

Andrzej BLUSZCZ

Laboratorium C-14

Politechnika Śląska, Gliwice

#### WPLYW PRZEMRAŻANIA NA TERMOLUMINESCENCJĘ ZIAREN MINERALNYCH W GLINACH

**Streszczenie:** W artukule przedstawiono wstępne wyniki eksperymentalnych prac nad określeniem wpływu laboratoryjnego przemrażania próbek gliny na intensywność termoluminescencji wydzielonych z nich ziaren. Dla ziaren kwarcu o rozmiarach 90-100 i 40-50  $\mu\text{m}$  nie stwierdzono wyraźnej zależności od liczby cykli (w zakresie od 1 do 19) przemrożeń.

#### WSTĘP

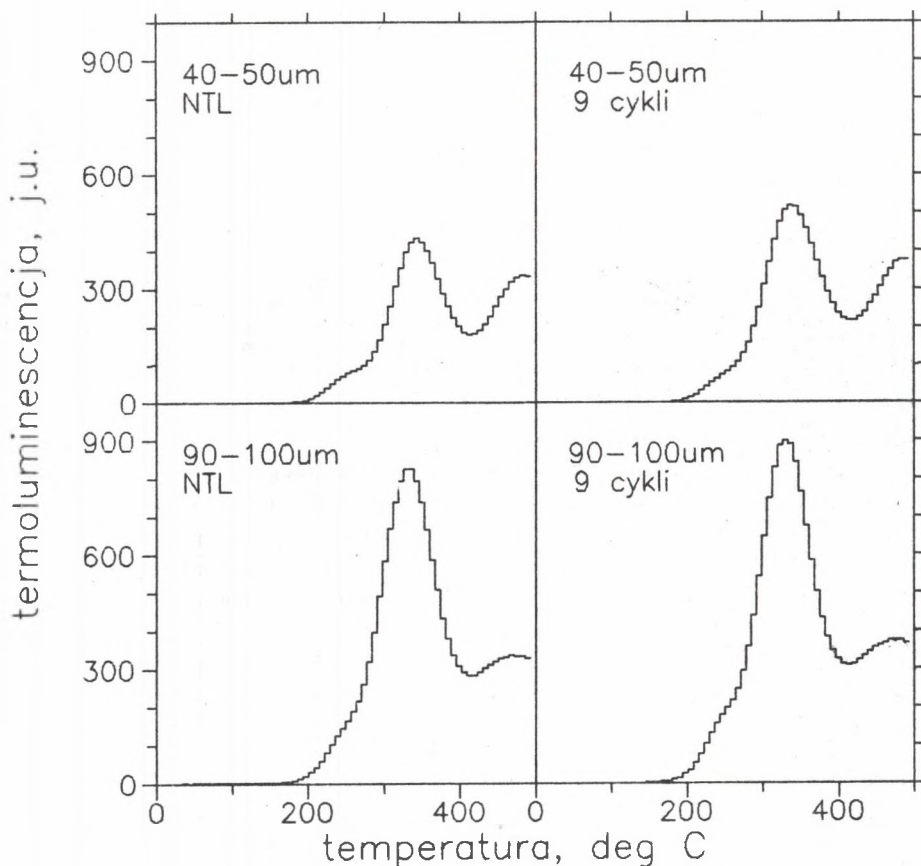
Wykazanie możliwości datowania termoluminescencyjnego glin miałyby duże znaczenie praktyczne dla chronostratygrafii czwartorzędu. Ponieważ gliny zawierają ziarna takich samych minerałów jak inne osady datowane metodą TL, to o możliwości ich datowania praktycznie przesądza występowanie, lub brak, czynnika redukującego w czasie formowania osadu wcześniejszą termoluminescencję ziaren.

Celem prac laboratoryjnych było stwierdzenie, czy poddanie próbek glin morenowych cyklem zamrażania i rozmrażania, w warunkach laboratoryjnych, będzie miało wpływ na intensywność termoluminescencji.

#### METODYKA BADAŃ

Do badań pobrano kilkukilogramową próbę gliny morenowej ze ściany wyrobiska kopalni odkrywkowej węgla brunatnego w Lubstowie. Przed podziałem gliny na mniejsze porcje shomogenizowano ją poprzez ręczne wymieszanie z wodą. Z całej masy pobranej próby gliny oddzielono porcję kontrolną, nie poddawaną eksperymentom laboratoryjnym. Pozostałą część podzielono na szereg mniejszych porcji i umieszczono w pojemnikach plastikowych. Porcje gliny w pojemnikach poddawano kolejnym cyklom zamrażania i rozmrażania w warunkach nasycenia ich wodą. W każdym cyklu porcje zamrażano w zamrażarce chłodziarki w temperaturze ok.  $-15^{\circ}\text{C}$  przez czas ok. 24 godzin. Następnie rozmrażano je w temperaturze pokojowej ok.  $20^{\circ}\text{C}$ , również przez ok. 24 godziny. Porcje stopniowo wycofywano z eksperymentu po coraz większej liczbie cykli. Po zakończeniu eksperymentu przystąpiono do preparatyki materiału w celu wydzielenia ziaren mineralnych i do pomiarów TL tych ziaren.

Wszystkie porcje poddane eksperymentowi oraz porcję kontrolną preparowano w ten sam sposób. Porcje traktowano 4% roztworem kwasu HCl przez 48 godzin i następnie 4% roztworem zasady NaOH, również przez 48 godzin w temperaturze pokojowej. Gлина zawierała duże ilości węglanów i po zalaniu roztworem HCl silnie burzyła się. Roztwór kwasu kilkakrotnie



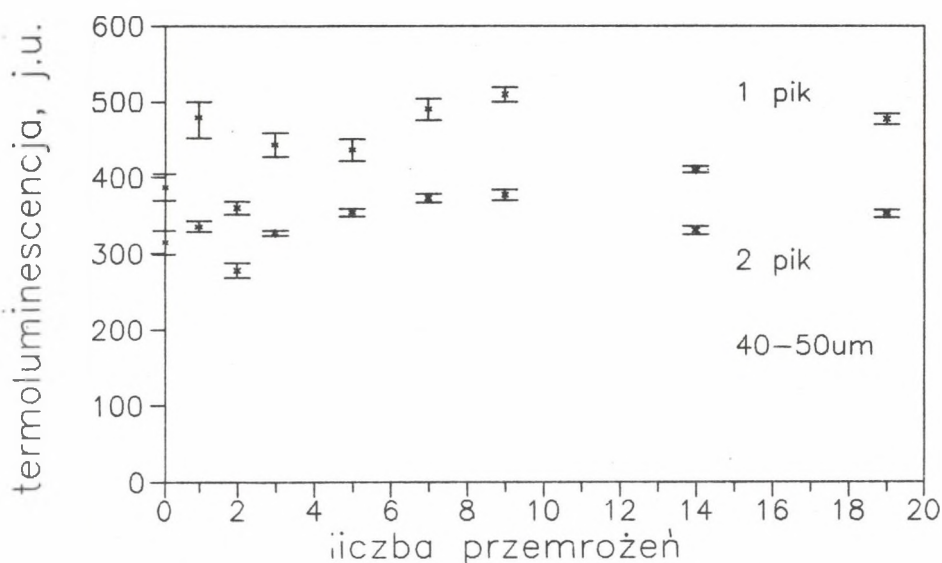
Rys. 1 Wykresy krzywych jarzenia TL uśrednione w przedziałach  $7^{\circ}\text{C}$  i po odjęciu tła. Na wykresach zreprodukowano krzywe jarzenia porcji ziaren o granulacji  $40\text{--}50\ \mu\text{m}$  (w górnej części) i  $90\text{--}100\ \mu\text{m}$  (w dolnej). Wykresy po lewej stronie przedstawiają krzywe jarzenia naturalnej TL (NTL) ziaren z porcji kontrolnej. Po prawej stronie są krzywe jarzenia ziaren z porcji poddanej 9 cyklom przemrożeń. Krzywe jarzenia innych porcji różniły się od tych jedynie intensywnością TL.

Fig. 1. TL glow curves (averaged over  $7^{\circ}\text{C}$  intervals; background subtracted) obtained for grains  $40\text{--}50\ \mu\text{m}$  (upper part) and  $90\text{--}100\ \mu\text{m}$  (lower part). To the left there are TL glow curves for natural grains (NTL) and to the right - curves for grains which underwent 9 freezing cycles. Glow curves obtained for other portions differ from those in intensity only.

uzupełniano, aż ustało burzenie się i roztwór pozostawał wyraźnie kwaśny. Po płukaniu i suszeniu porcje rozdzielono na dwie części według tempa osadzania się z zawiesiny wodnej. Część szybciej osadzająca się zawierała w praktyce ziarna o rozmiarach powyżej  $40\ \mu\text{m}$ . W dalszej części pracy przedstawione są wyniki pomiarów termoluminescencji ziaren o rozmiarach

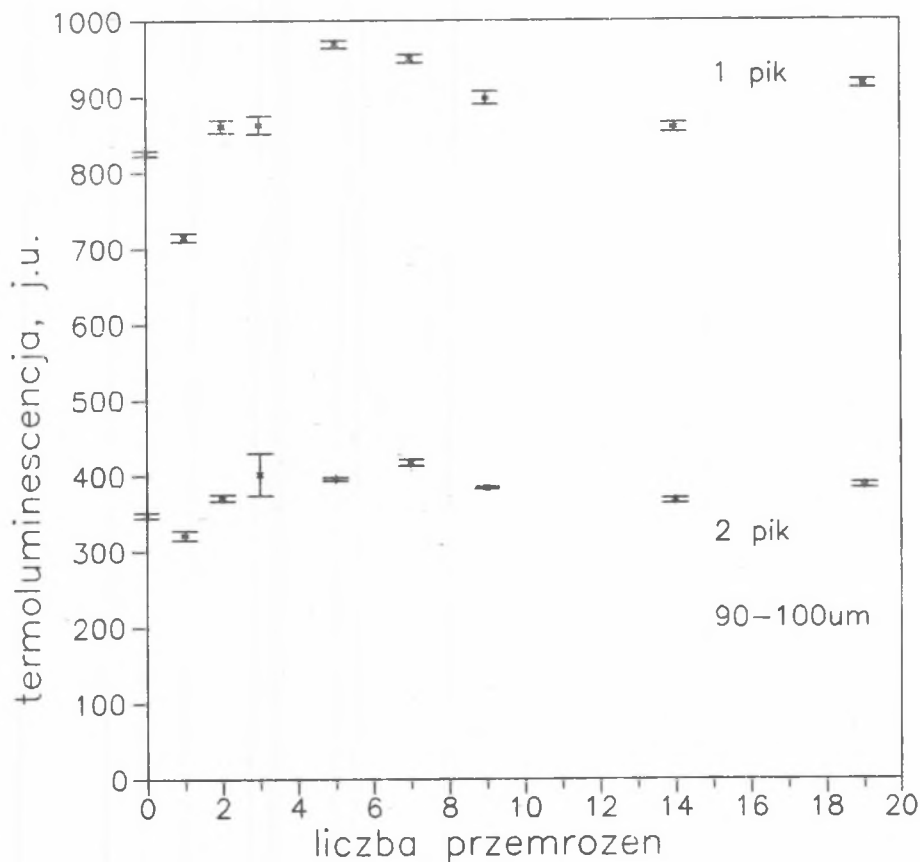
40-50  $\mu\text{m}$  i 90-100  $\mu\text{m}$  (drobniejsze ziarna będą poddane badaniom w przyszłości). Otrzymane ziarna trawiono następnie 40% kwasem fluorowodorowym (HF), frakcję 90-100  $\mu\text{m}$  przez 60 minut, a frakcję 40-50  $\mu\text{m}$  przez 30 minut, w celu usunięcia wszystkich minerałów poza kwarcem. Po zakończeniu trawienia i wypłukaniu ziaren, traktowano je 8% kwasem azotowym, usuwając z powierzchni ziaren związki fluoru. Ostatecznie ziarna wypłukano wodą destylowaną i suszono w temperaturze 40°C, po czym wykonano pomiary termoluminescencji.

Pomiary TL wykonywano dla 5 mg naważek ziaren umieszczonych w stalowych pojemniczkach o średnicy 5 mm. Ziarna podgrzewano od temperatury pokojowej do  $\approx 500^\circ\text{C}$  z szybkością 14°/s w powietrzu. Termoluminescencję rejestrowała aparatura cyfrowa złożona z modułów systemu CAMAC, współpracująca z mikrokomputerem PC/XT. Po pomiarze TL ziarna podgrzewano w niezmiennych warunkach powtórnie i rejestrowano tło świecenia termicznego próbki. Program rejestracji wyników pomiarów TL automatycznie odejmował wyniki pomiarów tła od wyników zarejestrowanych przy pierwszym ogrzewaniu ziaren. Na wykresach rysunku 1 zaprezentowano przykłady pojedynczych krzywych jarzenia TL ziaren uśrednione w przedziałach 7°C (bez tła termicznego).



Rys. 2. Intensywności termoluminescencji w pierwszym (wyższe intensywności) i drugim pikcie krzywej jarzenia (por. rys. 1) ziaren o rozmiarach 40-50  $\mu\text{m}$  wypreparowanych z porcji gliny poddanych różnej liczbie przemrożeń. Zaznaczono błędy standardowe ( $1\sigma$ ) wartości średnich wyników wykonanych pomiarów.

Fig. 2. TL intensities in first (higher values) and second peak of the glow curve (cmp. fig.1) for grains 40-50  $\mu\text{m}$  from clay portions which underwent different numbers of freezing cycles. Standard ( $1\sigma$ ) error bars are shown for averaged results.



Rys. 3. Intensywności termoluminescencji w pierwszym (wyższe intensywności) i drugim pikcie krzywej jarzenia (por. rys. 1) ziaren o rozmiarach 90-100  $\mu\text{m}$  wypreparowanych z porcji gliny poddanych różnej liczbie przemrożeń. Zaznaczono błędy standardowe ( $1\sigma$ ) wartości średnich wyników wykonanych pomiarów.

Fig. 3. TL intensities in first (higher values) and second peak of the glow curve (cmp. fig. 1) for grains 90-100  $\mu\text{m}$  from clay portions which underwent different numbers of freezing cycles. Standard ( $1\sigma$ ) error bars are shown for averaged results.

Nie zauważono żadnych śladów "fałszywej TL" i wszystkie pomiary wykonano w powietrzu. Dla każdej porcji gliny i każdej z obu frakcji wykonano średnio po 4-5 pomiarów krzywych jarzenia TL. Rysunki 2 i 3 przedstawiają uśrednione wartości intensywności TL rejestrowane w dwóch pikach (ok. 330°C i 480°C) krzywych jarzenia dla próbki kontrolnej i próbek poddanych różnej liczbie przemrożeń.

## WYNIKI POMIARÓW TERMOLUMINESCENCJI I WNIOSKI

Wykresy na rysunku 1 przedstawiają krzywe jarzenia TL ziaren kwarcu o rozmiarach 40–50  $\mu\text{m}$  oraz 90–100  $\mu\text{m}$  z próbek poddanych różnej (od 0 do 19) liczbie przemrożeń. Kolejne wykresy na rysunkach 2 i 3 przedstawiają zmiany TL w funkcji liczby przemrożeń.

Zarejestrowane krzywe jarzenia TL nie różnią się kształtem, a jedynie bezwzględną intensywnością, niezależnie od liczby przemrożeń. Różnice intensywności nie są znaczne (do 10–15%), są jednak istotnie większe od błędów standardowych, i w tym sensie nie można ich uważać za przypadkowe. Mimo to, w zmianach intensywności TL w funkcji liczby przemrożeń trudno jest stwierdzić występowanie jakiejś prawidłowości. Ponieważ porcje, z których wypreparowano ziarna były fizycznie różnymi porcjami, nie można wykluczyć, że miały one od razu różne wartości TL i kolejne cykle przemrożeń nie miały praktycznie wpływu na rejestrowaną TL.

W konsekwencji, wykonane do tej pory pomiary nie przesadzają sprawy wpływu przemrożeń na intensywność TL i na razie nie potwierdzają innych doniesień na temat redukcji TL wywołanej przemrażaniem gliny (Prószyńska-Bordas et al., 1988).

Badania wykonano w programie resortowym RR II.14.

## LITERATURA

Prószyńska-Bordas H., Stańska-Prószyńska W., Prószyński M., 1988, TL dating of partially bleached sediments by the regeneration method; Quaternary Science Reviews, t. 7, s. 265–271.

Wpłynęło do Redakcji: 24 marca 1989 r.

## THE INFLUENCE OF FREEZING ON THE THERMOLUMINESCENCE OF MINERAL GRAINS IN CLAY

## Summary

This paper reports first, preliminary results of the experimental work on the influence of laboratory freezing of moraine clay samples on the TL intensity of grains extracted from them. No clear dependence of the TL output on the number of freezing cycles was found for quartz grains 40–50  $\mu\text{m}$  and 90–100  $\mu\text{m}$  in size.

ВЛИЯНИЕ ПЕРЕМОРЖИВАНИЯ НА ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЮ МИНЕРАЛЬНЫХ ЗЕРЕН В СУГЛИНКАХ

Резюме

В работе приводятся первые результаты лабораторных экспериментов проведенных для исследования изменения термолюминесценции минеральных зерен кварца и других минералов в образцах суглинков под влиянием лабораторного переморживания. Не обнаружено зависимости интенсивности термолюминесценции исследованных кварцевых зерен от размеров 40–50  $\mu\text{m}$  и 90–100  $\mu\text{m}$  от числа циклов переморживаний.