



Universitatea Babeș-Bolyai Cluj-Napoca

Facultatea de Știința și Ingineria Mediului

Revizitarea cronologiilor prin luminescență
stimulate optic a master secțiunilor de loess-
paleosol din Europe și mai departe

- Rezumatul tezei de doctorat -

ȘTEFANA-MĂDĂLINA GROZA (SĂCACIU)

Conducător de doctorat: Prof. Dr. Alida Gabor

Cluj-Napoca 2020

Cercetarea discutată în teza curentă a fost realizată în primul rând în cadrul Centrului de Radioactivitate Naturală și Datăre Nucleară, Institutul de Cercetări Interdisciplinare în Bio-Nano-Științe, Universitatea Babeș-Bolyai din Cluj-Napoca, România.

Ștefana-Mădălina Groza (Săcaci) a urmat un stagiul de cercetare (trei luni în total) în cadrul Laboratorului Nordic de Datăre prin Luminescență (Danemarca), iar parte din cercetarea prezentată în teza curentă a fost realizată în timpul acestui stagiul.

Ștefana-Mădălina Groza (Săcaci) a beneficiat de sprijin financiar oferit de:

- ❖ Autoritatea Națională pentru Cercetare Științifică CNCS-UEFISCDI prin proiectul PN-II-RU-TE-2014-4-1772.
- ❖ Autoritatea Națională pentru Cercetare Științifică, PN-III-P3-3.6-H2020-2016-0015 număr contract 7/2016.
- ❖ Consiliul European pentru Cercetare prin programul de cercetare și inovare "Horizon 2020" al Uniunii Europene, proiect ERC-2015-StG (număr grant [678106]).
- ❖ EEA-RO-NO-2018-0126 contract nr. 3/2019 "Depozitele din peșteri ca arhive ale schimbărilor climatice și ambientale. Centru de Excelență în cercetarea speologică".

CONTENTS

6 INTRODUCERE

- 6 Studiu de datare prin luminescență stimulată optic efectuat pe secțiuni de loess-paleosol într-un context paleoenvironmental și arheologic
- 7 Structura tezei

8 1. IMPOTANȚA SECȚIUNILOR DE LOESS-PALEOSOL

- 8 1.1 Loessul -descriere generală
 - 8 1.1.1 Definiția loessului
 - 8 1.1.2 Originea depozitelor de loess
 - 8 1.1.3 Mineralogie și geochimie
 - 9 1.1.4 Sedimentologie și stratigrafie
 - 9 1.1.5 Distribuția depozitelor de loess la nivel global
- 10 1.2 Secvențele de loess-paleosol ca arhive terestre ale Cuaternarului
 - 10 1.2.1 Importanța paleoenvironmentală
 - 11 1.2.2 Importanța arheologică
 - 11 1.2.3 Secțiuni importante de loess-paleosol

13 2. CONCEPTE DE BAZĂ ÎN DATAREA PRIN LUMINESCENȚĂ STIMULATĂ OPTIC

- 13 2.1 Principii generale
- 13 2.2 Mecanisme de producere a luminescenței
- 14 2.3 Măsurători efectuate în laborator pentru obținerea vârstei
 - 14 2.3.1 Obținerea dozei echivalente
 - 14 2.3.2 Obținerea dozei anuale
- 15 2.4 Minerale utilizate în datarea prin luminescență a sedimentelor - studiu de caz pe cuarț
 - 15 2.4.1 Originea și structura cuarțului
 - 15 2.4.2 Modelul bazat pe nivele energetice pentru cuarț
 - 16 2.4.3 Prepararea probelor și a alicotelor
 - 16 2.4.4 Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)
 - 16 2.4.5 Datarea OSL folosind protocolul SAR pentru măsurarea cuarțului - puncte forte și provocări

3. INVESTIGAȚII ALE SITURILOR DE LOESS-PALEOSOL DE IMPORTANȚĂ PALEOENVIRONMENTALĂ UTILIZÂND LUMINESCENȚA STIMULATĂ OPTIC

- 18 3.1 Protocoale de datare uni-alicotă regenerativ (SAR) al luminescenței stimulate optice utilizând cuarț de diferite dimensiuni: revizitarea cronologiei de la secțiunea master de loess-paleosol Mircea Vodă, România
- 18 3.1.1 Introducere
- 18 3.1.2 Localizare și importanță
- 18 3.1.2.1 Stratigrafie
- 19 3.1.2.2 Studii anterioare despre secțiunea Mircea Vodă
- 19 3.1.2.3 Caracteristici și comportament ale luminescenței
- 20 3.1.3 Studiu curent pentru Mircea Vodă
- 20 3.1.3.1 Prelevarea probelor, prelucrare și facilități analitice
- 20 3.1.3.2 Măsurători de luminescență
- 23 3.1.4 Vârste și discuții
- 25 3.2. Studiu preliminar de luminescență stimulate optic al tranziției Pleistocen/Holocen înregistrată în secvențe de loess-paleosol din bazinul de jos al Dunării
- 25 3.2.1 Introducere
- 25 3.2.2 Situl investigat și prelevarea probelor
- 25 3.2.3 Datarea optică
- 25 3.2.3.1 Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de măsurare
- 26 3.2.3.2 Dependența dozei echivalente în funcție de tratamentul termic
- 26 3.2.3.3 Determinarea dozelor echivalente
- 26 3.2.3.4 Testul de recuperare a dozei
- 26 3.2.4 Vârstele OSL și discutarea evaluării tranziției Pleistocen/Holocen
- 29 3.3 Datarea prin luminescență stimulate optic al solului Holocen (So) de la master secțiunea Luochuan, China - rezultate preliminare
- 29 3.3.1 Introducere
- 29 3.3.2 Situl investigat și prelevarea probelor
- 29 3.3.3 Datarea optică
- 29 3.3.3.1 Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de măsurare
- 30 3.3.3.2 Determinarea dozelor echivalente
- 30 3.3.3.3 Testul de recuperare a dozei
- 30 3.3.4 Vârste OSL și rezultate preliminare

32 4. INVESTIGAȚII ALE SITURILOR DE LOESS-PALEOSOL DE IMPORTANTĂ ARHEOLOGICĂ UTILIZÂND LUMINESCENȚA STIMULATĂ OPTIC

- 32 4.1 Vârste obținute prin luminescență stimulată optic pentru situl Krems-
Wachtberg aparținând Paleoliticului superior
 - 32 4.1.1 Introducere
 - 32 4.1.2 Situl investigat și colectarea probelor
 - 32 4.1.3 Metode analitice și protocoale utilizate pentru măsurători
 - 33 4.1.4 Datarea optică
 - 33 4.1.4.1 Prepararea probelor
 - 33 4.1.4.2 Doze echivalente - comportament și caracteristici ale
luminescenței
 - 33 4.1.4.2.1 OSL în regim de stimulare constantă
 - 33 4.1.4.2.2 Testul de recuperare a dozei
 - 33 4.1.4.2.3 OSL în regim de stimulare în pulsuri
 - 34 4.1.4.2.4 Caracteristici de saturație ale curbelor doză-răspuns
 - 34 4.1.4.2.5 Influența diferitelor tratamente termice
 - 34 4.1.4.3 Vârste OSL
 - 37 4.1.5 Discuții și concluzie

- 38 4.2 Revizitarea sitului Kammern-Grubgraben - Primele rezultate ale investigațiilor
reluate la un sit cunoscut aparținând LGM localizat în estul Austriei
 - 38 4.2.1 Introducere
 - 38 4.2.2 Situl investigat și colectarea probelor
 - 38 4.2.3 Datare optică
 - 38 4.2.3.1 Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de
măsurare
 - 38 4.2.3.2 Doze echivalente - comportament și caracteristici ale
luminescenței
 - 39 4.2.3.3 Vârste OSL
 - 41 3.2.4 Rezultate și discuții

42 SUMAR ȘI CONCLUZII

44 BIBLIOGRAFIE

Cuvinte cheie: datare prin luminescență; luminescență stimulată optic (OSL); cuarț fin; cuarț grosier; susceptibilitate magnetică; master secțiuni de loess-paleosol; importanța paleoenvironmentală și arheologică a loessului; tranziția Pleistocen/Holocen.

INTRODUCERE

- **Studiu de datare prin luminescență stimulată optic efectuat pe secțiuni de loess-paleosol într-un context paleoenvironmental și arheologic**

Progresele recente privind tehnicile de datare prin luminescență au reușit să revoluționeze știința cuaternară, permițând datarea diverselor sedimente și artefacte într-un mod inedit. În timp ce aplicarea termoluminiscenței (TL) continuă, progresele actuale sunt în principal asociate cu luminescența stimulată optic (OSL). De când Huntley și colab. (1985) au introdus principiul datării OSL în urmă cu 35 de ani, s-a dezvoltat o legătură strânsă cu cercetarea loessului pentru a interpreta evenimentele din timpul Cuaternarului. Cuaternarul acoperă ultimii ~2,6 Ma și include două epoci: Pleistocenul și Holocenul, fiind cunoscut nu doar pentru schimbările climatice și efectele acestora asupra mediului, cât și pentru evoluția oamenilor.

Datarea prin luminescență stimulată optic este considerată a fi o tehnică ideală pentru depozitele de loess-paleosol. Mineralele utilizate în OSL sunt cuarțul și feldspatul, acestea fiind cele mai abundente minerale din scoarța continentală a Pământului și acționează ca dozimetre naturale, stocând energia în timpul expunerii la radiațiile naturale. Metoda obișnuită care se utilizează în datarea prin luminescență stimulată optic este protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle 2000, 2003). Cu toate acestea, au apărut mai multe probleme în urma utilizării protocolul SAR pe granule de cuarț.

Studiile recente au raportat vârste subestimate pentru probe mai vechi de 70 ka (e.g. Murray și colab., 2007; Buylaert și colab., 2007; Timar și colab., 2010). Vârstele obținute pe cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) din secțiunile din România par să subestimeze vârstele reale, cuarțul fin indicând o subestimare mai rapidă și mai severă (e.g. Timar-Gabor și colab., 2011; Constantin și colab., 2015). De asemenea, este important de menționat faptul că la scară globală, pentru probe mai vechi de 40 ka (Timar-Gabor și colab., 2017) și chiar mai tinere de 30 ka (Groza-Săcaciuc și colab., 2020), s-au raportat rezultate diferite pentru dozele echivalente obținute pe cele două fracțiuni de cuarț, cu valori sistematic mai mari pentru granulele grosiere (63-90 μm). Mai mult, investigând caracteristicile de saturație pentru granulele de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) (Constantin și colab., 2012; Timar-Gabor și colab., 2012, 2015b), s-a observat o diferență între curbele doză răspuns pentru cele două fracțiuni la doze mai mari de ~100 Gy, cuarțul fin (4-11 μm) prezentând caracteristici de saturație mai mari. Nu în ultimul rând, s-a observat

o discrepanță între curbele doză-răspuns naturale și cele de laborator pentru cele două fracțiuni de cuarț (Timar-Gabor și Wintle, 2013; Timar-Gabor și colab., 2015b; Constantin și colab., 2015). Până în prezent, toate aceste observații experimentale nu au fost explicate într-un mod comprehensiv. Este clar faptul că nu este suficient să luăm în considerare doar o singură fracțiune de cuarț pentru a obține cronologii OSL cu acuratețe, deoarece este esențială obținerea vârstelor de încredere pentru a evalua evenimentele din timpul Cuaternarului.

Această teză prezintă rezultate ce fac parte din proiectul de cercetare INTERTRAP - Integrated dating approach for terrestrial records of past climate using trapped charge methods (StG 678106, HORIZON 2020) finanțat de Consiliul European de Cercetare (ERC). Contribuția acestei teze se referă la investigații suplimentare privind rezultatele OSL perplexe raportate pe secțiunile de loess-paleosol din Europa și China precum și evaluarea tranziției Pleistocen/Holocen înregistrată în siturile de loess-paleosol. Un plus adăugat proiectului INTERTRAP a fost reprezentat de investigarea OSL a două situri arheologice din Austria (Krems-Wachtberg și Kammern-Grubgraben).

- **Structura tezei**

Teza de doctorat cuprinde 4 capitole principale. **Capitolul 1** prezintă o descriere generală a depozitelor de loess la nivel global precum și importanța acestora ca arhive terestre ale Cuaternarului, fiind prezentate mai multe secțiuni importante de loess-paleosol din Eurasia. **Capitolul 2** prezintă conceptele de bază ale datării prin luminiscentă stimulată optic și se focusează asupra utilizării protocolului SAR (Wintle și Murray 2000, 2003) pe cuarț. **Capitolul 3** prezintă rezultatele OSL obținute pentru trei situri importante de loess-paleosol, fiind structurat în 3 subcapitole. Primul subcapitol prezintă o nouă cronologie OSL a secțiunii de loess-paleosol Mircea Vodă precum și investigații suplimentare privind caracteristicile de saturație ale curbelor doză-răspuns construite la doze mari pentru granule de cuarț (Groza-Săcaciuc și colab., 2020). Al doilea subcapitol evaluează tranziția Pleistocen/Holocen înregistrată în siturile de loess-paleosol Râmnicu Sărat și Mircea Vodă (România) pe baza datelor SAR-OSL și a susceptibilității magnetice, rezultatele fiind comparate cu alte două situri regionale - Roxolany (Ucraina) și Mošorin (Serbia) precum și cu înregistrările din carotele marine și de gheață (Constantin și colab., 2019). Al treilea subcapitol prezintă rezultate preliminare obținute pentru secțiunea Luochuan (China), care vor face parte din publicațiile viitoare. **Capitolul 4** prezintă rezultatele OSL obținute pe două situri de loess-paleosol din Austria ce au conservat descoperiri arheologice importante - Krems-Wachtberg (**subcapitolul 4.1**; Groza și colab., 2019) și Kammern-Grubgraben (**subcapitolul 4.2**; Händel și colab., 2020).

1. IMPORTANȚA SECȚIUNILOR DE LOESS-PALEOSOL

1.1. Loessul – descriere generală

1.1.1. Definiția loessului

În ultimul deceniu, a apărut un interes tot mai mare asupra studiului interdisciplinar al prafului, deoarece s-a stabilit că praful are un impact semnificativ asupra radiației globale și a balanței de carbon și poate fi de asemenea considerat un indicator al schimbărilor paleoclimatice prin intermediul înregistrărilor geologice (Muhs, 2013). În timp ce termenul „praf” se referă la particulele solide găsite în suspensie într-un mediu gazos (Pye, 1987), tipul de praf specific care se acumulează sub formă de sedimente terestre fiind cunoscut sub numele de loess. Au existat numeroase încercări de a defini termenul de „loess” (Roberts, 2008), versiunea simplificată fiind aceea a unui sediment dominat de silt, format din praf care a fost antrenat, transportat și depozitat de vânt (Pye 1987, 1995; Muhs, 2007).

1.1.2. Originea depozitelor de loess

În timp ce definiția loessului este încă un subiect de discuție, originea depozitelor de loess este considerată a fi și mai controversată, majoritatea dezbaterilor focusându-se asupra proceselor din spatele formării granulelor de silt. În prezent, cele două versiuni propuse sunt „modelul loessului glaciatic” și „modelul loessului deșertic” (Li și colab., 2020). Alte surse pentru fracțiuni granulometrice de silt, cum ar fi rocile sedimentare (în special șisturi și aleurit) sau cenușa vulcanică (în special în Islanda, Alaska, America de Sud și Noua Zeelandă) sunt adesea neglijate. Cu toate acestea, este foarte probabil ca depozitele de loess să fie rezultatul atât al proceselor non-glaciare, cât și al celor glaciare (Muhs și colab., 2014).

1.1.3. Mineralogie și geochimie

Mineralogia și geochimia depozitelor de loess sunt influențate de geologia zonelor din care provin (Muhs și Bettis, 2003). Frațiunile granulometrice de argilă sunt de obicei filosilicați, cum ar fi smectita, mica, vermiculitul, kaolinitul și cloritul. Granulele grosiere ($> 4 \mu\text{m}$) reprezintă minerale primare provenite din formarea rocilor magmatice, cum ar fi cuarț, K-feldspat, plagioclaz, calcit și dolomit (Muhs, 2013). Mineralele grele sunt de obicei prezente, dar numai în cantități mici. Din punct de vedere geochimic, SiO_2 se găsește în general în depozitele de loess între 55 și 65%, indicând dominanța cuarțului. Restul este reprezentat de feldspați (5-30%), mica (5-10%), carbonați (0-30%) și materiale argiloase (10-15%) (Pye, 1987).

1.1.4. Sedimentologie și stratigrafie

Granulele din sedimentele de tip loess pot avea o gamă largă de dimensiuni, fiind transportate prin suspensie pe termen scurt și lung și prin săltare (Pye, 1987). Dimensiunea granulelor este de obicei de 30 μm , cu nisip (63 μm - 2 mm) și argilă (\sim 4 μm) în cantități mai mici, iar granulele de tip silt (\sim 4-63 μm) în cantități mai mari (Pye, 1995; Roberts, 2008). Particulele de praf se pot depune prin depunere uscată, depunere umedă și vegetație (Pye, 1995).

În loess, structurile principale sunt subțiri și, în general, lipsesc. Structurile secundare datorate de faună și floră determină amestecarea materialului și a unităților geologice numită bioturbare. Secțiunile de loess cuprind de obicei alternanțe de orizonturi de sol, loess și pedogeneză, care ar trebui considerate ca procese concurente (Verosub și colab., 1993). În ceea ce privește orizonturile de sol, majoritatea cercetătorilor susțin modelul genezei solului „sus-jos”. Cu toate acestea, s-a dovedit că acest model nu este aplicabil zonelor înalte, unde acumularea de praf este mai frecventă. Acest lucru duce la creșterea ascendentă a profilului solului, descrisă sub denumirea de cumulare (Jacobs și Mason, 2007; Schaetzl și Šierson, 2005).

1.1.5. Distribuția depozitelor de loess la nivel global

Loessul acoperă aproximativ 10% din suprafețele continentale ale emisferei nordice și sudice (Pye, 1987). În Eurasia, siturile de loess sunt distribuite la o latitudine cuprinsă între 30 și 60° N (Muhs, 2007). În Europa, loessul este dispersat din Franța până în Rusia, adiacent rețelelor fluviale majore. În Asia, depozite semnificative de loess se găsesc în Siberia, Asia Centrală și China. China se remarcă prin faptul că prezintă cea mai extinsă și continuă zonă de loess (Platoul Central de Loess).

În America de Nord loessul se găsește sub formă de depozite extinse în zona Palouse, Snake River Plain, regiunea Marilor Câmpii și bazinul fluviului Mississippi, cu depozite discontinue prezente în Alaska și teritoriul Yukon (Canada) (Péwé, 1975; Bettis și colab., 2003; Busacca și colab., 2004). În ceea ce privește America de Sud, loessul se găsește în cea mai mare parte în regiunea Gran Chaco (nordul Argentinei, Paraguay și Bolivia) și în Pampasul din centrul Argentinei (Zárate, 2003). Africa și Orientul Mijlociu sunt lipsite de depozite extinse de loess, cu zone limitate de loess și similare loessului care se găsesc în Namibia, Nigeria, Libia, Tunisia, Insulele Canare, Insulele Capului Verde și Israel. Noua Zeelandă este de asemenea cunoscută ca având acumulări extinse de loess ce au fost intens studiate (Berryman, 1993; Eden și Hammond, 2003).

1.2. Secvențele de loess-paleosol ca arhive terestre ale Cuaternarului

1.2.1. Importanța paleoenvironmentală

Secvențele de loess-paleosol sunt considerate ca analogii la înregistrările din carotele marine și de gheață, fiind unele importante pentru obținerea informațiilor paleoenvironmentale privind Cuaternarul. S-a dovedit faptul că schimbările climatice majore prezintă o periodicitate influențată de ciclurile Milankovitch, mai precis de variații ale orbitei cauzate de precesie (19 ka, 23 ka), oblicitate (41 ka) și excentricitate (100 ka) (Milankovitch, 1949). Este cunoscut faptul că ciclul de 100 ka a condus la o climă rece cu dezvoltarea extinsă a ghețarilor (glaciare) și la o climă mai caldă (interglaciare). De asemenea oscilațiile climatice mai rapide au avut loc în ultimii 80 ka și sunt asociate cu evenimente caracteristice unei clime mai rece (stadiale) și mai caldă (interstadiale). În emisfera nordică, astfel de exemple de schimbări climatice abrupte sunt cunoscute sub denumirea de ciclurile Dansgaard-Oeschger (D-O) și evenimentele Heinrich.

Înțelegerea motivelor care stau la baza acestor variații climatice din trecut ar putea juca un rol important în prezicerea schimbărilor viitoare. În această privință, secvențele de loess-paleosol pot furniza informații paleoclimatice prin multiple metode științifice, loessul oferind informații despre perioadele glaciare iar paleosolurile despre perioadele interglaciare și interstadiale. Cea mai cunoscută metodă de investigație din anii 1980 a fost măsurarea proprietăților magnetice ale mineralelor, în special a susceptibilității magnetice (MS) (e.g. Kukla și An, 1989; Verosub și colab., 1993). Pentru Europa, China și America de Nord, această tehnică permite corelarea între secțiuni, deoarece numeroase studii în aceste regiuni au arătat un nivel ridicat al susceptibilității magnetice în paleosoluri și un nivel scăzut în loess (Kukla și colab., 1988; Kukla și An, 1989). Un alt avantaj al acestei tehnici este posibilitatea de a corela MS cu alte proxy-uri, cum ar fi conținutul de praf din gheața din Groenlanda și Antarctica și conținutul izotopilor de oxigen din carotele marine (Heller și Liu, 1984). Schimbările paleomagnetice ale câmpului geomagnetic produc de asemenea un cadru cronostratigrafic.

Se pot utiliza și proxy-uri biologice (de exemplu, lipide de la bacterii și ceruri vegetale) și geochimice (de exemplu, raportul izotopilor stabili, culoarea solului, analize granulometrice) pentru a furniza informații cu privire la schimbările paleoenvironmentale din depozitele de loess-paleosol. Cercetarea geocronologică poate fi realizată prin datarea cu radiocarbon și racemizarea aminoacizilor atunci când există fosile. Datarea directă a secvențelor loess-paleosol este posibilă prin metode bazate pe luminescență (termoluminescență și luminescență stimulată optic) precum și cu ajutorul metodei de rezonanță electronică de spin (ESR).

1.2.2. Importanța arheologică

Pe lângă faptul că este considerat o perioadă a schimbărilor climatice continue, Cuaternarul este de asemenea considerat ca fiind „Epoca oamenilor”. În timpul Pleistocenului timpuriu, genul Homo a apărut în Africa, răspândindu-se mai târziu pe tot globul și evoluând în Omul Modern Anatomic (AMH). Prin depozitele de loess mai extinse situate în general în apropierea rețelelor fluviale cu câmpii fertile, așezările umane preistorice au fost conservate în aceste depozite eoliene, mai ales în Europa și Asia. În Europa centrală și de est, de exemplu ratele ridicate de depozitare a loessului în timpul Pleistocenului mijlociu au condus la conservarea a numeroase situri arheologice (Dodonov și colab., 2006). În China, depozitele de loess sunt strâns corelate cu originea și dezvoltarea culturii chineze (Smalley, 1968; Dong și colab., 2012).

Faptul că loessul reprezintă un mediu cu un nivel scăzut de sedimentare și deține condiții general alcaline, ajută la conservarea artefactelor și a resturilor osoase (Zárate, 2016; Händel și colab., 2009). În plus, aspectul omogen al loessului conduce la o vizibilitate mai mare a rămășițelor arheologice în comparație cu diferite medii de sedimentare care nu sunt de natura eoliană (Zárate, 2016). Împreună cu informațiile paleoenvironmentale furnizate de secvențele loess-paleosol, cercetările pot să reconstruiască modurile de viață preistorice și să producă dezbateri pe termen lung, cum ar fi venirea în Europa a primului Homo modern (Conrad și Bolus, 2003; Mellars, 2011; Iovita și colab., 2014).

1.2.3. Secțiuni importante de loess-paleosol

Dintre toate depozitele de loess din întreaga lume, loessul din Eurasia reprezintă cea mai importantă arhivă terestră din Cuaternar, oferind unele dintre cele mai intens studiate secvențe de loess-paleosol (LPS). Aceste secvențe sunt considerate secțiuni importante, remarcabile prin semnificația lor paleoenvironmentală și arheologică.

În platoul de loess din China, unul dintre cel mai studiat și extins depozit de loess este Luochuan, prezentând o înregistrare a schimbărilor climatice pe durata a 2,5 Ma reprezentate prin peste 30 de alternanțe loess-paleosol. La acest sit, Heller și Liu (1984) și Kukla și An (1989) au observat variațiile susceptibilității magnetice în unitățile de loess și paleosol precum și corelația înregistrărilor magnetice cu raportul izotopilor de oxigen din carotele marine. Analizele multi-proxy (e.g. Zhisheng și colab., 1989; Zhang și colab., 2008; Nugteren și colab., 2004; Yang și colab., 2001) alături de datarea cu radiocarbon (T.S. Liu, 1985) și datarea prin luminiscentă (e.g. Y.C.Lu și colab., 2007) au oferit informații importante cu privire la schimbările

paleoclimatice și paleoenvironmentale determinate de musonul din Asia de Est și ciclurile Milankovitch, corelând secțiunea din punct de vedere geochimic cu alte LPS din Europa și Argentina.

În Europa, bazinul central și inferior al Dunării prezintă cele mai semnificative LPS din perioada Pleistocenului târziu (Bronger, 2003; Buggle și colab., 2009). Numeroase studii s-au focusat în special asupra depozitelor situate în regiunea Voivodina, în nordul Serbiei. Titel reprezintă un astfel de depozit de loess unde s-au efectuat numeroase studii (e.g. Bokhorst și colab., 2009; Bokhorst și Vșienberghe, 2009; Marković și colab., 2008). În România, Mircea Vodă este considerată o secțiune importantă datorită alternanței a 6 pedocomplexuri bine dezvoltate în lungime de 26 m grosime, acest sit fiind cercetat încă din anii 70 (e.g. Conea, 1969, 1970; Buggle și colab., 2008; Panaiotu și colab., 2001; Timar-Gabor și colab., 2011).

Roxolany (Ucraina) este cea mai importantă secvență de loess-paleosol din zona Mării Negre jucând un rol important în corelarea depozitelor de loess din Europa și China la scară regională și interregională, oferind informații paleoclimatice și paleoenvironmentale importante din perioada Pleistocenului (Nawrocki și colab., 2018). Stayky este o altă secțiune importantă din Ucraina, partea superioară a secvenței înregistrând schimbări climatice rapide similare cu cele înregistrate în secțiunea Nussloch din Germania.

Secțiunea Nussloch prezintă o importanță atât paleoenvironmentală cât și geo-arheologică, având o stratigrafie groasă și detaliată a Pleistocenului târziu și conservând un nivel cultural unic din Paleoliticul superior atribuit AMH (Kind, 2000). Nu în ultimul rând, probabil cea mai importantă descoperire arheologică a fost la Krems-Wachtberg, Austria, unde numeroase studii au condus la corelarea înregistrării de înaltă rezoluție a condițiilor climatice cu prezența AMH la nordul Alpilor (e.g. Einwögerer și colab., 2014; Händel și colab., 2008; Zeeden și colab., 2015; Lomax și colab., 2014).

2. CONCEPTE DE BAZĂ ÎN DATArea PRIN LUMINESCENȚĂ STIMULATĂ OPTIC

2.1. Principii generale

Fenomenele de luminescență se referă la radiațiile electromagnetice (în mod normal sub formă de lumină vizibilă) emise de materiale ca urmare a unei stimulări externe, cum ar fi căldura, radiațiile ionizante sau electromagnetice, presiunea sau reacția chimică. În ultimele decenii, metodele analitice de datare care implică luminescența sunt termoluminiscenta (TL) și luminescența stimulată optic (OSL), în funcție de tipul de stimulare - căldură sau lumină.

Momentul datat reprezintă ultima resetare a „ceasului” luminescent la zero. În cazul sedimentelor, resetarea semnalului este cauzată de expunerea la soare a granulelor în timpul eroziunii și transportului. După depunere, granulele minerale vor fi acoperite, permițând semnalului luminescent să se acumuleze din nou. În condiții controlate de laborator, prin stimularea granulelor cu căldură sau lumină, semnalul poate fi cuantificat pentru a determina timpul care a trecut de la ultimul moment de zero.

2.2. Mecanismele de producere a luminescenței

În general, pentru materialele luminescente (izolatori și semiconductori), mecanismul este descris pe baza unui model care explică procesele de transfer de energie prin electroni. Conform modelului benzilor energetice dintr-o structură cristalină, banda de valență și banda de conducție sunt separate de banda interzisă. Deoarece mineralele naturale au o structură cristalină imperfectă, defectele vor crea stări energetice temporare permise în interiorul benzii interzise. Atunci când radiațiile ionizante interacționează cu structura cristalină, electronii din banda de valență pot obține suficientă energie pentru a trece în banda de conducție. Pentru fiecare electron transferat se creează un gol (sarcină pozitivă) în banda de valență. Electronii excitați și instabili pierd energia de excitație și se întorc în banda de valență sau sunt capturați de defect în interiorul benzii interzise. Același proces se aplică și pentru goluri. Prin expunerea cristalului la căldură sau lumină, electronii pot absorbi suficientă energie pentru a reveni la banda de conducție, după care pot fi din nou capturați sau se pot recombină cu goluri în centri de recombinare, eliberând energie. Atunci când în urma recombinației electron-gol rezultă eliberarea de energie sub formă de emisie de fotoni, procesul se numește luminescență. Descrierea de mai sus se aplică pentru modelul general care implică o singură capcană (GOT).

2.3. Măsurători efectuate în laborator pentru obținerea vârstei

În cazul datării sedimentelor, vârsta rezultată va reflecta momentul depunerii acestora. În cazul ideal, semnalul este complet eliminat prin expunerea la lumina soarelui, caz în care ecuația utilizată este:

$$Vârsta = \frac{Doza\ echivalentă}{Doza\ anuală}$$

unde doza echivalentă (Gy) este o doză combinată primită de la expunerea la radiațiile α , β și γ , iar doza anuală ($Gy\ a^{-1}$) este energia radiației absorbite anual pe unitatea de masă.

2.3.1. Obținerea dozei echivalente

Așa cum s-a menționat anterior, măsurarea în laborator a electronilor capturați se bazează pe un mecanism similar cu momentul resetării la zero (căldură sau lumină). Granulele minerale sunt stimulate cu o cantitate suficientă de energie pentru a captura electronii, obținându-se un semnal (din recombinarea electronilor în centrul de recombinație) sub forma unei curbe de descreștere OSL (intensitatea luminescenței în funcție de timp). Semnalul luminescent natural este folosit pentru a stabili doza totală absorbită pe durata îngropării mineralului (doză echivalentă, ED). Acest lucru se face prin compararea cu un semnal OSL obținut prin generarea în laborator a unor doze cunoscute de radiații, reprezentată sub forma unei curbe doză-răspuns. Modul de determinare a dozei echivalente poate varia în funcție de procedurile de măsurare și de tipul de mineral investigat.

2.3.2. Obținerea dozei anuale

Doza anuală reprezintă rata de absorbție a radiației din mediu de către granulele minerale din sedimente. Doza este împărțită într-o doză internă (de la radiațiile α și β emise din granulele minerale) și doza externă (α , β și radiația γ din mediu precum și radiația cosmică). Radiația ionizantă provine de la radionuclizii ^{238}U , ^{235}U , ^{232}Th și descendenții lor ^{87}Rb și ^{40}K . Se pot utiliza diverse metode, cum ar fi cele indirecte: analiza prin activare cu neutroni, spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv, spectrometria de absorbție atomică și spectrometria radiației gamma, sau metode directe cum ar fi determinarea activității alfa sau beta. Tipul și dimensiunea granulelor minerale, conținutul de apă, latitudinea, adâncimea și altitudinea trebuie luate în considerare, fiind folosiți factorii de conversie pentru obținerea dozei anuale (de exemplu, factori prezentați de **Adamiec și Aitken, 1998** sau **Guérin și colab., 2011**).

2.4. Mineralele utilizate în datarea prin luminescență a sedimentelor - studiu de caz pe cuarț

Datarea sedimentelor s-a limitat până acum la cuarț și feldspat. Aceste dozimetre naturale sunt preferate nu numai datorită abundenței lor în diferite medii sedimentare și rezistenței lor la dezagregare, ci și datorită semnalului luminescent stabil de-a lungul perioadelor geologice care poate fi resetat prin expunerea la lumina soarelui. Cuarțul este al doilea cel mai abundent mineral în scoarța continentală după feldspat. Având o structură cristalină mai simplă în comparație cu feldspatul, proprietăți relevante pentru luminescența stimulată optic și avantaje privind protocoalele de măsurare, cuarțul este considerat un mineral de încredere și este adesea preferat pentru aplicațiile privind luminescența (Wintle, 2008).

2.4.1. Originea și structura cuarțului

Cuarțul și alți silicați reprezintă 12,6% din scoarța continentală a pământului. Cuarțul apare în aproape toate rocile ignee, metamorfice și sedimentare. În depozitele sedimentare, granulele de cuarț provin în principal din sedimente reciclate, roci metamorfice și roci silicioase, rareori având proveniență vulcanică sau diagenetică. Originea și formarea granulelor de cuarț joacă un rol important în caracteristicile OSL datorită diferitelor acumulări de defecte în structura cristalină (Preusser și colab., 2009).

Din punct de vedere chimic, cuarțul este compus aproape 100% din Si și O, legătura dintre cele două elemente fiind 40% ionică și 60% covalentă. Cuarțul există în două forme - alfa sau beta. Pentru alfa-cuarț, componenta de bază a structurii cristaline este tetraedrul $[\text{SiO}_4]^{4-}$, legat de tetraedrul învecinat prin ioni de oxigen și formând hexagoane conectate.

2.4.2. Modelul bazat pe nivele energetice pentru cuarț

Un pionier în OSL, Huntley și colab. (1985) a fost primul care a sugerat că modelul GOT nu poate explica în mod adecvat fenomenul de luminescență. Semnalul OSL cuprinde componente „rapide”, „medii” și „lente” (Smith și Rhodes, 1994; Bailey și colab., 1997). O analiză completă a componentelor OSL este inclusă în Wintle și Adamiec (2017). Bailey (2001) a produs un model bazat pe nivele energetice pentru cuarț însoțit de parametrii selectați (de exemplu, energiile capcanei adânci) și reprezentarea matematică. Acest model prezintă cinci centri de captare a electronilor sub bșia de conducție la adâncimi diferite și patru centri de recombinare aproape de bșia de valență.

2.4.3. Prepararea probelor și a alicotelor

Procedurile de extragere a fracțiunilor de cuarț din probe sunt efectuate sub lumină roșie de joasă putere pentru a evita stimularea semnalului luminescent. După îndepărtarea materialului din capetele tuburilor din oțel inoxidabil, materialul rămas în mijlocul tuburilor este supus unor tratamente chimice, sitări, separări utilizând cilindri Atterberg și centrifugări în scopul extragerii diferitelor fracțiuni de cuarț.

2.4.4. Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)

Protocolul SAR a fost dezvoltat în special pentru componenta rapidă a semnalului OSL a cuarțului (Preusser și colab., 2009). **Tabelul 2.1** prezintă procedura de măsurare. Rezultatul final va consta într-o curbă doză răspuns derivată din raportul L_x/T_x pe care se interpolează semnalul OSL natural pentru a obține doza echivalentă. Protocolul SAR prezintă mai multe teste intrinseci, astfel încât performanța sa poate fi verificată pentru fiecare alicotă măsurată. Testul de repetare a dozei este utilizat pentru evaluarea eficienței corecției de sensibilitate. Verificarea curbei doză răspuns corectate se face printr-un test de recuperare a semnalului. Testul de stimulare a semnalului în infraroșu (IR) (Duller, 2003) detectează contaminarea cu feldspați. Pe lângă aceste teste se pot efectua investigații suplimentare, cum ar fi testul de verificare a dependenței dozei echivalente de tratamentul termic și testul de recuperare a dozei.

Tabelul 2.1. Protocolul SAR generalizat pentru măsurarea cuarțului (Murray și Wintle, 2003).

	Tratament
1.	Iradiere (D_i) ^a
2.	Preîncălzire (160-300 °C pentru 10s)
3.	Stimulare cu diode albastre pentru x secunde la 125 °C (L_x) ^b
4.	Iradiere cu doză test (D_t)
5.	Preîncălzire (cutheat) după doza test ($T <$ preîncălzire)
6.	Stimulare cu diode albastre pentru x secunde la 125 °C (T_x)
7.	Stimulare cu diode albastre pentru 40 s ($T >$ preîncălzire)
8.	Înapoi la pasul 1

^a Atunci când se măsoară semnalul natural în primul ciclu, $i = 0$ și $D_0 = 0$.

^b Timpul de stimulare cu diode albastre este condiționat de intensitatea luminii de stimulare.

2.4.5. Datarea OSL folosind protocolul SAR pentru măsurarea cuarțului - puncte forte și provocări

Îmbunătățirile făcute în cercetarea privind luminescența au condus la creșterea încrederii utilizării cuarțului ca dozimetru și a protocolului SAR ca o

tehnică robustă de datare. Protocolul SAR prezintă numeroase avantaje cum ar fi o precizie mai mare (în mod normal 5-10%) și capacitatea de a detecta variații microdosimetrice sau resetare parțială. Protocolul de măsurare permite corecții ale modificărilor de sensibilitate, o excelentă reproductibilitate, teste intrinseci și rșiament ridicat. Mai mult, vârstele derivate din granulele de cuarț provenind dintr-o varietate de medii și zone geografice, au fost în concordanță cu rezultatele obținute folosind metode independente de control cronologic (e.g. Murray și Olley, 2002; Constantin și colab., 2012; Anechitei-Deacu și colab., 2014; Trșiafir și colab., 2015).

Numeroase studii OSL au raportat faptul că proprietățile luminescente ale cuarțului sunt direct afectate de originea geologică a granulelor, geochimia elementelor sau radiațiile din probă (Adamiec, 2000; Duller și colab., 2000; Duller, 2004). Semnalele OSL de intensitate redusă, pierderea semnalului, resetarea incompletă, transferul termic, doza mică de saturație sau ciclurile de prelucrare a sedimentelor pot avea un impact semnificativ în obținerea unei vârste precise prin aplicarea datării prin luminescență (Preusser și colab., 2009). În cazul sedimentelor de tip eolian, cum ar fi secvențele loess-paleosol, vârstele OSL obținute pot fi eronate datorită resetării incomplete din timpul pre-depozitării, amestecării din timpul post-depozitării determinată de pedo- și bioturbare (e.g. Zech și colab., 2017) sau cuarț foarte contaminat (Groza și colab., 2019).

Studiile de datare au raportat o discrepanță între doze echivalente și vârste obținute pe diferite fracțiuni de cuarț extrase din secțiunile de loess din Europa și China (Timar-Gabor și colab., 2017). Un alt aspect interesant este faptul că pe lângă problema legată de cronologie, caracteristicile de saturație ale cuarțului fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) sunt diferite, granulele grosiere intrând în saturație mai devreme față deși fracțiunea fină subestimează vârstele reale înaintea fracțiunii grosiere (e.g. Timar-Gabor și colab., 2017). Legătura dintre caracteristicile de saturație și dimensiunea granulei a fost prezentată de Timar-Gabor și colab., (2017). O altă problemă este discrepanța dintre curbele doză răspuns naturale și de laborator obținute pe diferite fracțiuni de cuarț (Chapot și colab., 2012; Timar-Gabor și Wintle 2013). Această observație compromite una dintre ipotezele principale ale protocolului SAR-OSL care afirmă faptul că curba doză răspuns obținută în laborator reproduce creșterea semnalului natural. Ca rezultat, Chapot și colab., (2012) au sugerat o ED de 150 Gy ca limită maximă pentru datarea OSL, în timp ce Timar-Gabor și Wintle (2013) și Constantin și colab. (2015a) recomandă precauție de la doze ~ 100 Gy la 200 Gy.

3. INVESTIGAȚII ALE SITURILOR DE LOESS-PALEOSOL DE IMPORTANTĂ PALEOENVIRONMENTALĂ UTILIZÂND LUMINESCENȚA STIMULATĂ OPTIC

3.1. Protocoale de datare uni-alicotă regenerativ (SAR) al luminescenței stimulate optice utilizând cuarț de diferite dimensiuni: revizitarea cronologiei de la secțiunea master de loess-paleosol Mircea Voda, România

3.1.1. Introducere

Este binecunoscut faptul că rezultatele obținute prin metode de datare prin luminescență aplicate pe cuarț subestimează vârsta așteptată pentru probe ce sunt colectate imediat sub paleosolurile asociate Stadiului Izotop Marin (MIS) 5, așa cum a fost deja raportat pentru situl de loess-paleosol Mircea Voda, Romania (Timar și colab., 2010) precum și pentru diferite situri din China (Buylaert și colab., 2007,2008). Încă o problemă importantă a fost ridicată a fost cea legată de alegerea fracțiunii granulometrice de cuarț și discrepanțele dintre vârste pentru valori mai mari de 40 ka. În condițiile acestor descoperiri, protocolul de datare SAR folosind cuarț de diferite mărimi granulometrice a fost aplicat în vederea revizitării cronologiei de la Mircea Vodă.

3.1.2. Localizare și importanță

Arhiva terestră de la Mircea Vodă (48°19'15" N, 28°11'21" E) este situată în zona Dobrogei, în proximitatea Dunării, a Mării Negre și a văii Carasu. Este considerată a fi o secțiune deosebit de importantă, fiind una din cele mai studiate secțiuni din estul Europei. Rezultate precedente de sedimentologie, geochimie și magnetism ambiental au demonstrat faptul că loess-ul de la Mircea Vodă prezintă similarități cu loess-ul din Serbia (Vojvodina) și China (Plateoul de Loess Chinezesc) (Bugge și colab. 2008, 2009, 2014; Necula și Panaiotu, 2012; Necula și colab. 2013).

3.1.2.1. Stratigrafie

Secțiunea Mircea Vodă prezintă șase pedocomplexe, conținând ultimii 700 ka de paleoclimă. Stratul S₀ reprezintă un sol de stepă ce prezintă similarități cu orizontul L₃ în ceea ce privește granulometria magnetică (Bugge și colab. 2008; Necula și Panaiotu, 2012). Pedocomplexul interstadial (L₁S₁) al ultimului ciclu glaciatic este cuprins în orizontul L₁ (Timar și colab. 2010; Bugge și colab., 2008). Pedocomplexul S₁ a fost identificat ca fiind un sol fosil de stepă gri-maroc (Bălescu și

colab., 2010; Buggle și colab., 2009). Pedocomplexul S₂ a fost de asemenea identificat ca un sol de stepă gri-marou (Bălescu și colab., 2010; Bugle și colab., 2014). Orizontul S₃ a fost identificat ca un sol fosil de stepă sau de pădure-stepă (Buggle și colab., 2014). Paleosolul S₅ este corelat cu MIS 13-15 și a fost clasificat ca un Cambisol sau Luvisol fosil cromatic (Buggle și colab. 2013).

3.1.2.2. Studii anterioare despre sețiunea Mircea Vodă

Mircea Vodă este prima secțiune din România ce a fost datată prin metode de luminescență stimulată optic (OSL) pe cuarț fin (4–11 μm) de către Timar și colab. (2010). În același timp, Bălescu și colab. (2010) au investigat feldspați alcalini extrași din trei probe colectate din orizonturile de loess L₁, L₂ și L₃. Studiul de luminescență pe cuarț din articolul Timar și colab. (2010) s-au concentrat pe ultimele patru perioade glaciare, cu 9 probe fiind colectate din stratul de loess cel mai de sus (L₁) și încă trei din straturile de loess L₂, L₃ și L₄. Timar-Gabor și colab. (2011) au prezentat mai târziu o comparație cu vârstele obținute pe cuarț grosier (63-90 μm). Aceleași probe au fost investigate de Vasiliniuc și colab. (2012, 2013b, 2013a) folosind fracțiunea poliminerală fină (4–11 μm) extrasă din același material utilizat de Timar și colab. (2010).

3.1.2.3. Caracteristici și comportament ale luminescenței

Prima cronologie OSL obținută pentru secțiunea Mircea Vodă a fost raportată de Timar și colab. (2010) pe fracțiunea de cuarț fină (4–11 μm) extrasă din 12 probe (MV 01-13). Mai târziu, Timar-Gabor și colab. (2011) s-au concentrat pe fracțiunea de cuarț grosieră (63-90 μm) obținută din aceleași probe. Caracteristicile luminescente au fost studiate prin aplicarea protocolului SAR (Murray și Wintle, 2000). Curbe doză-răspuns LM-OSL au fost construite până la o doză de 1 kGy (Timar-Gabor și colab., 2012).

Cu toate acestea, dozele echivalente obținute pe cuarțul fin (4–11 μm) au fost mai mici decât cele obținute pe cuarțul grosier (63-90 μm) (Timar și colab., 2010; Timar-Gabor și colab., 2011). Măsurători de încălzire în pulsuri pe ambele fracțiuni de cuarț au fost realizate cu scopul de a analiza potențiala contaminare a capcanelor dozimetrice OSL cu componente instabile. Ulterior, Timar-Gabor și colab. (2012) au investigat curbe doza-răspuns pentru doze de până la 10 kGy pentru ambele fracțiuni de cuarț și Timar-Gabor și colab. (2015b) au investigat reproductibilitatea curbelor doză-răspuns pentru 15 Gy pentru cuarțul grosier (63-90 μm).

Situl a fost de asemenea investigat de Bălescu și colab. (2010) pe granule de feldspați alcalini 60-80 μm. Având în vedere problemele ridicate în urma rezultatelor pe cuarț, Vasiliniuc și colab. (2012, 2013b, 2013a) s-au concentrat pe proprietățile

luminescente și vârstele obținute pentru fracțiunea poliminerală fină (4–11 μm) extrasă din probele investigate anterior de către Timar și colab. (2010).

3.1.3. Studiul curent pentru Mircea Vodă

3.1.3.1. Prelevarea probelor, prelucrare și facilități analitice

Pentru acest studiu, investigațiile au fost realizate pe 20 de probe noi prelevate de la secțiunea Mircea Vodă. Primele 12 probe (2MV 40-MV 2.6) au fost prelevate de la tranziția Pleistocen/Holocen, în timp ce probe dubleți (2MV 570, L3, L4, L5) au fost colectate direct de sub straturile S₁-S₄. Procedura standard de prelucrare a probelor a fost realizată la lumina roșie. Probele au fost măsurate folosind aparate Risø TL/OSL-DA-20 (Thomsen și colab., 2008). Activitățile specifice ale radionuclizilor au fost măsurate prin intermediul spectrometriei gama de înaltă rezoluție.

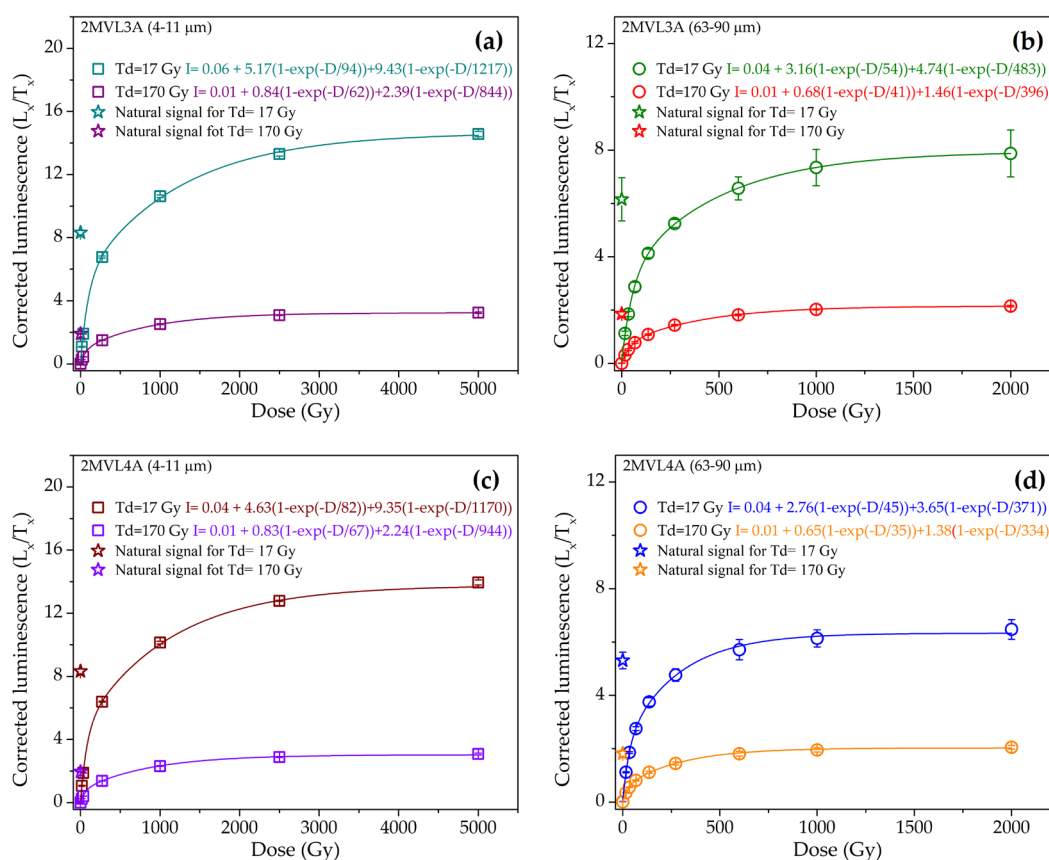
3.1.3.2. Măsurători de luminescență

Pentru determinarea dozei echivalente în cazul fracțiunilor fină (4-11 μm) și grosieră (63-90 μm) s-a folosit protocolul dozei uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle 2000, 2003). Pentru a corobora cu studiile anterioare pe cuarț de la Mircea Vodă, dependența dozei echivalente în funcție de tratamentul de preîncălzire a fost evaluat pentru o probă dublet din stratul L₄, concluzionându-se faptul că nu există nicio variație sistematică pentru intervalul de temperatură 200–280 °C. Câte 8 alicote au fost măsurate per probă per fracțiune de cuarț pentru a obține doze echivalente (**Tabel 3.1.1**).

Pentru a analiza cât de apropiat este semnalul natural pentru cuarț grosier de nivelul de saturație, curbe de creștere CW-OSL au fost construite până la o doză de 1 kGy pentru probe bătrâne colectate din straturile de loess L₃, L₄ și L₅. Semnalul natural a ajuns la nivele între 71% și 87% din nivelul de saturație din laborator. Toate dozele echivalente sunt prezentate în **Tabelul 3.1.1**. În cazul ambelor fracțiuni de cuarț, media semnalelor naturale corectate pentru sensibilitate ($L_{\text{nat}}/T_{\text{nat}}$) pentru probele 2MV 570, 2MV L3, 2MV L4 și 2MV L5 au fost reprezentate grafic în funcție de doza echivalentă așteptată. Ținând cont de faptul că aceste probe au fost colectate direct sub straturile de paleosoluri, vârstele așteptate au fost determinate pe baza arhivelor climatice de $\delta^{18}\text{O}$ bentic (Lisiecki și Raymo, 2005). S-a putut observa faptul că probele sunt în saturație naturală, ceea ce înseamnă că semnalele naturale nu mai continuă să crească odată cu adâncimea. Raportul semnalelor naturale față de nivelele de saturație din laborator pentru cele două fracțiuni granulometrice au fost în concordanță cu raportările anterioare ale Timar-Gabor și colab. (2012) pentru o probă "infinite" de bătrână.

Curbe de creștere extinse CW-OSL au fost ulterior construite pentru probele 2MV L3A și 2MV L4A pentru doze de până la 5kGy (pentru granulele de cuarț 4-11 μm) și 2 kGy (pentru granulele de cuarț de 63-90 μm) folosind cel puțin 6 puncte regenerative și doze test de 17 Gy și 170 Gy (**Figura 3.1.1a-d**).

Figura 3.1.1. Comparație între curbele de creștere pentru probele 2MV L3A (**a, b**) și 2MV L4A (**c, d**) pentru ambele fracțiuni de cuarț. Curbele au fost descrise cel mai bine printr-o funcție de două sume exponențiale. Cel puțin trei alicote au fost folosite pentru a obține media semnalelor luminescente corectate utilizată în construcția curbelor de creștere. O temperatură de preîncălzire de 220 °C timp de 10 s și un cuheat de 180 °C au fost folosite.



Tabel 3.1.1. Sumarul dozelor echivalente, activităților radionuclizilor, debitului dozelor și vârstelor optice. Datele de luminescență și dozimetrie sunt indicate împreună cu erorile statistice și vârstele optice sunt indicate împreună cu erorile globale. Toate erorile sunt erori standard. Activitățile specifice au fost măsurate cu un detector tip "well" prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Vârstele au fost calculate asumând un conținut de umiditate de 20%. Debitul dozei totale include contribuția razelor cosmice (Prescott și Hutton, 1994), radiațiilor gama, beta și alfa (pentru granulele de cuarț 4-11 μm). Debitul dozei interne este de 0.01 ± 0.002 Gy/ka (Vandenberghes și colab., 2008) împreună cu un factor de atenuare beta și de decaștere de 0.94 ± 0.05 (Mejdahl, 1979) pentru fracțiunea de cuarț grosieră (63–90 μm). Factorul de eficiență alfa pentru granulele de cuarț 4–11 μm este de 0.04 ± 0.02 (Rees-Jones, 1995). Vârstele optice marcate cu asterisc (*) au fost obținute pentru probe aflate în apropierea nivelelor de saturație din laborator (între 71% și 87%).

Cod unitate	Adâncime prelevare (m)	Cod laborator	Mărime granulometrică (μm)	Doză Echivalentă (Gy)	Raport de repetare	Recuperare (%)	Raport de depletare în IR	Debit total al dozei (Gy/ka)	Debit doză cosmică (Gy/ka)	Vârsta (ka)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)
S ₀ /L ₁	0.4	2MV 40	4-11 63-90	15.4 ± 0.2 12.9 ± 1.5	1.02 ± 0.01 1.03 ± 0.01	0.11 ± 0.03 0.15 ± 0.07	0.99 ± 0.01 0.98 ± 0.01	2.91 ± 0.05 3.44 ± 0.05	0.22 ± 0.03	5.3 ± 0.5 5.3 ± 0.7	2.3 11.8	9.9 7.6
S ₀ /L ₁	0.5	2MV 50	4-11 63-90	20.3 ± 0.3 17.3 ± 1.9	1.02 ± 0.01 1.05 ± 0.01	0.07 ± 0.03 0.14 ± 0.04	0.95 ± 0.01 0.98 ± 0.01	3.05 ± 0.07 2.55 ± 0.06	0.21 ± 0.03	6.7 ± 0.7 6.8 ± 0.9	2.7 11.2	9.9 7.6
S ₀ /L ₁	0.6	2MV 60	4-11 63-90	23.6 ± 0.5 22.1 ± 1.6	1.04 ± 0.01 1.02 ± 0.01	0.05 ± 0.05 0.21 ± 0.10	0.99 ± 0.01 0.98 ± 0.01	3.15 ± 0.05 2.64 ± 0.05	0.21 ± 0.03	7.5 ± 0.8 8.4 ± 0.9	2.7 7.4	9.9 7.6
S ₀ /L ₁	0.7	2MV 70	4-11 63-90	25.6 ± 0.3 26.6 ± 2.1	1.03 ± 0.01 1.03 ± 0.01	0.07 ± 0.03 0.09 ± 0.02	0.98 ± 0.01 0.98 ± 0.01	2.88 ± 0.05 2.41 ± 0.05	0.20 ± 0.03	8.9 ± 0.9 11.0 ± 1.2	2.1 8.1	9.9 7.6
S ₀ /L ₁	0.8	2MV 80	4-11 63-90	31.2 ± 0.4 36.4 ± 2.9	1.00 ± 0.01 1.02 ± 0.01	0.07 ± 0.03 0.09 ± 0.03	0.95 ± 0.01 0.95 ± 0.01	2.81 ± 0.05 2.35 ± 0.05	0.20 ± 0.03	11.1 ± 1.1 15.5 ± 1.7	2.0 8.2	10.0 7.6
S ₀ /L ₁	0.9	2MV 90	4-11 63-90	35.9 ± 0.6 36.0 ± 2.5	0.99 ± 0.01 1.03 ± 0.01	0.19 ± 0.04 0.05 ± 0.02	0.98 ± 0.01 0.97 ± 0.01	2.77 ± 0.05 2.32 ± 0.05	0.19 ± 0.03	12.9 ± 1.3 15.5 ± 1.6	2.5 7.2	10.0 7.6
S ₀ /L ₁	0.93	MV 2.1	4-11 63-90	28.3 ± 0.6 36.1 ± 2.0	1.04 ± 0.01 1.02 ± 0.01	0.03 ± 0.03 0.11 ± 0.03	0.94 ± 0.01 0.98 ± 0.01	2.75 ± 0.04 2.31 ± 0.04	0.19 ± 0.03	14.0 ± 1.4 15.6 ± 1.5	2.3 5.8	9.7 7.6
S ₀ /L ₁	0.99	MV 2.2	4-11 63-90	51.7 ± 0.6 53.6 ± 2.6	0.99 ± 0.01 1.01 ± 0.01	0.04 ± 0.01 0.04 ± 0.02	0.98 ± 0.01 0.97 ± 0.01	2.88 ± 0.05 2.42 ± 0.05	0.19 ± 0.03	18.0 ± 1.8 22.1 ± 2.1	2.2 5.2	9.7 7.7
S ₀ /L ₁	1.23	MV 2.3	4-11 63-90	51.2 ± 0.9 62.1 ± 3.0	1.02 ± 0.02 1.01 ± 0.01	0.04 ± 0.02 0.15 ± 0.07	0.90 ± 0.01 0.97 ± 0.01	2.81 ± 0.06 2.53 ± 0.05	0.18 ± 0.03	18.2 ± 1.9 26.4 ± 2.5	2.8 5.3	9.9 7.6
S ₀ /L ₁	1.35	MV 2.4	4-11 63-90	46.8 ± 0.8 60.8 ± 3.8	1.03 ± 0.02 1.02 ± 0.01	0.04 ± 0.02 0.09 ± 0.03	0.98 ± 0.01 0.97 ± 0.01	2.92 ± 0.04 2.44 ± 0.04	0.18 ± 0.03	16.1 ± 1.6 24.9 ± 2.5	2.2 6.4	9.9 7.7
S ₀ /L ₁	1.47	MV 2.5	4-11 63-90	59.7 ± 1.0 79.0 ± 4.1	1.03 ± 0.01 1.00 ± 0.01	0.04 ± 0.02 0.06 ± 0.02	0.92 ± 0.01 0.97 ± 0.01	2.85 ± 0.05 2.39 ± 0.04	0.18 ± 0.03	20.9 ± 2.1 33.1 ± 3.1	2.3 5.5	9.9 7.7
S ₀ /L ₁	1.67	MV 2.6	4-11 63-90	67.4 ± 0.6 86.9 ± 3.5	1.00 ± 0.01 1.00 ± 0.01	0.05 ± 0.01 0.06 ± 0.03	0.98 ± 0.01 0.98 ± 0.01	2.91 ± 0.05 2.42 ± 0.04	0.17 ± 0.03	22.8 ± 2.3 35.9 ± 3.2	2.0 4.4	10.1 7.7
L ₂	5.70	2MV 570A	4-11 63-90	331 ± 6 303 ± 13	0.96 ± 0.01 0.97 ± 0.01	0.10 ± 0.01 0.06 ± 0.02	0.95 ± 0.01 0.96 ± 0.01	3.03 ± 0.06 2.54 ± 0.05	0.11 ± 0.02	109 ± 11 120 ± 11*	2.6 4.7	10.0 7.8
L ₂	5.70	2MV 570B	4-11 63-90	331 ± 3 353 ± 13	0.96 ± 0.01 0.97 ± 0.01	0.09 ± 0.01 0.05 ± 0.02	0.96 ± 0.01 0.95 ± 0.01	2.95 ± 0.06 2.46 ± 0.05	0.11 ± 0.02	112 ± 12 143 ± 13*	2.2 4.2	10.1 7.8
L ₃	13.70	2MV L3A	4-11 63-90	514 ± 16 475 ± 19	0.98 ± 0.01 0.96 ± 0.01	0.06 ± 0.01 0.010 ± 0.02	0.98 ± 0.01 0.94 ± 0.01	2.88 ± 0.05 2.39 ± 0.04	0.06 ± 0.01	179 ± 19 199 ± 18*	2.4 4.3	10.3 8.0
L ₃	13.70	2MV L3B	4-11 63-90	501 ± 11 501 ± 23	0.98 ± 0.01 0.95 ± 0.01	0.05 ± 0.01 0.11 ± 0.02	0.99 ± 0.01 0.94 ± 0.01	2.86 ± 0.06 2.38 ± 0.05	0.06 ± 0.01	175 ± 18 210 ± 20*	2.2 5.0	10.2 8.0
L ₄	17.70	2MV L4A	4-11 63-90	567 ± 9 577 ± 23	0.99 ± 0.01 0.97 ± 0.01	0.05 ± 0.002 0.13 ± 0.02	1.00 ± 0.01 0.97 ± 0.01	3.14 ± 0.05 2.60 ± 0.05	0.04 ± 0.01	180 ± 19 222 ± 20*	2.3 -	10.4 -
L ₄	17.70	2MV L4B	4-11 63-90	477 ± 6 555 ± 26	1.00 ± 0.01 0.98 ± 0.01	0.07 ± 0.004 0.17 ± 0.03	0.91 ± 0.01 0.95 ± 0.01	3.41 ± 0.06 2.31 ± 0.05	0.04 ± 0.01	140 ± 13 240 ± 23*	2.2 -	8.8 -
L ₅	20.50	2MV L5A	4-11 63-90	566 ± 8 425 ± 39	0.98 ± 0.01 0.98 ± 0.01	0.07 ± 0.003 0.21 ± 0.09	0.98 ± 0.01 0.98 ± 0.01	2.66 ± 0.06 2.22 ± 0.05	0.04 ± 0.01	213 ± 22 192 ± 24*	2.5 -	10.2 8.0
L ₅	20.50	2MV L5B	4-11 63-90	556 ± 13 443 ± 35	0.99 ± 0.01 0.94 ± 0.02	0.06 ± 0.01 0.43 ± 0.10	0.98 ± 0.01 0.97 ± 0.03	2.98 ± 0.06 2.48 ± 0.05	0.04 ± 0.01	187 ± 20 179 ± 20*	2.9 8.1	- 8.0

3.1.4. Vârste și discuții

Studiile anterioare de datare prin luminescență pentru situl Mircea Vodă (**Figura 3.1.2a**) au dezvăluit o discrepanță de vârste între cele două fracțiuni de cuarț investigate ce nu este nici în ziua de azi înțeleasă pe deplin. În ciuda faptului că ambele seturi de date erau în concordanță cu poziția stratigrafică a probelor, vârstele pentru cuarțul fin (4-11 μm) pentru cele trei probe prelevate din unitățile de loess L₂, L₃ și L₄ au fost interpretate ca fiind subestimări. Semnalul post-IR IR₂₂₅ a fost considerat ca fiind mai de încredere decât vârstele obținute anterior pe cuarț pentru straturile L₂, L₃ și L₄. Aceste vârste sunt prezentate împreună cu cele pe cuarț în **Figura 3.1.2a**.

În studiul actual, cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) a fost investigat prin aplicarea protocolului SAR-OSL pentru a augmenta cadrul cronologic existent al master secțiunii de loess-paleosol Mircea Vodă. Vârstele obținute pentru tranziția Pleistocen/Holocen au demonstrat faptul că fracțiunile fină și grosieră corespund doar până la ~ 20 ka (**Figura 3.1.2b**). Pentru probele mai bătrâne, vârstele pentru granulele de cuarț fin subestimează vârstele pentru cuarțul grosier. Astfel, discrepanța dintre cele două seturi de date apare mai devreme decât a fost anterior raportat pentru alte situri (Timar-Gabor și colab. 2017). Motivul pentru această discrepanță nu este încă cunoscută.

Așa cum s-a afirmat înainte, cuarțul de 63-90 μm nu subestimează vârstele geologice așteptate și corespunde cu post-IR IR₂₂₅ pentru probele colectate imediat sub S₁. Pentru probele mai bătrâne, semnalul pentru cuarțul grosier SAR-OSL se apropie (86%) de nivelul de saturație din laborator și intră de asemenea în saturație naturală. Pentru granulele de cuarț fine, semnalul natural OSL este semnificativ sub nivelele de saturație din laborator. Cu toate acestea, vârstele pe cuarțul fin subestimează vârstele așteptate. Prin urmare, aceste vârste trebuie interpretate ca vârste minime. Investigarea curbelor de creștere extinse până la 5 kGy (pentru granulele de cuarț 4-11 μm) și 2 kGy (pentru granulele de cuarț de 63-90 μm) utilizând doze test de diferite marimi de magnitudine (17 și 170 Gy) au concluzionat faptul că doza echivalentă nu a fost sensibilă la mărimea dozei test.

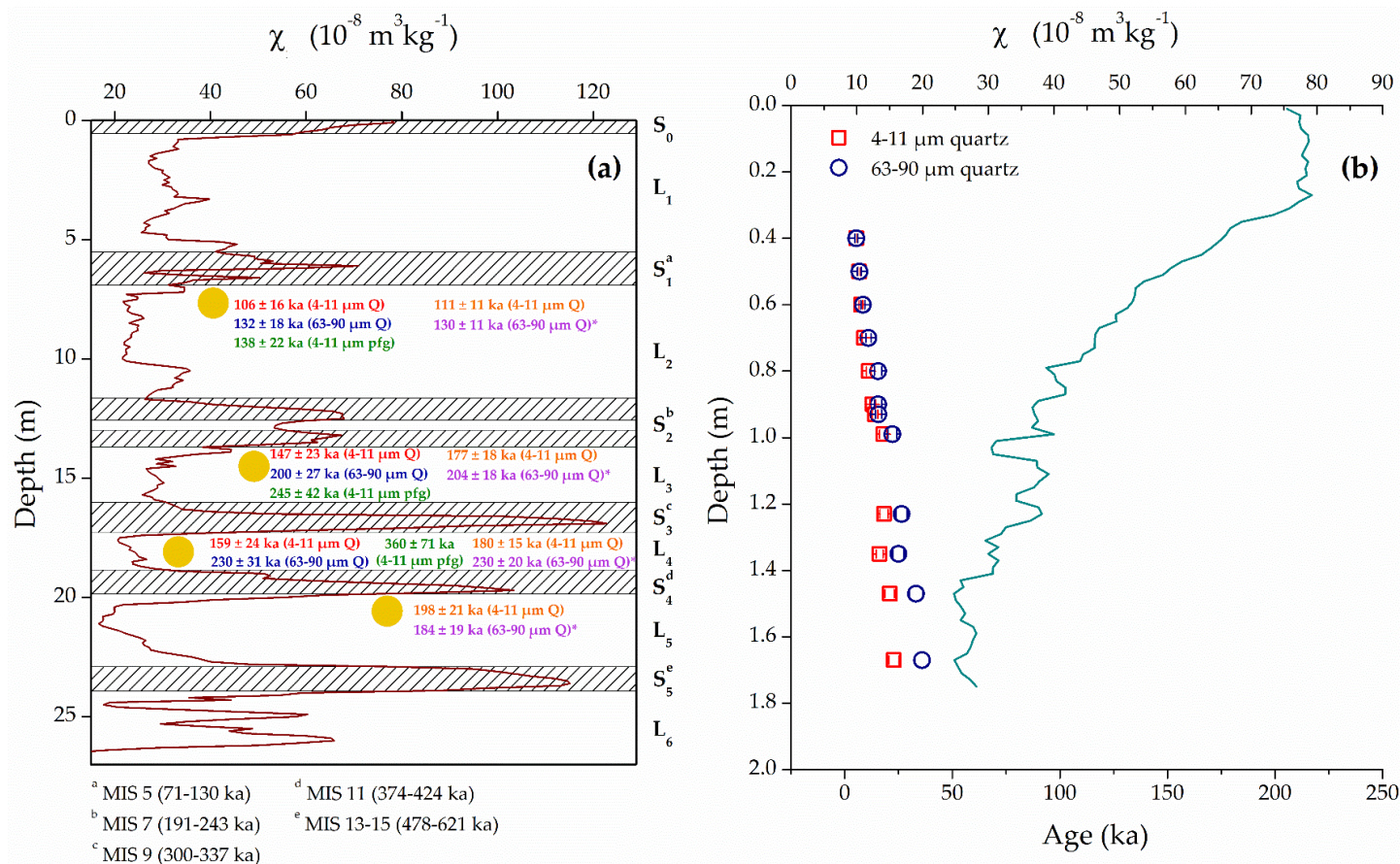


Figura 3.1.2. (a) Reprezentare schematică a unităților de loess (L) și paleosol (S; zonă hașurată). Limitele paleosolurilor formate în timpul Stadiilor Izotope mMarine (MIS) impare sunt notate după Lisiecki și Lisiecki (2002). Vârstele pentru probele bătrâne și tinere sunt prezentate în felul următor: scrise cu roșu – Timar și colab. (2010); albastru – Timar-Gabor și colab. (2011); verde – Vasiliniuc și colab. (2012); portocaliu – cuarț fin (4-11 μm), studiul curent; mov – cuarț grosier (63-90 μm), studiul curent. Noile vârste OSL reprezintă rezultatele ponderate de la probele dublet iar cele marcate cu asterisc (*) sunt obținute pentru probe ce au fost în proximitatea nivelelor de saturație. (b) Reprezentare grafică a vârstelor optice (de la unitățile S_0 and L_1) în funcție de adâncime împreună cu datele de susceptibilitate magnetică. Vârstele pentru cuarțul fin (4-11 μm) sunt reprezentate ca pătrate deschise și vârstele pentru cuarțul grosier (63-90 μm) sunt reprezentate ca cercuri deschise.

3.2. Studiu preliminar de luminescență stimulată optic al tranziției Pleistocen/Holocen înregistrată în secvențe de loess-paleosol din bazinul de jos al Dunării

3.2.1. Introducere

Având în vedere faptul că secvențele de loess-paleosol reprezintă arhive importante ale schimbărilor ambientale din timpul Cuaternarului, stabilirea unei cronologii robuste și reconstituiri sigure ale trecutului este adeseori obținută prin intermediul analizelor multi-proxi. Tranziția dintre Pleistocen și Holocen a fost datată ca având loc acum 11.7 ka conform scalei de timp GICC05, în timp ce secvențele regionale de $\delta^{18}\text{O}$ bentic datate prin radiocarbon din Atlânticul de Nord au datat evenimentul la acum ~ 17 ka (Stern și Lisiecki, 2014). Faptul că ipoteza unei sincronități nu este valabilă nici măcar în cazul celei mai recente tranziții climatice sugerează o reevaluare a trendului de "wiggle matching" (e.g. Marcović și colab., 2015).

Două situri de loess-paleosol din bazinul de jos al Dunării din SE Europei, Mircea Vodă și Râmnicu Sărat, au fost selectate pentru a evalua sincronitatea răspunsului regional la ultima tranziție glaciatic-interglaciatic înregistrată în arhivele de carote marine și de gheață. Cele două situri au fost investigate în ceea ce privește luminescența stimulată optic și susceptibilitatea magnetică.

3.2.2. Situl studiat și prelevarea probelor

Secțiunea de la Râmnicu Sărat ($45^{\circ} 41' \text{ N}$, $27^{\circ} 02' \text{ E}$) nu a fost atât de intens studiată precum Mircea Vodă. Secțiunea de 186 m înălțime este situată pe malul stâng al văii râului Râmnicu Sărat și dispune doar trei pedocomplexe suprapuse peste pietriș fluvial. Investigații anterioare tip proxi au fost realizate pentru analize mineralogice, granulometrice, magnetice și geochemice de către Dimofte (2012). Un total de 12 probe au fost colectate acoperind primii 1.6 m al secțiunii Râmnicu Sărat, incluzând tranziția vizuală dintre L_1 și S_0 . Probele au fost prelevate la o rezoluție de 5 cm dintr-un profil curățat, folosind tuburi de oțel inoxidabil. O schimbare graduală de culoare de la loess-ul L_1 la solul S_0 a fost observată la o adâncime ce variază între 1.1 și 1.3 m.

3.2.3. Datarea optică

3.2.3.1. Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de măsurare

Fracțiunea grosieră de cuarț ($63\text{-}90 \mu\text{m}$) a fost obținută prin intermediul preparării standard a probelor la lumină roșie. Materialul de la capătul fiecărui tub de prelevare a fost folosit pentru analiză magnetică (Constantin și colab., 2019). Toate

măsurătorile de luminescență au fost realizate pe aparate Risø TL/OSL-DA-20 readers (Thomsen și colab., 2006). Protocolul SAR a fost utilizat pentru determinarea de DE pentru fracțiunea de cuarț grosieră (63-90 μm) (Murray și Wintle, 2000, 2003). Activitățile specifice ale radionuclizilor au fost obținute prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție prin intermediul unui detector cu germaniu de înaltă puritate tip "well".

3.2.3.2. Dependența dozei echivalente în funcție de tratamentul termic

Pentru a verifica pretratamentul termic cel mai potrivit pentru probele de la Râmnicu Sărat, dependența DE în funcție de tratamentul de preîncălzire a fost evaluată pentru RS 090A și RS 160. Probele nu au prezentat nicio variație sistematică a DE pentru intervalul de temperatură de 200 – 280 °C, având rapoarte de repetare apropiate de unitate și recuperare neglijabilă în comparație cu semnalul natural. Nicio dependență nu a fost observată atunci când s-au folosit temperaturi de cutheat de 180 °C și 220 °C.

3.2.3.3. Determinarea dozelor echivalente

Cel puțin 10 alicote au fost măsurate pentru fiecare probă în vederea determinării dozei echivalente (**Tabel 3.2.1**).

3.2.3.4. Testul de recuperare al dozei

Teste de recuperare a dozei (Murray și Wintle, 2003) au fost realizate pentru fracțiunea de cuarț grosieră (63-90 μm) pentru probele RS 100A, 120, 150 și 160. Două probe (RS 090 și RS 160) au fost testate suplimentar folosind o combinație de preîncălzire/cutheat de 180/160 °C. Această combinație secundară de tratament termic nu a avut nicio influență asupra dozei recuperate, rapoartele de recuperare a dozei fiind similare.

3.2.4. Vârstele OSL și discutarea evaluării tranziției Pleistocen/Holocen

Calcularea vârstelor OSL și a erorilor sunt prezentate în **Tabelul 3.2.1**. Abordarea folosită în definirea limitei pentru tranziția din datele MS a fost similară cu cea utilizată de Constantin și colab. (2019) și Stern și Lisiecki (2014) (**Figura 3.2.1**). Susceptibilitatea magnetică în câmp redus (χ_{lf}) și cea dependentă de frecvență (χ_{fd}) au fost luate în considerare ca proxy-uri paleoclimatice pentru cele două secțiuni. Debutul tranziției a fost constrâns la adâncimea pentru care valorile χ_{lf} cât și χ_{fd} au înregistrat cea mai mare și continuă creștere în comparație cu valorile ce caracterizează loess-ul L₁. Variația de timp al înregistrării pentru MS de-a lungul tranziției Pleistocen/Holocen este sincronică pentru siturile de loess-paleosol Mircea Vodă și Râmnicu Sărat. Debutul creșterii semnalului de susceptibilitate magnetică

începe mai aproape de tranziția de 17-ka raportată pentru secvențele regionale de $\delta^{18}\text{O}$ bentic datate prin radiocarbon (Lisiecki și Raymo, 2014) și mai devreme decât tranziția stratigrafică de 1.7 ka din arhivele de carote de gheață. De asemenea, se pare că pentru siturile investigate comportamentul MS reflectă o tranziție Pleistocen/Holocen graduală. Aceste observații sunt similare cu cele raportate în cazul altor două situri de către Constantin și colab. (2019) – Roxolany (Ucraina) și Mošorin (Serbia). Mai mult decât atât, pedogeneza și sendimetarea de praf par să aibe loc simultan, ducând la formarea de soluri Holocene acreționare pentru straturile investigate.

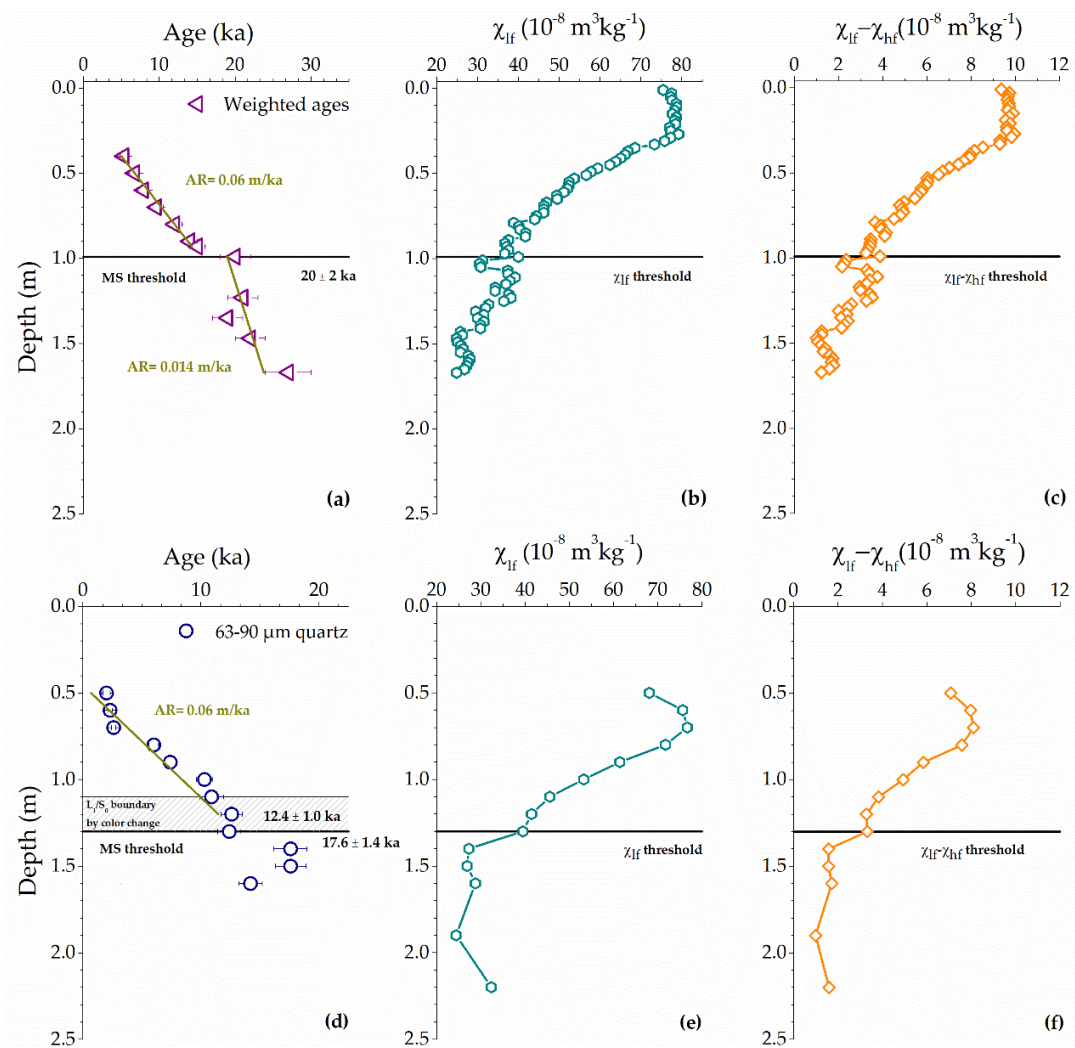


Figura 3.2.1. Vârstele OSL pentru cuarț reprezentate în funcție de adâncime pentru Mircea Vodă (a) și Râmnicu Sărat (b). Pentru Mircea Vodă vârstele ponderate au fost obținute conform lui Aitken (1985) pe baza rezultatelor pentru cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm). Pentru Râmnicu Sărat sunt prezentate vârstele pentru cuarțul grosier (63-90 μm). Rata de acumulare a sedimentului (AR) au fost obținute prin utilizarea regresiei liniare a vârstelor OSL în funcție de adâncime (a, c). Detalii legate de pragul de MS sunt prezentate în text. Limita L_1/S_0 identificată pe teren este dată ca referință. Curbe de MS de frecvență redusă și dependentă de frecvență sunt prezentate pentru Mircea Vodă (b, c) și Râmnicu Sărat (e, f).

Tabelul 3.2.2. Dozele echivalente (DE), măsurătorile dozimetrice și vârstele OSL pentru probele de la Râmnicu Sărat. Estimarea conținutului de umiditate s-a bazat pe diferența dintre greutatea inițială și cea după uscare în etuvă. Erorile asociate datelor de luminescență și dozimetrie sunt statistice. Erorile asociate vârstelor optice reprezintă erori globale. Erorile relative sistematice luate în considerare includ: 2% calibrarea sursei beta, 3% factori de conversie, 5% factorii de atenuare și decazare, 3% calibrarea spectrometrului gama, 15% radiația cosmică, 25% conținutul de umiditate. Toate erorile corespund pentru 1σ . Litera 'n' reprezintă numărul de alicote măsurate.

Cod probă	Adâncime (m)	Umiditate (%)	Mărime granulometrică (μm)	DE (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Debit total al dozei (Gy/ka)	Eroare statistică totală (%)	Eroare sistematică totală (%)	Vârstă (ka)
RS 050	0.5	4%	63-90	5.2 ± 0.6 _{n=11}	33.6 ± 1.7	32.1 ± 0.8	380.8 ± 11.9	2.61 ± 0.05	11.7	5.4	2.0 ± 0.3
RS 060	0.6	2%	63-90	6.9 ± 0.4 _{n=11}	35.7 ± 2.2	35.5 ± 0.4	457.9 ± 13.6	3.02 ± 0.06	6.1	5.4	2.3 ± 0.2
RS 070	0.7	9%	63-90	7.3 ± 0.3 _{n=9}	35.8 ± 1.0	34.2 ± 1.9	468.4 ± 13.9	2.79 ± 0.05	4.5	5.9	2.6 ± 0.2
RS 080	0.8	5%	63-90	16.8 ± 0.5 _{n=11}	34.6 ± 1.4	33.3 ± 1.7	446.5 ± 11.9	2.81 ± 0.05	3.5	5.5	6.0 ± 0.4
RS 090	0.9	2%	63-90	23.4 ± 0.7 _{n=18}	37.6 ± 0.2	38.4 ± 1.3	489.2 ± 15.1	3.18 ± 0.05	3.4	5.4	7.4 ± 0.5
RS 100	1.0	6%	63-90	29.7 ± 1.0 _{n=20}	35.8 ± 1.6	37.5 ± 1.4	459.0 ± 12.9	2.90 ± 0.05	3.8	5.6	10.3 ± 0.7
RS 110	1.1	6%	63-90	32.7 ± 2.1 _{n=11}	36.4 ± 1.4	39.6 ± 0.6	482.9 ± 13.4	3.01 ± 0.05	6.6	5.6	10.9 ± 1.0
RS 120	1.2	6%	63-90	37.1 ± 1.4 _{n=19}	37.0 ± 1.7	41.3 ± 3.2	450.0 ± 15.3	2.95 ± 0.08	4.6	5.6	12.6 ± 0.9
RS 130	1.3	5%	63-90	36.0 ± 1.9 _{n=14}	36.7 ± 1.3	38.1 ± 1.8	447.7 ± 15.9	2.92 ± 0.06	5.7	5.5	12.4 ± 1.0
RS 140	1.4	9%	63-90	42.4 ± 1.7 _{n=15}	32.5 ± 2.4	33.6 ± 3.0	367.8 ± 14.7	2.41 ± 0.07	5.0	5.9	17.6 ± 1.4
RS 150	1.5	6%	63-90	50.4 ± 1.9 _{n=15}	33.9 ± 1.4	35.4 ± 1.4	475.8 ± 18.1	2.86 ± 0.06	4.4	5.6	17.6 ± 1.3
RS 160	1.6	6%	63-90	37.6 ± 1.3 _{n=14}	35.9 ± 3.3	35.5 ± 3.0	394.2 ± 15.6	2.66 ± 0.08	4.7	5.6	14.2 ± 1.0

3.3. Datarea prin luminescență stimulată optic al solului Holocen (S_0) de la master secțiunea Luochuan, China – rezultate preliminare

3.3.1. Introducere

Platoul de Loess Chinez (CLP) reprezintă o arhivă aproape continuă și completă a sedimentării terestre din ultimii 2.6 Ma. Studii recente au ridicat problema evenimentelor erozionale datorate proceselor de forțare datorate gheții de-a lungul platoului (Stevens și colab., 2018; Lu și colab., 2006). Discontinuități în arhiva sedimentară pot avea implicații majore în interpretarea proxi-urilor climatice și au fost deja raportate în cazul secțiunii de la Luochuan (H. Lu și colab., 2013) în apropierea tranziției L_1/S_1 . În această privință analize de luminescență de înaltă rezoluție și multi-proxi ale limitei Pleistocen/Holocen au fost realizate la master secțiunea Luochuan, în vederea augmentării datelor cronologice existente și verificării unor posibile efecte ale evenimentelor erozionale.

3.3.2. Situl studiat și prelevarea probelor

Secvența de loess-paleosol de la Luochuan ($35^{\circ}45'N$, $109^{\circ}25'E$) este considerate a fi o secțiune standard din punct de vedere pedostratigrafic pentru CLP-ul din China și o secțiune cheie pentru cercetarea paleoclimului (e.g. Kukla și An, 1989; Porter și An, 1995; Heller și Evans, 1995; Bronger, 2003). Secțiunea de 125 m înălțime cuprinde peste 30 de alternări loess-paleosol (Gallet și colab., 1996). Un cadru cronologic pentru Luochuan a fost de asemenea obținut prin metode luminescente. Vârste de termoluminescență au fost raportate de Forman (1991). Rezultate de stimulare optică au fost raportate de Y.C. Lu și colab. (2007), Li și Li (2012), Fu și colab. (2012), Lai (2010), Lai și Fan (2014) și H. Lu și colab. (2013).

O parte din noua campanie de prelevare își propune revizitarea cronologiei de la Luochuan, cuprinzând întregul sol Holocen (S_0) și partea superioară a loessului L_1 . Prin urmare, pe lângă probele noi prelevate pentru susceptibilitate magnetică și granulometrie, un număr de 25 de probe au fost colectate.

3.3.3. Datarea optică

3.3.3.1. Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de măsurare

Prepararea probelor împreună cu măsurătorile pentru radionuclizi și OSL au fost realizate la Laboratorul Nordic pentru Datare prin Luminescență din Roskilde, Danemarca, în timpul unui stagiu de cercetare de 3 luni. Prepararea standard din laborator a fost respectată pentru a extrage fracțiunea grosieră (63-90 μm) de cuarț din cele 25 de probe. Toate măsurătorile de luminescență au fost realizate pe aparate Risø TL/OSL-DA-20 (Thomsen și colab., 2008). Activitățile specifice ale radio-

nuclizilor au fost determinate prin intermediul spectrometriei gama de înaltă rezoluție utilizând un detector de germaniu de înaltă puritate tip "well". Pentru o precizie mai ridicată în estimarea ratei dozei, metoda beta counting (Cunningham și colab., 2018) a fost folosită.

3.3.3.2. Determinarea dozelor echivalente

Pentru a determina DE, un minim de 19 alicote au fost măsurate pentru cele 25 de probe (Tabel 3.2.1).

3.3.3.3. Testul de recuperare al dozei

Pentru a verifica dacă protocolul SAR reușește să corecteze schimbările de sensibilitate ce apar în timpul ciclurilor de măsurare, testul de recuperare a dozei (Murray și Wintle, 2003) a fost realizat pe fracțiunea de cuarț grosieră (63-90 μm) pentru toate probele cu excepția primelor patru. Douăsprezece probe au prezentat rapoarte subestimate cu 11 și 15%.

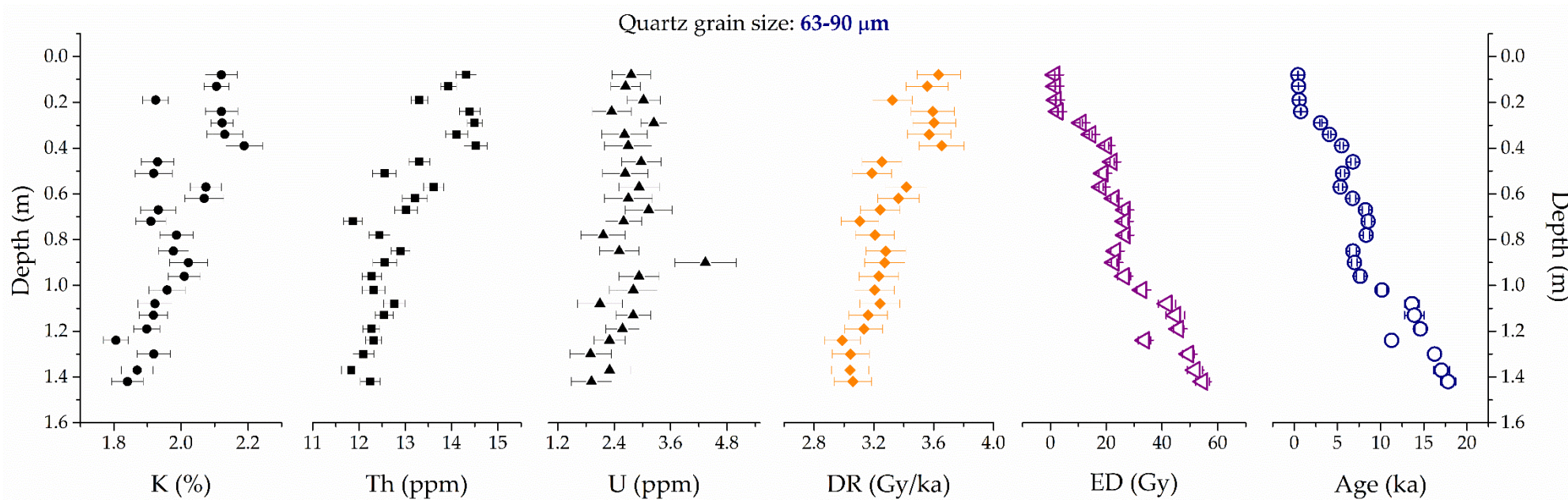
3.3.4. Vârste OSL și rezultate preliminare

Rata dozei naturale a fost obținută atât prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție cât și prin beta counting; ambele metode analitice au produs rezultate nediferențiate pentru componenta debitului dozei beta. Prin urmare, vârstele OSL au fost calculate pe baza concentrațiilor de radionuclizi obținute prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Vârstele pentru cuarț grosier (63-90 μm) cresc în general odată cu adâncimea (Figura 3.3.1). Cu toate acestea, s-au observat multiple inversiuni ce nu sunt legate de valorile debitului dozei, ci mai degrabă de dozele echivalente. Prin urmare, supradispersiunea relativă (OD) pentru datele individuale ale DE pe multigranule a fost calculată în programul R Package Luminescence prin aplicarea Modelului Vârstei Centrale după Galbraith și colab. (1999) (Burrow, 2020). Valorile pentru OD se învârt în jurul valorii de 20%.

Deși nu s-au observat hiatusuri, prezența vârstelor OSL puternic variabile este similară cea din studii de la Xifeng și Shiguazhai (Stevens și colab., 2007b), dar pare să debuteze mai devreme. Variația poate fi datorată perturbărilor pedogenice sau depozității non-eoliene cum ar fi procesele coluviale, aluviale sau de pierderi în masă (Stevens și colab., 2007b). Procesele pedogenice din timpul formării solului S_0 extinse în L_1 au fost deja dovedite să influențeze arhivele de loess-paleosol din platoul de loess prin datare OSL (Lai și Wintle, 2006; Stevens și colab., 2006).

Per total vârstele indică o amestecare verticală semnificativă de-a lungul timpului presupunând concomitent un model de pedogeneză "sus-jos" (Bateman, 2003; Jacobs și Mason, 2007).

Figura 3.3.1. Dozimetrie, debitele dozei, doze echivalente și vârste OSL pentru cele 25 de probe colectate de la secvența de loess-paleosol Luochuan. Activitățile specifice pentru K, Th și U prezentate în figură au fost obținute prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Debitele dozei pentru cuarțul grosier (63-90 μm) au fost calculate pe baza factorilor de conversie derivați din Guérin și colab. (2011). Factorul de atenuare beta și de decapare pentru fracțiunea 63-90 μm a fost considerat ca fiind de 0.94 ± 0.04 (Mejdahl, 1979). Umiditatea a fost considerată ca fiind de 15%. Debitul dozei totale include contribuția externă a radiației beta și gama, precum și contribuția radiației cosmice. Debitele dozei pentru razele cosmice au fost estimate pentru fiecare probă în parte în funcție de adâncime, altitudine și latitudinea geomagnetică (Precott și Hutton, 1994).



4. INVESTIGAȚII PRIN LUMINESCENȚĂ STIMULATĂ OPTIC ASUPRA UNOR SECȚIUNI DE LOESS-PALEOSOL CARE PREZINTĂ IMPORTANȚĂ ARHEOLOGICĂ

4.1. Vârstele obținute prin luminescență stimulată optic pentru situl Krems-Wachtberg aparținând Paleoliticului superior

4.1.1. Introducere

Grupul de situri Krems aparținând Paleoliticului superior este localizat în estul Austriei, o regiune cunoscută pentru profiluri arheologice importante precum Stillfried, Willendorf, Krems-Hundssteig și cel mai recent, Krems-Wachtberg. Săpăturile recente au scos la iveală o parte a unui nivel de locuire cu vetre, puțuri și morminte cu nou-născuți Einwögerer și colab., 2006; Händel și colab., 2009). Aceste structuri evidente împreună cu ansamblurile de descoperiri abundente sunt excelent conservate datorită încorporării într-o acumulare extinsă de loess.

4.1.2. Situl investigat și colectarea probelor

Situl Krems-Wachtberg (48°24'N/15°35'E) este situat în Austria Inferioară lângă confluența râurilor Dunăre și Krems. Stratigrafia profilului studiat anterior din sit prezintă o secvență de loess în general continuă de 8 m grosime. În partea de nord a zonei excavate, stratul principal descoperit de tip gravettian AH4 este încorporat la 5,5 m sub suprafață (Händel și colab., 2009). În cadrul secvenței, orizonturile geologice specifice (GH) au fost definite prin proprietăți sedimentologice, în timp ce orizonturile arheologice (AH) sunt definite de prezența materialului de tip antropogenic (Händel și colab., 2014). În acest studiu au fost analizate 16 probe colectate din trei profiluri.

4.1.3. Metodele analitice și protocoalele utilizate pentru măsurători

Măsurătorile de luminescență au fost efectuate cu ajutorul cititoarelor Risø TL/OSL-DA-20. Investigațiile prin luminescență au fost efectuate folosind protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) pe fracțiunile de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) (Murray și Wintle, 2000; 2003). Probele Krems-Wachtberg au fost investigate pentru evaluarea purității cuarțului folosind microscopie electronică de baleiaj (SEM). Analiza elementală și informațiile cantitative au fost obținute utilizând spectroscopie de raze X cu dispersie de energie (EDX). Au fost efectuate măsurători prin spectrometria gama de înaltă rezoluție. Măsurătorile de susceptibilitate magnetică au fost efectuate pe probe colectate pentru analize paleomagnetice.

4.1.4. Datarea optică

4.1.4.1. Prepararea probelor

Au fost efectuate proceduri standard pentru prepararea probelor în laborator. În ciuda tratamentului chimic aplicat, s-au obținut rezultate nesatisfăcătoare în investigațiile OSL preliminare efectuate pe granule fine de cuarț. În consecință, s-a extras o altă fracțiune fină (4-11 μm) de material din toate cele 16 probe și s-a efectuat un tratament cu H₂SiF₆ de 20 de zile. Pentru evaluarea purității granulelor de cuarț pentru ambele fracțiuni, s-au efectuat analize SEM și EDX pe trei probe. Rezultatele au arătat faptul că materialul conține, pe lângă cuarț, o cantitate destul de semnificativă de minerale ce sunt deosebit de bogate în Al, Fe și Ti.

4.1.4.2. Doze echivalente – comportament și caracteristici luminescente

4.1.4.2.1. OSL în regim de stimulare constantă

Performanța protocolului SAR a fost testată utilizând testele de repetare, stimulare IR și recuperare (Murray și Wintle, 2003). În ciuda pregătirii ample a probelor și a măsurătorilor repetate, testele de rigurozitate intrinsecă SAR au ridicat probleme semnificative. Aplicarea criteriilor de respingere a protocolului SAR a condus la reducerea deviației standard relative a dozelor echivalente cu valori cuprinse între 5 și 21% în cazul granulelor fine (4-11 μm) și între 10 și 28% în cazul granulelor grosiere (63-90 μm). Cu toate acestea, aplicarea acestor criterii de respingere nu a condus la o schimbare semnificativă a ED medii.

4.1.4.2.2. Testul de recuperare a dozei

Testele de recuperare a dozelor (Murray și Wintle, 2003) au fost efectuate pe granule de cuarț cu fracțiuni de 4-11 μm și 63-90 μm extrase din probele KWA 025 la KWA 467,5 și 487,5. Pentru fracțiunea de cuarț fină (4-11 μm), raporturile dintre doza recuperată și doza dată sunt subestimate cu 2-9%. Pentru fracțiunea grosieră (63-90 μm), s-au obținut raporturi egale cu unitatea pentru probele KWA 175 și 462.5. Pentru restul probelor, raporturile dintre doza recuperată și doza dată variază cu 2-7% din unitate, cu excepția probei KWA 325 unde raportul depășește pragul de 10%, fiind determinată o supraestimare de 11%.

4.1.4.2.3. OSL în regim de stimulare în pulsuri

Având în vedere faptul că materialul a fost extrem de contaminat, s-au efectuat încercări pentru a separa mai bine semnalele OSL din cuarț folosind stimularea în pulsuri (POSL). Comparând comportamentul alicotelor analizate în protocolul SAR utilizând POSL și CW-OSL standard în cazul în care au fost luate în considerare toate alicotele măsurate (cuarț fin 4-11 μm și grosier 63-90 μm), s-a

observat o îmbunătățire a ratei de acceptare în cazul aplicării protocolului POSL, cu 68% alicote acceptate (87% pentru granulele fine și 51% pentru granulele grosiere) comparativ cu 48% alicote acceptate în urma aplicării măsurătorilor standard CW-OSL (64% pentru granule fine și 43% pentru cele grosiere). Cu toate acestea, la fel ca în cazul utilizării criteriilor de respingere, în urma aplicării celor două metode diferite de stimulare nu s-au putut observa modificări semnificative în valorile medii ale dozelor echivalente.

4.1.4.2.4. Caracteristicile de saturație ale curbelor doză-răspuns

Pentru proba KWAK 575 s-au construit curbe de creștere corectate pentru schimbările de sensibilitate CW-OSL (granule de cuarț de 4-11 μm) și POSL (granule de cuarț de 63-90 μm) până la 5 kGy. Curbele extinse doză răspuns confirmă caracteristici diferite de saturație între cuarțul grosier și fin pentru doze mari, fracțiunea fină saturând la doze mai mari ($D_{01}=97$ Gy; $D_{02}=1101$ Gy) decât granulele grosiere ($D_{01}=50$ Gy; $D_{02}=755$ Gy). De asemenea, așa cum s-a raportat anterior (Timar-Gabor și colab., 2017), curbele doză-răspuns se suprapun până la doze de aproximativ 100 Gy.

4.1.4.2.5. Influența diferitelor tratamente termice

În plus, au fost testate diferite tratamente termice în timpul măsurătorilor POSL pe cuarțul grosier (63-90 μm) din trei probe. Dozele echivalente obținute utilizând aceste tratamente termice diferite sunt în concordanță în limita erorilor, astfel utilizarea diferitelor tratamente de preîncălzire și de încălzire nu conduce la obținerea unor doze echivalente diferite semnificativ.

4.1.4.3. Vârste OSL

Vârstele obținute utilizând dozele echivalente determinate prin CW-OSL și POSL sunt prezentate în **Tabelul 4.1.1** și reprezentate grafic în funcție de adâncime în raport cu orizonturile geologice în **Figura 4.1.1**. Concordanța între vârstele obținute folosind SAR-OSL pe cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) extras din loess în intervalul dozelor echivalente obținute în acest studiu (adică mai mici de 100-150 Gy) a fost raportată anterior și pe alte situri (Constantin și colab., 2012; Timar-Gabor și colab., 2017).

Tabelul 4.1.1. Rezultatele datării OSL și dozimetrie. Numărul de alicote acceptate din totalul celor măsurate este indicat alături de ED. Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice, iar erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. Toate erorile corespund la 1σ . Debitul total al dozei include contribuția radiației cosmice (Prescott și Hutton, 1994), radiațiilor gama, beta și alfa (pentru granule de cuarț 4-11 μ m), precum și contribuția radioactivității interne în cazul fracțiunii grosiere 63-90 μ m (0,01 Gy/ka). Factorul de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decazare utilizat pentru cuarțul de 63-90 μ m a fost 0.94 ± 0.047 (Mejdahl, 1979), iar factorul de eficiență alfa luat în considerare a fost 0.04 ± 0.02 (Rees-Jones și Tite, 1997). Conținutul de apă s-a determinat pe baza diferenței dintre masa probei in situ și masa uscată a probei. Valorile conținutului de apă au variat între 8 și 20%. A fost determinată dispersia obținându-se valori cuprinse între 2% și 18% în cazul granulelor fine (4-11 μ m) și între 3% și 31% pentru granulele grosiere (63-90 μ m).

Nr. orizont	Adâncime (m)	Cod probă	Metodă	Fracțiune cuarț	DE (Gy)	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	Debit total al dozei (Gy/ka)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Vârsta (ka)
GH 5	0.25	KWA 025	CW-OSL	4-11 μ m	$59.5 \pm 0.9_{12/13}$	2.66 ± 0.05	9.0 ± 0.1	1.04 ± 0.01	2.76 ± 0.02	1.9	9	22.0 ± 2.0
				63-90 μ m	$-_{0/6}$				-	-	-	-
GH 7	0.75	KWA 075	CW-OSL	4-11 μ m	$60.2 \pm 1.0_{10/11}$	2.60 ± 0.05	7.8 ± 0.07	1.03 ± 0.01	2.44 ± 0.02	1.6	9.8	25.0 ± 2.5
				63-90 μ m	$51.8 \pm 3.4_{10/16}$				2.05 ± 0.01	6.6	7.5	25.3 ± 2.5
			POSL	63-90 μ m	$51.1 \pm 5.3_{5/10}$				2.05 ± 0.01	10.4	7.5	24.9 ± 3.2
GH 9	1.25	KWA 125	CW-OSL	4-11 μ m	$63.5 \pm 1.5_{8/10}$	2.68 ± 0.01	7.2 ± 0.2	1.02 ± 0.02	2.48 ± 0.02	2.3	9.2	28.1 ± 3.2
				63-90 μ m	$51.9 \pm 4.9_{11/12}$				2.08 ± 0.02	9.5	6.8	25.0 ± 2.9
			POSL	4-11 μ m	$50.4 \pm 1.7_{10/10}$				2.48 ± 0.02	3.5	9.2	20.3 ± 2.0
				63-90 μ m	$46.9 \pm 2.4_{9/10}$				2.08 ± 0.02	5.2	6.8	22.6 ± 1.9
GH 11	1.75	KWA 175	CW-OSL	63-90 μ m	$70.7 \pm 2.8_{11/15}$	2.91 ± 0.03	8.6 ± 0.2	1.15 ± 0.01	2.25 ± 0.02	4	7.4	31.5 ± 2.7
			POSL	63-90 μ m	$68.2 \pm 4.3_{8/10}$				2.25 ± 0.02	6.3	7.4	30.4 ± 3.0
GH 14	2.25	KWA 225	CW-OSL	4-11 μ m	$89.0 \pm 2.4_{10/18}$	3.24 ± 0.04	9.9 ± 0.12	1.31 ± 0.02	3.17 ± 0.02	2.8	9.2	28.1 ± 2.7
				63-90 μ m	$73.0 \pm 2.5_{10/28}$				2.64 ± 0.02	3.5	6.6	27.7 ± 2.1
GH 17	2.75	KWA 275	CW-OSL	63-90 μ m	$70.0 \pm 2.7_{10/17}$	2.76 ± 0.05	8.6 ± 0.07	1.06 ± 0.01	2.21 ± 0.02	3.9	6.7	31.7 ± 2.5
GH 18	3.25	KWA 325	CW-OSL	63-90 μ m	$71.2 \pm 3.4_{10/21}$	2.93 ± 0.05	8.7 ± 0.14	1.31 ± 0.02	2.43 ± 0.02	4.8	7	29.3 ± 2.5
GH 20	3.75	KWA 375	CW-OSL	63-90 μ m	$70.8 \pm 2.3_{10/25}$	3.03 ± 0.11	9.1 ± 0.23	1.27 ± 0.02	2.44 ± 0.03	3.4	7	29.1 ± 2.3

GH 22	4.25	KWA 425	CW-OSL	4-11 μm	$97.0 \pm 1.4_{10/16}$	3.02 ± 0.02	10.4 ± 0.12	1.39 ± 0.02	3.16 ± 0.02	1.6	9.2	30.7 ± 2.9
				63-90 μm	$84.2 \pm 3.7_{11/28}$				2.64 ± 0.02	4.4	6.8	31.9 ± 2.6
GH 25	4.625	KWA 462.5	CW-OSL	4-11 μm	$98.5 \pm 0.9_{24/32}$	3.08 ± 0.06	10.1 ± 0.29	1.42 ± 0.02	3.23 ± 0.03	1.4	8.9	30.5 ± 2.8
				63-90 μm	$72.3 \pm 8.1_{4/14}$				2.70 ± 0.03	11.2	6.5	26.8 ± 3.5
			POSL	4-11 μm	$95.3 \pm 2.6_{15/20}$				3.23 ± 0.03	2.9	8.9	29.5 ± 2.8
				63-90 μm	$98.1 \pm 11.0_{4/20}$				2.70 ± 0.03	17.9	6.5	33.1 ± 6.3
GH 27	4.875	KWA 487.5	CW-OSL	4-11 μm	$122.1 \pm 3.4_{10/20}$	3.15 ± 0.09	11.1 ± 0.25	1.56 ± 0.02	3.51 ± 0.04	3	8.8	34.8 ± 3.2
				63-90 μm	$113.0 \pm 5.4_{3/14}$				2.93 ± 0.03	4.9	6.4	38.5 ± 3.1
			POSL	4-11 μm	$67.0 \pm 2.9_{18/20}$				3.51 ± 0.04	4.4	8.8	19.1 ± 1.9
				63-90 μm	$96.2 \pm 9.7_{10/20}$				2.93 ± 0.03	7.8	6.4	33.9 ± 3.4
GH 28	5.25	KWA 525	CW-OSL	4-11 μm	-0/10	3.23 ± 0.01	11.0 ± 0.12	1.51 ± 0.02	-	-	-	-
				63-90 μm	-0/14				-	-	-	
GH 81	5.75	KWAK 575	CW-OSL	4-11 μm	$81.3 \pm 6.3_{7/14}$	3.39 ± 0.05	10.5 ± 0.07	1.58 ± 0.02	3.69 ± 0.02	-	-	22.0 ± 2.5
				63-90 μm	$87.2 \pm 4.1_{10/21}$				3.07 ± 0.02	4.7	5.9	28.4 ± 2.1
GH 83	6.25	KWAK 625	CW-OSL	4-11 μm	$110.5 \pm 4.8_{5/10}$	3.39 ± 0.09	10.0 ± 0.12	1.47 ± 0.05	3.31 ± 0.06	4.7	9.1	33.4 ± 3.4
				63-90 μm	$109.5 \pm 9.6_{10/28}$				2.76 ± 0.05	9	6.7	39.7 ± 4.4
GH 85	6.75	KWAK 675	-	-	-	3.05 ± 0.03	9.2 ± 0.09	1.46 ± 0.02	-	-	-	-
GH 87.2	7.25	KWAK 725	POSL	4-11 μm	$134.7 \pm 3.1_{9/10}$	3.11 ± 0.03	10.3 ± 0.25	1.83 ± 0.05	3.43 ± 0.05	2.8	9.3	39.2 ± 3.8

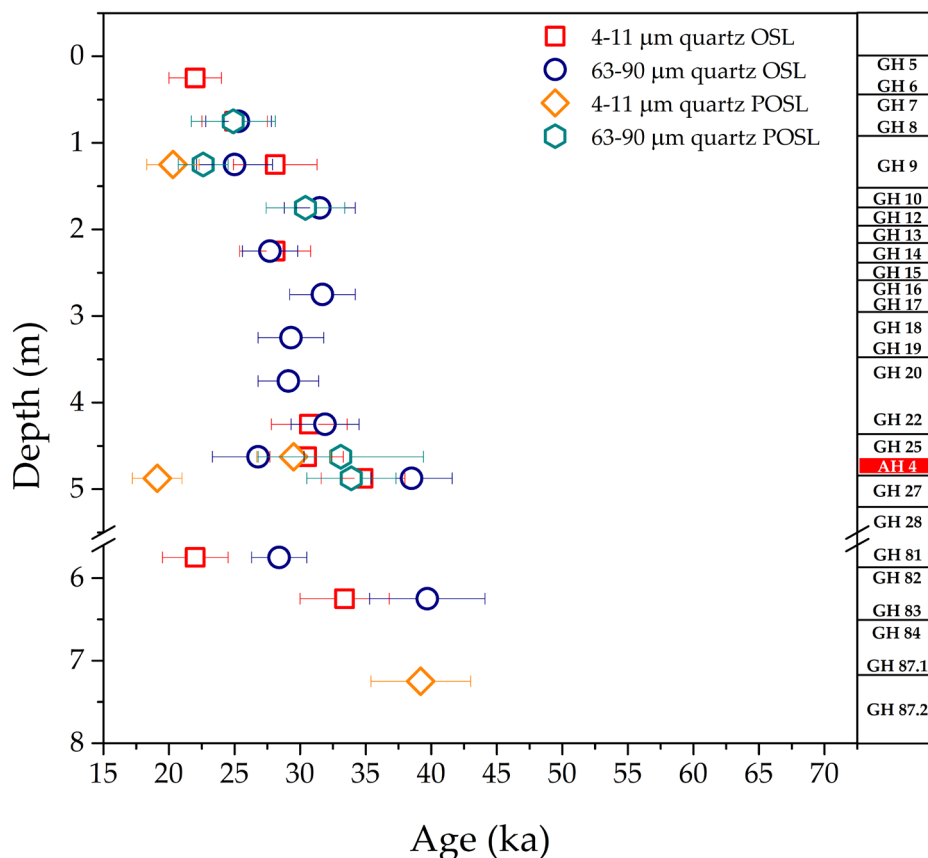


Figura 4.1.1. Vârstele SAR CW-OSL și POSL reprezentate în funcție de adâncime și orizonturile geologice (GH). Vârstele obținute pe cuarțul fin sunt reprezentate cu pătrate, iar vârstele obținute pe cuarțul grosier sunt reprezentate cu cercuri. Erorile vârstelor corespund la 1σ . Orizonturile geologice se bazează pe observațiile din teren și sunt confirmate de rezultatele susceptibilității magnetice.

4.1.5. Discuții și concluzie

Diferitele tratamente termice efectuate precum și aplicarea luminescenței stimulate optic în pulsuri nu au condus la variații semnificative ale dozelor echivalente obținute. Cronologia obținută confirmă evaluarea anterioară conform căreia arhiva de loess cuprinde Würmianul mijlociu-târziu (Hambach, 2010; Hambach și colab., 2008; Händel și colab., 2014). Media aritmetică a celor șapte vârste obținute folosind metode diferite pentru cele două probe colectate deasupra și dedesubtul stratului arheologic principal AH4 este de 32.4 ± 1.5 ka, fiind în concordanță în limita erorilor cu rezultatele obținute utilizând OSL și IRSL (Lomax și colab., 2014), TL (Zöller și colab., 2014) și radiocarbon (Einwögerer și colab., 2009). Din păcate, ținând cont de dificultățile întâmpinate în procesul de extracție a cuarțului și de comportamentul necorespunzător al materialului în protocolul de măsurare SAR-OSL, obținerea unei precizii și acuratețe mai ridicate pentru cronologia sitului Krems-Wachtberg folosind metodele de datare prin luminescență disponibile în prezent rămâne o sarcină dificilă în ciuda semnificației arheologice și paleoenvironmentale a acestui sit.

4.2. Revizitarea sitului Kammern-Grubgraben - Primele rezultate ale investigațiilor reluate la un sit cunoscut aparținând LGM localizat în estul Austriei

4.2.1. Introducere

Până în prezent, un număr limitat de situri stratificate aparținând Paleoliticului superior care datează LGM sunt cunoscute în Europa Centrală ca fiind caracterizate de structuri de locuire bine conservate, precum și cantități considerabile de materiale arheologice. Un astfel de sit este Kammern-Grubgraben, denumit și „Grubgraben bei Kammern sau „Grubgraben”. Structuri extinse de piatră interpretate ca locuințe au fost descoperite alături de o industrie bogată de obiecte din os ce cuprinde obiecte de fildeș, ace cu ochi mici, spatule și artefacte din os denticulare.

4.2.2. Situl investigat și colectarea probelor

Situl Kammern-Grubgraben (48°28'28 "N, 15°42'34" E) este situat în Austria Inferioară, la aproximativ 70 km vest de Viena. Aici, o arhivă distinctă de loess-paleosol de aproximativ 9 m a fost conservată într-o zonă extinsă din apropierea râului Kamp, afluent al Dunării. Situl Grubgraben bei Kammern prezintă depozite arheologice stratificate reprezentând așezări epigravettiene din Paleoliticul târziu precum și o înregistrare paleoclimatică de înaltă rezoluție. Un nou studiu raportat de Händel și colab. (2020) s-a focusat pe obținerea unor noi vârste OSL și radiocarbon precum și analiza secvenței ocupaționale, structurii sistemului de așezări, economiei și mobilității. În acest scop, 10 probe colectate sub formă de dubleți au fost recuperate în 2015.

4.2.3. Datarea optică

4.2.3.1. Prepararea probelor, facilități analitice și protocoale de măsurare

Prepararea probelor și investigațiile luminescente au fost efectuate în timpul unei stagi de cercetare la Nordic Laboratory for Luminescence Dating din Roskilde, Danemarca. Datorită tuburilor mici în care au fost prelevate probele și prin urmare a cantităților reduse de material, a fost extrasă doar fracțiunea de cuarț grosier (63-90 μm). Măsurătorile de luminiscentă au fost efectuate folosind două cititoare automate Risø TL/OSL-DA-20. Măsurătorile OSL au fost efectuate utilizând protocolul unilicote regenerativ (SAR) (Murray și Wintle, 2000, 2003). Activitățile specifice ale radionuclizilor au fost măsurate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție în laboratorul de datare prin luminiscentă și dozimetrie din Cluj-Napoca, România.

4.2.3.2. Doze echivalente – comportament și caracteristici ale luminescenței

Pentru fiecare probă investigată s-au efectuat între 12 și 22 de măsurători repetate ale dozei echivalente.

4.2.3.2. Vârstele OSL

Vârstele și erorile obținute sunt prezentate în **Tabelul 4.2.1**. Vârstele OSL reprezentate în funcție de adâncime sunt redată în **Figura 4.2.1**. În raport cu pozițiile lor stratigrafice relative, probele ID 931, 932, 1482 și 1483 au furnizat rezultate cronologice similare care corespund GS-3. Această concluzie a fost susținută și de vârstele obținute prin radiocarbon care au plasat structura principală a orizontului ocupațional AL2-4 posterior la GS-3. Probele situate deasupra AH102 (ID 1479 și 1480) și la nivelul cel mai jos (ID 1485 și 1486) marchează un episod de sedimentare timpuriu care nu are legătură cu cadrul arheologic. Probele ID 1476 și 1477, colectate de deasupra AH101 nu au fost în concordanță și au prezentat inversiune stratigrafică.

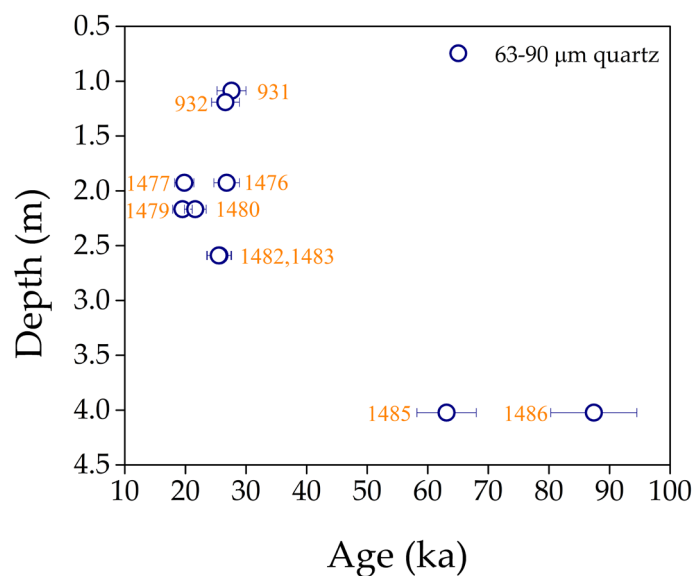


Figura 4.2.1. Vârstele OSL reprezentate în funcție de adâncime (calculate luând în considerare un conținut de apă de 15%).

Tabelul 4.2.1. Datele de luminescență și dozimetrie. Datele de luminescență și dozimetrie sunt prezentate cu erorile statistice; erorile indicate alături de vârstele OSL reprezintă erorile totale. Toate erorile corespund la 1σ . Activitățile specifice au fost măsurate pe detectorul well, iar vârstele au fost determinate luând în considerare un conținut de apă de 15% cu o eroare relativă de 25%; n indică numărul de alicote acceptate; Factorul de corecție pentru atenuarea radiațiilor beta și decaflare utilizat pentru cuarțul de 63-90 μm a fost 0.94 ± 0.05 . Debitul total al dozei constă în contribuția din radiațiile beta și gamma, precum și din contribuția radiațiilor cosmice.

Cod probă	Adâncime (m)	Fracțiune (μm)	Conținut de apă (%)	DE (Gy)	U-Ra (Bq/kg)	Th (Bq/kg)	K (Bq/kg)	Eroare statistică (%)	Eroare sistematică (%)	Debit total al dozei (Gy/ka)	Vârstă (ka)
931	1.087	63-90	15	78.2 ± 4.0 (n=11)	41.2 ± 1.1	68.3 ± 2.0	360.5 ± 10.2	5.3	6.0	2.984 ± 0.046	26.2 ± 2.1
932	1.192	63-90	15	58.4 ± 2.2 (n=8)	36.5 ± 0.4	34.8 ± 0.5	345.4 ± 11.0	4.0	6.1	2.307 ± 0.033	25.3 ± 1.9
1476	1.927	63-90	15	61.0 ± 2.2 (n=16)	40.1 ± 1.3	42.8 ± 0.8	318.2 ± 10.5	3.9	6.9	2.276 ± 0.036	26.8 ± 2.1
1477	1.927	63-90	15	53.2 ± 2.2 (n=17)	46.7 ± 2.4	49.8 ± 1.3	389.8 ± 10.2	4.5	7	2.694 ± 0.047	19.8 ± 1.6
1479	2.168	63-90	15	53.8 ± 1.8 (n=19)	53.5 ± 1.4	43.5 ± 1.6	408.1 ± 16.8	3.9	7	2.759 ± 0.055	19.5 ± 1.6
1480	2.168	63-90	15	54.1 ± 2.2 (n=19)	49.7 ± 1.1	39.2 ± 1.4	361.4 ± 10.3	4.3	7	2.500 ± 0.038	21.6 ± 1.8
1482	2.59	63-90	15	66.2 ± 2.0 (n=21)	45.1 ± 1.2	48.5 ± 0.5	371.5 ± 9.9	3.3	7	2.583 ± 0.032	25.6 ± 2.0
1483	2.59	63-90	15	66.5 ± 2.0 (n=21)	44.5 ± 0.9	47.6 ± 1.2	388.9 ± 10.1	3.3	7	2.606 ± 0.035	25.5 ± 2.0
1485	4.023	63-90	15	181.7 ± 5.1 (n=17)	43.8 ± 0.8	54.8 ± 2.1	458.1 ± 13.6	3.3	7.1	2.880 ± 0.050	63.1 ± 4.9
1486	4.023	63-90	15	233.0 ± 9.1 (n=20)	44.0 ± 0.8	47.2 ± 0.9	421.3 ± 10.4	4.1	7.1	2.666 ± 0.033	87.4 ± 7.1

4.2.4. Rezultate și discuții

Revizitarea științifică de la Kammern-Grubgraben a reușit să aducă noi perspective asupra rezultatelor obținute în cercetările anterioare. Pe baza noii cronologii OSL, este cel mai probabil ca AH2/102, corespunzător secvenței principale a structurii ocupaționale AL2-4, să poată fi plasat din punct de vedere cronostratigrafic între picurile de praf din acumularea de sediment de la sfârșitul GS-3 și debutul GS-2.1. În ciuda corelării cu interstadialul GI-2 (GI-2.2/GI-2.1), Händel și colab. (2020) nu este de acord cu Haesaerts (1990) și Haesaerts și Damblon (2016) în ceea ce privește asocierea straturilor arheologice independente cu diferite interstadiale, în special datorită faptului că intervalele scurte de timp (aprox. 120-200 ani) nu ar putea fi raportate cu acuratețe prin tehnicile radiometrice sau luminescente. Încă nu s-a reușit a dovedi o diferență clară între GI-2.1 și GI-2.2 în arhivele regionale de loess (Marković și colab., 2015; Terhorst și colab., 2015). Mai mult, straturile închise la culoare despre care se crede că reprezintă cele două orizonturi humice nu conțineau compuși organici (cenușă sau humus), fiind interpretate ca rezultat al dezintegrării plăcilor de piatră și a eroziunii cauzate de vânt (Händel și colab., 2020).

Datele obținute prin datarea cu radiocarbon și materialul arheologic recuperat din secvența principală a sistemului de așezări AH2/102 (AL2-4) indică faptul că AH1/101 (AL1) reprezintă un palimpsest al diferitelor așezări (Händel și colab., 2020). Această interpretare este de asemenea susținută de procesele geomorfologice observate în zonă și de cronologia OSL oferind vârste incongruente pentru sedimentul de deasupra (ID 1476 și 1477). Redepozitarea datorată eroziunii ar putea explica lipsa a trei așezări distincte din interiorul AH2/102 (AL2-4), AL2a fiind cel mai probabil rezultatul dărâmării și deplasării post-depoziționale (Händel și colab., 2020).

SUMAR ȘI CONCLUZII

Noile investigații OSL efectuate pe cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) extras din 21 de probe noi de la Mircea Vodă au demonstrat încă o dată discrepanța între doze echivalente și vârste, similar cu datele raportate anterior pe această temă (Timar-Gabor și colab., 2011, 2012, 2015a; Constantin și colab., 2014). Cu toate acestea, în cazul acestui studiu diferența apare la ~ 20 ka, mai devreme decât s-a observat anterior. De asemenea pentru probele mai vechi (începând de la unitatea de loess L2 în jos) s-a observat același model în care vârstele OSL subestimează momentul real al depunerii, așa cum a raportat Timar-Gabor și colab. (2011) și Vasiliniuc și colab. (2012) la Mircea Vodă. Pentru a investiga acest comportament prezentat de probele mai vechi, s-au construit curbe doză răspuns (DRC) până la doze de 2 kGy (pentru cuarț de 63-90 μm) și 5 kGy (pentru cuarț de 4-11 μm). S-au folosit diferite doze test (17 și 170 Gy) pentru a evalua comportamentul semnalelor luminescente naturale corectate de sensibilitate la nivelurile de saturație.

Referitor la evaluarea tranziției Pleistocen/Holocen înregistrată în secvențele de loess-paleosol din bazinul Dunării de Jos din Europa de Sud-Est, rezultatele obținute de la Mircea Vodă au fost comparate cu cele de la Râmnicu Sărat în ceea ce privește datarea OSL de înaltă rezoluție și susceptibilitatea magnetică. Rezultatele au confirmat o tranziție graduală S0/L1 plasată la 20 ± 2 ka la Mircea Vodă și între 17.6 ± 1.4 ka și 12.4 ± 1.0 ka la Râmnicu Sărat. Rezultatele privind tranziția Pleistocen/Holocen au fost comparate cu cele raportate de Constantin și colab. (2019). Se poate concluziona faptul că variația MS în tranziția Pleistocen/Holocen este destul de concomitentă pentru toate cele patru situri, cu debutul creșterii semnalului susceptibilității magnetice începând mai aproape de tranziția de 17 ka din secvențele regionale de $\delta^{18}\text{O}$ bentic datate prin radiocarbon (Stern și Lisiecki, 2014).

Situat în faimosul platou de loess chinez (CLP), Luochuan este una dintre cele mai intens studiate LPS, considerată de mulți ca fiind o secțiune importantă pentru cercetarea paleoclimatului datorită celor peste 30 de alternanțe loess-paleosol. Considerând interesele recente cu privire la rezultatele eroziunii cauzate de proceselor de forțare datorate gheții din CLP, s-a efectuat datarea prin luminescență de înaltă rezoluție a tranziției Pleistocen/Holocen în timpul unei stagiuni de cercetare de 3 luni la Laboratorul Nordic pentru Datare prin Luminescență din Roskilde, Danemarca. Cea mai interesantă observație este cea referitoare la vârstele OSL, care în general cresc cu adâncimea, dar prezintă un model îngrijorător cu inversiuni multiple. Dozele echivalente urmează același model, însă se pune întrebarea dacă problema este cauzată sau nu de amestec vertical semnificativ.

Situl de loess-paleosol Krems-Wachtberg a fost intens studiat, cronologia acestuia fiind prezentă de Einwögerer și colab. (2006, 2009), Lomax și colab. (2014) și Zöller și colab. (2014). Datorită semnificației arheologice și paleoenvironmentale a sitului, au fost analizate 16 probe noi din trei profile în ceea ce privește OSL și MS. Procesul de extragere a granulelor de cuarț din probe s-a dovedit a fi o sarcină dificilă. Microscopia electronică de baleiaj (SEM) împreună cu analiza prin spectroscopie de raze X cu dispersie de energie (EDX) au arătat faptul că materialul „cuarț” a fost foarte contaminat cu minerale bogate în Fe, Al și TI chiar și după efectuarea unor tratamente chimice extinse. Au fost testate diferite tratamente termice precum și luminiscenta stimulată optic în pulsuri (POSL) pentru a îmbunătăți determinările ED, însă rezultatele nu au arătat îmbunătățiri semnificative. S-au investigat diferitele caracteristici de saturație ale fracțiilor de cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm). Vârstele obținute pe cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm) au fost în concordanță așa cum era de așteptat pentru doze cuprinse între 100-150 Gy (Constantin și colab., 2012; Timar-Gabor și colab., 2017).

Nu în ultimul rând, o altă contribuție cronologică la studiile arheologice a fost făcută în cazul sitului Kammern-Grubgraben localizat de asemenea în Austria. Situl este cunoscut nu numai pentru industria bogată de obiecte de os și orizonturile ocupaționale atribuite culturii aurignaciene, ci și datorită interpretării sale paleoclimatice și geocronologice. Ca urmare, în timpul unei noi investigații pe teren au fost colectate 10 probe noi. Vârstele obținute pe granule de cuarț grosier (63-90 μm) au dovedit încă o dată importanța datării OSL în stabilirea unei cronologii robuste care, în acest caz, a reușit să clarifice anumite aspecte privind stratigrafia complexă a sitului Kammern-Grubgraben.

Toate cele cinci situri de loess-paleosol investigate în această teză au prezentat mai multe obstacole în ceea ce privește datarea OSL pe cuarț, oferind în același timp rezultate metodologice și noi cronologii care clarifică cercetările anterioare.

BIBLIOGRAFIE

1. Adamiec, G. 2000. Variations in luminescence properties of single quartz grains and their consequences for equivalent dose estimation. *Radiation Measurements* 32, pp. 427-432.
2. Adamiec, G. Aitken, M.J. 1998. Dose-rate conversion factors: new data. *Ancient TL* 16, pp. 37-50.
3. Anechitei-Deacu, V., Timar-Gabor, A., Fitzsimmons, K.E., Veres, D., Hambach, U. 2013. Multi-method investigations on quartz grains of different sizes extracted from a loess section in Southeast Romania interbedding the Campanian Ignimbrite ash layer. *Geochronometria* 41, pp. 1-14.
4. Bailey, R.M. 2001. Towards a general kinetic model for optically and thermally stimulated luminescence of quartz. *Radiation Measurements* 33, pp. 17-45.
5. Bailey, R.M., Smith, B.W., Rhodes, E.J. 1997. Partial bleaching and the decay form characteristics of quartz OSL. *Radiation Measurements* 27, pp. 123-136.
6. Bălescu, S., Lamothe, M., Panaiotu, C., Panaiotu, C. 2010. La chronologie IRSL des séquences loessiques de l'est de la Roumanie. *Quaternaire* 21, pp. 115-126.
7. Bateman, M.D., Frederick, C.D., Jaiswal, M.K., Singhvi, A.K. 2003. Investigations into the potential effects of pedoturbation on luminescence dating. *Quaternary Science Reviews* 22, pp. 1169-1176.
8. Berryman, K.R. 1993. Distribution, age, and deformation of Late Pleistocene marine terraces at Mahia Peninsula, Hikurangi subduction margin, New Zealand. *Tectonics* 12, pp. 1365-1379.
9. Bettis III, E.A., Muhs, D.R., Roberts, H.M., Wintle, A.G. 2003. Last glacial loess in the conterminous USA. *Quaternary Science Reviews* 22, pp. 1907-1946.
10. Bokhorst, M.P., Beets, C.J., Marković, S.B., Gerasimenko, N.P., Matviishina, Z.N., Frechen, M. 2009. Pedo-chemical climate proxies in Late Pleistocene Serbian-Ukrainian loess sequences. *Quaternary International* 198, pp. 113-123.
11. Bokhorst, M.P., Vandenberghe, J. 2009. Validation of wiggle matching using multi-proxy approach and its palaeoclimatic significance. *Journal of Quaternary Science* 24, pp. 937-947.
12. Bronger, A. 2003. Correlation of loess-paleosol sequences in East and Central Asia with SE Central Europe—towards a continental Quaternary pedostratigraphy and paleoclimatic history. *Quaternary International* 106-107, pp. 11-31.
13. Buggle, B., Glaser, B., Zöller, L., Hambach, U., Marković, S.B., Glaser, I., Gerasimenko, N. 2008. Geochemical characterization and origin of Southeastern and Eastern European loesses (Serbia, Romania, Ukraine). *Quaternary Science Reviews* 27, pp. 1058-1075.
14. Buggle, B., Hambach, U., Glaser, B., Gerasimenko, N., Markovic, S., Glaser, I., Zöller, L. 2009. Stratigraphy, and spatial and temporal paleoclimatic trends in Southeastern/Eastern European loess-paleosol sequences. *Quaternary International* 196, pp. 86-106.

15. Buggle, B., Hambach, U., Kehl, M., Marković, S.B., Zöller, L., Glaser, B. 2013. The progressive evolution of a continental climate in southeast-central European lowlands during the Middle Pleistocene recorded in loess paleosol sequences. *Geology* 41, pp. 771–774.
16. Buggle, B., Hambach, U., Müller, K., Zöller, L., Marković, S.B., Glaser, B. 2014. Iron mineralogical proxies and Quaternary climate change in SE-European loess-paleosol sequences. *Catena* 117, pp. 4–22.
17. Burow, C. 2020. `calc_CentralDose()`: Apply the central age model (CAM) after Galbraith et al. (1999) to a given De distribution. Function version 1.4.0. In: Kreutzer, S., Burow, C., Dietze, M., Fuchs, M.C., Schmidt, C., Fischer, M., Friedrich, J. 2020. *Luminescence: Comprehensive Luminescence Dating Data Analysis*. R package version 0.9.7. <https://CRAN.R-project.org/package=Luminescence>.
18. Busacca, A.J., Begét, J.E., Markewich, H.W., Muhs, D.R., Lancaster, N., Sweeney, M.R. 2004. Eolian sediments. In: Gillespie, A.R., Porter, S.C., Atwater, B.F. (Eds.), *The Quaternary period in the United States*. Elsevier, Amsterdam, Netherlands, pp. 275–309.
19. Buylaert, J.P., Murray, A.S., Vandenberghe, D., Vriend, M., De Corte, F., Van den haute, P. 2008. Optical dating of Chinese loess using sand-sized quartz: Establishing a time frame for Late Pleistocene climate changes in the western part of the Chinese Loess Plateau. *Quaternary Geochronology* 5, pp. 143–148.
20. Buylaert, J.P., Vandenberghe, D., Murray, A.S., Huot, S., De Corte, F., Van den Haute, P. 2007. Luminescence dating of old (>70 ka) Chinese loess: A comparison of single aliquot OSL and IRSL techniques. *Quaternary Geochronology* 10, pp. 75–80.
21. Chapot, M.S., Roberts, H.M., Duller, G.A.T., Lai, Z.P. 2012. A comparison of natural-and laboratory-generated dose response curves for quartz optically stimulated luminescence signals from Chinese Loess. *Radiation Measurements* 47, pp. 1045-1052.
22. Conard, N.J., Bolus, M. 2003. Radiocarbon dating the appearance of modern humans and timing of cultural innovations in Europe: new results and new challenges. *Journal of Human Evolution* 44, pp. 331–371.
23. Conea A. 1969. Profils de loess en Roumanie. In: Fink, J. (Ed.), *La stratigraphie des loess d'Europe*. Supplément du Bulletin de l'Association Française pour l'Etude du Quaternaire, INQUA, pp. 127-134.
24. Conea, A. 1970. Formatiuni Cuaternare în Dobrogea (Loessuri si Paleosoluri) (Quaternary Units in Dobrogea), Editura Academiei RSR, Bucuresti, Romania, pp. 234.
25. Constantin, D., Begy, R., Vasiliniuc, S., Panaiotu, C., Necula, C., Codrea, V., Timar-Gabor, A. 2014. High-resolution OSL dating of the Costinești section (Dobrogea, SE Romania) using fine and coarse quartz. *Quaternary International* 334-335, pp. 20-29.
26. Constantin, D., Camenita, A., Panaiotu, C., Necula, C., Codrea, V., Timar-Gabor, A. 2015a. Fine and coarse-quartz SAR-OSL dating of Last Glacial loess in Southern Romania. *Quaternary International* 357, pp. 33-43.

27. Constantin, D., Jain, M., Murray, A.S., Buylaert, J.-P., Timar-Gabor, A. 2015b. Quartz luminescence response to a mixed alpha - beta field: Investigations on Romanian loess. *Radiation Measurements* 81, pp. 110-115.
28. Constantin, D., Timar-Gabor, A., Veres, D., Begy, R., Cosma, C. 2012. SAR-OSL dating of different grain-sized quartz from a sedimentary section in southern Romania interbedding the Campanian Ignimbrite/Y5 ash layer. *Quaternary Geochronology* 10, pp. 81-86.
29. Constantin, D., Veres, D., Panaiotu, C., Anechitei-Deacu, V., Groza, S.M., Begy, R., Kelemen, S., Buylaert, J.P., Hambach, U., Marković, S.B. 2019. Luminescence age constraints on the Pleistocene-Holocene transition recorded in loess sequences across SE Europe. *Quaternary Geochronology* 49, pp. 71-77.
30. Cunningham, A.C., Murray, A.S., Armitage, S.J., Autzen, M. 2018. High-precision natural dose rate estimates through beta counting. *Radiation Measurement* 120, pp. 209-214.
31. Dimofte, D., 2012. Schimbări climatice cuaternare înregistrate în depozite sedimentare deduse prin analize mineralogice, granulometrice, geochimice și magnetice pe secțiuni de loess-paleosol din România Climatic fluctuation recorded by loess-paleosol deposits from Romania using mineralogical, granulometric, geochemical and magnetic data. PhD thesis. University of Bucharest, pp. 165 (in Romanian).
32. Dodonov, A. E., Zhou, L.P., Markova, A.K., Tchepalyga, A.L., Trubikin, V. M., Aleksandrowski, A.L., Simakova, A.N. 2006. Middle-Upper Pleistocene bio-climatic and magnetic records of the Northern Black Sea Coastal Area. *Quaternary International* 149, pp. 44-54.
33. Dong, G., Yang, Y., Zhao, Y., Zhou, A., Zhang, X., Li, X., Chen, F. 2012. Human settlement and human-environment interactions during the historical period in Zhuanglang County, western Loess Plateau. *Quaternary International* 281, pp. 78-83.
34. Duller, G.A.T. 2004. Luminescence dating of Quaternary sediments: recent advances. *Journal of Quaternary Science* 19, pp. 183-192.
35. Duller, G.A.T., Bøtter-Jensen, L., Murray, A.S. 2000. Optical dating of single sand-sized grains of quartz: sources of variability. - *Radiation Measurements* 32, pp. 453-457.
36. Eden, D.N. Hammond, A.P. 2003. Dust accumulation in the New Zealand region since the last glacial maximum. *Quaternary Science Reviews* 22, pp. 2037-2052.
37. Einwögerer, T., Friesinger, H., Händel, M., Neugebauer-Maresch, C., Simon, U. 2006. Upper Palaeolithic infant burials. Decorations on the bodies of newborns indicate that they were probably important in their community. *Nature* 444, pp. 285.
38. Einwögerer, T., Händel, M., Neugebauer-Maresch, C., Simon, U., Steier, P., Teschler-Nicola, M., Wild, E.M. 2009. ¹⁴C dating of the Upper Paleolithic site at Krems-Wachtberg, Austria. *Radiocarbon* 51, pp. 847-855.
39. Einwögerer, T., Händel, M., Simon, U., Masur, A., Neugebauer-Maresch, C. 2014. Upper Palaeolithic occupation in the Wachtberg area of Krems: The evidence of surveys, sections and core samples, *Quaternary International* 351, pp. 50-66.

40. Forman, S.L., 1991. Late Pleistocene chronology of loess deposition near Luochuan, China. *Quaternary Research* 36, pp. 19-28.
41. Fu, X., Li, B., Li, S.H. 2012. Testing a multi-step post-IR IRSL dating method using polymineral fine grains from Chinese loess. *Quaternary Geochronology* 10, pp. 8-15.
42. Galbraith, R.F., Roberts, R.G., Laslett, G.M., Yoshida, H., Olley, J.M. 1999. Optical dating of single grains of quartz from Jinmium rock shelter, northern Australia. Part I: experimental design and statistical models. *Archaeometry* 41, pp. 339-364.
43. Gallet, S., Jahn, B., Torii, M. 1996. Geochemical characterization of the Luochuan loess-paleosol sequence, China, and paleoclimatic implications. *Chemical Geology* 133, pp. 67-88.
44. Groza, S.M., Hambach, U., Veres, D., Vulpoi, A., Händel, M., Einwögerer, T., Simon, U., Neugebauer-Maresch, C., Timar-Gabor, A. 2019. Optically stimulated luminescence ages for the Upper Palaeolithic site Krems-Wachtberg, Austria. *Quaternary Geochronology* 49, pp. 242-248.
45. Groza-Săcaci, S.M., Panaiotu, C., Timar-Gabor, A. 2020. Single aliquot regeneration (SAR) optically stimulated luminescence dating protocols using different grains-sizes of quartz: Revisiting the chronology of Mircea Vodă loess-paleosol master section (Romania). *Methods and Protocols* 3, 19.
46. Guérin, G., Mercier, N., Adamiec, G. 2011. Dose-rate conversion factors: Update. *Ancient TL* 29, pp. 5-8.
47. Haesaerts, P. 1990. Stratigraphy of Grubgraben Loess Sequence. In: Montet-White, A. (Ed.) *The Epigravettian Site of Grubgraben, Lower Austria: The 1986 and 1987 Excavations*. ERAUL 40, Liège, pp. 15-35.
48. Haesaerts, P., Damblon, F. 2016. The Late Palaeolithic Site of Kammern-Grubgraben (Lower Austria). *Additional Data on Loess Stratigraphy and Palaeoenvironment*. *Archaeologia Austriaca* 100, pp. 255-269.
49. Hambach, U. 2010. Palaeoclimatic and stratigraphic implications of high resolution magnetic susceptibility logging of Würmian loess at the Krems-Wachtberg Upper-Palaeolithic site. In: Neugebauer-Maresch, C., Owen, L.R. (Eds.), *New aspects of the Central and Eastern European Upper Palaeolithic – methods, chronology, technology and subsistence*. *Proceedings of the Prehistoric Commission of the Austrian Academy of Sciences, Vienna, Austria*, pp. 295-304.
50. Hambach, U., Zeeden, C., Hark, M., Zöller, L. 2008. Magnetic dating of an Upper Palaeolithic cultural layer bearing loess from the Krems-Wachtberg site (lower Austria). *Abhandlungen der Geologischen Bundesanstalt* 62, pp. 153-157.
51. Händel, M., Einwögerer, T., Simon, U. 2008. Krems-Wachtberg - a Gravettian settlement site in the Middle Danube Region. *Wissenschaftliche Mitteilungen des Niederösterreichischen Landesmuseum* 19, pp. 91-108.

52. Händel, M., Einwögerer, T., Simon, U., Neugebauer-Maresch, C. 2014. Krems-Wachtberg excavations 2005–12: main profiles, sampling, stratigraphy, and site formation. *Quaternary International* 351, pp. 38-49.
53. Händel, M., Simon, U., Einwögerer, T., and Neugebauer-Maresch, C. 2009. Loess deposits and the conservation of the archaeological record – the Krems-Wachtberg example. *Quaternary International* 198, pp. 46–50.
54. Händel, M., Simon, U., Maier, A., Brandl, M., Groza-Săcaci, S.M., Timar-Gabor, A., Einwögerer, T. 2020. Kammern-Grubgraben revisited - First results from renewed investigations at a well-known LGM site in East Austria. *Quaternary International* *in press*.
55. Heller, F., Liu, T.S. 1984. Magnetism of Chinese loess deposits. *Geophysical Journal International* 77, pp. 125–141.
56. Huntley, D.J., Godfrey-Smith, D.I., Thewalt, M.L.W. 1985. Optical dating of sediments. *Nature* 313, pp. 105–107.
57. Iovita, R., Doboş, A., Fitzsimmons, K. E., Probst, M., Hambach, U., Robu, M., Vlaicu, M., Petculescu, A. 2014. Geoarchaeological prospection in the loess steppe: Preliminary results from the Lower Danube Survey for Paleolithic Sites (LoDanS). *Quaternary International* 351, pp. 98–114.
58. Jacobs, P.M., Mason, J.A. 2007. Late Quaternary climate change, loess sedimentation, and soil profile development in the central Great Plains: A pedosedimentary model. *Geological Society of America Bulletin* 119, pp. 462-475.
59. Kind, C.-J. 2000. Die jungpleistozänen Rinnenfüllungen von Nußloch (Rhein-Neckar-Kreis). *Archäologische Ausgrabungen Baden-Württemberg* 1999, 17-19.
60. Kukla, G., An, Z. 1989. Loess stratigraphy in central China. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 72, pp. 203–225.
61. Kukla, G., Heller, F., Liu, X.M., Xu, T.C., Liu, T.S., An, Z.S. 1988. Pleistocene climates in China dated by magnetic susceptibility. *Geology* 16, pp. 811–814.
62. Lai, Z., Fan, A. 2014. Examining quartz OSL age underestimation for loess samples from Luochuan in the Chinese Loess Plateau. *Geochronometria* 41, pp. 57-64.
63. Lai, Z.P. 2010. Chronology and the upper dating limit for loess samples from Luochuan section in the Chinese Loess Plateau using quartz OSL SAR protocol. *Journal of Asian Earth Sciences* 37, pp. 176-185.
64. Lai, Z.-P., Wintle, A.G. 2006. Locating the boundary between the Pleistocene and the Holocene in Chinese loess using luminescence. *The Holocene* 16, pp. 893-899.
65. Li, B., Li, S.-H. 2012. Luminescence dating of Chinese loess beyond 130 ka using the non-fading signal from K-feldspar. *Quaternary Geochronology* 10, pp. 24-31.
66. Li, Y., Shi, W., Aydin, A., Beroya-Eitner, M.A., Gao, G. 2020. Loess genesis and worldwide distribution. *Earth-Science Reviews* 201, pp. 1029-1047.

67. Lisiecki, L.E., Raymo, M.E. 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $\delta^{18}\text{O}$ records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
68. Liu, T.S. (Ed.) 1985. *Loess and the environment*. China Ocean Press, Beijing, China, pp. 251.
69. Lomax, J., Fuchs, M., Preusser, F., Fiebig, M., 2014. Luminescence loess chronostratigraphy of the Upper Palaeolithic site Krems-Wachtberg, Austria, *Quaternary International* 351, pp. 88-97.
70. Lu, H., Stevens, T., Yi, S., Sun, X. 2006. An erosional hiatus in Chinese loess sequences revealed by closely spaced optical dating, *Chinese Science Bulletin* 18, pp. 2253-2259.
71. Lu, H., Yi, S., Liu, Z., Mason, J.A., Jiang, D., Cheng, J., Stevens, T., Xu, Z., Zhang, E., Jin, L., Zhang, Z., Guo, Z., Wang, Y., Otto-Bliesner, B. 2013. Variation of East Asian monsoon precipitation during the past 21 k.y. and potential CO_2 forcing, *Geology* 41, pp. 1023-1026.
72. Lu, Y.C. Wang, X.L., Wintle, A.G. 2007. A new OSL chronology for dust accumulation in the last 130,000 yr for the Chinese Loess Plateau. *Quaternary Research* 67, pp. 152-160.
73. Marković, S.B., Bokhorst, M., Vandenberghe, J., McCoy, W.D., Oches, E.A., Hambach, U., Gaudenyi, T., Jovanović, M., Zöller, L., Stevens, T., Machalett, B. 2008. Late Pleistocene loess-paleosol sequences in the Vojvodina region, North Serbia. *Journal of Quaternary Science* 23, pp. 73-84.
74. Marković, S.B., Stevens, T., Kukla, G.J., Hambach, U., Fitzsimmons, K.E., Gibbard, P., Bugge, B., Zech, M., Guoi, Z., Haoi, Q., Wui, H., O'Hara Dhand, K., Smalley, I.J., Újvári, G., Sümegi, P., Timar-Gabor, A., Veres, D., Sirocko, F., Vasiljević, D.A., Jary, Z., Svensson, A., Jović, V., Lehmkuhl, F., Kovácsu, J., Svirčeva, Z. 2015. Danube loess stratigraphy - towards a pan-European loess stratigraphic model. *Earth Science Reviews* 148, pp. 228-258.
75. Mejdahl, V. 1979. Thermoluminescence dating: Beta-dose attenuation in quartz grains. *Archaeometry* 21, pp. 61-72.
76. Mellars, P. 2011. Palaeoanthropology: The earliest modern humans in Europe. *Nature* 479, pp. 483-485.
77. Milankovitch, M.M. 1949. *Kanon der Erdbestrahlung und seine Anwendung auf das Eiszeitenproblem*. Royal Serbian Sciences, Spec. pub. 132, Section of Mathematical and Natural Sciences, 33, Belgrade, pp. 633 (Canon of Insolation and the Ice Age Problem, English translation by Israel Program for Scientific Translation and published for the U.S. Department of Commerce and the National Science Foundation, Washington D.C., 1969).
78. Muhs, D.R. 2007. Loess deposits, origins, and properties. In: Elias, S. (Ed.), *The encyclopedia of Quaternary sciences*. Elsevier, Amsterdam, Netherlands, pp. 1405-1418.
79. Muhs, D.R. 2013. The geologic records of dust in the Quaternary. *Aeolian Research* 9, pp. 3-48.
80. Muhs, D.R., Bettis, E.A. III. 2003. Quaternary loess-paleosol sequences as examples of climate -driven sedimentary extremes. *Special Paper of the Geological Society of America* 370, pp. 53-74.

81. Muhs, D.R., Cattle, S.R., Crouvi, O., Rousseau, D.D., Sun, J.M., Zárate, M.A. 2014. Loess records. In: Knippertz, P., Stuut, J.W. (Eds.), *Mineral Dust: A Key Player in the Earth System*. Springer Verlag, Berlin, Germany, pp. 411–441.
82. Murray, A.S., Olley, J.M. 2002. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review. *Geochronometria* 21, pp. 1-16.
83. Murray, A.S., Svendsen, J.I., Mangerund, J.I., Astakhov, V.I. 2007. Testing the accuracy of quartz OSL dating using a known-age Eemian site on the river Sula, northern Russia. *Quaternary Geochronology* 2, pp. 102–109.
84. Murray, A.S., Wintle, A.G. 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32, pp. 57–73.
85. Murray, A.S., Wintle, A.G. 2003. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements* 37, pp. 377-381.
86. Nawrocki, J., Gozhik, P., Łanczont, M., Pańczyk, M., Komar, M., Bogucki, A., Williams, I.S., Czupyt, Z. 2018. Palaeowind directions and sources of detrital material archived in the Roxolany loess section (southern Ukraine). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 496, pp. 121-135.
87. Necula, C., Panaiotu, C. 2012. Rock magnetic properties of a loess-paleosols complex from Mircea Vodă (Romania). *Romanian Reports in Physics* 64, pp. 516–527.
88. 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, pp. 5–14.
89. Nugteren, G., Vandenberghe, J., van Huissteden, J.K., Zhisheng, A. 2004. A Quaternary climate record based on grain size analysis from the Luochuan loess section on the Central Loess Plateau, China. *Global and Planetary Change* 41, pp. 167-183.
90. Panaiotu, C.G., Panaiotu, E.C., Grama, A., Necula, C. 2001. Paleoclimatic Record from a Loess-Paleosol Profile in Southeastern Romania. *Physics and Chemistry of the Earth A* 26, pp. 893–989.
91. Péwé, T.L. 1975. Quaternary geology of Alaska. US Geological Survey Professional Paper 835, pp. 1–145.
92. 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, pp. 497-500.
93. Preusser, F., Chithambo, M., L., Götte, T., Martini, M., Ramseyer, K., Sendezera, E., J., Susino, G., J., Wintle, A., G., 2009. Quartz as a natural luminescence dosimeter. *Earth-Science Reviews*, 97, pp. 184-214.
94. Pye, K. 1987. *Aeolian Dust and Dust Deposits*. Academic Press: San Diego, CA, USA, pp. 334.

95. Pye, K. 1995. The nature, origin and accumulation of loess. *Quaternary Science Reviews* 14, pp. 653–657.
96. Rees-Jones, J. 1995. Optical dating of young sediments using fine-grain quartz. *Ancient TL* 13, pp. 9–14.
97. Rees-Jones, J., Tite, M.S. 1997. Optical dating results for British archeological sediments. *Archaeometry* 39, pp. 177-187.
98. Roberts, H.M. 2008. The development and application of luminescence dating to loess deposits: a perspective on the past, present and future. *Boreas* 37, pp. 483–507.
99. Schaetzl, R.J., Anderson, S. (Eds.), 2005. *Soils: Genesis and Geomorphology*. Cambridge University Press, New York, USA, pp. 817.
100. Smalley, I.J. 1968. The loess deposits and Neolithic culture of northern China. *Man* 3, pp. 224–241.
101. Smith, B.W., Rhodes, E.J. 1994. Charge movements in quartz and their relevance to optical dating. *Radiation Measurements*, 23, pp. 329-333.
102. Stern, J.V., Lisiecki, L.E. 2014. Termination 1 timing in radiocarbon-dated regional benthic $\delta^{18}\text{O}$ stacks. *Paleoceanography* 29, pp. 1127–1142.
103. Stevens T., Buylaert, J.P., Thiel, C., Újvári, G., Yi, S., Murray, A.S., Frechen M., Lu, H. 2018. Ice-volume-forced erosion of the Chinese Loess Plateau global Quaternary stratotype site. *Nature Communications* 9, pp. 983.
104. Stevens, T., Armitage, S.J., Lu, H., Thomas D.S.G. 2007a. Examining the potential of high sampling resolution OSL dating of Chinese loess, *Quaternary Geochronology* 2, pp. 15-22.
105. 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, pp. 849-852.
106. Stevens, T., Thomas, D.S.G., Armitage, S.J., Lunn, H.R., Lu, H. 2007b. Reinterpreting climate proxy records from late Quaternary Chinese loess: A detailed OSL investigation. *Earth-Science Reviews* 80, pp. 111-136.
107. Terhorst, B., Sedov, S., Sprafke, T., Peticzka, R., Meyer-Heintze, S., Kühn, P., Solleiro Rebollo, E. 2015. Austrian MIS 3/2 loess-palaeosol records – key sites along a west-east transect. *Palaeogeography. Palaeoclimatology. Palaeoecology*. 418, pp. 43–56.
108. Thomsen, K.J., Bøtter-Jensen, L., Denby, P.M., Moska, P., Murray, A.S. 2006. Developments in luminescence measurement techniques. *Radiation Measurements* 41, pp. 768–773.
109. Thomsen, K.J., Bøtter-Jensen, L., Jain, M., Denby, P.M., Murray, A.S. 2008. Recent instrumental developments for trapped electron dosimetry. *Radiation Measurements* 43, pp. 414–521.
110. Timar, A., Vandenberghe, D., Panaiotu, E.C., Panaiotu, C.G., Necula, C., Cosma, C., van den haute, P. 2010. Optical dating of Romanian loess using fine-grained quartz. *Quaternary Geochronology* 5, pp. 143–148.

111. Timar-Gabor, A., Buylaert, J.-P., Guralnik, B., Trandafir-Antohei, O., Constantin, D., Anechitei-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, pp. 464-471.
112. Timar-Gabor, A., Constantin, D., Buylaert, J.P., Jain, M., Murray, A.S., Wintle, A.G. 2015b. Fundamental investigations of natural and laboratory generated SAR dose response curves for quartz OSL in the high dose range. *Radiation Measurements* 81, pp. 150-156.
113. Timar-Gabor, A., Constantin, D., Marković, S.B., Jain, M. 2015a. Extending the area of investigation of fine versus coarse quartz optical ages from the Lower Danube to the Carpathian Basin. *Quaternary International* 388, pp. 168-176.
114. Timar-Gabor, A., Vandenberghe, D.A.G., Vasiliniuc, S., Panaiotu, C.E., Panaiotu, C.G., Dimofte, D., Cosma, C. 2011. Optical dating of Romanian loess: A comparison between silt-sized and sand-sized quartz. *Quaternary International* 240, pp. 62-70.
115. 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, pp. 740-745.
116. Timar-Gabor, A., Wintle, A.G. 2013. On natural and laboratory generated dose response curves for quartz of different grain sizes from Romanian loess. *Quaternary Geochronology* 18, pp. 34-40.
117. Trandafir, O., Timar-Gabor, A., Schmidt, C., Veres, D., Anghelinu, M., Hambach, U., Simon, S. 2015. OSL dating of fine and coarse quartz from a Palaeolithic sequence on the Bistrita Valley (northeastern Romania). *Quaternary Geochronology* 30, pp. 487-492.
118. Vandenberghe, D., De Corte, F., Buylaert, J.-P., Kučera, J., Van den haute, P. 2008. On the internal radioactivity of quartz. *Radiation Measurements* 43, pp. 771-775.
119. Vasiliniuc, Ș., Vandenberghe, D.A.G., Timar-Gabor, A., Cosma, C., van den Haute, P. 2013a. Combined IRSL and post-IR OSL dating of Romanian loess using single aliquots of polymineral fine grains. *Quaternary International* 293, pp. 15-21.
120. Vasiliniuc, Ș., Vandenberghe, D.A.G., Timar-Gabor, A., Panaiotu, C., Cosma, C., van den Haute, P. 2012. Testing the potential of elevated temperature post-IR IRSL signals for dating Romanian loess. *Quaternary Geochronology* 10, pp. 75-80.
121. Vasiliniuc, S., Vandenberghe, D.A.G., Timar-Gabor, A., Van Den haute, P. 2013b. Conventional IRSL dating of Romanian loess using single aliquots of polymineral fine grains. *Radiation Measurements* 48, pp. 60-67.
122. 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, pp. 1011-1014.
123. Wintle, A.G., 2008. Luminescence dating: where it has been and where it is going. *Boreas* 37, pp. 471-482.

124. Wintle, A.G., Adamiec, G. 2017. Optically stimulated luminescence signals from quartz: A review. *Radiation Measurements* 98, pp. 10-33.
125. Yang, J.-D., Chen, J., Tao, X.-C., Li, C.-L., Ji, J.-F., Chen, Y. 2001. Sr isotope ratios of acid-leached loess residues from Luochuan, China: A tracer of continental weathering intensity over the past 2.5 Ma. *Geochemical Journal* 35, pp. 403-412.
126. Zárate, M.A. 2003. Loess of southern South America. *Quaternary Science Reviews* 22, pp. 1987-2006.
127. Zárate, M.A. 2017. Eolian Settings: Loess. In: Gilbert, A.S. (Ed.), *Encyclopedia of Geoarchaeology*. *Encyclopedia of Earth Sciences Series*. Springer, Dordrecht, Netherlands, pp. 233-238.
128. Zech, M., Kreuzer, S., Zech, R., Goslar, T., Meszner, S., McIntyre, C., Häggi, C., Eglinton, T., Faust, D. and Fuchs, M. 2017. Comparative ¹⁴C and OSL dating of loess-paleosol sequences to evaluate post-depositional contamination of n-alkane biomarkers. *Quaternary Research*, 87, pp. 180-189.
129. Zeeden, C., Hambach, U., Händel, M. 2015. Loess magnetic fabric of the Krems-Wachtberg archaeological site. *Quaternary International* 372, pp. 188-194.
130. Zeeden, C., Hambach, U., Händel, M. 2015. Loess magnetic fabric of the Krems-Wachtberg archaeological site. *Quaternary International* 372, pp. 188-194.
131. Zhang, H.C., Yang, M.S., Zhang, Q.X., Lei, G.L., Chang, F.Q., Pu, Y., Fan, H.F. 2008. Molecular fossil and paleovegetation records of paleosol S4 and adjacent loess layers in the Luochuan loess section, NW China. *Science in China Series D: Earth Sciences* 51, pp. 321-330.
132. Zhisheng, A., Kukla, G., Tungsheng, L. 1989. Loess stratigraphy in Luochuan of China. *Quaternary Sciences* 2, pp. 155-168.
133. Zöller, L., Richter, D., Blanchard, H., Einwögerer, T., Händel, M., Neugebauer-Maresch, C. 2014. Our oldest children: Age constraints for the Krems-Wachtberg site obtained from various thermoluminescence dating approaches. *Quaternary International* 351, pp. 83-87.