



BABEŞ-BOLYAI UNIVERSITY
CLUJ-NAPOCA



GHENT UNIVERSITY

Datarea luminiscentă a loessului din România utilizând feldspați

ȘTEFAN VASILINIUC

TEZĂ DE DOCTORAT - REZUMAT

Coordonatori științifici:

Prof. Dr. Constantin Cosma
(Universitatea Babeş-Bolyai)

Prof. Dr. Peter van den haute
Dr. Dimitri Vandenberghe
(Universitatea Ghent)

2011

CUPRINS

ABSTRACT	2
1. Introducere	3
Obiective.....	5
Structura lucrării	5
2. Depozitele de loess și importanța lor în studiul palaeoclimatelor ..	7
2.1. Distribuția depozitelor de loess	8
2.2. Potențialul datării prin luminiscentă.....	9
2.3. Studii anterioare de datare a loessului din România folosind metode luminescente. .	10
2.4. Secțiuni investigate.....	11
3. Datarea luminiscentă – prezentare generală	14
3.1. Feldspatul ca dozimetru luminescent	15
3.2. Fadingul anormal	16
3.3. Semnalele luminescente utilizate pentru datare.....	17
4. Datarea secțiunii de loess Mostiștea (SE României) folosind cuarț	19
5. Datarea loessului din România folosind o combinație de semnale IRSL și post-IR OSL	25
6. Datarea loessului din România utilizând proceduri IRSL convenționale.....	31
7. Testarea potențialului semnalelor post-IR IRSL pentru datarea loessului din România	39
8. Concluzii finale.....	50
Bibliografie.....	52

ABSTRACT

Scopul principal al acestei lucrări este de a stabili o cronologie exactă și corectă pentru unele din cele mai importante secvențe de loess din România. Pentru aceasta, se investighează potențialul procedurilor moderne și alternative de datare luminiscentă, cu accent pe feldspat ca dozimetru. Primele două capitole oferă o descriere generală a depozitelor de loess, a potențialului acestora de a furniza informații despre schimbările climatice, împreună cu noțiunile primare ale luminiscentei ca metodă de datare. Studiile efectuate în această lucrare încep prin aplicarea celor mai actuale metode de datare luminiscente folosind cuarț extras din secvența de loess de pe malul lacului Mostiștea (capitolul III). A doua jumătate a studiului (capitolele IV-VI) este dedicată aplicațiilor de datare luminiscentă folosind feldspat drept dozimetru. Acestea includ atât metode alternative cât și convenționale pentru investigarea semnalelor luminiscente din feldspați, folosind o rutină SAR (single-aliquot regenerative-dose). Rezultatele obținute permit utilizarea feldspaților ca material dozimetric pentru datarea loessului din România oferind, totodată, informații cronologice importante asupra schimbărilor climatice înregistrate în loess.

Cuvinte cheie

- ❖ **loess**
- ❖ **luminiscentă stimulată optic (OSL)**
- ❖ **luminiscentă stimulată în infraroșu (IRSL)**
- ❖ **termoluminiscentă (TL)**
- ❖ **cuarț**
- ❖ **feldspat**
- ❖ **datare luminiscentă**
- ❖ **vârste absolute**
- ❖ **cronostratigrafie**
- ❖ **palaeoclimat**

1. Introducere

Importanța depozitelor de loess în înregistrarea schimbărilor climatice a condus la un număr impresionant de studii în întreaga lume. În ultimii 20 de ani în special s-au făcut eforturi impresionante în redefinirea metodelor pentru stabilirea cadrului de lucru pentru determinarea cronologică a depozitelor de loess. Printre metodele aplicate în studierea loessului, datarea luminescentă determină direct vârstele absolute ale depozitelor, prin măsurarea constituenților minerali ai sedimentului însuși.

Unele din cele mai groase depozite de loess din Europa se regăsesc în Sud-estul României. Acestea sunt considerate ca fiind legătura dintre depozitele de loess glaciatic din Vestul și Centrul Europei și depozitele de loess neglaciatic care se întind până în China. Totuși, lipsește o cronologie absolută, metodele principale de studiere a loessului din România fiind metode relative, cum ar fi pedostratigrafia sau măsurători de susceptibilitate magnetică.

În urmă cu cinci ani, la Universitatea Babeș-Bolyai a fost inițiat grupul de cercetare în luminescență. Grupul de cercetători a aplicat ultimele metode în datarea luminescentă, de exemplu metoda OSL – luminescența stimulată optic aplicată pe cuarț prin protocolul unică alicotă doză regenerativă (single-aliquot regenerative-dose) SAR. Această metodă a fost aplicată cu succes de Timar et al. (2010), folosind cuarț fin (4-11 μm) extras din secvența de loess de la Mircea Vodă, Dobrogea. Rezultatele lor au arătat formarea ultimului paleosol bine dezvoltat (S1) în timpul ultimului interglaciatic, rezultatul fiind în concordanță cu studii anterioare pe secțiuni de loess asemănătoare din România, Serbia și Bulgaria. Un alt rezultat important al studiului întreprins de Timar et al. (2010) este observația schimbării ratei de acumulare din loess, care s-ar fi produs în timpul ultimei glaciațiuni. Această schimbare în rata de sedimentare a fost corelată cu un interstadial ce corespunde Stadiului Izotopic Marin (MIS) 3 în timpul căruia s-a format un strat subțire de paleosol.

Un alt studiu asupra materialului colectat din secvența Mircea Vodă s-a realizat folosind cuarț grosier (63-90 μm Timar et al., 2011). Vârstele OSL obținute în acest studiu sunt semnificativ diferite față de cele obținute anterior prin utilizarea cuarțului fin. Deși ambele vârste atribuie formarea ultimului paleosol bine dezvoltat în timpul interglaciaticului MIS 5, atribuirea poziției cronologice a paleosolului mai puțin dezvoltat observat în unitatea de loess L1 este discutabilă între MIS 3 sau MIS 5. Mai mult, compararea vârstelor obținute cu rezultate

independente (pedostratigrafie sau paleomagnetism) reiese că procedura de datare subestimează adevărata vârstă a materialului depozitat după penultima glaciațiune. Atât subestimarea vârstei cât și discrepanța vârstelor rămân încă neexplicate. O explicație speculativă a acestei discrepanțe ar putea fi bazată pe faptul că cele două fracțiuni de cuarț investigate ar proveni din surse diferite, așa cum arată și studiile Conea, 1970; Buggle et al, 2008; Timar et al., 2011. Aceasta a fost corelată cu unele efecte pe care iradierea artificială le-ar avea asupra procesului de luminiscentă, conducând astfel la caracteristici diferite ale curbei de răspuns la doză observate în cazul celor două fracțiuni de cuarț (Timar, 2010). Dat fiind faptul că structura internă a cristalelor este dependentă de procesele de formare, este de așteptat ca cele două fracțiuni de cuarț să prezinte caracteristici luminescente diferite. Totuși, ținând cont de complexitatea mecanismului care duc la formarea semnalelor luminescente în cuarț și în mineralele naturale, în general, aceste interpretări rămân la nivel speculativ. Datarea diferitelor dimensiuni de sedimente din același mineral fiind mai puțin practică, rezultatele obținute de Timar et al. (2010 și 2011) subliniază existența unor aspecte necunoscute în metoda de datare SAR-OSL. Astfel, datarea luminiscentă a loessului ar putea fi mai complicată decât s-a considerat până acum și sugerează că vârstele OSL pe baza cuarțului ar trebui interpretate cu precauție.

Din cauza lipsei unui control independent și absolut al vârstei loessului din România, nu poate fi evaluată ca exactă niciuna din vârstele obținute pe baza cuarțului. Aceasta a dus la nevoia de a documenta caracteristicile luminescente și vârsta folosind alt dozimetru, cum ar fi feldspatul. Feldspații au proprietatea de a emite semnale luminescente puternice care continuă să crească la doze mai mari. Cel puțin în principiu, aceasta ar trebui să permită datarea pe un interval de timp mai lung. Avantajele, totuși, pot fi contrabalansate de fadingul anormal, un fenomen care de obicei afectează semnalele luminescente din feldspat și care duce la subestimarea vârstei. Însă studii recente au arătat, prin utilizarea unor proceduri moderne, alternative, că acest dezavantaj poate fi depășit.

În cadrul lucrării de față au fost urmărite două direcții. Prima se axează pe investigarea dacă vârstele obținute prin metoda OSL pe cuarțul de la Mircea Vodă reflectă o caracteristică generală a depozitelor de loess din SE României. Pentru aceasta a fost extinsă investigarea prin OSL pe secvența de loess de la Lacul Mostiștea (Câmpia Dunării, SE României), prin documentarea caracteristicilor luminescente ale fracțiunii fine (4-11 μm) și grosiere (63-90 μm) de cuarț folosind tehnica SAR-OSL. Cea de-a doua și cea mai importantă direcție abordată în

această lucrare a fost investigarea semnalelor prin luminiscentă stimulată infraroșu (infrared stimulated luminescence - IRSL) obținute din feldspații colectați din loess românesc. Investigațiile au constat într-un studiu aprofundat al semnalelor luminescente de la feldspați, împreună cu investigarea posibilității de a minimiza fadingul anormal folosind condiții experimentale noi. Au fost folosite diverse metodologii pentru semnalele IRSL, de la IRSL „convențional” și „dublu-SAR” până la cele mai nou dezvoltate metode post-IR IRSL.

Obiective

Obiectivul principal al lucrării de față este de a stabili o cronologie exactă și precisă pentru unele din cele mai importante secvențe de loess din România. Pentru aceasta, se investighează potențialul procedurilor moderne și alternative de datare luminiscentă, cu accent pe feldspați ca dozimetru. Aceasta va furniza informații pentru explicarea discrepanței arătate de studiile OSL pe baza cuarțului și va facilita extinderea temporală a cronologiei acestor depozite, dincolo de ultimul ciclu interglaciar-glaciar.

Structura lucrării

Această lucrare este compusă din șase capitole.

Capitolul I prezintă o descriere generală a loessului și a depozitelor de loess, precum și potențialul lor de a furniza informații despre schimbările climatice. Se va da o definiție a loessului și vor fi prezentate procesele acceptate în general care au condus la formarea acumulărilor de loess. De asemenea, vor fi prezentate pe scurt diferitele informații care pot fi obținute prin studiul loessului. Va fi luată în considerare și perspectiva geografică, punându-se în discuție distribuția globală a loessului și, în particular, în România cu accent pe arealul de studiu din lucrarea prezentă. Vor fi discutate studiile anterioare, în care s-au folosit metodele relative, împreună cu interpretările cronologice propuse. În acest capitol va mai fi arătat potențialul datării luminescente ca metodă absolută de datare a depozitelor de loess, alături de studii anterioare în care s-a folosit această metodă pe loessul românesc.

Capitolul al II-lea prezintă datarea luminescentă și conceptele de bază: fenomenul luminescent, ecuația vârstei, debitul dozei și determinarea dozei echivalente. Tot în acest capitol va fi descris feldspatul, din punct de vedere mineralogic, precum și avantajele pentru datarea luminescentă și fadingul anormal. Semnalele luminescente utilizate în datare (TL, OSL, IRSL) vor fi descrise în general, cu accent pe semnalele obținute din feldspați.

În capitolul al III-lea vor fi expuse investigațiile pe cuarțul colectat din secțiunea de loess din apropierea lacului Mostiștea. Caracteristicile luminescente obținute atât din cuarțul siltic (4-11 μ m) cât și din cuarțul nisipos (63-80 μ m) sunt documentate folosind protocolul dozei regenerative pe un singură alicotă (SAR). Vârstele optice din extractul de cuarț sunt discutate în comparație cu cronologiile anterioare propuse pentru secvența investigată și, de asemenea, cu vârstele obținute pentru secvența de loess de la Mircea Vodă.

Următoarele capitole prezintă alte tehnici de stimulare aplicate pentru investigarea semnalelor din feldspați. Ca material de studiu sunt utilizate granule poliminerale extrase din probele colectate de la Mircea Vodă.

Capitolul al IV-lea prezintă aplicarea protocolului dublu-SAR. Cele două tipuri de semnal obținute prin această procedură (IRSL și post-IR OSL) sunt documentate prin folosirea testelor tipice de laborator și prin măsurarea fadingului. Vârstele obținute sunt comparate cu vârstele obținute anterior din studiul cuarțului fin. Vor fi discutate avantajele și limitele acestei proceduri.

Capitolul al V-lea prezintă investigațiile semnalelor IRSL în abordarea convențională. Semnalele sunt documentate utilizând protocolul SAR în ceea ce privește stabilitatea termică, schimbările de sensibilitate inițială și fadingul. Rezultatele vor fi discutate în comparație cu studiile anterioare.

Capitolul al VI-lea prezintă aplicarea ultimelor proceduri dezvoltate, având ca scop obținerea de semnale IRSL din feldspat ce nu sunt afectate de fadingul anormal. Vor fi documentate două tipuri de semnal în funcție de curba de răspuns a dozei, abilitatea de a recupera o doză dată și

fading. Potențialul acestei proceduri este discutat prin compararea vârstelor rezultate cu vârstele obținute din studiul anterior pe cuarț sau cu date independente.

2. Depozitele de loess și importanța lor în studiul palaeoclimatelor

Depozitele de loess sunt considerate printre cele mai importante arhive terestre ale paleoclimatelor Cuaternare. În timpul perioadelor glaciare, când clima era rece și uscată, procesele de formare a gheții au generat particule siltice prin eroziune glaciară. Energia imensă a maselor de gheață a permis măcinarea rocilor până la particule siltice. Cu ajutorul vânturilor puternice aceste particule au fost transportate și depozitate pe o suprafață adecvată (Pye, 1995) conducând la formarea depozitelor de loess. Astfel, formarea loessului a avut loc în zone periglaciare unde lipsa unei vegetații bine dezvoltate a permis o deflație intensă și transport pe distanțe lungi. Așadar loessul este o rocă sedimentară clastică formată prin acumularea prafului antrenat de vânt.

În studiul acestui material s-au înregistrat progrese semnificative, în special în ultimele cinci decenii de când a fost demonstrat faptul ca depozitele de loess reprezintă arhive detaliate asupra schimbărilor climatice (Smalley et al., 2001). Prin studierea depozitelor de loess se pot obține diferite informații. Acestea caracterizează în special legătura dintre aerosoli și palaeoclimat și pot oferi detalii cum ar fi direcția și puterea vânturilor, rate de transport și sedimentare sau chiar asupra componentelor minerale din scoarța superioară (Pye, 1995; Buggle et al., 2008; Maher, 2011; Stevens et al., 2007).

Mai mult, depozitele de loess conțin palaeosoluri intercalate care s-au format în timpul perioadelor calde și umede favorabile pentru formarea solului (Porter, 2001). Astfel de secvențe loess-palaeosol reprezintă înregistrări ale schimbărilor climatice, iar prin corelarea acestor depozite cu alți indicatori climatici cum ar fi izotopii de oxigen marini (Kukla et al., 2002) se pot obține informații la nivel global asupra duratei și intensității perioadelor glaciare sau interglaciare.

2.1. Distribuția depozitelor de loess

În Vestul și Centrul Europei, sunt cunoscute stratigrafiile detaliate pentru loess încă de acum patru decenii. În schimb, în Europa de Sud-Est acestea au început să apară abia în ultima decadă (Frechen et al., 2003). În bazinul inferior al Dunării, loessul s-a acumulat în regiuni de podiș și pe terasele râurilor în Serbia, Bulgaria și România (Fig. 1; Haase et al., 2007). Secvențe consistente de loess-palaeosol sunt și pe coasta Mării Negre (Balescu et al., 2010).

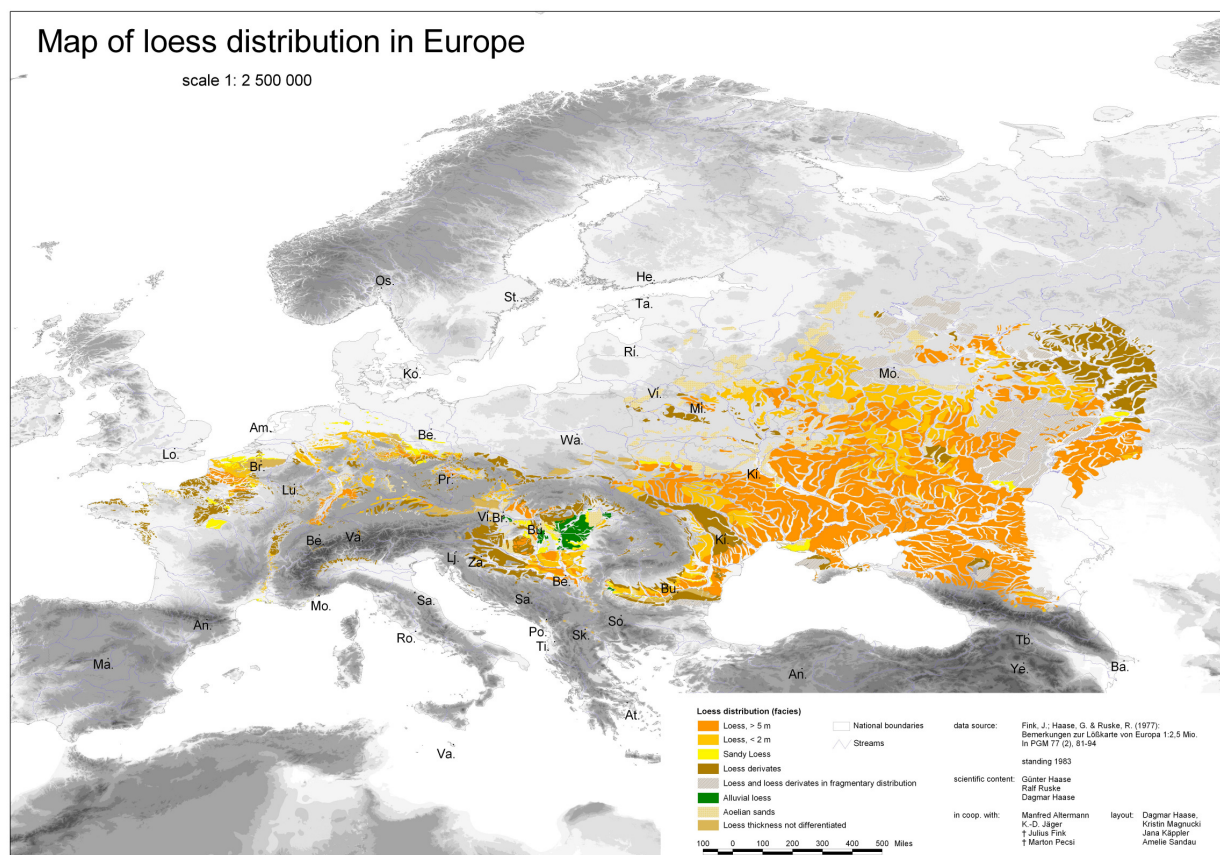


Figura 1: Distribuția loessului în Europa conform Haase et al. (2007)

Secvențele de loess-palaeosol din această zonă sunt considerate printre cele mai complete și detaliate arhive de climat regional din timpul Pleistocenului Mijlociu și Târziu. De asemenea ele au fost interpretate drept verigi de legătură între depozitele din Europa Centrală și Asia (Marković et al., 2009; Zöller, 2010).

În România există atât depozite de loess primar cât și secundar, ultimul fiind majoritar (Codrea, 1998). Cele mai reprezentative regiuni pentru acumulări de loess sunt Dobrogea (incluzând coasta Mării Negre), Câmpia Română și Podișul Moldovei.

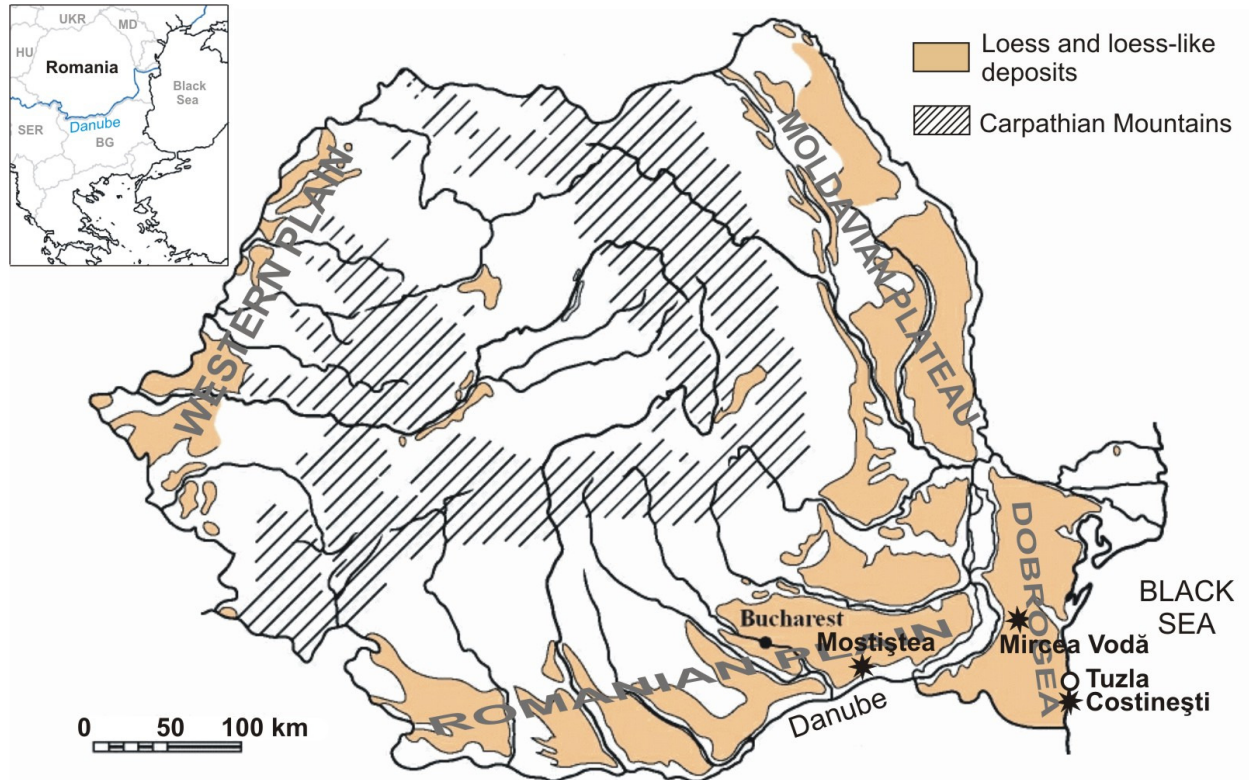


Figura 2: Distribuția depozitelor de loess primar și secundar în România cu indicații asupra siturilor studiate în această lucrare și a secțiunii Tuzla.

2.2. Potențialul datării prin luminiscentă

Informațiile cronologice asupra loessului din România se bazează în principal pe metode relative (cum ar fi pedostratigrafia sau măsurători de susceptibilitate magnetică) și pe intercorelarea secvențelor cu caracteristici similare. Aceste metode însă presupun că depozitele investigate sunt complete și/sau că depunerea loessului a avut loc în mod constant. Aplicarea metodelor recent dezvoltate de datare absolută (în special a datării luminiscente) a scos la iveală dovezi asupra ratelor diferite de acumulare a loessului cât și a unor întreruperi cauzate de eroziune (hiatusuri; Stevens et al., 2007). În consecință, vârstele absolute sunt esențiale pentru încadrarea cronologică a evenimentelor climatice reflectate în loess și pentru caracterizarea unor

processe precum sedimentarea sau pedogeneza. De asemenea, vârstele absolute se folosesc pentru corelarea dintre secvențele de loess din Eurasia.

Datarea luminiscentă permite determinarea directă a vârstelor de depunere a sedimentelor depozitate în diferite contexte, în special de origine eoliană (Murray and Olley, 2002). Metoda utilizează mineralele din sedimentele studiate (și nu din materialul asociat). La ora actuală datarea luminiscentă este singura metodă ce permite stabilirea unei vârste absolute pentru depozitele de loess. Mai mult, caracteristicile loessului (natura sa eoliană) face ca acest material să fie ideal pentru dezvoltarea, testarea și aplicarea tehnicilor luminiscente.

Noi dezvoltări ale metodei oferă oportunitatea de a stabili sau a îmbunătăți o cronologie absolută pentru multe dintre depozitele de loess din Europa. În acest context, studiul depozitelor din România este abia la început.

2.3. Studii anterioare de datare a loessului din România folosind metode luminiscente

În ultimul deceniu, câteva studii au încercat stabilirea unui cadru cronologic pentru unele din cele mai reprezentative secțiuni de loess, folosind metode luminiscente. Balescu et al. (2003) au folosit semnale luminiscente stimulate în infraroșu (IRSL) din feldspați potasici separați din patru probe recoltate din secțiunea de la Tuzla (Fig. 2). În ciuda numărului limitat de probe, rezultatele obținute indică formarea primului palaeosol bine dezvoltat în timpul Stadiului Izotopic Marin (MIS) 5, iar primele trei straturi de loess au fost corelate cu ultimele trei perioade glaciare (MIS 4, MIS 6, respectiv MIS 8). Această sumară cronologie a fost mai târziu extinsă pentru secțiunile Mostiștea și Mircea Vodă (Fig. 2; Balescu et al., 2010).

Timar et al. (2010) au fost primii care au obținut vârste luminiscente bazate pe cuarț extras din loess românesc. Aceste investigații au fost efectuate pe cuarț fin (4-11 μm) și demonstrează formarea primului plaeosol bine dezvoltat în timpul ultimului interglaciar. Aceste rezultate sunt în concordanță cu studiul efectuat de Balescu et al (2010) și cu un model timp-adâncime bazat pe măsurători magnetice. De asemenea, numărul mare de probe colectate din primul strat de loess L1 a permis observarea unei schimbări în rata de acumulare a loessului în timpul ultimei glaciațiuni. Această schimbare a fost corelată cu un interstadial MIS 3 în timpul căruia s-a format un paleosol slab dezvoltat (Timar et al, 2010).

Aceleași probe (investigate de Timar et al., 2010) au fost ulterior studiate folosind fracțiunea de cuarț grosier (63-90 μm) (Timar et al., 2011). Vârstele obținute pe această fracțiune sunt cu 20 până la 70 % mai mari decât cele obținute folosind cuarțul fin. Ambele seturi de vârste au fost interpretate drept subestimări pentru depunerile dinaintea ultimei glaciațiuni (Timar et al., 2010 și 2011). Aceste studii indică faptul că datarea SAR OSL pe cuarț din loess românesc poate fi mai problematică. Dacă dependența vârstelor față de mărimea granulelor este o caracteristică generală a secvențelor de loess din regiune, atunci acest lucru trebuie determinat prin studierea altor situri. În capitolul următor, investigațiile OSL sunt extinse pe secvența de loess de la Mostiștea.

2.4. Secțiuni investigate

Trei din cele mai reprezentative secvențe de loess-paleosol din SE României (Fig. 2) au fost selectate pentru investigații luminescente: Mostiștea, Costinești și Mircea Vodă.

Costinești

Secvența este situată pe malul Mării Negre (Fig. I.4) (43, 97 °N; 28,65 °E), la nord de satul Costinești. Cuprinde cel puțin cinci straturi de loess (L1-L5) și paleosolurile intercalate (S1-S5) pe lângă solul recent holocenic (Fig. 3, 4). Primele două straturi de loess și paleosolul intercalat au fost eșantionate la o rezoluție mărită (10 - 20 cm). Probele colectate din această secțiune au fost preparate pentru separarea cuarțului grosier folosind tehnici convenționale, material care nu a fost studiat în această lucrare.



Figura 3: Foto. Secveța de loess-paleosol de la Costinești

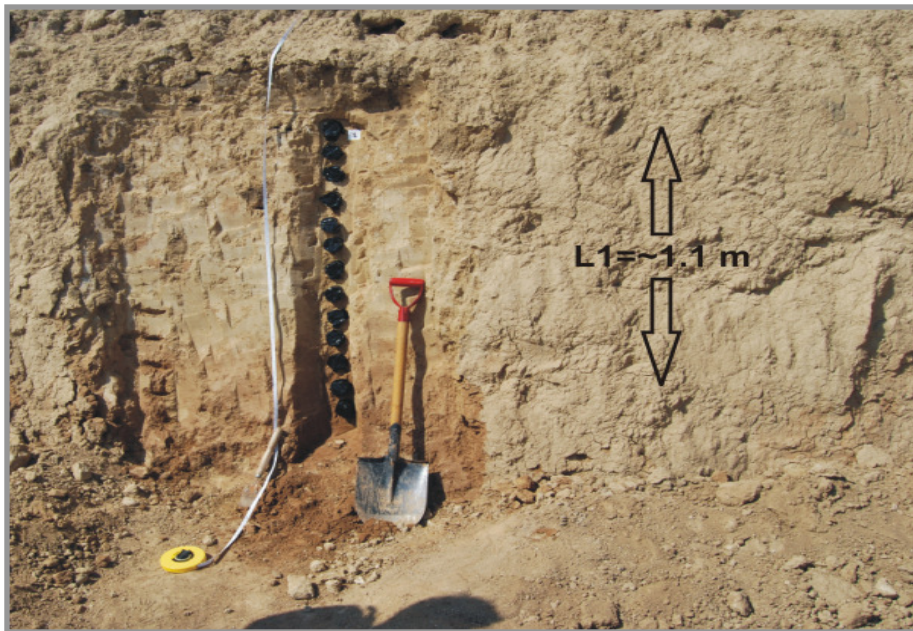


Figura 4: Colectare de probe. L1 Costinești

Mostiștea

Secvența de loess de la Mostiștea se află pe malul lacului omonim (Câmpia Dunării, Fig. 2). Are o grosime de aproximativ 21 de m și constă în patru alternanțe loess-paleosol împreună cu solul holocenic (Fig. 5).

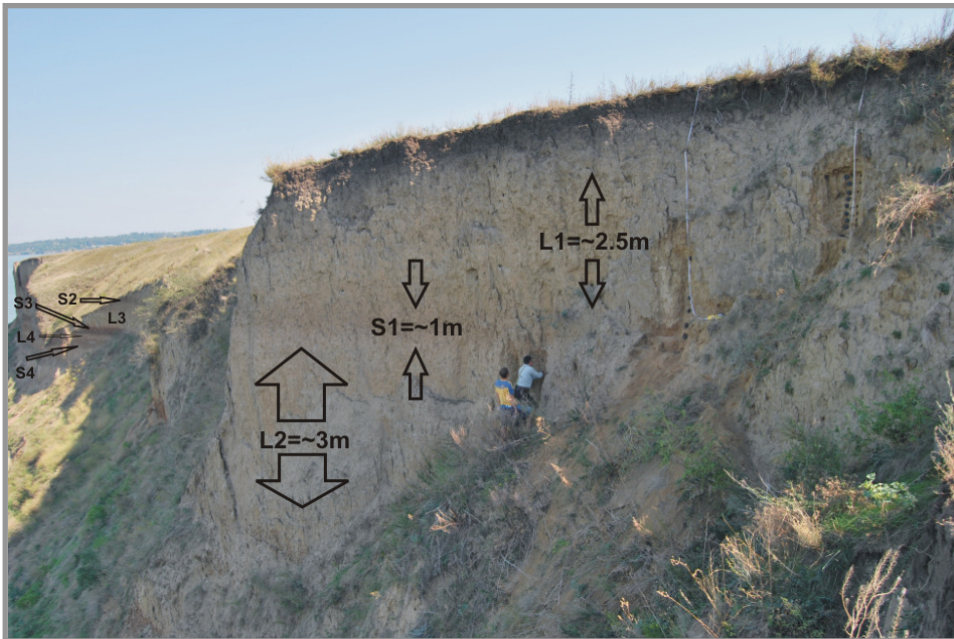


Figura 5: Imagine de ansamblu.
Secvența de loess paleosol de la Mostiștea, cu indicarea stratigrafiei.

Mircea Vodă

Secțiunea se află lângă satul Mircea Vodă, în podișul Dobrogei, la aproximativ 15 km de Dunăre (Fig. 2). Este una din cele mai complete secvențe de loess din România. Ea cuprinde șase straturi de loess, cinci paleosoluri bine dezvoltate, împreună cu stratul superior de sol holocenic.

3. Datarea luminiscentă – prezentare generală

Datarea luminiscentă este o metodă cronologică prin care sunt exploatate proprietățile mineralelor naturale de a înmagazina energie în timpul expunerii la radiația cu ioni. Radiația provine în principal din descompunerea uraniului, a thoriului și a potasiului alături de radiația cosmică (Aitken, 1985). Datorită efectului ionizant al radiației nucleare, electronii sunt închiși în defectele din structura cristalelor. Numărul electronilor este proporțional cu doza radiației la care acel mineral a fost expus într-un anumit interval de timp. Atunci când mineralele sunt stimulate prin încălzire sau lumină, recombinarea electronilor captivi are loc înăuntrul cristalului conducând la o emisie de energie. O parte din această energie este emisă sub formă de lumină numită luminiscentă. Semnalul luminos este denumit termoluminiscentă (sau luminiscentă stimulată termic, TL), dacă se utilizează căldura pentru stimulare, sau luminiscentă stimulată optic (OSL), dacă mineralele sunt stimulate utilizând lumina.

Pentru sedimente, luminiscenta latentă (sub forma electronilor captivi), care este acumulată de la formarea mineralelor, este eliberată în timpul transportului și al depozitării atunci când sunt expuse la lumina solară. Acest proces este denumit „bleaching” sau „aducere la 0”. Atunci când sedimentele minerale sunt acoperite de alte minerale sedimentare depozitate într-un strat superior, semnalul luminiscent se construiește din nou. Aceste semnale luminiscente sunt măsurate în laborator și reflectă doza radiației totale (sau doza echivalentă - D_e) pe care mineralele o primesc de la ultima „aducere la 0”. Dacă debitul dozei obținute prin expunerea la radiație este determinată, vârsta depozitării poate fi calculată astfel:

$$Vârsta = \frac{Doza\ echivalentă\ (Gy)}{Debitul\ dozei\ (Gy / ka)}$$

Debitul dozei este determinat, de obicei, prin metode spectrometrice care cuantifică sursele radioactivității în mediul imediat înconjurător față de mostrele de sedimente și chiar în interiorul sedimentele de minerale. Se ia, de asemenea, în considerare și contribuția radiației cosmice.

Doza echivalentă este obținută prin compararea semnalelor luminiscente naturale cu semnalele generate artificial, obținute prin utilizarea unei surse radioizotopice calibrate (de obicei

o sursă $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta). Irradiația poate fi făcută fie înainte măsurării semnalului luminescent natural, adăugând o doză artificială deasupra dozei naturale (metode aditive), fie după ce semnalul natural a fost adus la zero (metode regenerative). Pentru o mai largă explicație a metodelor utilizate pentru determinarea D_e poate fi consultată lucrarea lui Wintle (2008).

În studiile OSL, cea mai utilizată metodă în determinarea D_e este cea a protocolului cu o doză regenerativă cu o singură alicotă (SAR) (Murray and Wintle 2000; Wintle and Murray, 2006). Acest protocol a fost propus inițial pentru investigațiile OSL ale cuarțului, dar a fost aplicat și pe feldspați (Wallinga et al., 2000; Huot and Lamothe, 2003; Blair et al., 2005; Buylaert et al., 2011). El permite determinarea dozei echivalente folosind o singură alicotă în materialul investigat. După măsurarea semnalului natural, aceleași sedimente dau doze de laborator diferite și astfel este desenată curba de răspuns a dozei (curba ascendentă). Doza echivalentă este obținută prin interpolarea răspunsului natural pe curba de răspuns a dozei. Tratamentele termice (preîncălziri) sunt utilizate pentru a izola semnalele stabile termic. Pentru a corecta schimbările de sensibilitate care apar după iradierea repetată, preîncălzire și stimulare, este utilizat răspunsul unei doze constante de laborator (doza test). Descrieri detaliate despre protocolul SAR pot fi consultate în lucrarea semnată de Wintle și Murray, 2006.

3.1. Feldspatul ca dozimetru luminescent

Cele mai utilizate minerale pentru datarea sedimentelor sunt cuarțul și feldspatul. Aceste două minerale se găsesc în abundență în rocile sedimentare. Dezvoltarea protocolului SAR în ultima decadă a condus la o utilizare extensivă a cuarțului pentru datarea OSL. Utilizarea predominantă a cuarțului și mai puțin a feldspatului este determinată de fadingul anormal care a fost observat la semnalele luminescente din feldspați (Wintle, 1973; Huntley and Lamothe, 2001). S-a observat de asemenea și că semnalele IRSL din feldspat se șterg mai încet decât semnalele OSL din cuarț (Godfrey-Smith et al., 1988; Thomsen et al., 2008). Aceasta a făcut posibilă dezvoltarea unui întreg set de cunoștințe cu privire la caracteristicile semnalelor luminescente din cuarț (Preusser, 2009), în timp ce semnalele luminescente din feldspați sunt destul de puțin înțelese.

Feldspatii dețin o serie de avantaje care îi fac atractivi pentru studiile luminescenței. Una din cele mai importante caracteristici ale feldspatilor este aceea că, în general, expun semnale

luminiscente care saturează doze mai mari decât cele obținute din cuarț. În principiu, aceasta ar permite obținerea de vârste mai mari ale depozitelor, prin folosirea semnalelor din feldspați. Mai mult chiar, feldspații pot fi stimulați preferențial folosind lumina infraroșie (IR) din alicote care conțin și cuarț (Bøtter-Jensen et al., 2003). Aceasta permite (i) o mai largă fereastră de detectare a semnalelor și (ii) investigații IRSL ale mostrelor poliminerale fără a necesita proceduri prealabile de preparare a mostrelor, pentru separarea celor două minerale (Roberts, 2008).

În schimb, semnalele OSL din cuarț pot fi măsurate numai după ce a fost eliminată orice contribuție OSL din feldspați (Wintle, 2008). Aceasta poate fi făcută optic, printr-o stimulare inițială IR a alicotelor poliminerale, stimulare care este făcută pentru reducerea semnalului OSL din componentul feldspatic. După această stimulare IR urmează o stimulare albastră care stimulează [post-IR] semnalul OSL, care ar trebui să fie dominat de cuarț. Această metodă a fost aplicată în protocolul „dublu-SAR”, iar o descriere a acestei metode poate fi consultată în lucrarea lui Roberts (2008).

3.2. Fadingul anormal

Totuși, așa cum am menționat mai sus, feldspații au un mare dezavantaj față de cuarț - fadingul anormal. S-a observat că semnalele luminiscente măsurate după iradiația din laborator scad în timp mai repede decât s-a previzionat din stabilitatea termică a capcanelor. Fadingul anormal a fost observat prima dată în feldspații vulcanici (Wintle, 1973), dar a fost înregistrat pentru semnalele IRSL pe o paletă foarte largă a feldspaților extrași din sedimente (Huntley and Lamothe 2001; Huntley and Lian 2006). O consecință a fadingului anormal este subestimarea dozelor echivalente, mai ales atunci când măsurătorile se fac la foarte scurt timp după iradiere (Wintle, 2008). În prezent este acceptat faptul că fadingul anormal este cauzat de tunelarea mecanico-cuantică (Aitken, 1985; Visocekas, 2002; Poolton et al., 2002a,b). Pierderea de semnal a fost observată ca fiind persistentă chiar și după aplicarea de tratamente prealabile la temperaturi ridicate (Spooner, 1994).

Astfel, este necesară testarea prezenței acestui fenomen atunci când feldspații sunt utilizați pentru datarea luminiscentă.

3.3. Semnalele luminescente utilizate pentru datare

Stimularea celor mai sensibile semnale luminescente dintr-un cristal poate fi făcută printr-o alegere adecvată a lungimii de undă. Acesta este unul din cele mai mari avantaje ale OSL față de TL. În cazul cuarțului, stimularea convențională a semnalelor luminoase este făcută prin utilizarea luminii albastre (470 nm) la o putere de stimulare constantă. Alegerea lungimii de undă se bazează pe studiile care au cercetat stimularea spectra (Krbetschek et al., 1997, referințe incluse). Semnalele luminescente emise din cuarț au o intensitate maximă de ~ 365 sau 380 nm (Preusser, 2009, referințe incluse). Astfel OSL din cuarț este detectat în secțiunea de bandă UV a spectrului. Pe de altă parte, s-a demonstrat că semnalele luminescente din feldspați sunt sensibile la lungimile de undă din secțiunea vizibilă (albastru-verde) până la infraroșu (Bøtter-Jensen et al., 2003). Această secțiune extinsă se datorează multitudinii de forme mineralogice în care feldspatul se regăsește în natură. Totuși, un vârf de maxim în stimularea spectra care apare la ~ 855 nm (IR) a fost observat în diferite tipuri de feldspat. Aceasta este considerată ca fiind o caracteristică comună a feldspatilor, independent de compoziția lor chimică (Duller, 1997). Luminescența emisă variază, de asemenea, fiind separată în benzi între 280 și 570 nm (Krbetschek et al., 1997). Stimularea IR permite observarea emiterii spectrului; cele mai importante benzi emise se regăsesc în secțiunea de albastru sau în cea UV, iar acestea sunt ferestrele de detectare tipice utilizate în studiile de datare.

Convențional, semnalele IRSL sunt măsurate în timp ce mostra este supusă la o încălzire la 50 °C, pentru că aceasta asigură temperaturi de stimulare fixe pentru măsurarea protocolurilor care includ o preîncălzire înainte de iradiere (Bøtter-Jensen et al., 2003). Dat fiind faptul că aceste semnale sunt afectate în general de fading anormal, aplicarea lor în datare solicită o corecție de vârstă. Chiar dacă prin creșterea temperaturii de stimulare s-a observat o creștere semnificativă a intensității luminescente (Duller and Wintle, 1991; Duller and Bøtter-Jensen, 1993), doar recent aceste caracteristici au fost studiate din punctul de vedere al fadingului anormal. Thomsen et al. (2008) a studiat această direcție făcând măsurări ale ratei de fading ca o funcție a temperaturii de stimularii. Prin utilizarea sodiului și a potasiului din feldspații bogăți în feldspat, au observat o scădere a ratei de fading odată cu creșterea temperaturii de stimulare. Apoi o stimulare dublu-IR a fost investigată, făcându-se o primă stimulare IR la 50 °C, urmată de o a doua stimulare post-IR la 225 °C. Prin prima stimulare s-a urmărit eliminarea semnalului

instabil, în timp ce cea de-a doua stimulare a vizat capcanele mai stabile, după cum au fost sugerate de Jain and Singhvi (2001). Această configurație de stimulare a furnizat un post-IR IRSL mult mai luminos decât semnalul stimulat la 50 °C, arătând de asemenea și o rată scăzută de fading. Experimentele de albire folosind mostre bogate în K și Na au arătat că semnalele IRSL stimulate la 225 °C se albesc cu o rată similară ca semnalele IRSL stimulate la 50 °C. Dozele reziduale de ordinul a câțiva Gray au fost obținute pe mostrele moderne, indicând că acest tip de stimulare este adecvat pentru mostrele mai vechi în care un astfel de nivel rezidual este neglijabil. La concluzii similare a ajuns și Buylaert et al. (2009) care a testat semnalele post-IR IRSL stimulate la 225 °C folosind feldspați bogați în K extrași din sedimente din diverse contexte de depozitare. S-a observat că semnalele post-IR IRSL prezintă un fading mai scăzut decât semnalele obținute prin stimularea la 50 °C, permițând astfel rezultate de vârstă care sunt mai puțin dependente de corecția fadingului. S-a obținut o bună concordanță între vârstele post-IR IRSL și vârstele prin control independent.

În alte studii s-a utilizat stimularea post-IR IR la diferite temperaturi și s-au obținut vârste credibile (Thiel et al., 2010; 2011a; 2011b; Schmidt et al., 2011; Stevens et al., 2011). Mai mult, folosind stimularea post-IR IR la 290 °C și sedimente poliminerale fine extrase dintr-o mostră considerată cu o vârstă infinită mai jos de granița Brunhes/Matuyama, Thiel et al., 2011b, au obținut semnale naturale în saturație care indicau că aceste semnale s-ar putea să nu cunoască fade-ul pentru o perioadă de ~ 750 ka. Dincolo de o rată mai scăzută de fading, semnalele post-IR IRSL apar mult mai stabile termic decât semnalul IRSL obținut prin stimularea IR la 50 °C (Thomsen et al., 2011; Li and Li, 2011).

4. Datarea secțiunii de loess Mostiștea (SE României) folosind cuarț

După cum am arătat în Secțiunea 1, România prezintă un potențial semnificativ în ceea ce privește depozitele de loess. În sudul și sud-estul țării depozitele pot avea o grosime de ~ 50 m, conținând mai multe palaeosoluri intercalate.

Aplicațiile anterioare ale datării luminescente efectuate de Timar et al. (2010 și 2011) pe secțiunea de loess de la Mircea Vodă au folosit cea mai robustă procedură de datare luminescentă existentă la ora actuală: folosirea semnalelor de luminescență stimulată optic (OSL) din cuarț în combinație cu protocolul SAR (Murray and Olley, 2002; Wintle and Murray, 2006).

Studiile efectuate de Timar et al. (2010 și 2011) pe două fracțiuni granulometrice de cuarț au condus la rezultate surprinzătoare: vârstele obținute pe cuarț grosier (63-90 μm) sunt între 20 și 70 % mai mari decât cele obținute pe cuarț fin (4-11 μm). Aceste rezultate complică cronologia depozitelor de loess în special pentru ultima perioadă glaciară, deoarece cele două tipuri de vârste sunt în conflict asupra schimbării vitezei de sedimentare a materialului corespunzător stratului de loess L1. Mai mult, această schimbare coincide cu formarea unui paleosol slab dezvoltat care poate furniza indicii importante în ceea ce privește perioadele scurte de încălzire din timpul ultimului glaciuar.

Studiul nostru se concentrează pe caracteristicile luminescente ale cuarțului grosier, extras din secțiunea de loess de pe malul lacului Mostiștea (Câmpia Dunării). Ne-am axat pe eșantionarea primei alternanțe loess-palaeosol (L1/S1) și a părții superioare a stratului de loess L2. Au fost colectate 19 probe la intervale verticale relativ apropiate (~ 10 – 25 cm).

Toate analizele luminescente au fost efectuată cu un aparat de tipul Risø TL/OSL DA-20 echipat cu diode LED albastre ce emit la 470 ± 30 nm și diode LED IR ce emit la 870 nm; semnalele luminescente au fost detectate printr-un filtru Hoya U-340 cu o grosime de 7.5 mm.

Caracteristicile luminescente ale probelor au fost investigate cu ajutorul protocolului SAR (Murray and Wintle, 2000), aceasta fiind cea mai robustă tehnică de datare luminescentă disponibilă pentru exploatarea semnalelor OSL din cuarț pentru obținerea de doze echivalente pentru sedimente (Murray and Olley, 2002; Wintle and Murray, 2006). S-au folosit aceleași tratamente termice ca în studiile efectuate de Timar et al. (2010 și 2011).

Fig. 6 prezintă un semnal OSL tipic obținut pentru proba MST2 atât natural cât și regenerat.

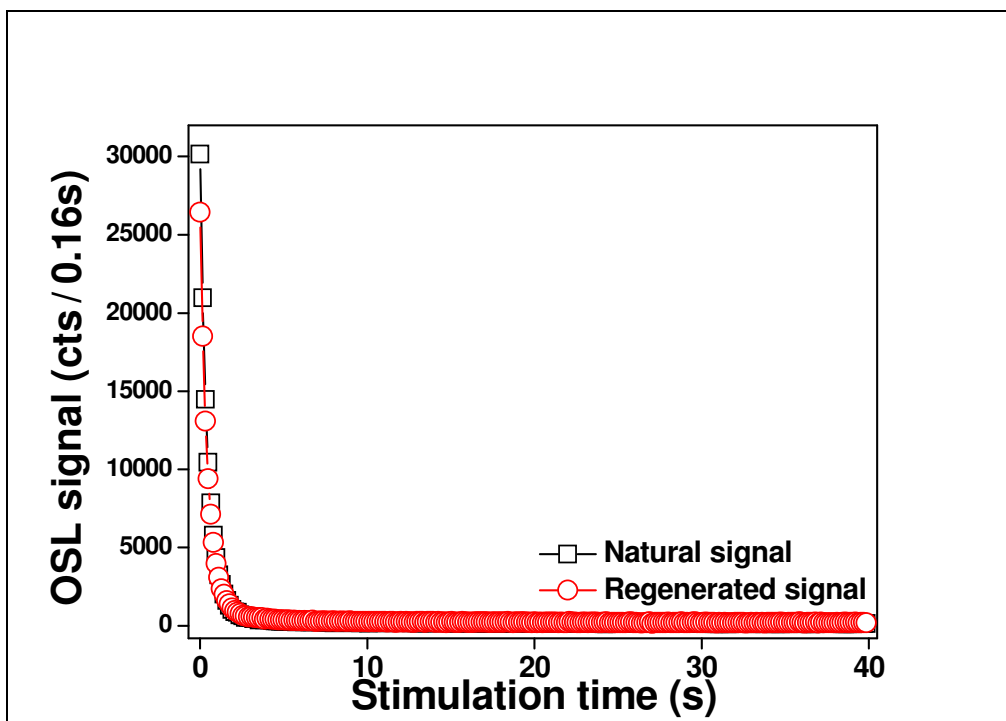


Figura 6: Exemplu de semnal OSL natural și regenerat obținut pe o alicotă din proba MST2.

Toate probele de cuarț investigate prezintă semnale OSL luminoase, care scad rapid cu timpul de stimulare (Fig. 7). Scăderea semnalului este tipică pentru cuarțul dominat de o componentă rapidă. Acest lucru este confirmat prin examinarea semnalelor OSL obținute prin creșterea liniară a puterii diodelor (linearly modulated (LM) –OSL) pentru probele MST1, MST2 și MST 12

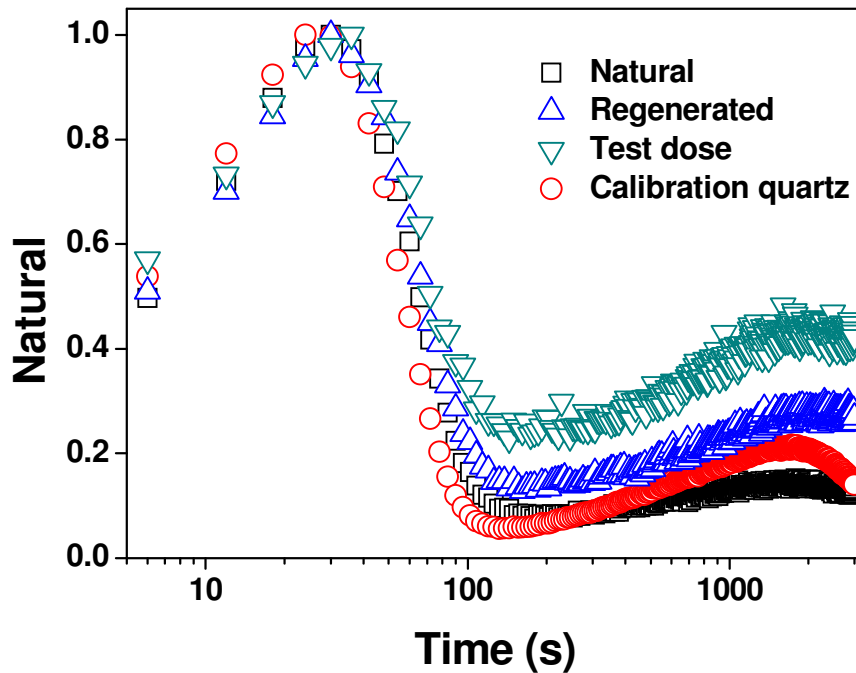


Figura 7: Semnale LM-OSL naturale și regenerate pentru proba MST 2 prezentate în comparație cuart de calibrare

Fig. 8a prezintă o curbă de creștere reprezentativă pentru proba MST2. Creșterea semnalului cu doză regenerată este reprezentată cel mai bine de suma a două funcții exponențiale. Tot în această figură este prezentat și comportamentul probelor în protocolul SAR; schimbările de sensibilitate sunt corectate cu succes, iar recuperarea semnalului este neglijabilă (semnalul obținut pentru o doză nulă este sub 1 % din semnalul natural).

Fig. 8b prezintă curbe medii de creștere pentru probe colectate de la diferite adâncimi. Toate curbele de creștere pot fi reprezentate cel mai bine prin suma a două funcții exponențiale. Nu se observă variații sistematice în caracteristicile de saturație ale curbelor în funcție de adâncimea probelor.

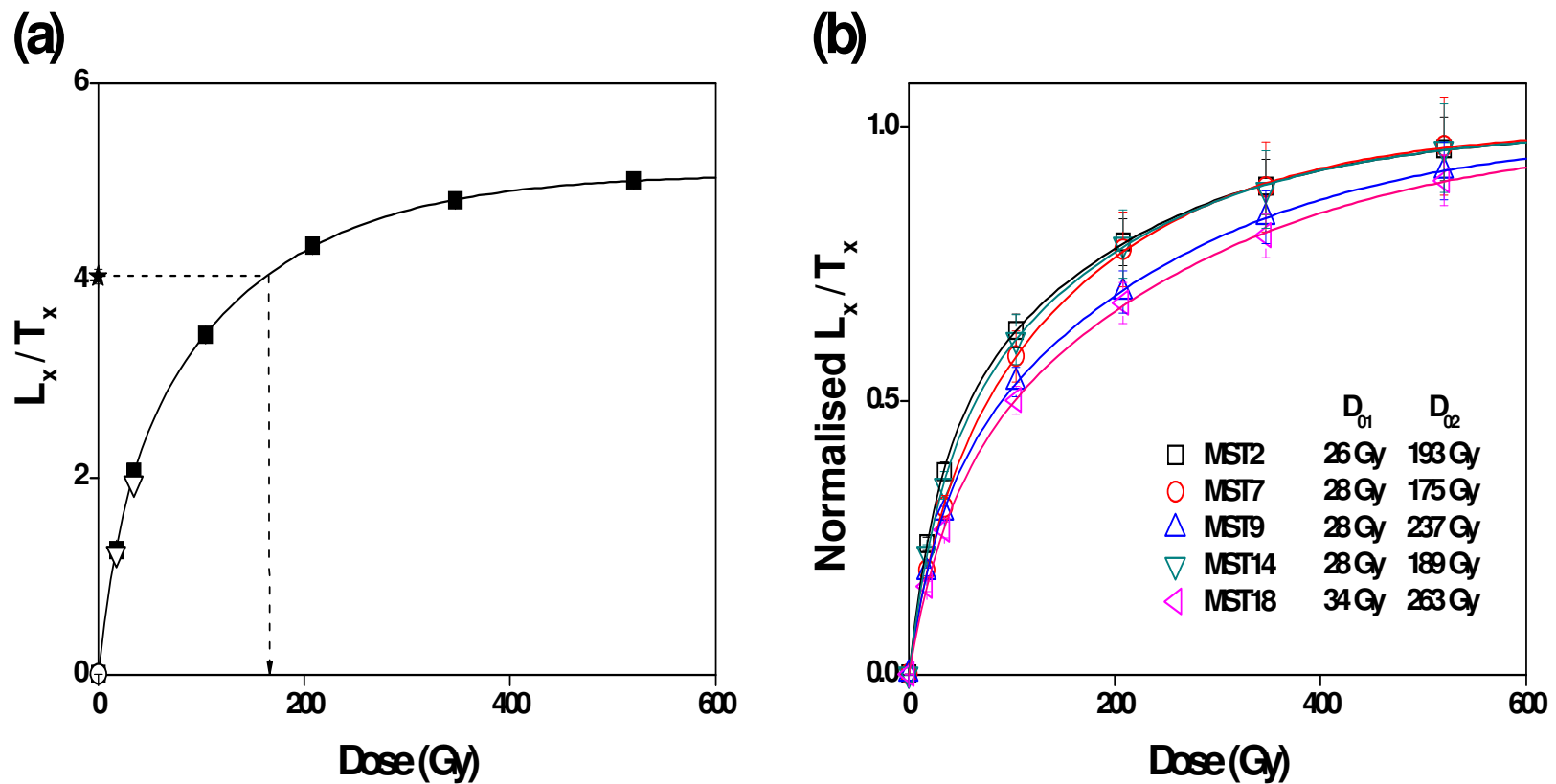


Figura 8: (a) Exemplu de curbă de creștere pentru o alicotă din proba MST2. Punctele de reciclare, respectiv recuperare, sunt reprezentate prin triunghiuri și cerc.

(b) Curbe medii de creștere pentru nouă probe având vârste diferite, obținute folosind suma a două funcții exponențiale de $I=A(1-\exp(-(D+D_a)/D_{01}))+B(1-\exp(-(D+D_b)/D_{02}))$. Caracteristicile de saturație (D_{01} , D_{02}) pentru fiecare probă sunt date în legendă.

Pentru determinarea dozei anuale, concentrațiile de radionucluzi au fost determinate prin spectrometrie gama de înaltă rezoluție. Acestea au fost convertite în debite de doză cu ajutorul factorilor de conversie calculați de Adamiec și Aitken (1998). Doza beta externă a fost corectată pentru corodarea chimică și atenuare printr-un factor de 0.94 ($\pm 5\%$ eroare relativă; Mejdahl, 1979). De asemenea, s-a luat în considerare un debit intern al dozei de 0.013 ± 0.003 Gy/ka (Vandenberghe *et al.*, 2008). Umiditatea probelor a fost estimată la $20 \pm 5\%$ (Balescu *et al.*, 2003), iar contribuția radiației cosmice a fost calculată urmând rezultatele lui Prescott and Hutton (1994).

Pentru majoritatea probelor, vârstele obținute sunt în acord cu poziția stratigrafică a acestora și cresc ușor cu adâncimea. Aceasta indică o identificare corectă și totală a surselor de erori aleatorii, iar variabilitatea observată nu este cu mult mai mare decât cea așteptată din incertitudinile individuale.

Vârstele obținute sunt comparate cu modelul magnetic timp-adâncime propus de Necula și Panaiotu (2008) în Fig. 9. În limita erorilor analitice vârstele sunt în concordanță cu modelul magnetic.

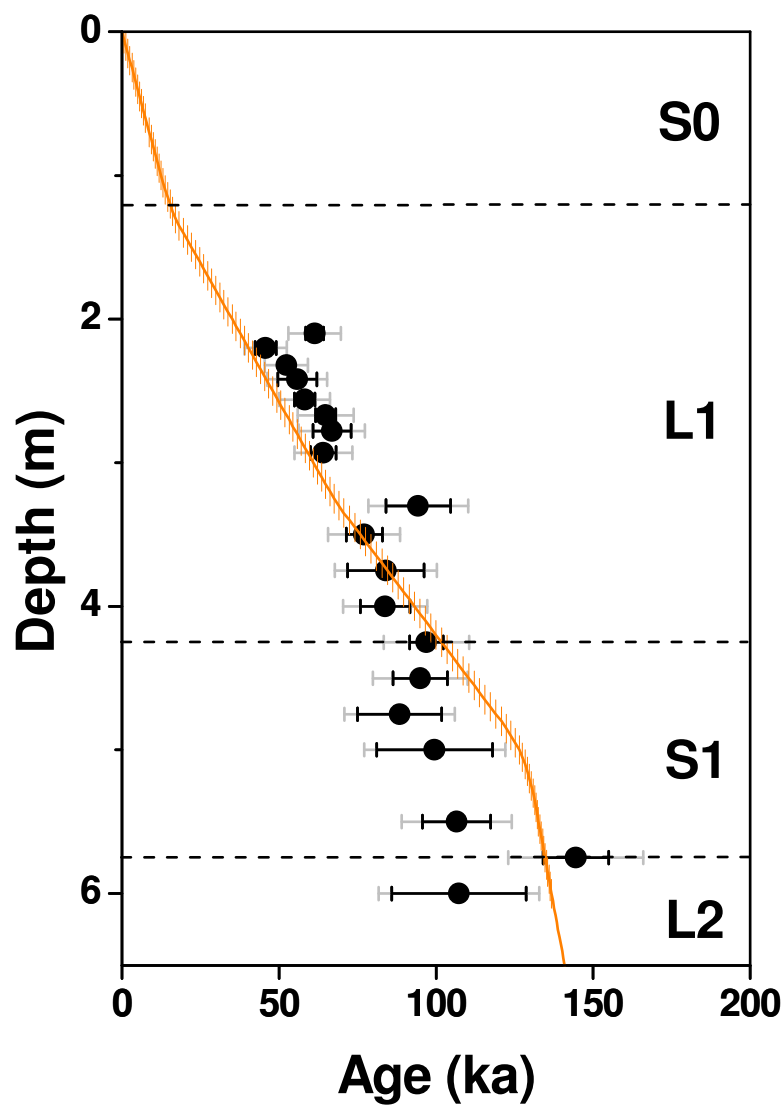


Figura 9: Rezumat al vârstelor OSL obținute în funcție de adâncime; modelul magnetic vârstă-adâncime este reprezentat prin linie continuă cu o eroare de ± 10 cm pentru corelarea secțiunii investigate în acest studiu cu cea pentru care modelul a fost propus (Necula și Panaiotu, 2008).

Pentru probele recoltate din stratul de sol S1 (MST 13-18) se poate observa o anumită împrăștiere a vârstelor. Aceasta nu este însă mai mare decât cea așteptată din erorile aleatorii asociate cu aceste vârste (6-19 %). Ea poate indica influența unor procese de pedogenează.

Vârstele SAR-OSL confirmă poziția cronostratigrafică a palaeosolului S1, prin corelarea cu MIS 5, în acord cu cronologia IRSL obținută de Balescu *et al.* (2010) pentru această secțiune.

În general, vârstele OSL permit corelarea dintre secțiunea Mostiștea și cea de la Mircea Vodă (Timar *et al.*, 2010 și 2011). Pentru ambele secțiuni, L1/S1 reprezintă ultimul ciclu glaciari/interglaciari. De asemenea, pentru secțiunea studiată, depunerea leosului din stratul L1 pare să fi variat, viteza de sedimentare fiind mai mică (~2.9 cm/ka) între 45-70 ka și mai crescută (~7.2 cm/ka) între 70 și 90 ka. O schimbare în rata de sedimentare a fost observată și pentru secțiunea de la Mircea Vodă, însă de o mai mare amploare (Timar *et al.*, 2011).

În concluzie, vârstele obținute confirmă cronostratigrafia secțiunii de loess de la Mostiștea conform studiilor anterioare IRSL și palaeomagnetism. Aceste studii contrastează cu cronologia propusă de Conea (1969) pentru depozitele din SE României. Astfel palaeosolul S1 nu mai poate fi considerat drept un interstadial din timpul ultimei perioade glaciare. Prin extrapolare acest lucru este valabil și pentru S2.

5. Datarea leosului din România folosind o combinație de semnale IRSL și post-IR OSL

Pentru a investiga potențialul de datare al feldspațiilor, vom documenta caracteristicile luminescente și vârstele obținute pentru granule fine poliminerale (4-11 μm) extrase din secțiunea de loess de la Mircea Vodă. Profitând de avantajul pe care feldspații îl au față de cuarț și anume de a fi sensibili la stimularea în infraroșu (IR), vom obține semnale luminescente din componenta feldspatică a amestecului de minerale investigat. De asemenea, vom utiliza și o stimulare în albastru pentru a obține semnale luminescente din granulele de cuarț. Așadar pentru determinarea dozelor echivalente se va folosi un protocol „SAR-dublu” (Banerjee *et al.*, 2001; Roberts and Wintle, 2001). Această abordare oferă următoarele avantaje: (i) poate duce la obținerea de vârste corecte evitând etapa de separare chimică a mineralelor din partea de preparare a probelor și (ii) vârstele IRSL obținute din feldspat pot oferi un control independent pentru vârstele OSL obținute anterior pentru cuarț fin.

Secțiunea de loess de la Mircea Vodă este una dintre cele mai complete și detaliate arhive palaeoclimatice din România (vezi Secțiunea 1). Douăsprezece probe au fost recoltate din straturile de loess corespunzătoare ultimelor patru perioade glaciare. Nouă probe (GLL-071801 to -09) au fost colectate din stratul L1, în timp ce din următoarele trei straturi L2, L3 și L4 a fost

recoltată câte o probă. O descriere completă a acestei secțiuni și a probelor recoltate este dată de Timar et al. (2010; 2011).

Am folosit material arhivat sub formă de granule poliminerale fine (4-11 μm) extrase din probele investigate anterior de Timar et al. (2010). Frațiunea 4-11 μm a fost izolată prin tehnici convenționale de preparare a probelor (Lang et al., 1996; Frechen et al., 1996), iar alicotele au fost pregătite prin decantarea a 2 mg/ml suspensie în acetona pe discuri de aluminiu.

Măsurătorile de luminiscentă au fost efectuate folosind un aparat de tipul Risø TL/OSL-DA-12 echipat cu diode laser IR (830 \pm 10 nm; Bøtter-Jensen and Murray, 1999) și diode LED albastre (470 \pm 30 nm; Bøtter-Jensen et al., 1999). Emisia în ultraviolet (UV) a semnalelor luminescente a fost detectată printr-un filtru Hoya U-340 cu o grosime de 7.5 mm.

Protocolul SAR-dublu (Banerjee et al., 2001; Roberts and Wintle, 2001) permite determinarea a două seturi de doze echivalente, una bazată pe componenta feldspatică stimulată în IR (IRSL), iar a doua este axată pe componenta de cuarț prin stimulare în albastru (post-IR OSL). Tabelul 1 prezintă pașii de stimulare și parametrii protocolului folosiți în această lucrare.

1. Dose	
2. Preheat to 240 °C, for 10 s	
3. IRSL, 100 s at 125 °C	$\rightarrow L_{x, \text{IRSL}}$
4. OSL, 100 s at 125 °C	$\rightarrow L_{x, \text{post-IR OSL}}$
5. Test dose	
6. Cutheat to 180 °C	
7. IRSL, 100 s at 125 °C	$\rightarrow T_{x, \text{IRSL}}$
8. OSL, 100 s at 125 °C	$\rightarrow T_{x, \text{post-IR OSL}}$
9. OSL, 40 s at 280 °C	

Tabel 1: Protocolul SAR-dublu

Figura 10 prezintă curbe de răspuns la doză, reprezentative pentru semnalele IRSL și post-IR OSL. În ambele cazuri semnalul natural este mult sub nivelul de saturație al curbelor. Fig. 10 arată, de asemenea, că schimbările de sensibilitate ce au loc de-a lungul ciclurilor SAR sunt corectate (raportul de reciclare este între 0.9 și 1.1), iar curbele trec foarte aproape de

origine (indicând o recuperare neglijabilă a semnalului). Insetul din Fig. 10 prezintă semnale IRSL și post-IR OSL reprezentative împreună cu un semnal OSL obținut pe cuarț de calibrare. Semnalul post-IR OSL are o scădere mult mai lentă față de semnalul OSL din cuarțul de calibrare. Acest lucru ar putea indica o contribuție semnificativă din componenta feldspatică care persistă în semnalul post-IR OSL.

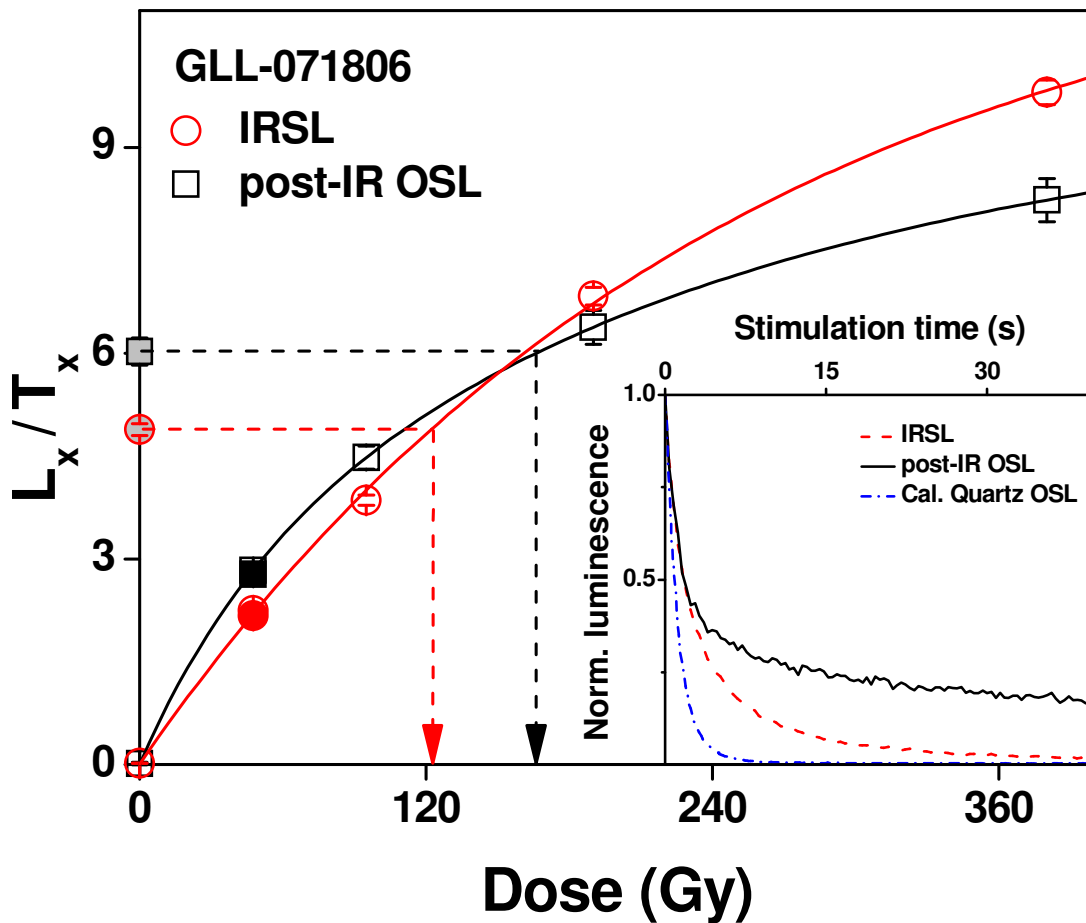


Figura 10: Curbe de răspuns la doză pentru semnalul IRSL (cercuri) și post-IR OSL (pătrate) pentru o alicotă din proba GLL-071806. Graficul inserat arată semnale IRSL și post-IR OSL reprezentative pentru granulele fine poliminerale investigate (obținute pe o alicotă din proba GLL-071802).

Aplicabilitatea protocolului SAR-dublu în datarea loessului din România folosind granule poliminerale fine este evaluată prin teste de laborator. Raportul de reciclare a dozei, recuperarea

semnalului și testul de recuperare a dozei (Fig. 11) susțin utilizarea acestui protocol pentru determinarea dozelor echivalente atât cu semnale IRSL cât și post-IR OSL.

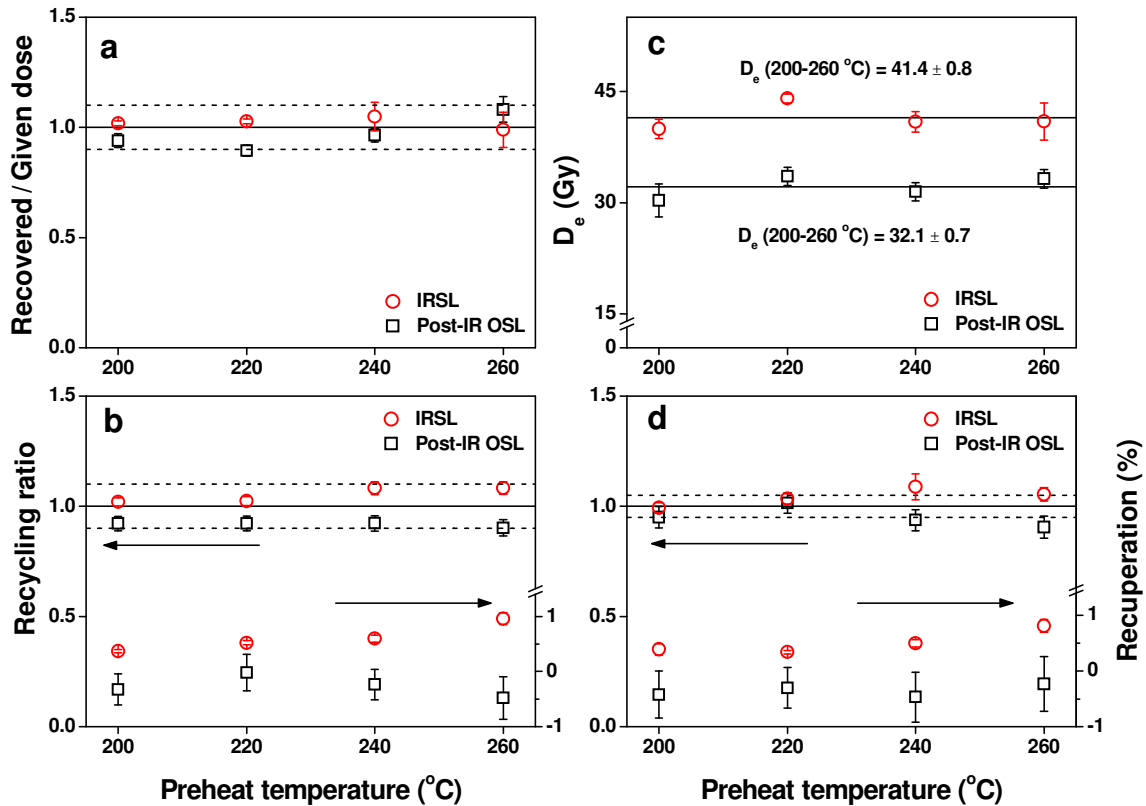


Figura 11: (a) Variația raportului doză recuperată/doză dată în funcție de temperatura de preîncălzire pentru proba GLL-071802. (b) Rapoarte de reciclare și recuperarea semnalului corespunzătoare rezultatelor prezentate în (a). (c) Variația dozei echivalente (D_e) în funcție de temperatura de preîncălzire pentru proba GLL-071802. (d) Rapoarte de reciclare și recuperarea semnalului corespunzătoare rezultatelor prezentate în (c).

Ambele semnale însă, sunt afectate de fading anormal, impunându-se astfel corecția vârstelor determinate.

Întrucât semnalul post-IR OSL prezintă o rată semnificativă de fading, considerăm că stimularea în IR ce precede stimularea în albastru nu reduce contribuția feldpaților la un nivel neglijabil. Acest lucru era prognozat și de forma semnalului post-IR OSL în comparație cu cuarțul fin de calibrare (Fig. 10). Studii anterioare au arătat prezența semnalelor OSL din

feldspați în urma stimulării în IR (Duller and Bøtter-Jensen, 1993; Roberts, 2007; Kim et al., 2009).

Pentru probele superioare (GLL-071801 și -02), vârstele IRSL corectate pentru fading sunt mult mai mari față de cele post-IR OSL corectate pentru fading (Fig. 11). Acestea din urmă, însă, sunt în acord perfect cu vârstele OSL obținute anterior pe cuarț fin. Aceste două probe au fost recoltate din partea superioară a stratului de loess L1, ce poate fi afectată de procese de pedogeneză ce au avut loc după depunerea sedimentelor (de exemplu: bioturbație) în timpul Holocenului. Astfel, această aparentă inconsistență poate reflecta o ștergere incompletă a semnalului IRSL în timpul unor astfel de procese; de asemenea, este bine cunoscut faptul că semnalele IRSL din feldspat sunt șterse mai greu decât cele OSL din cuarț (Thomsen et al., 2008).

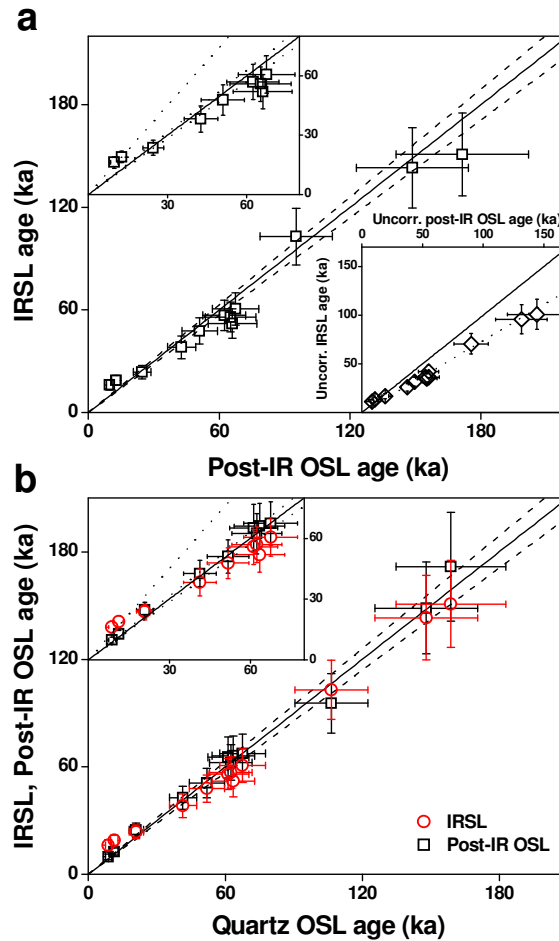


Figura 12: (a) Comparație între vârstele IRSL și cele post-IR OSL, ambele corectate pentru fading. (b) Comparare între vârstele prezentate în (a) și cele obținute pe cuarț de Timar et al. (2010).

Pentru restul probelor investigate, vârstele IRSL sunt în bun acord cu cele post-IR OSL (Fig. 12a), ambele tipuri fiind corectate pentru fading. Acest lucru este cu atât mai important cu cât ambele semnale sunt afectate în mod diferit de fading (vezi Fig. 12a; inset inferior). Mai mult, întregul set de vârste post-IR OSL este în bun acord cu cele obținute anterior de Timar et al. (2010) folosind semnale OSL din cuarț fin. Concordanța generală între vârstele obținute din diferite tipuri de minerale (feldspați și cuarț) crește încrederea în vârstele oferite de granulele fine, cel puțin pentru probele colectate din stratul de loess L1. Astfel, ele susțin corelarea palaeosolului slab dezvoltat din stratul L1 cu Stadiul Izotopic Marin 3 (MIS 3).

Vârstele OSL obținute pe cuarț pentru probele colectate din straturile de loess L2, L3 și L4 au fost interpretate drept subestimări ale vârstei adevărate (Timar et al., 2010). Acordul dintre acestea și cele IRSL corectate pentru fading nu contribuie la întărirea veridicității niciunuia dintre aceste tipuri de vârste. Aceasta deoarece metoda de corecție pentru fading este considerată validă doar pentru probele pentru care semnalul natural corespunde regiunii liniare a curbei de creștere (Huntley and Lamothe, 2001), condiție nesatisfăcută pentru aceste probe. Astfel ambele seturi de vârste sunt interpretate drept subestimări ale vârstei adevărate, iar acordul dintre ele o coincidență.

Acordul excelent dintre vârstele post-IR OSL (corectate pentru fading) și cele OSL obținute pe cuarț (Fig. 12b) sugerează posibila eliminare a separării chimice a fracțiunii de cuarț fin din amestecul de minerale, pentru a obține vârste luminescente corecte pentru loess din România. Un rezultat similar a fost obținut de Schmidt (2010) folosind granule fine poliminerală extrase din loess din Serbia.

Aceste rezultate nu susțin în mod deosebit faptul că semnalele OSL din cuarțul grosier conduc la vârste eronate. Acuratețea datării luminescente prin semnale OSL și protocol SAR a fost demonstrată pentru sedimente grosiere din diferite părți ale lumii (de exemplu Murray and Olley, 2002). Discrepanța observată de Timar et al. (2011) poate reflecta un fenomen necunoscut în producerea semnalelor OSL și/sau procese necunoscute în modul de formare sau preservare a loessului.

În concluzie, aplicarea protocolului dublu-SAR pentru granule poliminerale fine oferă o alternativă viabilă pentru datarea loessului din România, prin evitarea separării chimice a cuarțului fin. Semnalele IRSL și post-IR OSL prezintă însă fading anormal, iar vârstele obținute din aceste semnale sunt dependente de modul de corecție pentru fading. Acordul obținut pentru vârstele obținute pe feldspat (IRSL), cuarț (OSL) și/sau amestecul lor (post-IR OSL) crește încrederea în rezultatele obținute. Aceste rezultate sugerează limitarea aplicării protocolului dublu-SAR la material depus în timpul ultimei perioade glaciare.

6. Datarea loessului din România utilizând proceduri IRSL convenționale

Folosind o procedură IRSL convențională, semnalele luminescente sunt investigate printr-un protocol de tip SAR (single-aliquot regenerative-dose) folosind stimulare în IR la o temperatură de 50 °C și detecție în albastru. Este urmărită influența temperaturii de preîncălzire asupra capacității de recuperare a dozei, a dozei echivalente, ratelor de fading și a vârstelor corectate pentru fading. Vârstele obținute folosind atât preîncălziri la temperaturi joase cât și la temperaturi înalte sunt comparate cu vârstele obținute anterior folosind cuarț. Mai mult, sunt efectuate experimente de tip călire în pulsuri și stimulări combinate în IR, dar și termice (TL) pentru investigarea stabilității termice și originii semnalelor.

Măsurătorile de luminiscentă au fost efectuate cu ajutorul unui aparat de tip Risø TL/OSL-DA-15. Pentru stimularea în infraroșu aparatul este dotat cu LED-uri ce emit la ~ 875 nm iar semnalele IRSL au fost detectate printr-o combinație de filtre BG39/Corning 7-59 (320 – 460 nm; Bøtter-Jensen et al. 2003). Protocolul SAR-IRSL include o stimulare cu diode IR cu o durată de 100 s la 50 °C, același tratament termic fiind aplicat atât înaintea măsurării răspunsului la doza regenerativă cât și la doza test (Huot and Lamothe, 2003; Blair et al., 2005). Mărimea dozei test a fost de 10 Gy în toate experimentele. După fiecare măsurătoare a semnalului dat de doza test a urmat o stimulare în IR pentru 40 s la 290 °C. Semnalele luminescente folosite în calcul au fost integrate din primele 1.2 s de stimulare, ultimele 10 s fiind utilizate pentru corecția de fond.

Figura 13 prezintă o curbă de creștere reprezentativă obținută pe o alicotă din proba GLL-071806. Forma curbei este bine reprezentată prin suma a două funcții exponențiale. În acest exemplu, semnalul natural este mult sub nivelul de saturație al curbei, lucru valabil pentru toate

probele investigate. În figura 13 este prezentat de asemenea și comportamentul general al probelor în protocolul SAR. Schimbările de sensibilitate ce au loc în timpul ciclurilor SAR sunt corectate cu succes lucru indicat de capacitatea de re-măsurare a unei doze de pe curba de creștere (Fig. 13, triunghiuri). Curba de creștere trece aproape de origine demonstrând că recuperarea semnalului este neglijabilă (Fig. 13, cerc).

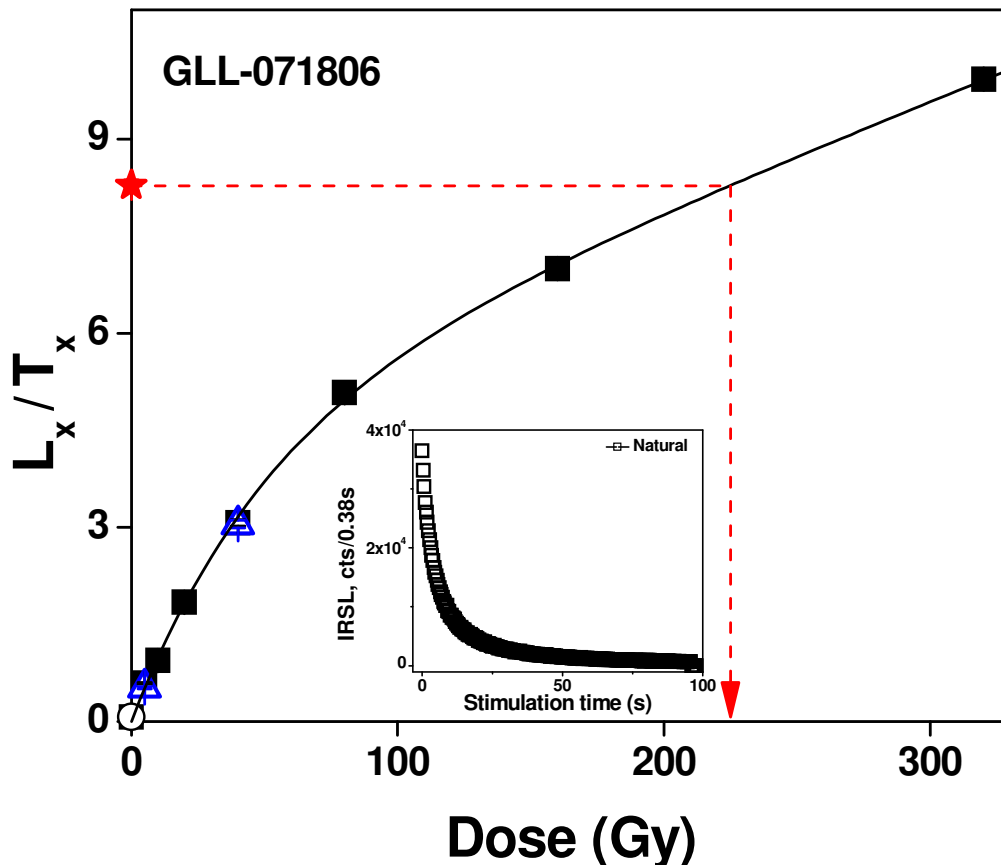


Figura 13: Exemplul unei curbe de creștere SAR pentru o alicotă din proba GLL-071806. S-a folosit o preîncălzire de 60 s la 250 °C. Semnalul natural corectat L_x/T_x este reprezentat printr-o stea; punctele de reciclare sunt reprezentate prin triunghiuri, iar punctul de recuperare printr-un cerc. Graficul inserat prezintă un exemplu de semnal IRSL natural.

Deși studii recente ce utilizează semnale IRSL din feldspați potasici arată o stabilitate termică a semnalelor până la o temperatură de ~ 230 °C (Murray et al., 2009), testele efectuate arată că semnalele obținute din granulele poliminerale fine investigate pot proveni din surse

instabile caracterizate de temperaturi joase. Astfel, semnalele TL regenerate prezintă multiple componente la temperaturi joase (Fig. 14).

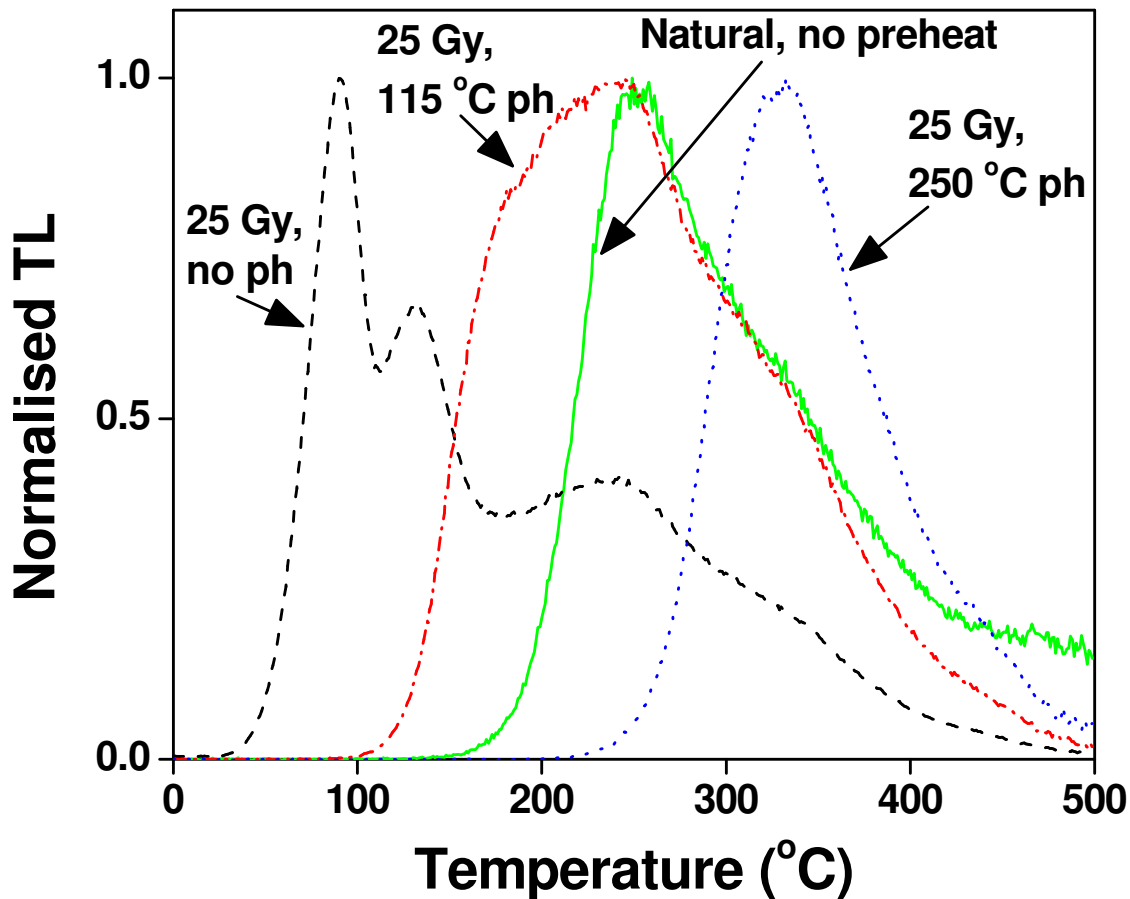


Figura 14: Semnale TL normate la intensitatea maximă. Toate semnalele au fost măsurate pe o singură alicotă din GLL-071801: natural fără preîncălzire (linie continuă), semnal regenerat (25 Gy) fără preîncălzire (linie întreruptă), semnal regenerat (25 Gy) cu preîncălzire la 115 °C pentru 60 s (linie-punct) și semnal regenerat (25 Gy) cu preîncălzire la 250 °C pentru 60 s (linie punctată).

Stimulările combinate IR/TL indică incapacitatea preîncălzirilor la temperaturi joase (cum ar fi 115 °C) de a elimina complet toate componentele instabile termic din semnalul regenerat (Fig. 15).

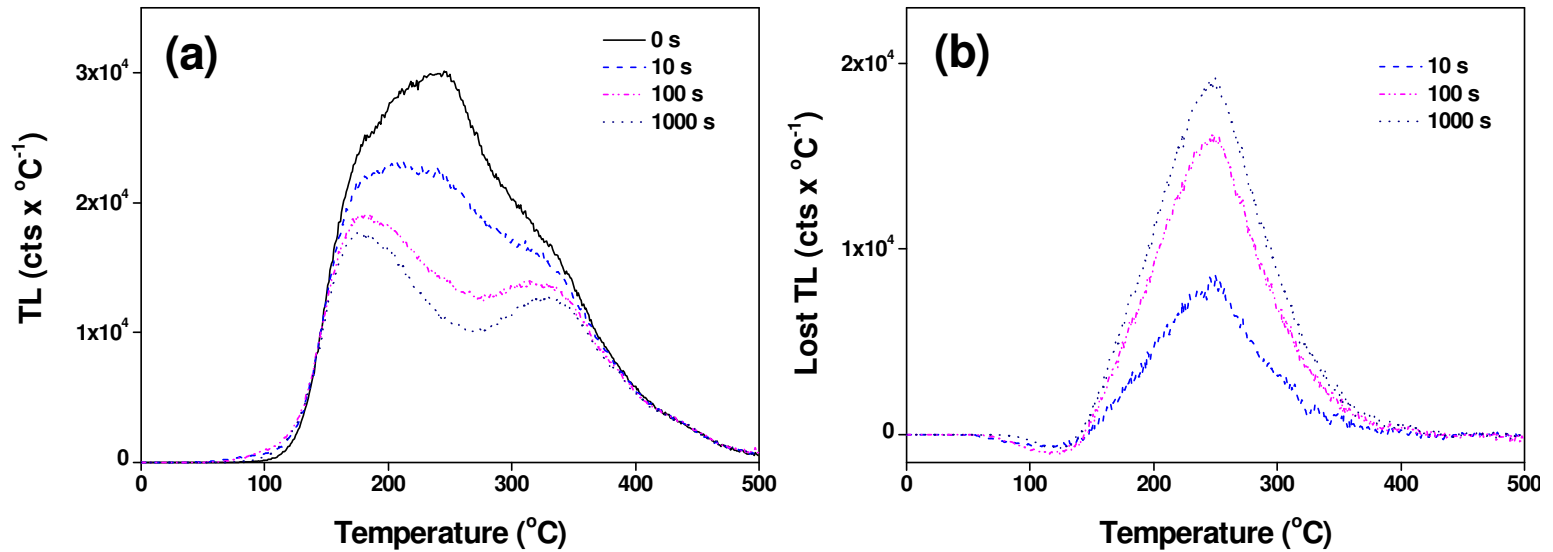


Figura 15: (a) efectul stimulării IR asupra semnalelor TL. O alicotă de granule poliminerale fine din proba GLL-071801 a fost încălzită (la 500 °C) și iradiată (25 Gy) în mod repetat până la obținerea unui semnal TL stabil. S-a administrat apoi o doză de 25 Gy și o preîncălzire la 115 °C pentru 60 s. Semnalul TL a fost măsurat după expuneri la lumină IR cu durate diferite (0, 2, 4, 10, 40, 100, 200, 500 și 1000 s). Fondul a fost scăzut folosind un al doilea semnal TL, măsurat imediat după primul. Măsurătorile de 0, 4 și 40 s au fost repetate obținându-se rezultate reproductibile. (b) Semnalul TL pierdut în urma stimulării în IR. Curbele au fost obținute prin scăderea semnalelor TL după expunerea la lumina IR din semnalul TL observat fără o stimulare IR anterioară.

Totodată, experimentele de călire în pulsuri arată că aceste componente instabile pot influența stabilitatea termică a semnalului IRSL (Fig. 16). Această contribuție nu va avea loc în cazul semnalelor naturale datorită timpului de viață redus al capcanelor asociate (Strickertsson, 1988), dar vor apărea în semnalele regenerate. Li și Wintle (1992) au ajuns la o concluzie similară pentru granule poliminerale fine extrase din loess chinezesc.

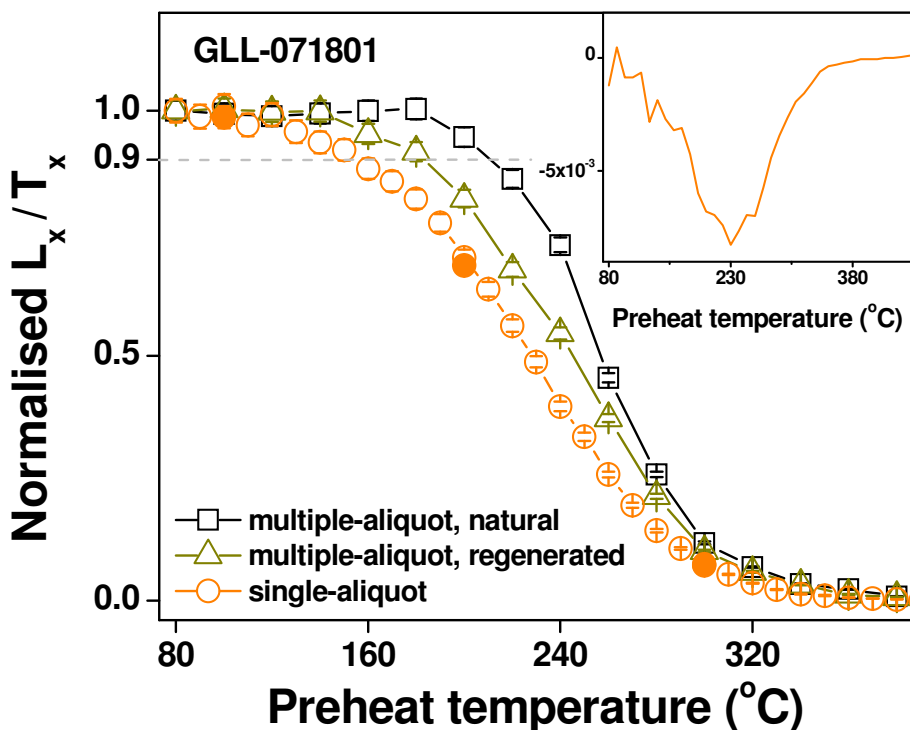


Figura 16: Caracteristici de călire în pulsuri reprezentând variația semnalului IRSL cu temperatura de preîncălzire. Linia întreruptă indică reducerea cu 10 % a semnalului IRSL. Graficul inserat arată derivata de ordinul întâi a datelor obținute folosind o singură alicotă.

Astfel, dependența dozelor echivalente față de temperatura de preîncălzire (Fig. 17), și totodată, subestimarea vârstei prin folosirea unei preîncălziri joase (Fig 19) sunt determinate de contribuții instabile la semnalul IRSL. În sprijinul acestor interpretări vin observații similare efectuate pe loess din Serbia în cadrul acestui studiu, dar și cele cuprinse în studii recente ale lui Schmidt et al. (2010 and 2011).

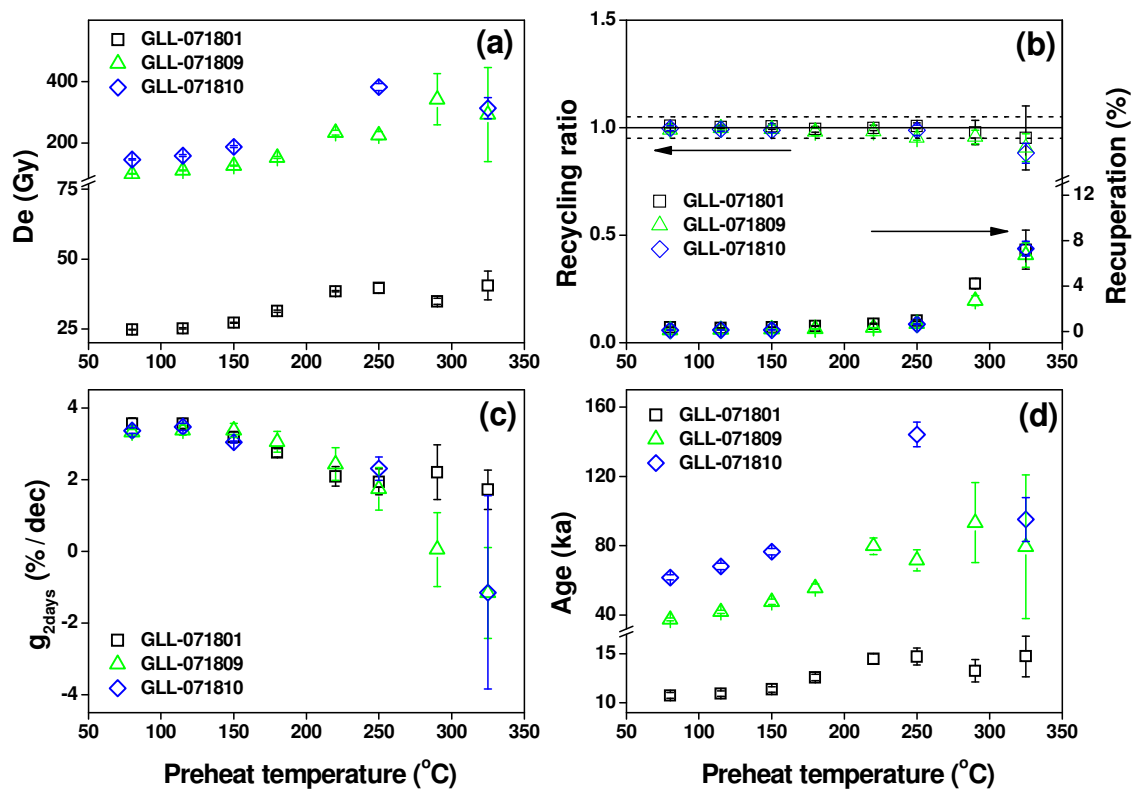


Figura 17: Încălțirea temperaturii de preîncălțire asupra: (a) dozei echivalente; (b) raportului de reciclare și a recuperării semnalului pentru alicotele măsurate în (a); (c) ratei de fading (g_{2days}) și (d) vârstelor corectate pentru fading.

Necesitatea unei temperaturi ridicate de preîncălțire (de exemplu 210-230 °C) pentru înlăturarea componentelor instabile a fost propusă în mai multe studii anterioare efectuate atât pe semnale TL cât și IRSL (Wintle, 1985; Li, 1991 sau Duller, 1994). Un număr semnificativ de studii anterioare au aplicat o preîncălțire la 250 °C cu o durată de 60 s (de exemplu Huot and Lamothe, 2003; Buylaert et al., 2007).

În cazul nostru, experimentele de recuperare a dozei folosind o preîncălțire la 250 °C de 60 s indică existența unor schimbări inițiale de sensibilitate pe care protocolul SAR nu le poate corecta (Fig. 18).

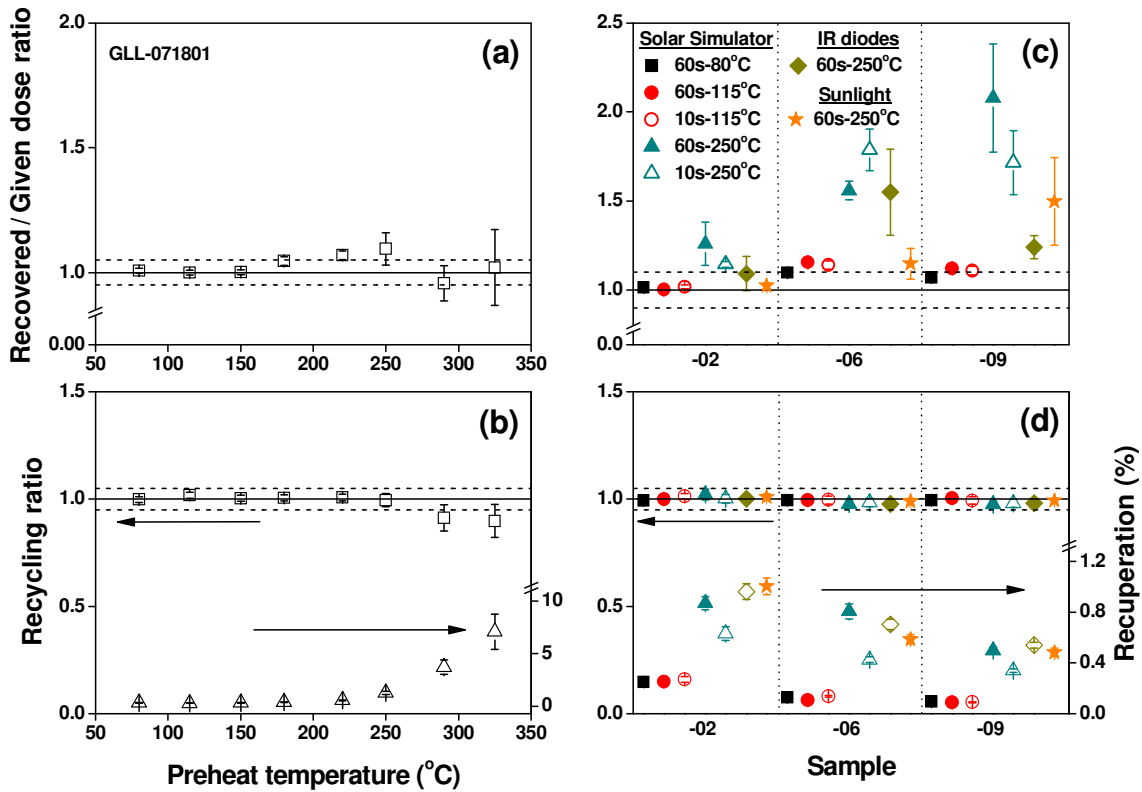


Figura 18: (a) Dependența recuperării dozei de temperatură de preîncălzire pentru GLL-071801. (b) Raportul de reciclare și recuperarea semnalului corespunzătoare rezultatelor din (a). (c) rezultatele testului de recuperare a dozei pentru probele GLL-071802, -06 și -09 folosind trei temperaturi de preîncălzire (80, 115 și 250 °C). (d) Rapoartele de reciclare și recuperarea semnalului corespunzătoare rezultatelor din (c).

Totuși vârstele obținute folosind acest tratament termic, corectate pentru fading sunt în concordanță cu vârste obținute anterior folosind cuarț, pentru probe recoltate din stratul de loess superior L1 (Fig. 19). Mai mult, determinarea unor vârste IRSL mai mari pentru probele colectate din straturile de loess mai adânci nu este o surpriză, întrucât vârstele obținute pentru cuarț corespunzătoare acestor probe au fost interpretate drept subestimări (Timar et al., 2010). Observând faptul că recuperarea dozei este influențată de procedeul prin care se șterge semnalul, concordanța de vârste IRSL-OSL ar putea fi adevărată (nu un artefact de laborator).

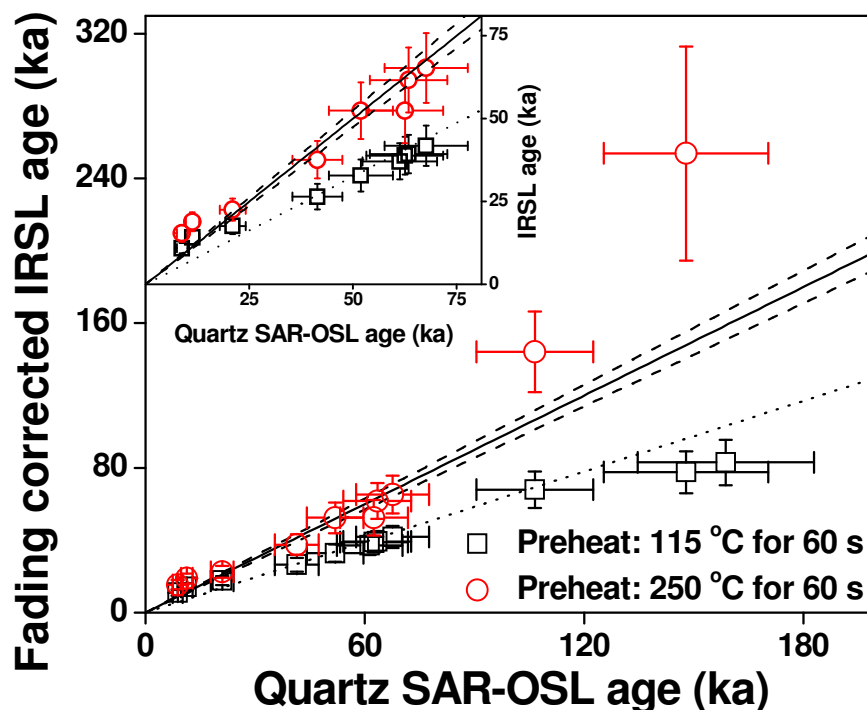


Figura 19: Comparație între vârstele IRSL corectate pentru fading și cele OSL obșnuite pe cuarț fin de Timar et al. (2010). Fiecare punct este media a minim 3 alicote măsurate pentru fiecare probă. Graficul inserat indică rezultatele obținute pentru probele colectate din stratul de loess L1.

Discrepanța observată între rezultatele testului de recuperare a dozei în funcție de temperatura de preîncălzire și metoda de ștergere a semnalului necesită viitoare investigații. Este subliniată însă importanța testului de recuperare a dozei ca indicator al performanțelor protocolului aplicat.

În acest stadiu al investigațiilor noastre folosind abordarea convențională de măsurare a semnalelor IRSL, cronologia secțiunii de loess de la Mircea Vodă nu este îmbunătățită. Vârstele obținute pe granule polimineral fine sunt afectate fie de instabilitate termică, schimbări inițiale de sensibilitate sau o combinație a acestora.

Prin investigații ulterioare, folosind procedeul post-IR IRSL recent propus, ce implică stimularea la temperaturi ridicate, se speră obținerea unei soluții pentru discrepanța de vârstă dintre fracțiunile de cuarț investigate de Timar et al. (2011).

7. Testarea potențialului semnalelor post-IR IRSL pentru datarea loessului din România

În acest studiu urmărim testarea potențialul semnalelor IRSL obținute prin stimulare la temperaturi ridicate folosind un protocol post-IR IRSL SAR. Caracteristicile luminescente ale semnalelor IRSL și post-IR IRSL sunt documentate folosind două combinații preîncălzire / temperatură de stimulare într-o metodologie de tip SAR. Sunt prezentate caracteristicile răspunsului la doză împreună cu teste de laborator și măsurători de fading. În final, vârstele obținute folosind semnale post-IR IRSL stimulate la temperaturi ridicate sunt discutate în comparație cu vârstele obținute atât cu semnale IRSL convenționale măsurate la 50 °C, dar și cu cele obținute pe cuarț cu semnale OSL.

Am utilizat opt probe, considerate reprezentative pentru secțiunea de loess de la Mircea Vodă: cinci probe (GLL-071802, -03, -06, -07, -09) colectate din stratul de loess superior (L1), iar trei probe (GLL-071810, -12, -13) colectate din straturile de dedesubt, respective L2, L3 și L4.

Toate măsurătorile de luminiscentă au fost efectuate folosind un aparat tip Risø TL/OSL-DA-15. Stimularea în infraroșu a fost efectuată cu LED-uri IR ce emit la 875 nm (Bøtter-Jensen et al. 2003) , iar semnalele IRSL au fost detectate prin filtru Schott BG39/Corning 7-59 ce permite luminii între 320 și 450 nm (Thomsen et al., 2008).

Semnalele post-IR IRSL au fost documentate folosind un protocol SAR adaptat (Tabel 2) bazat pe cel dezvoltat pentru cuarț de către Murray and Wintle (2000). Au fost utilizate două combinații preîncălzire-temperatură de stimulare post-IR IRSL. În prima, tratamentul de preîncălzire de 60 s la 250 °C a fost urmat de o stimulare IR de 100 s la 50 °C (IR₅₀) și de o stimulare de 100 s la 225 °C (post-IR IR₂₂₅). Acest protocol este identic cu cel folosit de Buylaert et al. (2009), care l-a aplicat pentru diferite tipuri de feldspat sedimentar. Al doilea protocol post-IR IRSL a inclus o preîncălzire de 60 s la 325 °C și o stimulare post-IR IR la o temperatură de 300 °C (post-IR IR₃₀₀). Acest protocol este similar celui folosit de Thiel et al. (2011) care a ales o temperatură de preîncălzire de 320 °C și o temperatură de stimulare post-IR IR de 290 °C (cu o durată de 100 s) în studiul unor probe de loess din Austria. Acest protocol a fost folosit și de Stevens et al. (2011) pe baza căruia a obținut vârste post-IR IR mai mari decât vârstele obținute pentru cuarț extras din aceeași fracțiune fină de loess din Bazinul Carpaților. În studiul nostru tratamentul de preîncălzire este cu 25 °C mai mare față de temperatura de stimulare a semnalelor post-IR IRSL pentru a înlătura semnalul TL ce ar fi observat în caz contrar. De asemenea, am

folosit aceeași temperatură de preîncălzire atât pentru măsurarea răspunsului la doza regenerativă cât și pentru măsurarea dozei test (Huot and Lamothe, 2003; Blair et al., 2005). Pentru a reduce recuperarea semnalului, fiecare măsurătoare a răspunsului la doza test a fost urmată de o stimulare în IR la o temperatură ridicată (Murray and Wintle, 2003) efectuată cu LED-uri IR pentru 40 s la 290 °C sau 340 °C. Semnalele utilizate în calcule (IR_{50} and post-IR IR_T) au fost integrate din primele 1.2 s de stimulare pentru care s-a scăzut fondul evaluat din ultimele 10 s de stimulare.

Protocolul SAR	Temperatura variabilă	IRSL măsurat
1. Iradiere		
2. Preîncălzire, 60 s	250 sau 325 °C	
3. IRSL, 100 s la 50 °C		IR_{50}
4. IRSL, 100 s → L_x	225 sau 300 °C	post-IR IR_T
5. Doza test		
6. Preîncălzire, 60 s	250 sau 325 °C	
7. IRSL, 100 s la 50 °C		IR_{50}
8. IRSL, 100 s → T_x	225 sau 300 °C	post-IR IR_T
9. IRSL, 40 s	290 sau 340 °C	
10. Revenire pas 1.		

Tabel 2: Protocolul SAR utilizat în măsurarea semnalelor IRSL și post-IR IRSL.

Semnale reprezentative pentru stimulări IR_{50} și post-IR IR_T sunt prezentate în Fig. 20. Intensitatea semnalului IR_{50} obținut după o preîncălzire la 250 °C este puțin mai mică față de cea a semnalului post-IR IR_{225} (Fig. 20a); acest lucru contrastează cu observațiile lui Buylaert et al. (2009), care a obținut, pentru toate probele investigate, un semnal post-IR IR_{225} de ~ 2.5 ori mai intens decât semnalul IRSL la 50 °C. De cealaltă parte, intensitatea semnalului post-IR IR_{300} este mult mai mare față de intensitatea semnalului IR_{50} măsurat după o preîncălzire la 325 °C (Fig. 20b). Aceasta se datorează eroziunii termice determinate de preîncălzirea la 325°C timp de 100 s.

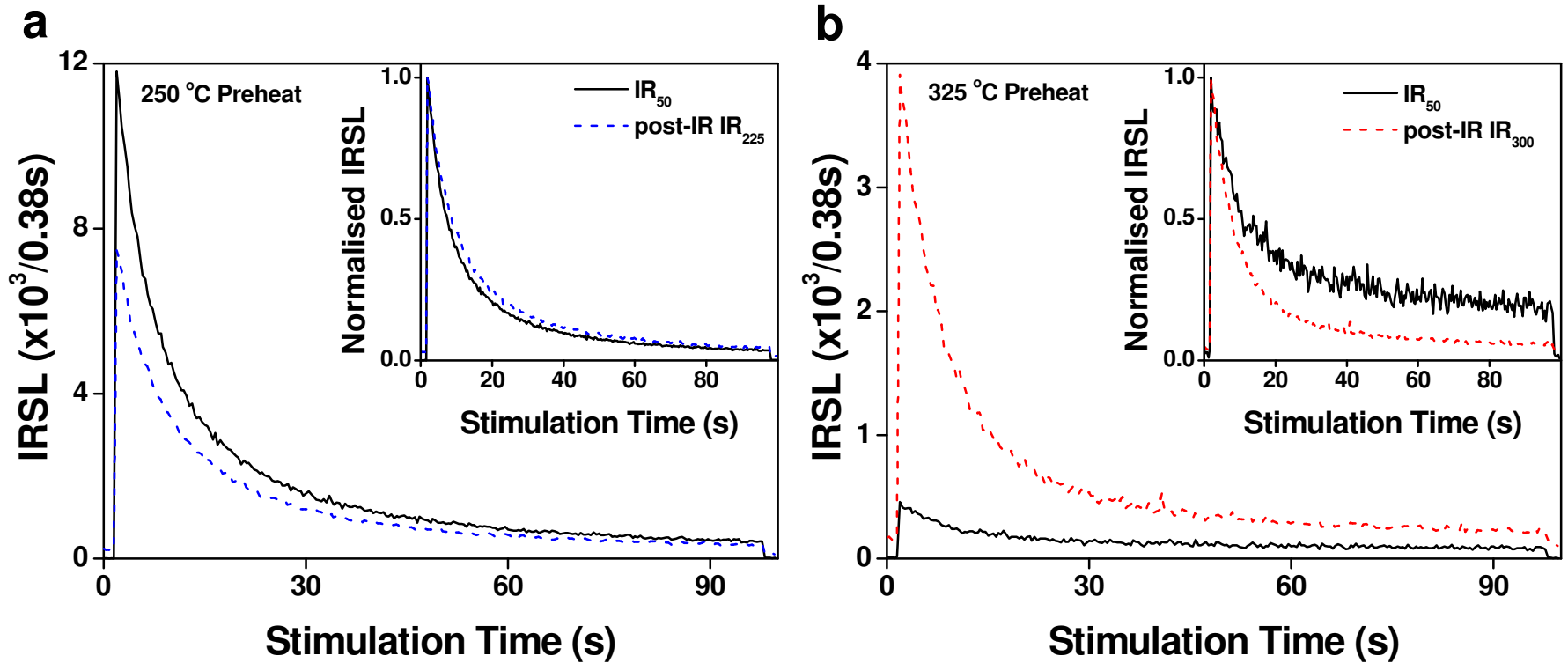


Figura 20: Semnale reprezentative pentru (a) IR₅₀ și post-IR IR₂₂₅ (măsurate după o preîncălzire la 250 °C) și (b) IR₅₀ și post-IR IR₃₀₀ (măsurate după o preîncălzire la 325 °C). Inserările d în (a) și (b) arată aceleași semnale normate la intensitatea maximă.

Semnalul post-IR IR_{225} trece cu succes testele de performanță ale protocolului SAR, respectiv raportul de reciclare, recuperarea semnalului și recuperarea dozei (Tabel 3). Ratele de fading măsurate pentru acest semnal sunt semnificativ mai mici față de cele obținute pentru semnalul IR_{50} (Tabel 4), rezultate similare cu cele ale lui Buylaert et al. (2009) și Thiel et al. (2010). Astfel, semnalul post-IR IR_{225} apare potrivit pentru datarea probelor investigate. De asemenea, s-au observat atât semnale naturale cât și induse în laborator în regiunea de saturație a curbelor de creștere (Fig. 21). Acest lucru indică faptul ca fadingul observat ar putea fi indus în mod artificial, înlăturându-se astfel necesitatea corecțiilor pentru fading. O observație similară a fost făcută recent de Thiel et al. (2011) folosind un semnal post-IR IR_T stimulat la $290\text{ }^{\circ}\text{C}$.

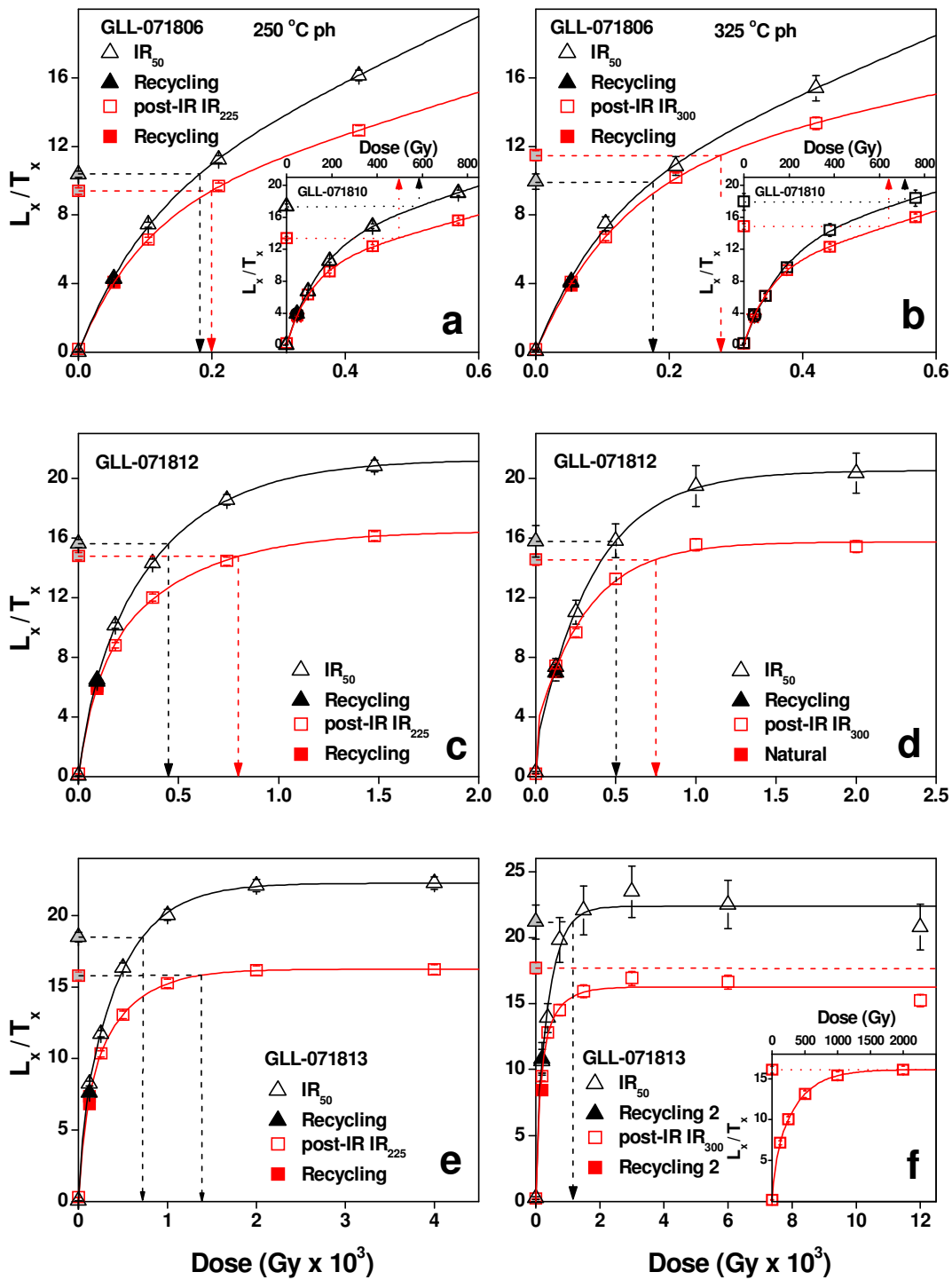


Figura 21: Exemple de curbe de creștere pentru semnalele obținute prin cele două variante ale protocolului SAR utilizate: IR₅₀ și post-IR IR₂₂₅ (a,c,e); IR₅₀ și post-IR IR₃₀₀ (b,d,f). Semnalele au fost măsurate folosind alicote din probe recoltate din diferite straturi de loess: GLL-071806 (a,b); GLL-071810 (insets în a și b); GLL-071812 (c,d) și GLL-071813 (e,f).

Loess Unit	Sample	Depth (m)	IRSL signal	Recycling ratio	Given dose (Gy)	Recovered/ given dose	Residual dose (Gy)	
L1	GLL-071802 n=3	1.05	post-IR IR ₂₂₅	0.99 ± 0.02	50	0.99 ± 0.03	3.8 ± 0.3	
			IR ₅₀	1.01 ± 0.02		1.06 ± 0.02	1.6 ± 0.1	
			post-IR IR ₃₀₀	1.02 ± 0.03	50	0.95 ± 0.08	11.3 ± 0.3	
			IR ₅₀	0.96 ± 0.09		1.08 ± 0.16	5.5 ± 0.5	
	GLL-071803 n=6	1.30	post-IR IR ₂₂₅	0.98 ± 0.01				
			IR ₅₀	1.01 ± 0.01				
			post-IR IR ₃₀₀	0.99 ± 0.02				
			IR ₅₀	1.01 ± 0.05				
	GLL-071806 n=6	2.80	post-IR IR ₂₂₅	0.96 ± 0.01	210		1.00 ± 0.05	9.9 ± 0.3
			IR ₅₀	0.96 ± 0.01			1.43 ± 0.25	2.9 ± 0.1
			post-IR IR ₃₀₀	0.93 ± 0.03	210		1.03 ± 0.05	23.8 ± 1.0
			IR ₅₀	0.96 ± 0.07			0.80 ± 0.11	10.2 ± 1.6
GLL-071807 n=6	3.75	post-IR IR ₂₂₅	0.97 ± 0.01					
		IR ₅₀	0.97 ± 0.01					
		post-IR IR ₃₀₀	0.96 ± 0.02					
		IR ₅₀	0.95 ± 0.05					
GLL-071809 n=3	5	post-IR IR ₂₂₅	0.97 ± 0.02	260		0.99 ± 0.03	10.1 ± 0.3	
		IR ₅₀	1.01 ± 0.02			1.34 ± 0.03	2.9 ± 0.1	
		post-IR IR ₃₀₀	1.01 ± 0.03	230		0.95 ± 0.04	20.5 ± 0.7	
		IR ₅₀	0.91 ± 0.06			0.85 ± 0.08	11.9 ± 3.9	
L2	GLL-071810 n=3	8	post-IR IR ₂₂₅	0.98 ± 0.02	460		1.03 ± 0.04	12.7 ± 1.3
			IR ₅₀	0.98 ± 0.02			1.79 ± 0.20	3.4 ± 0.3
			post-IR IR ₃₀₀	0.96 ± 0.03	640		1.10 ± 0.11	30.1 ± 0.8
			IR ₅₀	0.90 ± 0.11			1.17 ± 0.38	13.3 ± 1.1
L3	GLL-071812 n=6	15	post-IR IR ₂₂₅	0.97 ± 0.01	800		1.31 ± 0.20	14.1 ± 0.7
			IR ₅₀	0.97 ± 0.01			1.87 ± 0.11	3.9 ± 0.2
			post-IR IR ₃₀₀	0.97 ± 0.03	1300		X	30.2 ± 1.4
			IR ₅₀	0.90 ± 0.05			0.79 ± 0.13	11.8 ± 1.4
L4	GLL-071813 n=6	18	post-IR IR ₂₂₅	0.96 ± 0.01	1200		2.04 ± 0.23	17.0 ± 0.4
			IR ₅₀	0.95 ± 0.01			2.45 ± 0.41	4.3 ± 0.2
			post-IR IR ₃₀₀	0.94 ± 0.02	1600		X	33.2 ± 1.1
			IR ₅₀	0.86 ± 0.05			1.49 ± 0.53	13 ± 0.9

Tabel 3: Rezumat al raportului de reciclare, recuperării dozei și al dozelor reziduale.

Sample GLL-	Depth (m)	Dose rate (Gy/ka)	IRSL signal	D_e (Gy)	Age _{uncorr.} (ka)	g_{2days} (%/decade)	Age _{corr.} (ka)	σ_r (%)	σ_{sys} (%)
071802	1.05	3.22 ± 0.06	post-IR IR ₂₂₅	60 ± 1 _(n=3)	19 ± 3	0.6 ± 0.2	19 ± 3	2	14
			IR ₅₀	55 ± 5	17 ± 3	2.1 ± 0.1	20 ± 4	10	
			post-IR IR ₃₀₀	58 ± 3	18 ± 3	0.6 ± 0.4	19 ± 3	6	
			IR ₅₀	40 ± 3	12 ± 2	-2.1 ± 0.5		7	
071803	1.30	3.46 ± 0.05	post-IR IR ₂₂₅	80 ± 1 _(n=6)	23 ± 3	1.3 ± 0.2	26 ± 4	2	14
			IR ₅₀	76 ± 4	22 ± 3	2.9 ± 0.4	29 ± 5	8	
			post-IR IR ₃₀₀	86 ± 5	25 ± 4	0.6 ± 0.4	26 ± 4	6	
			IR ₅₀	66 ± 4	19 ± 3	0.9 ± 0.9		6	
071806	2.80	3.50 ± 0.05	post-IR IR ₂₂₅	212 ± 5 _(n=6)	60 ± 9	1.2 ± 0.2	67 ± 10	3	15
			IR ₅₀	175 ± 5	50 ± 7	2.8 ± 0.2	65 ± 10	4	
			post-IR IR ₃₀₀	285 ± 11	74 ± 11	-0.4 ± 0.5	74 ± 11	5	
			IR ₅₀	156 ± 9	45 ± 7	-3.1 ± 1.5		6	
071807	3.75	3.58 ± 0.05	post-IR IR ₂₂₅	232 ± 7 _(n=6)	65 ± 10	1.1 ± 0.2	71 ± 11	4	15
			IR ₅₀	202 ± 11	56 ± 9	2.5 ± 0.1	71 ± 11	6	
			post-IR IR ₃₀₀	261 ± 26	73 ± 13	1.1 ± 0.5	80 ± 15	10	
			IR ₅₀	182 ± 22	51 ± 10	-1.8 ± 0.6		12	
071809	5	3.69 ± 0.04	post-IR IR ₂₂₅	257 ± 16 _(n=3)	70 ± 11	0.8 ± 0.1	75 ± 12	6	15
			IR ₅₀	290 ± 70	79 ± 22	2.6 ± 0.2	101 ± 29	24	
			post-IR IR ₃₀₀	231 ± 9	63 ± 9	0.6 ± 0.1	66 ± 10	4	
			IR ₅₀	156 ± 19	42 ± 8	-2.1 ± 1.7		12	
071810	8	3.30 ± 0.05	post-IR IR ₂₂₅	454 ± 24 _(n=3)	138 ± 22	1.3 ± 0.1	156 ± 24	5	15
			IR ₅₀	433 ± 80	131 ± 31	3.0 ± 0.2	176 ± 42	19	
			post-IR IR ₃₀₀	640 ± 27	194 ± 30	1.5 ± 0.7	224 ± 38	5	
			IR ₅₀	529 ± 102	161 ± 39	-0.5 ± 0.8		19	
071812	15	3.29 ± 0.06	post-IR IR ₂₂₅	805 ± 65 _(n=6)	245 ± 42	1.0 ± 0.2	269 ± 46	8	15
			IR ₅₀	517 ± 29	157 ± 25	2.4 ± 0.2	199 ± 32	6	
			post-IR IR ₃₀₀	1321 ± 231	401 ± 92	0.7 ± 0.4	429 ± 100	18	
			IR ₅₀	463 ± 61	141 ± 28	-1.3 ± 0.9		13	
071813	18	3.30 ± 0.04	post-IR IR ₂₂₅	1188 ± 155 _(n=6)	360 ± 71	1.5 ± 0.3	415 ± 83	13	15
			IR ₅₀	812 ± 85 _(n=6)	246 ± 45	2.9 ± 0.2	328 ± 60	11	
			post-IR IR ₃₀₀	1604 ± 162 _(n=3)	486 ± 88	-0.3 ± 0.4	491 ± 89	10	
			IR ₅₀	796 ± 66 _(n=5)	241 ± 41	-0.5 ± 0.4		8	

Tabel 4: Rezumat asupra debitului dozei, dozelor echivalente (D_e), vârste necorectate pentru fading, rate de fading, vârste corectate pentru fading, erori aleatorii (σ_r) și sistematice (σ_s).

Pentru probele colectate din straturile de loess L1 și L2, semnalul post-IR IR_{300} pare să aibă același potențial de datare ca semnalul post-IR IR_{225} (Tabel 3). Mai mult, ratele de fading măsurate pentru acest semnal sunt chiar mai mici față de cele pentru post-IR IR_{225} (Tabel 4). Însă pentru unele alicote măsurate din proba GLL-071813 (colectată din L4), semnalul natural apare deasupra nivelului de saturație al curbei de creștere (Fig. 21f). Acest lucru este observat și pentru semnalul indus în laborator pentru probele GLL-071812 și -13 indicând schimbări inițiale de sensibilitate cauzate de iradieri artificiale cu doze mari. Există studii care prezintă observații similare pentru semnale OSL din cuarț (Yoshida et al., 2000; Bailey et al., 2005), însă nu am întâlnit în literatură astfel de observații pentru semnale IRSL. Pentru documentarea acestui comportament neobișnuit sunt necesare investigații adiționale. Deocamdată nu vom continua discutarea vârstelor obținute pentru semnalul post-IR IR_{300} .

Cele două semnale IRSL stimulate la 50 °C (după preîncălziri la 250°C sau la 325°C) au caracteristici diferite. Folosind o preîncălzire la 250 °C se obțin performanțe scăzute la testul de recuperare a dozei (Fig. 22a).

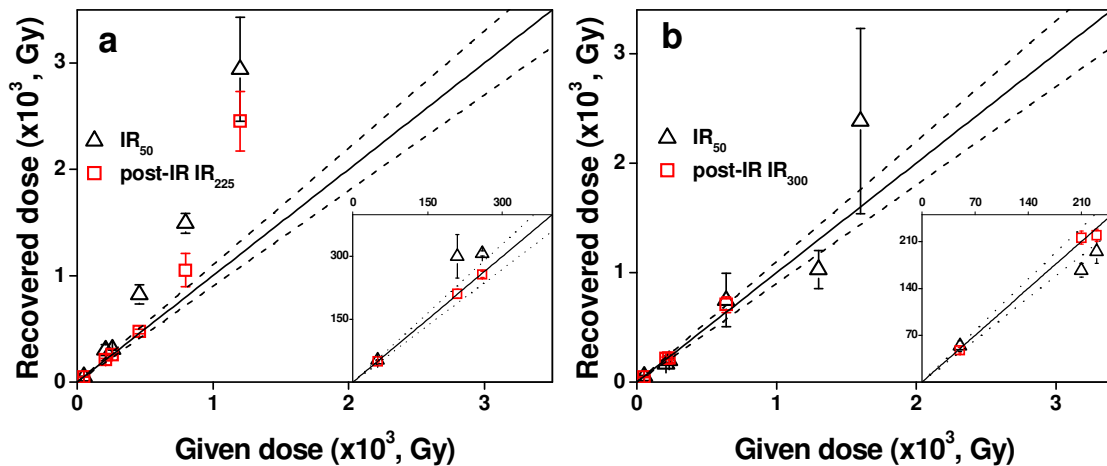


Figura 22: Rezultatul testului de recuperare a dozei pentru semnalul post-IR IR_{225} și IR_{50} omolog (a) și post-IR IR_{300} și IR_{50} omolog (b) Graficele inserate (pentru o mai bună vizibilitate) prezintă rezultatele obținute pentru probele din L1.

Acest lucru însă era de așteptat ținând cont de investigațiile efectuate anterior folosind procedura convențională (stimulare la 50 °C, Vasiliniuc et al., trimis pentru publicare-a). Pe de altă parte, testul de recuperare a unei dozei este trecut prin folosirea preîncălzirii la

325 °C (Fig. 22b). Mai mult, cele două semnale sunt afectate în mod diferit de fading (vezi Tabel 4). Rata medie de fading pentru toate măsurătorile obținută pentru semnalul IR₅₀ măsurat după preîncălzire la 325 °C (-1.2 ± 0.4 %/decadă) arată ca acest semnal nu este afectat de fading. Investigațiile noastre anterioare folosind stimularea IR convențională au indicat o scădere a ratelor de fading cu creșterea temperaturii de preîncălzire (Vasiliniuc et al., trimis pentru publicare-a). Acest lucru a fost observat pentru feldspați potasici și de către Murray et. al (2009). Totuși rezultatele noastre arată ca rata negativă de fading pentru semnalul IR₅₀ măsurat după preîncălzire la 325 °C poate fi sistematică (Tabel 4). Pe de altă parte, semnalul IR₅₀ măsurat după preîncălzire la 250°C este afectat de fading (rata medie de fading pentru toate măsurătorile: 2.7 ± 0.1 %/decadă). Vârstele corectate pentru fading obținute cu acest semnal apar în acord cu cele obținute anterior folosind semnale OSL din cuarț fin (Fig. 23a) pentru probe recoltate din stratul de loess superior. Acest acord este însă considerat o coincidență, întrucât valorile dozei echivalente obținute pentru acest semnal sunt influențate de schimbările de sensibilitate indicate prin testul de recuperare a dozei (Fig 23a, Tabel 4).

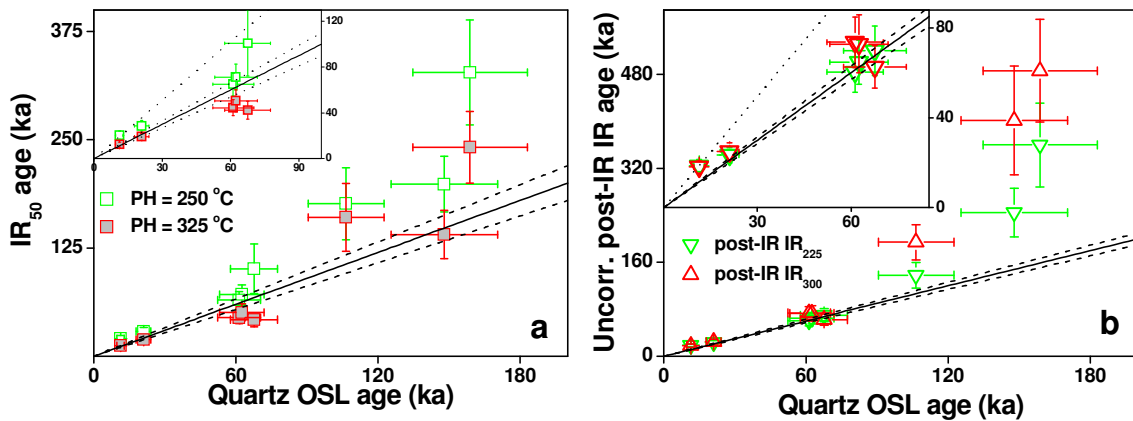


Figura 23: (a) Reprezentarea vârstelor IR₅₀ în funcție de vârstele OSL pe cuarț (Timar et al., 2010). (b) Reprezentarea vârstelor post-IR IR_T în funcție de aceleași vârste pentru cuarț. Pentru îmbunătățirea vizibilității s-au inserat grafice care prezintă rezultatele obținute pentru probe din L1.

Vârstele obținute cu semnalul IR₅₀ măsurat după preîncălzire la 325 °C sunt în acord cu cele obținute pe cuarț fin pentru toate probele investigate (Fig. 23b). Acest acord nu este însă considerat util din următoarele motive: (i) vârstele necorectate pentru fading

sunt în acord cu vârste obținute pe cuarț fin pentru probe ce au o vârstă estimată de peste 250 ka (Timar et al., 2010) și (ii) dozele echivalente obținute cu acest semnal sunt în general mai mici decât dozele echivalente obținute cu toate celelalte semnale investigate (IR_{50} și post-IR IR_T). O posibilă cauză poate fi intensitatea scăzută a acestui semnal care a influențat măsurătorile de fading pentru acest semnal. Sunt necesare măsurători adiționale pentru acest semnal folosind un număr mai mare de alicote pentru a documenta fadingul și valorile scăzute ale dozelor echivalente.

În Fig. 24 sunt prezentate vârstele post-IR IR_{225} , necorectate pentru fading, împreună cu cele două seturi de vârste OSL obținute de Timar et al., (2010 și 2011) pe cuarț fin și grosier. Totodată, este prezentat și modelul timp-adâncime bazat pe măsurători de susceptibilitate magnetică (Timar et al., 2010). După cum am văzut în Fig. 23a, vârstele post-IR IR_{225} obținute pentru probele din L1 și L2 sunt în general consistente cu cele obținute pe cuarț fin. Pentru probele colectate din L3 și L4, vârstele obținute din ambele tipuri de cuarț sunt subestimate. Totuși, cele obținute pe cuarț grosier (63-90 μm) apar în relativ acord cu cele post-IR IR_{225} pentru probele GLL-071812 și -13. Oricum, știind limitele de datare pentru semnalele OSL din cuarț (Murray et al., 2007), subestimarea observată nu este neașteptată.

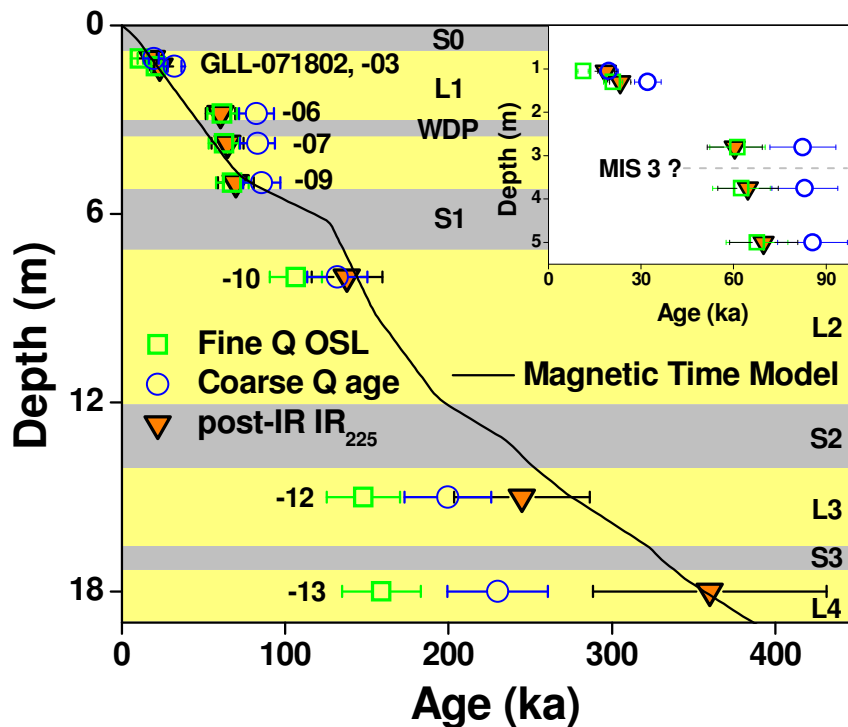


Figura 24: Rezumat al vârstelor post-IR IR_{225} necorectate pentru fading în funcție de adâncime. Figura prezintă și vârstele obținute pe cuarț fin și grosier împreună cu modelul timp-adâncime (Timar et al., 2010 și 2011).

Balescu et al. (2010) au datat o probă colectată din stratul de loess L3 la aceeași adâncime cu proba GLL-071812 folosind procedura convențională IRSL aplicată pe granule grosiere de feldspați alcalini. Vârsta pe care au obținut-o, 279 ± 41 ka, este în acord perfect cu vârsta post-IR IR_{225} obținută în acest studiu (245 ± 46 ka). Acest rezultat independent împreună cu vârsta de ~ 270 ka sugerată de modelul magnetic susțin vârstele de depunere mai mari pentru materialul colectat la această adâncime față de cele obținute folosind cuarț grosier (Timar et al., 2011). Datorită interpolării semnalului natural aproape sau în regiunea de saturație a curbelor de creștere (Fig. 21e), acuratețea vârstei obținute pentru proba GLL-071813 este îndoielnică (Wintle and Murray, 2006), vârsta post-IR IR_{225} obținută fiind interpretată drept minimă.

Considerăm că vârstele post-IR IR_{225} (necorectate pentru fading) sunt corecte și pot fi folosite drept control independent. Astfel, ele sprijină cronologia OSL obținută utilizând cuarț fin pentru perioada ultimului ciclu interglaciar-glaciar. Acest set de vârste alocă formarea palaeosolului slab dezvoltat din L1 și a celor trei palaeosoluri superioare (S1, S2 și S3; vezi Timar et al., 2010) în timpul MIS 3, 5, 7 și 9. Peste aceasta, vârstele întăresc interpretarea dată de Timar et al. (2010) privind schimbarea ratei de sedimentare ca având loc la tranziția de la MIS 4 la MIS 3, aceasta fiind astfel considerată corectă.

Semnalele post-IR IR_T investigate în această lucrare nu apar afectate de fading anormal. Teoretic, acest lucru permite folosirea lor în determinarea vârstelor pentru depozite de loess din România fără corecții auxiliare. Totuși, dintre cele două semnale, vârstele obținute cu semnalul post-IR IR_{225} sunt în acord cu cele obținute pe cuarț fin pentru probe colectate din stratul de loess superior L1 și cu vârste independente pentru probele din straturile mai adânci (L2, L3 și L4). Semnalul post-IR IR_{300} suferă de schimbări inițiale de sensibilitate determinate de mărimea dozelor. Acestea nu permit folosirea acestui semnal pentru cele mai vârstnice probe investigate. Recomandăm utilizarea semnalului post-IR IR_{225} , fără corecții de fading, pentru datarea acestor depozite.

Semnalele IRSL obținute prin stimulare la 50 °C nu duc la determinare de vârste corecte, fiind afectate de schimbări inițiale de sensibilitate sau de măsurători de fading necorespunzătoare.

8. Concluzii finale

Rezultatele noastre din studiul OSL pe cuarț pe mostre din Mostiștea indică faptul că discrepanța de vârstă observată între cele două fracțiuni investigate poate fi caracteristică pentru depozitele de loess din SE României. Prezența unei componente adiționale, pe lângă funcția exponențială în curbele de răspuns ale dozei construite pentru ambele tipuri de sedimente de cuarț, poate indica faptul că există procese încă necunoscute care influențează caracteristicile semnalelor folosite pentru determinarea vârstei. De aceea, aceste rezultate sugerează că vârstele obținute din semnalele cu caracteristici similare de saturație a curbei de răspuns a dozei ar trebui să fie interpretate cu precauție.

Diferența de vârste dintre cele două tipuri de sedimente investigate de la Mostiștea, cuarț fin și cuarț nisipos, apare mai pregnantă decât cea obținută din secțiunea de loess de la Mircea Vodă. În timp ce vârstele OSL folosind fracțiunea grosieră confirmă cronostratigrafia secvenței de paleosol și loess din apropierea Lacului Mostiștea, după cum a fost stabilită prin datarea IRSL și prin modelajul paleomagnetic al vârstei, vârstele bazate pe sedimentele de cuarț fin par să susțină cronologia „scurtă” propusă acum 40 de ani de Conea (1970). Discrepanța este investigată prin obținerea vârstelor pe baza feldspaților.

Experimentele pe sedimente poliminerale fine extrase din secvența de loess de lângă Mircea Vodă ne-au permis să evaluăm potențialul semnalului IRSL pentru stabilirea unei cronologii precise pentru această secvență.

Investigațiile combinate IRSL și post-IR OSL pot fi aplicate cu succes pentru datarea loessului românesc. Această abordare permite aplicarea unei proceduri mai simple de preparare a probelor (evitând izolarea cuarțului pur prin proceduri chimice) și permite determinarea a două seturi de vârste într-o singură secvență de măsurare. Totuși, separarea optică a contribuțiilor din cuarț și din feldspat nu pare a fi totală. Semnalele IRSL și post-IR OSL sunt afectate de fading anormal, iar vârstele derivate din aceste

semnale sunt astfel dependente de modelul de corecție a fadingului. Protocolul s-ar putea îmbunătăți prin găsirea unor condiții de măsurare optime pentru a obține o mai bună separare a celor două contribuții. Totuși, concordanța între vârstele obținute folosind semnale din feldspat (IRSL), cuarț (OSL) și/sau mixt (post-IR OSL) mărește credibilitatea rezultatelor din date. Cronologia secvenței de loess de la Mircea Vodă nu ar putea fi extinsă dincolo de ultima glaciațiune din cauza limitărilor metodei de corecție a fadingului.

Aplicarea procedurii convenționale IRSL pentru datarea sedimentelor poliminerale fine din loessul românesc a fost mai problematică. Tentativele noastre de a identifica un semnal adecvat pentru datare nu au fost încununate de succes fie din cauza schimbărilor sensibilității inițiale fie (și) din cauza contribuțiilor componentelor instabile termic, observate după o preîncălzire ușoară.

În orice caz, vârste aparent credibile au fost obținute folosind un tratament de preîncălzire la temperaturi ridicate (250 °C). Acestea sunt în concordanță cu vârstele OSL din cuarț fin din mostrele colectate din unitatea de loess superioară L1 și sunt mai bătrâne decât vârstele cuarțului din mostrele colectate din unitățile de loess mai adânci. Dat fiind faptul că abilitatea de a recupera o anumită doză depinde de tipul de ștergere optică aplicat, se consideră că acordul dintre vârste obținut prin OSL pe cuarț poate fi corect.

Utilizarea unei stimulări IR secundare la o temperatură mai ridicată pare a fi mai promițătoare pentru obținerea unei cronologii mai exacte pentru depozitul de loess investigat. Cele două semnale post-IR IR_T obținute nu par să fie afectate de fading anormal. Astfel, vârstele rezultate bazate pe aceste semnale nu depind de procedura de corecție a fadingului. Vârstele obținute din semnalul post-IR IR_{225} vin în concordanță cu vârstele OSL pentru cuarțul fin din mostrele colectate din secțiunea de loess superioară L1 și cu controlul independent al vârstelor pentru probele colectate mai adânc din secțiune (în L2, L3 și L4). Pe de altă parte, semnalul post-IR IR_{300} pare a fi afectat de schimbările de sensibilitate ale dozei dependente, ceea ce împiedică utilizarea lui pentru mostrele mai vechi investigate.

În concluzie putem spune că semnalul post-IR IR_{225} fără corecție pentru fading duce la obținerea de vârste corecte pentru secvența de loess paleosol din apropierea lui Mircea Vodă. Aceste vârste sprijină formarea în timpul MIS 3 a unui paleosol slab dezvoltat și a unui paleosol de dedesubt bine dezvoltat în timpul MIS 5. Se consideră

astfel că acest semnal poate furniza cunoștințele necesare pentru clarificarea discrepanței de vârstă observată în studiile OSL ale cuarțului. Utilizarea acestui semnal pe probele colectate de la Mostiștea ar putea clarifica mai bine această problemă.

Rezultatele noastre arată că există încă destule caracteristici necunoscute ale semnalelor luminescente atât din cuarț cât și din feldspat. Totuși, această cercetare a contribuit la o mai bună înțelegere a acestor semnale.

Bibliografie

Adamiec G and Aitken M, 1998. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL* 16: 37-50.

Aitken, M.J., 1985. Thermoluminescence Dating. Academic Press, London.

Balescu, S., Lamothe, M., Mercier, N., Huot, S., Balteanu, D., Billiard, A., Hus, J., 2003. Luminescence chronology of Pleistocene loess deposits from Romania: testing methods of age correction for anomalous fading in alkali feldspars. *Quaternary Science Reviews* 22, 967-973.

Balescu, S., Lamothe, M., Panaiotu, C., Panaiotu, C., 2010. La chronologie IRSL des séquences loessiques de l'Est de La Roumanie. *Quaternaire* 21, 115-126.

Bailey, R.M., Armitage, S.J., Stokes, S., 2005. An investigation of pulsed-irradiation regeneration of quartz OSL and its implications for the precision and accuracy of optical dating. *Radiation Measurements* 39, 347-359.

Banerjee, D., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L., Lang, A., 2001. Equivalent dose estimation using a single aliquot of polymineral fine grains. *Radiation Measurements* 33, 73-94.

Blair, M.W., Yuhikara, E.G., McKeever, S.W.S., 2005. Experiences with single-aliquot OSL procedures using coarse-grain feldspars. *Radiation Measurements* 37, 361-374.

Bøtter-Jensen, L., Murray, A.S., 1999. Developments in optically stimulated luminescence techniques for dating and retrospective dosimetry. *Radiation Protection Dosimetry* 84, 307-315.

Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S., Wintle, A.G., 2003. *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*. Elsevier Science, The Netherlands.

Buggle, B., Glaser, B., Zöller, L., Hambach, U., Marković, S., Glaser, I., Gerasimenko, N., 2008. Geochemical characterisation and origin of Southeastern and Eastern European loesses (Serbia, Romania, Ukraine). *Quaternary Science Reviews* 27, 1058-1075.

- 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 Geochr.* 2, 9-14
- Buylaert, J.P., Murray, A.S., Thomsen, K.J., Jain, M., 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., 2011. Infrared stimulated luminescence dating of an Eemian (MIS 5e) site in Denmark using K-feldspar. *Boreas* 40, 46-56, doi: 10.1111/j.1502-3885.2010.00156.x.
- Codrea, V., 1998. *Geologia Cuaternarului. Noțiuni de bază.* (Quaternary Geology. Basic notions) Babeș-Bolyai University, Cluj Napoca.
- Conea A, 1969. Profils de loess en Roumanie. La stratigraphy des loess d'Europe. In: Fink J, ed., *Bulletin de l'Association Française pour l'étude du Quaternaire. Suppl.* INQUA: 127-134.
- Conea A, 1970. *Formațiuni Cuaternare în Dobrogea (loessuri și paleosoluri)* (Quaternary units)
- Duller, G.A.T., Bøtter-Jensen, L., 1993. Luminescence from potassium feldspars stimulated by infrared and green light. *Radiat. Prot. Dosimetry* 47, 683–688.
- Duller, G.A.T., 1997. Behavioural studies of stimulated luminescence from feldspars. *Radiation Measurements* 27, 663-694.
- Duller G.A.T., Wintle, A.G., 1991. On infrared stimulated luminescence at elevated temperatures. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 18, 379-384.
- Frechen, M., Oches, E.A., Kohfeld, K.E., 2003. Loess in Europe – mass accumulation rates during the Last Glacial Period. *Quaternary Science Reviews* 22, 1835-1857.
- Godfrey-Smith, D.I., Huntley, D.J., Chen, W.-H., 1988. Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts. *Quaternary Science Reviews* 7, 373-380.
- Haase, D., Fink, J., Haase, G., Ruske, R., Pecsí M., Richter, H., Altermann, M., Jäger, K.-D., 2007. Loess in Europe – its spacial distribution based on a European Loess Map, scale 1:2,500,000. *Quaternary Science Reviews* 26, 1301-1312.
- 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.

- Huot, S., Lamothe, M., 2003. Variability of infrared stimulated luminescence properties from fractured feldspar grains. *Radiation Measurements* 37, 499-503.
- Jain, M., Singhvi, A.K., 2001. Limits to depletion of blue-green light stimulated luminescence in feldspars: implications for quartz dating. *Radiation Measurements* 33, 883-892.
- Krbetschek M.R., Götze J., Dietrich, A., Trautmann, T., 1997. Spectral information from minerals relevant for luminescence dating. *Radiation Measurements* 27, 695-748.
- Kukla, G.J, Bender, M.L., Beaulieu, J-L., 2002. Last interglacial climates. *Quaternary Research* 58, 2-13.
- Li, B., Li, S.-H., 2011. Thermal stability of infrared stimulated luminescence of sedimentary K-feldspar. *Radiation Measurements* 46, 29-36.
- Li, S.-H., Wintle, A.G., 1992. A global view of luminescence signals from loess. *Quaternary Sci. Rev.* 11, 133-137.
- Maher, B.A., 2011. The magnetic properties of Quaternary aeolian dusts and sediments, and their palaeoclimatic significance. *Aeolian Research* 3, 87-144.
- 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.
- Mejdahl M, 1979. Thermoluminescence dating : beta dose attenuation in quartz grains. *Archaeometry* 21: 61-67.
- 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., Buylaert, J.-P., Thomsen, K.J., Jain, M., 2009. The effect of preheating on the IRSL signal from feldspar. *Radiat. Meas.* 44, 554-559.
- Necula C and Panaiotu C, 2008. Application of dynamic programming to the dating of a loess-palaesol sequence. *Romanian Reports in Physics* 60: 157-171.
- Panaiotu CG, Panaiotu EC, Grama A and Necula C, 2001. Paleoclimatic record from loess-paleosol profile in Southeastern Romania. *Physics and Chemistry of the Earth A* (11-12): 893-898.
- Panaiotu CE, Balescu S, Lamothe M, Panaiotu CG, Necula C and Grama A, 2004. Astronomical and luminescence dating of Lower Danubian loess (Romania). *Geophysical Research Abstracts* 6: 02900.

- 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 Mineral* 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 Mineral* 29, 217-225.
- Preusser, F., 2009. Quartz as a natural luminescence dosimeter. *Earth-Science Reviews* 97, 184-214.
- Pye, K., 1995. The nature, origin and accumulation of loess. *Quaternary Science Reviews* 14, 653-667.
- Roberts, H.M., 2008. The development and application of luminescence dating to loess deposits: a perspective on the past, present and future. *Boreas* 37, 483-507.
- Roberts, H.M., Wintle, A.G., 2001. Equivalent dose determinations for polymineralic fine-grains using SAR protocol: application to a Holocene sequence of the Chinese Loess Plateau. *Quaternary Science Reviews* 20, 859-863.
- Schmidt, E.D., Machalet, B., Marković, S.B., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2010. Luminescence chronology of the upper part of the Stari Slankamen loess sequence (Vojvodina, Serbia). *Quaternary Geochronology* 5, 137-142.
- Schmidt, E.D., Frechen, M., Murray, A.S., Tsukamoto, S., Bittmann F., 2011. Luminescence chronology of the loess record from the Tönchesberg section: A comparison using quartz and feldspar as dosimeter to extend the age range beyond the Eemian. *Quaternary International* 234, 10-22.
- Smalley, I.J., Jefferson, I.F., Dijkstra, T.A., Derbyshire, E., 2001. Some major events in the development of the scientific study of loess. *Earth Science Reviews* 54, 5-18.
- Spooner N.A., 1994. The anomalous fading of infrared-stimulated luminescence from feldspars. *Radiation Measurements* 23, 625-632.
- Stevens, T., Thomas, D.S.G., Armitage, S.J., Lunn, H.R., Lu, H., 2007. Reinterpreting climate proxy records from Late Quaternary Chinese loess: A detailed OSL investigation. *Earth-Science Reviews* 80: 111-136.
- Stevens, T., Marković, 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.
- Strickertsson, K., 1985. The thermoluminescence of potassium feldspars-glow curve characteristics and initial rise measurements. *Nucl. Tracks* 10, 613-617.

- Thiel, C., Coltori, M., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2010. Geochronology for some key sites along the coasts of Sardinia. *Quaternary International* 222, 36-47.
- Thiel, C., Terhorst, B., Jaburová, I., Buylaert, J.P., Murray, A.S., Fladerer, F.A., Damm, b., Frechen, M., Ottner, F., 2011a. Sedimentation and erosion processes in Middle to Late Pleistocene sequences in the brickyard Langenlois/Lower Austria. *Geomorphology* doi:10.1016/j.geomorph.2011.02.011.
- Thiel, C., Buylaert, J.P., Murray, A., Terhorst, B., Hofer, I., Tsukamoto, S., Frechen, M., 2011b. 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.
- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Jain, M., 2011. Stability of IRSL signals from sedimentary K-feldspar samples. *Geochronometria* 38, 1-13.
- Timar, A., Vandenberghe, D., Panaiotu, E.C., Panaiotu, C.G., Necula, C., Cosma, C., Van den haute, P., 2010. Optical dating of Romanian loess using fine-grained quartz. *Quaternary Geochronology* 5, 143-148.
- Timar-Gabor, A.I., 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 sand-sized and silt-sized quartz. *Quaternary International* 240, 62-70.
- Vandenberghe D, De Corte F, Buylaert J-P, Kučera J and Van den haute P, 2008. On the internal radioactivity in quartz. *Radiation Measurements* 41: 768-773.
- Vasiliniuc, S., Timar-Gabor, A., Vandenberghe, D.A.G., Panaiotu, C.G., Begy, R.Cs., Cosma, C., 2011. A high resolution optical dating study of the Mostiștea loess-palaeosol sequence (SE Romania) using sand-sized quartz. *Geochronometria* 38, 34-41.
- Vasiliniuc, S., Vandenberghe, D., Timar-Gabor, A., van den Haute, P., Cosma, C., submitted-a. Conventional IRSL dating of Romanian loess using single aliquots of polymineral fine grains. *Radiation Measurements*.
- Vasiliniuc, S., Vandenberghe, D., Timar-Gabor, A., Cosma, C., van den Haute, P., submitted-b. Combined IRSL and post-IR OSL dating of Romanian loess using single aliquots of polymineral fine grains. *Quaternary International*.
- Visocekas, R., 2002. Tunnelling in afterglow, its coexistence and interweaving with thermally stimulated luminescence. *Radiation Protection Dosimetry* 100, 45-54.

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.

Wintle, A.G., 1973. Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples. *Nature* 245, 143-144.

Wintle, A.G., 2008. Luminescence dating: where it has been and where it is going. *Boreas* 37, 471-482.

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.

Yoshida, H., Roberts, R.G., Olley, J.M., Laslett, G.M., Galbraith, R.F., 2000. Extending the age range of optical dating using single 'supergrains' of quartz. *Radiation Measurements* 32, 439-446.

Zöller, L., 2010. New approaches to European loess: a stratigraphic and methodical review of the past decade. *Central European Journal of Geosciences* 2, 19-31.