



Universitatea Babeș-Bolyai Cluj-Napoca
Facultatea de Știința și Ingineria Mediului

Studii de datare prin luminescență stimulată optic asupra unor
depozite de loess din Europa, Asia și Oceania
folosind cuarț și feldspați
- Rezumatul tezei de doctorat -

ANCA GIURGEA (AVRAM)

Conducător de doctorat: Prof. Dr. Alida Gabor

Cluj-Napoca 2021

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

Anca Giurgea (Avram) a beneficiat de sprijin financiar oferit de:

- ❖ 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 de mediu. Centru de Excelență în cercetarea speologică"

CUPRINS

1. Introducere	- 1 -
2. Concepte de bază ale datării prin luminescență stimulată optic și protocoalelor de măsurare	- 5 -
2.1 Principiile datării OSL	- 5 -
2.2 Mecanismul de Luminescență Stimulată Optic	- 6 -
2.3 Minerale și semnale folosite în datare	- 7 -
2.3.1 <i>Cuarț</i>	- 7 -
2.3.2 <i>Modelul benzilor energetice ale cuarțului</i>	- 7 -
2.3.3 <i>Feldspații</i>	- 7 -
2.3.4 <i>Modelul benzilor energetice pentru feldspați</i>	- 8 -
2.4 Fading anomal	- 8 -
2.5 Protocoale folosite pentru măsurarea dozelor echivalente	- 9 -
2.5.1 <i>Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)</i>	- 9 -
2.5.2 <i>Eludarea fading-ului prin folosirea protocoalelor pIRIR</i>	- 11 -
3. Testarea protocoalelor SAR-OSL și pIRIR pe cuarț și granule fine poliminerale extrase din secțiunea de loess Batajnica, Serbia care datează din Pleistocenul mijlociu și târziu	- 13 -
3.1 Introducere	- 13 -
3.2 Metodologia	- 14 -
3.3 Rezultate și discuții	- 14 -
3.3.2 <i>Proprietățile luminescente ale cuarțului</i>	- 15 -
3.3.3 <i>Proprietățile luminescente ale granulelor fine poliminerale</i>	- 15 -
3.3.4 <i>Vârste luminescente</i>	- 17 -
3.3.5 <i>Acuratețea vârstelor luminescene raportate</i>	- 18 -
<i>Curbe de creștere construite pe baza semnalelor naturale</i>	- 20 -
3.4 Concluzii	- 22 -
4. Datarea prin luminescență stimulată optic a unui profil de loess din sud-estul Chinei folosind cuarț și granule fine poliminerale	- 22 -
4.1 Introducere	- 23 -
4.2 Zona studiată	- 23 -
4.3 Detalii experimentale	- 23 -

4.3.1 Litologia și datele de susceptibilitate magnetică	- 23 -
4.3.2 Datarea OSL	- 24 -
4.4 Rezultate și discuții	- 25 -
4.4.1 Caracteristicile luminescente	- 25 -
4.4.2 Vârstele luminescente	- 29 -
4.5. Concluzii	- 30 -
5. Investigații asupra proprietăților luminescente ale cuarțului și granulelor fine poliminerale extrase dintr-un profil de loess situat în regiunea Canterbury din insula de Sud a Noii Zeelande	- 31 -
5.1 Introducere	- 31 -
5.2 Situl studiat	- 31 -
5.3 Metodologia	- 31 -
5.3.1 Prelucrarea probelor	- 31 -
5.3.2. Facilități analitice	- 31 -
5.3.3 Determinarea dozelor echivalente	- 32 -
5.4 Rezultate și discuții	- 32 -
5.4.2 Proprietățile luminescente ale granulelor fine poliminerale	- 33 -
5.5 Concluzii	- 36 -
6. Rezumatul și concluziile tezei	- 37 -
Referințe	- 41 -

Cuvinte cheie: datarea prin luminescență stimualtă optic, cuarț, feldspați, protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR), protocoale post infraroșu-infraroșu (pIRIR), măsurători de fading, doze reziduale, test de recuperare a dozei, curbe de creștere doză-răspuns construite pe baza semnalelor naturale și a celor induse în laborator, caracteristici de saturație, secțiuni de loess-paleosol.

1. Introducere

Datarea prin luminescență permite stabilirea unor cronologii exacte și precise a schimbărilor climatice care au modelat evoluția Pământului în timpul ciclurilor glaciare. Obținerea acestor date cronologice poate fi realizată prin analizarea arhivelor care au înregistrat oscilațiile climatice.

Arhivele disponibile în acest scop sunt: criogenice, marine și terestre. Depozitele de loess-paleosol reprezintă cele mai importante arhive terestre ale schimbărilor climatice care au avut loc în trecut pe continente. Depozitele de loess sunt larg răspândite atât în Emisfera sudică cât și în cea nordică, acoperind aproximativ 10% din suprafața terestră (Pye 1987). Când paleosolurile sunt intercalate între stratele de loess, atunci se formează un profil loess-paleosol. Prima aplicație a datării prin luminescență pe loess a fost efectuată de **Wintle și colab. în 1984**.

Datarea prin luminescență stimulată optic (OSL) este o metodă cronologică de datare absolută care permite determinarea timpului care a trecut de la ultima expunere la lumină a unui mineral. Această metodă folosește minerale cum sunt cuarțul sau feldspatii. Structura cristalină a acestor minerale permite stocarea energiei radiațiilor naturale ionizante sub formă de electroni capturați în capcanele de electroni care există datorită defectelor naturale inerente. Pe lângă capcanele de electroni, există și capcane pentru golurile corespondente electronilor. Electronii și golurile se pot recombina în urma unei stimulări cu lumină sau căldură, recombinarea putând fi însoțită de emisie de lumină. Metoda de datare prin luminescență folosește semnal luminescent care este sensibil la lumină. În timpul expunerii la lumină a mineralului, semnalul luminescent latent care a fost acumulat anterior, este resetat. Procesul de ștergere a semnalului luminescent este cunoscut în literatură sub numele de „bleaching”. Din momentul în care granula de mineral nu mai este expusă la lumină, semnalul luminescent începe din nou să se acumuleze în urma interacțiunii mineralului cu radiațiile ionizante datorate fondului radioactiv natural. Vârsta se determină prin calcularea raportului dintre doza totală pe care mineralul a primit-o de la ultima resetare a semnalului și doza anuală. Doza anuală este derivată pe baza unor factori de conversie din activitățile specifice ale ^{238}U , ^{232}Th și ^{40}K iar doza totală este măsurată în laborator ca o doză echivalentă folosind protocoale de măsurare dezvoltate special pentru tipul de mineral ales. Metoda care a revoluționat datarea prin luminescență stimulată optic este protocolul uni-alicotă-regenerativ (SAR) care a fost dezvoltat inițial pentru cuarț (**Murray și Wintle 2000, 2003**). Acest protocol implică citirea semnalului luminescent natural emis de cuarț în

urma stimulării cu lumină albastră și compararea acestuia cu semnale luminescente măsurate pentru diferite doze cunoscute. Protocolul SAR permite determinarea unor doze echivalente cu un nivel ridicat de precizie, erorile standard fiind în general mai mici de 5%, datorită posibilității de măsurare a mai multor alicote (**Murray și Olley 2002; Rhodes și colab., 2003**). În ultimele două decade, protocolul SAR a fost testat și aplicat pe cuarț de diferite granulații (fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm , 90-125 μm , 125-180 μm , 180-250 μm)) extras dintr-o varietate de depozite sedimentare (ex. **Stevens și colab., 2006; Lu și colab., 2007; Lai., 2010; Buylaert și colab., 2008; Timar-Gabor și colab., 2011; Constantin și colab., 2012, 2014; Vereș și colab., 2014; Perić și colab., 2019; Groza și colab., 2020**). În ceea ce privește dimensiunea granulelor folosite, numeroase studii au raportat vârste subestimate pentru probele mai bătrâne de ~70 ka (corespunzând unei doze echivalente de ~100-200 Gy) (ex. **Watanuki și colab., 2003; Murray și colab., 2007; Buylaert și colab., 2007; Timar și colab., 2010; Lai 2010; Lowic și colab., 2010**). **Timar-Gabor și colab. (2011)** pe lângă faptul că au confirmat acest lucru, au arătat pentru prima dată că există o diferență între vârstele obținute pe cuarț fin și grosier extras din loess-ul din România. Studiile ulterioare au arătat că acest fenomen este caracteristic depozitelor din întreaga lume (ex. **Constantin și colab., 2014; Timar-Gabor și colab., 2012, 2015a, 2017; Timar-Gabor și Wintle 2013**). Subestimarea vârstelor obținute pe cuarțul fin este mai accentuată și se manifestă începând cu vârste mai tinere (ex. **Timar-Gabor și colab., 2011, 2012; Timar-Gabor și Wintle 2013; Constantin și colab., 2014, 2015**). Discrepanța între vârste nu poate fi atribuită problemelor legate de estimarea dozei anuale atâta timp cât s-au obținut doze echivalente mai mari pentru cuarțul grosier comparativ cu cuarțul fin, având în vedere ca debitul dozei este mai mare în orice situație în cazul granulelor fine deoarece acestea au fost expuse și radiațiilor alfa.

Curbele de creștere a semnalului luminescent în funcție de doză construite pentru cuarț nu pot fi descrise de o singură funcție exponențială de saturație și a fost demonstrat că aceste curbe de creștere sunt cel mai bine descrise de o funcție care implică suma a funcțiilor exponentiale (ex. **Murray și colab., 2007; Pawley și colab., 2010; Timar-Gabor și colab. 2012**). Deasemenea au fost investigate caracteristicile de saturație ale cuarțului fin și grosier (**Constantin și colab., 2012; Timar-Gabor și colab., 2012, 2015b**) și s-a demonstrat că cele două curbe se suprapun până la doze de ~100-200 Gy iar pentru doze mai mari, cele două curbe diverg.

Cauza discrepanței dintre vârstele observate este atribuită diferenței dintre curbele de creștere construite pe baza semnalelor naturale și a semnalelor induse în laborator atât în cazul cuarțului fin cât și în cazul cuarțului grosier (**Chapot și colab., 2012; Timar-Gabor și Wintle 2013; Avram și colab., 2020**).

Pe baza comparării curbelor de creștere naturale cu a celor induse în laborator, limita de datare superioară a cuarțului este restricționată la ~50-100 ka, iar o extindere a acestei limite este de dorit. Feldspații pot substitui cuarțul datorită avantajelor pe care le posedă: (1) spre deosebire de cuarț, feldspații sunt sensibili la stimulare în infraroșu (IR) și (2) a fost raportat că semnalul luminescent emis de feldspați continuă să crească la doze mai mari decât cuarțul, astfel putând fi datate probe mai bătrâne. Oricum, folosirea feldspațiilor a fost împiedicată de fenomenul de fading anomal care reprezintă pierderea semnalului din cauze atermice (**Wintle 1973; Spooner 1992, 1994**). **Thomsen și colab. (2008)** au măsurat rate de fading mai mici pentru semnalul luminescent stimulat în infraroșu (IRSL) atunci când stimularea a avut loc la o temperatură de 225 °C. Acest semnal este măsurat în urma unei stimulări în IR la 50 °C. Aceste descoperiri au dus la dezvoltarea protocolalelor de măsurare post infrarosu-infrarosu (pIRIR) care constă în doua stimulări consecutive în IR la temperaturi diferite cu scopul de a reduce semnalul care este susceptibil la fading. Astfel, cele mai folosite și testate protocoale sunt pIRIR₂₂₅ (**Roberts 2008; Buylaert și colab., 2009; Wacha și Frechen 2011**) și pIRIR₂₉₀ (**Buylaert și colab., 2011a; 2012; Thiel și colab., 2011a**).

În ciuda faptului că semnalele pIRIR la temperaturi mai mari sunt mai stabile decât semnalul IR stimulat la o temperatura de 50 °C, resetarea semnalelor este problematică (**Thomsen și colab., 2008; Buylaert și colab., 2009; Thiel și colab., 2011a**). Studiile anterioare au raportat doze reziduale de câțiva Gray chiar și după expuneri îndelungate la soare sau la simulator solar (ex. **Buylaert și colab., 2011b, 2012; Murray și colab., 2012; Thiel și colab., 2011a; Stevens și colab., 2011**).

O altă problemă controversată raportată pentru protocoalele pIRIR sunt rezultatele testelor de recuperare a dozei. Testul de recuperare a dozei este folosit pentru a evalua acuratețea unui protocol SAR. Aceasta se face măsurând o doză cunoscută indusă în laborator. După ștergerea semnalului luminescent acumulat anterior, proba este iradiată cu o doză cunoscută și măsurată ca fiind o doză necunoscută. Raportul dintre doza dată și doza recuperată trebuie să fie egal cu unitatea. Chiar dacă numeroase studii au raportat rapoarte de recuperare a dozei care se încadrează în 10% față de unitate (ex. **Buylaert și colab., 2011a, 2012, 2013; Thiel și colab., 2012; Sohbaty și colab., 2016; Yi și colab., 2016; Steven și colab., 2018**), există totuși și studii care prezintă rapoarte care depășesc limitele de acceptabilitate (ex. **Stevens și colab., 2011; Thiel și colab., 2011b; Murray și colab., 2014; Y. Li și colab., 2018**).

Din moment ce fiecare protocol are avantajele și limitările lui, așa cum a fost menționat în textul anterior, obiectivele acestei teze de doctorat sunt: (i) evaluarea

aplicabilității fiecărui protocol (protocolul SAR-OSL, pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀) pe cuarț și granule fine poliminerale extrase din aceleași probe (ii) evaluarea intervalului de doze pentru care fiecare protocol poate măsura doze echivalente de bună acuratețe (iii) explorarea gradului de resetare a semnalului luminescent a granulelor fine poliminerale pentru protocoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ (iv) de a verifica dacă ambele protocoale pIRIR constituie o soluție satisfăcătoare în împiedicarea pierderii semnalului (v) evaluarea influenței mărimii dozei test în rezultatele testului de recuperare a dozei pentru protocoalele pIRIR.

Investigațiile prezentate în această teză au fost realizate în cadrul proiectului de cercetare „Integrated dating approach for terrestrial records of past climate using trapped charge methods” INTERTRAP (StG 678106, HORIZON 2020) finanțat de către Consiliul European de Cercetare (ERC).

2. Concepte de bază a datării prin luminescență stimulată optic și a protocoalelor de măsurare

2.1 Principiile datării OSL

Datarea prin luminescență este o tehnică geocronologică care poate asigura date numerice despre evenimentele care au avut loc în trecut. Această metodă are avantajul de a folosi minerale cum sunt cuarțul și feldspații care sunt omniprezente în scoarța terestră.

Fenomenul de luminescență se referă la lumina emisă de minerale ca un răspuns la un stimul extern care va determina tranziția de la un nivel energetic metastabil la echilibru. Termenul de Luminescență Stimulată Optic (OSL) este folosit atunci când stimularea are loc cu lumină în domeniul vizibil (Luminescență Stimulată Optic (OSL)) sau în infraroșu (Luminescență Stimulată în Infraroșu IRSL). Momentul care este datat reprezintă ultima expunere a mineralului la lumină, moment în care semnalul luminescent latent acumulat anterior datorită interacțiunii radiațiilor ionizante provenite din fondul radioactiv natural cu granulele de mineral se va șterge. Acest proces de resetare a semnalului luminescent este cunoscut în literatura sub numele de „bleaching”. În cazul sedimentelor, momentul datat prin metoda de datare prin luminescență stimulată optic coincide cu momentul formării sedimentului. Reprezentarea schematică a principiilor de datare prin luminescență este prezentată în **Figura 2.1**.

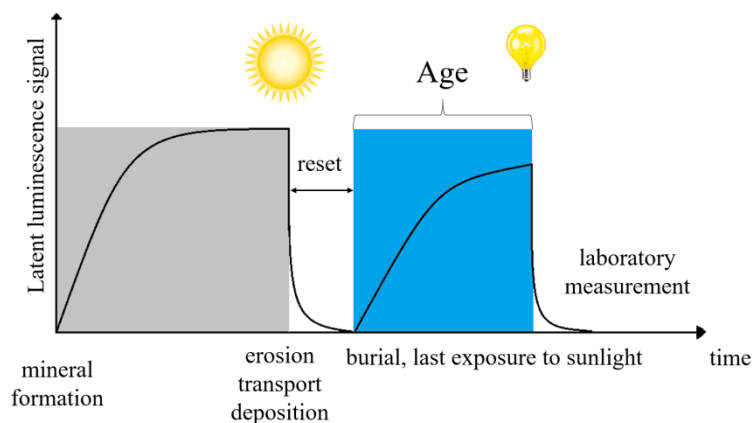


Figura 2.1. Reprezentarea schematică a principiilor datării prin luminescență stimulată optic în cazul mediilor sedimentare.

Vârsta obținută prin luminescență (perioada de timp care a trecut de la ultima expunere la lumină a mineralului) este determinată cu ajutorul formulei:

$$\text{Vârsta (ka)} = \frac{\text{Doza echivalentă (Gy)}}{\text{Doza anuală } \left(\frac{\text{Gy}}{\text{ka}}\right)} \quad \text{Ec. (2.1)}$$

unde Doza echivalentă (Gy) reprezintă doza absorbită de mineral pe perioada în care acesta nu a fost expus la lumină, iar Doza anuală (Gy a^{-1} sau Gy ka^{-1}) exprimă debitul dozei, adică energia absorbită de către mineral pe unitatea de masă de-a lungul unei anumite perioade de timp.

Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR) (Murray și Wintle 2000, 2003) a fost dezvoltat pentru măsurarea dozelor echivalente și a fost aplicat cu succes pe cuarț din întreaga lume în timp ce pentru feldspați au fost dezvoltate protocoale de măsurare bazate pe principiul procedurii SAR, care folosesc o stimulare dublă în infraroșu și anume pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀.

Pentru a putea calcula vârste, pe lângă doza echivalentă mai trebuie determinată și doza anuală. Aceasta este derivată pe baza concentrațiilor radionuclizilor de ²³⁸U, ²³²Th și ⁴⁰K care sunt măsurate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție.

2.2 Mecanismul de Luminescență Stimulată Optic

Mecanismul de luminescență stimulată optic pentru materiale izolatoare sau semi-conductoare poate fi descris din punct de vedere al nivelelor de energie. Într-o structură cristalină ideală banda de valență și banda de conducție sunt separate de către o bandă interzisă unde nu există nici un nivel energetic. Din moment ce structura cristalină a mineralelor naturale nu este perfectă, defectele vor forma nivele energetice în interiorul benzii interzise. În momentul interacțiunii radiației ionizante cu mineralul, electronii din banda de valență primesc suficientă energie pentru a trece în banda de conducție. Pentru fiecare electron deplasat, în banda de valență se crează un gol. Pentru majoritatea sarcinilor electrice, energia se pierde în momentul relocării acestora în banda de valență. O altă posibilitate este capturarea electronilor excitați în așa numitele capcane de electroni care sunt reprezentate de nivelele energetice metastabile formate datorită defectelor din structura cristalină a mineralului. Același proces se aplică și în cazul golurilor. Când sistemul este expus la stimulare optică sau termică, electronii capturați pot primi suficientă energie și pot tranzita din nou în banda de conducție. În momentul în care aceștia au fost eliberați din capcane, ei pot fi din nou capturați sau se pot recombină cu golurile în așa numiții centri de recombinare. În urma recombinației poate avea loc emisie de lumină (recombinare radiativă). Recombinările radiative au loc în centrul de luminescență. Descrierea anterioară este cea mai simplă versiune a mecanismului de luminescență care implică o singură capcană de electroni și un singur centru de recombinare.

Acest model este cunoscut sub numele de modelul general care implică o singură capcană de electroni (GOT).

2.3 Minerale și semnale folosite în datare

2.3.1 Cuarț

Cuarțul este unul dintre cele mai comune minerale care se găsesc în scoarța continentală a Pământului. Poate fi găsit în roci vulcanice, filoane hidrotermale precum și în roci sedimentare. Cristalele de cuarț sunt formate în condiții de temperatură și presiune diferită, depinzând de mediul înconjurător. Structura moleculară a cuarțului constă în aproape 100% SiO₂. Legătura dintre atomii de Si și O este de natură ionică (40%) și covalentă (60%).

2.3.2 Modelul benzilor energetice ale cuarțului

Structura cristalină a cuarțului natural implică prezența a mai mult de o capcană de electroni și un centru de recombinare. A fost demonstrat că semnalul luminescent OSL emis de cuarț este compus din trei componente diferite și anume: componenta rapidă, medie și lentă (**Smith și Rhodes 1994; Bailey și colab., 1997**) aceste componente fiind atribuite la trei capcane de electroni. Unul dintre cele mai folosite modele energetice ale cuarțului este cel dezvoltat de **Bailey (2001)**. Acest model a fost îmbunătățit ulterior de către **Bailey (2002, 2004)** și **Pagonis și colab. (2007, 2008)**. Modelul energetic prezentat de **Bailey (2001)** include cinci capcane de electroni localizate la diferite adânci sub nivelul benzii de conducție și patru centri de recombinare localizați în proximitatea benzii de valență.

2.3.3 Feldspații

Feldspații fac parte din grupul aluminosilicaților și sunt cele mai abundente minerale din scoarța terestră. Compoziția lor chimică are o structură tri-dimensională în care atomii de oxigen de la unitățile tetraedrice AlO₄ și SiO₄ sunt comune. Compoziția loc chimică permite cationilor compensatori să ocupe interstiții mari în interiorul tetraedrului și astfel să se creeze un grupuri de feldspați cu diferite combinații chimice (**Bøtter-Jansen și colab., 2003**). Principalul element substituițional este sodiul (Na⁺), potasiul (K⁺) și calciul (Ca²⁺). Pe baza compoziției chimice, feldpații pot fi împărțiți în: (a) feldspați alcalini – se referă la grupul unde potasiul și sodiul sunt substituenți și (b) feldspați plagioclazi, reprezentând grupul de feldspați unde sodiul și calciul sunt substituenți (**Baril 2002**).

2.3.4 Modelul benzilor energetice pentru feldspați

Cel mai recent model care descrie mecanismul de luminescență în feldspați a fost propus de **Jain și Ankjaergaard (2011)**. Acest model implică a singură capcană dozimetrică și susține importanța existenței unor stări energetice la baza benzii de conducție în descrierea procesului de luminescență. În acest model energia fotonului de stimulare influențează ruta de transport a sarcinii. Originea semnalului pIRIR propusă de **Jain și Ankjaergaard (2011)** poate fi descrisă într-un proces de două etape. În prima etapă, electronii excitați se recombina cu golurile în centrii proximali de recombinare în urma primei stimulări în infraroșu. A doua stimulare în infraroșu la o temperatură mai ridicată este capabilă să acceseze golurile de la distanțe mai mari prin cea mai înaltă stare energetică de la baza benzii de conducție. Din moment ce prima stimulare în infraroșu elimină recombinările proximale, semnalul pIRIR este rezultatul recombinărilor distante dintre electroni și goluri care îl fac mai puțin susceptibil la tunelarea din starea de bază. Stabilitatea semnalului a fost deasemenea demonstrată de către **Thomsen și colab. (2008)** și **Buylaert și colab. (2009)**. Acest model prezice că stabilitatea semnalului pIRIR este direct dependentă de temperatura de stimulare.

2.4 Fading anomal

Fenomenul de pierderea semnalului luminescent din cauza atermice este cunoscut în literatură sub denumirea de fading anomal (**Wintle 1973**) și a fost observat pretutindeni în feldspați (**Huntley și Lamothe 2001; Huntley și Lian, 2006**). Din punct de vedere al luminescenței, pierderea semnalului luminescent va conduce la o vârstă subestimată.

Tunelarea cuantică este cea mai comună explicație acceptată pentru pierderea semnalului.

Pentru a corecta vârstele subestimate din cauza pierderii semnalului, mai multe metode au fost dezvoltate. **Huntley și Lamothe (2001)** a divizat metodele de corecție în trei categorii: metode care previn pierderea semnalului, metode bazate pe variabilitate și metode de corecție.

Metodele care previn pierderea semnalului implică folosirea unui semnal stabil în timp. Tratamentele termice, stocarea și/sau expunerea la fotoni cu energie joasă au fost testate pentru a înlătura componenta care este susceptibilă la fading. Alte aplicații au sugerat folosirea unor capcane mai adânci pentru a acesa emisii luminescente stabile pentru o perioadă mai îndelungată.

Metodele de corecție s-au dezvoltat bazându-se pe faptul că, dacă rata de pierdere a semnalului luminescent poate fi măsurată în laborator atunci corectarea vârstelor poate fi deasemenea efectuată (**Huntley și Lamothe 2001; Lamothe și**

colab., 2003; Huntley și Lian 2006; Kars și colab., 2008). Prima metodă de corecție a fost propusă și testată de către Huntley și Lamothe (2001) și este aplicabilă doar pentru partea liniară a cubei de creștere, corespunzând unor vârste până la 20-50 ka.

2.5 Protocoale folosite pentru măsurarea dozelor echivalente

În decursul ultimilor ani a fost dezvoltată o procedură standard pentru măsurarea dozelor echivalente cunoscută în literatură ca procedura uni-alicotă regenerativă SAR (Murray și Wintle 2000, 2003). Urmărind pașii de bază ai procedurii SAR au fost dezvoltate protocoale de măsurare adaptate în funcție de dozimetrul ales. Prin urmare, măsurarea dozelor echivalente pe cuarț se realizează prin aplicarea protocolului SAR iar dozele echivalente măsurate pe granule fine poliminerale se realizează prin aplicarea unor protocoale care conțin o dublă stimulare în infraroșu la diferite temperaturi numite post infrarosu infrarosu PIRIR.

2.5.1 Protocolul uni-alicotă regenerativ (SAR)

Protocolul cel mai des folosit pentru determinarea dozelor echivalente pe cuarț este protocolul uni-alicotă regenerativ SAR dezvoltat de Murray și Wintle (2000, 2003) pentru componenta rapidă a semnalului luminescent emis de cuarț. Pașii principali ai protocolului SAR sunt descriși în Figura 2.2.

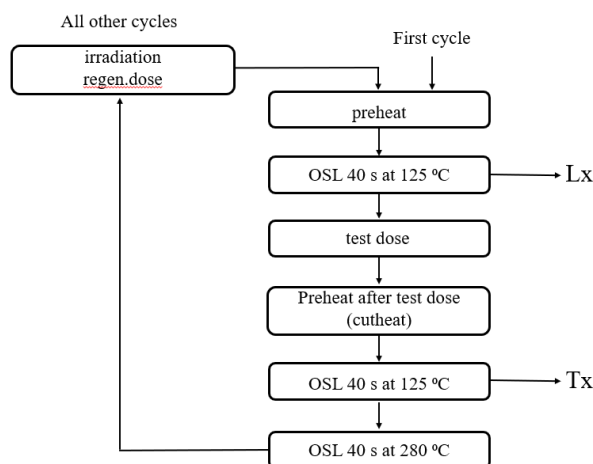


Figura 2.2 Pașii generali a protocolului uni-alicotă regenerativ (SAR) propus de Murray și Wintle (2000, 2003). Lx reprezintă semnalul natural sau regenerativ și Tx este semnalul dat de doza test.

Protocolul SAR constă dintr-o serie de iradiieri, tratamente termice și stimulări optice cu diode albastre în vederea construirii unei curbe de creștere a semnalului luminescent în funcție de doză. Performanța protocolului SAR este evaluată pentru fiecare alicotă măsurată prin aplicarea unor teste intrinseci cum sunt: testul de repetare a dozei este folosit pentru a evalua schimbările de sensibilitate care pot

apărea datorită repetării ciclurilor de măsurare din protocolul SAR, testul de recuperare a semnalului este folosit pentru a determina dacă există transfer de sarcini de la un ciclu de măsurare la altu și testul de depletare în infraroșu asigură evaluarea purității semnalelor luminescente emise de cuarț.

Investigațiile adiționale pot fi realizate pentru a confirma validitatea dozelor echivalente măsurate. Unul dintre testele care poate fi folosit este platoul temperaturilor de preîncălzire care evaluează efectul pe care îl are variația temperaturii de preîncălzire asupra dozei echivalente.

Cel mai stringent test care poate evalua aplicabilitatea protocolului SAR este testul de recuperare a dozei dezvoltat de **Murray și Wintle (2003)**. Scopul acestui test este de a verifica dacă protocolul SAR poate măsura cu succes o doză artificială cunoscută (indusă în laborator).

Studiile anterioare folosind cuarț au raportat vârste subestimate pentru probe mai bătrâne de 70 ka chiar dacă alicotele măsurate au trecut cu succes toate testele intrinseci din cadrul protocolului SAR (ex. **Buylaert și colab., 2007; Lowick și colab., 2010; Timar și colab., 2010**). Cea mai bună metodă pentru evaluarea încrederii în vârstele luminescente în general este compararea acestora cu cronologii obținute independent (**Murray și Olley 2002; Constantin și colab., 2012; Veres și colab., 2013; Anechitei-Deacu și colab., 2014**).

Unele studii au demonstrat că procesele naturale pot influența proprietățile luminescente ale cuarțului, făcându-l nepotrivit pentru datarea prin luminescență (**Adamiec 2000; Duller și colab., 2000, Duller 2004; Preusser și colab., 2006; Moska și Murray 2006**).

O altă limitare a protocolului SAR este legată de discrepanța observată între dozele echivalente măsurate pe cuarț fin și grosier. Această discrepanță este deasemenea observată și în vârstele obținute pe cele două fracțiuni de cuarț colectate din diferite regiuni ale lumii (**Timar-Gabor și colab., 2011, 2012, 2015, 2017; Timar-Gabor și Wintle 2013; Constantin și colab., 2014**).

De asemenea s-a demonstrat faptul că forma curbei de creștere doză-răspuns construită pe granule fine de cuarț diferă față de cea construită pe granulele grosiere de cuarț, având caracteristici de saturație diferite. Granulele fine de cuarț prezentând parametri de saturație mai mari (**Timar-Gabor și colab., 2011; Kreutzer și colab., 2012; Timar-Gabor și colab., 2017; Avram și colab., 2020**).

Una dintre cele mai importante presupuneri a protocolului SAR este aceea că curba de creștere doză-răspuns construită în laborator reproduce creșterea semnalului în natură. Totuși, studiile au raportat o discrepanță între curbele de creștere în laborator și cele naturale; curbele construite în laborator prezentând doze

de saturație mai mari (Chapot și colab., 2012; Timar-Gabor și Wintle 2013; Timar-Gabor și colab., 2015b; Avram și colab., 2020).

2.5.2 Eludarea fading-ului prin folosirea protocoalelor pIRIR

Protocoalele post infrarosu-infraroșu au fost elaborate atât pentru granulele fine poliminerale cât și pentru K-feldspați. Deoarece semnalul luminescent emis de feldspați în urma unei stimulări în infraroșu (IRSL) suferă de fading anomal (Wintle 1973; Spooner 1992, 1994) s-a dorit dezvoltarea unor protocoale care folosesc să împiedice pierderea semnalului.

Primul pas în dezvoltarea unui protocol care înlătură pierderea semnalului a fost realizat de către Thomsen și colab., (2008). Ei au arătat că semnalul IRSL emis în urma unei duble stimulări în infraroșu la o temperatură de 50 respectiv 225 °C este mai stabil (Thomsen și colab., 2008). Stimularea la temperatura de 50 °C este realizată pentru a reduce perechile electron-gol învecinate care sunt predispuse la tunelare iar o a doua stimulare la o temperatură mai ridicată va permite accesarea unor centri de recombinare mai distanți care emit un semnal mai stabil (Thomsen și colab., 2008; Jain și Ankjaergaard 2011; Poolton și colab., 2002a,b).

Prin urmare, protocoale care implică două stimulări IR la temperaturi elevate au fost dezvoltate pentru a reduce semnalul susceptibil la fading, și anume protocolul pIRIR₂₂₅ (Buylaert și colab., 2009; Wacha și Frechen 2011) și pIRIR₂₉₀(Thiel și colab., 2011a; Buylaert și colab., 2011a, 2012) (Figure 2.3).

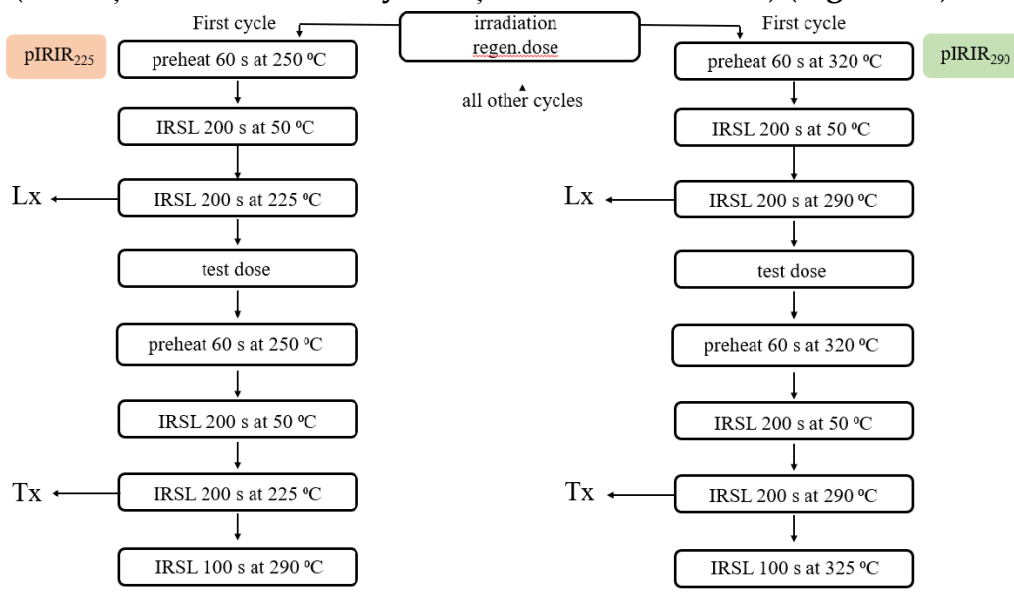


Figura 2.3 Reprezentarea schematică a protocoalelor pIRIR. În partea stângă este prezentat protocolul pIRIR₂₂₅ iar în partea dreaptă este prezentat protocolul pIRIR₂₉₀. Lx reprezintă semnalele IRSL regenerative sau naturale iar Tx reprezintă semnalul IRSL corespunzător dozei test.

Capacitatea de resetare a semnalului luminescent este una dintre premisele pe care se bazează datarea prin luminescență. Studiile anterioare au arătat că semnalele pIRIR stimulate la temperaturi mai ridicate sunt mult mai greu de resetat (ex. **Thomsen 2008; Buylaert și colab., 2009; Thiel și colab., 2011a**) iar o doză reziduală de câțiva Gray este obținută și după expuneri îndelungate a alicotelor la soare sau la simulator solar. Prin urmare, semnalele reziduale care sunt transpuse în doze reziduale joacă un rol important pentru semnalele pIRIR la temperaturi ridicate. Măsurarea incorectă a dozei reziduale va duce la determinarea unei doze echivalente care va supraestima valoarea reală.

Pentru a evalua acuratețea dozelor echivalente măsurate cu protocoalele pIRIR, atât testul de repetare a dozei cât și testul de recuperare a semnalului sunt incluse în fiecare măsurătoare. Aceste teste au aceeași aplicabilitate ca și cele folosite în protocolul SAR pentru cuarț. Pe lângă testele intrinseci ale procedurii SAR, cel mai stringent test care poate demonstra robustețea unui protocol este testul de recuperare a dozei (**Murray 1996; Wallinga și colab., 2000**). Acest test are aceleași principii fundamentale ca și cel folosit pentru cuarț. În primul rând semnalul luminescent natural este resetat prin expunerea alicotelor la lumină sau la un simulator solar. Mai departe, alicota este iradiată cu o doză beta cunoscută aproximativ egală cu doza echivalentă și este aplicat protocolul pIRIR în vederea determinării dozei date, aceasta fiind tratată ca o doză necunoscută. Raportul dintre doza dată și doza recuperată trebuie să egal cu unitatea sau să nu devieze cu mai mult de 10% față de unitate.

3. Testarea protocoalelor SAR-OSL și pIRIR pe cuarț și granule fine poliminerale extrase din secțiunea de loess Batajnica, Serbia care datează din Pleistocenul mijlociu și târziu

3.1 Introducere

Bazinul mijlociu al Dunării cuprinde numeroase secțiuni de loess-paleosol (LPS) care datează din Pleistocenul mijlociu și târziu și care prezintă similarități paleoclimatice cu depozitele de loess din Asia (Buggle și colab., 2009; Marković și colab., 2015). Secțiune de loess-paleosol Batajnica este considerată una dintre cele mai complete și extinse arhive terestre paleoclimatice care expune cinci unități clare de loess și paleosoluri, ultima unitate corespunzând Stagiului Izotopic Marin (MIS) 16 (Figura 3.1).

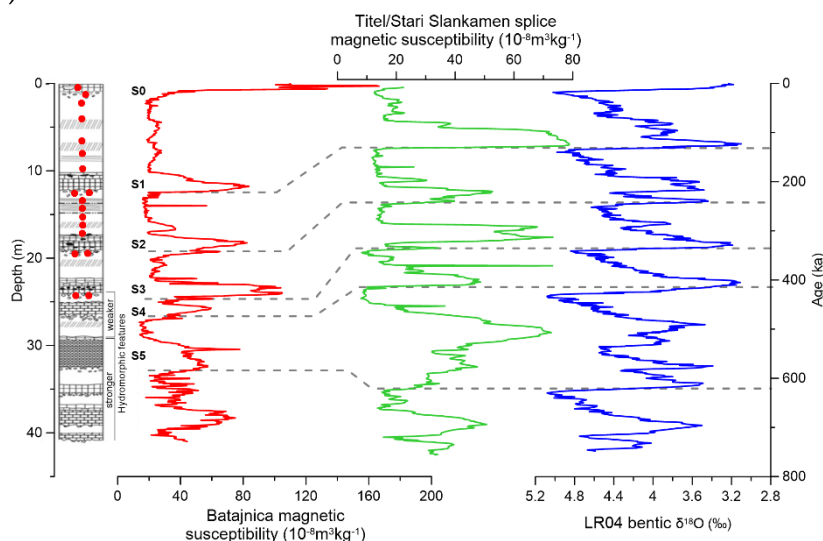


Figura 3.1 Stratigrafia și susceptibilitatea magnetică a secțiunii de loess Batajnica (Marković și colab., 2009).

Obiectivele acestui studiu sunt: (i) determinarea unei cronologii detaliate a secțiunii de loess Batajnica, axându-ne pe unitatea de loess care corespunde ultimului glaciatic; (ii) explorarea limitei superioare de aplicabilitate a protocoalelor SAR-OSL pe granule fine și grosiere de cuarț, și a protocoalelor pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ pe granule fine poliminerale și (iii) compararea curbei doză răspuns construită în laborator cu cea construită pe baza semnalelor naturale, evaluând astfel intervalul pentru care fiecare protocol poate măsura vârste de încredere.

Investigațiile luminescente au fost realizate pe 18 probe individuale colectate în tuburi de oțel inoxidabil din aceleași locuri ca și probele studiate de către Marković și colab., 2009.

3.2 Metodologia

Probele colectate pentru datarea prin luminescență au fost prelucrate în cameră obscură. Măsurătorile de spectrometrie gama și cele pentru măsurarea conținutului de apă din probe au fost realizate pe materialul extras din capetele tubului, în timp ce materialul din interiorul tubului a fost folosit pentru obținerea cuarțului fin (4-11 μ m), grosier (63-90 μ m) și a granulelor fine poliminerale.

Măsurătorile de luminescență au fost realizate cu ajutorul unui cititor de luminescență Risø TL/OSL DA-20.

Dozele echivalente pe granulele fine și grosiere de cuarț au fost măsurate prin aplicarea protocolului SAR (**Murray și Wintle 2000, 2003**) în timp ce dozele echivalente pe granule fine poliminerale au fost măsurate folosind protocoalele pIRIR₂₂₅ (**Roberts 2008; Buylaert și colab., 2009; Wacha și Frechen 2011; Vasiliniuc și colab., 2012**) și pIRIR₂₉₀ (**Buylaert și colab., 2011a, 2012; Thiel și colab., 2011a**).

Paleosolurile majore din profilele de loess-paleosol din Eurasia prezintă un tipar distinctiv în măsurătorile de susceptibilitate magnetică, care este de asemenea reflectat și în alte proxi-uri cum sunt distribuția granulometrică și colorimetria. Variațiile susceptibilității magnetice arată gradul de pedogeneză care este controlat hidroclimatic și permit identificarea paleosolurilor majore care pot fi folosite ca markeri cronostratigrafici independenți și care constituie fundamentul cronostratigrafiilor de loess din bazinul Dunării și nu numai (**Marković și colab., 2015, Necula și colab., 2015**). De aceea, tranzițiile majore de loess-paleosol identificate în profilul Batajnica conform susceptibilității magnetice au fost corelate cu cele identificate în profilul compozit Titel/Stari Slankamen (**Figura 3.1**). Această abordare (**vezi Basarin și colab., 2014**) permite corelarea acestora cu izotopii oxigenului (**Lisiecki și Raymo 2005**). Astfel, pentru probele colectate din solul Holocen precum și de la tranzițiile dintre loess și paleosol identificate (BAT-1.0, 1.11, 1.12A, 1.16, 1.17 și 1.19A) au putut fi estimate vârste așteptate pe baza datelor raportate de **Basarin și colab., (2014)** și corelarea lor cu vârstele izotopilor de oxigen (**Lisiecki și Raymo 2005**).

3.3 Rezultate și discuții

3.3.1 Dozele anuale și calcularea dozelor echivalente

Dozele anuale au fost derivate pe baza activității specifice a radionuclizilor ²³⁸U, ²³²Th, ⁴⁰K și ²¹⁰Pb care au fost măsurate prin spectrometrie gama. Presupunerea echilibrului secular din seria de dezintegrare a ²³⁸U a fost investigată prin evaluarea raportului dintre concentrația activității ²¹⁰Pb măsurat direct folosind linia de 46 keV și ²²⁶Ra măsurat indirect folosind peak-ul ²¹⁴Pb (352 și 295 keV) și ²¹⁴Bi (609.3 keV).

Mai mult, concentrația radionuclidului de ^{210}Pb a fost determinată indirect folosind spectrometria alfa prin măsurarea ^{210}Po pentru 10 probe. Rezultatele au arătat că raportul dintre datele de spectrometrie gama și alfa sunt consistente cu unitatea. Acest fapt indică că în probele investigate este o pierdere de radon de ~50%. Prin urmare, dozele anuale folosite în calcularea vârstelor au fost determinate luând în considerare valoarea măsurată pentru ^{210}Pb .

Dozele echivalente așteptate și erorile asociate lor au fost determinate prin înmulțirea dozelor anuale corespondente cu vârsta estimată.

3.3.2 Proprietățile luminescente ale cuarțului

Pentru ambele fracțiuni granulometrice ale cuarțului, semnalul luminescent net prezintă o descreștere rapidă asemănătoare cu cea a cuarțului de calibrare. Curbele de creștere doză-răspuns sunt descrise cel mai bine de o sumă de două funcții exponențiale. Alicotele folosite pentru calcularea dozelor echivalente au prezentat rezultate satisfăcătoare în cadrul testelor intrinseci ale protocolului SAR.

Platoul temperaturii de preîncălzire – rezultatele au arătat că dozele echivalente nu prezintă nici o variație sistematică pentru intervalul de temperaturi de preîncălzire (180-280 °C) investigat.

Testul de recuperare a dozei – rapoartele testului de recuperare a dozei au arătat că protocolul SAR poate măsura cu succes doze induse în laborator de până la 320 Gy în cazul cuarțului fin și 260 Gy în cazul cuarțului grosier.

Dozele echivalente – dozele echivalente măsurate pe cuarțul fin variază între 31 ± 1 Gy pentru proba BAT-1.0 colectată din solul Holocen și 486 ± 5 Gy pentru proba BAT-1.19A colectată sub paleosolul S3. Semnalul natural emis de această probă este interpolat sub nivelul de saturație. Dozele echivalente măsurate pe cuarț grosier variază între 28 ± 1 Gy pentru proba colectată din solul modern și 262 ± 16 Gy pentru o probă prelevată de sub paleosolul S1. Pentru probele mai bătrâne, semnalul natural este în saturație.

3.3.3 Proprietățile luminescente ale granulelor fine poliminerale

Curbele de creștere doză-răspuns construite prin ambele protocele pIRIR au fost cel mai bine descrise de o sumă de două funcții exponențiale iar curba de creștere trece foarte aproape de origine ceea ce demonstrează că recuperarea semnalului de la un ciclu la altu este nesemnificativă.

Efectul dozei test în determinarea dozelor echivalente – a fost investigat pentru proba BAT 1.9, BAT 1.12A și BAT 1.16. Pentru probele BAT 1.9 și BAT 1.12A nu a fost identificat nici o dependență sistematică al valorilor dozelor echivalente în funcție de mărimea dozei test.

Determinarea dozelor reziduale – Pe lângă experimentele de bleaching în laborator care constau în expunerea alicotelor la soare sau la un simulator solar, un alt mod de a deriva doza reziduală este prin măsurarea unui analog modern. În primul rând, dozele reziduale au fost măsurate după ce alicotele au fost expuse pentru o lună de zile la o lampă UV. Valorile dozelor reziduale măsurate reprezintă 0.5% respectiv 4% din dozele echivalente măsurate cu protocolul pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀. Deoarece nu există o probă modernă, doza reziduală a fost estimată pe baza probei cele mai tinere BAT-1.0. Aceste doze reziduale au fost scăzute din doza echivalentă măsurată înainte de calcularea vârstelor.

Testul de recuperare a dozei – protocolul pIRIR₂₂₅ poate măsura cu acuratețe doze induse în laborator până la valori de 316 Gy, în timp ce protocolul pIRIR₂₉₀ supraestimează sistematic dozele date în laborator. Urmând sugestiile lui **Yi și colab. (2016)**, am măsurat doze cunoscute induse în laborator folosind valori mai mare ale dozei test. Rezultatele obținute sugerează că valoarea dozei test nu influențează doza echivalentă măsurată și nici caracteristicile de saturație ale curbei de creștere doză-răspuns construită prin aplicarea protocolului pIRIR₂₉₀.

Dozele echivalente măsurate pe granule fine polimineral – Dozele echivalente măsurate cu protocolul pIRIR₂₉₀ variază între 36±9 Gy (BAT-1.0) și 490±21 Gy (BAT-1.12A). Cea mai mică doză echivalentă măsurată cu protocolul pIRIR₂₂₅ este 37±6 Gy pentru proba BAT-1.0 iar cea mai mare doză echivalentă obținută este 377±19 Gy pentru proba BAT-1.12A. Semnalele naturale corespunzătoare probelor mai bătrâne sunt în saturație.

Măsurători de fading pentru doze mari – Ratele de fading au fost măsurate pentru probele BAT-1.11 și BAT 1.19A. Rezultatele noastre au arătat o împrăștiere semnificativă a semnalelor luminescente corectate în sensibilitate înregistrate în timpul citirilor prompte. S-a observat că întodeauna intensitatea semnalului măsurat în prima citire instantanee este mai mare decât semnalele citite pe parcursul celorlalte citiri prompte. Conform rezultatelor obținute, s-a considerat că nu există variații sistematice ale semnalelor pIRIR în funcție de timpul de așteptare. Mai mult, test de fading s-a efectuat și pe granule de cuarț fin și grosier, fiind unanim acceptat că semnalul luminescent emis de cuarț nu suferă de fading (**Aitken 1998**). Au fost raportate rate de fading de 2.49±0.44 și 2.92±0.61%/decadă pentru cuarțul fin respectiv grosier. Astfel de rate nu pot reflecta o pierdere reală a semnalului deoarece acestea ar implica o pierdere semnificativă în natură. Acest lucru este în contradicție cu observațiile noastre și anume că semnalul natural emis de cuarțul grosier este foarte aproape de saturație.

Măsurători care constă în iradierea unei probe cu doze mari peste doza naturală acumulată anterior – Dacă o probă este iradiată cu doze mari peste doza naturală a cărui semnal este în saturație, o creștere a semnalului poate sugera că o mica parte a semnalului a fost pierdută și nu a putut fi detectată în măsurătorile de fading. Pe de altă parte, dacă o doză mare va fi adăugată peste doza naturală este de așteptat ca magnitudinea semnalului măsurat să fie la fel ca și semnalul aflat în saturație măsurat prin protocolul SAR. Acest experiment a fost realizat pentru proba BAT-1.19A, cu o vârstă așteptată mai mare de 300 ka și un semnal natural care este foarte aproape de saturație. Raportul dintre semnalul măsurat după ce o doză de 5000 Gy a fost dată peste doza naturală $(L_n/T_n)^*$ și semnalul luminescent corespunzător dozei naturale (L_n/T_n) este 1.90 ± 0.02 pentru granulele fine de cuarț și 0.96 ± 0.08 pentru granulele grosiere de cuarț. Pentru granulele fine poliminerale raportul dintre $(L_n/T_n)^*$ și (L_n/T_n) este 1.35 ± 0.03 în cazul protocolului pIRIR₂₂₅ și 1.20 ± 0.04 în cazul protocolului pIRIR₂₉₀. Raportul dintre $(L_n/T_n)^*$ și semnalul luminescent corespunzător unei doze de 5000 Gy măsurat în protocolul SAR (L_x/T_x) este 1.10 ± 0.03 în cazul protocolului pIRIR₂₂₅ și 1.15 ± 0.05 în cazul protocolului pIRIR₂₉₀. În cazul granulelor fine și grosiere de cuarț, rapoartele sunt 0.95 ± 0.02 și 1.03 ± 0.11 . Acest lucru indică faptul că toate semnalele, cu excepția celui dat de cuarțul grosier, cresc prin iradieri adiționale în laborator.

3.3.4 Vârste luminescente

Vârstele calculate luând în considerare concentrațiile de ²¹⁰Pb sunt în general mai mari cu 10-20% față de cele calculate luând în considerare echilibrul secular în seria de dezintegrare a ²³⁸U, însă cele două seturi de vârste se suprapun în limita erorilor. Vârstele discutate în acest studiu sunt cele care sunt calculate pe baza concentrației de ²¹⁰Pb.

Pentru Batajnica, vârstele luminescente sunt în concordanță cu studiile cronologice anterioare pe baza corelării susceptibilității magnetice cu alte date independente (**Buglle și colab., 2009; Marković și colab., 2009**), plasând unitatea de loess L1 ca fiind depusă în timpul ultimului glaciuar. Toate vârstele obținute pe granulele fine de cuarț sunt mai mici decât cele obținute pe granulele grosiere (**Figura 3.2**). Această diferență dintre vârste crește cu adâncimea, iar vârstele obținute pe cuarțul grosier subestimează vârstele așteptate din considerente stratigrafice. Vârstele obținute pe cuarț grosier și pe granulele fine poliminerale măsurate cu ambele protocole sunt în mare măsură în concordanță iar în limita erorilor sunt consistente cu vârstele așteptate. Imediat sub paleosolul S1, vârstele obținute pe cuarțul grosier și pe granulele fine poliminerale sunt 116 ± 12 ka, 130 ± 14 ka prin protocolul pIRIR₂₂₅ și 169 ± 17 ka prin protocolul pIRIR₂₉₀.

Pentru probele care au fost prelevate din unitățile mai adânci, semnalul natural este în saturație, excepție făcând cuarțul fin.

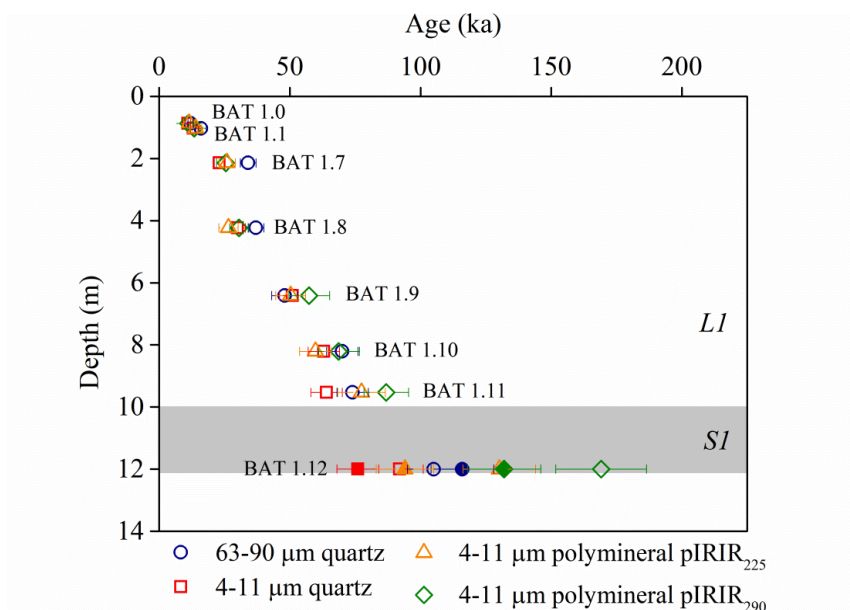


Figura 3.2 Vârstele obținute pe granulele de cuarț și granulele fine poliminerale determinate prin aplicarea protocoalelor SAR-OSL, pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀.

3.3.5 Acuratețea vârstelor luminescense raportate

Pentru a identifica factorii care controlează limita superioară a datării prin luminescență s-a investigat caracteristicile de saturație a semnalelor naturale și a celor induse în laborator atât pentru cuarț cât și pentru granulele fine poliminerale.

Curbe de creștere doză-răspuns

Curbele de creștere doză-răspuns obținute prin iradiere induse în laborator, au fost construite pentru doze până la 5000 Gy pentru proba BAT-1.19A prelevată de sub paleosolul S3 (cu o vârstă mai mare de 300 ka conform **Marković și colab., 2009**) pe toate tipurile de granule și minerale investigate în acest studiu. Toate curbele de creștere au fost descrise cel mai bine de o sumă de două funcții exponențiale. Urmând **Wintle și Murray (2006)** am considerat limita de saturația ca fiind la 85% din maximul curbei de creștere doză-răspuns. S-a evaluat cât de aproape este semnalul natural de nivelul saturație prin calcularea raportului dintre media semnalelor luminescente naturale (L_{nat}/T_{nat}) și semnalele luminescente corectate pentru o doză de 5000 Gy (L_x/T_x).

Curbele de creștere construite pe granule grosiere de cuarț saturează la doze mai mici decât cele ale cuarțului fin și are următoarele caracteristici de saturație $D_{01} = 21 \pm 28$ Gy și $D_{02} = 153 \pm 46$ Gy. Semnalul natural al cuarțului grosier atinge saturația (**Figura 3.3**). Pe de altă parte, semnalul dat de cuarțul fin continuă să crească la doze

mai mari de 5000 Gy. Caracteristicile de saturație pentru curba de creștere doză-răspuns obținută pe cuarț fin sunt $D01 = 178 \pm 17$ Gy și $D02 = 1635 \pm 164$ Gy.

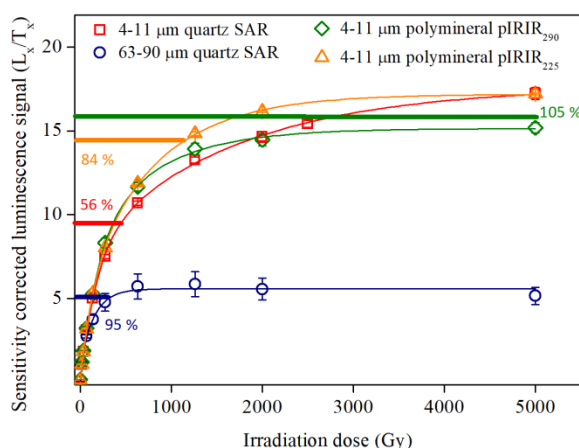


Figura 3.3 Curbe de creștere doză-răspuns construite pentru cuarț fin și grosier și pentru granule fine poliminerale măsurate prin aplicarea protocoalelor SAR-OSL, pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀. Media semnalelor naturale a tuturor alicotele măsurate este interpolat pe curbă. Procentul indică raportul dintre semnalele naturale și semnalul dat de o doză de 5000 Gy.

Este important de reținut că curbele de creștere doză-răspuns construite cu protocoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ au doze caracteristice de saturație mai mici decât cuarțul fin. Raportăm $D01 = 142 \pm 13$ Gy și $D02 = 795 \pm 36$ Gy pentru pIRIR₂₂₅ în timp ce pentru pIRIR₂₉₀ $D01 = 193 \pm 32$ Gy și $D02 = 764 \pm 145$ Gy. Semnalul natural al probei BAT-1.19A măsurat prin protocolul pIRIR₂₂₅ ajunge la $84 \pm 0.7\%$ față de nivelul de saturație, în timp ce semnalul natural măsurat prin protocolul pIRIR₂₉₀ este de $105 \pm 3\%$ și se află ușor peste nivelul corespunzător dozei de 5000 Gy (**Figura 3.3**).

De asemenea a fost documentata influența magnitudii dozei test asupra cubei de creștere pentru protocolul pIRIR₂₉₀. Bazându-ne pe rezultatele obținute, putem concluziona că depenența dintre parametrii de saturație și mărimea dozei test nu este o caracteristică generală pentru semnalele pIRIR₂₉₀.

Pentru a cuantifica cât de aproape este semnalul natural corectat în sensibilitate de saturație pentru probele colectate din unitățile stratigrafice mai adânci (BAT-1.12-BAT1.19), am calculat raportul dintre semnalul luminescent natural și cel indus de o doză de 5000 Gy.

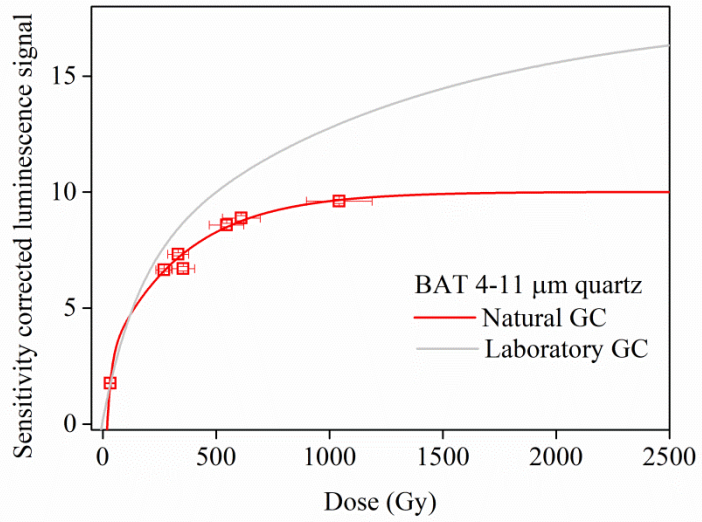
Curbe de creștere construite pe baza semnalelor naturale

Pentru a evalua acuratețea vârstelor luminescente, am comparat curbe de creștere construite în laborator și curbe de creștere construite pe baza semnalelor luminescente naturale. În cazul cuarțului fin cele două curbe se suprapun până la 150 ka (**Figura 3.4a**). Acest lucru sugerează că se pot obține vârste de încredere până la 50 ka iar pentru doze mai mari, protocolul SAR subestimează dozele echivalente așteptate.

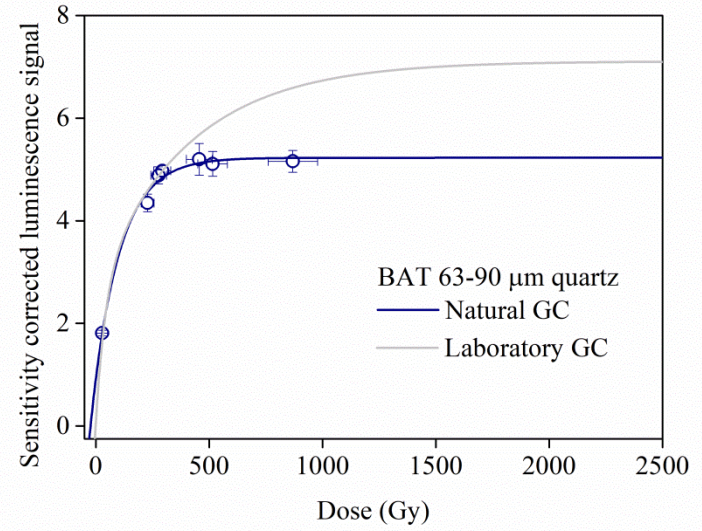
În cazul cuarțului grosier cele două curbe se suprapun până la doze de 250 Gy, corespunzând la o limită superioară de circa 100 ka (**Figura 3.4b**).

În cazul protocolului pIRIR₂₂₅, cele două curbe se suprapun în limita erorilor pe intervalul investigat aici (**Figura 3.4c**). Oricum, suprapunerea la doze mai mici de 500 Gy trebuie interpretată cu prudență datorită erorilor mari a datelor și a împrăștierii acestora.

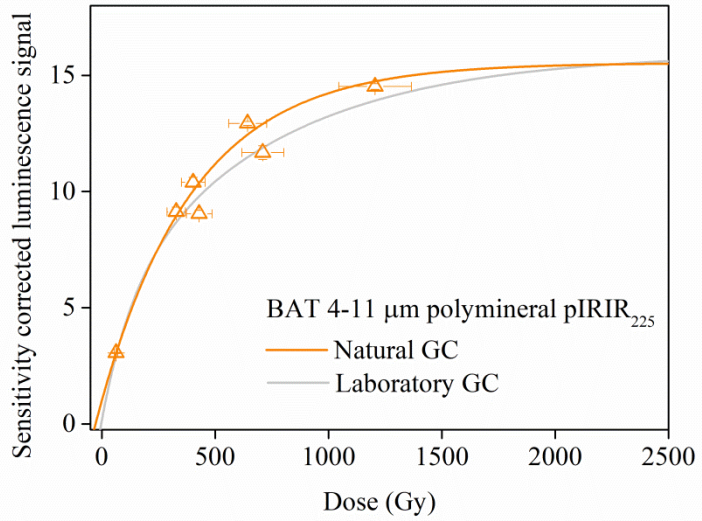
În cazul protocolului pIRIR₂₉₀, cele două curbe se suprapun în limita erorilor până la doze de 400 Gy (**Figura 3.4d**). Pentru doze mai mari, semnalul pIRIR₂₉₀ natural supraestimează semnalele induse în laborator.



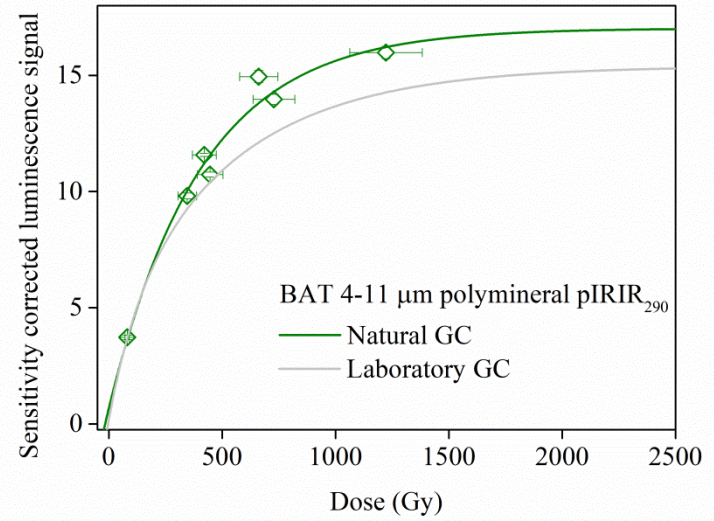
a)



b)



c)



d)

Figura 3.4. Compararea între curbele de creștere construite în laborator și curbele de creștere construite pe baza semnalelor luminescente naturale prin aplicarea (a) protocolului SAR-OSL pe cuarț fin, (b) protocolului SAR-OSL pe cuarț grosier, (c) protocolului pIRIR₂₂₅ și (d) pIRIR₂₉₀ pe granule fine poliminerale.

3.4 Concluzie

Datele obținute pe cuarț grosier și prin folosirea protocolul pIRIR₂₂₅ pe granule poliminerale pentru profilul de loess-paleosol Batajnica au furnizat vârste de încredere corespunzând din ultimului ciclu glaciatic. Considerăm că vârstele obținute pe cuarțul grosier sunt de încredere până la 100 ka, după care semnalul natural este în saturație. Cuarțul fin a furnizat vârste de bună acuratețe până la probele prelevate din MIS 2, începând să subestimeze pentru probele mai bătrâne. Vârstele obținute pe protocoalele pIRIR au furnizat vârste de încredere pentru ultimul ciclu glaciatic, după care semnalele sunt în saturație.

Limita superioară a datării prin luminescență la Batajnica este impusă de saturația semnalelor naturale, începând cu probele colectate din unitatea de loess L2.

4. Datarea prin luminescență stimulată optic a unui profil de loess din sud-estul Chinei folosind cuarț și granule fine poliminerale

4.1 Introducere

Depozitele de loess localizate în partea de sud a Platoului de loess al Chinei sunt distribuite în regiunea subtropicală a Asiei de Est (**Jiang și colab., 2020**) și constituie arhive paleoclimatice bine conservate (**Hao și colab., 2010**). Aceste arhive sunt larg răspândite pe malurile râului Yangtze și în regiunea râului Huai înregistrând schimbări din perioada tranziției Pleistocenului mijlociu (**Qiao și colab., 2003; Wang și colab., 2018**). Secvențele de loess-paleosol din această regiune sunt numite colectiv ca loess-ul Xiashu (**Han și colab 2019 și referințele lor**).

Acest studiu are ca scop stabilirea primei cronologii numerice a unui profil de loess-paleosol situat pe valea râului Huai, din partea de sud-est a Chinei. Prin urmare, datarea prin luminescență folosind trei protocoale de măsurare a fost aplicată pentru granule de cuarț și granule fine poliminerale extrase din opt probe. Cele trei seturi de vârste luminescente sunt discutate referitor la informațiile obținute prin înregistrările din susceptibilitatea magnetică și cele litologice.

4.2 Zona studiată

Opt probe de loess au fost prelevate dintr-o secțiune tipică de loess-paleosol localizată în regiunea deluroasă din zona de drenare a râului Huai; profilul de loess-paleosol investigat este denumit în acest studiu ca secțiunea XuYi (XY) (118° 39.361' E, 32° 50.990' N) și este localizat în provincia Jiangsu din sudul Chinei. Expunerea totală a secvenței ajunge până la 6 m.

4.3 Detalii experimentale

4.3.1 Litologia și datele de susceptibilitate magnetică

În secțiunea de loess XY sunt identificate în datele de susceptibilitate magnetică două unități glaciare L1 și L2 și o unitate interglaciară S1 (**Figure 4.1**). Întreaga secțiunea a experimentat pedogeneză puternică, iar diviziunile litologice sunt realizate pe baza schimbărilor din intensitatea pedogenetică. Informațiile litologice sunt prezentate în **Figura 4.1**.

Variațiile înregistrate în susceptibilitatea magnetică pentru depozitele de loess-paleosol din Platoul de Loess al Chinei reflectă schimbările paleo-environmentale în timpul perioadelor glaciare și interglaciare. Prin urmare, intensificarea mineralelor ferimagnetice din loess este corelată cu procesul de pedogeneză care a avut loc în timpul perioadelor interglaciare. Contrar, concentrația acestor minerale descrește considerabil în perioadele glaciare. De aceea, variațiile

susceptibilității magnetice pot fi corelate cu izotopii oxigenului din sedimentele marine (ex. Liu 1985; An și colab., 1991; Lu și colab., 1999; Hao și colab., 2012). Analizele de susceptibilitate magnetică au fost realizate pe 246 de probe colectate din secțiunea de loess XY la o rezoluție de 2.5 cm. Variațiile înregistrate prezintă informații cruciale despre pedostratigrafia secțiunii XY. Susceptibilitatea magnetică este reprezentată în **Figura 4.1**.

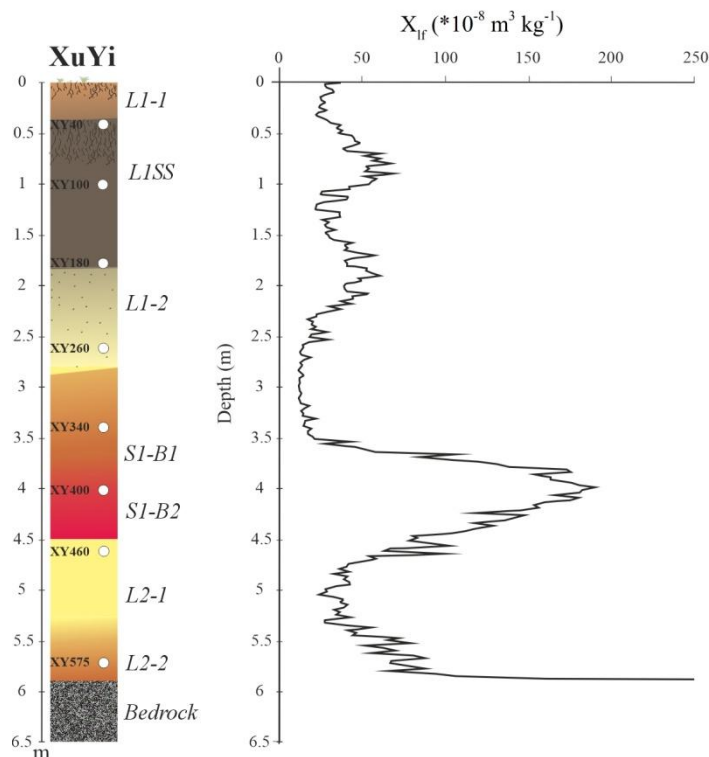


Figura 4.1. Stratigrafia și susceptibilitatea magnetică (MS) a secțiunii de loess-paleosol XuYi (XY). Poziția stratigrafică a probelor de luminescență sunt evidențiate cu simbolul cerc în coloana stratigrafică.

4.3.2 Datarea OSL

Prepararea probelor și tehnicile de măsurare

Probele de luminescență au fost prelucrate în cameră obscură. Materialul a fost folosit pentru extragerea granulelor fine de cuarț și a granulelor fine poliminerale.

Investigațiile luminescente au fost realizate folosind cititoare de luminescență Risø TL/OSL DA-20 echipate cu cap de stimulare și detecție fie clasic fie automat (Lapp și colab., 2015).

Determinarea dozei echivalente

Dozele echivalente pe cuarț au fost determinate prin aplicarea protocolului SAR (Murray și Wintle 2000, 2003) iar dozele echivalente pe granulele fine

poliminerale au fost măsurate prin aplicarea protocoalelor pIRIR₂₂₅ (Roberts 2008; Buylaert et al., 2009; Wacha and Frechen 2011; Vasiliniuc et al., 2012) și pIRIR₂₉₀ (Buylaert et al., 2011a, 2012; Thiel et al., 2011a).

4.4 Rezultate și discuții

4.4.1 Caracteristicile luminescente

4.4.1.1 Cuarț

Dozele echivalente au fost determinate prin interpolarea semnalului natural pe curba de creștere doză-răspuns. Semnalul luminescent natural descrește semnificativ în primele secunde de stimulare, prezentând o dependență asemănătoare cu cea prezentată de cuarțul de calibrare, care este unanim acceptat că este dominat de componenta rapidă (Hansen și colab., 2015). Alicotele folosite pentru calcularea vârstelor au trecut toate testele intrinseci ale protocolului SAR.

Testul de platou în funcție de temperatura de preîncălzire – dozele echivalente măsurate folosind temperaturi de preîncălzire care variază între 180 și 280 °C prezintă o variație ne semnificativă. Temperatura de 220 °C a fost astfel aleasă.

Testul de recuperare a dozei – rapoartele de recuperare a dozei au fost satisfăcătoare pentru toate probele investigate, indicând că protocolul SAR poate recupera doze induse în laborator până la valori de 474 Gy.

4.4.1.2 Granule fine poliminerale – protocoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀

Dozele echivalente pe granulele fine poliminerale au fost determinate prin aplicarea protocoalelor pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀.

Dozele reziduale

Dozele reziduale au fost măsurate pe alicote care au fost expuse la geam pentru 30 de zile. Magnitudinea dozelor reziduale măsurate cu protocolul pIRIR₂₂₅ variază între 2.0±0.1 și 9±1 Gy, iar dozele reziduale obținute prin aplicarea protocolului pIRIR₂₉₀ sunt mai mari și variază între 4±1 and 19±3 Gy. Rezultatele arată o dependență a dozelor reziduale cu doza echivalentă (**Figura 4.2**).

Această dependență poate fi datorită faptului că timpul de expunere la o sursă de lumină nu este suficient de lung pentru a putea șterge tot semnalul luminescent acumulat anterior. În acest caz, interceptul funcției liniare care descrie cel mai bine relația dintre doza reziduală și doza echivalentă corespunde componentei care nu a putut fi resetată. Pentru aceste probe, valoarea punctului în care dreapta intersectează axa y este cea mai potrivită de a fi folosită pentru corecție. Pentru protocolul pIRIR₂₂₅ a fost obținută o valoare de 0.02±1.3 Gy (vezi inset **Figura 4.2**) iar pentru protocolul pIRIR₂₉₀ o valoare de 2.8±1.7 Gy a fost determinată (vezi

inset **Figura 4.2**). Considerând valorile mici menționate anterior care sunt aproape de zero în limita erorilor, vârstele luminescente au fost determinate fără corecții ale dozelor reziduale.

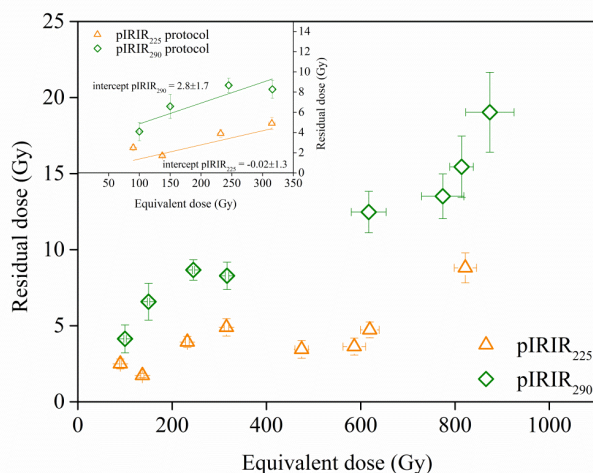


Figura 4.2. Dozele reziduale măsurate după o expunere la geam de 30 de zile în funcție de doza echivalentă măsurată. Insetul figurii arată valorile obținute pentru probele cu doze echivalente mai mici de 316 Gy unde dependența este descrisă de o funcție liniară.

Testul de recuperare a dozei

Acuratețea protocoalelor pIRIR a fost evaluată pentru doze care variază între 80 și 800 Gy. Prin urmare, pentru protocolul pIRIR₂₂₅, seturi de cinci alicote au fost iradiate cu doze beta de 88, 135, 300, 400, 600 și 800 Gy iar pentru protocolul pIRIR₂₉₀ doze de 96, 143, 200, 300, 400, 600 și 745 Gy au fost utilizate. Rapoartele de recuperare pentru protocolul pIRIR₂₂₅ pentru doze date până la 300 Gy variază între 1.02±0.05 pentru o doză dată de 88 Gy până la 1.09±0.04 pentru o doză de 300 Gy. Pentru dozele mai mari (> 400 Gy), rapoartele de recuperare supraestimează cu ~17-40% valorile așteptate (**Figura 4.3a**). În cazul protocolului pIRIR₂₉₀, rapoartele de recuperare a dozei variază între 1.12±0.04 pentru o doză dată de 200 Gy până la 1.18±0.07 pentru doze de 300 Gy în timp ce pentru doze mai mari de 400 Gy, rapoartele supraestimează unitatea cu ~30 până la 60% (**Figura 4.3b**).

Mai mult, a fost verificat dacă rezultatele rapoartelor de recuperare a dozei sunt dependente de magnitudinea dozei test pentru ambele protocoale pIRIR. În cazul protocolului pIRIR₂₂₅, seturi de trei alicote au fost iradiate cu doze beta de 300, 400, 600 și 800 Gy. Aceste măsurători au fost realizate folosind o doză test de 50% din doza dată. Pe de altă parte, influența măririi dozei test la 50% din doza dată a fost investigată și pentru protocolul pIRIR₂₉₀ pentru doze induse în laborator de 300, 400, 550, 800 și 855 Gy. Mai mult, două seturi de câte trei alicote au fost iradiate cu

855 Gy pentru a măsura dozele recuperate cu o doză test de 2% respective 30% din doza dată. Mai departe, cinci alicote au fost iradiate cu o doză beta de 143 Gy iar doza data a fost măsurată cu o doză test de 12% din doza data. Rezultatele arată că rapoartele de recuperare a dozei folosind protocolul pIRIR₂₂₅ supraestimează unitatea cu ~11-33% pentru doze care variază între 400 Gy și 800 Gy (**Figura 4.3a**). În cazul protocolului pIRIR₂₉₀, rezultatele demonstrează că o supraestimare între 12 și 46% este identificată pentru întreg intervalul de doze investigate în acest studiu (**Figura 4.3b**).

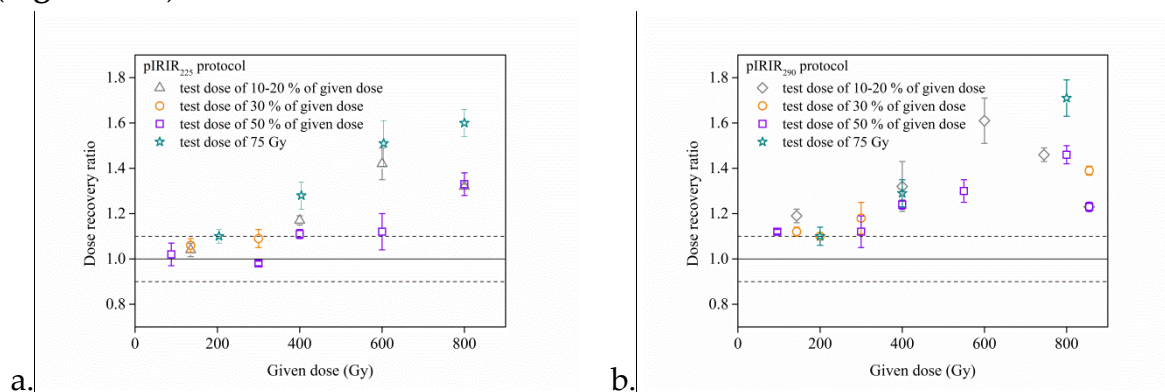


Figura 4.3 Rezultatele testului de recuperare a dozei folosind (a) protocolul pIRIR₂₂₅ și (b) protocolul pIRIR₂₉₀ pe granule fine poliminerale. Simbolurile diferite arată valori diferite ale dozei test. Rezultatele testului de recuperare a dozei când dozele beta au fost date peste doza naturală sunt reprezentate cu simbolul stea. Pentru acest experiment s-a folosit o doză test de 75 Gy.

Pentru a evita complicațiile datorate unor estimări inacurate a dozelor reziduale, testul de recuperare a dozei poate fi realizat prin iradierea unor doze cunoscute peste doza naturală a unei probe tinere. Raportul de recuperare este calculat prin împărțirea dozei măsurate la suma dintre doza echivalentă și doza dată (**Buylaert și colab., 2011b; Yi și colab., 2018**).

În acest studiu s-a folosit cea mai tânără proba XY 40 (cu o doză echivalentă măsurată de 97 Gy folosind protocolul pIRIR₂₉₀ și ~101 Gy folosind protocolul pIRIR₂₂₅) și doze beta de 103, 303, 503 și 703 Gy respectiv 99, 299, 499 și 699 Gy au fost adăugate peste semnalele naturale. Prin urmare, testul de recuperare a dozei a fost realizat pentru doze care variază între 200 și 800 Gy. Raportul de recuperare crește de la 1.10 ± 0.04 pentru o doză totală de 200 Gy la 1.71 ± 0.08 pentru o doză de 800 Gy pentru protocolul pIRIR₂₂₅ (**Figura 4.3a**). În cazul protocolului pIRIR₂₉₀ rapoartele de recuperare a dozei cresc de la 1.12 ± 0.03 pentru o doză totală de 200 Gy la 1.60 ± 0.06 pentru o doză de Gy (**Figura 4.3b**). Aceste rezultate confirmă observațiile anterioare. Aceste rezultate sugerează că ambele protocele pIRIR pot măsura cu

acuratețe doze de până la 200-300 Gy iar pentru doze mai mari decât 400 Gy rezultatele supraestimează valorile reale.

Fading

Studiile anterioare au raportat că semnalul pIRIR₂₉₀ este stabil și vârstele nu necesită corecții de fading (ex. **Thiel și colab., 2011a; Buylaert și colab., 2011a; Stevens și colab., 2011**). Testul de fading a fost realizat doar pentru protocolul pIRIR₂₂₅ folosind doze de 100 Gy respectiv 300 Gy. Timpii de stocare folosiți au fost între 2 și 50 de zile. Ratele medii de pierdere a semnalului (g-value) sunt mai mici de 0.7%/decadă pentru toate probele investigate. Vârstele prezentate nu sunt corectate de fading.

4.4.1.3 Caracteristicile de saturație a cuarțului și a granulelor fine poliminerale

Pentru a evalua caracteristicile de saturație a fiecărui protocol, s-au construit curbe de creștere doză-răspuns (**Timar-Gabor și Wintle 2013; Timar-Gabor și colab., 2017; Anechitei-Deacu și colab., 2018**) până la doze de 5000 Gy pentru granule fine poliminerale folosind ambele protocole pIRIR și pentru granule fine de cuarț folosind protocolul SAR-OSL. Limita de saturație a fost impusă la 85% față de nivelul de saturație a semnalului (**Wintle și Murray, 2006**). Pentru a evalua apropierea de saturație pentru proba XY575, a fost calculat raportul dintre semnalul luminescent natural corectat în sensibilitate și semnalul luminescent corectat pentru doza de 5000 Gy. Semnalul natural al cuarțului fin este interpolat la $\sim 58 \pm 1\%$ din semnalul dat de doza de 500 Gy. Semnalul natural măsurat prin protocolul pIRIR₂₂₅ al probei XY575 este interpolat la $68 \pm 1\%$ din nivelul de saturație, iar semnalul natural măsurat prin protocolul pIRIR₂₉₀ este interpolat la $81 \pm 3\%$ din nivelul de saturație.

Curba de creștere doză-răspuns construită pe granule fine de cuarț are dozele caracteristice de saturație de $D_{01} = 117 \pm 33$ Gy și $D_{02} = 1201 \pm 170$ Gy. În cazul protocolului pIRIR₂₂₅ caracteristicile de saturație a curbei de creștere doză-răspuns sunt $D_{01} = 175 \pm 15$ Gy și $D_{02} = 1094 \pm 53$ Gy în timp ce valorile protocolului pIRIR₂₂₉ sunt $D_{01} = 150 \pm 39$ Gy și $D_{02} = 795 \pm 98$ Gy.

4.4.1.4 Testul prin care doze mari sunt adăugate peste semnalul natural

Studiile anterioare au demonstrat că aplicabilitatea procedurii SAR la doze mari este problematică (**Timar-Gabor și colab., 2017; Anechitei și colab., 2018; Veres și colab., 2018; Avram și colab., 2020**). Atunci când doze mari sunt adăugate peste dozele naturale, este de așteptat ca semnalul luminescent să fie la același nivel ca semnalul luminescent aflat în saturație măsurat prin procedura SAR.

Astfel de experiment a fost realizat pentru proba XY180 pe cuarț fin și granule fine poliminerale pentru fiecare protocol investigat în acest studiu. Astfel, alicotele din proba XY180 au fost iradiate cu o doză de 5000 Gy peste doza naturală (~200 Gy).

În cazul cuarțului fin, raportul dintre suma dozei naturale+5000 Gy (L_n/T_n)* și semnalul luminescent corectat în sensibilitate a unei doze de 5000 Gy (L_x/T_x) este 0.94 ± 0.04 (Figura 4.4). Raportul dintre (L_n/T_n)* și (L_x/T_x) în cazul protocolului pIRIR₂₂₅ este 1.11 ± 0.04 iar în cazul protocolului pIRIR₂₉₀ raportul este 1.18 ± 0.09 (Figura 4.4).

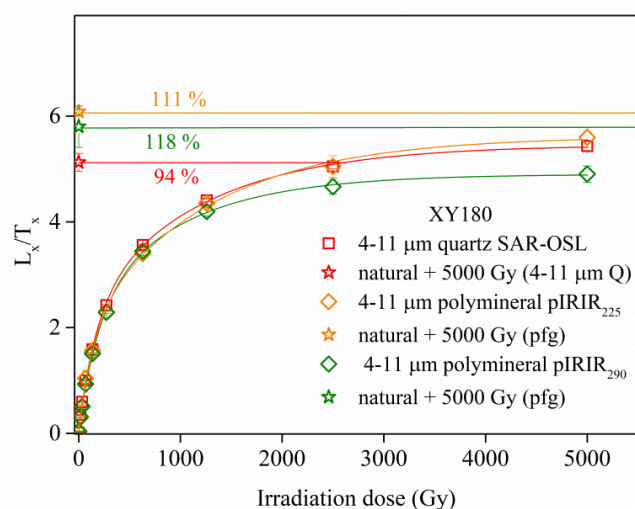


Figura 4.4 Curbe de creștere doză-răspuns construite pentru cuarțul fin și granule fine poliminerale măsurate prin aplicarea protocolelor pIRIR pe proba XY180.

Semnalele naturale+5000 Gy (L_n/T_n)* sunt interpolate pe curba de creștere.

Procentajul arată raportul dintre (L_n/T_n)* și semnalul luminescent corectat în sensibilitate pentru o doză regenerativă de 5000 Gy.

Aceste rezultate subliniază că, pentru doze mari, semnalul natural emis de cuarț subestimează doza așteptată. În cazul protocolelor pIRIR, rezultatele confirmă supraestimarea observată în testele de recuperare a dozei prezentate mai sus, indicând faptul că semnalele măsurate în timpul primului ciclu de măsurare supraestimează ușor semnalul obținut pentru o doză cu aceeași magnitudine dată mai târziu în protocolul SAR. Supraestimarea protocolului pIRIR₂₉₀ este mai mare decât în cazul protocolului pIRIR₂₂₅, după cum sa raportat anterior.

4.4.2 Vârstele luminescente

Cele trei seturi de vârste sunt în general în concordanță până la vârste de ~ 70 ka (Figura 4.5). Vârstele pIRIR sunt consistente între ele până la 70 ka. În cazul

protocolului pIRIR₂₂₅, s-au obținut vârste de la 20±2 ka până la 65±6 ka, în timp ce vârstele pIRIR₂₉₀ variază de la 23 ± 2 ka la 67 ± 5 ka (**Figura 4.5**).

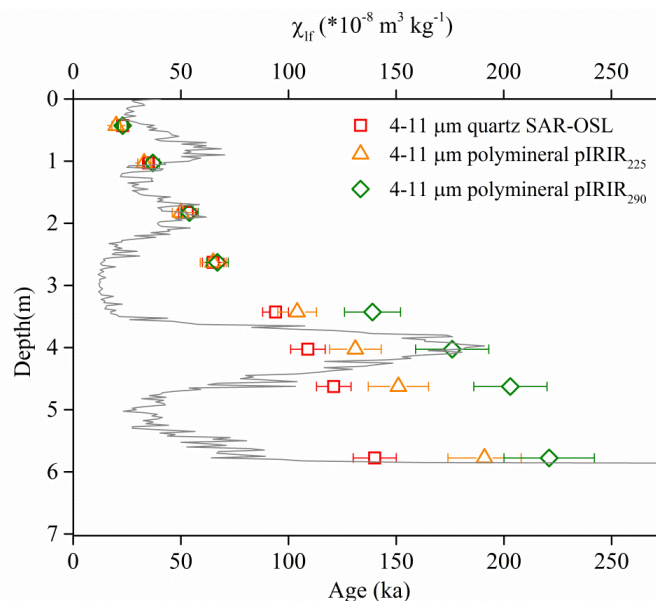


Figura 4.5. Datele de susceptibilitate magnetică și cele trei seturi de vârste obținute pe cuarț și granule fine polimineralale.

Pe baza rezultatelor obținute în acest studiu, suntem convinși că cele trei seturi de vârste sunt de încredere până la 70 ka. Peste acest interval, vârstele obținute pe cuarț trebuie interpretate ca fiind subestimate în timp ce vârstele obținute pe baza protoalelor pIRIR supraestimează vârsta reală.

4.5. Concluzii

Datarea prin luminescență stimulată optic a fost aplicată cu succes pe granulele fine de cuarț și granulele polimerale de 4-11 μm extrase dintr-un depozit de loess din zona de drenaj al râului Huai din sudul Chinei. Caracteristicile luminescente ale cuarțului fin precum și cele ale granulelor fine polimineralale au prezentat un comportament luminescent satisfăcător pentru doze de până la ~ 300-400 Gy. Vârstele de luminescență obținute pe cuarț fin folosind protocolul SAR-OSL și pe granule fine polimerale folosind protoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ sunt consistente între ele până la ~ 70 ka și confirmă astfel că primul strat de loess din regiunea investigată a fost acumulat în timpul ultimului glaciuar. Pentru probele cu doze echivalente mai mari, protocolul SAR-OSL aplicat pe cuarț subestimează vârstele de depozitare reale, în timp ce vârstele obținute folosind ambele protoale pIRIR sunt interpretate ca supraestimate, o interpretare susținută de rezultatele obținute în testele de recuperare a dozei.

5. Investigații asupra proprietăților luminescente ale cuarțului și granulelor fine poliminerale extrase dintr-un profil de loess situat în regiunea Canterbury din insula de Sud a Noii Zeelande

5.1 Introducere

Arhivele terestre ale Noii Zeelande joacă un rol important pentru reconstrucția paleoclimatică a Emisferei Sudice (**Alloway și colab., 2007**). În ciuda faptului că insula de nord a Noii Zeelande a fost foarte bine documentată în ceea ce privește schimbările climatice, pentru insula de sud au fost raportate doar câteva studii cu privire la acest aspect.

Aplicabilitatea datării OSL a fost evaluată prin relativ puține studii realizate pe sedimente din Insula de Sud a Noii Zeelande. Există studii care au evidențiat că cuarțul din insula de Sud suferă de câteva probleme majore care îi limitează aplicabilitatea. Aceste probleme sunt: sensibilitatea semnalului este slabă, semnalul provine din multe granule slab luminoase și comportamentul său în protocolul SAR este nesatisfăcător (**Preusseur și colab., 2006**).

Scopul acestui studiu este de a explora proprietățile luminescente ale cuarțului extrase dintr-un depozit de loess localizat în regiunea Canterbury din Insula de Sud și de a evalua aplicabilitatea protocolurilor pIRIR pe granule fine poliminerale extrase din aceleasi probe.

5.2 Situl studiat

Situl studiat (44.018870°S, 171.882054°E) este localizat în sudul regiunii Canterbury, în partea de est a centrului insulei de sud.

Pentru investigațiile luminescente au fost prelevate cinci probe. Proba prelevată de la cea mai mică adâncime a fost eliminată din analize datorită poziționării ei foarte aproape de suprafață.

5.3 Metodologia

5.3.1 Prelucrarea probelor

Prelucrarea probelor a avut loc în cameră obscură. Materialul probelor a fost folosit pentru extragerea granulelor fine poliminerale și a cuarțului grosier de diferite granulații (63-90 μm, 90-125 μm, 125-180 μm and 180-250 μm).

5.3.2. Facilități analitice

Toate măsurătorile de luminescență au fost realizate cu ajutorul unor cititoare de luminescență Risø TL/OSL, echipate cu modul de detecție și stimulare clasic sau automat (**Lapp și colab., 2015**).

5.3.3 Determinarea dozelor echivalente

Protocolul SAR (Murray și Wintle 2000, 2003) a fost aplicat pe granulele grosiere de cuarț în vederea măsurării dozelor echivalente. Protocoalele pIRIR₂₂₅ (Buylaert și colab., 2009; Wacha and Frechen, 2011; Vasiliniuc și colab., 2012) și pIRIR₂₉₀ (Buylaert și colab., 2011a, 2012; Thiel și colab., 2011) au fost folosite pentru a măsura dozele echivalente pe granule fine poliminerale.

5.4 Rezultate și discuții

Pentru a verifica dacă cuarțul din probele investigate este adecvat pentru datarea prin luminescență, protocolul SAR a fost aplicat. Descreșterea semnalului natural și a semnalului indus de o doză beta de 100 Gy au fost comparate cu descreșterea semnalului luminescent dat de cuarțul de calibrare. Rezultatele au arătat că cele două semnale prezintă o componentă rapidă dar intensitatea acestuia este foarte slabă. Toate fracțiunile granulometrice investigate aici prezintă sensibilitate scăzută, cu un semnal natural mai mic de 1500 impulsuri înregistrate în primele 1.2 s de stimulare.

Protocolul SAR a fost aplicat pe mai multe fracțiuni granulometrice însă au fost observate schimbări în sensibilitate. Răspunsul dozei test variază semnificativ de la un ciclu la altu, crescând în timpul ciclurilor de măsurare. Protocolul SAR nu este capabil să corecteze schimbările de sensibilitate și o curbă de creștere doză-răspuns bine definită nu poate fi construită (Figura 5.1). De aceea, dozele echivalente nu au putut fi măsurate.

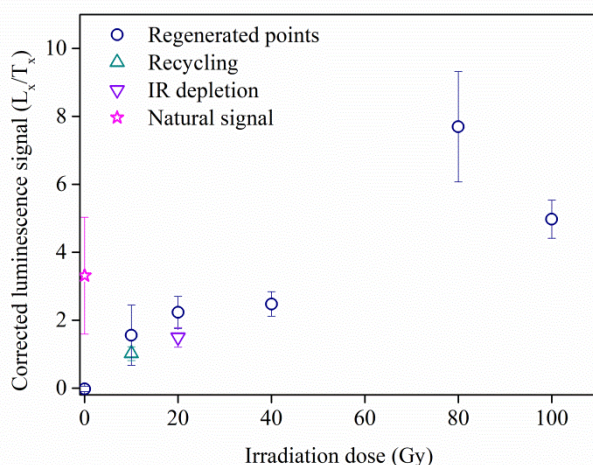


Figura 5.1 Curbă de creștere doză-răspuns reprezentativă.

Următorul pas a constat din testarea comportamentului probei NZ3 63-90 μ m prin aplicarea unui test de recuperare a dozei. Semnalul natural a trei alicote a fost șters printr-o dublă stimulare cu diode albastre la temperatura camerei pentru 100 s

cu o pauză de 10 000 s între stimulări. O doză de 100 Gy a fost administrată și măsurată ca fiind o doză necunoscută, folosind protocolul SAR. Se poate constata că are loc o creștere a sensibilității iar modificările de sensibilitate nu sunt corectate în mod corespunzător prin protocolul de măsurare, așa cum se observă din testul de repetare a dozei. Acest lucru rezultă într-un rezultat nesatisfăcător al raportului dintre doza dată și doza recuperată.

Preusseur și colab. (2006) a atribuit acest comportament OSL nesatisfăcător al cuarțului istoriei scurte de sedimentare a granulelor, cum a fost raportat că sensibilitatea semnalului OSL este crescută prin cicluri repetate de iradiere și expunere la lumină.

Pentru a testa dacă proprietățile OSL pot fi îmbunătățite prin aplicarea unor iradieri și stimulări optice, un test de recuperare a dozei pentru proba NZ3 63-90 μm a fost aplicat sub aceleași condiții, însă înainte de a fi relizat au fost aplicate trei tratamente diferite:

(i) repetarea de 5 ori a unei stimulări cu diode albastre timp de 100 s la temperatura camerei și iradierea cu o doză de 100 Gy

(ii) iradierea probei cu o doză de 100 Gy urmată de o încălzire până la 500 °C de 5 ori

(iii) repetarea de 5 ori a tratamentului de încălzire până la 500 °C

A fost observat că comportamentul OSL a materialului nu a fost îmbunătățit în urma primului tratament și a nime după repetarea de 5 ori a unor cicluri de stimulare/iradiere. Cu toate acestea, sensibilitatea este îmbunătățită cu un ordin de mărime în urma tratamentului de iradiere și încălziri la o temperatură de 500 °C. Tratamentul termic este responsabil de îmbunătățirea proprietăților OSL, după cum se poate observa în urma aplicării celui de al treilea tratament. În urma aplicării tratamentului termic până la 500 °C, comportamentul semnalelor OSL în protocolul SAR este îmbunătățit, obținând rezultate satisfăcătoare pentru testul de recuperare al dozei.

5.4.2 Proprietățile luminescente ale granulelor fine poliminerale

Doze echivalente

Spre deosebire de semnalele OSL ale cuarțului, semnalele IRSL ale granulelor fine poliminerale au prezentat un comportament satisfăcător în protocolul SAR. Valorile pentru dozele echivalente variază de la 64 ± 2 Gy la 92 ± 23 Gy în cazul protocolului pIRIR₂₂₅ și de la 83 ± 3 Gy la 120 ± 6 Gy în cazul protocolului pIRIR₂₉₀.

Semnalele reziduale

Pentru a cuantifica valorile reziduale, patru alicote din fiecare probă au fost expuse timp de 30 de zile la geam pentru a șterge semnalul natural și a cuantifica

nivelul rezidual. Dozele reziduale măsurate folosind protocolul pIRIR₂₂₅ variază de la 3.3 ± 0.4 Gy la 3.7 ± 0.3 Gy, în timp ce valorile obținute folosind protocolul pIRIR₂₉₀ sunt de la 4.1 ± 0.6 Gy la 13.6 ± 2.5 Gy.

Pentru a verifica dacă acesta este nivelul minim rezidual care poate fi atins în funcție de timpul de expunere, seturi de cinci alicote din proba NZ5 au fost expuse la geam pentru diferite perioade de timp (de la 0.5 h la 192 h). Rezultatele sunt prezentate în **Figura 5.2**. În cazul protocolului pIRIR₂₂₅, se obține o doză reziduală constantă de 3.7 ± 0.5 Gy după 48 de ore de expunere, în timp ce în cazul protocolului pIRIR₂₉₀, valorile reziduale ale semnalelor ating o valoare constantă de 9.8 ± 0.5 Gy numai după un timp de expunere de 96 h. Aceste rezultate sunt în concordanță cu valorile obținute pentru experimentul de 30 de zile.

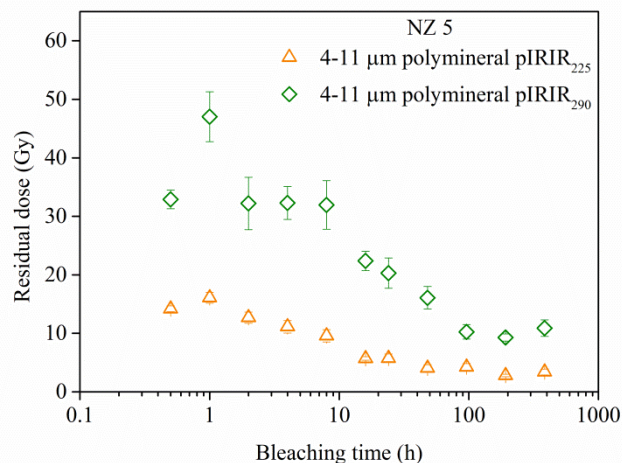


Figura 5.2 Dozele reziduale măsurate folosind protocolul pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ după diferite perioade de expunere la lumină a alicotelor. Cel mai scurt timp de expunere a fost 0.5 h iar cel mai lung timp este de 192 h.

Pentru a investiga dacă semnalul rezidual este dependent de doză, opt alicote ale căror semnal natural a fost resetat au fost iradiate cu diferite doze beta de 400 Gy, 800 Gy și 1600 Gy și ulterior expuse la lumină. După o expunere de 30 de zile, patru alicote din fiecare probă au fost măsurate folosind protocolul pIRIR₂₂₅, în timp ce pentru celelalte patru alicote, a fost utilizat protocolul pIRIR₂₉₀. O creștere a dozei reziduale cu magnitudinea dozei date anterior poate fi observată în cazul ambelor protocoale pIRIR. Mărimea dozelor reziduale variază între 5.9 ± 0.7 Gy (pentru o doză de 400 Gy) și 8.9 ± 1 Gy (pentru o doză de 1600 Gy) în cazul pIRIR₂₂₅ și de la 13.9 ± 1.2 Gy (pentru o doză de 400 Gy) la 18.5 ± 1.7 Gy (pentru o doză de 1600 Gy) în cazul pIRIR₂₉₀.

Datele obținute pentru doza de 1600 Gy (8.9 ± 1 Gy pentru pIRIR₂₂₅ și 18.5 ± 1.7 Gy pentru pIRIR₂₉₀) sunt comparate cu valorile obținute în experimentul prin care semnalele naturale au fost șterse prin expunere la geam (corespunzătoare unei doze echivalente măsurate de $\approx 60-120$ Gy), și anume valorile medii pentru toate probele sunt de 3.5 ± 0.2 Gy pentru protocolul pIRIR₂₂₅ și 9.2 ± 2.0 Gy pentru protocolul pIRIR₂₉₀. Astfel se poate concluziona că (i) dozele acumulate de mineral înainte de ștergerea semnalului nu ar trebui să rezulte în doze reziduale diferite și (ii) efectuarea experimentelor de resetare a semnalului natural în loc de utilizarea unui analog modern nu ar trebui să conducă la o diferență mai mare de câțiva Gray. Corecțiile pentru dozele reziduale pot cauza inexactități doar în cazul datării unor probe tinere. Oricum, este recomandat să fie măsurat și un analog modern pentru estimarea dozei reziduale. Aici, o probă modernă a fost prelevată dintr-un sit învecinat (latitudine $44,014973^\circ$ S, longitudine $171,891569^\circ$ E). Urmând aceeași metodologie, s-a măsurat o doză echivalentă de 7.5 ± 0.5 Gy folosind protocolul pIRIR₂₂₅ și o doză echivalentă de 22.8 ± 1.5 Gy utilizând protocolul pIRIR₂₉₀. Pe baza rezultatelor experimentelor de laborator prezentate mai sus, considerăm aceste doze reziduale ca valori maxime. Am ales să efectuăm corecții pentru dozele reziduale utilizând atât valorile obținute în urma măsurărilor din laborator, cât și prin tehnica analogului modern.

Testul de recuperare a dozei

Raporturile de recuperare a dozelor obținute pentru protocolul pIRIR₂₂₅ variază de la 0.97 ± 0.02 (NZ 2) la 1.03 ± 0.01 (NZ 5), în timp ce pentru pIRIR₂₉₀ acestea variază de la 1.02 ± 0.04 (NZ 2) la 1.09 ± 0.05 (NZ 3), sugerând că ambele protocoale pIRIR pot recupera cu succes dozele date în laborator.

Testul de fading

Stabilitatea semnalului pIRIR₂₂₅ a fost verificată printr-un testul de fading efectuat pe trei alicote de granule fine polimerale ale probelor NZ 2, NZ 4 și NZ 5. Cel mai mare timp utilizat în măsurătorile de fading a fost de 38 zile (912 h). S-a obținut o rată de fading de $<1\%$ /decadă pentru probele NZ 2 și NZ 5, în timp ce pentru proba NZ 4 s-a obținut o valoare a ratei de fading de $2.28 \pm 0.44\%$ /decadă. Prin urmare, vârstele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ prezentate în acest studiu nu sunt corectate pentru fading, excepție făcând proba NZ 4, pentru care vârsta a fost corectă pentru fading folosind metoda lui **Huntley și Lamothe (2001)**.

Vârstele luminescente

Doar vârstele obținute prin corectarea dozei reziduale folosind tehnica analogului modern sunt prezentate. Vârstele obținute prin aplicarea protocolului pIRIR₂₂₅ variază de la 14 ± 1 ka la 25 ± 2 ka; pe de altă parte, vârstele obținute prin protocolul pIRIR₂₉₀ sunt puțin mai mari decât vârstele pe protocolul pIRIR₂₂₅, însă în limita erorile acestea coincid. Vârstele pIRIR₂₉₀ variază între 14 ± 1 ka și 29 ± 3 ka.

Vârstele pIRIR cresc cu adâncimea, cu excepția unei inversări care are loc între probele NZ 4 și NZ 5. Vârstele luminescente sugerează că loessul din acest sit a fost depus în timpul ultimului maxim glaciatic al glaciaticului Otira care a avut loc în perioada 18-24 ka (Alloway și colab., 2007).

5.5 Concluzii

Dificultatea de a obține cronologii de încredere pentru insula de sud a Noii Zeelande este foarte bine cunoscută. În acest context, aplicabilitatea protocolului SAR-OSL pe cuarț și a protocoalelor pIRIR pe granule fine poliminerale a fost investigată folosind patru probe de loess colectate din sudul regiunii Canterbury.

Semnalele OSL au prezentat o intensitate scăzută și schimbări semnificative de sensibilitate în timpul ciclurilor de măsurare. În timp ce dozele echivalente nu au putut fi măsurate folosind cuarț, aplicarea protocoalelor pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ au reușit să obțină următoarele rezultate, și anume: (i) testele de recuperare a dozei au avut rezultate satisfăcătoare pentru ambele protocoale, rezultatele fiind consistente cu unitatea la un nivel de încredere de 95%; (ii) ratele de fading măsurate ale semnalelor pIRIR₂₂₅ au fost în general neglijabile, cu valori măsurate mai mici de 1%; (iii) chiar dacă semnalele pIRIR₂₉₀ sunt mai dificil de resetat decât semnalele pIRIR₂₂₅, valori constante ale dozelor reziduale de ≈ 4 și ≈ 10 Gy au fost obținute după o expunere la lumină timp de 48 h în cazul pIRIR₂₂₅ și 96 h în cazul semnalelor pIRIR₂₉₀ și (iv) a fost observată o dependență între doza reziduală și doza dată anterior; cu toate acestea, pentru o doză de 1600 Gy, dozele reziduale obținute pentru cele două protocoale sunt ≈ 9 și respectiv ≈ 19 Gy. Vârstele obținute prin aplicarea celor două protocoale pIRIR sunt în general în concordanță, cu valori cuprinse între 14 ± 1 ka și 29 ± 3 ka. Aceste vârste sugerează că loessul din locul investigat a fost depus în timpul ultimului maxim glaciatic.

6. Rezumatul și concluziile tezei

Datarea prin luminescență stimulată optic (OSL) a adus contribuții importante în reconstrucția paleoclimatică a Cuaternarului, mai ales de la dezvoltarea protocolului de măsurare uni-alicotă regenerativ (SAR) care a permis îmbunătățirea preciziei rezultatelor datării pe sedimente din diferite medii în întreaga lume. Deoarece cuarțul și feldspații sunt cele mai comune minerale au fost dezvoltate protocoale de datare bazate pe proprietățile lor luminescente. Când cuarțul este ales ca dozimetru, se utilizează protocolul SAR-OSL. Spre deosebire de cuarț, se știe că feldspații suferă fenomenul de fading anomal și astfel în ultimii ani s-au dezvoltat protocoale care utilizează semnale care nu sunt predispuse la fading. Datorită acestor protocoale care au reușit să rezolve problema pierderii semnalului, interesul pentru utilizarea feldspaților ca dozimetre luminescente a crescut semnificativ. În momentul de față, cel mai utilizat protocol pentru datarea feldspaților este protocolul post infrarosu-infrarosu (pIR-IRSL) cu o stimulare IR la o temperatură de 50 °C, urmată de o altă stimulare IR la temperatură mai mare (pIR₅₀IRT > 50), timp în care semnalul de interes este înregistrat. Temperaturi de stimulare cele mai frecvent utilizate sunt 225 °C și 290 °C, iar protocoalele de măsurare sunt cunoscute sub numele de pIRIR₂₂₅ și respectiv pIRIR₂₉₀. În cadrul acestei teze de doctorat, a fost testată aplicabilitatea protocoalelor SAR-OSL, pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ pe granule fine de cuarț și granule fine poliminerale extrase din loess de pe trei continente, și anume Europa, Asia și Oceania, iar rezultatele au fost evaluate critic.

Prima secvență de loess-paleosol investigată în această teză a fost secțiunea Batajnica localizată în SE Europei unde 5 alternanțe loess-paleosol sunt expuse și care au fost bine documentate în termeni ale variațiilor susceptibilității magnetice și acest proxy a fost corelat cu episoadele majore ale schimbărilor climatice. Pentru datarea OSL, cuarțul fin (4-11 μm) și grosier (63-90 μm), precum și granulele fine poliminerale au fost extrase din 18 probe. Datarea de luminescență stimulată optic a fost aplicată prin utilizarea protocolului SAR-OSL pe cuarț fin și grosier, în timp ce protocoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ au fost utilizate pentru determinarea dozei echivalente pe granulele fine poliminerale. Datorită faptului că unele probe au fost prelevate în puncte care corespund la tranzițiile loess-paleosol care, pe baza variațiilor înregistrate în susceptibilitatea magnetică pot fi corelate cu tranzițiile stagiilor izotopice marine s-au putut determina vârstele așteptate și astfel dozele echivalente așteptate. Astfel a fost posibilă contruirea dependenței semnalului luminescent natural în funcție de doză sau așa numitele curbe naturale de creștere. Caracteristicile luminescente ale cuarțului, atât a fracțiunii fine, cât și a celei grosiere,

s-au dovedit a avea un comportament luminescent satisfăcător în protocolul SAR, totuși dozele și vârstele echivalent subestimează vârstele așteptate pentru probele colectate sub paleosolul S1, care este corelat cu stadiului izotopului marin 5 (MIS 5). Vârstele obținute pentru o probă colectată de sub paleosolul S1 sunt de 490 ± 21 Gy obținută prin protocolul pIRIR₂₉₀ și 377 ± 19 Gy în cazul protocolului pIRIR₂₂₅. Pentru a verifica acuratețea dozelor echivalente obținute, s-au evaluat diferite teste pentru protocoalele pIRIR. Rezultatele au arătat că magnitudinea dozei test nu influențează doza echivalentă. Mai mult, dozele reziduale au fost determinate folosind atât experimente de expunere la lumină în laborator, cât și prin utilizarea tehnicii analogului modern. Au fost efectuate teste de fading și rezultatele sugerează că nu există nici o pierdere a semnalului detectabilă. În plus, rezultatele testului de recuperare a dozei au arătat o performanță bună a protocolului pIRIR₂₂₅ pentru doze de până la ~ 300 Gy, în timp ce protocolul pIRIR₂₉₀ supraestimează dozele date pentru întreg intervalul investigat în acest studiu, și anume până la 450 Gy. În cele din urmă, pentru a evalua intervalului de doze pentru care fiecare protocol poate măsura cu acuratețe doze echivalente, au fost comparate curbele de creștere doză-răspuns construite pe semnale naturale respectiv pe semnale induse în laborator (DRC). Rezultatele au arătat că, în cazul cuarțului fin și grosier, ambele curbe se suprapun până la doze de ~ 150 Gy și respectiv ~ 250 Gy. Pentru protocolul pIRIR₂₂₅, se observă o suprapunere a curbelor de creștere până la cel puțin ~ 500 Gy, în timp ce în cazul protocolului pIRIR₂₉₀, curbele de creștere doză-răspuns se suprapun pentru doze de până la ~ 400 Gy după care semnalele naturale supraestimează semnalele de laborator.

Un alt profil de loess unde a fost investigată aplicabilitatea celor trei protocoale menționate anterior este un depozit de loess-paleosol localizat în sud-estul Chinei. Cele trei seturi de vârste sunt în concordanță până la o vârstă de 70 ka, confirmând că vârstele obținute în acest interval sunt de încredere și arătând că loess-ul Xiashu a fost acumulat în perioada ultimului glaciuar. Vârstele mai mari de 70 ka obținute pe cuarțul fin sunt considerate subestimate pe baza rezultatelor studiilor anterioare în schimb ce vârstele mai mari de 70 ka obținute pe granule fine poliminerale sunt interpretate ca fiind supraestimate pe baza rezultatelor testelor de laborator descrise mai jos. Caracteristicile luminescente ale cuarțului au fost evaluate prin aplicarea protocolului SAR-OSL pe granule fine în timp ce proprietățile luminescente ale granulelor fine poliminerale au fost evaluate prin aplicarea protocoalelor pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀. Testele intrinseci ale protocolului SAR au sugerat că protocolul este potrivit pentru determinarea dozelor echivalente pe cuarț fin. Pentru a evalua dacă protocoalele pIRIR pot recupera cu acuratețe o doză dată în

laborator, testul de recuperare a dozei a fost utilizat. Rezultatele au arătat că protocolul pIRIR₂₂₅ poate recupera cu succes doze până la ~ 300 Gy iar pentru doze mai mari (>400 Gy) doza măsurată începe să supraestimeze doza dată. Pe de altă parte, rezultatele testului de recuperare a dozei folosind protocolul pIRIR₂₉₀ au arătat că dozele recuperate supraestimează dozele date pentru întreg intervalul de doze investigate aici, supraestimarea fiind mai severă pentru doze mai mari de 400 Gy. Testul de fading a fost deasemenea efectuat, iar rezultatele lui confirma rezultatele obținute pentru probele de la Batajnica, și anume că ratele de fading măsurate folosind măsurători standard de fading nu pot fi determinate cu acuratețe și că nu există o pierdere semnificativă a semnalului.

Ultimul deposit de loess investigat în această teză este localizat în insula de sud a Noii Zeelande. Datorită numărului limitat de studii de datare, o cronologie robustă pentru insula de sud nu a fost încă stabilită, iar studiile anterioare au raportat că proprietățile cuarțului din această regiune nu sunt potrivite pentru datarea prin luminescență. Prin urmare, proprietățile luminescente ale cuarțului au fost investigate în detaliu. De asemenea, s-a evaluat și aplicabilitatea protocoalelor pIRIR pe granule fine poliminerale extrase din 4 probe de loess dintr-un depozit localizat în insula de sud. Pentru a evalua proprietățile luminescente ale cuarțului, protocolul SAR-OSL a fost aplicat pe cuarț fin (4-11 μm) și grosier (63-90, 90-125, 125-180 și 180-250 μm). Rezultatele au arătat că atât semnalul natural cât și cel indus de o doză regenerativă prezintă o componentă rapidă de intensitate mică ceea ce implică construcția unei curbe de creștere doză-răspuns neadecvată pentru determinarea dozelor echivalente. Mai mult, în timpul ciclurilor din protocolul SAR s-au observat schimbări în sensibilitate. De aceea, protocoalele pIRIR₂₂₅ and pIRIR₂₉₀ au fost aplicate pe granule fine poliminerale care au prezentat un comportament satisfăcător în procedura SAR. Ambele protocoale pIRIR pot măsura cu succes doze date în laborator. Vârstele nu au fost corectate de fading deoarece valorile ratelor de fading au fost și în acest studiu ne semnificative. Măsurătorile dozelor reziduale au arătat o dependență între doza reziduală și doza dată anterior. Experimentele de bleaching au arătat că doză reziduală constantă se obține după o expunere de 48 h la lumină pentru protocolul pIRIR₂₂₅ iar în cazul protocolul pIRIR₂₉₀ un nivel constant este obținut după 96 h de expunere la lumină. Vârstele luminescente sugerează că loess-ul din situl investigat a fost depus în timpul ultimului maxim glaciatic.

Din moment ce protocoalele pIRIR au fost aplicate pe granule fine poliminerale extrase de pe trei continente, am reușit să obținem suficiente date care să ne crească gradul de înțelegere asupra comportamentului acestor semnale. Este unanim acceptat că semnalele luminescente emise de feldspați sunt mai greu de

resetat și de aceea înainte de calcularea vârstelor trebuie să se determine dozele reziduale. Mai multe experimente de resetare a semnalului prin expunere la lumină au fost realizate pe probele investigate în această teză cum ar fi: investigarea magnitudinii dozei reziduale în funcție de timpul de expunere la lumină (de la 0.5 h la 30 de zile); sau investigarea dependenței dintre valoarea dozei reziduale și magnitudinea dozei echivalente precum și a dozelor mari induse în laborator (până la 800 Gy). Rezultatele au arătat că semnalul pIRIR₂₉₀ este resetat mai lent decât semnalul pIRIR₂₂₅ și dozele reziduale măsurate prin protocolul pIRIR₂₉₀ sunt mai mari decât cele măsurate prin protocolul pIRIR₂₂₅. Presupunând că doza reziduală provine dintr-o componentă care nu poate fi resetată și care nu este dependent de doză și valorile măsurate în probele tinere sunt de fapt date datorită unei expuneri insuficiente la lumina, un timp care este caracteristic tuturor probelor investigate într-un context sedimentar, dacă timpul de expunere este menținut fix pe parcursul experimentelor din laborator pentru diferite probe, care au primit prealabil diferite doze atunci ne așteptăm să obținem o dependență liniară între dozele reziduale și dozele date sau dozele echivalente, în cazul în care vorbim de semnale induse de radioactivitatea naturală în timp. Prin urmare, o doză reziduală minima care corespunde cu componenta care nu poate fi resetată poate fi determinate prin extrapolarea dozelor reziduale măsurate la o doză echivalentă de 0 Gy, dacă experimentul este efectuat pe probe cu doze echivalente diferite. În absența unei probe foarte tinere care poate fi folosită ca analog modern, care este un scenariu comun în multe contexte de datare, valoarea în care funcția liniară mai sus menționată intersectează ordonata este cea mai rezonabilă valoare pentru doza reziduală pentru a fi scăzută din doza echivalentă măsurată înainte de calcularea vârstelor.

Rezultatele măsurătorilor de fading realizate pe granule fine poliminerale extrase din depozite de loess din Serbia, China și Noua Zeelandă, care au fost realizate deasemenea și pe cuarț care poate fi privit ca un standard din moment ce este unanim acceptat că cuarțul nu suferă de fading. Rezultatele noastre au demonstrate că pierderea semnalului pIRIR₂₂₅ din cauze atermice este nesemnificativă.

Un alt lucru controversat a aplicabilității protoalelor pIRIR este performanța testului de recuperare a dozei. Rezultatele obținute în această teză au arătat că protocolul pIRIR₂₂₅ poate recupera cu succes doze induse în laborator de până la ~300-400 Gy în timp ce protocolul pIRIR₂₉₀ tinde să supraestimeze doza data pentru întreg intervalul de doze investigat, supraestimarea fiind mai semnificativă pentru doze mari.

În timp ce aplicarea protocolului SAR-OSL pe cuarț extras din Noua Zeelandă nu a fost posibilă din cauza comportamentului luminescent neadecvat a materialului, aplicarea protocolului SAR-OSL pe cuarț extras din loessul din Serbia și China a dus la obținerea unor cronologii robuste pentru vârste de până la 70 ka. Pe baza comparației dintre curbele de creștere doză-răspuns construite pe baza semnalelor naturale și a celor induse în laborator pentru probele de la Batajnica, am concluzionat că vârstele luminescente pe cuarț fin și grosier pot fi măsurate cu acuratețe până la doze de 150 Gy, respectiv 250 Gy.

A fost demonstrat că feldspații pot extinde intervalul de doze în care datarea prin luminescență rezultă în vârste de bună acuratețe până la doze de aproximativ 400 Gy. Cu toate acestea, rezultatele noastre au arătat că protocoalele pIRIR₂₂₅ și pIRIR₂₉₀ supraestimează vârstele așteptate pentru probele cu doze echivalente > ~ 400 Gy și, prin urmare, vârstele obținute în acest interval de doze ar trebui interpretate cu prudență în absența unor cronologii obținute prin metode independente. Ținând cont de limitările menționate mai sus, rezultatele prezentate în această teză au arătat că protocoalele pIRIR pot fi aplicate cu succes pe granule fine poliminerale extrase din depozite de loess de pe trei continente pentru extinderea intervalului de vârstă databil folosind procedurile standard pentru cuarț.

Referințe

- Aitken, M.J., 1998. An Introduction to Optical Dating. 267. Oxford University Press, London.
- Adamic, G. 2000. Variations in luminescence properties of single quartz grains and their consequences for equivalent dose estimation. *Radiation Measurements* 32, 427-432.
- Alloway, B.V., Lowe, D.J., Barrell, D.J.A., Newnham, R.M., Almond, P.C., Augustinus, P.C., Bertler, N.A.N., Carter, L., Litchfield, N.J., McGlone, M.S., Shulmeister, J., Vandergoes, M., Williams, P., NZ-INTIMATE Members., 2007. Towards a climate event stratigraphy for New Zealand over the past 30 000 years (NZ-INTIMATE project). *Journal of Quaternary Science* 22, 9-35.
- Anechitei-Deacu, V., Timar-Gabor, A., Fitzsimmons, K.E., Veres, D., Ulrich, H. 2014. Multi-method luminescence investigations on quartz grains of different sizes

- extracted from a loess section in Southeast Romania interbedding the Campanian Ignimbrite ash layer. *Geochronometria* 41, 1-14.
- Anechitei-Deacu, V., Timar-Gabor, A., Constantin, D., Trandafir-Antohei, O., del Valle, L., Fornos, J.-J., Gomez-Pujol, L., Wintle, A.G., 2018. Assessing the maximum limit of SAR-OSL dating using quartz of different grain sizes. *Geochronometria* 45, 146-159.
- An, Z.S., Kukla, G.J., Porter, S.C., Xiao, J., 1991. Magnetic susceptibility evidence of monsoon variation on the Loess Plateau of central China during the last 130,000 years. *Quaternary Research* 36, 29–36.
- Avram, A.**, Constantin, D., Veres, D., Kelemen, S., Obrecht, I., Hambach, U., Marković, S.B., Timar-Gabor, A., 2020. Testing polymineral post-IR IRSL and quartz SAR-OSL protocols on Middle to Late Pleistocene loess at Batajnica, Serbia. *Boreas* 49, 615-633.
- Bailey, R.M., Smith, B.W., Rhodes, E.J. 1997. Partial bleaching and the decay form characteristics of quartz OSL. *Radiation Measurements* 27, 123–136.
- Bailey, R.M. 2001. Towards a general kinetic model for optically and thermally stimulated luminescence of quartz. *Radiation Measurements* 33, 17-45.
- Bailey, R.M., 2002. Simulations of Variability in the Luminescence Characteristics of Natural Quartz and its Implications for Estimates of Absorbed Dose. *Radiation Protection Dosimetry* 100, 33-38.
- Bailey, R.M., 2004. Paper I—simulation of dose absorption in quartz over geological timescales and its implications for the precision and accuracy of optical dating. *Radiation Measurements* 38, 299-310.
- Baril, M.R., 2002. Spectral Investigations of luminescence in feldspars. Simon Fraser University, PhD thesis.
- Basarin, B., Bugge, B., Hambach, U., Markovic, S.B., O'Hara-Dhand, K., Kovacevic, A., Stevens, T., Guo, Z.T., Lukic, T., 2014. Time-scale and astronomical forcing of Serbian loess-paleosol sequences. *Global and Planetary Change* 122, 89-106.

- Bøtter-Jensen, L., McKeever, A.W.S., Wintle, A.G. 2003. *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*. Elsevier Science B.V: Amsterdam, Netherlands, pp. 15-60, 119-234.
- 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, 75–80.
- 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* 3, 99-113.
- Buylaert, J.-P., Murray, A.S., Thomsen, K. J., 2009. Testing the potential of an elevated temperature IRSL signal from K-feldspar. *Radiation Measurements* 44, 560–565.
- Buylaert, J.-P., Huot, S., Murray, A.S., Van Den Haute, P. 2011a. Infrared stimulated luminescence dating of an Eemian (MIS 5e) site in Denmark using K-feldspar. *Boreas* 40, 46–56.
- Buylaert, J.-P., Thiel, C., Murray, A.S., Vandenberghe, D.A.G., Yi, S., Lu, H. 2011b. IRSL and post-IR IRSL residual doses recorded in modern dust samples from the Chinese loess plateau. *Geochronometria* 38, 432–440.
- Buylaert, J.-P., Jain, M., Murray, A.S., Thomsen, K.J., Thiel, C., Sohbati, R. 2012. A robust feldspar luminescence dating method for Middle and Late Pleistocene sediments. *Boreas* 41, 435–451.
- Buylaert, J.-P., Murray, A.S., Gebhardt, A.C., Sohbati, R., Ohlendorf, C., Thiel, C., Wastegard, S., Zolitschka, B., The PASADO Science Team 2013. Luminescence dating of the PASADO core 5022-1D from Laguna Potrok Aike (Argentina) using IRSL signals from feldspar. *Quaternary Science Reviews* 71, 70–80.

- Buggle, B., Hambach, U., Glaser, B., Gerasimenko, N., Marković, S., Glaser, I., Zöller, L., 2009. Stratigraphy, and spatial and temporal paleoclimatic trends in Southeastern/Eastern European loess–paleosol sequences. *Quaternary International* 196, 86-106.
- Chapot, M.S., Roberts, H.M., Duller, G.A.T., Lai, Z.P. 2012. A comparison of natural and laboratory-generated dose response curves for quartz optically stimulated luminescence signals from Chinese Loess. *Radiation Measurements* 47, 1045–1052.
- Constantin, D., Timar-Gabor, A., Veres, D., Begy, R., Cosma, C. 2012. SAR-OSL dating of different grain-size quartz from a sedimentary section in southern Romania interbedding the Campanian Ignimbrite/Y5 ash layer. *Quaternary Geochronology* 10, 81–86.
- 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, 20–29.
- Constantin, D., Cameniță, A., Panaiotu, C., Necula, C., Codrea, V., Timar-Gabor, A. 2015. Fine and coarse-quartz SAR-OSL dating of Last Glacial loess in Southern Romania. *Quaternary International* 357, 33–43.
- 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, 453-457.
- Duller, G.A.T. 2004. Luminescence dating of Quaternary sediments: recent advances. *Journal of Quaternary Science* 19, 183-192.
- Groza-Săcaci, S.M., Panaiotu, C., Timar-Gabor, A. 2020. Single aliquot regeneration (SAR) optically stimulated luminescence dating protocols using different grain-sizes of quartz: revisiting the Chronology of Mircea Vodă loess-paleosol master section (Romania). *Methods and Protocols* 3, 19.

- Han, L., Hao, Q., Qiao, Y., Wang, L., Peng, S., Li, N., Gao, X., Fu, Y., Xu, B., Gu, Z., 2019. Geochemical evidence for provenance diversity of loess in southern China and its implications for glacial aridification of the northern subtropical region. *Quaternary Science Reviews* 212, 149-163.
- Hao, Q., Guo, Z., Qiao, Y., Xu, B., Oldfield, F., 2010. Geochemical evidence for the provenance of middle Pleistocene loess deposits in southern China. *Quaternary Science Review* 29, 3317–3326.
- Hao, Q., Wang, L., Oldfield, F., Peng, S., Qin, L., Song, Y., Xu, B., Qiao, Y., Bloemendal, J., Guo, Z., 2012. Delayed build-up of Arctic ice sheets during 400,000-year minima in insolation variability. *Nature* 490, 393–396.
- Hansen, V., Murray, A., Buylaert, J.-P., Yeo, E.-Y., Thomsen, K., 2015. A new irradiated quartz for beta source calibration. *Radiation Measurements* 81, 123–127.
- Huntley, D.J., Lamothe, M., 2001. Ubiquity of anomalous fading in K-feldspars and the measurement and correction for it in optical dating. *Canadian Journal of Earth Sciences* 38, 1093-1106.
- Huntley, D.J., Lian, O.B., 2006. Some observations on tunnelling of trapped electrons in feldspars and their implications for optical dating. *Quaternary Science Reviews* 25, 2503-2512.
- Jain, M., Ankjaergaard K., 2011. Towards a non-fading signal in feldspar: Insight into charge transport and tunnelling from time-resolved optically stimulated luminescence. *Radiation Measurements* 46, 292-309.
- Jiang, Q., Hao, Q., Peng, S., Qiao, Y., 2020. Grain-size evidence for the transport pathway of the Xiashu loess in northern subtropical China and its linkage fluvial systems. *Aeolian Research* 46, 100613.
- Kars, R.H., Wallinga, J., Cohen K.M., 2008. A new approach towards anomalous fading correction for feldspar IRSL dating – tests on samples in field saturation. *Radiation Measurements* 43, 786-790.

- Kreutzer, S., Fuchs, M., Meszner, S., Faust, D. 2012. OSL chronostratigraphy of a loess palaeosol sequence in Saxony/Germany using quartz of different grain sizes. *Quaternary Geochronology* 10, 102-109.
- Lamothe, M., Auclair, M., Hamzaoui, C., Huot, S., 2003. Towards a prediction of long-term anomalous fading of feldspar minerals. *Radiation Measurements* 37, 493-498.
- Lapp, T., Kook, M., Murray, A. S., Thomsen, K. J., Buylaert, J.-P., Jain, M., 2015. A new luminescence detection and stimulation head for the Risø TL/OSL reader. *Radiation Measurements* 81, 178–184.
- Lisiecki, L.E., Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $\delta^{18}\text{O}$ records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- Li, Y., Tsukamoto, S., Frechen, M., Gabriel, G., 2018. Timing of fluvial sedimentation in the Upper Rhine Graben since the Middle Pleistocene: constraints from quartz and feldspars luminescence dating. *Boreas* 47, 256-270.
- Liu, T.S., 1985. *Loess and the Environment*. China Ocean Press, Beijing, pp 65-251.
- Lu, Y.C., Zhao, H., Yin, G.M., Chen, J., Zhang, J.Z., 1999. Luminescence dating of loess–paleosol sequences in the past about 100 ka in North China. *Bulletin of the National Museum of Japanese History* 81, 209–220.
- 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, 152-160.
- Lowick, S.E., Preusser, F., Wintle, A.G. 2010. Investigating quartz optically stimulated luminescence dose response curves at high doses. *Radiation Measurements* 45, 975–984.
- 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, 176-185.

- Marković, S.B., Hambach, U., Catto, N., Jovanovic, M., Buggle, B., Machalett, B., Zöller, L., Glaser, B., Frechen, M., 2009. Middle and Late Pleistocene loess sequences at Batajnica, Vojvodina, Serbia. *Quaternary International* 198, 255-266.
- Marković, S.B., Stevens, T., Kukla, G.J., Hambach, U., Fitzsimmons, K., Gibbard, P., Buggle, B., Zech, M., Guo, Z., Hao, Q., Wu, H., O'Hara-Dhand, K., Smalley, I., Újvári, G., Sümegei, P., Timar-Gabor, A., Veres, D., Sirocko, F., Vasiljevic, D., Svirčev, Z. 2015. Danube loess stratigraphy – Towards a pan-European loess stratigraphic model. *Earth-Science Reviews* 148, 228-258.
- Murray, A.S. 1996. Developments in optically stimulated luminescence and photo-transferred thermoluminescence dating of young sediments: application to a 2000-years of flood deposits. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 565–576.
- Murray, A.S., Wintle, A.G. 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*. 32, 57–73.
- Murray, A.S., Olley, J.M. 2002. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review. *Geochronometria* 21, 1-16.
- Murray, A.S., Wintle, A.G. 2003. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements* 37, 377-381.
- Murray, A.S., Svendsen, J.I., Mangerud, J.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, 102–109.
- Murray, A.S., Thomsen, K.J., Masuda, N., Buylaert, J.P., Jain, M., 2012. Identifying well-bleached quartz using the different bleaching rates of quartz and feldspar luminescence signals. *Radiation Measurements* 47, 688–695.
- Murray, A.S., Schmidt, E.D., Stevens, T., Buylaert, J.-P., Marković, S.B., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2014. Dating Middle Pleistocene loess from Stari Slankamen

- (Vojvodina, Serbia) – Limitations imposed by the saturation behaviour of an elevated temperature IRSL signal. *Catena* 117, 34–42.
- Moska, P., Murray, A.S. 2006. Stability of the quartz fast-component in insensitive samples. *Radiation Measurements* 41, 878-885.
- Necula, C., Dimofte, D., Panaiotu, C. 2015. Rock magnetism of a loess-palaeosol sequence from western Black Sea shore (Romania). *Geophysical Journal International* 202, 1733-1748.
- Preusser, F., Ramseyer, K., Schlüchter, C. 2006. Characterisation of low OSL intensity quartz from the New Zealand Alps. *Radiation Measurements* 41, 871-877.
- Pagonis, V., Chen, R., Wintle, A.G., 2007. Modelling thermal transfer in optically stimulated luminescence of quartz. *Journal of Physics D: Applied Physics* 40, 998.
- Pagonis, V., Wintle, A.G., Chen, R., Wang, X.L., 2008. A theoretical model for a new dating protocol for quartz based on thermally transferred OSL (TT-OSL). *Radiation Measurements* 43, 704-708.
- Pawley, S.M., Toms, P., Armitage, S.J., Rose, J. 2010. Quartz luminescence dating of Anglian Stage (MIS 12) fluvial sediments: Comparison of SAR age estimates to the terrace chronology of the Middle Thames valley, UK. *Quaternary Geochronology* 5, 569–582.
- Perić, Z., Lagerbäck Adolphi, E., Stevens, T., Újvári, G., Zeeden, C., Buylaert, J.P., Marković, S.B., Hambach, U., Fischer, P., Schmidt, C., Schulte, P., Huayu, L., Shuangwen, Y., Lehmkuhl, F., Obrecht, I., Veres, D., Thiel, C., Frechen, M., Jain, M., Vött, A., Zöller, L., Gavrillov, M.B., 2019. Quartz OSL dating of late quaternary Chinese and Serbian loess: A cross Eurasian comparison of dust mass accumulation rates. *Quaternary International* 502, 30-44.
- Pye, K. 1987. *Aeolian Dust and Dust Deposits*. Academic Press: San Diego, CA, USA, 334.

- Poolton, N.R.J., Wallinga, J., Murray A.S., Bulur, E., Bøtter-Jensen L., 2002a. Electrons in feldspar I: on the wavefunction of electrons trapped at simple lattice defects. *Physics and Chemistry of Minerals* 29, 210-216.
- Poolton, N.R.J., Ozanyan K.B., Wallinga, J., Murray A.S., Bøtter-Jensen L., 2002b. Electrons in feldspar II: a consideration of the influence of conduction band-tail states on luminescence processes. *Physics and Chemistry of Minerals* 29, 217-225.
- Preusser, F., Ramseyer, K., Schlüchter, C., 2006. Characterisation of low OSL intensity quartz from the New Zealand Alps. *Radiation Measurements* 41, 871-877.
- Qiao, Y.S., Guo, Z.T., Hao, Q.Z., Wu, W.X., Jiang, W.Y., Yuan, B.Y., Zhang, Z.S., Wei, J.J., Zhao, H., 2003. Loess-soil sequences in southern Anhui Province: magnetostratigraphy and paleoclimatic significance. *Chinese Science Bulletin* 48, 2088–2093.
- Rhodes, E.J., Bronk-Ramsey, C., Outram, Z., Batt, C., Willis, L, Dockrill, S.J., Bond, J. 2003. Bayesian methods applied to the interpretation of multiple OSL dates: High precision sediment ages from Old Scatness Broch excavation, Shetland Island. *Quaternary Science Reviews* 22, 1231-1244.
- Roberts, H., 2008. The development and application of luminescence dating to loess deposits: a perspective on the past, present and future. *Boreas* 37, 483–507.
- Smith, B.W., Rhodes, E.J. 1994. Charge movements in quartz and their relevance to optical dating. *Radiation Measurements*, 23, 329-333.
- Sohbati, R., Borella, J., Murray, A., Quigley, M., Buylaert, J.-P., 2016. Optical dating of loessic hillslope sediments constrains timing of prehistoric rockfalls, Christchurch, New Zealand. *Journal of Quaternary Science* 31, 678-690.
- Spooner, N.A., 1992. Optical dating: preliminary results on the anomalous fading of luminescence from feldspars. *Quaternary Science Reviews* 11, 139-145.

- Spooner, N.A., 1994. The anomalous fading of infrared-stimulated luminescence from feldspars. *Radiation Measurements* 23, 625-632.
- Stevens, T., Armitage, S.J., Lu, H., Thomas, D.S.G., 2006. Sedimentation and diagenesis of Chinese loess: implications for the preservation of continuous high-resolution climate records. *Geology* 34, 849-852.
- Stevens, T., Markovic, S.B., Zech, M., Hambach, U., Sümegei, P. 2011. Dust deposition and climate in the Carpathian Basin over an independently dated last glacial-interglacial cycle. *Quaternary Science Reviews* 30, 662–681.
- Stevens, T., Buylaert, J.-P., Thiel, C., Újvári, G., Yi, S., Murray, A. S., Frechen, M., Lu, H., 2018. Ice-volume-forced of the Chinese Loess Plateau global Quaternary stratotype site. *Nature Communications* 9, 983.
- Thiel, C., Buylaert, J.-P., Murray, A., Terhorst, B., Hofer, I., Tsukamoto, S., Frechen, M. 2011. Luminescence dating of the Stratzing loess profile (Austria) – Testing the potential of an elevated temperature post-IR IRSL protocol. *Quaternary International* 234, 23–31.
- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Jain, M., Bøtter-Jensen, L., 2008. Laboratory fading rates of various luminescence signals from feldspar-rich sediment extracts. *Radiation Measurements* 43, 1474-1486.
- Timar, A., Vandenberghe, D., Panaiotu, C.G., Necula, C., Cosma, C., van den haute, P., 2010. Optical dating of Romanian loess usinf fine-grained quartz. *Quaternary Geochronology* 5, 143-148.
- 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, 62–70.
- Timar-Gabor, A., Vasiliniuc, S., Vandenberghe, D.A.G., Cosma, C., Wintle, A.G. 2012. Investigations into the reliability of SAR-OSL equivalent doses obtained

- for quartz samples displaying dose response curves with more than one component. *Radiation Measurements* 47, 740–745.
- Timar-Gabor, A., Wintle, A.G. 2013. On natural and laboratory generated dose response curves for quartz of different grain sizes from Romanian loess. *Quaternary Geochronology* 18, 34–40.
- 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, 168–176.
- 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, 150–156.
- 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. 2017. On the importance of grain size in luminescence dating using quartz. *Radiation Measurements* 106, 464–471.
- Thiel, C., Buylaert, J.-P., Murray, A., Terhorst, B., Hofer, I., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2011a. Luminescence dating of the Stratzing loess profile (Austria) – Testing the potential of an elevated temperature post-IR IRSL protocol. *Quaternary International* 234, 23–31.
- Thiel, C., Buylaert, J.-P., Murray, A.S., Tsukamoto, S., 2011b. On the applicability of post-IR IRSL dating to Japanese loess. *Geochronometria* 38, 369-378.
- Thiel, C., Buylaert, J.-P., Murray, A.S., Elmejdoub, N., Jedoui, Y., 2012. A comparison of TT-OSL and post-IR IRSL dating of coastal deposits on Cap Bon peninsula, north-eastern Tunisia. *Quaternary International* 10, 209–217.
- Vasiliniuc, Ş., Vandenberghe, D.A.G., Timar-Gabor, A., Panaiotu, C., Cosma, C., 2012. Testing the potential of elevated temperature post-IR IRSL signals for dating Romanian loess. *Quaternary Geochronology* 10, 75-80.

- Vereş, D., Lane, C.S., Timar-Gabor, A., Hambach, U., Constantin, D., Szakács, Fülling, A., Onac, B.P. 2013. The Campanian Ignimbrite Y5 tephra layer – a regional stratigraphic marker for Isotope Stage 3 deposits in the Lower Danube region, Romania. *Quaternary International* 293, 22-33.
- Vereş, D., Tecsa, V., Gerasimenko, N., Zeeden, C., Hambach, U., Timar-Gabor, A., 2018. Short-term soil formation events in last glacial east European loess, evidence from multi-method luminescence dating. *Quaternary Science Reviews* 200, 34-51.
- Wang, X., Lu, H., Zhang, H., Wu, J., Hou, X., Fu, Y., Geng, J., 2018. Distribution, provenance, and onset of the Xiashu Loess in Southeast China with paleoclimatic implications. *Journal of Asian Earth Sciences* 155, 180–187.
- Wallinga, J., Murray, A., Duller, G. 2000. Underestimation of equivalent dose in single-aliquot optical dating of feldspars caused by preheating. *Radiation Measurements* 32, 691–695.
- Wacha, L., Frechen, M., 2011. The geochronology of the “Gorjanović loess section in Vukovar, Croatia. *Quaternary International* 240, 87–99.
- Watanuki, T., Murray, A.S., Tsukamoto, S. 2003. A comparison of OSL ages derived from silt-sized quartz and polymineral grains from Chinese loess. *Quaternary Science Reviews* 22, 991-997.
- Wintle, A.G., 1973. Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples. *Nature* 245, 143-144.
- Wintle, A.G., Shackleton, N.J., Lautridou, J.P., 1984. Thermoluminescence dating of periods of loess deposition and soil formation in Normandy. *Nature* 310, 491-493.
- Wintle, A.G., Murray, A.S. 2006. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. *Radiation Measurements* 41, 369–391.

- Yi, S., Buylaert, J.-P., Murray, A.S., Lu, H., Thiel, C., Zeng, L., 2016. A detailed post-IR IRSL dating study of the Niuyangzigou loess site in northeastern China. *Boreas* 45, 644–657.
- Yi, S., Li, X., Han, Z., Lu, H., Liu, J., Wu, J., 2018. High resolution luminescence chronology for Xiashu Loess deposits of Southeastern China. *Journal of Asian Earth Sciences* 155, 188-197.