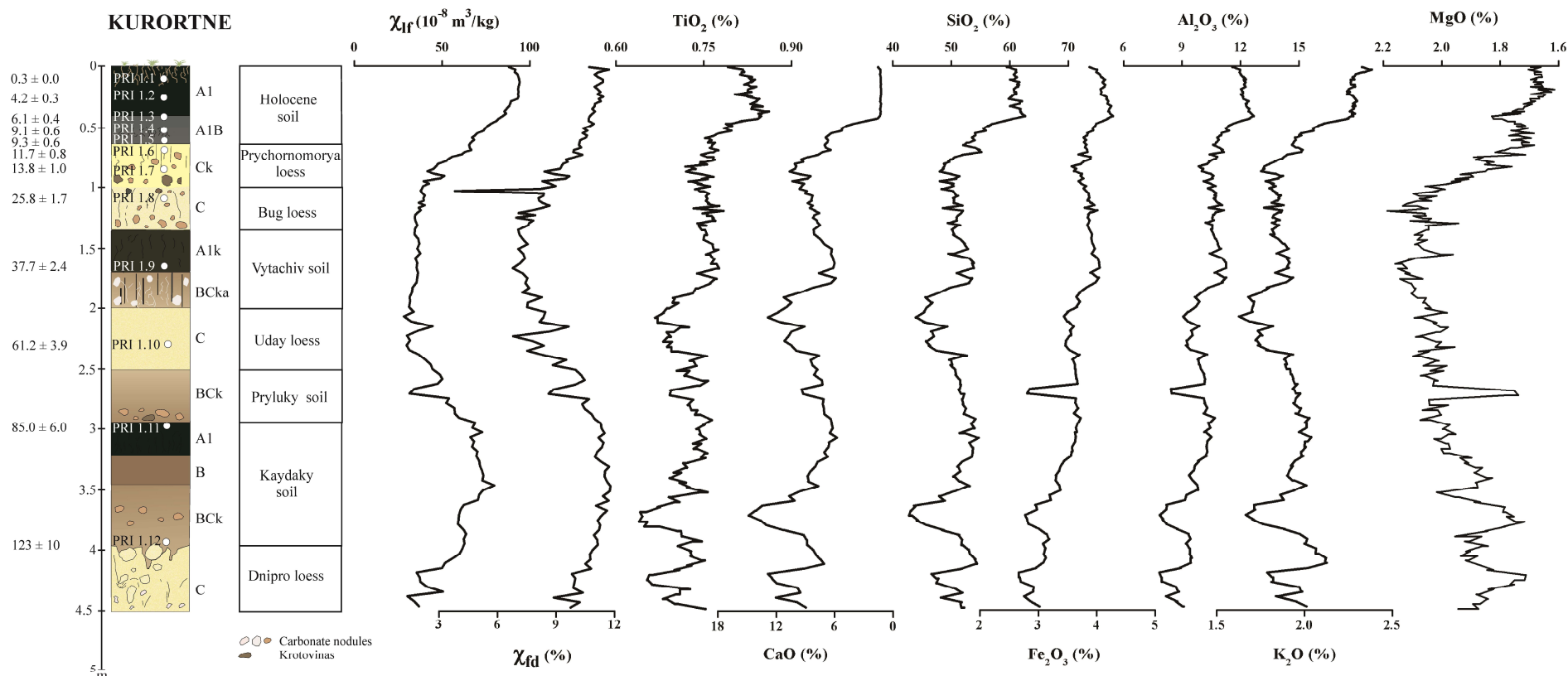


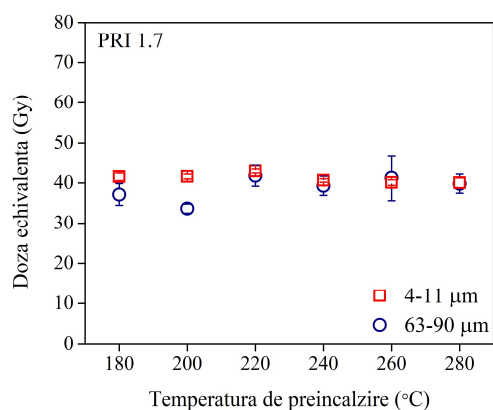
Figura 3.1. Litostratigrafia părții superioare a secțiunii de loess-paleosol Kurortne până la adâncimea de 4,5 m, alături de unitățile cronostratigrafice regionale identificate în cadrul stratigrafic din Ucraina. Datele sedimentologice includ susceptibilitatea magnetică de joasă frecvență (χ_{lf}), dependența de frecvență a susceptibilității magnetice (χ_{fd}) și abundența relativă (%) a oxizilor majori: TiO_2 , CaO , SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , K_2O și MgO . Axle orizontale sunt inversate pentru CaO și MgO . Crotovinele sunt marcate cu pete maro și maro deschis, iar concrețiunile de carbonat cu pete bej. Vârstele OSL medii sunt, de asemenea, reprezentate, iar pentru ultimele două probe (PRI-1.11-1.12) sunt redată vârstele obținute pe fracțiunea de cuarț 63-90 μm . Locația probelor OSL este de asemenea indicată.

3.4.2. Caracteristici luminescente și doze echivalente

Dozele echivalente (D_e) au fost obținute proiectând semnalul natural OSL corectat de sensibilitate pe curba doză răspuns construită pentru fiecare alicotă.

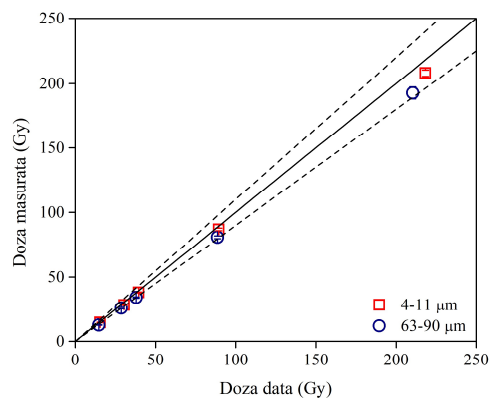
Dependența dozelor echivalente de temperatura preîncălzită a fost investigată pentru proba PRI-1.7. Așa cum se observă în **Figura 3.2**, platoul obținut indică stabilitatea termică a semnalului OSL și asigură că orice transfer termic este irelevant. Raportul obținut pentru testele de repetare și recuperare a fost acceptabil pentru toate alicotele măsurate.

Figura 3.2. Dependența dozei echivalente de temperaturile de preîncălzire pentru fracțiunea de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) din proba PRI 1.7. S-a folosit o preîncălzire de 180 ° C pentru doza test (cutheat).



Au fost efectuate teste de recuperare a dozei (Murray și Wintle, 2003) pentru a investiga acuratețea dozelor echivalente obținute prin aplicarea protocolului SAR pe granule fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm) de cuarț din probele PRI-1.2, 1.4, 1.6, 1.8 și PRI-1.10. Așa cum se observă în **Figura 3.3**, s-a obținut un raport bun dintre doza recuperată și doza dată, cu excepția probei PRI-1.2 (fracțiunea de cuarț de 4-11 μm) unde s-a obținut o subestimare de 14%.

Figura 3.3. Rezultatele testului de recuperare a dozei pentru fracțiunile fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm) de cuarț din cinci probe. Dozele de iradiere date au fost apropiate de dozele echivalente ale fiecărei probe. Linia solidă indică raportul ideal de recuperare a dozei de 1:1, în timp ce liniile punctate încadrează o variație de 10% de la unitate.

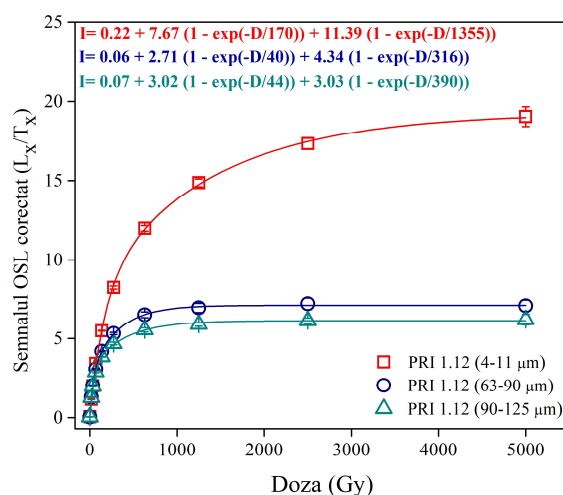


Răspunsul dozei la doze foarte mari a fost investigat folosind trei alicote din proba PRI-1.12 (loessul Dnipro), iar curbele de creștere corectate pentru sensibilitate, care se extind până la 5000 Gy, au fost construite folosind granule fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 și 90-125 μm) de cuarț (**Fig. 3.4**). Curba de creștere a fost reprezentată matematic folosind suma a două funcții exponențiale de saturație de forma:

$$I(D) = I_0 + A(1 - \exp(-D/D_{01})) + B(1 - \exp(-D/D_{02})) \quad (1.1)$$

unde I – intensitatea semnalului OSL care corespunde unei anumite doze, D ; I_0 – semnal luminescent rezidual; A și B – amplitudinea celor două componente exponențiale; D_{01} , D_{02} – dozele care caracterizează curbura.

Figura 3.4. Comparație între curbele de creștere doză răspuns construite pentru proba PRI 1.12 folosind granule fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm și 90-125 μm) de cuarț. Pe parcursul măsurărilor a fost utilizată o doză de test de 17 Gy. Datele prezentate reprezintă media obținută pe 3 alicote.



Din datele prezentate în **Figura 3.4** se poate observa că fracțiunea fină (4-11 μm) de cuarț saturează la doze semnificativ mai mari decât fracțiunile grosiere (63-90 μm și 90-125 μm) de cuarț. Începând cu doze mai mari de aproximativ 100 Gy s-a observat o diferență semnificativă în răspunsul dintre cuarțul fin și grosier. Caracteristici de saturație diferite ale granulelor de cuarț fin și grosier au fost raportate anterior pe probe de loess din sud-estul Europei și din platoul de loess din China (Timar-Gabor și colab., 2012; 2015; 2017).

3.4.3. Vârstele OSL și validarea corelațiilor regionale pe baza datelor de luminiscentă

Tabelul 3.1 prezintă vârstele OSL obținute, iar eorile vârstelor au fost determinate pe baza sistemului de evaluare a erorilor propus de Aitken și Alldred (1972) și Aitken (1976).

Pentru probele PRI-1.12 și 1.11 colectate din orizontul BCk al paleosolului Kaydaky și de la tranziția solului Pryluky spre Kaydaky, s-au obținut vârste de 123 ± 10 ka și respectiv 85 ± 6 ka pe cuarțul grosier ($63-90 \mu\text{m}$). Aceste vârste ar confirma corelația unităților de paleosol Kaydaky și Pryluky cu MIS 5 (Rousseau și colab., 2001; Gerasimenko, 2004, 2006; Buggle și colab., 2009; Veres și colab., 2018) (**Fig. 3.1**). Vârsta OSL obținută pentru tranziția dintre unitățile Pryluky și Kaydaky este aproximativ în concordanță cu vârstele OSL $70,1 \pm 4,0$ ka și $93,6 \pm 5,6$ ka obținute pe granule de cuarț $90-125 \mu\text{m}$, raportate de Gozhik și colab. (2014), pentru unitatea Pryluky din secțiunea Maxymivka situată în Câmpia Niprului. Vârstele raportate pentru paleosolurile Pryluky-Kaydaky de la secțiunea Kurortne sunt în concordanță foarte bună cu rezultatele obținute pe mai multe LPS din zona Mării Neagre din România, unde paleosolul (S1) care se află la baza unității de loess de deasupra acestuia (L1), a fost corelat cu MIS 5 (Timar și colab., 2010; Timar-Gabor și colab., 2011; Constantin și colab., 2014).

Vârsta medie $61,2 \pm 3,9$ ka obținută pentru proba colectată din loessul Uday, permite corelarea acestei unități cu Pleniglaciuarul inferior (MIS 4; **Fig. 3.1**) și este în concordanță în limita erorilor cu vârsta TL 65.9 ± 10 ka obținută pe granule de cuarț de $80-100 \mu\text{m}$, raportată de Gozhik și colab. (2014).

Pentru proba PRI-1.9, colectată din orizontul A1k al unității Vytachiv, s-a obținut o vârstă medie de $37,7 \pm 2,4$ ka care permite corelarea acestei unități cu MIS 3. Datele disponibile obținute prin ^{14}C și luminiscentă pentru paleosolul Vytachiv din zona Niprului Mijlociu (Gerasimenko, 2004; Bokhorst și colab., 2011; Rousseau și colab., 2011; Kadereit și Wagner, 2014) permit corelarea acestei unități cu MIS 3. Această corelație este susținută de datele radiometrice discutate în Gozhik și colab. (2014), care au sugerat ca unitatea Vytachiv din secțiunea Maxymivka cuprinde cea mai mare parte a MIS 3. La secțiunea Stayky situată în zona Niprului Mijlociu, Veres și colab. (2018) au corelat unitatea de paleosol trunchiată Vytachiv cu MIS 3 mediu-superior.

Vârsta medie $25,8 \pm 1,7$ ka obținută pentru proba colectată din unitatea de loess Bug, permite corelarea acesteia cu Pleniglaciuarul superior (MIS 2) (**Fig. 3.1**).

Tabelul 3.1. Datele de luminescență și dozimetrie. Vârstele OSL medii au fost calculate conform Aitken (1985). Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice; erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. Toate erorile corespund la 1 σ . Estimarea conținutului de apă s-a determinat pe baza diferenței dintre masa probei in situ și masa uscată a probei, cu o eroare relativă de 25%; n indică numărul de alicote acceptate. Factorii de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decapare sunt 0,94 $\pm$ 0,050 și 0,92 $\pm$ 0,050 pentru fracțiunile de 63-90 μ m și, respectiv 90-125 μ m; factorul de eficiență alfa utilizat este 0,04 $\pm$ 0,02. Debitul total al dozei include contribuția radiațiilor alfa, beta și gama, precum și contribuția de la radiația cosmică.

Cod	Fracțiune (μ m)	Umiditate (%)	De (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total doză (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Vârsta medie (ka)
PRI 1.1	4-11	4.4	3.5 $\pm$ 0.1 (n=11)	42.8 $\pm$ 1.3	40.6 $\pm$ 1.2	508 $\pm$ 15	3.2	7.9	4.00 $\pm$ 0.06	0.9 $\pm$ 0.1	0.3 $\pm$ 0.0
	63-90		1.1 $\pm$ 0.1 (n=10)				9.2	5.5	3.36 $\pm$ 0.05	0.3 $\pm$ 0.0	
	90-125		0.8 $\pm$ 0.1 (n=10)				12.6	5.4	3.32 $\pm$ 0.05	0.2 $\pm$ 0.0	
PRI 1.2	4-11	6.2	15.4 $\pm$ 0.1 (n=11)	41.3 $\pm$ 1.5	39.4 $\pm$ 1.5	507 $\pm$ 14	1.8	7.9	3.83 $\pm$ 0.06	4.0 $\pm$ 0.3	4.2 $\pm$ 0.3
	63-90		14.7 $\pm$ 1.4 (n=10)				9.7	5.6	3.22 $\pm$ 0.05	4.6 $\pm$ 0.5	
	90-125		13.8 $\pm$ 1.1 (n=12)				8.1	5.6	3.18 $\pm$ 0.05	4.3 $\pm$ 0.4	
PRI 1.3	4-11	2.8	24.0 $\pm$ 0.7 (n=11)	38.6 $\pm$ 0.1	41.6 $\pm$ 1.1	485 $\pm$ 16	3.3	7.9	3.87 $\pm$ 0.06	6.2 $\pm$ 0.5	6.1 $\pm$ 0.4
	63-90		24.1 $\pm$ 2.3 (n=10)				9.7	5.4	3.24 $\pm$ 0.05	7.4 $\pm$ 0.8	
	90-125		17.2 $\pm$ 1.4 (n=12)				8.3	5.4	3.20 $\pm$ 0.05	5.4 $\pm$ 0.5	
PRI 1.4	4-11	2.2	30.4 $\pm$ 0.4 (n=10)	37.0 $\pm$ 0.9	33.4 $\pm$ 0.8	447 $\pm$ 13	2.0	7.8	3.52 $\pm$ 0.05	8.6 $\pm$ 0.7	9.1 $\pm$ 0.6
	63-90		28.7 $\pm$ 2.0 (n=10)				7.1	5.4	2.96 $\pm$ 0.05	9.7 $\pm$ 0.9	
	90-125		26.7 $\pm$ 1.4 (n=12)				5.5	5.4	2.92 $\pm$ 0.05	9.1 $\pm$ 0.7	
PRI 1.5	4-11	6.7	32.6 $\pm$ 0.7 (n=11)	37.3 $\pm$ 0.3	35.2 $\pm$ 0.3	453 $\pm$ 13	2.5	8.0	3.41 $\pm$ 0.04	9.6 $\pm$ 0.8	9.3 $\pm$ 0.6
	63-90		26.6 $\pm$ 1.5 (n=11)				5.8	5.6	2.87 $\pm$ 0.04	9.3 $\pm$ 0.8	
	90-125		26.2 $\pm$ 1.0 (n=12)				4.1	5.6	2.83 $\pm$ 0.04	9.2 $\pm$ 0.6	
PRI 1.6	4-11	6.5	39.5 $\pm$ 0.4 (n=12)	38.2 $\pm$ 1.4	35.5 $\pm$ 1.3	496 $\pm$ 16	2.1	7.8	3.58 $\pm$ 0.07	11.0 $\pm$ 0.9	11.7 $\pm$ 0.8
	63-90		37.9 $\pm$ 1.6 (n=10)				4.6	5.7	3.02 $\pm$ 0.06	12.5 $\pm$ 0.9	
	90-125		34.8 $\pm$ 2.6 (n=12)				7.7	5.6	2.99 $\pm$ 0.06	11.7 $\pm$ 1.1	
PRI 1.7	4-11	8.5	42.9 $\pm$ 0.5 (n=10)	36.1 $\pm$ 1.0	33.4 $\pm$ 1.3	448 $\pm$ 12	2.0	8.1	3.25 $\pm$ 0.05	13.2 $\pm$ 1.1	13.8 $\pm$ 1.0
	63-90		41.8 $\pm$ 2.6 (n=11)				6.4	5.8	2.74 $\pm$ 0.04	15.3 $\pm$ 1.3	
	90-125		36.1 $\pm$ 2.5 (n=10)				7.1	5.8	2.70 $\pm$ 0.04	13.4 $\pm$ 1.2	
PRI 1.8	4-11	7.7	89.4 $\pm$ 1.1 (n=10)	38.0 $\pm$ 1.1	39.4 $\pm$ 0.5	447 $\pm$ 13	1.8	8.3	3.45 $\pm$ 0.05	25.9 $\pm$ 2.2	25.8 $\pm$ 1.7
	63-90		88.7 $\pm$ 4.0 (n=10)				4.7	5.7	2.88 $\pm$ 0.04	30.8 $\pm$ 2.3	
	90-125		62.8 $\pm$ 4.1 (n=12)				6.7	5.7	2.85 $\pm$ 0.04	22.0 $\pm$ 1.9	
PRI 1.9	4-11	4.2	123 $\pm$ 1 (n=10)	33.1 $\pm$ 1.5	36.5 $\pm$ 1.0	458 $\pm$ 13	1.9	7.8	3.41 $\pm$ 0.06	36.2 $\pm$ 2.9	37.7 $\pm$ 2.4
	63-90		111 $\pm$ 5 (n=10)				4.9	5.5	2.87 $\pm$ 0.05	38.7 $\pm$ 2.8	
	90-125		108 $\pm$ 4 (n=12)				3.8	5.5	2.84 $\pm$ 0.05	38.0 $\pm$ 2.5	
PRI 1.10	4-11	1.5	218 $\pm$ 1 (n=11)	36.5 $\pm$ 0.4	40.0 $\pm$ 0.7	458 $\pm$ 14	1.5	8.0	3.68 $\pm$ 0.05	59.3 $\pm$ 4.8	61.2 $\pm$ 3.9
	63-90		210 $\pm$ 10 (n=14)				5.2	5.4	3.07 $\pm$ 0.05	68.5 $\pm$ 5.1	
	90-125		177 $\pm$ 6 (n=22)				3.8	5.4	3.03 $\pm$ 0.05	58.3 $\pm$ 3.8	
PRI 1.11	4-11	6.7	248 $\pm$ 1 (n=11)	32.8 $\pm$ 1.3	39.9 $\pm$ 1.0	472 $\pm$ 15	1.8	8.0	3.41 $\pm$ 0.06	72.8 $\pm$ 6.0	-
	63-90		243 $\pm$ 9 (n=10)				4.2	5.7	2.86 $\pm$ 0.05	85.0 $\pm$ 6.0	
	90-125		235 $\pm$ 13 (n=12)				5.8	5.7	2.83 $\pm$ 0.05	83.0 $\pm$ 6.7	
PRI 1.12	4-11	9.7	283 $\pm$ 3 (n=10)	28.7 $\pm$ 0.2	33.4 $\pm$ 1.5	461 $\pm$ 15	2.1	7.9	3.01 $\pm$ 0.06	94.2 $\pm$ 7.7	-
	63-90		313 $\pm$ 15 (n=10)				5.2	6.0	2.55 $\pm$ 0.05	123 $\pm$ 10	
	90-125		280 $\pm$ 11 (n=10)				4.5	6.0	2.52 $\pm$ 0.05	111 $\pm$ 8	

Această vârstă este în concordanță cu vârstele OSL $25,8 \pm 1,3$ ka și $21,1 \pm 0,9$ ka obținute pe granule de cuarț de 90-125 μm din cele două probe colectate din partea inferioară și superioară a unității Bug în altă zonă (Gozhik și colab., 2014). Datele obținute pentru loessul Bug la secțiunea Stayky din zona Niprului Mijlociu (Rousseau și colab., 2011; Veres și colab., 2018) sunt de asemenea în concordanță cu MIS 2.

Pentru probele prelevate din solul Holocen și din tranziția spre loessul Bug, s-au obținut vârste medii cuprinse între 0,3 ka și 13,8 ka (**Fig. 3.1**). Tranziția de la loessul Pleistocen la solul Holocen a fost identificată pe baza susceptibilității magnetice la o adâncime de aproximativ 1 m, deci înainte de 13,8 ka. Vârstele OSL arată că începutul creșterii χ la secțiunea Kurortne precede tranziția Pleistocen-Holocen acceptată și datată la 11,7 ka în înregistrările din carote de gheață (Rasmussen și colab., 2014). Rezultate similare au fost raportate de Constantin și colab. (2019) pentru secțiunea Roxolany din Ucraina, precum și alte secțiuni de loess-paleosol din România și Serbia.

3.5. Corelații regionale bazate pe datele magnetice, litologice și pedologice

Corelația unităților stratigrafice din Ucraina: loessul Uday, paleosolul Vytachiv și loessul Bug cu MIS 4, MIS 3 și, respectiv, MIS 2, a fost raportată în studiile anterioare pe baza datelor pedostratigrafice, palinologice și susceptibilitate magnetică (Gozhik și colab., 2000, 2001, 2014; Rousseau și colab., 2001, 2011; Gerasimenko, 2004, 2011; Buggle și colab., 2008, 2009; Bokhorst și colab., 2011; Veres și colab., 2018). Există totuși două opinii diferite cu privire la corelarea unităților Pryluky, Tyasmyn, Kaydaky și Dnipro cu stadiile MIS, precum și asupra stratigrafiei generale a secțiunilor de loess din regiunea Mării Negre. În acest sens, datele noastre, atât cele din teren cât și cele analitice, ar confirma faptul că paleosolul cernoziom (unitatea Kaydaky; S1SS2) identificat la adâncimea de 2,90-4,1 m (**Fig. 3.1**) este un paleosol bine dezvoltat, iar luând în considerare grosimea și poziția orizontului cu acumulare de carbonat, putem spune că acest paleosol aparține aceluiași tip genetic de cernoziom la fel ca cernoziomul S0 modern (Krupsky și Polupan, 1979). Conform datelor χ (**Fig. 3.1**), unitatea Kaydaky reprezintă singurul paleosol care poate fi comparat cu S0 Holocen și prin urmare cu un sol interglaciar. La Kurortne, unitatea Pryluky (S1SS1) este incompletă (numai orizontul BCk este identificabil; **Fig. 3.1**), în general în această zonă este reprezentată de cernoziomurile subtipului

„sudic” sau de kastanozeme (Sirenko și Turlo, 1986). Valorile χ sunt mai scăzute în unitatea Pryluky decât în Kaydaky (**Fig. 3.1**).

Loessul Uday (L1LL2) corespunde climatului rece din Pleniglaciul inferior, reflectat în scăderea accentuată a χ (**Fig. 3.1**). Faptul că unitatea de loess Uday este mai argilooasă și mai puțin bogată în sediment grosier decât loessurile Bug sau Dniper, i-a determinat pe autorii ucraineni să sugereze o viteză mai redusă a vântului la începutul Pleniglaciului inferior.

Partea superioară a unității Vytachiv (L1SS1), păstrată la Kurortne, poate fi corelată cu paleosolul Vytachiv mijlociu (trebuie menționat faptul că în majoritatea secțiunilor complete ale unității Vytachiv, solul mijlociu al pedocomplexului Vytachiv din MIS 3 este datat între 36-38 ka BP). Valorile χ sunt un pic mai mari în paleosolul Vytachiv inferior decât în cel mijlociu (Buggle și colab., 2008, 2009; Bokhorst și colab., 2011), așa cum s-a observat și la Kurortne (**Fig. 3.1**), acest lucru fiind probabil caracteristic pentru sud-estul Europei, inclusiv regiunea Mării Negre.

Grosimea loessului Bug (L1LL1) la secțiunea Kurortne este mult mai mică comparativ cu secțiunile de până la 8-12 m din nordul Ucrainei (Gerasimenko, 2006; Rousseau și colab., 2011).

Sucesiunea evenimentelor climatice identificată la Kurortne poate fi corelată cu alte înregistrări similare ale loessului din perioada ultimului ciclu glaciatic în sud-estul Europei (de exemplu, secțiunile Mircea Vodă, Costinești, Koriten și Semlac) (Constantin și colab., 2014; Necula și colab., 2013, 2015; Timar -Gabor și colab., 2011; Jordanova și Petersen, 1999; Zeeden și colab., 2016) și cu înregistrarea de la Titel/StariSlankamen din Serbia. (Basarin și colab., 2014). Toate înregistrările prezintă caracteristici stratigrafice (climatice) similare care însă, sunt mai bine reprezentate în timp în secțiunile mai groase (Mircea Vodă, Koriten, Titel). De asemenea, secțiunile comprimate cu grosimi mai mici de 5 metri dezvăluie un tipar interesant de orizonturi de paleosol relativ groase în comparație cu intervalele de loess. Aceste orizonturi de paleosol arată tipare ale susceptibilității ușor de recunoscut de-a lungul secvențelor de loess-paleosol din zona Dunării care acoperă ultimul ciclu glaciatic (Marković și colab., 2015).

3.6. Concluzii

Investigațiile multi-proxy sedimentologice și cele cronologice obținute pentru secțiunea Kurortne arată că după unitatea de loess inferioară, datată aici la 123 ± 10 ka și corespunzătoare unității Dnipro (echivalentul L2LL1; Marković și colab., 2015), a urmat formarea unui paleosol

cernoziom gros de tip interglaciar, partea superioară a acestuia fiind datată la $85,0 \pm 6$ ka (unitatea Kaydaky, S1SS2).

Paleosolul Pryluky (S1SS1) localizat sub unitatea de loess Uday, datat la 61.2 ± 3.9 ka, este puternic îmbogățit în carbonați, sărac în humus, cu valori ale susceptibilității magnetice mai mici, iar fracțiunea $< 2 \mu\text{m}$ mai puțin abundentă decât în paleosolul Kaydaky. Aceste date susțin observațiile raportate anterior conform cărora paleosolul (paleosolurile) cuprinse în unitatea Pryluky corespund cel mai probabil evenimentelor interstadiale din glaciul timpuriu (cu indici de dezagregare chimică mai mici decât solul interglaciar poziționat sub acesta), iar întreaga secvență Kaydaky-Pryluky este corelată cu MIS 5.

Paleosolul Vytachiv (L1SS1) este poziționat între loessul Uday (L1LL2, datat aici la $61,2 \pm 3,9$ ka și corelat cu MIS 4) și loessul Bug (L1LL1, datat aici la $25,8 \pm 1,7$ ka, și astfel corelat cu MIS 2), ambele unități de loess fiind caracterizate prin valori scăzute ale susceptibilității magnetice, indicând acumularea loessului în condiții stadiale. Paleosolul Vytachiv, datat OSL la $37,7 \pm 2,4$ ka este reprezentat de un cambisol calcaric cu valori ale susceptibilității magnetice și proporții ale fracțiunii $< 2 \mu\text{m}$ puțin mai mari decât în loess. Aceste caracteristici, precum și caracteristicile morfologice indică faptul că acesta reprezintă un interstadial (sau interstadiile) format în timpul Pleniglaciului mediu (MIS 3).

Unitatea de loess Prychornomorya din perioada Pleistocenului superior, datată la secțiunea Kurortne între $13,8 \pm 3,9$ ka și $11,7 \pm 0,8$ ka (glaciul târziu, ultima parte a MIS 2) este reprezentată de orizontul cu acumulare de carbonat al solului Holocen. Pedogeneza intensă din timpul interglaciului Holocen a dus la formarea unui subtip de sol cernoziom „tipic”, reprezentat de solul S0 în regiunea studiată a Ucrainei.

Rezultatele discutate aici bazate pe integrarea datării OSL cu datele multi-proxy sedimentologice obținute pentru secțiunea Kurortne confirmă corelarea ultimului ciclu glaciar cu cei 4,5 m ai secțiunii, cuprinzând intervalul dintre primul paleosol major (unitatea Kaydaky) și solul superior S0 Holocen. Această corelație, susținută pe deplin de datele OSL, ajută la clarificarea corelațiilor cronostatigrafice locale, la reconstituirea mai sigură a schimbărilor din perioada Pleistocenului superior din nordul Mării Negre și la testarea corespondenței cu cadrul cronostatigrafic al loessului din zona Dunării, așa cum este discutat în Marković și colab. (2015).

4. Episoade de formare a solului într-un termen scurt în loessul din perioada ultimului glaciator localizat în Europa de Est, studiu bazat pe metode multiple ale datării prin luminescență - Veres și colab. (2018)

4.1. Introducere

Secvența de loess-paleosol (LPS) Stayky (**Fig. 4.1a-b**) a arhivat în unitatea de loess Bug o înregistrare a variabilității climatice rapide anterioare, reprezentată ca alternanță a straturilor de loess și a mai multor soluri incipiente sau embrionare, ES (**Fig. 4.1c-d**) (Gerasimenko, 2006; Gerasimenko și Rousseau, 2008; Rousseau și colab., 2011). Gerasimenko și Rousseau (2008) au identificat 6 ES în secvența nordică Stayky (N-Stayky), iar Rousseau și colab. (2011) au raportat ulterior 12 ES distincte în loessul Bug la aceeași secțiune (**Fig. 4.1d**). Kadereit și Wagner (2014) au contestat cronologia propusă de Rousseau și colab. (2011) și corelarea ES cu evenimentele Interstadialului Groenlandez (GI) din cauza datării insuficiente a LPS Stayky oferită de Rousseau și colab. (2011). În această studiu sunt raportate rezultate obținute pe 15 probe (**Fig. 4.1d-e**) utilizând metode multiple de datare prin luminescență pentru LPS Stayky, pentru a îmbunătăți cronologia. Datarea prin luminescență stimulată optic a fost aplicată pe toate probele, alături de datarea prin luminescență stimulată în infraroșu-post infraroșu (pIR-IRSL). Rezultatele obținute permit o prezentare cronologică mai comprehensivă a LPS Stayky decât cele obținute anterior.

4.2. Materiale si metode

4.2.1. Secțiunea N-Stayky și colectarea probelor

LPS N-Stayky este localizată în nordul Ucrainei, la sud de Kiev (50°05.65' N, 30°53.92' E) pe malul drept al râului Nipru (**Fig. 4.1a-b**). Cincisprezece probe au fost colectate pentru datarea prin luminescență, în tuburi de oțel de 6 cm lățime și 10 cm lungime dintr-o secțiune paralelă cu cea a lui Rousseau și colab. (2011) (**Fig. 4.1c-e**). Aceste două secțiuni pot diferi ușor, însă stratigrafia începând de la unitatea Pryluky (pl) spre vârf este foarte similară (**Fig. 4.1b-d**).

4.2.2. Datarea prin luminescență

4.2.2.1. Pregătirea probelor pentru datarea prin luminescență

Din cele 15 probe colectate s-a extras diferite fracțiuni granulometrice de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 180-250 μm) și fracțiunea fină (4-11 μm) de granule poliminerale.

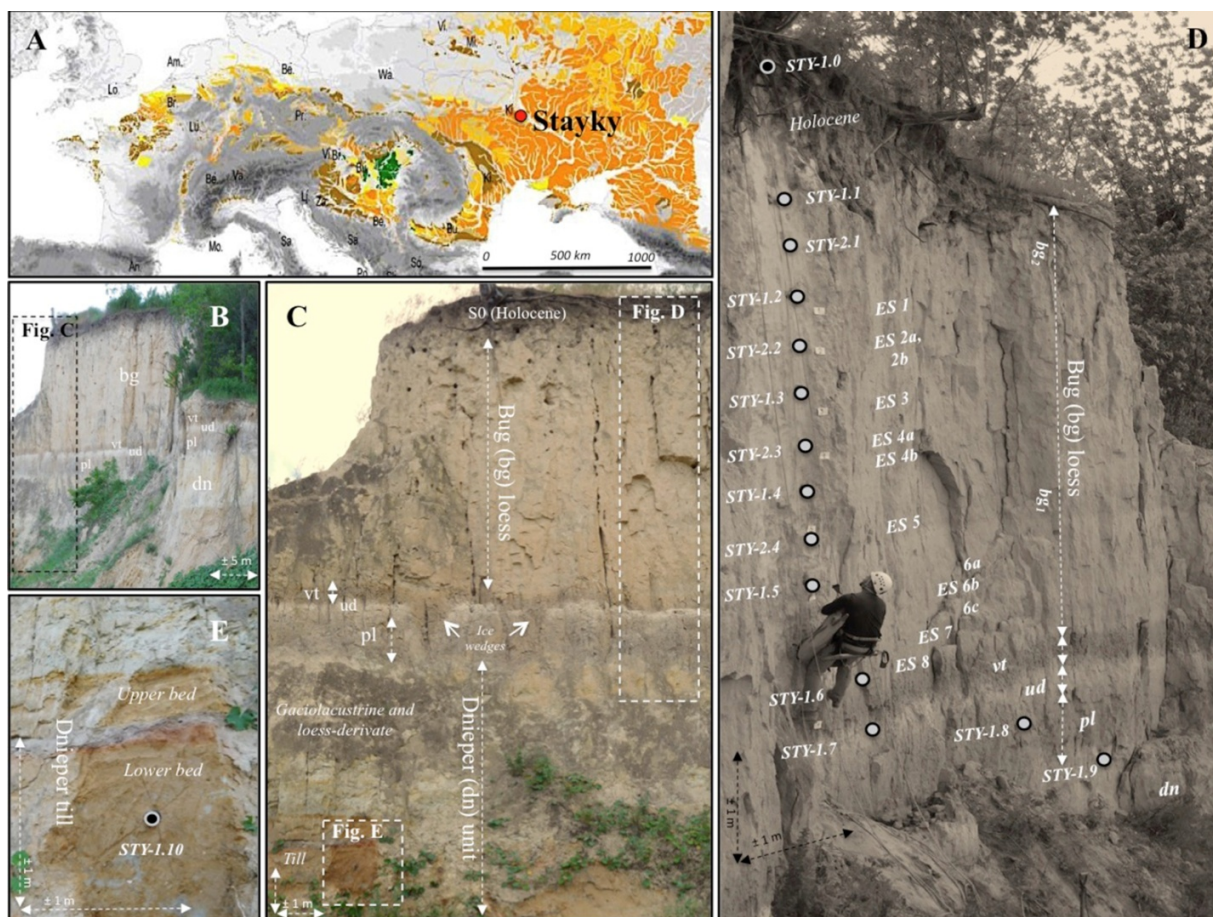


Figura 4.1. Reprezentarea schematică a distribuției loessului în Europa (adaptată din Haase și colab., 2007) și locația secțiunii Stayky în Europa de Est (a); Profilul de loess-paleosol al secțiunii N-Stayky de lângă Kiev, nordul Ucrainei (b); Vedere detaliată a profilului de loess-paleosol N-Stayky și distribuția principalelor unități litostratigrafice discutate în text (c); Distribuția probelor OSL în raport cu solurile embrionare (ES) și alte unități cronostratigrafice discutate în text. Înălțimea secvenței studiate este în jur de 10 m (d); Localizarea probei STY-1.10 prelevată din unitatea Dnieper (e).

În analiza cuarțului, puritatea granulelor extrase a fost evaluată folosind testul de stimulare a semnalului în infraroșu (IR) (Duller, 2003). De asemenea, puritatea cuarțului extras a fost confirmată de rezultatele obținute prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) și prin spectroscopie de raze X cu dispersie de energie (EDX). Astfel de date au fost obținute pentru două probe, STY-1.0 colectată din solul Holocen și STY-1.1 colectată din loessul Bug (bg2). Pentru ambele probe, alte elemente cu excepția O și Si (Al pentru STY-1.0 și Al, Na, Mg pentru

STY-1.1) constituie doar 0,2% și, respectiv, 1,1%, indicând faptul că granulele extrase constau aproape exclusiv în cuarț iar orice contaminare cu muscovit sau feldspat este neglijabilă.

4.2.2.2. Măsurători de luminiscentă stimulată optic (OSL) și luminescență stimulată în infraroșu-post infraroșu (pIR-IRSL)

Măsurătorile de luminiscentă au fost efectuate folosind un cititor automat Risø TL/OSL-DA-20, echipat cu diode de lumină albastră și infraroșu care emit la 470 ± 30 nm și, respectiv, 875 ± 80 nm. Pentru investigațiile luminiscente efectuate pe cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm ; 180-250 μm) s-a folosit protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000; 2003; Wintle și Murray, 2006). Dozele echivalente pentru granulele fine (4-11 μm) poliminerale au fost determinate folosind protocolul pIR-IRSL₂₉₀ (Thiel și colab., 2011; Buylaert și colab., 2011; 2012). Protocolul pIR-IRSL cu multiple temperaturi ridicate (MET-pIRIR) (Li și Li, 2011) a fost aplicat pe granule fine poliminerale din trei probe (STY-2.4, STY-1.8 și STY 1.9). Versiunea modificată a protocolului MET-pIRIR sugerat de Fu și Li (2013), care implică preîncălzirea la 200 °C, cuplată cu stimulare repetată în trepte începând de la 30 °C până la 170 °C pentru 100 s, a fost aplicat suplimentar pe proba STY- 1.0 colectată din solul Holocen.

4.2.2.3. Determinarea dozei anuale

Activitățile specifice ale radionuclizilor (^{238}U , ^{232}Th , ^{40}K) au fost măsurate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Măsurătorile au fost efectuate de două ori folosind doi detectori (Planar și Well). Datorită rezultatelor extrem de comparabile, sunt discutate doar vârstele obținute din datele oferite de detectorul Well, iar informațiile dozimetrice utilizate în estimările vârstelor sunt prezentate în **Tabelul 4.4**. Dozele anuale au fost obținute pe baza factorilor de conversie raportați de Guérin și colab. (2011).

4.3. Rezultate și discuții

4.3.1. Performanța protocoalelor de măsurare

Pentru determinarea dozelor echivalente (De) utilizând protocolul SAR, tuturor probelor investigate s-au aplicat testul de repetare a dozei, testul de recuperare a semnalului OSL și testul de stimulare a semnalului în IR. Pentru fiecare probă investigată au fost efectuate între 10 și 13 măsurători repetate ale dozei echivalente. Niciuna dintre alicotele măsurate în acest studiu nu a fost respinsă din cauza valorilor necorespunzătoare obținute pentru testele menționate anterior,

ceea ce confirmă o bună performanță obținută pentru extragerea cuarțului din toate probele. Dozele echivalente au fost determinate prin proiectarea semnalului natural OSL corectat de sensibilitate pe curba doză răspuns construită în fiecare caz. Creșterea semnalului OSL a fost descrisă prin suma a două funcții exponențiale de saturație.

Testul de recuperare a dozei (Murray și Wintle, 2003) a fost aplicat pentru a investiga acuratețea dozelor echivalente obținute prin aplicarea protocolului SAR pe granule de cuarț fin și grosier din probele STY-2.3 și STY-1.7. În toate cazurile s-a fost obținut un raport foarte bun dintre doza recuperată și doza dată (**Tabelul 4.1**).

Tabelul 4.1. Rezultatele testului de recuperare a dozei obținut pe granulele de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) din două probe. n indică numărul de alicote utilizate.

Cod	Fracțiune (μm)	n	Doza dată (Gy)	Doza recuperată (Gy)	Doza recuperată/Doza dată
STY-2.3	4-11	4	60	61	1.02 ± 0.01
	63-90	4	48	45	0.93 ± 0.01
STY-1.7	4-11	4	125	124	0.99 ± 0.02
	63-90	4	101	95	0.94 ± 0.01

A fost investigată dependența dozelor echivalente de temperatura de preîncălzire. Pe parcursul măsurătorilor s-a folosit o preîncălzire de 180 °C pentru doza test (cutheat). După cum se observă în **Figura 4.2**, platoul obținut validează alegerea unei temperaturi de preîncălzire de 220 °C.

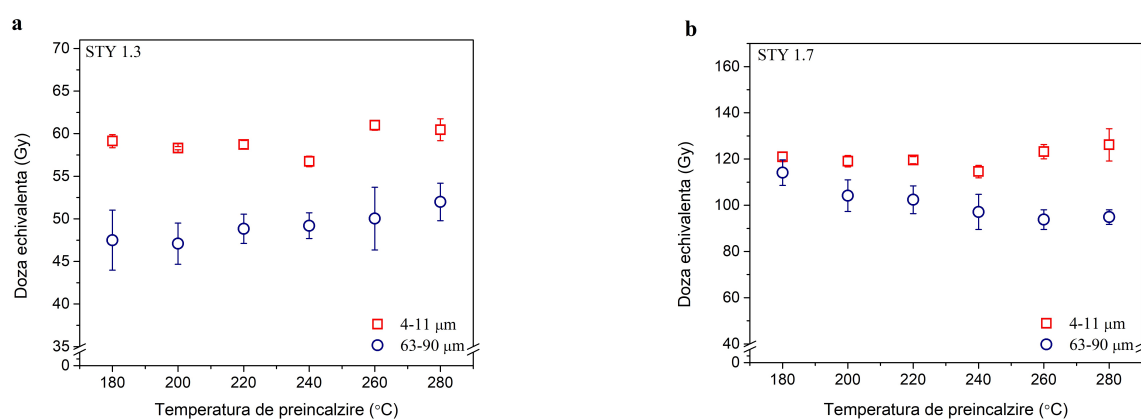


Figura 4.2. Dependența dozei echivalente de temperaturile preîncălzite pentru fracțiunile fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm) de cuarț din probe: **a)** STY-1.3 și **b)** STY-1.7.

Dozele echivalente pentru granule fine (4-11 μm) poliminerale din zece probe (STY-1.0, 1.2, 2.2, 2.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 1.9 și STY-1.10) au fost măsurate prin aplicarea protocolului pIR-IRSL folosind între opt și zece alicote pentru fiecare probă. **Tabelul 4.4** prezintă dozele echivalente obținute pentru pIR-IRSL₂₉₀ (dozele reziduale au fost scăzute), precum și valorile obținute utilizând semnalul IR₅₀ măsurat precedent. Pentru estimarea dozei reziduale, trei alicote din fiecare probă au fost expuse la lumina soarelui timp de 22 de zile și apoi dozele reziduale au fost măsurate utilizând aceeași procedură ca în cazul măsurătorilor dozelor echivalente.

Întrucât protocolul pIR-IRSL₂₉₀ a fost dezvoltat pentru datarea probelor vechi, protocolul MET-pIRIR sugerat de Fu și Li (2013) a fost aplicat pentru granulele fine (4-11 μm) poliminerale din proba STY-1.0. Rezultatele sunt prezentate în **Figura 4.3a**. Se poate observa că dozele echivalente cresc în funcție de temperatura de stimulare și nu se ajunge la un platou.

A fost aplicat testul de recuperare a dozei pe șapte probe pentru a testa dacă o doză dată poate fi recuperată cu acuratețe folosind protocol pIR-IRSL. Trei alicote naturale din fiecare probă au fost expuse la lumina soarelui. Alicotelor li s-a administrat apoi o doză beta similară cu De măsurată pentru proba respectivă iar doza dată a fost măsurată. A fost obținut un raport acceptabil între doza recuperată și doza dată pentru probele cu doze echivalente de până la 200 Gy. Pentru o doză dată de 460 Gy (proba STY-1,8) a fost observată o supraestimare de 20%, iar în cazul unei doze date de 616 Gy (proba STY-1,9) supraestimarea este și mai mare, 40%. Rezultatele sunt prezentate în **Tabelul 4.2**.

Tabelul 4.2. Rezultatele testului de recuperare a dozei obținute pentru semnalele pIR-IRSL₂₉₀ ale granulelor fine (4-11 μm) poliminerale din șapte probe. n indică numărul de alicote utilizate. Dozele reziduale au fost scăzute.

Cod	Fracțiune (μm)	n	Doza dată (Gy)	Doza recuperată (Gy)	Doza recuperată/Doza dată
STY-1.0	4-11	3	51	49	0.98 ± 0.04
STY-2.4	4-11	3	89	97	1.10 ± 0.03
STY-1.5	4-11	3	97	102	1.05 ± 0.03
STY-1.6	4-11	4	115	124	1.07 ± 0.06
STY-1.7	4-11	4	188	204	1.09 ± 0.01
STY-1.8	4-11	7	460	552	1.20 ± 0.04
STY-1.9	4-11	4	616	881	1.43 ± 0.04

Pentru a testa acuratețea dozelor echivalente obținute prin pIR-IRSL₂₉₀, am aplicat protocolul MET-pIRIR (Li și Li, 2011) pe granule fine (4-11 μm) polimineraie din probele STY -2.4, STY-1.8 și STY-1.9. Rezultatele sunt prezentate în **Figura 4.3** (b, c și d).

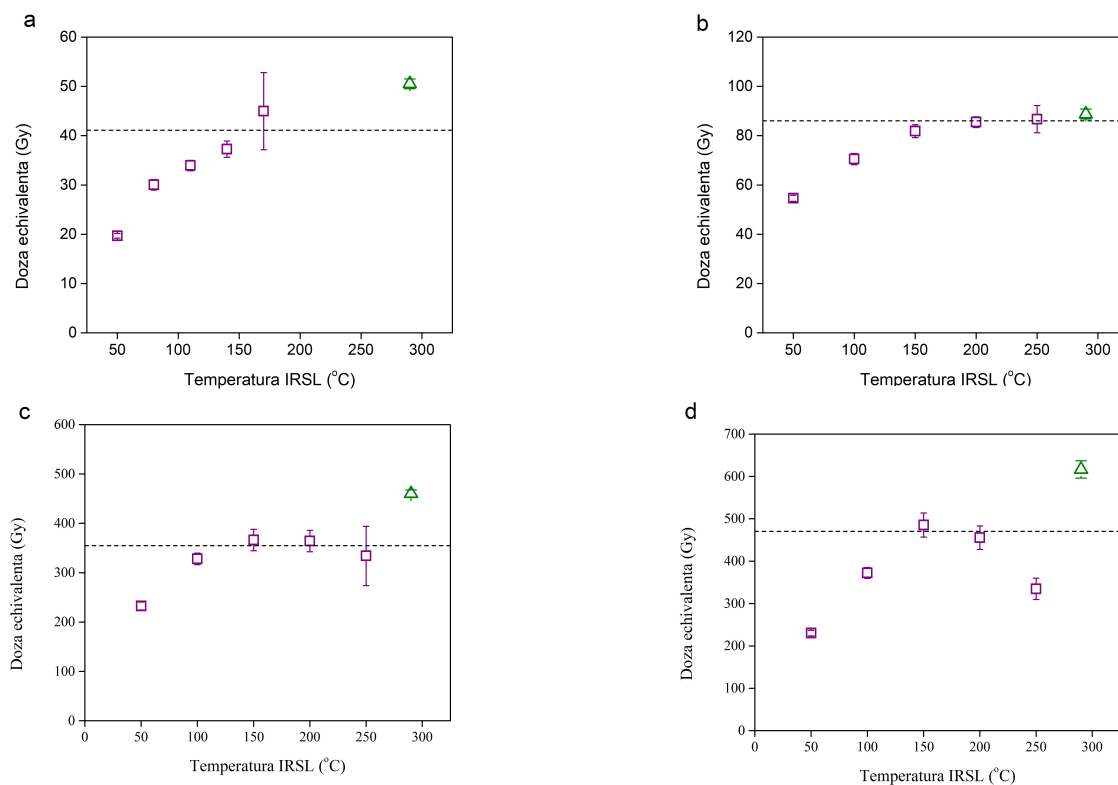


Figura 4.3. Doze echivalente obținute pentru: **a)** granule fine (4-11 μm) polimineraie din proba STY-1.0 folosind protocolul MET-pIRIR cu stimulări de la 50 °C la 170 °C (pătrate violet); granule fine (4-11 μm) polimineraie din probele **b)** STY-2.4, **c)** STY-1.8 și **d)** STY-1.9 folosind protocolul MET-PIRIR cu stimulări de la 50 °C la 250 °C (pătrate violet). Doza echivalentă obținută folosind protocolul pIR-IRSL₂₉₀ este reprezentată cu triunghi verde.

4.3.2. Investigații suplimentare privind acuratețea dozelor echivalente obținute în regiunea dozelor mari

Au fost examinate caracteristicile de saturație ale semnalelor OSL și pIR-IRSL₂₉₀ generate în laborator prin construirea curbelor extinse doză răspuns SAR folosind 3-4 alicote din proba STY-1.10 (**Fig. 4.4**).

Creșterea semnalului în funcție de doză este reprezentată cel mai bine de suma a două funcții exponențiale, de forma: $I(D) = I_0 + A(1 - \exp(-D/D_{01})) + B(1 - \exp(-D/D_{02}))$, unde I este

intensitatea semnalului pentru o doză dată, D , I_0 este semnalul luminescent rezidual, A și B reprezintă amplitudinea celor două componente exponențiale, D_{01} și D_{02} sunt dozele care caracterizează curbura (Wintle și Murray, 2006).

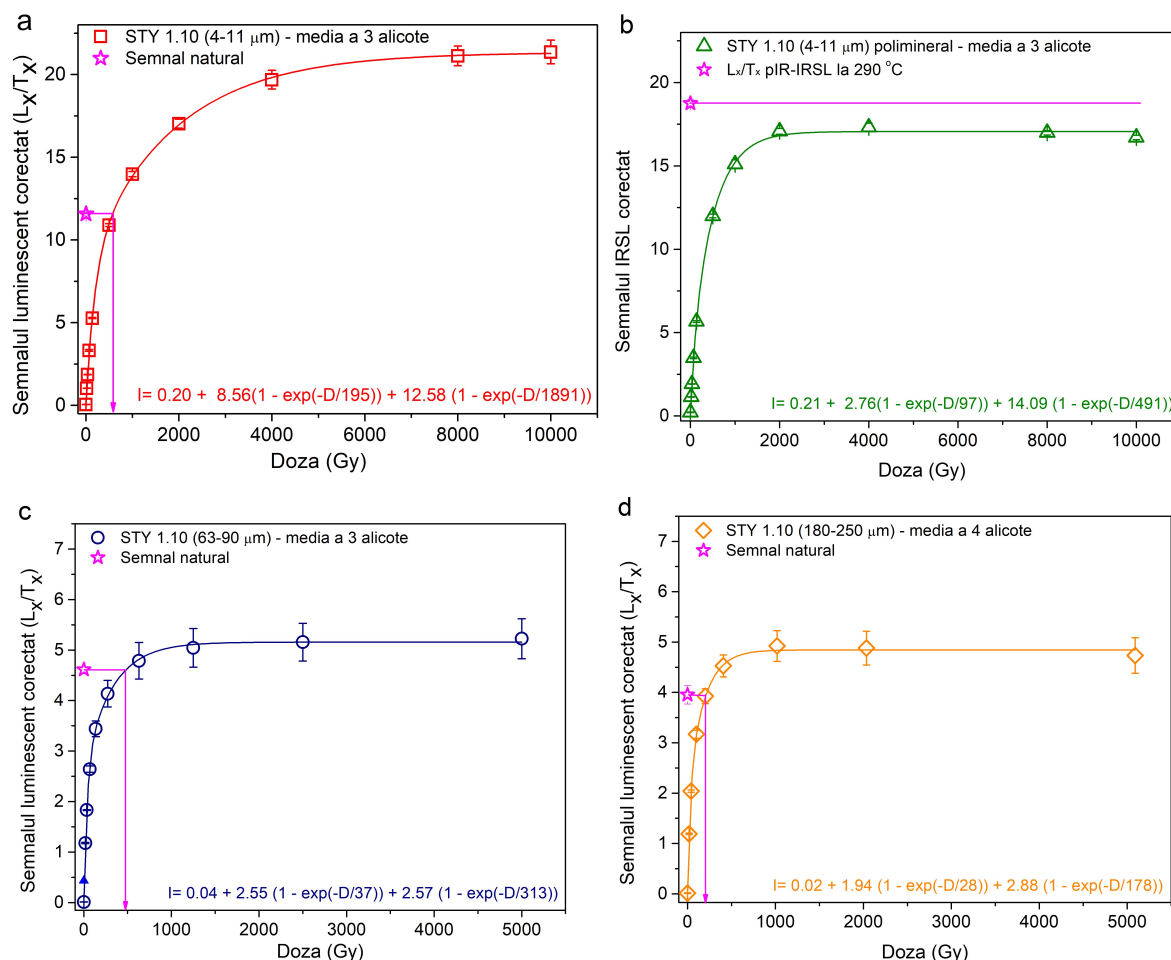


Figura 4.4. Comparație între curbele extinse doză răspuns construite pentru proba STY-1.10 folosind **a)** granule fine 4–11 μm de cuarț, **b)** granule fine 4–11 μm polimineral, **c)** granule de cuarț grosier 63–90 μm și **d)** granule de cuarț grosier 180–250 μm . Pe parcursul măsurătorilor s-a folosit o doză de test de 17 Gy.

Din datele prezentate în **Figura 4.4** se poate observa că fracțiunea fină (4-11 μm) de cuarț saturează la doze semnificativ mai mari decât fracțiunile grosiere (63-90 μm și 180-250 μm). Studiile anterioare au raportat rezultate similare cu privire la caracteristicile diferite de saturație ale granulelor fine și grosiere de cuarț din probe de loess din Bazinul Carpatic, zona Dunării de Jos sau platoul de loess din China (Timar-Gabor și colab., 2012; 2015; 2017). Caracteristicile de

saturație ale semnalelor OSL obținute pe cuarțul fin sunt mai mari decât caracteristicile de saturație ale semnalului pIR-IRSL₂₉₀ (**Fig. 4.4a,b**).

Comparând semnalul natural cu nivelul de saturație a semnalului generat în laborator laborator, se poate observa că în cazul ambelor fracțiuni de cuarț grosier (63-90 μm și 180-250 μm), semnalul natural OSL este aproape de saturație, depășind limita de 85% sugerată de Wintle și Murray (2006) (**Fig. 4.4c,d**), în timp ce semnalul natural OSL generat de cuarțul fin este sub nivelul de saturație (**Fig. 4.4a**).

Fracțiunea de cuarț de 4-11 μm din proba STY-1.10 a fost iradiată (semnal natural corectat de sesibilitate, notat cu L_n/T_n) cu o doză beta de 3500 Gy peste doza naturală care corespunde unei doze echivalente de 556 Gy, iar apoi s-a comparat răspunsul luminiscent (notat cu L_n^*/T_n^*) cu răspunsul obținut după o doză beta regenerativă de 4000 Gy (notat cu L_x/T_x). Se raportează o subestimare foarte mică (raportul obținut este de $0,96 \pm 0,04$), însă în limita erorilor raportul este în concordanță cu unitatea (**Tabelul 4.3**). Același experiment a fost efectuat pe cuarțul de 63-90 μm din proba STY-1.10, unde s-a adăugat o doză de 492 Gy peste doza naturală acumulată.

Tabelul 4.3. Efectul adăugării unor doze mari peste doza acumulată în mod natural de către proba STY-1.10. n indică numărul de alicote utilizate.

Cod	Fracțiune (μm)	Doza echivalenta (Gy)	L_n/T_n	Doza dată (Gy)	n	L_n^*/T_n^*	L_x/T_x	$L_n^*/T_n^* / L_x/T_x$
STY-1.10	4-11	556 ± 9.5 (n=13)	11.1 ± 0.1 (n=13)	Nat + 3500	5	17.7 ± 0.7		0.96 ± 0.04
				4000	5		18.5 ± 0.1	
	63-90	492 ± 30.4 (n=11)	4.6 ± 0.2 (n=11)	Nat + 492	5	5.1 ± 0.5		1.00 ± 0.13
				1001	5		5.1 ± 0.4	

Raportul obținut între L_n^*/T_n^* și L_x/T_x este în concordanță cu unitatea (**Tabelul 4.3**), indicând faptul că orice schimbare de sensibilitate dependentă de doză, care a fost corectată în mod necorespunzător în timpul primului ciclu de măsurare, nu este relevantă în cazul acestor probe. Pe de altă parte, pentru granulele fine de cuarț, semnalul corectat observat crește cu doza adăugată de la 11,1±0,1 (L_n/T_n) la 17,7±0,7 (L_n^*/T_n^*). Acest lucru implică faptul că, dacă semnalele acestei probe se aflau în nivelul de saturație, exista posibilitatea unui tip de instabilitate dependentă de doză, care afectează fie termic sau atermic semnalul, sau o schimbare

a sensibilității dependente de debitul dozei în cazul intervalului de doze mari, care afectează răspunsul dozei generate în laborator.

4.3.3. Vârstele luminescente

Vârstele OSL obținute folosind două fracțiuni granulometrice de cuarț (4-11 μm și 63-90 μm), împreună cu vârstele IR_{50} și pIR-IRSL_{290} , calculate utilizând diferite scenarii pentru conținutul de apă sunt prezentate în **Tabelul 4.4**. Din **figura 4.5** se poate observa că toate vârstele cresc cu adâncimea. Pentru proba din Holocen (STY-1.0), vârsta pIR-IRSL_{290} obținută (**Tabelul 4.4**) supraestimează vârstele OSL obținute pe cuarțul fin ($5,3 \pm 0,5$ ka) sau grosier ($4,4 \pm 0,4$ ka). Acest lucru este de așteptat pe baza datelor obținute folosind protocolul MET-pIRIR (Fu și Li, 2013) (**Figura 4.3a**) și compararea acestora cu doza echivalentă pIR-IRSL_{290} .

Vârstele pIR-IRSL_{290} ($\sim 16,9$ - $29,5$ ka) ale probelor STY-1,2 până la STY-1,6 sunt în concordanță în limita erorilor cu vârstele OSL obținute pe cuarțul fin și grosier ($\sim 16,3$ - $25,0$ ka) oferindu-ne încredere în acuratețea datelor obținute prin metodele multiple aplicate în acest interval de vârstă. Vârstele OSL obținute pe cuarț din probele STY-1.8 și STY-1.9 subestimează vârstele pIR-IRSL_{290} (**Tabelul 4.4**). În cazul probelor STY-1.8 până la STY-1.10, considerăm cronologia pIR-IRSL oferind încredere mai mare decât vârstele SAR-OSL obținute pe cuarț.

Vârstele IR_{50} obținute pentru toate probele (**Tabelul 4.4**) par subestimate. Acest lucru îl atribuim faptului că semnalul luminescent stimulat în infraroșu (IRSL) este afectat de fading anomal (Wintle, 1973; Huntley și Lamothe, 2001). Prin urmare, vârstele IR_{50} nu sunt discutate în interpretarea datelor.

În **tabelul 4.4** și **figura 4.5** sunt raportate vârstele obținute folosind umiditatea măsurată și umiditatea presupusă de 15% pentru toate probele. Motivul din spatele acestei abordări este dublu. În primul rând, umiditatea măsurată este de obicei luată în considerare în datarea prin luminescență, iar umiditatea de 15% a fost presupusă anterior pentru datarea IRSL a secțiunii Stayky (Rousseau și colab., 2011). Deși variațiile umidității din trecut sunt greu de cuantificat, este foarte probabil ca umiditatea să fie mult mai mare în trecut decât cea identificată în timpul prelevării probelor. În al doilea rând, întrucât au existat inferențe cronostratigrafice contradictorii cu privire la compararea secțiunii N-Stayky cu alte înregistrări (Rousseau și colab., 2011; Kadereit și Wagner, 2014), datele cronologice trebuie luate în considerare în mod critic pentru compararea cu acuratețe a evenimentelor paleoclimatice.

Tabelul 4.4. Vârstele IR₅₀, pIR-IRSL₂₉₀ și OSL obținute pe granule fine (4-11 μm) poliminerale, cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) precum și datele de dozimetrie. Vârstele IR₅₀, precum și pIR-IRSL₂₉₀ nu sunt corectate pentru fading anomal. Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice; erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. n indică numărul de alicote acceptate. Erorile sistematice luate în considerare includ: 2% calibrarea sursei beta, 3% factorii de conversie, 5% factorii de atenuare și decapare, 3% calibrarea spectrometrului gama, 15% radiația cosmică, 25% conținut de apă, 50% valori ale factorului de eficiență alfa. Toate erorile corespund la 1σ. Activitățile specifice au fost măsurate pe detectorul Well, iar vârstele au fost calculate luând în considerare umiditatea măsurată și umiditatea presupusă de 15%; umiditatea măsurată s-a determinat pe baza diferenței dintre masa probei in situ și masa uscată a probei. Factorul de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decapare utilizat pentru cuarțul de 63-90 μm a fost 0,94 (Mejdahl, 1979); factorul de eficiență alfa adoptat a fost 0,04 pentru cuarțul 4-11 μm și 0,08 pentru granulele fine poliminerale de 4-11 μm (Rees-Jones, 1995). Debitul total al dozei constă în contribuția radiațiilor beta și gama pentru granulele grosiere, precum și contribuția din radiațiile alfa în cazul granulelor fine. Contribuția radiației cosmice a fost luată în calcul și determinată conform Prescott și Hutton 1994. Pentru fracțiunea de cuarț grosier s-a luat în considerare o contribuție a radioactivității interne de 0,01±0,002 Gy/ka (Vandenberghé și colab., 2008).

Cod	Adâncime (cm)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Umiditate măsurată (%)	Fracțiune (μm)		De (Gy)	Debitul total al dozei (Gy/ka)		Vârsta (ka)	
									Umiditate măsurată	Umiditate 15%	Umiditate măsurată	Umiditate 15%
STY 1.0	37	32.9 ± 1.4	30.9 ± 1.9	516 ± 19	12.7	4-11	cuarț	17.0 ± 0.1 (n = 10)	3.25 ± 0.07	3.18 ± 0.07	5.2 ± 0.4	5.3 ± 0.5
							pIRIR ₂₉₀	43 ± 1.1 (n=10)	3.60 ± 0.08	3.52 ± 0.08	11.9 ± 1.0	12.2 ± 1.1
							IR ₅₀	27.9 ± 1.3 (n=10)	3.60 ± 0.08	3.52 ± 0.08	7.7 ± 0.7	7.9 ± 0.7
							63-90	cuarț	12.1 ± 0.5 (n=10)	2.79 ± 0.06	2.73 ± 0.06	4.4 ± 0.4
STY 1.1	177	24.8 ± 3.8	30.7 ± 1.4	558 ± 19	2.8	4-11	cuarț	56.0 ± 0.4 (n = 10)	3.48 ± 0.11	3.05 ± 0.09	16.1 ± 1.4	18.3 ± 1.6
						63-90	cuarț	45.6 ± 1.5 (n=10)	3.00 ± 0.09	2.65 ± 0.08	15.2 ± 1.1	17.2 ± 1.4
STY 2.1	230	28.0 ± 0.6	35.1 ± 1.0	574 ± 16	1.9	4-11	cuarț	57.1 ± 0.5 (n = 10)	3.75 ± 0.06	3.26 ± 0.05	15.2 ± 1.3	17.5 ± 1.5
						63-90	cuarț	41.6 ± 1.0 (n=10)	3.21 ± 0.05	2.8 ± 0.05	12.9 ± 0.8	14.8 ± 1.1
STY 1.2	277	29.3 ± 1.2	34 ± 1.4	639 ± 18	2.2	4-11	cuarț	56.2 ± 0.3 (n = 10)	3.96 ± 0.08	3.45 ± 0.07	14.2 ± 1.2	16.3 ± 1.3
							pIRIR ₂₉₀	64.1 ± 2.1 (n=10)	4.36 ± 0.08	3.79 ± 0.07	14.7 ± 1.3	16.9 ± 1.5
							IR ₅₀	41.4 ± 1.1 (n=10)	4.36 ± 0.08	3.79 ± 0.07	9.5 ± 0.8	10.9 ± 0.9
							63-90	cuarț	44.3 ± 1.7 (n=10)	3.41 ± 0.07	2.98 ± 0.06	13.0 ± 0.9
STY 2.2	330	31.0 ± 0.9	24.5 ± 0.6	551 ± 19	1.8	4-11	cuarț	57.5 ± 0.5 (n = 10)	3.48 ± 0.07	3.02 ± 0.06	16.5 ± 1.4	19.0 ± 1.6
							pIRIR ₂₉₀	70.6 ± 2.3 (n=10)	3.84 ± 0.07	3.32 ± 0.06	18.4 ± 1.6	21.3 ± 1.8
							IR ₅₀	37.9 ± 1.8 (n=10)	3.84 ± 0.07	3.32 ± 0.06	9.9 ± 0.9	11.4 ± 1.1

Cod	Adâncime (cm)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Umiditate măsurată (%)	Frațiune (μm)		De (Gy)	Debitul total al dozei (Gy/ka)		Vârsta (ka)	
									Umiditate măsurată	Umiditate 15%	Umiditate măsurată	Umiditate 15%
STY 1.3	379	33.2 ± 0.7	34.5 ± 1.6	578 ± 19	1.9	63-90	cuart	44.2 ± 1.0 (n=10)	2.99 ± 0.06	2.61 ± 0.05	14.8 ± 0.9	16.9 ± 1.3
						4-11	cuart	59.6 ± 0.5 (n = 10)	3.87 ± 0.08	3.35 ± 0.07	15.4 ± 1.4	17.8 ± 1.5
						63-90	cuart	46.8 ± 1.1 (n=10)	3.29 ± 0.07	2.87 ± 0.06	14.2 ± 0.9	16.3 ± 1.2
STY 2.3	437	28.5 ± 0.8	22.5 ± 0.6	505 ± 17	2.9	4-11	cuart	59.6 ± 0.5 (n = 10)	3.15 ± 0.06	2.77 ± 0.05	18.9 ± 1.6	21.5 ± 1.8
						63-90	cuart	47.9 ± 1.0 (n=10)	2.71 ± 0.06	2.39 ± 0.05	17.7 ± 1.1	20.0 ± 1.5
STY 1.4	487	35.8 ± 2.3	33.5 ± 1.8	620 ± 20	9.0	4-11	cuart	64.0 ± 0.6 (n = 10)	3.73 ± 0.09	3.51 ± 0.08	17.1 ± 1.5	18.2 ± 1.6
						63-90	cuart	53.2 ± 1.6 (n=10)	3.19 ± 0.07	3.0 ± 0.07	16.7 ± 1.2	17.7 ± 1.4
STY 2.4	540	30.2 ± 2.8	35.4 ± 1.1	565 ± 19	5.4	4-11	cuart	69.7 ± 0.8 (n = 12)	3.59 ± 0.09	3.25 ± 0.08	19.4 ± 1.7	21.5 ± 1.9
							pIRIR ₂₉₀	79.8 ± 2.7 (n=10)	3.99 ± 0.1	3.59 ± 0.09	20.0 ± 1.8	22.2 ± 2.0
							IR ₅₀	55.0 ± 2.2 (n=10)	3.99 ± 0.1	3.59 ± 0.09	13.8 ± 1.3	15.3 ± 1.4
						63-90	cuart	59.7 ± 1.5 (n=10)	3.06 ± 0.07	2.78 ± 0.07	19.5 ± 1.3	21.5 ± 1.7
STY 1.5	587	34.1 ± 0.5	33.9 ± 1.2	530 ± 20	3.0	4-11	cuart	70.5 ± 0.5 (n = 10)	3.64 ± 0.07	3.2 ± 0.06	19.4 ± 1.7	22.1 ± 1.9
							pIRIR ₂₉₀	88.5 ± 1.7 (n=10)	4.06 ± 0.08	3.56 ± 0.07	21.8 ± 1.9	24.9 ± 2.2
							IR ₅₀	52.4 ± 0.9 (n=10)	4.06 ± 0.08	3.56 ± 0.07	12.9 ± 1.1	14.7 ± 1.3
						63-90	cuart	57.6 ± 1.5 (n=10)	3.08 ± 0.07	2.72 ± 0.06	18.7 ± 1.2	21.2 ± 1.6
STY 1.6	687	26.5 ± 0.3	28.7 ± 1.6	652 ± 21	10.5	4-11	cuart	81.7 ± 0.9 (n = 10)	3.42 ± 0.08	3.26 ± 0.07	23.9 ± 2.0	25.0 ± 2.1
							pIRIR ₂₉₀	105 ± 2 (n=10)	3.73 ± 0.08	3.56 ± 0.08	28.1 ± 2.3	29.5 ± 2.4
							IR ₅₀	66.5 ± 2.4 (n=10)	3.73 ± 0.08	3.56 ± 0.08	17.8 ± 1.6	18.7 ± 1.6
						63-90	cuart	77.1 ± 2.3 (n=10)	2.97 ± 0.07	2.84 ± 0.06	26.0 ± 1.9	27.2 ± 2.2
STY 1.7	767	33.1 ± 0.1	35.6 ± 1.3	472 ± 17	2.2	4-11	cuart	121 ± 2 (n=10)	3.47 ± 0.07	3.02 ± 0.06	34.9 ± 3.3	40.1 ± 3.7
							pIRIR ₂₉₀	180 ± 2 (n=10)	3.90 ± 0.07	3.38 ± 0.06	46.1 ± 4.1	53.2 ± 4.6
							IR ₅₀	99.8 ± 1.8 (n=10)	3.90 ± 0.07	3.38 ± 0.06	25.6 ± 2.3	29.5 ± 2.6
						63-90	cuart	101 ± 5 (n=10)	2.91 ± 0.06	2.55 ± 0.05	34.6 ± 2.7	39.6 ± 3.5
STY 1.8	870	47.0 ± 1.7	36.1 ± 1.8	497 ± 17	2.0	4-11	cuart	264 ± 2 (n=10)	3.94 ± 0.08	3.42 ± 0.07	66.9 ± 6.4	77.2 ± 7.3
							pIRIR ₂₉₀	446 ± 8 (n=10)	4.48 ± 0.09	3.87 ± 0.08	99.6 ± 9.2	115 ± 11
							IR ₅₀	266 ± 8 (n=10)	4.48 ± 0.09	3.87 ± 0.08	59.5 ± 5.7	68.9 ± 6.5
						63-90	cuart	249 ± 12 (n=11)	3.27 ± 0.07	2.85 ± 0.06	75.9 ± 5.7	87.2 ± 7.5
STY 1.9	930	40.6 ± 0.7	38.8 ± 0.8	548 ± 19	2.2	4-11	cuart	301 ± 2 (n=10)	4.00 ± 0.07	3.47 ± 0.06	75.3 ± 7.0	86.7 ± 7.9
							pIRIR ₂₉₀	599 ± 21 (n=10)	4.50 ± 0.07	3.89 ± 0.06	133 ± 13	154 ± 14
							IR ₅₀	287 ± 10 (n=10)	4.50 ± 0.07	3.89 ± 0.06	63.9 ± 6.0	73.8 ± 6.9
						63-90	cuart	215 ± 11 (n=10)	3.33 ± 0.06	2.91 ± 0.05	64.3 ± 4.9	73.6 ± 6.5
STY 1.10	1200	25.7 ± 0.6	24.3 ± 0.8	329 ± 15	2.3	4-11	cuart	556 ± 10 (n=13)	2.47 ± 0.06	2.15 ± 0.05	225 ± 21	258 ± 24
							pIRIR ₂₉₀	-	-	-	-	-
							IR ₅₀	531 ± 33 (n=8)	2.79 ± 0.06	2.42 ± 0.05	191 ± 21	220 ± 24
						63-90	cuart	492 ± 30 (n=11)	2.07 ± 0.05	1.81 ± 0.04	237 ± 20	271 ± 26

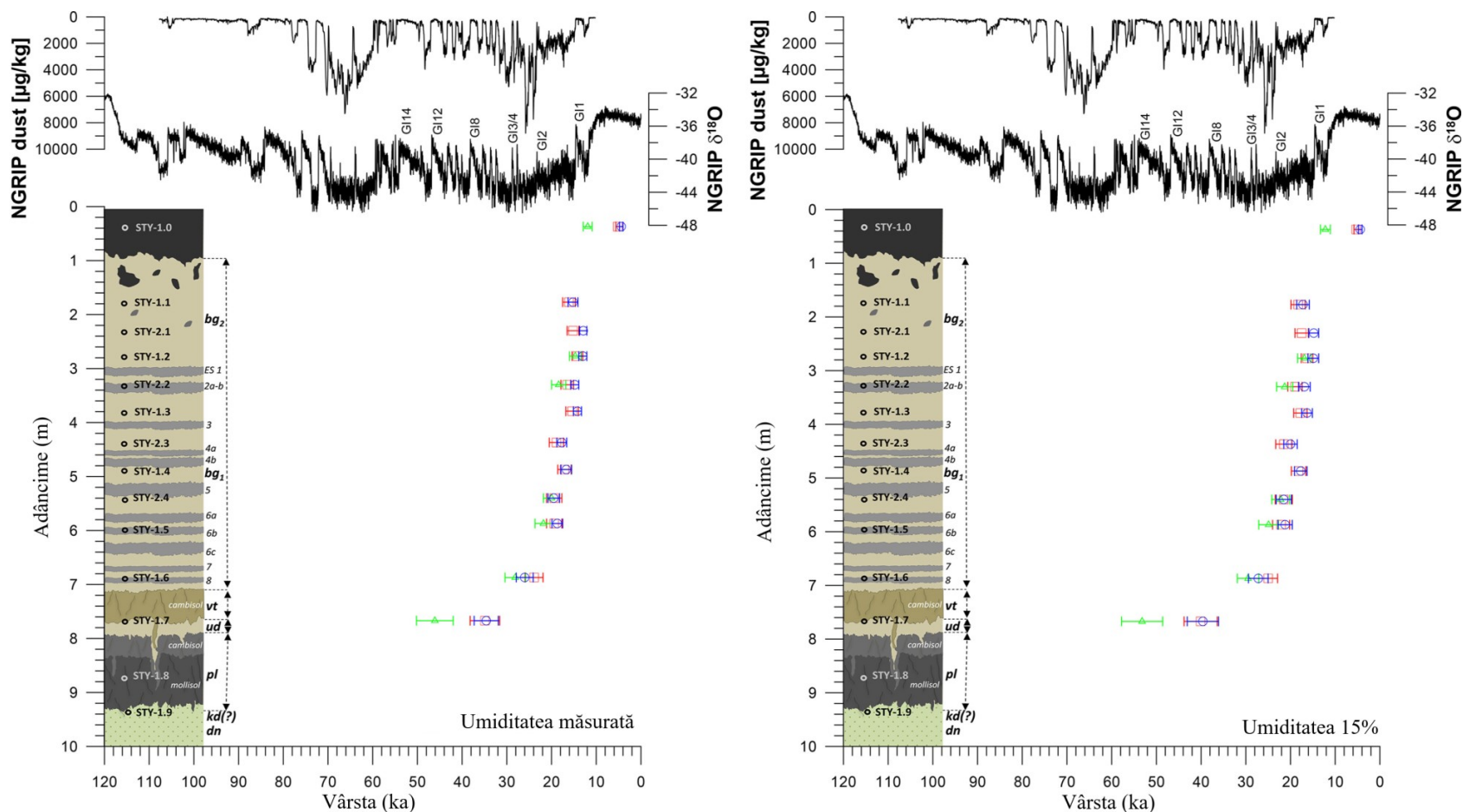


Figura 4.5. Reprezentarea schematică a litostratigrafiei profilului N-Stayky (Rousseau și colab., 2011) și a distribuției datelor luminescente (la 1σ) în funcție de adâncime pentru probele STY-1.0 până la STY-1.7, în comparație cu datele $\delta^{18}\text{O}$ și praful din carota de gheață NGRIP (Ruth și colab., 2007; Svensson și colab., 2008). Vârstele OSL calculate în funcție de umiditatea măsurată (stânga) și umiditatea presupusă de 15% (dreapta) pentru fracțiunea fină ($4\text{--}11\mu\text{m}$) de cuarț (pătrate roșii), fracțiunea grosieră ($60\text{--}93\mu\text{m}$) de cuarț (cercuri albastre) și vârstele pIR-IRSL₂₉₀ obținute pe granule fine ($4\text{--}11\mu\text{m}$) polimineral (triunghiuri verzi).

4.4. Implicații paleoenvironmentale și cronostratigrafice

4.4.1. Datarea unităților stratigrafice Dnieper, Pryluky și Vytachiv

Pentru proba STY-1.10 colectată din unitatea Dnieper, obținerea unei vârste de încredere nu a fost posibilă datorită saturației semnalelor luminescente. Semnalul natural pIR-IRSL₂₉₀ a fost găsit în saturație și prin urmare doza minimă echivalentă ar trebui să fie de ~2000 Gy, corespunzând unei vârste de aproximativ 700 ka.

Vârstele OSL 75,3±7 ka - 86,7±7,9 ka (4-11 μm) și 64,3±4,9 ka - 73,6±7,5 ka (63-90 μm) au fost obținute pe cuarțul din proba STY-1,9 colectată din orizontul Cca al molisolului Pryluky (pl). Datarea pIR-IRSL₂₉₀ a oferit vârste mult mai mari, în intervalul 133±13 ka - 154±14 ka. Vârstele OSL 66,9±7,4 ka - 77,2±7,3 ka (4-11 μm) și 75,9±5,7 ka - 87,2±7,5 ka (63-90 μm) au fost obținute pe cuarțul din proba STY-1,8 colectată din jumătatea superioară a orizontului A1 a molisolului Pryluky (pl). Datarea pIR-IRSL₂₉₀ a oferit vârste cuprinse între 99,6±9,2 ka - 115±11 ka. Vârstele obținute pe cuarț bazate pe doze echivalente din acest interval trebuie privite ca vârste minime și considerăm datele pIR-IRSL₂₉₀ (**Tabelul 4.4**) prezentând o încredere mai bună pentru aceste probe.

Cambisolul Vytachiv (vt) din secțiunea N-Stayky este posibil să păstreze un orizont Cca foarte distinctiv (Rousseau și colab., 2011) care corespunde doar paleosolului mijlociu al pedocomplexului tripartit Vytachiv din alte locuri (Gerasimenko, 2006; Bokhorst și colab., 2011; Gozhik și colab., 2014). Rousseau și colab. (2011) au datat IRSL partea mijlocie a cambisolului Vytachiv din N-Stayky obținând vârsta de 30,2±3,1 ka, în timp ce proba STY-1,7 colectată din orizontul Cca, aproape de tranziția cu loessul Uday (ud), a oferit vârstele OSL pe cuarț de 34,9±3,3 ka - 40,1±3,7 ka (4-11 μm) până la 34,6±2,7 ka - 39,6±3,5 ka (63-90 μm). Datarea pIR-IRSL₂₉₀ a oferit vârste cuprinse între 46,1±4,1 ka - 53,2±4,6 ka. Proba STY-1.6 colectată din ES 8 (loessul Bug) a oferit vârste de 23,9±2 ka și 25±2,1 ka pe cuarțul fin, 26,0±1,9 ka și 27,2±2,2 ka pe cuarțul grosier, respectiv 28,1±2,3 ka și 29,5±2,4 ka pentru datarea pIR-IRSL₂₉₀ (**Fig. 4.5**).

Deși există o concordanță bună între datarea obținută pe cuarț și rezultatele pIR-IRSL₂₉₀ pentru proba STY-1.6 (**Tabelul 4.4**), există o diferență notabilă pentru proba STY-1.7, datele OSL indicând vârste din MIS 3 mediu-superior, iar datele pIR-IRSL₂₉₀ indicând vârste din intervalul MIS 3 inferior-mediu (**Fig 4.5**). Pe baza investigațiilor luminescente în acest interval de vârstă și a rezultatele testelor intrinseci, nu se poate stabili cu certitudine dacă datarea OSL pe cuarț sau datele pIR-IRSL₂₉₀ pe feldspați sunt mai exacte. Intervalul de vârstă al probei STY-1.6

indică faptul că ES8 s-a format la debutul Pleniglaciului târziu, la sau după tranziția MIS 3/2. Corelarea unității Vytachiv (vt) din secțiunea N-Stayky cu evenimentele climatice din Groenlanda, așa cum s-a discutat de către Rousseau și colab. (2011, 2017) și Kadereit și Wagner (2014) este discutabilă luând în considerare datele cronologice existente și evidențele stratigrafice.

4.4.2. Loessul Bug (bg) și solurile embrionare din MIS 2

Proba STY-1,5 colectată din ES6 (**Fig. 4.1d**) a oferit vârste OSL $19,4 \pm 1,7$ ka și $22,1 \pm 1,9$ ka pe cuarțul fin, iar pe cuarțul grosier $18,7 \pm 1,2$ ka și $21,2 \pm 1,6$ ka. Există o concordanță foarte bună între datele OSL și rezultatele pIR-IRSL₂₉₀ în intervalul $21,8 \pm 1,9$ ka și $24,9 \pm 2,2$ ka.

Au fost obținute vârstele OSL $19,4 \pm 1,7$ ka și $21,5 \pm 1,9$ ka pe cuarțul fin și $19,5 \pm 1,3$ ka până la $21,5 \pm 1,7$ ka pe cuarțul grosier pentru proba STY-2,4 colectată din ES5. Vârstele pIR-IRSL₂₉₀ $20,0 \pm 1,8$ ka și $22,2 \pm 2,0$ ka sunt foarte apropiate de datele OSL (**Tabelul 4.4**). Vârstele raportate în studiul nostru sunt mai tinere decât vârsta IRSL de $27,6 \pm 2,7$ ka raportată anterior de Rousseau et al. (2011) pentru același orizont pedogenetic al secțiunii N-Stayky.

Datarea celorlalte șapte probe, STY-1.4 până la STY-1.1 (**Fig. 4.1d**), cuprinzând șase orizonturi ES (de la ES4 la ES1) și loessul intercalat (inclusiv subunitatea bg2), au oferit vârste OSL apropiate în intervalul ~ 19 -14 ka sau ~ 21 -13 ka, calculate în funcție de conținutul de apă utilizat (**Tabelul 4.4**). Vârstele pIR-IRSL₂₉₀ obținute pentru mai multe probe sunt în concordanță cu rezultatele OSL (**Fig 4.5**). Secțiunea N-Stayky este acoperită de molisolul Holocen cu vârsta OSL cuprinsă între 4,0-5,3 ka (STY-1,0), corelând orizontul său A1 cu Holocenul mijlociu.

Semnificația paleoclimatică a solurilor embrionare din loessul bg₁ la secțiunea N-Stayky este interesantă. **Figura 4.5** prezintă rezultatele de luminiscență discutate aici și comparația cu datele $\delta^{18}\text{O}$ și praful din carota de gheață NGRIP (Ruth și colab., 2007; Svensson și colab., 2008; Rasmussen și colab., 2014). După cum se poate vedea în **figura 4.5**, toate orizonturile pedogenetice embrionare începând cu ES8 ar fi mai tinere decât GI-4, sau chiar GI-3, așa cum sunt definite cronologic în datele din carotele de gheață din Groenlanda (Rasmussen și colab., 2014). Acest lucru este valabil indiferent de conținutul de apă utilizat în definirea intervalelor de vârstă sau de metoda de datare prin luminiscență folosită (**Tabelul 4.4**). Prin urmare, datarea loessului Bug ridică implicații atât asupra intervalului cronologic al acestor soluri embrionare, cât și a mecanismelor care au controlat dezvoltarea lor.

4.5. Concluzii

Investigații OSL detaliate au fost efectuate pe probe de cuarț de diferite dimensiuni colectate din secvența N-Stayky, Ucraina. Pentru probele din loess Bug, au fost obținute vârste cuprinse între ~15 ka și ~27/29 ka, fracțiunile granulometrice de cuarț investigate (4-11 μm și 63-90 μm) fiind în perfectă concordanță. Încrederea în acuratețea acestor rezultate a fost accentuată de datarea pIR-IRSL₂₉₀ care susține cronologia OSL pentru unitatea Bug. Obținerea unui cadru cronologic de încredere prin aplicarea unor metode multiple pentru loessul Bug este esențială, luând în considerare discuțiile anterioare privind corelarea paleoclimatică dintre o serie de soluri embrionare și variabilitatea climatică rapidă a interstadialului Groenlandez, iar datele noastre obținute prin metode multiple de luminescență demonstrează că aceste faze de formare a solului pe termen scurt au avut loc pe durata MIS 2, între ~27-29 până la 15 ka. Deoarece nu se observă nicio variabilitate corespunzătoare în datele izotopilor din carota de gheață, rezultatele indică spre o variabilitate hidroclimatică complexă în timpul ultimei deglacieri pentru loessul aflat la latitudine medie din Europa, necesitând investigații suplimentare.

Datarea paleosolului Vytachiv, corelată în mod discutabil anterior cu diferite evenimente interstadiale din MIS 3, indică faptul că s-a dezvoltat în perioada MIS 3 mediu-superior. Este, așadar probabil ca această parte a înregistrării Stayky să fie, ori continuă, sau să cuprindă un interval mai mare de vârstă din MIS 3 decât s-a considerat anterior; acest lucru nu ar permite o corelare exactă a acestui paleosol cu evenimente GI specifice, așa cum s-a sugerat anterior.

Datarea pIR-IRSL₂₉₀ a unității Pryluky a oferit vârste în intervalul ~120 ka-168 ka și ~90 ka-126 ka, confirmând corelarea acesteia cu MIS 5, deși rezultatele slabe ale testului de recuperare a dozei deschid posibilitatea testării ulterioare asupra modului în care aceste vârste oferă rezultate supraestimate, deoarece datele obținute pe cuarț subestimează datele pIR-IRSL₂₉₀.

Pentru proba colectată din unitatea Dnieper, în cazul cuarțului grosier (63-90 μm și 180-250 μm), semnalele OSL naturale au fost aproape de saturație (~ 85% din nivelul maxim sau mai mare). S-a constatat că semnalele pIR-IRSL₂₉₀ din aceeași probă sunt în saturație. În cazul cuarțului fin 4-11 μm , semnalele OSL naturale au fost la aproximativ 50-60% față de nivelurile maxime ale semnalului din laborator. Datarea prin metode multiple de luminescență a secțiunii Stayky a clarificat mai multe probleme cronostratigrafice nerezolvate anterior, sugerând că cel puțin pentru MIS 2, această înregistrare ar putea fi considerată un sit de referință în paleoclimatologia loessului european aflat la latitudine medie.

5. Loessul din perioada Pleistocenului superior și Holocen localizat în Marile Câmpii centrale: datarea prin luminescență stimulată optic și analize multi-proxy a secțiunilor de loess Enders și Kuma (Nebraska, SUA) - Tecsă și colab. (2020b)

5.1. Introducere

Aceast studiu prezintă o cronologie detaliată bazată pe datarea prin luminescență stimulată optic (OSL) precum și o analiză multi-proxy, obținute pentru prima dată pe secțiunile Enders și Kuma, situate în sud-vestul statului Nebraska, în Marile Câmpii centrale. O analiză mai comprehensivă a vârstelor OSL obținută pe trei fracțiuni garnulometrice (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm) și studiul variabilității umidității, consolidează cronologia pentru interpretarea înregistrărilor din aceste secțiuni. Acest studiu oferă pentru prima dată oportunitatea de a testa dacă vârstele OSL obținute pe trei fracțiuni granulometrice sunt în concordanță în secvențe importante de loess-paleosol din America de Nord. Stratigrafia secțiunii Enders este similară cu cea observată la secțiunea Wauneta, situată la 12,5 km distanță de Enders. Sunt discutate asemănările și diferențele dintre rezultatele obținute pentru secțiunile Enders și Wauneta, observând semnalul paleoclimatic regional din efectele cadrului local și comparăm înregistrarea loessului tranziției Pleistocen-Holocen din Marile Câmpii cu înregistrările loessului din Eurasia.

5.2. Secțiunile investigate

Secțiunile Enders (40° 23' N, 101° 28' W) și Kuma (40° 28' N, 101° 23' W) sunt situate în sud-vestul statului Nebraska, în Marile Câmpii centrale din America de Nord.

Au fost colectate 12 probe pentru datarea prin luminiscență de-a lungul a două profiluri adiacente a părții superioare și inferioare a secțiunii Enders. Paleosolurile identificate vizual în teren includ solul Brady și paleosoluri slab dezvoltate în loessul Holocen (**Fig. 5.1**).

Stratigrafia secțiunii Kuma este relativ simplă comparativ cu stratigrafia secțiunilor Enders și Wauneta (**Fig. 5.1**). Loessul Peoria este acoperit de solul modern, care este separat în orizonturi genetice. La secțiunea Kuma loessul Bignell lipsește, iar solul Brady și solul modern s-au contopit într-o singură unitate (Kuzila, 1995). Au fost colectate opt probe pentru datarea prin luminiscență de-a lungul a 2 metri a părții superioare, cuprinzând tranziția vizuală L1/S0.

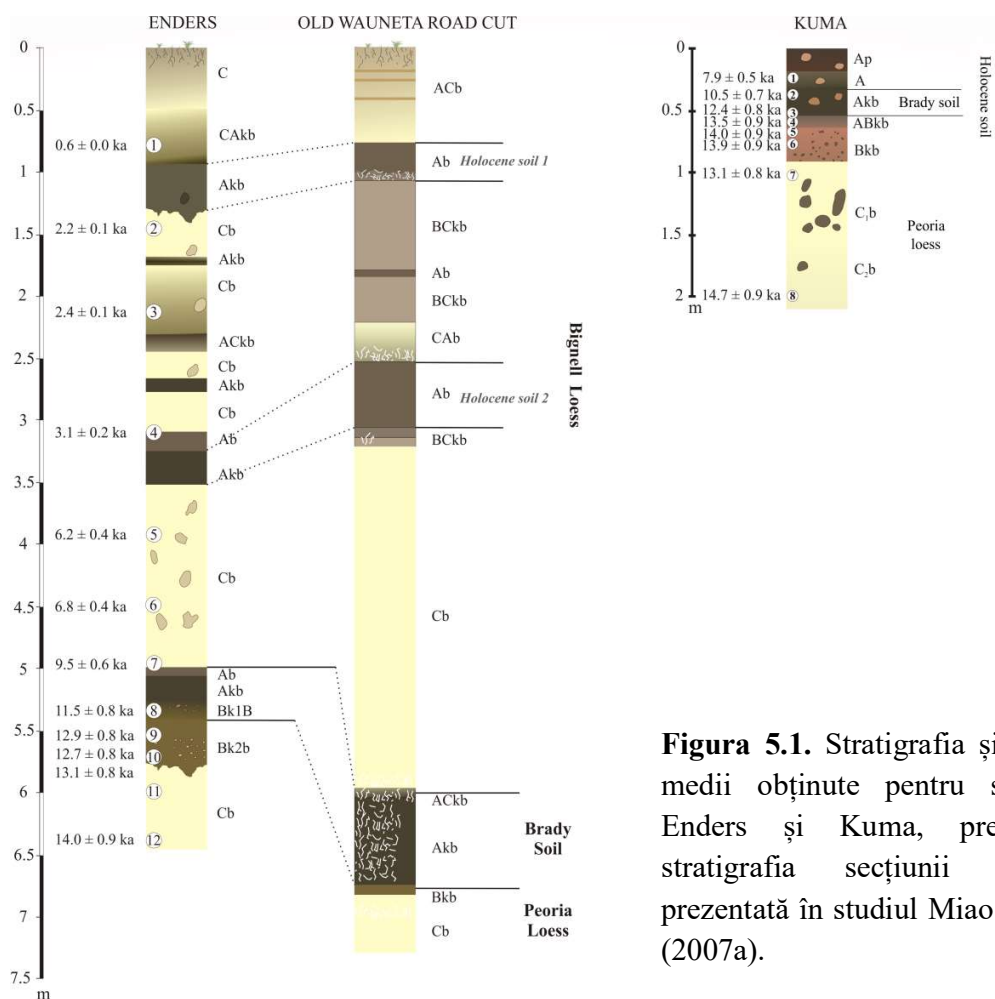


Figura 5.1. Stratigrafia și vârstele medii obținute pentru secțiunile Enders și Kuma, precum și stratigrafia secțiunii Wauneta prezentată în studiul Miao și colab. (2007a).

5.3. Metode și aparatură

Determinarea susceptibilității magnetice și a analizei granulometrice la secțiunea Enders s-au efectuat pe 350 de probe de sediment colectate la rezoluție de 2 cm. Din secțiunea Kuma au fost colectate 49 de probe de sediment la o rezoluție de 4 cm pentru analize de susceptibilitate magnetică.

5.3.1. Susceptibilitatea magnetică

Susceptibilitatea magnetică a fost măsurată la frecvențe de 300 Hz (χ_{lf}) și 3000 Hz (χ_{hf}) folosind instrumentul Magnon VSMF. Dependența susceptibilității magnetice de frecvență (χ_{fd}) a fost calculată cu ajutorul formulei: $\chi_{fd} = ((\chi_{lf} - \chi_{hf})/\chi_{lf}) * 100$ (Dearing și colab., 1996).

5.3.2. Analiza granulometrică

Măsurătorile granulometrice pentru probele colectate din secțiunea Enders au fost realizate folosind un analizor granulometric de difracție laser Malvern Mastersizer 2000MU. Pentru comparație, probe colectate la intervale de 2 cm din secțiunea Wauneta au fost reanalizate prin metode identice, utilizând același instrument, deoarece metodele folosite anterior de Miao și colab. (2007a) au fost puțin diferite.

5.3.3. Datarea OSL

Pentru datarea prin luminescență, au fost colectate douăsprezece probe din secțiunea Enders și opt probe din secțiunea Kuma din care s-au extras diferite fracțiuni de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm). Măsurătorile de luminescență au fost efectuate cu ajutorul cititoarelor standard și automate Risø TL/OSL-DA-20 echipate cu surse de detecție și stimulare clasice sau automatizate (Lapp și colab., 2015). Caracteristicile luminescente ale granulelor fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm și 90-125 μm) de cuarț au fost analizate folosind protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000; 2003). Robustețea protocolului SAR a fost verificată cu ajutorul testelor intrinseci (repetare și recuperare) (Murray și Wintle, 2003). Puritya granulelor de cuarț extrase a fost verificată folosind testul de stimulare a semnalului în infraroșu (IR) (Duller, 2003). Niciuna dintre alicotele măsurate în acest studiu nu a fost respinsă din cauza valorilor necorespunzătoare obținute pentru testele menționate anterior.

Activitățile specifice ale radionuclizilor au fost măsurate cu ajutorul spectrometriei gama de înaltă rezoluție. Valorile dozelor anuale, precum și concentrațiile activităților radionuclizilor pentru probele colectate din secțiunile Enders și Kuma sunt prezentate în **Tabelele 5.1-5.2**.

5.4. Rezultate

5.4.1. Rezultatele analizei granulometrice și a susceptibilității magnetice

Datele analizei granulometrice obținute la secțiunea Enders indică un conținut mult mai mare al fracțiunii $>63 \mu\text{m}$ (20-38%) decât în loessul tipic din alte regiuni, observat și la secțiunea Wauneta (Miao și colab., 2007a), indicând un transport pe distanțe scurte la o înălțime mică deasupra solului (Pye, 1987). Fracțiunea $>63 \mu\text{m}$ prezintă cele mai mici valori în solul Brady și valori puțin mai scăzute în paleosolul proeminent superior Holocen ($\sim 130\text{-}90 \text{ cm}$) decât în restul loessului Bignell. Există o creștere proporțională a fracțiunii fine $<16 \mu\text{m}$ în ambele paleosoluri

menționate anterior, iar fracțiunea $<2 \mu\text{m}$ crește de asemenea în solul Brady. La secțiunea Wauneta, fracțiunea $<16 \mu\text{m}$ prezintă valori relativ mari în solul Brady și în ambele paleosoluri majore din Holocen, deși prezintă o variație semnificativă în interiorul fiecărui paleosol. Cel mai interesant aspect al analizei granulometrice implică variații chiar deasupra și în interiorul solului Brady atât la secțiunea Enders cât și la Wauneta.

Valorile obținute pentru χ_{lf} la secțiunea Enders variază între $122 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ și $200 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$. Valorile χ_{lf} sunt ușor ridicate în solul Brady, în comparație cu loessul Peoria și loessul Bignell, cu o oarecare variație între orizonturile solului Brady. Valorile χ_{fd} prezintă o creștere minoră în solul Brady, dar nu și în paleosolurile din Holocen. Toate aceste rezultate sunt similare cu cele obținute la secțiunea Wauneta (figura 4 din Miao și colab., 2007a), deși profilurile χ_{lf} și χ_{fd} diferă în detaliu între aceste secțiuni.

Valorile χ_{lf} obținute pentru secțiunea Kuma variază între $118 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ și $169 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$. χ_{lf} prezintă valori ridicate cu unele variații în orizonturile solului Holocen, în timp ce valori scăzute se găsesc în loessul Peoria. Trendul susceptibilității magnetice reflectă o tranziție graduală a ultimului glaciator spre Holocen.

5.4.2. Caracteristici luminescente și doze echivalente

Dozele echivalente (De) au fost determinate prin proiectarea semnalului natural OSL corectat de sensibilitate pe curba doză răspuns construită pentru fiecare alicotă. Pentru fiecare probă investigată s-au efectuat între 10 și 20 de măsurători repetate ale dozei echivalente.

Testul de recuperare a dozei (Murray și Wintle, 2003) a fost aplicat pentru a investiga acuratețea dozelor echivalente obținute prin utilizarea protocolului SAR pe granule fine ($4\text{-}11 \mu\text{m}$) și grosiere ($63\text{-}90 \mu\text{m}$) de cuarț din cinci probe colectate din secțiunea Enders. La secțiunea Kuma, testul de recuperare a dozei a fost efectuat pe granule grosiere ($63\text{-}90 \mu\text{m}$) de cuarț din cinci probe. Așa cum se observă în **figura 5.2**, s-a obținut un raport bun dintre doza recuperată și doza dată în toate cazurile și pentru ambele secțiuni, indicând faptul că dozele generate în laborator înainte de orice tratament termic sunt măsurate cu acuratețe folosind protocolul SAR.

Dependența dozei echivalente de temperatura de preîncălzire, în combinație cu o preîncălzire de 180°C pentru doza test, a fost investigată pentru ambele secțiuni. Din **figura 5.3** se observă că platoul obținut validează alegerea unei temperaturi de preîncălzire de 220°C .

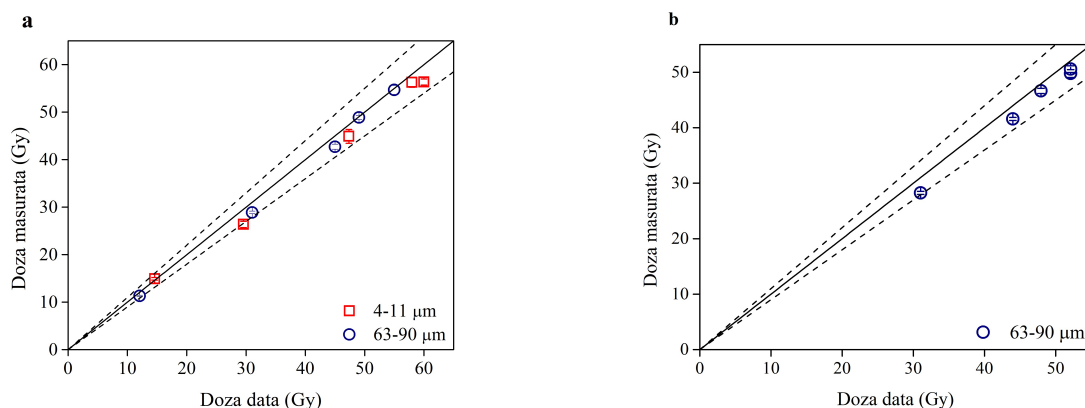


Figura 5.2. (a) Rezultatele testului de recuperare a dozei pentru fracțiunile de cuarț fin și grosier din cinci probe colectate din secțiunea Enders (END 1.4, END 1.6, END 1.8, END 1.10 și END.12). **(b)** Rezultatele testului de recuperare a dozei pentru fracțiunea de cuarț grosier (din cinci probe colectate din secțiunea Kuma (KUM 1.1-1.5). Dozele de iradiere date au fost apropiate de dozele echivalente ale fiecărei probe. Linia solidă indică raportul ideal de recuperare a dozei de 1:1, în timp ce linile punctate încadrează o variație de 10% de la unitate.

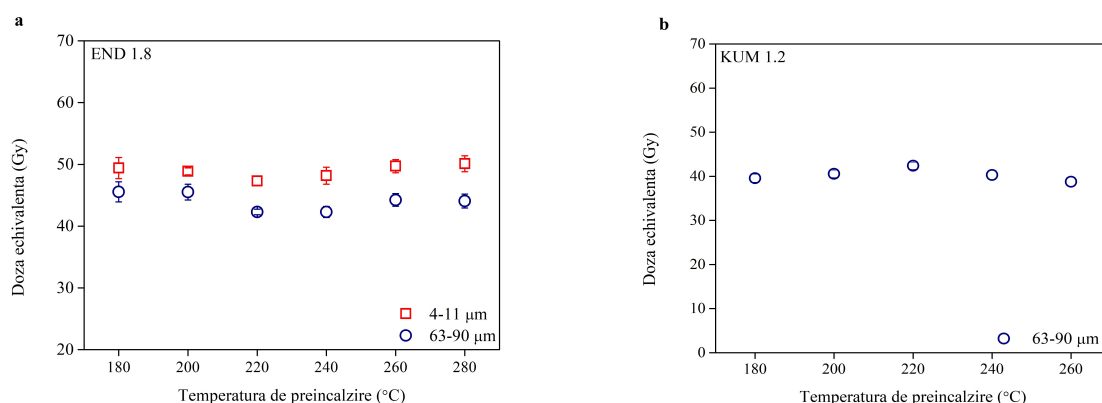


Figura 5.3. (a) Dependența dozelor echivalente de temperaturile de preîncălzire pentru fracțiunile de cuarț fin și grosier din proba END 1.8. **(b)** Dependența dozelor echivalente de temperaturile de preîncălzire pentru fracțiunea de cuarț grosier (63-90 μm) din proba KUM 1.2.

5.4.3. Vârstele OSL

Vârstele OSL obținute pentru secțiunile Enders și Kuma sunt în concordanță în limita erorilor pentru toate fracțiunile de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm), cu excepția vârstelor obținute pentru probele END 1.6 (63-90 μm) și KUM 1.7 (4-11 μm) (**Tabelele 5.1-5.2**).

Tabelul 5.1. Datele de luminiscentă și dozimetrie obținute pentru secțiunea Enders. Vârstele OSL medii au fost calculate conform Aitken (1985). Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice; erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. Toate erorile corespund la 1σ . Estimarea conținutului de apă s-a determinat pe baza diferenței dintre masa probei in situ și masa uscată a probei, cu o eroare relativă de 25%. n denotă numărul de alicote acceptate. Factorii de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decapare sunt $0,94 \pm 0,050$ și $0,92 \pm 0,050$ pentru fracțiunile de 63-90 μm și, respectiv 90-125 μm ; factorul de eficiență alfa utilizat este $0,04 \pm 0,02$. Debitul total al dozei include contribuția radiațiilor alfa, beta și gama, precum și contribuția de la radiația cosmică.

Cod	Adâncime (cm)	Fracțiune (μm)	Umiditate (%)	De (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total doză (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Vârsta medie (ka)
END 1.1	77	4-11	1.1	3.1 ± 0.1 (n=13)	43.8 ± 1.1	44.4 ± 1.3	613 ± 16	3.5	7.6	4.60 ± 0.07	0.7 ± 0.1	0.6 ± 0.0
		63-90		2.3 ± 0.0 (n=10)				2.6	5.4	3.87 ± 0.06	0.6 ± 0.0	
		90-125		2.3 ± 0.2 (n=10)				8.8	5.4	3.83 ± 0.06	0.6 ± 0.1	
END 1.2	147	4-11	1.7	10.1 ± 0.6 (n=10)	40.2 ± 1.5	39.8 ± 1.2	622 ± 18	6.2	7.4	4.37 ± 0.07	2.3 ± 0.2	2.2 ± 0.1
		63-90		8.2 ± 0.2 (n=10)				3.0	5.4	3.70 ± 0.07	2.2 ± 0.1	
		90-125		7.8 ± 0.2 (n=11)				3.1	5.4	3.65 ± 0.06	2.1 ± 0.1	
END 1.3	207	4-11	2.2	10.7 ± 0.3 (n=11)	38.5 ± 1.7	39.6 ± 1.2	646 ± 16	3.2	7.3	4.36 ± 0.07	2.5 ± 0.2	2.4 ± 0.1
		63-90		8.9 ± 0.1 (n=10)				2.0	5.5	3.70 ± 0.06	2.4 ± 0.1	
		90-125		8.9 ± 0.3 (n=10)				2.0	5.4	3.66 ± 0.06	2.4 ± 0.1	
END 1.4	307	4-11	2.7	14.6 ± 0.3 (n=10)	41.5 ± 1.2	41.6 ± 0.5	715 ± 18	2.5	7.2	4.68 ± 0.06	3.1 ± 0.2	3.1 ± 0.2
		63-90		12.1 ± 0.2 (n=10)				2.2	5.5	3.98 ± 0.06	3.0 ± 0.2	
		90-125		12.2 ± 0.4 (n=11)				3.6	5.5	3.92 ± 0.06	3.1 ± 0.2	
END 1.5	398	4-11	4.2	29.0 ± 0.7 (n=13)	44.8 ± 1.5	41.2 ± 1.2	656 ± 17	2.9	7.6	4.46 ± 0.07	6.5 ± 0.5	6.2 ± 0.4
		63-90		25.0 ± 1.1 (n=10)				4.7	5.6	3.77 ± 0.06	6.6 ± 0.5	
		90-125		22.0 ± 0.6 (n=10)				3.2	5.6	3.72 ± 0.06	5.9 ± 0.4	
END 1.6	455	4-11	3.9	29.6 ± 0.3 (n=10)	40.9 ± 1.5	39.9 ± 1.2	634 ± 19	2.0	7.5	4.26 ± 0.08	6.9 ± 0.5	6.8 ± 0.4
		63-90		30.6 ± 1.1 (n=10)				4.0	5.6	3.61 ± 0.07	8.5 ± 0.6	
		90-125		23.8 ± 0.8 (n=10)				3.8	5.6	3.56 ± 0.07	6.7 ± 0.5	
END 1.7	506	4-11	5.4	43.4 ± 0.8 (n=12)	40.0 ± 0.9	44.4 ± 0.7	658 ± 17	2.3	7.6	4.34 ± 0.06	10.0 ± 0.8	9.5 ± 0.6
		63-90		33.5 ± 0.7 (n=20)				2.6	5.7	3.67 ± 0.05	9.1 ± 0.6	
		90-125		35.7 ± 1.3 (n=10)				3.9	5.7	3.63 ± 0.05	9.8 ± 0.7	
END 1.8	546	4-11	6.7	47.3 ± 0.8 (n=10)	44.2 ± 1.8	43.9 ± 1.2	627 ± 18	2.4	7.9	4.27 ± 0.07	11.1 ± 0.9	11.5 ± 0.8
		63-90		42.3 ± 0.5 (n=58)				2.1	5.8	3.60 ± 0.06	11.8 ± 0.7	
		90-125		-				-	-	-	-	

Cod	Adâncime (cm)	Fracțiune (μm)	Umiditate (%)	De (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total doză (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Vârsta medie (ka)
END 1.9	564	4-11	7.3	57.4 ± 0.3 (n=11)	46.2±0.3	42.1±0.5	653±20	1.5	7.9	4.33 ± 0.06	13.2 ± 1.1	12.9 ± 0.8
		63-90		45.4 ± 0.8 (n=10)				2.4	5.9	3.66 ± 0.06	12.4 ± 0.8	
		90-125		47.5 ± 0.4 (n=10)				1.8	5.8	3.61 ± 0.06	13.2 ± 0.8	
END 1.10	579	4-11	4.9	58.0 ± 0.3 (n=11)	54.3±0.4	48.1±1.5	634±20	1.6	8.1	4.74 ± 0.07	12.2 ± 1.0	12.7 ± 0.8
		63-90		49.3 ± 0.9 (n=10)				2.5	5.6	3.95 ± 0.07	12.5 ± 0.8	
		90-125		52.0 ± 0.9 (n=11)				2.4	5.6	3.90 ± 0.07	13.3 ± 0.8	
END 1.11	601	4-11	2.0	51.8 ± 0.6 (n=11)	42.0±1.9	43.9±0.6	606±19	2.1	7.7	4.37 ± 0.08	11.9 ± 0.9	13.1 ± 0.8
		63-90		49.9 ± 1.1 (n=10)				2.9	5.5	3.67 ± 0.07	13.6 ± 0.8	
		90-125		49.0 ± 0.9 (n=10)				2.6	5.5	3.62 ± 0.07	13.5 ± 0.8	
END 1.12	649	4-11	4.7	60.0 ± 0.6 (n=10)	43.8±0.8	44.4±0.9	661±21	1.9	7.7	4.47 ± 0.07	13.4 ± 1.1	14.0 ± 0.9
		63-90		55.1 ± 2.3 (n=10)				4.5	5.6	3.77 ± 0.07	14.6 ± 1.1	
		90-125		52.4 ± 0.9 (n=11)				2.5	5.6	3.72 ± 0.07	14.1 ± 0.9	

Tabelul 5.2. Datele de luminiscență și dozimetrie obținute pentru secțiunea Kuma. Vârstele OSL medii au fost calculate conform Aitken (1985). Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice; erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. Toate erorile corespund la 1σ. Estimarea conținutului de apă s-a determinat pe baza diferenței dintre masa probei in situ și masa uscată a probei, cu o eroare relativă de 25%. n denotă numărul de alicote acceptate. Factorii de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decaflare sunt 0,94±0,050 și 0,92±0,050 pentru fracțiunile de 63-90 μm și, respectiv 90-125 μm; factorul de eficiență alfa utilizat este 0,04±0,02. Debitul total al dozei include contribuția radiațiilor alfa, beta și gama, precum și contribuția de la radiația cosmică.

Cod	Adâncime (cm)	Fracțiune (μm)	Umiditate (%)	De (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total doză (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Vârsta medie (ka)
KUM 1.1	24	4-11	6.4	37.0 ± 0.4 (n=10)	44.7 ± 1.1	48.3 ± 2.6	647 ± 19	2.2	7.7	4.61 ± 0.09	8.0 ± 0.6	7.9 ± 0.5
		63-90		30.6 ± 0.6 (n=20)				2.7	5.6	3.89 ± 0.07	7.9 ± 0.5	
		90-125		29.9 ± 1.0 (n=10)				3.8	5.6	3.85 ± 0.07	7.8 ± 0.5	
KUM 1.2	37	4-11	5.4	47.2 ± 0.4 (n=10)	45.7 ± 2.3	43.9 ± 2.8	640 ± 19	2.3	7.6	4.54 ± 0.10	10.4 ± 0.8	10.5 ± 0.7
		63-90		42.4 ± 0.8 (n=20)				2.8	5.6	3.83 ± 0.08	11.1 ± 0.7	
		90-125		37.4 ± 1.4 (n=10)				4.3	5.6	3.79 ± 0.08	9.9 ± 0.7	

Cod	Adâncime (cm)	Fracțiune (μm)	Umiditate (%)	De (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total doză (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Vârsta medie (ka)
KUM 1.3	53	4-11	2.5	51.3 ± 0.7 (n=10)	41.3 ± 2	42.9 ± 2.4	603 ± 21	2.6	7.5	4.41 ± 0.10	11.6 ± 0.9	12.4 ± 0.8
		63-90		48.8 ± 0.7 (n=20)				2.7	5.4	3.72 ± 0.09	13.1 ± 0.8	
		90-125		45.0 ± 1.1 (n=10)				3.3	5.4	3.67 ± 0.08	12.3 ± 0.8	
KUM 1.4	60	4-11	5.4	53.3 ± 1.1 (n=10)	42.4 ± 2.9	41.4 ± 1.8	607 ± 18	3.0	7.6	4.41 ± 0.09	12.5 ± 1.0	13.5 ± 0.9
		63-90		52.4 ± 0.8 (n=22)				2.6	5.6	3.61 ± 0.08	14.5 ± 0.9	
		90-125		47.1 ± 1.5 (n=10)				3.8	5.6	3.57 ± 0.07	13.2 ± 0.9	
KUM 1.5	67	4-11	5.0	58.1 ± 0.6 (n=10)	42.4 ± 2.5	44.8 ± 1.1	623 ± 16	2.0	7.6	4.41 ± 0.08	13.2 ± 1.0	14.0 ± 0.9
		63-90		52.4 ± 0.9 (n=19)				2.4	5.6	3.73 ± 0.06	14.1 ± 0.9	
		90-125		53.0 ± 1.1 (n=10)				2.7	5.5	3.68 ± 0.06	14.4 ± 0.9	
KUM 1.6	76	4-11	5.1	57.6 ± 0.5 (n=10)	43.9 ± 2.7	43.2 ± 1.2	603 ± 17	2.1	7.7	4.34 ± 0.08	13.3 ± 1.1	13.9 ± 0.9
		63-90		52.6 ± 0.8 (n=20)				2.4	5.6	3.65 ± 0.07	14.4 ± 0.9	
		90-125		49.6 ± 0.8 (n=10)				2.5	5.5	3.61 ± 0.07	13.7 ± 0.8	
KUM 1.7	102	4-11	4.1	42.1 ± 0.8 (n=10)	48.6 ± 1.5	43.2 ± 0.5	637 ± 16	2.3	7.7	4.62 ± 0.06	9.1 ± 0.7	13.1 ± 0.8
		63-90		53.8 ± 1.2 (n=19)				2.7	5.5	3.88 ± 0.06	13.9 ± 0.8	
		90-125		47.0 ± 1.9 (n=10)				4.3	5.5	3.83 ± 0.06	12.3 ± 0.9	
KUM 1.8	200	4-11	6.6	61.1 ± 1.2 (n=10)	43 ± 2.3	39.9 ± 0.5	672 ± 19	2.6	7.5	4.36 ± 0.08	14.0 ± 1.1	14.7 ± 0.9
		63-90		55.8 ± 1.1 (n=17)				2.7	5.7	3.71 ± 0.07	15.1 ± 1.0	
		90-125		53.6 ± 1.2 (n=10)				2.9	5.7	3.66 ± 0.07	14.7 ± 0.9	

Pentru a evalua efectul utilizării unei umidități diferite din timpul depozitării probelor asupra vârstelor OSL, s-au calculat vârstele folosind atât umiditatea măsurată în laborator (diferența dintre masa probei în situ și masa uscată a probei) precum și umiditățile de $5\pm 1,3\%$ și $10\pm 2,5\%$ pentru toate probele din secțiunile Enders și Kuma. Vârstele OSL indică o creștere în funcție de un conținut de apă mai mare de aproximativ 5%, dar sunt în concordanță în limita erorilor.

5.5. Discuții

5.5.1. Implicații privind înregistrările paleoclimatice de înaltă rezoluție din solul Brady și loessul Bignell de la secțiunile Enders și Wauneta

Cronologia nouă OSL și celelalte date obținute pentru secțiunea Enders oferă o nouă bază importantă pentru interpretarea loessului din Marile Câmpii, reprezentând o înregistrare paleoclimatică de înaltă rezoluție în special pentru tranziția Pleistocen-Holocen și Holocen.

Aplicarea testelor tipice intrinseci ale metodei de datare OSL, precum și utilizarea a trei fracțiuni granulometrice conduce la creșterea încrederii în vârstele OSL obținute la secțiunea Enders. Mai mult, noile rezultate ale datării OSL (**Figura 5.1, Tabelul 5.1**) sunt în mare măsură în concordanță cu datările OSL și ^{14}C obținute anterior la poziții stratigrafice similare la secțiunea Wauneta și alte secțiuni. Vârstele medii obținute pentru cele două probe colectate din partea superioară a loessului Peoria, sub orizontul Bkb al solului Brady, sunt $14,0\pm 0,9$ ka (649 cm) și $13,1\pm 0,8$ ka (601 cm), fiind în concordanță cu alte rezultate obținute în Marile Câmpii centrale (Roberts și colab., 2003; Mason și colab., 2008). Vârstele medii obținute pentru probele colectate din orizontul inferior Bkb al solului Brady și chiar deasupra orizontului Akb al solului Brady sunt $12,7\pm 0,8$ ka, respectiv $9,5\pm 0,6$ ka, fiind în concordanță cu cronologiile OSL și ^{14}C publicate anterior (Johnson și Willey, 2000 ; Mason și colab., 2008; Miao și colab., 2005; 2007a).

La secțiunea Enders, vârsta de $3,1\pm 0,2$ ka (307 cm) obținută din loess este mai mică decât vârsta de 4,0-3,7 ka obținută la aceeași poziție stratigrafică în alte zone, însă vârstele de $2,4\pm 0,2$ ka (207 cm) și $2,2\pm 0,2$ ka (147 cm) obținute din loess sunt apropiate de vârstele echivalente stratigrafic de 2,6-2,3 ka din alte regiuni (Miao și colab., 2007b). Vârsta de $0,6\pm 0,0$ ka (77 cm) din loessul de culoare deschisă de deasupra paleosolului superior din Holocen la secțiunea Enders este în concordanță cu vârstele din acest interval stratigrafic din alte secțiuni (Miao și

colab., 2007b). Solul Brady este marcat de fracțiunile granulometrice mai fine atât la secțiunea Enders cât și la Wauneta, la fel și cele două paleosoluri mai distincte din Holocen, cel puțin din punct de vedere al fracțiunii $<16 \mu\text{m}$. Conținutul fracțiunii fine nu este foarte uniform în solul Brady. Interpretăm variația fracțiunii fine ca rezultat al modificărilor semnificative privind condițiile care afectează emisia, transportul și/sau depunerea de praf (Újvári și colab., 2016) în perioada formării solului Brady. Schimbările distribuției vitezei vântului sunt o explicație evidentă; o altă posibilitate ar fi o modificare în scăderea emisiilor de praf din părțile mai apropiate față de cele mai îndepărtate zone ale sursei primare, crescând contribuția relativă a prafului mai fin din surse mai îndepărtate. O alternativă interesantă este aceea că peak-urile fracțiunii fine corespund modificărilor precipitațiilor, afectând proporțiile depunerii umede și uscate. Cronologia OSL obținută la Enders nu permite atribuirea exactă a peak-urilor fracțiunii fine la stadiile ultimei deglaciări. Cel mai mare peak ar putea să cadă chiar înainte sau în prima parte a evenimentului Younger Dryas (Alley și colab., 1993; Alley, 2000), iar celelalte două peak-uri superioare par să cadă după sfârșitul Younger Dryas.

Comparația măsurătorilor magnetice a secțiunilor Enders și Wauneta sugerează că aceste proprietăți sunt influențate atât de schimbările climatice regionale, cât și de efectele locale.

Cea mai mare diferență dintre secțiunile Enders și Wauneta este reprezentată de grosimea relativă a loessului dintre solul Brady și solul proeminent inferior din Holocen.

5.5.2. Cmparație cu înregistrările loessului din Eurasia ale tranziției ultimului ciclu glaciari-interglaciari și Holocen

Cronologia prezentată pentru secțiunea Enders susține interpretările anterioare conform cărora cel mai semnificativ interval de formare al solului din Pleistocenul superior spre Holocen, determinat de solul Brady ($12,7 \pm 0,8$ - $9,5 \pm 0,6$ ka), a cuprins tranziția Pleistocen-Holocen.

Pe de altă parte, la secțiunea Kuma solul modern contopește probabil mai multe paleosoluri, inclusiv solul Brady, iar loessul Bignell din Holocen nu există. Pragul variației susceptibilității magnetice corespunde la 50 cm și îl interpretăm ca fiind începutul formării solului în timpul tranziției Pleistocen-Holocen. O vârstă OSL medie de $12,4 \pm 0,8$ ka (53 cm) a fost obținută la o adâncime aproape identică cu pragul χ_{lf} . Vârstele OSL arată că începutul creșterii susceptibilității magnetice la secțiunea Kuma precede tranziția Pleistocen-Holocen datată la 11,7 ka în înregistrările carotelor de gheață (Rasmussen și colab., 2014). Rezultate

similare au fost raportate pentru secvențe de loess palaeosol din sud-estul Europei (Constantin și colab., 2019; Tecsă și colab., 2020a). Vârstele medii ale celor două probe colectate din loessul Peoria sunt $14,7 \pm 0,9$ ka (200 cm) și $13,1 \pm 0,8$ ka (102 cm), acestea fiind în concordanță cu vârstele obținute la secțiunea Enders, precum și cu alte rezultate obținute în alte zone din Marile Câmpii centrale (Roberts și colab., 2003; Mason și colab., 2008).

În înregistrările de loess din Eurasia, începând de la loessul dunărean din sud-estul Europei până la platoul de loess din China, formarea solului a început mai târziu decât în Marile Câmpii centrale și a continuat prin tot sau o mare parte din Holocen (Stevens și colab., 2011; Dong et al., 2015; Marković și colab., 2014; 2018; Constantin și colab., 2019). Totuși în China solul S0 Holocen din unele secțiuni mai apropiate de regiunile cu loess, reprezintă o secvență complexă de acumulare de loess și pedogeneză, relativ similară cu solul Brady. În cele din urmă, majoritatea profilurilor S0 din China sunt acoperite de ultimul loess (L0) Holocen (Baicaoyuan, Shiguanzhi, Yuanbaosections) (Lai și Wintle, 2006; Stevens și colab., 2006; Zhao et al., 2013).

5.6. Concluzii

Datarea OSL a fracțiunilor de cuarț 4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm a fost raportată pentru secțiunile Enders și Kuma localizate în sud-vestul statului Nebraska, America de Nord. Secțiunea Enders include unități bine păstrate precum loessul Peoria, solul Brady și loessul Bignell. La secțiunea Kuma, loessul Peoria este acoperit de sol modern, care îmbină probabil mai multe paleosoluri, inclusiv solul Brady, iar loessul Bignell nu este vizibil. Pe baza rezultatelor acceptabile ale testelor intrinseci ale protocolului SAR și a concordanței dintre cele trei fracțiuni granulometrice, avem încredere în acuratețea vârstele OSL obținute. Prin calcularea mediei celor trei seturi de vârste obținute pentru fiecare probă, eroarea totală a fost redusă la aproximativ 4-6%, demonstrând potențialul de îmbunătățire a preciziei datării prin luminescență.

Acest studiu a demonstrat că printr-un control adecvat al vârstei și o prelevare a probelor la o rezoluție înaltă, secțiunile de loess din Marile Câmpii centrale pot oferi o înregistrare coerentă la nivel regional a schimbărilor climatice din perioada tranziției Pleistocen-Holocen și din Holocen, nu doar la rezoluție reprezentată la scară milenară a unităților de loess și paleosol vizibile, ci și la o scară mai scurtă de la mileniu la secol. Acest obiectiv este important nu numai pentru înțelegerea istoriei paleoclimatice din regiunea Marilor Câmpii, ci și pentru compararea cu înregistrările loessului din Eurasia.

Concluzii

Secvențele de loess-paleosol sunt arhive continentale ale schimbărilor climatice din Cuaternar, iar loessul poate fi datat direct folosind datarea prin luminescență. Datorită diferențelor ambientale dintre înregistrările de loess de pe diferite continente, este esențial să se stabilească cronologii adecvate ale depozitelor de loess. Metodele de datare prin luminescență (IRSL și OSL) reprezintă unul dintre cele mai valoroase instrumente cronologice disponibile pentru studiile cuaternare. Un studiu robust de datare prin luminescență cuplat cu o analiză multi-proxy (granulometrie, susceptibilitatea magnetică, geochimie) obținute pe secvențe de loess-paleosol pot oferi o înregistrare paleoclimatică de înaltă rezoluție.

Investigațiile OSL ale secțiunii Kurortne (Ucraina), obținute pe diferite fracțiuni de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm), confirmă constatările anterioare obținute pe secvențele de loess-paleosol situate pe țărmul Mării Negre atât în România, cât și la nivel global: (i) vârstele obținute pe diferite fracțiuni granulometrice sunt în concordanță pentru doze echivalente mai mici de 200 Gy, în timp ce pentru doze echivalente mai mari vârstele obținute pe fracțiunea fină 4-11 μm subestimează fracțiunile grosiere; (ii) este raportată o corelație inversă între fracțiunea granulometrică și caracteristicile de saturație. Întrucât intervalul temporal acoperit de unitățile Kaydaky-Pryluky din cadrul stratigrafiei ucrainene este încă discutabil, rezultatele noastre confirmă corelația acestor unități din secțiunea Kurortne cu ultimul interglaciar (adică MIS 5). Datarea unităților Uday și Bug a oferit vârste corespunzătoare din MIS 4 și respectiv MIS 2, în timp ce proba colectată din unitatea Vytachiv a oferit o vârstă de $37,7 \pm 2,4$ ka, atribuind acest paleosol la MIS 3. Potrivit rezultatelor susceptibilității magnetice, debutul proceselor pedogenetice a început probabil deja în jurul valorii de 20 ka, dar formarea solului S0 a început după $13,8 \pm 1,0$ ka. Rezultatele bazate pe integrarea datării prin luminescență cu datele multi-proxy sedimentologice obținute pentru secțiunea Kurortne a clarificat corelațiile cronostratigrafice locale, stabilind reconstrucții mai sigure ale schimbărilor ambientale din Pleistocenul târziu în zona din nordul Mării Negre.

Cronologia robustă a datării prin luminescență pentru secțiunea Stayky (Ucraina), bazată pe datarea OSL pe cuarț (4-11 μm , 63-90 μm) și luminescență stimulată în infraroșu-post infraroșu (pIR-IRSL) pe granule fine poliminerale, a demonstrat că rezultatele obținute pentru loessul Bug (echivalentul MIS 2) sunt în concordanță între cele două metode. Studiul a indicat

faptul că solurile embrionare interpretate anterior ca reflectând variabilitatea climatică similară cu Interstadiile Groenlandeze (GI), datează de fapt între ~29/27-15 ka, cu majoritatea amplasate în jurul sau după 20 ka. În afară de GI-2, nu sunt înregistrate evenimente climatice de tip interstadial în datele din carotele de gheață din Groenlanda pentru acel interval de timp. Datarea paleosolului Vytachiv, corelată în mod discutabil anterior cu diferite evenimente interstadiile din cadrul MIS 3, indică faptul că s-a dezvoltat în perioada MIS 3 mediu-superior. Pentru unitatea Dnieper, nu au fost obținute vârste OSL de încredere, deoarece semnalele emise de granulele fine poliminerale și de cuarț au fost găsite în saturație, respectiv aproape de saturație. Acest studiu a sugerat că înregistrarea de la secțiunea Stayky ar putea fi considerată o secvență de referință în paleoclimatologia europeană, cel puțin pentru MIS 2, clarificând mai multe probleme cronostratigrafice nerezolvate anterior.

Primele investigații OSL asupra secțiunilor Enders și Kuma (Nebraska, America de Nord) obținute pe diferite fracțiuni de cuarț (4-11 μm , 63-90 μm și 90-125 μm), au indicat că depunerea loessului Peoria s-a încheiat în jurul 13-14 ka la ambele secțiuni. La secțiunea Enders, terminarea depunerii loessului Peoria este marcată de Solul Brady, încadrat de vârste OSL de la $12,7 \pm 0,8$ ka până la $9,5 \pm 0,6$ ka, iar loessul Bignell s-a acumulat episodic pe durata Holocenului începând de la aproximativ 9,5 ka. Noua cronologie prezentată pentru secțiunea Enders susține interpretările anterioare conform cărora solul Brady a cuprins tranziția Pleistocen-Holocen. Prin medierea celor trei seturi de vârste obținute pentru fiecare probă, eroarea generală a fost redusă la aproximativ 4-6%, demonstrând potențialul de îmbunătățire a preciziei datării prin luminescență. Pe baza rezultatelor susceptibilității magnetice, începutul formării solului modern a fost plasat la aproximativ $12,4 \pm 0,8$ ka la secțiunea Kuma. Astfel, debutul creșterii semnalului magnetic la secțiunea Kuma a început înainte de tranziția Pleistocen-Holocen datată la 11,7 ka în înregistrările carotelor de gheață.

Această teză a demonstrat faptul că o cronologie robustă cuplată cu o analiză multi-proxy (granulometrie, susceptibilitate magnetică și geochimie) obținute pe secvențele de loess-paleosol din Europa și America de Nord, oferă o înregistrare coerentă la nivel regional a schimbărilor climatice din perioada Pleistocenului târziu-Holocen.

Referințe

- Aitken, M.J., and 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.
- Aitken, M.J., 1985. Thermoluminescence dating. Academic press, London, 359 p.
- Aitken, M.J., 1998. An introduction to optical dating. Oxford: Oxford University Press, 280 p.
- Alley, R.B., Meese, D.A., Shuman, C.A., Gow, A.J., Taylor, K.C., Grootes, P.M., White, J.W.C., Ram, M., Waddington, E.D., Mayewski, P.A., Zielinski, G.A., 1993. Abrupt increase in Greenland snow accumulation at the end of the Younger Dryas event. *Nature* 362, 527-529.
- Alley, R.B., and Clark, P.U., 1999. The deglaciation of the northern hemisphere: a global perspective. *Annual Reviews of Earth and Planetary Sciences* 27, 149-182.
- Alley, R.B., 2000. The Younger Dryas cold interval as viewed from central Greenland. *Quaternary Science Reviews* 19, 213-226.
- Antoine, P., Rousseau, D.D., Zöller, L., Lang, A., Munaut, A.V., Hatté, C., Fontugne, M., 2001. High resolution record of the last interglacial–glacial cycle in the Nussloch loess–palaeosol sequences, Upper Rhine Area Germany. *Quaternary International* 76–77, 211-229.
- Antoine, P., Rousseau, D.-D., Moine, O., Kunesch, S., Hatté, C., Lang, A., Tissoux, H., Zöller, L., 2009. Rapid and cyclic Aeolian deposition during the Last Glacial in European loess: a high resolution record from Nussloch, Germany, *Quaternary Science Reviews* 28, 2955-2973.
- Antoine, P., Rousseau, D.-D., Degeai, J.-P., Moine, O., Lagroix, F., Kreutzer, S., Fuchs, M., Hatté, C., Gauthier, C., Svoboda, J., Lisá, L., 2013. High-resolution record of the environmental response to climatic variations during the Last Interglacial–Glacial cycle in Central Europe: the loess–palaeosol sequence of Dolní Věstonice (Czech Republic), *Quaternary Science Reviews* 67, 17-38.
- Basarin, B., Bugge, B., Hambach, U., Marković, S.B., Dhand, K.O., Kovačević, A., Stevens, T., Guo, Z., Lukić, T., 2014. Time-scale and astronomical forcing of Serbian loess–paleosol sequences. *Global and Planetary Change* 122, 89-106.
- Bokhorst, M., Vandenberghe, J., Sumegi, P., Lanzoni, M., Gerasimenko, N., Matviishina, Zh., Markovich, S., Frechen, M., 2011. Atmospheric circulation patterns in central and eastern Europe during the Weichselian pleniglacial inferred from loess grain-size record. *Quaternary International* 1-2, 62-74.
- Bond, G.C., Broecker, W., Johnsen, S., McManus, J., Labeyrie, L., Jouzel, J., Bonani, G., 1993. Correlations between climate records from North Atlantic sediments and Greenland ice. *Nature* 365, 143-147.

- 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.
- Buggle, B., Hambach, U., Glaser, B., Gerasimenko, N., Marković, S., Glaser, I., Zöller, L., 2009. Stratigraphy, and spatial and temporal paleoclimatic trends in Southeastern/Eastern European loess–paleosol sequences. *Quaternary International* 196, 86-106.
- Buylaert, J.P., Huot, S., Murray, A.S., Van den haute, P., 2011. Infrared stimulated luminescence dating of an Eemian (MIS 5e) site in Denmark using K-feldspar. *Boreas* 40, 46-56.
- Buylaert, J.P., Jain, M., Murray, A.S., Thomsen, K.J., Thiel, C., Sohbati, R., 2012. A robust feldspar luminescence dating method for Middle and Late Pleistocene sediments. *Boreas* 41, 435-451.
- Constantin, D., Begy, R., Vasiliniuc, S., Panaiotu, C., Necula, C., Codrea, V., Timar-Gabor, A., 2014. High resolution OSL dating of the Costinești section Romania using fine and coarse quartz. *Quaternary International* 334-335, 20-29.
- Constantin, D., Camenita, A., Panaiotu, C., Necula, C., Codrea, V., Timar-Gabor, A., 2015. Fine and coarse-quartz SAR-OSL dating of Last Glacial loess in Southern Romania. *Quaternary International* 357, 33-43.
- Constantin, D., Veres, D., Panaiotu, C., Anechitei-Deacu, V., Groza, S.M., Begy, R., Kelemen, S., Buylaert, J.-P., Hambach, U., Marković, S.B., Gerasimenko, N., Timar-Gabor, A. 2019. Luminescence age constraints on the Pleistocene-Holocene transition recorded in loess sequences across SE Europe. *Quaternary Geochronology* 49, 71-77.
- Dansgaard, W., Johnsen, S., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N., Hammer, C.U., Oeschger, H., 1984. North Atlantic climatic oscillations revealed by deep Greenland ice cores. In: Hansen, J.E., Takahashi, T. (Eds.), *Climate Processes and Climate Sensitivity*. American Geophysical Union, Washington DC, 288-298.
- Dansgaard, W., Johnsen, S.J., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N.S., Hammer, C.U., Hvidberg, C.S., Steffensen, J.P., Sveinbjörnsdottir, 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.
- Dearing, J.A., Dann, R.J.L., Hay, K., Lees, J.A., Loveland, P.J., Maher, B.A., O’Grady, K., 1996. Frequency-dependent susceptibility measurements of environmental materials. *Geophysical Journal International* 124, 228-240.
- Dong, Y., Wu, N., Li, F., Huang, L., Wen, W., 2015. Time-transgressive nature of the magnetic susceptibility record across the Chinese Loess Plateau at the Pleistocene/ Holocene transition. *PLoS One* 10, e0133541.

- Duller, G.A.T., 2003. Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements. *Radiation Measurements* 37, 161-165.
- Fu, X., and Li, S-H., 2013. A modified multi-elevated-temperature post IR-IRSL protocol for dating Holocene sediments using K-feldspar. *Quaternary Geochronology* 17, 44-54.
- Fuchs, M., Kreutzer, S., Rousseau, D.D., Antoine, P., Hatté, C., Lagroix, F., Moine, O., Gauthier, C., Svoboda, J., Lisá, L., 2012. The loess sequence of Dolní Věstonice (Czech Republic): a new OSL based chronology of the Last Climatic Cycle. *Boreas* 42, 664-677.
- Gerasimenko, N.P., 2004. Rozvytok zonal'nyh landshaftiv chetvertynnoho periodu v Ukraina (Quaternary evolution of zonal paleoecosystems in Ukraine). Geographical Institute of National Ukrainian Academy of Sciences, Kyiv (in Ukrainian).
- Gerasimenko, N., 2006. Upper Pleistocene loess-palaeosol and vegetational successions in the Middle Dnieper Area, Ukraine. *Quaternary International* 149, 55-66.
- Gerasimenko, N., and Rousseau, D.-D., 2008. Stratigraphy and paleoenvironments of the Last Pleniglacial in the Kyiv loess region (Ukraine). *Quaternaire* 19, 293-307.
- Gerasimenko, N., 2011. Climatic and environmental oscillations in southeastern Ukraine from 30 to 10 ka, inferred from pollen and lithopedology. *Geology and geoarchaeology of the Black Sea region: beyond the Flood hypothesis. Geological Society of America Special Papers* 473, 117-132.
- Gozhik, P.F., Shelkopyas, V.M., Komar, M.S., Matviishina, Zh.M., Perederiy, V.I., 2000. Putivnyk X Pol'sko-Ukrainskogo seminaru „Koreluatsia lesiv i lyodovkovykh vidkladiv Pol'shchi ta Ukrainy (Excursion Guide of Xth Polish-Ukrainian Seminar "Correlation of loesses and glacial deposits of Poland and Ukraine"). Institute of Geological Sciences, Kyiv.
- Gozhik, P., Matviishina, Zh., Shelkopyas, V., Palienko, V., Rekovets, L., Gerasimenko, N., Korniets, N., 2001. The Upper and Middle Pleistocene of Ukraine. In: *The Ukraine Quaternary Explored: The Middle and Upper Pleistocene of the Middle Dnieper Area and its Importance for the East-West Correlation, Volume of Abstracts. IGS NASU, Kyiv*, 32-34.
- Gozhik, P., Komar, M., Lančzont, M., Fedorovicz, S., Bogucki, A., Mroczek, P., Prylypko, S., Kusiak, J., 2014. Paleoenvironmental history of the Middle Dnieper Area from the Dnieper to Weichselian Glaciation: a case study of the Maxymivka loess profile. *Quaternary International* 334-335, 94-111.
- Groote, P.M., Stuiver, M., White, W.C., Johnsen, S., Jouzel, J., 1993. Comparison of oxygen isotope records from the GISP2 and GRIP Greenland Ice cores. *Nature* 366, 552-554.
- Guérin, G., Mercier, N., Adamiec, G., 2011. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL*, 29, 5-8.
- Haase, D., Fink, J., Haase, G., Ruske, R., Pécsi, M., Richter, H., Altermann, M., Jäger, K-D., 2007. Loess in Europe - its spatial distribution based on a European Loess Map, 1:2500000. *Quaternary Science Reviews* 26, 1301-1312.

- Heinrich, H., 1988. Origin and consequences of cyclic ice rafting in the northeast Atlantic ocean during the past 130,000 years. *Quaternary Research* 29, 142-152.
- Huntley, D.J., Godfrey-Smith, D.I., Thewalt, M.L.W., 1985. Optical dating of sediments. *Nature* 313, 105-107.
- Huntley, D.J., and Lamothe, M., 2001. Ubiquity of anomalous fading in K-feldspars and the measurement and correction for it in optical dating. *Canadian Journal of Earth Sciences* 38, 1093-1106.
- ISO 13320, 2009. Particle size analysis - Laser diffraction methods. International Organization for Standardization, Geneva.
- Johnson, W.C., and Willey, K.L., 2000. Isotopic and rock magnetic expression of environmental change at the Pleistocene-Holocene transition in the central Great Plains. *Quaternary International* 67, 89-106.
- Jordanova, D., and Petersen, N., 1999. Palaeoclimatic record from a loess-soil profile in northeastern Bulgaria-II. Correlation with global climatic events during the Pleistocene. *Geophysical Journal International* 138, 533-540.
- Kadereit, A., and Wagner, G., 2014. Geochronological reconsideration of the eastern European key loess section at Stayky in Ukraine. *Climate of the Past* 10, 783-796.
- Krupskiy, N.K., and Polupan, N.I., 1979. *Atlas pochv Ukrainskoy SSR (Soil Atlas of the Ukrainian SSR)*. Urozhay, Kiev (in Ukrainian).
- Kuzila, M.S., 1995. Identification of multiple loess units within modern soils of Clay County. Nebraska. *Geoderma* 65, 45-47.
- Lai, Z.P., and Wintle, A.G., 2006. Locating the boundary between the Pleistocene and the Holocene in Chinese loess using luminescence. *The Holocene* 16, 893-99.
- Lapp, T., Kook, M., Murray, A.S., Thomsen, K.J., Buylaert, J.-P., Jain, M., 2015. A new luminescence Detection and Stimulation Head for the Risø TL/OSL reader. *Radiation Measurement* 81, 178-184.
- Li, B., and Li, S.H., 2011. Luminescence dating of K-feldspar from sediments: A protocol without anomalous fading correction. *Quaternary Geochronology* 6, 468-479.
- Lisiecki, L.E., and Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $\delta^{18}\text{O}$ records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- Maher, B.A., Thompson, R., Zhou, L.P., 1994. Spatial and temporal reconstructions of changes in the Asian palaeomonsoon: a new mineral magnetic approach. *Earth and Planetary Science Letters* 125, 461-471.
- Marković, S.B., Timar-Gabor, A., Stevens, T., Hambach, U., Popov, D., Tomić, N., Obreht, I., Jovanović, M., Lehmkuhl, F., Kels, H., Marković, R., Gavrilov, M.B., 2014. Environmental dynamics and luminescence chronology from the Orlovat loess-palaeosol sequence (Vojvodina, northern Serbia). *Journal of Quaternary Science* 29, 189-199.

- 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.
- Marković, S.B., Stevens, T., Vandenberghe, J., Veres, D., Újvári, G., Timar-Gabor, A., Zeeden, C., Guo, Z., Hao, Q., Obrecht, I., Hambach, U., Wu, H., Gavrilov, M.B., Rolf, C., Tomić, N., Lehmkuhl, F., 2018. Loess correlations - between myth and reality. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 509, 4-23.
- Mason, J.A., Miao, X.D., Hanson, P.R., Johnson, W.C., Jacobs, P.M., Goble, R. J., 2008. Loess record of the Pleistocene-Holocene transition on the northern and central Great Plains, USA. *Quaternary Science Reviews* 27, 1772-1783.
- Mejdahl, V., 1979. Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains. *Archaeometry* 21, 61-72.
- Miao, X., Mason, J.A., Goble, R.J., Hanson, P.R., 2005. Loess record of dry climate and aeolian activity in the early-to mid-Holocene, central Great Plains, North America. *The Holocene* 15, 339-346.
- Miao, X., Mason, J.A., Johnson, W.C., Wang, H., 2007a. High-resolution proxy record of Holocene climate from a loess section in Southwestern Nebraska, USA. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 245, 368-381.
- Miao, X.D., Mason, J.A., Swinehart, J.B., Loope, D.B., Hanson, P.R., Goble, R.J., Liu, X.D., 2007b. A 10,000-yr record of dune activity, dust storms, and severe drought in the central Great Plains, U.S.A. *Geology* 35, 119-122.
- Muhs, D.R., McGeehin, J.P., Beann, J., Fisher, E., 2004. Holocene loess deposition and soil formation as competing processes, Matanuska Valley, southern Alaska. *Quaternary Research* 61, 265-276.
- Muhs, D.R., 2013. Loess and its Geomorphic, Stratigraphic, and Paleoclimatic Significance in the Quaternary, in: *Treatise on Geomorphology*. Academic Press, San Diego, 149-183.
- Murray, A.S., and Wintle, A.G., 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32, 57-73.
- Murray, A.S. and Wintle, A.G., 2003. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements* 37, 377-381.
- National Research Council, 2001. *Abrupt Climate Change: Inevitable Surprises* (National Academies Press).
- Necula, C., Panaiotu, C., Heslop, D., Dimofte, D., 2013. Climatic control of magnetic granulometry in the Mircea Vodă loess/paleosol sequence (Dobrogea, Romania). *Quaternary International* 293, 5-14.

- Necula, C., Dimofte, D., Panaiotu, C., 2015. Rock magnetism of a loess-palaeosol sequence from the western Black Sea shore (Romania). *Geophysical Journal International* 202 (3), 1733-1748.
- Nesbitt, H.W., and Young, G.M., 1982. Early Proterozoic climates and plate motions inferred from major element chemistry of lutites. *Nature* 299, 715-717.
- Obrecht, I., Hambach, U., Veres, D., Zeeden, C., Böskén, J., Stevens, T., Marković, S.B., Klasen, N., Brill, D., Burow, C., Lehmkuhl, F., 2017. Shift of large-scale atmospheric systems over Europe during late MIS 3 and implications for Modern Human dispersal. *Scientific Reports* 7, 5848.
- Özer, M., Orhan, M., Işık, N.S., 2010. Effect of Particle Optical Properties on Size Distribution of Soils Obtained by Laser Diffraction. *Environmental & Engineering Geoscience* 16, 163-173.
- Porter, S.C., 2001. Chinese loess record of monsoon climate during the last glacial–interglacial cycle. *Earth-Science Reviews* 54, 115-128.
- Porter, S.C., and An, Z.S., 1995. Correlation between climate events in the North Atlantic and China during the last glaciation. *Nature* 375, 305-308.
- Prescott, J.R., Hutton, J.T., 1994. Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: Large depths and long term variations. *Radiation Measurements* 23, 497-500.
- Pye, K., 1987. *Aeolian Dust and Dust Deposits*. San Diego, CA: Academic Press, 334 p.
- Rasmussen, S.O., Bigler, M., Blockley, S.P., Blunier, T., Buchardt, 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., Vallenga, 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, 9-13.
- Roberts, H.M., Wintle, A.G., Maher, B.A., Hu, M., 2001. Holocene sediment-accumulation rates in the western Loess Plateau, China, and a 2500-year record of agricultural activity, revealed by OSL dating. *The Holocene* 11, 477–483.
- Roberts, H.M., Muhs, D.R., Wintle, A.G., Duller, G.A.T., Bettis III, E.A., 2003. Unprecedented last glacial mass accumulation rates determined by luminescence dating of loess from western Nebraska. *Quaternary Research* 59, 411-419.
- Rousseau, D.-D., Gerasimenko, N., Matviishina, Zh., Kukla, G., 2001. Late Pleistocene environments of Central Ukraine. *Quaternary Research* 56, 349-356.
- Rousseau, D.-D., Antoine, P., Hatté, C., Lang, A., Zöller, L., Fontugne, M., Ben Othman, D., Luck, J.-M., Moine, O., Labonne, M., Bentaleb, I., Jolly, D., 2002. Abrupt millennial climatic changes from

- Nussloch (Germany) Upper Weichselian eolian records during the last glaciation. *Quaternary Science Reviews* 21, 1577-1582.
- Rousseau, D.-D., Sima, A., Antoine, P., Hatté, C., Lang, A., Zöller, L., 2007. Link between European and North-Atlantic abrupt climate changes over the last glaciation. *Geophysical Research Letters* 34, L22713.
- Rousseau, D.-D., Antoine, P., Gerasimenko, N., Sima, A., Fuchs, M., Hatté, C., Moine, O., Zoeller, L., 2011. North Atlantic abrupt climatic events of the last glacial period recorded in Ukrainian loess deposits, *Climate of the Past* 7, 221-234.
- Rousseau, D.-D., Boers, N., Sima, A., Svensson, A., Bigler, M., Lacroix, F., Taylor, S., Antoine, P., 2017b. (MIS3 & 2) millennial oscillations in Greenland dust and Eurasian aeolian records – A paleosol perspective. *Quaternary Science Reviews* 169, 99-113.
- Ruth, U., Bigler, M., Röthlisberger, R., Siggaard-Andersen, M.-L., Kipfstuhl, S., Goto-Azuma, K., Hansson, M.E., Johnsen, S.J., Lu, H., Steffensen, J.P., 2007. Ice core evidence for a very tight link between North Atlantic and east Asian glacial climate. *Geophysical Research Letters* 34, L03706.
- Schulte, P., Lehmkuhl, F., Steininger, F., Loibl, D., Lockot, G., Protze, J., Fischer, P., Stauch, G., 2016. Influence of HCl pretreatment and organo-mineral complexes on laser diffraction measurement of loess-paleosol-sequences. *CATENA* 137, 392-405.
- Schulz, H., von Rad, U., Erlenkeuser, H., 1998. Correlation between Arabian Sea and Greenland climate oscillations of the past 110,000 years. *Nature* 393, 54–57.
- Sima, A., Rousseau, D.-D., Kageyama, M., Ramstein, G., Schulz, M., Balkanski, Y., Antoine, P., Dulac, F., Hatté, C., 2009. Imprint of North-Atlantic abrupt climate changes on western European loess deposits as viewed in a dust emission model, *Quaternary Science Reviews* 28, 2851-2866.
- Sima, A., Kageyama, M., Rousseau, D.D., Ramstein, P., Balkanski, Y., Antoine, P., Hatté, C., 2013. Modeling dust emission response to North Atlantic millennial- scale climate variations from the perspective of East European MIS 3 loess deposits. *Climate of the Past* 9, 1385-1402.
- Singer, M.J., and Verosub, K.L., 2007. Mineral magnetic analysis. In: Elias, S. (Ed.). *The Encyclopedia of Quaternary Sciences*. Elsevier, Amsterdam, 2096-2102.
- Sirenko, N.A., and Turlo S.I., 1986. Razvitie pochv i rastitel'nosti Ukrainy v plitsene i pleistocene (Soil and vegetational development in Ukraine during the Pliocene and Pleistocene). *Naukova Dumka, Kyiv* (in Russian).
- SPECTRO, 2007. Analysis of trace elements in geological materials, soils and sludges prepared as pressed pellets, Report XRF. SPECTRO.

- Stevens, T., Armitage, S.J., Lu, H.Y., Thomas, D.S.G., 2006. Sedimentation and diagenesis of Chinese loess: implications for the preservation of continuous, high-resolution climate records. *Geology* 34, 849-852.
- Stevens, T., Markovic, S.B., Zech, M., Hambach, U., Sümege, P., 2011. Dust deposition and climate in the Carpathian Basin over an independently dated last glacial-interglacial cycle. *Quaternary Science Reviews* 30, 662-681.
- Sun, Y.B., Clemens, S.C., Morrill, C., Lin, X.P., Wang, X.L., An, Z.S., 2012. Influence of Atlantic meridional overturning circulation on the East Asian winter monsoon. *Nature Geoscience* 5, 46-49.
- Svensson, A., Andersen, K.K., Bigler, B., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Davies, S.M., Johnsen, S.J., Muscheler, R., Rasmussen, S.O., Röthlisberger, R., Steffensen, J.P., Vinther, B.M., 2006. The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15–42 ka. Part 2: comparison to other records. *Quaternary Science Reviews* 25, 3258-3267.
- 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., Roethlisberger, 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.
- Tecsa, V., Gerasimenko, N., Veres, D., Hambach, U., Lehmkuhl, F., Schulte, P., Timar-Gabor, A., 2020a. Revisiting the chronostratigraphy of Late Pleistocene loess-paleosol sequences in southwestern Ukraine: OSL dating of Kurortne section. *Quaternary International* 542, 65-79.**
- Tecsa, V., Mason, J.A., Johnson, W.C., Miao, X., Constantin, D., Radu, S., Magdas, D.A., Veres, D., Marković, S.B., Timar-Gabor, A., 2020b. Latest Pleistocene to Holocene loess in the central Great Plains: Optically stimulated luminescence dating and multi-proxy analysis of the Enders loess section (Nebraska, USA). *Quaternary Science Reviews* 229, 106130.**
- Thiel, C., Buylaert, J.P., Murray, A.S., Terhorst, B., Hofer, I., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2011. Luminescence dating of the Stratzing loess profile (Austria) - testing the potential of an elevated temperature post-IR IRSL protocol. *Quaternary International* 234, 23-31.
- Thomsen, K.J., Bøtter-Jensen, L., Denby, P.M., Moska, P., Murray, A.S., 2006. Developments in luminescence measurement techniques. *Radiation Measurements* 41, 768-773.
- Timar, A., Vandenberghe, D., 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.
- Timar-Gabor, A., Vandenberghe, D.A.G., Vasiliniuc, S., 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, S., 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-Gabor, A., Constantin, D., Marković, S.B., Jain, M., 2015. Extending the area of investigation of fine versus coarse quartz optical ages from the Lower Danube to the Carpathian Basin. *Quaternary International* 388, 168-176.
- Timar-Gabor, A., Buylaert, J.-P., Guralnik, B., Trandafir-Antohei, O., Constantin, D., Anecitei-Deacu, V., Jain, M., Murray, A.S., Porat, N., Hao, Q., Wintle, A.G., 2017. On the importance of grain size in luminescence dating using quartz. *Radiation Measurements* 106, 464-471.
- Újvári, G., Kok, J.F., Varga, G., Kovács, J., 2016. The physics of wind-blown loess: Implications for grain size proxy interpretations in Quaternary paleoclimate studies. *Earth-Science Reviews* 154, 247-278.
- Vandenberghe, J., Renssen, H., van Huissteden, K., Nugteren, G., Konert, M., Lu, H., Dodonov, A., Buylaert, J.-P., 2006. Penetration of Atlantic westerly winds into central and East Asia. *Quaternary Science Reviews* 25, 2380-2389.
- Vandenberghe, D.A.G., De Corte, F., Buylaert, J.-P., Kučera, J., Van den haute, P., 2008. On the internal radioactivity in quartz. *Radiation Measurements* 43, 771-775.
- Veres, D., Tecsá, V., Gerasimenko, N., Zeeden, C., Hambach, U., Timar-Gabor, A., 2018. Short-term soil formation events in last glacial East European loess, evidence from multi-method luminescence dating. *Quaternary Science Review* 200, 34–51.**
- Verosub, K.L., Fine, P., Singer, M.J., TenPas, J., 1993. Pedogenesis and paleoclimate: interpretation of the magnetic susceptibility record of Chinese loess–paleosol sequences. *Geology* 21, 1011-1014.
- Wintle, A.G., 1973. Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples. *Nature* 245, 143-144.
- Wintle, A.G., and 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.
- Zeeden, C., Kels, H., Hambach, U., Schulte, P., Protze, J., Eckmeier, E., Marković, S.B., Klasen, N., Lehmkuhl, F., 2016. Three climatic cycles recorded in a loess-palaeosol sequence at Semlac (Romania) – Implications for dust accumulation in south-eastern Europe. *Quaternary Science Reviews* 154, 130-142.
- Zeeden, C., Hambach, U., Veres, D., Fitzsimmons, K., Obrecht, I., Böskén, J., Lehmkuhl, F., 2018. Millennial scale climate oscillations recorded in the Lower Danube loess over the last glacial period. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 509, 164-181.

Zhao, G.Y., Liu, X.M., Chen, Q., Lü, B., Niu, H.W., Liu, Z., Li, P.Y., 2013. Paleoclimatic evolution of Holocene loess and discussion of the sensitivity of magnetic susceptibility and median diameter. *Quaternary International* 296, 160-167.