

Hanna PRÓSZYŃSKA

Wanda STAŃSKA-PRÓSZYŃSKA

Marek PRÓSZYŃSKI

Laboratorium Wieków Bezwzględnych Osadów
organizowane przy Uniwersytecie Warszawskim

TERMOLUMINESCENCYJNE OZNACZANIE WIEKU OSADÓW
A DATOWANIA RADIOWĘGLOWE MATERII ORGANICZNEJ
NA PRZYKŁADZIE PRÓBEK Z KONINA-MALIŃCA I JAROSŁAWIA

Streszczenie. W artykule przedstawiono datowania termoluminescencyjne dwóch próbek z profilów, w których warstwy organiczne datowano poprzednio metodą radiowęglową. Dawki ekwiwalentne wyznaczono metodą regenerowania termoluminescencji po długim naświetleniu lampą rtęciową. Zawartość izotopów promieniotwórczych określono niezależnie w laboratorium w Warszawie i w Cambridge. Dla piasku jeziornego podścielającego warstwę organiczną Maliniec I otrzymano wynik 51 ± 10 (Warszawa) i 42 ± 5 (Cambridge) ka B.P. Dla lessu pod warstwą organiczną w Jarosławiu wiek termoluminescencyjny wynosi 38 (max 41) (Warszawa) i 44 (max 48) (Cambridge) ka B.P.

WSTĘP

Szereg nieprzewidzianych czynników środowiskowych sprawia, że bezwzględne oznaczenia wieku geologicznego zarówno materii organicznej, jak i utworów mineralnych - bywają obarczone dużym nieznanym błędem. Porównanie wyników radiowęglowego datowania szczątków organicznych i termoluminescencyjnych oznaczeń wieku osadów, ograniczone wprawdzie tylko do utworów młodszej części Vistulianu, może przyczynić się do rozwiązania wielu problemów chronostratygraficznych, o ile w kwalifikacji próbek do datowania i w interpretacji oznaczeń uwzględnimy specyficzne cechy i limity stosowności obu metod.

W obecnej pracy przedstawione są wyniki termoluminescencyjnych oznaczeń wieku dwóch różniących się genetycznie próbek osadów podścielających materię organiczną datowaną metodą C-14.

WYZNACZANIE WIEKU TERMOLUMINESCENCYJNEGO

Obliczenie wieku t oparto na równaniu:

$$t = \frac{ED}{d_{\alpha} + d_{\beta} + d_{\gamma} + d_{\text{kosm}}}$$

gdzie: ED - dawka ekwiwalentna promieniowania beta lub gamma wyrażona w radach lub Grayach (1 Gray = 100 radów), d_{α} , d_{β} , d_{γ} , d_{kosm} - skuteczne na tworzenie termoluminescencji roczne dawki promieniowania alfa, beta, gamma i kosmicznego po uwzględnieniu osłabienia przez wodę (mrad/rok).

Dawkę ekwiwalentną wyznaczano według napromieniowań laboratoryjnych regenerujących termoluminescencję w próbce od poziomu residualnego do poziomu naturalnego (Prószyńska, 1983; Wintle i Prószyńska, 1983). Dawki roczne promieniowania obliczano za pomocą tablic podanych przez Bella (1976, 1977) po wyznaczeniu zawartości głównych izotopów promieniotwórczych w próbce z uwzględnieniem udziału promieniowania kosmicznego w wysokości 14 mrad/rok. Zawartość uranu, toru i potasu określono w dwojaki sposób:

- metodą spektrometrii gamma w laboratorium w Warszawie,
- metodą zliczeń impulsów alfa (dla uranu i toru) i metodą spektrofotometrii absorpcji atomowej (AAS) (dla potasu - tylko próbka z Malińca) w Cambridge. Wyniki przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1

Zawartość potasu, uranu i toru w badanych próbkach

		Piasek jeziorny Konin-Maliniec	Less z warstwy e Jarosław
K ₂ O %	spektr gamma	0,66 [±] 0,07	1,98
	AAS	0,69 [±] 0,08	-
U ppm	spektr gamma	0,41 [±] 0,59	4,03
	zlicz alfa	0,41 [±] 0,32	
Th ppm	spektr gamma	0,74 [±] 0,40	10,66
	zlicz alfa	2,23 [±] 1,00	9,50

Dawkę d_m otrzymywaną przez ziarna próbki mokrej w stosunku do dawki d_s dla próbki suchej obliczano według Zimmermana (1971):

$$d_m = \frac{d_s}{1 + H \cdot \Delta},$$

gdzie:

- Δ - średnia zawartość wody (masa wody/masa suchego osadu),
- H - stosunek specyficznych zdolności zatrzymywania promieniowania przez wodę i osad. Według szacunków Bowman (1976) $H_{\alpha} = 1,49$; $H_{\beta} = 1,25$; $H_{\gamma} = 1,00$.

Na obecnym etapie nie udało się przeprowadzić pomiarów skuteczności na tworzenie termoluminescencji promieniowania alfa w stosunku do beta i gamma. Dla datowanych próbek przyjęto, że wynosi ona 0,1.

TERMOLUMINESCENCYJNE DATOWANIE PIASKU JEZIORNEGO Z KONINA-MALIŃCA

Próbkę piasku jeziornego pobrano w czasie Sympozjum Vistuliańskiego w 1979 roku z warstwy leżącej bezpośrednio pod materiałem organicznym warstwy Maliniec I datowanej metodą radiowęglową jako $\geq 42\ 000$ (Gd-1076) i $\geq 42\ 900$ (Gd-1077) lat BP. Powyżej leży warstwa organiczna Maliniec II datowana tą samą metodą C-14 jak $22\ 230 \pm 480$ (Gd-646) lub $22\ 050 \pm 450$ (Gd-645) lat BP. Szczegóły oznaczeń radiowęglowych znajdują się w pracy Pazdura i Walanusa (1979); dane o zawartości paleobotanicznej warstw organicznych przedstawione zostały przez Tobolskiego (1979).

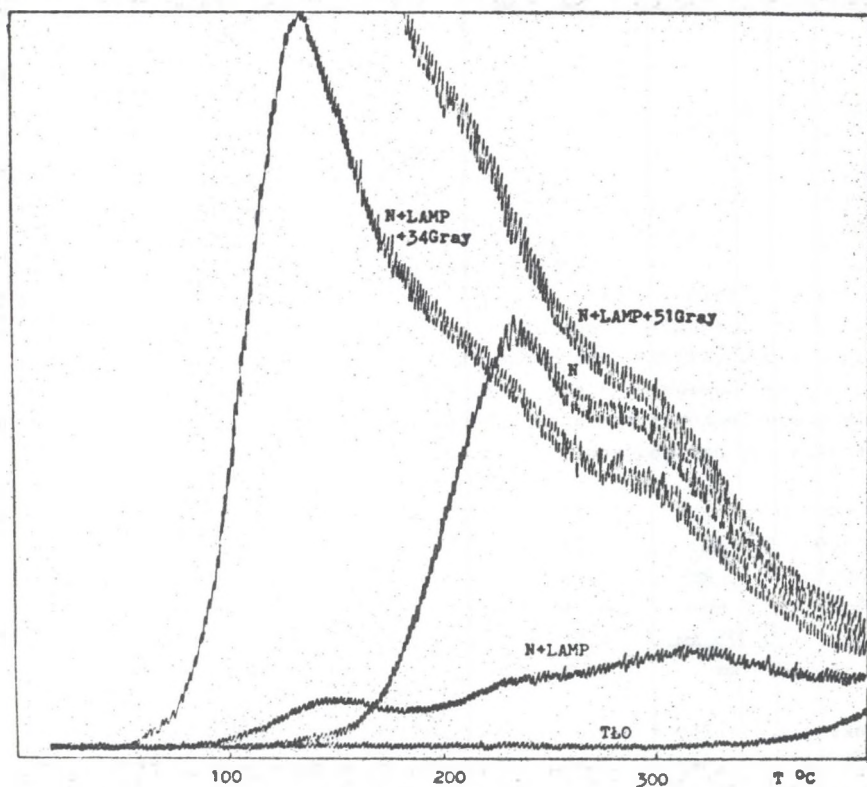
Granulometria leżącego pomiędzy opisanymi warstwami organicznymi piasku przedstawia się następująco:

> 1,0 mm	0,2%
1,0 - 0,5 mm	4,3%
0,5 - 0,25 mm	31,0%
0,25 - 0,1 mm	58,0%
0,1 - 0,075 mm	4,5%
< 0,075 mm	2,0%

Z próbki o masie 250 g udało się wydzielić bardzo nieznaczna ilość ziarn frakcji 11-4 μm , umożliwiającą przygotowanie tylko kilkunastu dysków.

Analizy termoluminescencji wykonano w Godwin Laboratory w Cambridge przy użyciu urządzenia Daybreak-9900 z filtrem Corning 5-58. Wygrzewanie dysków z szybkością 2°C/s przeprowadzano w atmosferze argonu po uprzednim wypompowaniu powietrza. Rejestracja odbywała się za pośrednictwem wielokanałowego analizatora impulsów, zliczającego ilość fotonów dla jednostopniowych przyrostów temperatury. Krzywa jarzenia kreślona była przez pisak X-Y, a ilość zliczeń w przedziałach temperaturowych obejmujących 9°C drukowana po zakończeniu wygrzewania. Do naświetlania użyto lampy rtęciowej o mocy 300 W umieszczonej w odległości 35 cm od dysków. Jako wartość rezydualną termoluminescencji przyjęto poziom wykazywany po 560 min ekspozycji. Napromienianie odbywało się w źródle beta Sr-90/Y-90 o mocy dawki (dla krzemionki) 342 radów/min.

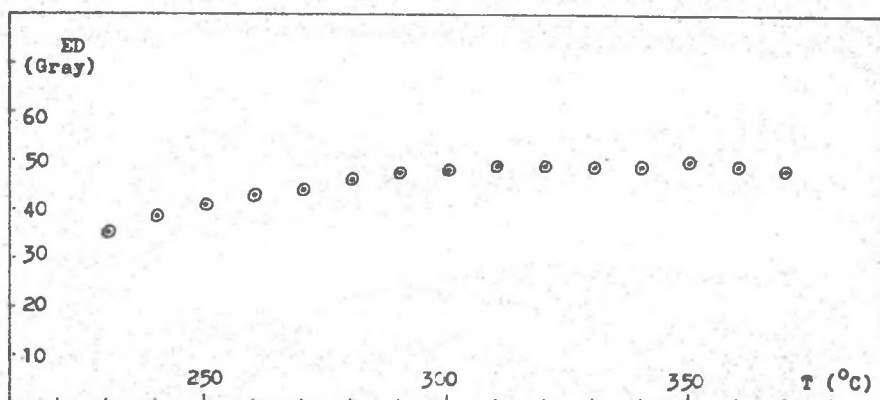
Krzywe jarzenia dysków z ziarnami o termoluminescencji naturalnej dysków naświetlonych pod lampą rtęciową oraz dysków z materiałem napromienionym po naświetleniu dawki 3400 i 5100 radów (34 i 51 Gray) przedstawia rys. 1. Dawka promieniowania, która regeneruje termoluminescencję do poziomu naturalnego wykreślona jest w funkcji temperatury (dla przedziałów



Rys. 1. Krzywe jarzenia preparatu $11-4\mu\text{m}$ (próbka Konin-Maliniec) naturalna - N, po 560-minutowym naświetleniu promieniami lampy rtęciowej - N+LAMP, po napromienieniu naświetlonych dysków cawkami beta 34 i 51 Gray (3400 i 5100 radów) - N+LAMP+34 Gray i N+LAMP+51 Gray oraz tło aparaturowe

9-stopniowych) na rys. 2. Począwszy od temperatury 300°C na wykresie regenerowanych dawek ekwiwalentnych kształtuje się plateau o średniej wartości 4870 ± 50 radów ($48,7 \pm 0,5$ Gray).

Skuteczna dawka roczna obliczona przy założeniu, że średnia wilgotność próbki wynosiła 10% ($\Delta = 0,11$), równa się 95 ± 18 (Warszawa) lub 116 ± 13 (Cambridge) mrad/rok. Dla takich danych wynik datowania przedstawia się jako 51 ± 10 (Warszawa) lub 42 ± 5 (Cambridge) ka BP.



Rys. 2. Dawki ekwiwalentne ED w kolejnych przedziałach temperaturowych dla preparatu 11-4 μm (próbka Konin-Maliniec)

TERMOLUMINESCENCYJNE DATOWANIE LESSU POD WARSTWĄ DATOWANĄ C-14 W JAROSŁAWIU

Próbkę materiału pylasto-gliniastego pobrano w czasie seminarium nt. "Stratygrafia i chronologia lessów" w roku 1980 z warstwy oglejonego lessu "e" (gł. ok. 10,5 m) podścielającego glebę kopalną rangi prawdopodobnie interstadialnej. Datowanie radiowęglowe substancji organicznej dało następujące wyniki: 27 260 lat BP. (Gd-607 dla kwasu fulwowego, 23 960 lat BP (Gd-615) dla huminów i 21 660 lat BP (Gd-1052) dla kwasu huminowego. Szczegóły stratygrafii profilu, diagramy granulacji i zawartości wybranych substancji oraz rezultaty analizy paleobotanicznej przedstawione zostały przez Maruszczaka (1980).

Analizę termoluminescencyjną wykonano na ziarnach frakcji 11-8 μm na aparaturze laboratorium warszawskiego. Odmierzoną czerpakiem ilość materiału (ok. 30 mg) wsypywano w zagłębienie płyty grzejnej i wyrównywano ubijakiem. Szufładkę z płytą grzejną podsuwano pod tubę fotopowielacza wyposażonego w filtr niebieski. Przed rozpoczęciem wygrzewania odczekiwano 1 min, aż przepływający argon wypchnie z komory powietrze. Próbkę wygrzewano z szybkością 10⁰/s. Rejestracja krzywej jarzenia odbywała się za pośrednictwem pisaka X-Y.

Naświetlanie materiału przeprowadzano umieszczając rozpylone cienką warstwą próbki w odległości 30 cm od lampy rtęciowej o mocy 500 W. Równomierną utratę termoluminescencji zapewniono dzięki kilkakrotnemu przesypaniu eksponowanego materiału. Jako residualny poziom termoluminescencji przyjęto wartość wykazywaną po 36 godz. naświetlania. Stanowiła ona 10-15% całkowitej wartości termoluminescencji naturalnej.

Do napromieniania materiału wykorzystano źródło gamma Co-60 o mocy dawki 142 rady/min. Plateau na wykresie dawek ekwiwalentnych ustala się począwszy od temperatury 300°C. Średnia dawka ekwiwalentna obliczona według wskazań dla temp. 308, 317, 326, 335°C wynosi $18\ 200 \pm 400$ radów (182 ± 4 Gray).

Wilgotność próbki pobranej z odsłonięcia wynosiła 13,3% ($\Delta_{\text{nat}} = 0,153$) po nasyceniu przez podsiąk kapilarny wzrastała do 19% ($\Delta_{\text{max}} = 0,235$). Skuteczna dawka roczna wynosi więc 482 (min 445) (Warszawa) lub 415 (min 383) (Cambridge) mrad/rok. Dla uzyskanych danych wynik datowania jest następujący: 38 (max 41) (Warszawa) i 44 (max 48) (Cambridge) ka BP. Należy przyjąć, że błąd datowania wynosi co najmniej $\pm 15\%$ (± 7 ka).

DYSKUSJA I INTERPRETACJA WYNIKÓW DATOWANIA

Datowanie termoluminescencyjne obarczone jest szeregiem niepewności metodycznych i środowiskowych. Najważniejsze przyczyny błędów w wyznaczeniu dawki ekwiwalentnej to:

- istnienie w momencie sedymentacji poziomu resztkowego termoluminescencji innego niż poziom rezydualny uzyskany przez naświetlenie lampą rtęciową w laboratorium,
- nieadekwatność zrekonstruowanej czułości termoluminescencyjnej w stosunku do czułości, która ziarna posiadały w gruncie.

Błędy w określaniu skutecznej dawki rocznej wynikają z:

- niewłaściwego oszacowania zawartości izotopów promieniotwórczych, szczególnie w przypadku braku wiecznej równowagi między produktami rozpadu (np. migracja radonu),
- nieodpowiedniego pomiaru (lub fałszywych założeń) skuteczności promieniowania alfa,
- braku informacji o średniej wilgotności próbki od momentu osadzenia po dzień dzisiejszy,
- braku danych o średniej dawce promieniowania kosmicznego (zależnej m.in od miąższości nakładu przykrywającego badany materiał).

Próbki, których dawka ekwiwalentna wynosi tylko kilka tysięcy radów (kilkadziesiąt Grayów) mają wprawdzie tę zaletę, że krzywa wzrostu TL jest dla takich niskich dawek liniowa i w datowaniu można posłużyć się metodami addytywnymi, jednak poziom termoluminescencji residualnej jest dla tych próbek bardzo wysoki w porównaniu z całkowitym zasobem termoluminescencji (rys. 1). Nieodpowiednie oszacowanie wysokości poziomu resztkowego termoluminescencji w momencie osadzenia materiału odbija się automatycznie na obliczanych wartościach dawki ekwiwalentnej. Dla takich młodych próbek (wszystkie próbki holoceni i szłaboradioaktywne próbki Młodsze Plejstocenu) wiek termoluminescencyjny oznaczony metodami stosującymi re-

dukcję termoluminescencji do poziomu residualnego należy traktować jako maksymalny. Fakt tworzenia się plateau na wykresie dawek ekwiwalentnych niekoniecznie musi być potwierdzeniem adekwatnego oszacowania poziomu residualnego, może on wynikać z kompensacji błędów.

Przydatność próbek o niewielkiej promieniotwórczości (osady o przewadze ziarn kwarcowych, szczególnie dobrze wysortowane piaski, np. wydmy) jest w datowaniu Młodszege Plejstocenu ograniczona z powodu dużej niepewności wyznaczonych zawartości izotopów radioaktywnych (tab. 1). Dla zastosowanych krótkich serii pomiarowych metoda spektrometryczna i metoda zliczeń alfa dają bardzo duży błąd w oznaczeniach uranu i toru. Dla potasu błąd metody spektrometrycznej jest stosunkowo niewielki, co wykazano przez porównanie z wynikami oznaczeń metodą AAS dla większej ilości próbek (Prószczyńska et al, 1982).

Przeprowadzanie analiz i interpretacja wyników dla próbek takich, jak badany piasek z Malińca wymaga dużej ostrożności. Otrzymane dla piasku z Malińca datowanie termoluminescencyjne jest niesprzeczne w stosunku do oznaczeń radiowęglowych warstw organicznych Maliniec I i Maliniec II.

Określenie wieku lessu warstwy "e" z Jarosławia może mieć znacznie większe znaczenie chronostratygraficzne. Przeprowadzone nowe oznaczenia wieku osadów z wybranych profilów lessowych Polski (Prószczyńska 1983) oraz datowania termoluminescencyjne utworów lessowatych południowej Anglii i lessów nadreńskich (Wintle, 1981; Wintle i Brunnacker, 1982) grupują się w kilku przedziałach czasowych, z których najmłodszy, prawdopodobnie dwudzielny, obejmuje okres 14-21 ka BP, zaś w drugim zawierają się datowania z okresu 32-44 ka BP. Korelacja datowanej radiowęglą warstwy glebowej z Jarosławia z glebami typu Komorniki z Krakowa-Zwierzyńca I (Chmielewski et al, 1977), Tyszowców (Wojtanowicz i Buraczyński, 1977) i Kasimierzy Wielkiej - Odonowa II (Jersak, 1977) oraz z warstwą Interwürmboden I z Wallertheim jest w świetle obecnych wyników uzasadnione.

WNIOSKI

Oba wykonane oznaczenia termoluminescencyjne dały wynik niesprzeczny w stosunku do datowań radiowęglowych. Przedstawiony materiał jest zbyt skromny, by mógł służyć jako podstawa dociekań nad wiarygodnością obu metod, należy go traktować jako zachętą do dalszych badań porównawczych, które mogą mieć dużą wartość dla korelacji profilów Młodszege Plejstocenu. Rozwój datowania termoluminescencyjnego może w przyszłości doprowadzić (w przedziale stosowności metody) do ściślejszego powiązania schematu klimatostratygraficznego opracowywanego dla utworów lądowych z chronologią astronomiczną i skalą klimatostratygraficzną osadów oceanicznych.

Zaprezentowane rezultaty pomiarów cząstkowych wykonanych różnymi metodami w dwóch laboratoriach wskazują na konieczność nawiązania ściślejszej

współpracy między poszczególnymi ośrodkami badawczymi i wspólnego przetestowania stosowanych technik i metod na odpowiednio liczny materiał.

LITERATURA

- Bell, W.T., 1976, The assessment of the radiation dose-rate for thermoluminescence dating, *Archaeometry*, 18, 107-111.
- Bell, W.T., 1977, Thermoluminescence dating: revised dose-rate data, *Archaeometry*, 19, 99-100.
- Bowman, S.G.E., 1976, Thermoluminescent dating: the evaluation of radiation dosage, Unpublished D. Phil. thesis, Oxford University.
- Chmielewski, W., Konecka-Betley, K., Madeyska, T., 1977, Palaeolithic site Kraków-Zwierzyniec I in the light of the investigations carried out in 1972-1974, *Biul. Inst. Geol.*, 305, 13-30.
- Jersak, J., 1977, Cyclic development of the loess cover in Poland. *Biul. Inst. Geol.*, 305, 83-96.
- Maruszczak, H., 1980, Profil lessów w Jarosławiu, Przew. seminarium ter. Strat. i chron. lessów oraz utw. glacji. Doln. i Środ. Plejst. w Polsce SE, Lublin 1980, 59-62.
- Pazdur, M.P., Walanus, A., 1979, Site Konin-Maliniec - tentative age determination of organic deposits by means of radiocarbon measurements, Guide-Book to the Symposium "Vistulian Stratigraphy", Poland 1979.
- Prószyńska, H., 1983, Tl dating of some subaerial sediments from Poland. *PACT*, 9, 169-171, (w druku).
- Prószyńska, H., Miller, M.A., Wintle, A.G., 1982, Interlaboratory study of potassium contents using gamma spectrometric and atomic absorption analyses and comparison with grain size, *Ancient Tl*, 18, 2-4.
- Tobolski, K., 1979, Site Konin-Maliniec - fossil floras in the profile of Maliniec, Guide-Book to the symposium "Vistulian Stratigraphy". Poland 1979.
- Wintle, A.G., 1981, Thermoluminescence dating of Late Devensian loesses in southern England, *Nature*, 289, 479-480.
- Wintle, A.G., Brunacker, K., 1982, Ages of volcanic tuff in Rheinhessen obtained by thermoluminescence dating of loess, *Naturwissenschaften*, 69, 181-183.
- Wintle, A.G., Prószyńska, H., 1983, Tl dating of loess in Germany and Poland, *PACT*, 9, 211-213, (w druku).
- Wojtanowicz, J., Buraczyński, J., 1977, Materiały do chronologii bezwzględnej lessów Grzędy Sokalskiej, *Annales Univ. Mariae Curie-Skłodowska*.
- Zimmerman, D.W., 1971, Thermoluminescence dating using fine grains from pottery, *Archaeometry*, 13, 29-52.

ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ ДАТИРОВКИ ОСАДОЧНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ
ИЗ КОНИНА-МАЛИНЦА И ЯРОСЛАВА В СОПОСТАВЛЕНИИ
С РАДИОУГЛЕРОДНЫМ ВОЗРАСТОМ ГУМУСА

Р е з ю м е

В настоящей статье представлены термолюминесцентные датировки 2 образцов из разрезов, в которых органическая материя была датирована радиоуглеродным методом. Эквивалентные дозы определены были методом регенерации светосуммы после длительного высвечивания термолюминесценции лучами ртутной лампы. Концентрации радиоактивных элементов измерены были независимо в лабораториях в Варшаве и в Кембридже. Для озерного подстилающего органогенные осадки в разрезе Малинец II $^{14}\text{C} > 42\ 000$ и $> 42\ 900$ лет до настоящего времени получен термолюминесцентный возраст 51 ± 10 (Варшава) и 42 ± 5 (Кембридж) тысяч лет до настоящего времени. Для лёсса под ископаемой почвой в Ярославле датированной (^{14}C) на 21 660, 23 960 или 27 260 лет до наст. вр., мы получили ТЛ-возраст 38 (макс. 41) тысяч лет в Варшаве и 44 (макс. 48) тысяч лет в Кембридже.

TL DATING OF SEDIMENTS IN RELATION TO RADIOCARBON DATING
OF ORGANIC MATTER - RESULTS FOR THE SAMPLES FROM
KONIN-MALINIEC AND JAROSLAW

S u m m a r y

The paper presents Tl datings of two samples from the sections, which previously had been dated by radiocarbon method. The equivalent doses for fine-grain extracts were evaluated by regeneration of the Tl signal up to the natural level using laboratory irradiations after the samples had been exposed to the mercury sunlamp light which bleached their thermoluminescence down to the residual level. The concentrations of radioactive isotopes were measured independently in Warszawa and in the Godwin Laboratory in Cambridge. The lacustrine sands underlying the organic layer Maliniec I ($^{14}\text{C} > 42\ 000$ and $> 42\ 900$ years BP) gave the Tl age of 51 ± 10 (Warszawa) and 42 ± 5 (Cambridge) kyr BP. In Jaroslaw the loess underlying the fossil soil ($^{14}\text{C} - 21\ 660, 23\ 960$ and $27\ 260$ years BP) yielded the Tl date of 38 (max 41) (Warszawa) and 44 (max 48) (Cambridge) kyr BP.