

Jarosław KUSIAK

OPIS METODY TERMOLUMINESCENCYJNEGO DATOWANIA OSADÓW CZWARTORZĘDOWYCH STOSOWANEJ W LABORATORIUM TL ZAKŁADU GEOGRAFII FIZYCZNEJ I PALEOGEOGRAFII UMCS W LUBLINIE

Streszczenie. Wiek datowanego osadu wylicza się jako stosunek całkowitej energii promieniowania jonizującego, zmagazynowanej w ziarnach minerałów (kwarc, skalenie) od momentu przykrycia (dawka geologiczna) do energii tego promieniowania pochłoniętej przez ziarna w czasie jednego roku (dawka roczna). Dawka roczna określana jest na podstawie pomiarów stężeń naturalnych izotopów promieniotwórczych ^{40}K , ^{226}Ra , ^{232}Th . Otrzymane wielkości przelicza się na dawki pochodzące od promieniowania α , β , γ .

DESCRIPTION OF THE TERMOLUMINESCENCE METHOD USED FOR DATING THE QUATERNARY DEPOSITS IN THE LABORATORY OF DEPARTMENT OF PHYSICAL GEOGRAPHY AND PALEOGEOGRAPHY, MARIA CURIE-SKŁODOWSKA UNIVERSITY, LUBLIN

Summary. Author present all methods using for atl dating in thermoluminescence laboratory in Lublin. The age of dated sediment is calculated as the ratio of the total radiation energy (ED) accumulated in mineral grains (quartz, feldspars) since their covering to the energy of this radiation absorbed by grains during one year (Dr).

Oznaczanie wieku osadów czwartorzędowych polega na wyliczeniu czasu, jaki upłynął od chwili ich przykrycia. Takie wyliczenia są możliwe, ponieważ ziarna krystaliczne minerałów (m. in. kwarc, skalenie) wchodzących w skład tych osadów mają zdolność magazynowania energii pochodzącej z rozpadu atomów izotopów promieniotwórczych obec-

nych w samym mineralu lub otaczających go utworach geologicznych (Madeyska T., 1992, Pruszyński M., 1981).

Wiek osadów wyznacza się na podstawie wzoru:

$$t = ED/Dr, \quad (1)$$

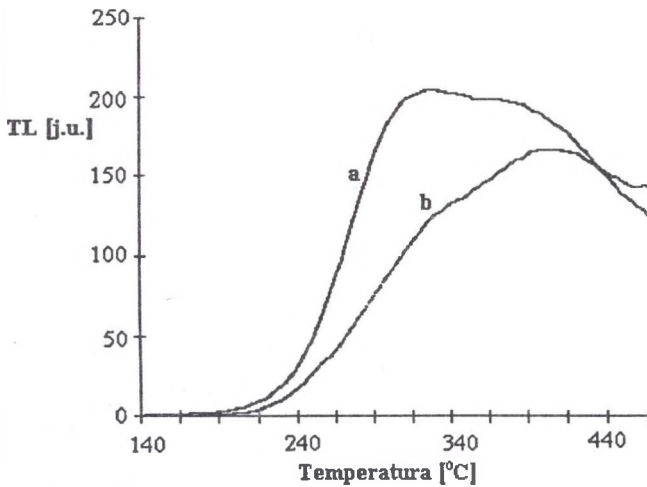
gdzie: ED – dawka geologiczna – dawka laboratoryjna promieniowania γ , która wywołuje taką samą termoluminescencję jak dawka otrzymana przez osad w warunkach naturalnych, Dr – dawka roczna – skuteczna dawka promieniowania jonizującego pochłonięta przez ziarna osadu w ciągu jednego roku.

1. Wyznaczanie dawki geologicznej ED

Z próby badanego osadu wydziela się, przy użyciu sit, frakcję polimineralną 45–63 μm . W przypadku braku dostatecznej ilości ziaren o takiej granulacji wykorzystuje się frakcję 45–75 μm lub 88–120 (250) μm . Sposób przygotowania materiału do pomiarów zależy od składu mineralnego i wieku badanego osadu.

Dla utworów geologicznych, takich jak piaski, dla których wyraźnie zaznacza się termoluminescencja pochodząca od ziaren kwarcu (maksimum krzywych jarzenia w temperaturze 380 – 400°C, przy szybkości wygrzewania 4°C/s) ziarna wielkości 45–63 (75) μm i 88–120 (250) μm są otrawiane 10 % roztworem HCl. Kwas solny rozpuszcza węglany i związki żelaza. Czas trawienia wyseparowanej z próby osadu próbki ziaren minerałów trwa z reguły godzinę. Jeżeli jednak zawiera ona dużo węglanów, dodaje się porcję kwasu aż do ustania burzenia. Do usunięcia materiału organicznego wykorzystuje się 30% roztwór H_2O_2 , w którym próbka jest trawiona przez godzinę (Balescu S., Packman S.C., Wintle A.G., 1991; Frechen M., 1992; Manikowska B., 1976). Aby krzywe jarzenia miały jedno wyraźne maksimum, z próbki polimineralnej należy usunąć ziarna innych minerałów, przede wszystkim skałeni. W celu uniknięcia bardzo kłopotliwego procesu rozdzielania minerałów przy użyciu cieczy ciężkich (mieszanki bromoformu i ksyleny), materiał o granulacji 45–63 (75) μm poddaje się trzydniowemu trawieniu w 30 % roztworze kwasu H_2SiF_6 (Bluszcz A., Pazdur M.F., 1985; Jackson M.L. et al. 1976) (rys. 1).

Kwas ten rozpuszcza skałeni i bezpostaciową krzemionkę, nie atakuje jednak kwarcu. Ziarna o granulacji 88–120 (250) μm rozdziela się przy użyciu cieczy ciężkich. Wykorzystanie cieczy o dwóch gęstościach pozwala wydzielić ziarna o masie właściwej 2,62 – 2,68 g/cm^3 (kwarc i plagioklaz). W celu wyseparowania czystego kwarcu otrzymaną mieszaninę traktuje się 40 % roztworem HF przez jedną godzinę (Balescu S. et al. 1992; Mejdahl V., 1985; Mejdahl V., Wintle A.G., 1984). Kwas usuwa ziarna plagioklazu oraz zewnętrzną warstwę ziaren kwarcu o grubości kilkunastu μm , dostępną dla promieniowania α (Bluszcz



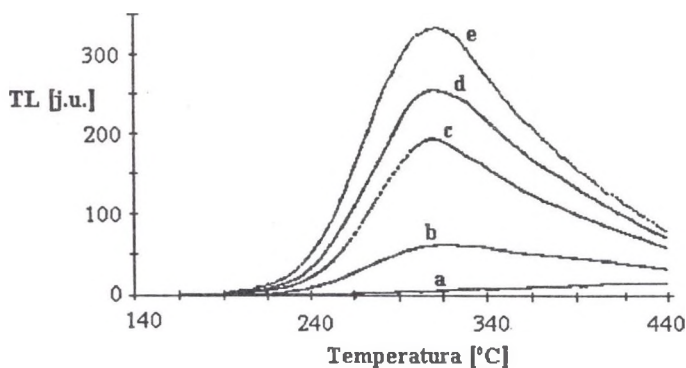
Rys. 1. Piasek rzeczny nad gliną, profil Krzeszów. Termoluminescencja naturalna (frakcja polimineralna 45–75 μm): (a) próbka wytrawiana w HCl i H_2O_2 , (b) próbka wytrawiana w HCl , H_2O_2 i H_2SiF_6

Fig. 1. Fluvial sand overlying the till, Krzeszów section. Natural thermoluminescence (polymineral grain size fraction 45–75 μm): (a) sample treated with HCl i H_2O_2 , (b) sample treated with HCl , H_2O_2 and H_2SiF_6

A., Kozarski S., Nowaczyk B., 1994; Pruszyńska-Bordas H. et al. 1987). Ubytek części ziaren kwarcu wpływa na zmniejszenie dawki geologicznej, jednak wpływ tego czynnika na obliczony wiek osadu jest niwelowany przez pominięcie we wzorze (3) na dawkę roczną składnika pochodzącego od promieniowania α (Mejdahl V., Wintle A.G., 1984). W przypadku gdy sygnał TL pochodzący od kwarcu ulega nasyceniu, do wyznaczania dawki geologicznej wykorzystuje się ziarna skaleni potasowych (88–250 μm) wyseparowane przy użyciu cieczy ciężkich o gęstościach: 2,53 i 2,59 g/cm^3 . W celu usunięcia zewnętrznej warstwy dostępnej dla promieniowania α , wyseparowane ziarna są otrawiane 10 % HF przez 40 minut (Balescu S., Packman S.C., Wintle A.G., 1991, Hütt G., Smirniow A., 1983; Mejdahl V., 1985).

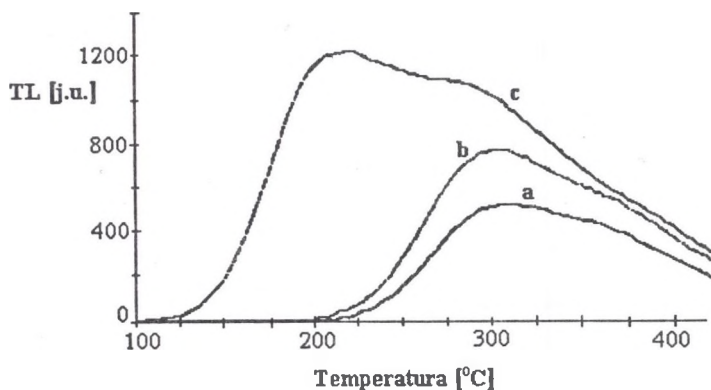
W przypadku prób osadów, dla których dominuje termoluminescencja pochodząca od skaleni (np. less, mulki), nie jest konieczne rozdzielanie minerałów, ponieważ krzywe zarzania mają jedno wyraźne maksimum w temperaturze 310 – 330°C (rys. 2, 3).

W związku z tym przygotowanie, wyseparowanej z objętości próby, próbki polimineralnej o odpowiedniej granulacji sprowadza się do oczyszczenia jej w dezintegratorze ultradźwiękowym w czasie 13 minut (Butrym J., 1981) i trawienia przez godzinę 30 % roztworem H_2O_2 . Po każdym etapie oczyszczana próbka jest kilkakrotnie przemywana wodą destylowaną.



Rys. 2. Less (Vistulian), profil (Solowa): (a) TL_0 , (b) NTL, (c) NTL + Gy, (d) NTL + 150Gy, (e) NTL + 200 Gy. Próbkę wygrzewane 8 dni w temperaturze 75°C

Fig. 2. Loess (Vistulian), section Solowa (Ukraina): (a) TL_0 , (b) NTL, (c) NTL + Gy, (d) NTL + 150Gy, (e) NTL + 200 Gy. Samples preheated at temperature 75°C for 8 days

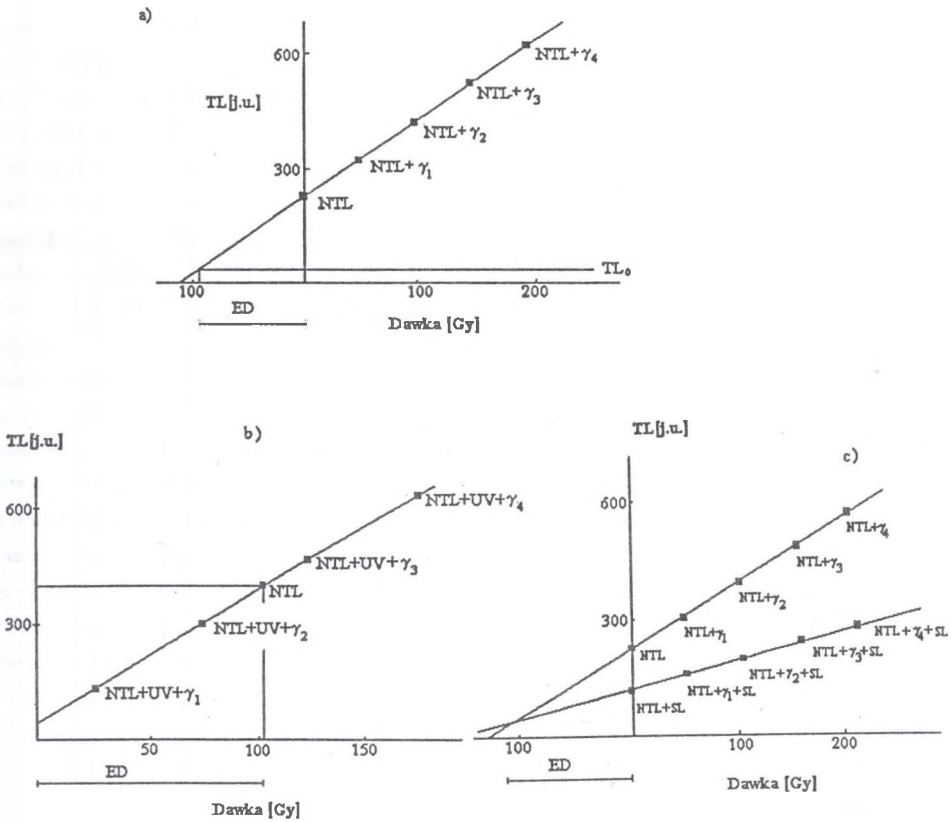


Rys. 3. Mułek, profil Krzeszów: (a) NTL, (b) NTL + 300Gy – próbka wygrzewana 8 dni w temperaturze 75°C, (c) NTL + 300Gy – próbka 8 dni po napromieniowaniu

Fig. 3. Mud, Krzeszów section: (a) NTL, (b) NTL + 300Gy – sample preheated at 75°C for 8 days, (c) NTL + 300Gy – sample 8 days after irradiation

Dalszą procedurę przygotowania ziaren mineralów do pomiarów determinuje wybór metody wyznaczania ED. Najczęściej wykorzystuje się metodę całkowitego wybielenia (Berger G.W., 1988; Mejdahl V., Wintle A.G., 1984; Singhvi A.K., Mejdahl V., 1985) (np. less, mułki, piaski: młode i w przypadku datowań opartych na skaleniach). W metodzie tej

konstruuje się krzywą wzrostu TL dla próbek, które otrzymały w laboratorium dodatkowe dawki promieniowania γ : $N TL + \gamma_i$ ($i = 1, 2, 3, 4$), NTL - termoluminescencja naturalna (rys. 2, 4a).



Rys. 4. Krzywe wzrostu TL ilustrujące trzy metody wyznaczania dawki geologicznej (ED): a) całkowite wybielenia, b) odtworzeniową, c) $R - \gamma$

Fig. 4. TL growth curves illustrating three methods for determining equivalent dose (ED): a) total bleach, b) regeneration, c) $R - \gamma$

Dawkę odpowiadającą termoluminescencji naturalnej $D(N TL)$ wskazuje punkt przecięcia krzywej wzrostu z osią odciętych. Dawkę geologiczną wyznacza się jako różnicę pomiędzy termoluminescencją naturalną i termoluminescencją resztową ($T L_0$ - termolu

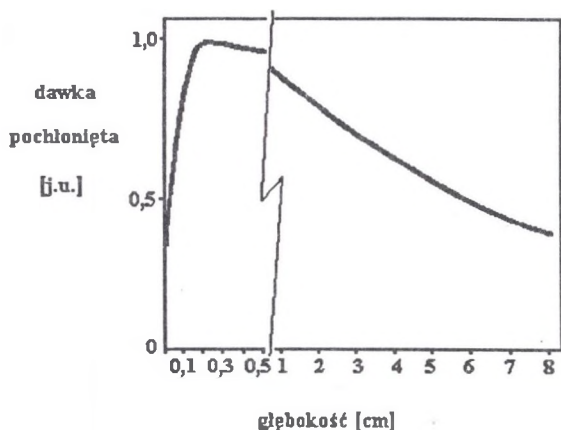
minescencja, która nawet po długiej ekspozycji ziaren mineralów na światło nie zostaje wyzerowana), na podstawie wzoru:

$$ED = (1 - R)D(NTL), \quad (2)$$

gdzie: $R = TL_o/NTL$.

Tak więc z przygotowanej próbki ziaren kwarcu lub próbki polimineralnej wydziela się 6 porcji. Jedną porcję wykorzystuje się do pomiaru termoluminescencji naturalnej, drugą w celu wyznaczenia termoluminescencji resztowej poddaje się 8-godzinnemu działaniu światła słonecznego (Balescu S., Packan S.C., Wintle A.G., Grun R., 1992) (próbki polimineralne) lub przez 8–12 godzin naświetla się lampą ultrafioletową typu VP-60 (kwarc). Pozostałe cztery porcje poddaje się naświetlaniu dawkami promieniowania γ ze źródła ^{60}Co . Porcje, zapakowane do naświetlania w bardzo cienką folię aluminiową, mają kształt sześciątów o grubości ok. 1 mm. W celu zachowania równowagi elektronowej w trakcie napromieniania, co jest jednym z czynników umożliwiających dokładne określenie dawki pochłoniętej (Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987), porcje układane są między dwoma, ściśle przylegającymi do nich warstwami pleksiglasu. Konieczność takiego przygotowania stanowiska do napromieniania jest spowodowana występowaniem zaburzeń jednorodności rozkładu dawki pochłoniętej na granicy różnych ośrodków, np. powietrze – ciało stałe (ziarna mineralów). Grubość warstwy pleksiglasu zależy od energii promieniowania emitowanego przez źródło i jest dobierana tak, aby w miejscu położenia próbki wielkość dawki pochłoniętej była maksymalna (rys. 5). Dla źródła ^{60}Co o energii promieniowania 1,25 MeV wynosi 5 mm. Taki sposób napromieniania materiału, umożliwia określenie dawki pochłoniętej z błędem $\pm 3\%$. Dawki, którymi naświetla się porcje materiału dobierane są w zależności od spodziewanego wieku osadu, a tym samym wielkości dawki geologicznej, np. 100, 200, 300 i 400 Gy, gdy przewidywana wartość ED mieści się w granicach 300–800 Gy. Wykorzystanie do pomiarów czterech dawek pozwala dokładnie odtworzyć krzywą wzrostu TL i uwzględnić, w razie potrzeby, jej nieliniowy przebieg przez dopasowanie do wyników pomiarów najczęściej linii typu wielomianowego (Singhvi A.K., Mejdahl V., 1985).

Dla prób osadów „bogatych” w kwarc, dla których sygnał TL jest bliski nasycenia, wykorzystuje się metodę odtworzeniową (Berger G.W., 1988; Mejdahl V., 1986; Wintle A.G., Huntley G.J., 1982). Wyseparowane ziarna kwarcu w celu usunięcia termoluminescencji naturalnej naświetla się przez 12 godzin światłem lampy ultrafioletowej. Z tak przygotowanego materiału wydziela się cztery porcje, które następnie są napromieniane. Na podstawie uzyskanych z pomiarów krzywych jarzenia, konstruuje się krzywą wzrostu TL. Dawka geologiczna zostaje wyznaczona w wyniku rzutowania wartości odpowiadającej maksimum krzywej jarzenia NTL na krzywą wzrostu (rys. 4b).



Rys. 5. Przybliżony wykres zależności wielkości dawki pochłoniętej przez ziarna kwarcu w funkcji odległości od granicy ośrodków (powietrze – ciało stałe przy naświetlaniu promieniowaniem γ izotopu ^{60}Co (Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987)

Fig. 5. Approximate dependence of dose absorbed by quartz grains on the distance from air – soil body border during irradiation with γ -dose from ^{60}Co source (Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987)

Najbardziej wykorzystuje się metodę R-g (Berger G.W., 1988; Singhvi A.K., Meydahl V., 1985). Dla potrzeb tej metody przygotowuje się 5 porcji materiału. Jedną do pomiaru termoluminescencji naturalnej, pozostałe cztery naświetla się dawkami promieniowania γ . Przed pomiarem każdą z pięciu porcji rozdziela się na dwie części, z których jedną poddaje się krótkiemu naświetlaniu (S) światłem słonecznym (próbki poliminerálne – 3 do 7 minut) lub światłem lampy UV (kwarc – 10 do 15 minut). Na podstawie otrzymanych z pomiarów krzywych jarzenia konstruuje się dwie krzywe wzrostu: $I_{nat.} + \gamma$ i $I_{nat.} + \gamma + S$, o różnym kącie nachylenia (rys. 4c). Dawka geologiczna jest określana jako punkt przecięcia obu krzywych rzutowany na oś odciętych.

Rejestracji krzywych jarzenia dokonuje się przy użyciu sprzężonego z komputerem IBM Czytnika – Analizatora TL model 770A z fotopowielaczem EMI 9789 QA, wyprodukowanego przez Instytut Fizyki Jądrowej w Krakowie. Dla każdej z przygotowanych porcji materiału wykonuje się trzy serie pomiarów. Do każdej serii przygotowuje się 10 naważek, każda o wadze 20 mg. Naważki wygrzewa się do temperatury 450°C z szybkością 4°C/s (Butrym J., 1985). Wyniki otrzymywane w ramach jednej serii są uśredniane. W celu usunięcia niestabilnej termoluminescencji wywołanej przez naświetlanie dawkami sztucznymi promieniowania γ , napromieniane porcje materiału poliminerálnego są wygrzewane przed pomiarem przez okres 8 dni w temperaturze 75°C (rys. 3). Taki sposób postępowania nie powoduje zmniejszenia termoluminescencji naturalnej, a jednocześnie sprawia, że

wartości maksymalne krzywych jarzenia występują w tej samej temperaturze dla próbek napromienianych i próbki naturalnej (Berger G.W., 1988; Berger G.W., Pillas B.J., Palmer A.S., 1992,). Przygotowanie materiału do pomiarów mających na celu wyznaczenie ED, jak również same pomiary odbywają się bez dostępu światła słonecznego, w słabym świetle czerwonym (Stańska-Pruszyńska W., Pruszyński M., 1985). Błąd pomiaru wynosi ok. 15 %.

2. Wyznaczanie dawki rocznej D_r

Dawkę roczną oblicza się ze wzoru:

$$D_r = D_\alpha + D_\beta + D_\gamma + D_c, \quad (3)$$

gdzie:

$D_\alpha, D_\beta, D_\gamma, D_c$ – wartości skuteczne składowych dawki rocznej, pochodzące odpowiednio od promieniowania: α, β, γ i kosmicznego.

Dla frakcji 45–63 (75) *mum* wzór 3 ma postać:

$$D_r = k a d_\alpha + d_\beta + d_\gamma + d_c, \quad (4)$$

gdzie:

$k = 0,14$ – opisuje skuteczność tworzenia termoluminescencji pod wpływem promieniowania α

dla ziaren o średnicy $\leq 10\mu\text{m}$,

$a = 0,5$ – poprawka wynikająca z faktu, że ziarna o średnicy ok. $50\mu\text{m}$ mogą otrzymać tylko 50 % dawki prom. α , otrzymywanej w tym samym osadzie przez ziarna o średnicy $\leq 10\mu\text{m}$ (Wintle A.G. 1987),

$d_\alpha, d_\beta, d_\gamma, d_c$ – dawki pochodzące od promieniowania, odpowiednio: α, β, γ i kosmicznego.

Dla ziaren o granulacji 88–120 (250) μm dawkę roczną wyznacza się z zależności:

$$D_r = 0,95d_\beta + d_\gamma + d_c \quad (5)$$

Współczynnik liczbowy 0,95 opisuje zmniejszenie zasobu termoluminescencji pochodzącej od promieniowania β , spowodowane trawieniem ziaren w kwasie HF (Mejdahl V., Wintle A.G., 1984).

Jeżeli do wyznaczania dawki geologicznej wykorzystuje się skalenie potasowe, przy obliczaniu dawki rocznej należy uwzględnić dodatkowy czynnik D_{wewn} – składowa wynikająca z obecności potasu w ziarnach skaleni. Wzór na dawkę roczną przyjmuje postać:

$$Dr_s = Dr + D_{wewn} \quad (6)$$

Składnik D_{wewn} oblicza się na podstawie danych zaczerpniętych z prac: Mejdahl (1983), Mejdahl i Wintle (1984). Zawartość potasu w ziarnach skalenia wyznacza się przy użyciu spektrofotometru płomieniowego (Wintle A.G., 1987).

Dawki d_α , d_β , d_{γ} oblicza się na podstawie pomiarów stężeń naturalnych izotopów promieniotwórczych ^{40}K , ^{226}Ra , ^{232}Th , wykonywanych przy użyciu Analizatora Naturalnych Zanieczyszczeń Radioaktywnych typu AZAR-82, przy założeniu stanu równowagi wiekowej w szeregach promieniotwórczych: torowym i uranowym. Dla każdej próby o masie ok. 2,5 kg wykonuje się 20 pomiarów, każdy w czasie 2000 s (Fedorowicz S., Olszak I.J., 1985). Stężenia izotopów promieniotwórczych (wyrażone w Bq/kg) przeliczane są na moce dawek pochłoniętych, pochodzących odpowiednio od promieniowania α , β i γ (wyrażone w Gy/ka) na podstawie danych opublikowanych w pracy Aitkena (Aitken M.J., 1983). Wkład od promieniowania kosmicznego oblicza się na podstawie danych zawartych w pracy Prescottta i Huttona (1988). Poprawki na wilgotność osadu przyjmuje się za Prószyńską-Bordas i Prószyńskim (1983). Dla poszczególnych rodzajów promieniowania wynoszą one odpowiednio:

$1/(1+w)$ – dla promieniowania gamma,

$1/(1+1,25w)$ – dla promieniowania beta,

$1/(1+1,49w)$ – dla promieniowania alfa,

gdzie:

$w = \text{masa wody} / \text{masa osadu suchego}$.

Ponieważ, ocena średniej wilgotności badanego osadu w trakcie jego historii geologicznej jest trudna, a wilgotność próby pobranej z odsłonięcia nie obrazuje wilgotności od chwili przykrycia, dlatego przyjmuje się, że wilgotność naturalna osadu mieści się w przedziale 50-25% wilgotności maksymalnej (nasylenia kapilarnego) (Pruszyńska-Bordas H., Pruszyński). Błąd pomiaru Dr wynosi ok. 5 %.

Jerzy Butrym do wyznaczania dawki rocznej wykorzystywał dawkomierze LiF (Butrym J. 1985). Taki sposób postępowania budził wątpliwości natury metodycznej, sprzeczające się do faktu, że dawkomierze w małej próbce (1-2 kg) otrzymują jedynie część energii promieniowania jonizującego w stosunku do tej, jaką otrzymałyby w złożu. Pociąga to za sobą zaniżenie dawki rocznej (Fedorowicz S., Olszak I.J., 1988; Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987; Wintle A.G., 1987). Ponieważ w pracach J. Butryma nie została dostatecznie dokładnie opisana zasada obliczania dawki rocznej na podstawie pomiarów wykonywanych

przy użyciu dawkomierzy, dlatego zaniechano wykorzystywania ich do pomiaru dawki rocznej w laboratorium.

Przy opracowywaniu obecnie wykorzystywanej metody (na podstawie przeprowadzonych rozmów z dr S. Fedorowiczem oraz literatury metodycznej) zwrócono szczególną uwagę na zapewnienie porównywalności wyników otrzymywanych w naszej pracowni z wynikami innych laboratoriów, co realizowane jest przez podawanie oprócz wieku osadu także wartości składowych dawki rocznej od promieniowania α , β , γ , promieniowania kosmicznego oraz wartości dawki geologicznej, metody jej wyznaczania, jak również wyników testu plateau (Bluszcz A., 1985; Mejdahl V., 1986).

Podziękowanie

Panu dr Stanisławowi Fedorowiczowi za cenne uwagi związane z metodyką datowań TL oraz pomoc w uruchomieniu pracowni.

Literatura

Aitken M.J., 1983, Radioactivity data using SI units. PACT, 9, s.69-71.

Balescu S., Packman S.C., Wintle A.G., 1991, Chronological separation of interglacial raised beaches from Northwestern Europe using thermoluminescence. Quaternary Research, 35, s.91-102.

Balescu S., Packman S.C., Wintle A.G., Grun R., 1992, Thermoluminescence dating of the Middle Pleistocene raised beach of Sangatte (Northern France). Quaternary Research, 37, s.390-396.

Berger G.W., 1988, Dating Quaternary events by luminescence. Geological Society of America, Special Paper 227, s.13-50.

Berger G.W., Pillans B.J., Palmer A.S., 1992, Dating loess up to 800 ka by thermoluminescence. Geology, 20, s.403-406.

Bluszcz A., 1985, Stanowisko pomiarowe i metodyka pomiarów w laboratorium TL w Gliwicach, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Matematyka-Fizyka, z.46, s.147-157.

Bluszcz A., Pazdur M., 1985, O wieku piasków z Fromborka. Przyczynek do dyskusji nad przydatnością metody TL w chronostratygrafii czwartorzędu. Przegląd Geologiczny, 8, s.435-439.

- Bluszcz A., Kozarski S., Nowaczyk B., 1994, Termoluminescencyjne datowania wistuliańskich pokryw lessowych Pomorza Zachodniego. *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Matematyka-Fizyka, z.71, s.225-251.*
- Butrym J., 1985, Application of the thermoluminescence method to dating of loesses and loesslike formations. In: *Guidebook of the International Symposium on Problems of the Stratigraphy and Paleogeography of Loesses.* (Ed. H. Maruszczak), s.81-90.
- Butrym J., 1985, Oznaczenie wieku termoluminescencyjnego osadów czwartorzędowych w laboratorium TL Zakładu Geografii Fizycznej UMCS w Lublinie. *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Matematyka-Fizyka, z.46, s.137-145.*
- Fedorowicz S., Olszak I.J., 1985, TL studies of Quaternary sediments at the University of Gdańsk. *Ancient TL, 3, s.10-14.*
- Fedorowicz S., Olszak I.J., 1988, Wartości dawki rocznej i geologicznej w zależności od frakcji i metody pomiaru oraz wpływ tych czynników na otrzymany wiek osadu w profilu Maliniec koło Konina. *Badania Fizjograficzne nad Polską Zachodnią, tom XXXIX, s. A, Geografia Fizyczna, s.6-23.*
- Frechen M. (1992). Systematic thermoluminescence dating of two loess profiles from the Middle Rhine Area (F.R.G.). *Quaternary Science Reviews, 11, s.93-101.*
- Hüett G., Smirniow A., 1983, Thermoluminescence dating of sediments by means of the quartz and feldspar inclusion methods. *PACT, 9, s.463-471.*
- Jackson M.L., Sayin M., Clayton R.N., 1976, Hexafluorosilicic acid reagent modification for quartz isolation. *Soil Science Society of America Journal, 40, s.958-960.*
- Madeyska T., 1992, *Metody fizykochemiczne i sedymentacyjne [w:] Czwartorzęd. Osady, metody badań, stratygrafia.* PAE, Warszawa, s.403-437.
- Manikowska B., 1976, Metoda barwienia skaleni azotynokobaltanem sodu i jej zastosowanie w badaniach czwartorzędu okolic Łodzi. *Acta Geographica Lodziensia, 37, s.137-174.*
- Mejdahl V., 1983, Feldspar inclusion dating of ceramics and burnt stones. *PACT, 9, s.351-364.*
- Mejdahl V., 1985, Thermoluminescence dating based on feldspars. *Nuclear Tracks, 10.*
- Mejdahl V., 1986, Thermoluminescence dating of sediments. *Radiation Protection Dosimetry, 17, s.219-227.*

- Mejdahl V., Wintle A.G., 1984, Thermoluminescence applied to age determination in archeology and geology. In: Horowitz Y.S., ed., Thermoluminescence and thermoluminescent dosimetry, Boca Raton, CRC Press, v. III. s.133–190.
- Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987, Wykorzystanie chronometrii termoluminescencyjnej w chronostratygrafii czwartorzędu. Część I. Przegląd Geologiczny, 11, s.566–570.
- Pazdur M.F., Bluszcz A., 1987, Wykorzystanie chronometrii termoluminescencyjnej w chronostratygrafii czwartorzędu. Część II. Przegląd Geologiczny, 12, s.624–628.
- Prescott J.R., Hutton J.T., 1988, Cosmic ray i gamma ray dosimetry for TL and ESR. Nuclear Tracks, 14, s.223–227.
- Prószczyńska-Bordas H., Prószczyński M., 1983 Termoluminescencyjne datowanie anomalii magnetycznych występujących w profilach lessowych południowej Polski. Komitet Badań Czwartorzędu PAN, 5, s.105–113.
- Prószczyńska-Bordas H., Stańska-Prószczyńska W., Prószczyński M., 1987, Termoluminescencyjne wskaźniki wieku lessów i gleb kopalnych z przekroju w Odonowie (metoda i wyniki laboratorium warszawskiego). Komitet Badań Czwartorzędu PAN, 7, s.16–29.
- Prószczyński M., 1981, Metoda oznaczania wieku geologicznego poszczególnych warstw gruntu. Komitet Badań Czwartorzędu PAN, 4, s.73–97.
- Singhvi A.K., Mejdahl V., 1985, Thermoluminescence dating of sediments. Nuclear Tracks, 10, s.137–161.
- Stanska-Prószczyńska W., Prószczyński M., 1985, Termoluminescencyjne wskaźniki wieku osadów geologicznych—spostrzeżenia z lat 1973–1983. Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Matematyka–Fizyka, z.46, s.125–135.
- Wintle A.G., 1987, Thermoluminescence dating of loess. Catena Supplement, 9, s.103–115.
- Wintle A.G., Huntley D.J., 1982, Thermoluminescence dating of sediments. Quaternary Science Reviews, 1, s.31–53.

Abstract

The age of dated sediment is calculated as the ratio of the total radiation energy (ED) accumulated in mineral grains (quartz, feldspars) since their covering to the energy of this radiation absorbed by grains during one year (Dr).

For determination of the equivalent dose (ED) the polymineral fraction 45–63 μm is separated from the sample of the examined deposit. If the amount of grains of this size is too small the 45–75 μm or 88–120(250) μm fraction is used.

When thermoluminescence of sediments comes mainly from feldspars (e.g. in loesses), polymineral samples are cleaned in an ultrasonic disintegrator and treated with 30% H_2O_2 .

In case the TL signal from quartz grains is distinctly pronounced in geologic deposits (e.g. sands), the polymineral samples are treated with 10% HCl and 30% H_2O_2 . For separating quartz grains of fraction 88–120(250) μm heavy liquids are used, and the separated material is treated with 40% HF. The polymineral fraction 45–63(75) μm is treated with 30% H_2SiF_6 . Silicofluoric acid does not attack quartz grains but it dissolves feldspars. When the TL signal from quartz grains reaches saturation, feldspars of fraction 88–250 μm are used. They are separated from the polymineral sample, using heavy liquids and then treated with 10% HF.

The ED is usually determined using the total bleach method. For residual TL measurement quartz grains are exposed for 8–12 hours to a sunlamp (UV), and the polymineral fraction is exposed for 8 hours to sunlight. Four grain aliquots are irradiated with γ -doses from ^{60}Co source. The γ -doses are adjusted to the sediment age. In order to remove unstable thermoluminescence caused by irradiation with artificial γ -doses, the irradiated aliquots are heated at 75°C for 8 days.

The regeneration method is used for quartz samples when the TL signal is close to its saturation level. Quartz grains are exposed to a sunlamp over 12 hours for zeroing the natural thermoluminescence. From thus prepared material four aliquots are taken and irradiated with γ -doses.

The annual dose (D_r) is determined on the basis of measurements of the concentration of the natural radioactive isotopes: ^{40}K , ^{226}Ra , ^{232}Th . From the obtained values absorbed doses coming from α , β and γ radiation are calculated. Additionally, the dose coming from cosmic radiation and correction for water content in the sediment are taken into consideration. It is assumed that mean moisture of the sediment during its geologic history was 50–25% of its maximum content.