ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Andrzej BLUSZCZ

DATOWANIE LUMINESCENCYJNE OSADÓW CZWARTORZĘDOWYCH – TEORIA, OGRANICZENIA, PROBLEMY INTERPRETACYJNE

MATEMATYKA-FIZYKA z. 86 GEOCHRONOMETRIA 17

GLIWICE 2000

POLITECHNIKA ŚLĄSKA ZESZYTY NAUKOWE NR 1434

Andrzej BLUSZCZ

DATOWANIE LUMINESCENCYJNE OSADÓW CZWARTORZĘDOWYCH – TEORIA, OGRANICZENIA, PROBLEMY INTERPRETACYJNE

Gliwice

#### **OPINIODAWCY**

Dr hab. Hubert L. Oczkowski -Prof. nadzw. Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu

> Prof. dr hab. inż. Jacek Rutkowski -Akademia Górniczo – Hutnicza w Krakowie

#### KOLEGIUM REDAKCYJNE

REDAKTOR NACZELNY	_	Prof. dr hab. Zygmunt Kleszczewski
REDAKTOR DZIAŁU	_	Dr inż. Piotr Gawron
SEKRETARZ REDAKCJI	_	Mgr Elżbieta Leśko

## REDAKCJA

Mgr Roma Łoś

#### REDAKCJA TECHNICZNA

Alicja Nowacka

### Wydano za zgodą Rektora Politechniki Śląskiej

#### Publikacja dofinansowana z funduszu BW 460/RMF-1/99

#### PLISSN 0072-470X

Wydawnictwo Politechniki Śląskiej ul. Akademicka 5, 44-100 Gliwice tel./fax (0-32) 237 1381

Nakł. 110 + 83	Ark. wyd. 7	Ark. druk. 6,5	Papier offset. kl. III 70 x 100, 80g
Oddano do druku 04.01.2000 r.		Podpis. do druku 04.01.2000 r.	Druk ukończ. w styczniu 2000 r.

Fotokopie, druk i oprawę wykonał "ROLEK", Gliwice, ul. Kazimierza Wielkiego 4

# SPIS TREŚCI

	Wstęp	7
1.	Datowanie luminescencyjne	9
	1.1. Właściwości promieniowania jonizującego	11
	1.2. Metoda termoluminescencji	12
	1.3. Metoda optycznie stymulowanej luminescencji	14
	1.4. Wyznaczanie dawki pochłoniętej	15
	1.4.1. Metoda addytywna	22
	1.4.2. Metoda całkowitego wybielenia	25
	1.4.3. Metoda częściowego wybielenia	25
	1.4.4. Metoda odtworzeniowa i odtworzeniowo-addytywna	26
	1.4.5. Metoda fototransferu	28
	1.4.6. Test plateau	29
	1.4.7. Inne metody ustalania poziomu początkowego TL ziaren w osadach	30
	1.5. Wyznaczanie dawki pochłoniętej metodami pojedynczych porcji i pojedyn- czych ziaren	30
	1.6. Wyznaczanie mocy dawki i wieku	37
	1.6.1. Dozymetria termoluminescencyjna – TLD	37
	1.6.2. Spektrometria promieniowania gamma	37
	1.6.3. Zliczanie cząstek alfa	38
	1.6.4. Fotometria płomieniowa lub atomowa spektrometria absorpcyjna	38
	1.6.5. Spektrometria promieniowania alfa	39
	1.6.6. Zliczanie cząstek beta	39
	1.6.7. Obliczanie efektywnej dawki rocznej	39
	1.6.8. Wpływ wilgotności na efektywną dawkę roczną	41
	1.6.9. Obliczanie wieku	42
2.	Datowanie osadów geologicznych	43
	2.1. Czynniki umożliwiające i ograniczające zastosowanie metod luminescencji do datowania osadów czwartorzędowych	43
	2.2. Laboratoryjne źródła niepewności pomiaru wieku	48
	2.2.1. Niepewności systematyczne związane z kalibracją mocy dawki źródeł promieniowania i standardów radioaktywności	50
	2.2.2. Niepewności przypadkowe związane z pomiarami radioaktywności i luminescencji wykonywanymi w laboratorium	51
	2.3. Niepewności związane z założeniami metod datowania	52

	2.4. Niepewności związane z pobier	aniem prób do datowania	52
	2.5. Perspektywy zwiększenia precy nych osadów czwartorzędowyc	zji i dokładności datowań luminescencyj- h	53
3.	3. Analiza i interpretacja wyników d	atowania	55
	3.1. Analiza dużych zestawów wyni	ków datowania	55
	3.1.1. Metoda "bootstrap"		56
	3.1.2. Krytyczne <i>P-wartości</i>		59
	3.1.3. Przykład obliczeń dla rzeczy	wistego zestawu wyników datowania	61
	3.1.4. Interpretacja wyników		62
	3.2. Porównywanie wyników datow dów	vania z niezależnymi szacunkami wieku osa-	64
	3.2.1. Porównywanie wyników otrz	zymanych jedną z metod luminescencyjnych	65
	3.2.1.1. Datowanie metodą TL les	sów w Golicach i Klępiczu	66
	3.2.2. Porównywanie wyników otrz cyjnymi	zymanych różnymi metodami luminescen-	69
	3.2.2.1. Datowanie metodami TL	profilu osadów lessowych w Odonowie	70
	3.2.2.2. Datowanie metodami OSI wych w Mikorzynie i Sław	L i TL glacjalnych osadów czwartorzędo- voszewku	72
	3.2.2.3. Datowanie metodami OSI Łazy	L i TL osadów holoceńskich stanowiska	74
	3.2.2.4. Datowanie luminescencyj dynczych porcji gleby kor	ne metodami wielu porcji i metodami poje- balnej w wydmie w Kuźnicy	77
	3.2.3. Porównywanie wyników otrz w różnych laboratoriach	zymanych różnymi metodami datowania lub	82
	3.2.3.1. Datowanie metodami TL	i <sup>14</sup> C stanowiska w Kamieńcu	83
	3.2.3.2. Datowanie metodami TL	i <sup>14</sup> C stanowiska w Haćkach	84
	3.3. Ograniczenia interpretacji wyni towania	kające z założeń i dokładności metody da-	87
	Podsumowanie		90
Dodatek A. Pobieranie prób do datowania luminescencyjnego		92	
	Dodatek B. Preparatyka laborato	ryjna próbek	94
	Bibliografia		
	Streszczenie		103

# TABLE OF CONTENTS

	Introduction	7
1.	Luminescence dating	9
	1.1. Properties of ionising radiation	11
	1.2. Thermoluminescence method	12
	1.3. Optically stimulated luminescence method	14
	1.4. Determination of absorbed dose	15
	1.4.1. Additive dose method	22
	1.4.2. Total bleach method	25
	1.4.3. Partial bleach method	25
	1.4.4. Regeneration and additive – regeneration method	26
	1.4.5. Phototransfer method	28
	1.4.6. Plateau test	29
	1.4.7. Other methods of determination of initial TL level in sediment grains	30
	1.5. Determination of absorbed dose by single aliquot and single grain methods	30
	1.6. Determination of dose rate and age	37
	1.6.1. Thermoluminescence dosimetry – TLD	37
	1.6.2. Gamma spectrometry	37
	1.6.3. Alpha counting	38
	1.6.4. Flame photometry or atomic absorption spectrometry	38
	1.6.5. Alpha spectrometry	39
	1.6.6. Beta counting	39
	1.6.7. Determination of effective annual dose	39
	1.6.8. Effect of humidity on effective annual dose	41
	1.6.9. Age determination	42
2.	Dating of geological sediments	43
	2.1. Factors influencing application of luminescence methods to dating Quater- nary sediments	43
	2.2. Laboratory sources of uncertainties of age determination	48
	2.2.1. Systematic uncertainties related to calibration of dose rates of radiation sources and to standards of radioactivity	50
	2.2.2. Random errors related to laboratory measurements of radioactivity and luminescence	51
	2.3. Uncertainties related to assumptions of dating method	52

<ul> <li>2.5. Prospects for improving precision and accuracy of luminescence dating of Quaternary sediments</li> <li><b>3. Analysis and interpretation of dating results</b></li> <li>3.1. Analysis of large sets of dating results</li> <li>3.1.1. "Bootstrap" method</li> <li>3.1.2. Critical <i>P</i>-values</li> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> </ul>		2.4. Uncertainties related to sample collection	52
<ul> <li>3. Analysis and interpretation of dating results</li> <li>3.1. Analysis of large sets of dating results</li> <li>3.1.1. "Bootstrap" method</li> <li>3.1.2. Critical <i>P</i>-values</li> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Maximum endering from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> </ul>		2.5. Prospects for improving precision and accuracy of luminescence dating of Quaternary sediments	53
<ul> <li>3.1. Analysis of large sets of dating results</li> <li>3.1.1. "Bootstrap" method</li> <li>3.1.2. Critical <i>P</i>-values</li> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Lazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Maximize</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> </ul>	3.	Analysis and interpretation of dating results	55
<ul> <li>3.1.1. "Bootstrap" method</li> <li>3.1.2. Critical <i>P</i>-values</li> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> </ul>		3.1. Analysis of large sets of dating results	55
<ul> <li>3.1.2. Critical <i>P-values</i></li> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Lazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniee</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.1.1. "Bootstrap" method	56
<ul> <li>3.1.3. Example of calculation for large set of dates</li> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1. TL dating of loesses from Golice and Klepicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.1.2. Critical <i>P-values</i>	59
<ul> <li>3.1.4. Interpretation of results</li> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1. TL dating of loesses from Golice and Klepicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Lazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.1.3. Example of calculation for large set of dates	61
<ul> <li>3.2. Comparison of dating results with independent age estimates</li> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze- wek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different labo- ratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.1.4. Interpretation of results	62
<ul> <li>3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method</li> <li>3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze- wek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Lazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.2. Comparison of dating results with independent age estimates	64
<ul> <li>3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klępicz</li> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławoszewek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.2.1. Comparison of results obtained by one luminescence method	65
<ul> <li>3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods</li> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze-wek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.2.1.1. TL dating of loesses from Golice and Klepicz	66
<ul> <li>3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów</li> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze-wek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> </ul>		3.2.2. Comparison of results obtained by different luminescence methods	69
<ul> <li>3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze- wek</li> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different labo- ratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.2.1. TL dating of loess profile in Odonów	70
<ul> <li>3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy</li> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.2.2. OSL and TL dating of glacial sediments in Mikorzyn and Sławosze- wek	72
<ul> <li>3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica</li> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.2.3. OSL and TL dating of Holocene sediments in Łazy	74
<ul> <li>3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories</li> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.2.4. Multiple aliquot and single aliquot luminescence dating of fossil soil buried in a dune in Kuźnica	77
<ul> <li>3.2.3.1. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Kamieniec</li> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.3. Comparison of results obtained by different methods or in different laboratories	82
<ul> <li>3.2.3.2. TL and <sup>14</sup>C dating of archaeological site in Haćki</li> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.3.1. TL and <sup>14</sup> C dating of archaeological site in Kamieniec	83
<ul> <li>3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method</li> <li>Summary</li> <li>Appendix A. Sampling material for luminescence dating</li> </ul>		3.2.3.2. TL and <sup>14</sup> C dating of archaeological site in Haćki	84
Summary Appendix A. Sampling material for luminescence dating		3.3. Interpretation limits arousing from assumptions and accuracy of dating method	87
Appendix A. Sampling material for luminescence dating		Summary	90
Annendiz D. Laboratowy and the structure of several s		Appendix A. Sampling material for luminescence dating Appendix B. Laboratory pre-treatment of samples	
Appendix B. Laboratory pre-treatment of samples			
Bibliography		Bibliography	
Abstract 1		Abstract	104

# Wstęp

W 1953 roku Daniels, Boyd i Saunders po raz pierwszy zaproponowali wykorzystanie zjawiska termoluminescencji w geologii i archeologii do określania wieku (Daniels i in., 1953). Pierwsze prace w tym zakresie zostały wykonane na Uniwersytecie Berneńskim (Grogler i in., 1960) i Kalifornijskim (Kennedy i Knopf, 1960), kiedy po raz pierwszy zmierzono termoluminescencję zabytkowej ceramiki. W latach 60 powstały pierwsze ośrodki, w Oksfordzie (Aitken i in, 1964), w Kioto (Ichikawa, 1965), w Wisconsin (Mazess i Zimmerman, 1966), w Filadelfii (Ralph i Han, 1966) i w Danii (Mejdahl, 1969), w których opracowano praktyczne techniki datowania termoluminescencyjnego na potrzeby archeologii. W tym samym czasie zastosowano TL do datowania osadów geologicznych w Kijowie (Shelkoplias i Morozow, 1965).

W Polsce datowania luminescencyjne są wykonywane od około 20 lat, przede wszystkim na potrzeby badań czwartorzędu. Zostały zapoczątkowane pracami M. Prószyńskiego na Uniwersytecie Warszawskim i J. Butryma na Uniwersytecie Lubelskim. Pierwsze publikacje o charakterze ogólnym, omawiającym podstawowe zagadnienia związane z wykorzystaniem zjawiska luminescencji do datowania, pojawiły się w kraju w latach 80 i 90 (Bluszcz, 1985; Pazdur i Bluszcz, 1987a i b; Chruścińska i Oczkowski, 1994).

Obecnie mamy w kraju trzy ośrodki, w których wykonuje się datowania osadów na potrzeby geologiczne metodą termoluminescencji: Uniwersytet Lubelski, Uniwersytet Gdański, Uniwersytet Toruński, oraz jeden, w którym wykonuje się datowania obiektów archeologicznych i osadów geologicznych metodami TL i OSL – w Politechnice Śląskiej w Gliwicach.

Autor monografii prowadzi swoje badania w laboratorium datowania luminescencyjnego Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej od początku lat 80, to jest od momentu jego założenia, a ich wyniki przedstawił w ponad 50 publikacjach oraz w około 20 referatach wygłoszonych na konferencjach krajowych i zagranicznych. Jest też współautorem i współredaktorem monografii "Geochronologia górnego czwartorzędu Polski w świetle datowania radiowęglowego i luminescencyjnego", w której znajduje się skrócona wersja niniejszej pracy. O doświadczeniu autora w zakresie stosowania metod luminescencyjnych świadczy też to, że założył i wyposażył, najpierw w samodzielnie zaprojektowaną i zbudowana aparaturę a później w wysokiej klasy aparaturę komercyjną, laboratorium datowania luminescencyjnego i wykonał blisko 800 oznaczeń wieku próbek geologicznych i archeologicznych.

Mimo że całkowitą liczbę wykonanych w Polsce datowań luminescencyjnych można szacować na co najmniej 3 tysiące, i że są one wykonywane od około 20 lat, to wiedza przeciętnego odbiorcy wyników na temat samej metody datowania, jak też na temat czynników warunkujących lub ograniczających interpretację wyników jest niewystarczająca. Wydaje się zatem celowe, żeby przedstawić istotne dla użytkownika zagadnienia metodyczne i interpretacyjne związane z datowaniem metodami luminescencyjnymi w jednym opracowaniu, zwłaszcza że w języku polskim nic podobnego jeszcze się nie ukazało. Temu celowi ma przede wszystkim służyć niniejsza monografia. Jest ona jednocześnie prezentacją dorobku autora w zakresie datowania luminescencyjnego i przedstawione przykłady wykorzystania metod luminescencyjnych niemal w całości bazują na wynikach datowań wykonanych osobiście przez autora. Przykłady interpretacji wyników pochodzą również od autora, nawet jeżeli były wcześniej publikowane w pracach zbiorowych. Przedstawiony w tej monografii materiał badawczy nie obejmuje oczywiście wszystkich wykonanych przez autora datowań, ale został świadomie ograniczony do datowań wykonanych dla kilku stanowisk geologicznych. Przy selekcji stanowisk kierowano się głównie przydatnością do zilustrowania konkretnego problemu, przy czym wybierano stanowiska, dla których wykonano możliwie dużo datowań, w razie potrzeby więcej niż jedną metodą, i stanowiska w jakiś sposób istotne dla rozwoju wiedzy o czwartorzędzie.

Rozdział 1. "Datowanie luminescencyjne" stanowi wprowadzenie do metod luminescencyjnych wykorzystywanych do datowania utworów geologicznych. W rozdziale 2. "Datowanie osadów geologicznych" przedstawiono czynniki umożliwiające i ograniczające zastosowanie metod luminescencyjnych do datowania osadów geologicznych oraz inne zagadnienia mające znaczenie dla interpretacji wyników datowania. Rozdział 3. "Analiza i interpretacja wyników datowania" prezentuje wiele przykładów analizy i interpretacji wyników datowania. Pierwsza część tego rozdziału zawiera propozycję sposobu statystycznej analizy dużych zestawów dat za pomocą metody "bootstrap" w celu obiektywnego stwierdzenia grupowania się wyników oraz możliwej interpretacji tego faktu. Następnie przedstawiono przypadki interpretacji wyników datowania metodą TL większej liczby próbek z tego samego terenu (stanowiska), uzyskanych w jednym lub kilku laboratoriach. Dalej porównane i interpretowane są wyniki datowań tych samych osadów wykonane dwiema różnymi metodami luminescencyjnymi. Wyjątkowo na przykładzie stanowisk archeologicznych przedstawiono porównanie wyników datowania dwiema zupełnie różnymi metodami datowania, w tym przypadku termoluminescencyjną i radiowęglową.

# 1. Datowanie luminescencyjne

Jednym ze składników środowiska naturalnego jest promieniowanie jonizujące. Najważniejszym jego źródłem są izotopy promieniotwórcze zawarte w skorupie ziemskiej, atmosferze i biosferze, emitujące promieniowanie alfa, beta i gamma. Pewna część promieniowania ma swoje źródła poza Ziemią; jest to tak zwane promieniowanie kosmiczne, przy czym do powierzchni Ziemi dociera praktycznie tylko przenikliwe, wtórne promieniowanie kosmiczne. W ostatnim okresie, bardzo krótkim w sensie geologicznym a nawet historycznym, pojawiły się nowe jego źródła, związane z działalnością człowieka w zakresie zbrojeń atomowych i energetyki jadrowej. W dalszym jednak ciagu najważniejszym źródłem promieniowania jonizującego w środowisku są izotopy promieniotwórcze, które weszły w skład Ziemi w okresie formowania się układu słonecznego. Są to przede wszystkim długożyciowe izotopy uranu <sup>238</sup>U, <sup>235</sup>U i toru <sup>232</sup>Th, dające początek naturalnym rodzinom promieniotwórczym, w których skład wchodzi kilkadziesiąt innych krótkożyciowych radioizotopów oraz izotop potasu <sup>40</sup>K. Oprócz nich występuje jeszcze w skorupie ziemskiej pewna liczba innych izotopów promieniotwórczych, które, poza<sup>87</sup>Rb, nie dają znaczącego wkładu w ogólne pole promieniowania jonizującego. Promieniowanie to niesie energię, którą pochłaniają wszystkie substancje występujące w środowisku. Średnio, kilogramowa porcja materiału skorupy ziemskiej pochłania w ciągu roku energię rzędu kilku tysięcznych dżula (kilku mJ). Dla porównania, ten sam kilogram spadając z wysokości 1 m osiąga energie kinetyczną około 10 J, czyli ponad tysiąckrotnie większą. Mimo że energia naturalnego promieniowania jest tak niewielka, to wywołuje ona w niektórych substancjach skutki, które kumulując się przez dłuższy okres, dają się wykryć i mierzyć metodami fizycznymi. Wielkość mierzonego efektu jest zależna od ilości energii, którą substancja pochłonęła. W przybliżeniu zależność ta jest prostą proporcjonalnością. Zarówno energie promieniowania jonizującego pochłanianą w materii, jak i mierzone wartości jego skutków zwykło się odnosić do jednostki masy. I tak, miarą pochłoniętej energii jest wielkość nazywana dawką pochłoniętą promieniowania, zdefiniowana jako stosunek energii tego promieniowania pochłoniętej w określonej objętości do masy materii zawartej w tej objętości. Jednostką dawki pochłoniętej promieniowania (w skrócie dawki pochłoniętej lub po prostu dawki) w układzie SI jest 1 Gy = 1 J/1 kg. Szybkość, z jaką energia promieniowania jest pochłaniana, mierzy się wielkościa nazywana mocą dawki pochłoniętej promieniowania (w skrócie mocą dawki), która jest zdefiniowana jako iloraz dawki i czasu, w którym została pochłonięta. W układzie SI jednostką mocy dawki pochłoniętej jest 1 Gy/1 s. W porównaniu z mocą dawek promieniowania występującego w naturalnym środowisku jest to wartość ogromna i w praktyce używa się znacznie mniejszej jednostki równej 1 mGy/rok (albo 1 Gy na tysiąclecie). Przyjęło się powszechnie oznaczać je odpowiednio mGy/a lub Gy/ka, gdzie "a" (od *annus*) oznacza rok, a "ka" – tysiąc lat.

Ponieważ czasy połowicznego zaniku izotopów, które decydują o aktywności środowiska, są rzędu  $10^9$  lat, to ilość izotopów promieniotwórczych jest praktycznie stała, nawet w geologicznej skali czasu. Zatem natężenie promieniowania jonizującego, jak i moc dawki promieniowania mogą być uważane za stałe. W takich warunkach wielkość dawki promieniowania *D* pochłoniętej w jakimś elemencie środowiska jest wprost proporcjonalna do czasu przebywania tego elementu w środowisku:

$$D = d \cdot t \,, \tag{1.1}$$

gdzie *d* jest wartością dawki rocznej, a *t* czasem w latach. Pochłonięta energia jest niemal w całości rozpraszana w postaci ciepła. W kryształach, a także niektórych substancjach amorficznych, niewielka część energii promieniowania jonizującego, przekazywana w procesach wzbudzania elektronom, może zostać zmagazynowana w sieci krystalicznej.

W rzeczywistych kryształach, w pasmie wzbronionym między pasmem walencyjnym a pasmem przewodnictwa, znajdują się lokalne stany energetyczne związane z różnymi defektami sieci krystalicznej. (Przykład uproszczonej struktury stanów energetycznych kryształu przedstawia rysunek 1.1.) Część z nich może mieć charakter pułapek, które są zdolne do wychwytywania elektronów z pasma przewodnictwa i przetrzymywania ich przez długi czas, do momentu, w którym otrzymają one energię niezbędną do wzbudzenia do pasma przewodnictwa. Stan kryształu, w którym część lub wszystkie pułapki są zapełnione schwytanymi elektronami, charakteryzuje się nadwyżką energii w porównaniu ze stanem podstawowym. Ta właśnie nadwyżka energii może być w pewnych warunkach, np. przez podgrzewanie kryształu lub oświetlenie, wyzwolona i wyemitowana w postaci światła, jako termoluminescencja (TL) lub optycznie stymulowana luminescencja (OSL). Niektóre z centrów pułapkowych po schwytaniu elektronu stają się paramagnetyczne, co umożliwia bezpośredni pomiar ich ilości dzięki zjawisku elektronowego rezonansu paramagnetycznego (ERP).

Wymienione wyżej zjawiska są wykorzystywane w metodach datowania obiektów archeologicznych i osadów geologicznych do pomiarów dawek pochłoniętych naturalnego promieniowania jonizującego. Oprócz pomiaru dawki datowanie obejmuje jeszcze określenie mocy dawki i następnie obliczenie wieku. Pomiary i obliczenia mocy dawek oraz wieku przebiegają podobnie we wszystkich metodach i będą omówione w oddzielnym rozdziale. Metoda ERP, która też może być wykorzystana do datowania obiektów geologicznych, nie jest przedmiotem tej pracy i dlatego tutaj podano odnośniki do pierwszych publikacji na ten temat (Zeller, 1968; Ikeya, 1975) oraz do krótkiego artykułu przeglądowego (Bluszcz i Pazdur, 1981).



Rys. 1.1. Uproszczona struktura poziomów energetycznych kryształu, ilustrująca proces pochłaniania i magazynowania części energii promieniowania jonizującego.  $\mathbf{A}$  – stan wyjściowy (równowagi),  $\mathbf{B}$  – promieniowanie jonizujące przekazuje elektronowi w pasmie walencyjnym energię wystarczającą do przeniesienia go do pasma przewodnictwa,  $\mathbf{C}$  – pozostała w pasmie walencyjnym dziura i elektron w pasmie przewodnictwa uzyskują możliwość przemieszczania się w sieci krystalicznej,  $\mathbf{D}$  – stan końcowy: elektron został schwytany przez pułapkę, a dziura przez centrum rekombinacji. Oznaczenia: E – skala energii elektronu, C – pasmo przewodnictwa, V – pasmo walencyjne,  $E_a$  – energia aktywacji elektronu (głębokość pułapki względem dna pasma przewodnictwa)

Fig. 1.1. Simplified structure of energy levels in a crystal with ionising radiation energy absorption and storage processes shown. A – initial state (equilibrium state), B – ionising radiation delivers energy to an electron in a valence band and drives it to a conduction band, C – a hole in a valence band and an electron in a conduction band can move freely through a crystal lattice, D – final state: an electron has been trapped in a trap centre and a hole in a recombination centre. Legend: E – electron energy, C – conduction band, V – valence band,  $E_a$  – electron activation energy (trap depth with relation to a bottom of conduction band)

# 1.1. Właściwości promieniowania jonizującego

Poszczególne rodzaje promieniowania jonizującego charakteryzują się różną efektywnością zapełniania stanów pułapkowych w krysztale. Różnice związane są z różną gęstością jonizacji promieniowania, mierzoną liczbą par jonów na jednostkę drogi przebytej przez promieniowanie. Promieniowanie beta, gamma i kosmiczne charakteryzują się małymi wartościami gęstości jonizacji. Promieniowanie alfa charakteryzuje się natomiast bardzo dużą gęstością jonizacji, większą o kilka rzędów wielkości. W przypadku promieniowania o małej gęstości jonizacji można założyć, że stały ułamek liczby elektronów wzbudzonych do pasma przewodnictwa zostaje schwytany w pułapkach. Natomiast w przypadku promieniowania alfa dochodzi do lokalnego wzbudzenia tak dużej liczby elektronów, że mimo zapełnienia wszystkich lokalnie dostępnych pułapek, ułamek elektronów schwytanych jest kilka do kilkadziesiąt razy mniejszy niż w przypadku promieniowania o małej gęstości jonizacji. Oznacza to, że takie same dawki pochłonięte promieniowania alfa i, na przykład, beta dadzą ostatecznie różne efekty TL czy OSL. W pewnych przypadkach powoduje to dodatkową komplikację procedur ustalania dawki pochłoniętej promieniowania jonizującego.

## 1.2. Metoda termoluminescencji

Termoluminescencją nazywa się światło emitowane przez substancje krystaliczne, naturalne (minerały) i sztuczne, oraz niektóre szkła w czasie ich ogrzewania do temperatury około 500°C. Powyżej tej temperatury szybko rośnie natężenie promieniowania termicznego i obserwacja termoluminescencji staje się utrudniona. Również inne czynniki powodują, że sama wydajność procesów luminescencji szybko maleje ze wzrostem temperatury. Termoluminescencję obserwujemy tylko raz, w czasie pierwszego podgrzewania. Przetrzymywanie próbki w podwyższonej temperaturze lub powtórne jej podgrzewanie nie daje już żadnego efektu poza inkadescencją – świeceniem termicznym. Efekt termoluminescencji można obserwować ponownie dopiero po dostarczeniu kryształowi nowej dawki energii przez wystawienie na działanie promieniowania jonizującego.





Fig. 1.2. Diagram showing thermal activation and radiation recombination processes leading to emission of thermoluminescence

Z fizycznego punktu widzenia termoluminescencja jest rodzajem fosforescencji, przyspieszonej podwyższeniem temperatury. Wyjaśnienie mechanizmów fosforescencji i termoluminescencji podał po raz pierwszy Jabłoński (Jabłoński 1935; Jabłoński 1950). Charakterystyczną cechą fosforescencji jest zależność czasu jej zaniku od temperatury (Curie, 1960). Zgodnie z mechanizmem zaproponowanym przez Jabłońskiego fosforescencja jest możliwa po opuszczeniu przez schwytany elektron pułapki i towarzyszy rekombinacji do poziomu podstawowego (w centrum rekombinacji lub w pasmie walencyjnym). Prawdopodobieństwo na jednostkę czasu przejścia elektronu do pasma przewodnictwa jest, zgodnie z rozkładem Boltzmanna,

$$p \propto e^{-E_a/k \cdot T},\tag{1.2}$$

gdzie energia aktywacji  $E_a$  jest różnicą między poziomem pułapki a dnem pasma przewodnictwa.

Jeżeli temperatura kryształu będzie wzrastać, to rosnąć będzie i prawdopodobieństwo, stając się w pewnej temperaturze  $T_{max}$  tak duże, że w krótkim czasie praktycznie wszystkie elektrony opuszczą pułapki i powrócą przez pasmo przewodnictwa i centra rekombinacji do pasma walencyjnego. Towarzyszyć temu będzie emisja światła, którą nazywa się teraz termo-luminescencją. Zależność natężenia TL od temperatury w czasie podgrzewania jest charakte-rystyczna dla różnych minerałów. Jej przykład przedstawia rys. 1.3.

Wykres natężenia termoluminescencji w funkcji temperatury kryształu nazywa się krzywą jarzenia (termoluminescencji). Jeżeli w pasmie wzbronionym występuje jeden lub więcej poziomów pułapek, o różnych energiach aktywacji, to krzywa jarzenia będzie miała odpowiednią liczbę maksimów. Każde z nich jest związane z osiągnięciem takiej temperatury, w której prawdopodobieństwo (1.2) osiąga znaczącą wartość i większość znajdujących się jeszcze w pułapkach elektronów bardzo szybko je opuszcza. Energia, jaka zostaje wyzwolona w postaci termoluminescencji, jest bezpośrednio proporcjonalna do energii zmagazynowanej



Rys. 1.3. Przykład krzywej jarzenia TL zarejestrowanej przy podgrzewaniu porcji ziaren kwarcu z szybkością 10°C/s (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)

Fig. 1.3. An example of TL glow curve measured for quartz grains heated at 10°C/s rate (Bluszcz and Bøt-ter–Jensen, 1993)

w krysztale w postaci elektronów w pułapkach, a pośrednio jest funkcją energii pochłoniętej w krysztale, czyli dawki promieniowania, jaką kryształ otrzymał w przeszłości. Oznacza to, że pomiar wielkości termoluminescencji pozwala, po odpowiedniej kalibracji materiału, na wyznaczenie dawki pochłoniętej promieniowania jonizującego, a przez to czasu, w którym dawka ta została pochłonięta (por. równanie 1.1).

Podstawowe informacje na temat zjawiska termoluminescencji oraz obszerne zestawienie literatury źródłowej zawiera książka McKeevera (1985).

### 1.3. Metoda optycznie stymulowanej luminescencji

Przez optycznie stymulowaną luminescencję (OSL) rozumie się luminescencję zachodzącą pod wpływem oświetlania materiału (zwykle takiego samego jak w przypadku termoluminescencji) światłem o odpowiednio dobranej długości fali. OSL należy odróżnić od rozproszonego światła stymulującego; jest to dodatkowa emisja na koszt wcześniej pochłoniętej energii promieniowania jonizującego. Widmo luminescencji jest inne od widma stymulacji; jest charakterystyczne dla danego materiału podobnie jak widmo termoluminescencji. Energia fotonów światła pobudzającego jest dobrana tak, żeby, po pierwsze była mniejsza od szerokości przerwy energetycznej, tzn. żeby nie dochodziło do wzbudzania fluorescencji, i po drugie, by rozproszone światło pobudzające miało długość fali wyraźnie różną od długości fal luminescencji. Ten drugi warunek wynika z powodów praktycznych i umożliwia przy zastosowaniu odpowiednich filtrów rejestrację luminescencji w czasie pobudzania. Z drugiej strony, energia fotonów światła pobudzającego musi być na tyle duża, by umożliwiać spułapkowanym elektronom opuszczenie pułapki i przejście do pasma przewodnictwa.



Rys. 1.4. Schematyczne przedstawienie procesów wzbudzenia optycznego i rekombinacji promienistej prowadzące do emisji OSL. Energia fotonu światła stymulacji musi być większa od energii aktywacji pułapki i mniejsza od szerokości przerwy między pasmami walencyjnym i przewodnictwa  $E_a \leq hv_o < E$ . Energia fotonu luminescencji jest charakterystyczna dla centrum rekombinacji i zwykle jest większa od energii fotonu światła stymulacji  $hv_l > hv_o$ 

Fig. 1.4. Diagram showing optical activation and radiation recombination processes leading to OSL emission

Przy pobudzaniu światłem o stałej mocy natężenie luminescencji maleje w przybliżeniu wykładniczo z czasem stymulacji. W takich warunkach obserwuje się charakterystyczną krzywą zaniku OSL, nazywaną krzywą wyświecania.

Wielkość luminescencji emitowanej przy pobudzaniu optycznym jest również proporcjonalna do ilości nośników ładunku zgromadzonych w pułapkach i, podobnie jak w przypadku termoluminescencji, pozwala wyznaczyć dawkę promieniowania jonizującego pochłoniętą w materiale. Znajomość dawki pochłoniętej, wyznaczonej w metodzie OSL, umożliwia określenie czasu, w którym została pochłonięta przez wykorzystanie równania (1.1). Metoda OSL została po raz pierwszy zaproponowana do datowania osadów geologicznych w 1985 roku przez D. J. Huntleya, D. I. Godfrey–Smith i M. L. W. Thewalta.



Rys. 1.5. Przykład krzywej wyświecania OSL ziaren kwarcu pobudzanych światłem o długości fali około 514 nm. Dolna linia reprezentuje wyniki pomiarów tej samej porcji ziaren po termicznym wybieleniu luminescencji (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)

Fig. 1.5. En example of OSL shine-down curve from quartz grains excited with green light of 514 nm wavelength. A flat bottom line shows OSL background after thermal bleaching (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)

Informacje na temat datowania metodą optycznie stymulowanej luminescencji oraz obszerne zestawienie literatury źródłowej zawiera książka Martina Aitkena (1998).

#### Pokrewne metody wyznaczania dawki pochłoniętej i datowania

Metody TL i OSL, będące przedmiotem tej pracy, należą do szerszej grupy, którą można by nazwać grupą metod paleodozymetrycznych, to znaczy metod wykorzystujących właściwości dozymetryczne minerałów do pomiaru wielkości dawki pochłoniętej od pewnego momentu w przeszłości i w ten sposób wyznaczających długość okresu, jaki od tego momentu upłynął. Należą do nich jeszcze: metoda termicznie stymulowanego przewodnictwa i metoda termicznie stymulowanej egzoemisji elektronów (podobnie jak TL obie wykorzystują procesy elektronowe zachodzące w sieci krystalicznej przy ogrzewaniu kryształu) oraz metoda elektronowego rezonansu paramagnetycznego (ERP). Spośród nich tylko ta ostania jest, obok metod TL i OSL, wykorzystywana praktycznie do celów datowania (Zeller, 1968; Ikeya, 1975).

# 1.4. Wyznaczanie dawki pochłoniętej

W geologii zastosowanie datowania luminescencyjnego jest praktycznie ograniczone do osadów czwartorzędowych o wieku do kilkuset tysięcy lat. Z tworzeniem się takich osadów, z wyjątkiem utworów pochodzenia wulkanicznego, nie wiązało się żadne istotne podgrzanie ziaren mineralnych, które opróżniłoby całkowicie pułapki odpowiedzialne za luminescencję. Okazuje się jednak, że podobne w skutkach działanie ma światło słoneczne. Fotony światła o energii większej od energii aktywacji  $E_a$  poziomu pułapkowego przekazują swoją energię

schwytanym elektronom, które przechodzą do pasma przewodnictwa i następnie rekombinują. Zachodzi w ten sposób opróżnianie pułapek podobnie jak w przypadku ogrzania do wysokiej temperatury. Proces ten często określa się mianem wybielania termicznego lub optycznego, zależnie od czynnika odpowiedzialnego za usuwanie wcześniej zgromadzonej luminescencji.

Oba procesy wybielania nie są jednakowo skuteczne. O ile ogrzanie do temperatury około 500°C powoduje całkowite usunięcie elektronów z pułapek odpowiedzialnych za obserwowaną luminescencję (TL i OSL), to działanie światła słonecznego nie jest aż tak radykalne. Część pułapek jest wyjątkowo odporna na stymulację światłem i nawet po długotrwałym wystawieniu na słońce zachowuje schwytane elektrony. Tworzenie się osadów poprzedzone jest zwykle procesami transportu ziaren mineralnych, z czym wiąże się ekspozycja na światło. Można zatem oczekiwać, że w świeżo tworzących się osadach znajdują się ziarna mineralne, których termoluminescencja jest poważnie zredukowana i bliska zeru. Termoluminescencja, którą można zarejestrować po długotrwałej ekspozycji, i która nie ulega już zmniejszeniu przy wydłużaniu ekspozycji, nazywa się termoluminescencją resztkową. W praktyce resztkowa termoluminescencja odpowiada dawce równoważnej od kilku do kilkunastu Gy i przy datowaniu osadów metodą TL, zwłaszcza młodszych, powinna być jak najdokładniej określona (Bluszcz i Pazdur, 1985).

Korzystniej pod tym względem przedstawia się sprawa utworów węglanowych, np. nacieków jaskiniowych. Do datowania wykorzystuje się kryształy kalcytu, z których zbudowany jest naciek, i które z chwilą powstania nie wykazują luminescencji. Pozwala to określać wiek nie tylko nacieku, ale także występujących w pobliżu osadów. Niekorzystną cechą kalcytu jest bardzo niska wydajność luminescencji, co powoduje problemy przy wyznaczeniu dawki pochłoniętej z pożądaną dokładnością.

Wyznaczenie dawki pochłoniętej polega na wyznaczeniu tzw. dawki równoważnej *ED*. W praktyce stosuje się różne metody jej wyznaczenia zależnie od genezy oraz wieku osadów. Wiek TL osadu wyznacza się ostatecznie ze wzoru

$$T_{TL} = \frac{ED_{TL}}{d_{ef}},\tag{1.3}$$

gdzie  $ED_{TL}$  jest wartością dawki równoważnej wyznaczonej przez pomiary termoluminescencji, a  $d_{ef}$  jest efektywną wartością dawki rocznej. Pojęcia dawki równoważnej i efektywnej dawki rocznej są związane z różnymi własnościami promieniowania  $\alpha$ ,  $\beta$  i  $\gamma$  oraz ze sposobem określania w warunkach laboratoryjnych dawki pochłoniętej przez ziarna. Dokładniej będzie to przedstawione na końcu tego rozdziału.

W 1985 roku D.J. Huntley, D. I. Godfrey-Smith i M. L. W. Thewalt zaproponowali (Huntley i in., 1985) metodę OSL do pomiaru dawki pochłoniętej przez ziarna w osadzie. Zwrócili uwagę na fakt, że część rejestrowanej TL jest bardzo wrażliwa na światło i jest usuwana nawet przez bardzo krótka ekspozycje na promieniowanie słoneczne. Opracowana wcześniej metoda częściowego wybielania (patrz niżej) polegała na wyznaczeniu dawki pochłoniętej w okresie, który upłynął od momentu odłożenia się osadu, na podstawie różnicy wielkości TL rejestrowanej w laboratorium przed i po krótkim wybieleniu ziaren. Nowa propozycja Huntleya i współpracowników sprowadzała się do bezpośredniej rejestracji luminescencji towarzyszącej wybielaniu, luminescencji stymulowanej światłem, czyli właśnie OSL. Wykorzystywany jest przy tym fakt, że widmo luminescencji OSL jest przesunięte w stronę krótszych długości fal w porównaniu z promieniowaniem stymulującym. Dobierając odpowiednio długość fali światła pobudzającego oraz zakres widmowy rejestracji luminescencji można osiągnać odpowiednią wydajność całego procesu i, co ważne przy bardzo słabych nateżeniach luminescencji, brak oddziaływania światła stymulującego na detektor luminescencji. W pierwszych zastosowaniach wykorzystywano zieloną linię lasera argonowego (o długości fali światła 514,5 nm) do pobudzania luminescencji ziaren kwarcu rejestrowanej w zakresie niebieskofioletowej części widma światła widzialnego. Światło zielone stymuluje też luminescencję ziaren skaleni z emisją w bliskim nadfiolecie. W przypadku skaleni potasowych OSL można też stymulować promieniowaniem bliskiej podczerwieni. W tym przypadku wzbudzenie elektronu do pasma przewodnictwa jest wspomagane termicznie (Hütt i in., 1988; Hütt i Jaek, 1990). Niewatpliwa zaleta stosowania tej metody do wyznaczania dawki pochłonietej jest fakt, że nawet krótka ekspozycja na światło w czasie tworzenia się osadu powoduje istotną redukcję OSL ziaren. Przykładem skuteczności światła w usuwaniu OSL może być fakt, że kilku - do kilkunastominutowa ekspozycja na światło słoneczne powoduje zmniejszenie sygnału do poziomu nieodróżnialnego od tła aparatury pomiarowej. Upraszcza to procedury wyznaczania ED, ale jednocześnie nakłada dodatkowe wymagania dotyczące warunków laboratoryjnych, w jakich wykonuje się wszystkie czynności. Chodzi w tym wypadku o niedopuszczenie do ekspozycji ziaren na światło od chwili pobrania próbki osadu do zakończenia wszystkich pomiarów. Wiek OSL osadu wyznacza się ze wzoru analogicznego do (1.3)

$$T_{OSL} = \frac{ED_{OSL}}{d_{ef}}.$$
(1.4)

#### Aparatura stosowana do rejestracji luminescencji

Aparatura do pomiarów luminescencji składa się z kilku podstawowych części: 1 – źródła stymulacji, którym jest grzejnik (najczęściej elektryczny) lub źródło światła o odpowiedniej długości fali; 2 – detektora – jest nim bardzo czuły fotopowielacz, do którego dociera lu-



Rys. 1.6. Schematyczne przedstawienie zasadniczych elementów aparatury do pomiarów TL i OSL

Fig. 1.6. Sketch showing major parts of equipment used for TL and OSL measurements

minescencja; 3 – zestawu filtrów, które ograniczają możliwość rejestracji przez detektor świecenia termicznego próbki podgrzanej do wysokiej temperatury lub rozproszonego światła stymulującego; 4 – elementów mechanicznych, które zapewniają izolację próbek i układu pomiarowego od wpływów otoczenia i często umożliwiają automatyczną zmianę próbek; 5 – podzespołów elektronicznych, które zapewniają zasilanie całości energią elektryczną, kontrolę komputerową i przetwarzanie rejestrowanego sygnału. Wygląd urządzeń pomiarowych, komercyjnych czytników luminescencji pokazują fot. 1a i b.

Obecnie jest dwóch producentów komercyjnej automatycznej aparatury do pomiarów TL i OSL z przeznaczeniem do datowania luminescencyjnego. Jednym jest firma Daybreak w Stanach Zjednoczonych, a drugim Risø National Laboratory w Danii. Obaj producenci dostarczają urządzenia o zbliżonych parametrach użytkowych i podobnych funkcjach wraz z oprogramowaniem umożliwiającym komputerowe sterowanie urządzeniami oraz zbieranie i prezentację wyników pomiarowych. Znaczna część laboratoriów wykonujących datowania luminescencyjne posiada sprzęt dostarczony przez tych właśnie producentów.

W ostatnich latach znaczącą ewolucję przeszły przede wszystkim źródła światła używane do stymulacji OSL. Jak wspomniano wyżej, początkowo był nim laser argonowy emitujący światło o długości fali 514,5 nm. Obecnie używa się znacznie tańszych i poręczniejszych źródeł. Najbardziej popularne są obecnie źródła światła z żarówką halogenową zainstalowaną



Fot. 1a. Aparatura do pomiarów TL i OSL firmy Daybreak, USA. Zasadniczą częścią jest czytnik luminescencji, typ 1150. Umieszczone po prawej źródło światła, typ 770, zawiera żarówkę halogenową i zestaw filtrów, które ograniczają wiązkę światła do zakresu 514±17 nm. Wiązka tego zielonego światła prowadzona jest kablem światłowodowym do wnętrza czytnika luminescencji i kierowana na środek grzejnika. Umieszczony nieco z tyłu rotametr służy do kontroli przepływu obojętnego gazu (czystego argonu lub azotu) przez komorę czytnika. Gaz używany jest do schładzania grzejnika po pomiarze TL i wypiera z wnętrza czytnika powietrze. Obecność powietrza, a właściwie tlenu, może powodować pojawienie się tak zwanej fałszywej termoluminescencji (chemoluminescencji) w czasie podgrzewania ziaren przy pomiarze TL. Przez okienko berylowe można napromieniowywać porcje ziaren bezpośrednio na talerzu obrotowym. Fotografia przedstawia aparaturę znajdującą się w laboratorium datowania luminescencyjnego w Instytucie Fizyki Politechniki Ślaskiej w Gliwicach

Photo 1a. TL and OSL reader manufactured by Daybreak, USA. The photograph shows equipment in the luminescence dating laboratory of the Institute of Physics, Silesian University of Technology, Gliwice



Fot. 1b. Aparatura do pomiarów TL i OSL produkowana w Danii. Na ekranie monitora widoczna jest krzywa wyświecania OSL. Poszczególne elementy czytnika spełniają funkcje zamieszczone w opisie do fot. 1a. Fotografia otrzymana od producenta i reprodukowana za jego zgodą

Photo 1b. TL and OSL reader manufactured by the Risø National Laboratory, Denmark. The photography has been obtained from the manufacturer and is reproduced with its permission

w odpowiednim układzie optycznym z filtrami wybierającymi tylko wąską zieloną część widma (Bøtter–Jensen i Duller, 1992; Bortolot, 1997). Do stymulacji luminescencji skaleni potasowych używane są najczęściej diody elektroluminescencyjne emitujące światło w bliskiej podczerwieni o długości fali około 880 nm (Bøtter–Jensen i Duller, 1992; Bortolot, 1997) lub rzadziej lasery półprzewodnikowe na podczerwień o długości fali około 830 nm (Bøtter-Jensen i in., 1999). Ich dodatkową zaletę stanowi fakt, że na emitowane przez nie promieniowanie podczerwone zupełnie niewrażliwe są ziarna kwarcu. Można to wykorzystywać do kontroli czystości próbek kwarcu lub do selektywnego wzbudzania luminescencji w próbkach polimineralnych.

W najnowszych czytnikach stosowane są diody elektroluminescencyjne emitujące światło niebieskie o długości fali 470±20 nm, które zastępują źródła światła z lampami halogenowymi (Bøtter-Jensen i in., 1999), lub alternatywnie diody emitujące światło zielone o długości fali 515 nm (Bortolot, 1999). Pozwala to na zmniejszenie rozmiarów urządzenia i zwiększenie niezawodności oraz ułatwia sterowanie jego pracą i regulację mocy wiązki pobudzającej.

W prototypowych czytnikach konstruowanych z myślą o pomiarach luminescencji pojedynczych ziaren (Duller i in., 1998; Bortolot, 1999; Bøtter-Jensen i in., 1999) stosuje się miniaturowe lasery na ciele stałym pompowane diodami elektroluminescencyjnymi, emitujące ciągłą wiązkę światła o długości fali 530 nm.

#### Dawka równoważna i efektywna dawka roczna

Wielkość dawki pochłoniętej przez ziarna minerałów wyznacza się w laboratorium przez porównanie naturalnej luminescencji ziaren wypreparowanych z osadu z luminescencją wywołaną pochłonięciem w warunkach laboratoryjnych znanej dawki promieniowania  $\beta$  lub  $\gamma$ . W rzeczywistości za część rejestrowanej naturalnej luminescencji ziaren odpowiada dawka pochłonięta promieniowania  $\alpha$ , które, po pierwsze, ma mniejszą wydajność od promieniowania  $\beta$  i  $\gamma$ , a po drugie, jego zasięg jest na tyle mały, że nie dociera ono do wnętrza ziaren o promieniu przekraczającym około 30 µm. Oznacza to, że udział dawki promieniowania  $\alpha$  w całkowitej dawce pochłoniętej przez ziarna jest znacznie większy od udziału luminescencji wywołanej przez promieniowanie  $\alpha$  w całkowitej luminescencji ziaren. Ostatecznie, w warunkach laboratoryjnych nie wyznacza się całkowitej dawki promieniowania jonizującego pochłoniętej przez ziarna, a dawkę promieniowania  $\beta$  lub  $\gamma$ , która wywołuje w ziarnach luminescencję równą naturalnej. Dlatego wyznaczoną w ten sposób dawkę nazywa się dawką równoważną (*ED* – *Equivalent Dose*). Z tego samego powodu, w obliczeniach, używa się zamiast całkowitej dawki rocznej dawkę efektywną, która uwzględnia mniejszą wydajność promieniowania  $\alpha$  w generacji luminescencji oraz wpływ innych czynników, jak obecności wody w osadzie, osłabienia promieniowania we wnętrzu ziaren i innych.

#### 1.4.1. Metoda addytywna

Metoda addytywna jest koncepcyjnie najprostszym sposobem wyznaczenia dawki równoważnej *ED*. Wypreparowane ziarna dzieli się na kilka części i każdą z nich napromieniowuje w warunkach laboratoryjnych inną dawką, nie zapominając o pozostawieniu części ziaren do pomiarów naturalnej luminescencji. Fotografia 2. przedstawia wygląd automatycznego urządzenia do napromieniowania dawkami beta lub alfa do 20 porcji ziaren, a fot. 3. wnętrze czytnika luminescencji z założonym talerzem obrotowym i porcjami ziaren. Wyniki pomiarów luminescencji w funkcji dawki laboratoryjnej mogą mieć przebieg przedstawiony przykładowo na rys. 1.7. Do zmierzonych wartości dopasowuje się następnie funkcję opisującą wzrost sygnału luminescencji z pochłanianą dawką promieniowania. Może to być, na przykład, funkcja

$$L = f(D) = L_0 + a_1 \cdot D + a_2 \cdot (1 - e^{-a_3 \cdot D}), \qquad (1.5)$$

gdzie: L – wielkość luminescencji,  $L_0$  – początkowa luminescencja, D – dawka pochłonięta,  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  – parametry zależne od właściwości ziaren. W zależności od wartości parametrów funkcja może opisywać liniowy wzrost luminescencji ( $a_2 = 0$ ), wzrost wykładniczy z nasyceniem ( $a_1 = 0$ ) lub mieszany (wartości obu parametrów różne od zera).

Po dopasowaniu funkcję tę ekstrapoluje się wstecz do wartości zero, uzyskując wartość dawki równoważnej *ED*, tak jak to przedstawia rys. 1.7.

Metoda addytywna ma ograniczone zastosowanie w przypadku pomiarów termoluminescencji osadów, ponieważ nie uwzględnia resztkowej wielkości TL w chwili tworzenia się osadu. Innym czynnikiem ograniczającym może być sama wartość *ED*. W przypadku dużych wartości *ED* duża jest również niepewność ekstrapolacji i metoda ta przestaje być praktycznie przydatna. Metodę addytywną można z powodzeniem stosować w przypadku materiałów wypalanych lub datowania metodą OSL. Jest też elementem kilku innych stosowanych metod.



Fot. 2. Automatyczne urządzenie firmy Daybreak, typ 801, do napromieniowywania próbek dawkami promieniowania  $\beta$  i  $\alpha$ . Fotografia przedstawia aparaturę znajdującą się w laboratorium datowania luminescencyjnego w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach

Photo 2. Automatic irradiator, Daybreak type 801, used for irradiating grain aliquots with beta or alpha doses. The photograph shows equipment in the luminescence dating laboratory of the Institute of Physics, Silesian University of Technology, Gliwice



Fot. 3. Wygląd wnętrza czytnika luminescencji typ 1150 firmy Daybreak. Talerz obrotowy może pomieścić do 20 porcji. Czytnik może też pracować w wersji z trzema talerzami i mieści wtedy maksymalnie do 57 porcji (por. z fot. 1b., przedstawiającą podobne urządzenie produkowane przez Risø National Laboratory). Po założeniu głowicy porcja umieszczona na grzejniku znajduje się bezpośrednio pod fotopowielaczem. Fotografia przedstawia aparaturę znajdującą się w laboratorium datowania luminescencyjnego w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach

Photo 3. Inside view of the Daybreak luminescence reader type 1150. A rotating platter may accommodate up to 20 aliquots. The reader may accommodate up to three such platters and a maximum number of platters is then 57. The photograph shows equipment in the luminescence dating laboratory of the Institute of Physics, Silesian University of Technology, Gliwice



Rys. 1.7. Ilustracja metody addytywnej wyznaczania dawki równoważnej. *NTL* – przedstawia poziom "naturalnej" luminescencji zarejestrowany w porcji ziaren wypreparowanych z datowanej próbki; *ED* – wyznaczona wartość dawki równoważnej

Fig. 1.7. Illustration of the additive method of equivalent dose determination: NTL – level of natural luminescence measured for aliquots of grains extracted from a dated sample; ED – determined value of equivalent dose

#### 1.4.2. Metoda całkowitego wybielenia

W przypadku niektórych osadów można mieć pewność, że formowały się one w warunkach długotrwałego wystawienia na działanie światła słonecznego, które "wybieliło" wcześniejszą TL do poziomu residualnego. Takimi osadami są np. piaski wydmowe lub inne osady eoliczne tworzące się w warunkach intensywnej ekspozycji na światło słoneczne.

W tym przypadku można odtworzyć residualny poziom TL, poddając wypreparowane z osadu ziarna długotrwałemu działaniu światła, i ekstrapolować dopasowaną jak w metodzie addytywnej funkcję wstecz do wartości residualnej TL –  $TL_o$ , jak to zaznaczono na rys. 1.8.



Rys. 1.8. Ilustracja metody całkowitego wybielenia wyznaczania dawki równoważnej.  $TL_0$  – wartość termoluminescencji porcji ziaren pozostała po długim wybielaniu; pozostałe oznaczenia jak poprzednio

Fig. 1.8. Illustration of the total bleach method of equivalent dose determination.  $TL_0$  – residual TL after a long exposure to light; other designations as in the previous figure

#### 1.4.3. Metoda częściowego wybielenia

Jeżeli osad tworzył się w warunkach, w których ziarna minerałów miały tylko krótki kontakt ze światłem, to można założyć, że usunięte zostały elektrony tylko z pułapek najbar-

dziej wrażliwych na światło. W chwili tworzenia się osadu ziarna miały znaczną początkową termoluminescencję, ale bez jej części najłatwiej poddającej się wybieleniu. Z upływem czasu, w ziarnach w osadzie, wzrastała zarówno mniej jak i łatwiej usuwalna część termoluminescencji. W pomiarach TL nie można bezpośrednio zmierzyć łatwo usuwalnej części, ale można mierzyć TL porcji ziaren (naturalnych i napromieniowanych różnymi dawkami addytywnymi) bez i po krótkim wystawieniu na działanie światła. Łatwo usuwalną TL określa się jako różnicę między TL mierzoną dla ziaren niewybielonych a mierzoną dla ziaren częściowo wybielonych przez krótkie wystawienie na światło. Z pomiarów otrzymuje się dwa zestawy wyników: pierwszy zestaw niewybielonej, zaś drugi stanowią wyniki pomiarów TL po częściowym (krótkim) wybieleniu. W ten sposób można ustalić, jak wzrasta w ziarnach łatwo usuwalna TL, dopasować do obu zestawów wyników odpowiednie funkcje (liniowe lub wykładnicze) i ekstrapolować je wstecz do punktu przecięcia, odpowiadającego zerowej wartości łatwo wybielanej części TL (Wintle i Huntley, 1980).

Wprowadzenie metody OSL praktycznie wyeliminowało konieczność stosowania metody częściowego wybielania poza bardzo specjalnymi przypadkami.

#### 1.4.4. Metoda odtworzeniowa i odtworzeniowo-addytywna

Metoda odtworzeniowa (Wintle i Prószyńska, 1983) polega na pomiarach termoluminescencji porcji ziaren, które najpierw zostały wybielone przez wystawienie na światło, następnie napromieniowane kilkoma znanymi dawkami beta lub gamma. Na ich podstawie odtwarza się wzrost sygnału TL wraz z pochłoniętą dawką, dopasowując do wyników odpowiednią funkcję liniową lub wykładniczą. Pomiar naturalnej termoluminescencji pozwala ustalić odpowiadającą jej, według uzyskanej linii wzrostu, dawkę pochłoniętą, którą przyjmuje się jako *ED*. Zastosowanie interpolacji do wyznaczenia *ED* redukuje znacznie niepewność wartości dawki równoważnej.

Omawiana metoda daje poprawne wyniki pod warunkiem nie zmienionej przez wybielenie czułości ziaren. Dlatego zwykle metodę odtworzeniową uzupełnia się o pomiary jak w metodzie addytywnej w celu sprawdzenia, czy czułość ziaren nie uległa zmianie.

Prescott i in. (1993) zaproponowali kombinację metod addytywnej i odtworzeniowej, która pozwala na połączenie korzyści, jakie dają obie metody, jednocześnie eliminując ich wady. Przy niezmienionej czułości ziaren linie dopasowane do wyników pomiarów z rys. 1.7. i rys. 1.9. powinny być różnymi częściami tej samej wspólnej linii wzrostu. Przesuwając punkty odpowiadające pomiarom odtworzeniowym w kierunku ujemnych wartości dawek, możemy doprowadzić do nałożenia się obu linii na siebie. Wielkość przesunięcia jest warto-

ścią dawki pochłoniętej *ED*. Jeżeli wybielanie laboratoryjne jest powodem zmiany czułości ziaren, to można to uwzględnić mnożąc zmierzone wartości odtworzonej luminescencji przez pewien czynnik, który jest dodatkowym parametrem dopasowania. W praktyce, metoda sprowadza się do skomplikowanego zagadnienia najlepszego dopasowania wartości pewnej liczby parametrów do zmierzonych wartości. Część z nich to parametry funkcji opisującej wzrost luminescencji z pochłanianą dawką. Do tego dochodzą dwa kolejne, tzn. wielkość przesunięcia i czynnik uwzględniający zmianę czułości. Dopasowanie polega na poszukiwaniu takiej kombinacji wartości parametrów, która minimalizuje sumę kwadratów odchyleń wartości zmierzonych od wartości funkcji.



Rys. 1.9. Ilustracja metody odtworzeniowej. Oznaczenia jak poprzednio

Fig. 1.9. Illustration of the regeneration method. Designations as previously

Formalnie, procedura polega na minimalizacji funkcji określonej poniższym wzorem:

$$S(a_{0}...a_{m}, d, k) = \sum_{i=1}^{n_{A}} w_{Ai} \cdot \left[ L(D_{Ai}) - f(a_{0}...a_{m}; D_{Ai}) \right]^{2} + \sum_{i=1}^{n_{O}} w_{Oi} \cdot \left[ k \cdot L(D_{Oi}) - f(a_{0}...a_{m}; D_{Oi} - d) \right]^{2},$$
(1.6)

gdzie  $a_0...a_m$  są parametrami funkcji danej np. wzorem (1.5); d i k – oznaczają odpowiednio przesunięcie i czynnik korygujący zmianę czułości;  $n_A$ ,  $n_O$  – liczby porcji napromienionych dawkami addytywnymi i odtworzeniowymi;  $D_{Ai}$ ,  $D_{Oi}$  – wartości dawek addytywnych i odtworzeniowych (w tym również dawki D = 0, odnoszące się do pomiarów naturalnej luminescencji i naturalnej luminescencji wybielonej);  $L(D_i)$  – zmierzona wartość luminescencji dla porcji napromienionej dawką  $D_i$ ;  $w_i$  – wagi statystyczne przypisane odpowiednim pomiarom  $L(D_i)$ . Wartość przesunięcia d, po znalezieniu minimum, jest szukaną wartością ED.

Dość krytyczną sprawą pozostaje natomiast dobór czasu wybielania, który powoduje odtworzenie poziomu początkowego termoluminescencji. Rozwiązanie tego problemu można otrzymać powtarzając całą procedurę wyznaczania wartości *ED* kilka razy dla różnych czasów wybielania. Za najlepiej dobrany uznaje się ten, dla którego otrzymuje się najlepsze rezultaty testu plateau.



Rys. 1.10. Ilustracja metody odtworzeniowo-addytywnej. Oznaczenia jak poprzednio

Fig. 1.10. Illustration of regeneration-additive "Australian slide" method. Designations as above

#### 1.4.5. Metoda fototransferu

Jest to metoda rzadko stosowana, głównie za względu na skomplikowaną technicznie procedurę pomiarową, ale w pewnych szczególnych okolicznościach może się okazać właściwym rozwiązaniem problemów związanych z datowaniem klasyczną metodą TL.

Metoda fototransferu została opracowana (Bailiff, 1976) w celu wykorzystania elektronów uwięzionych w głębokich, a więc bardzo stabilnych, poziomach pułapkowych. Przy tradycyjnym sposobie rejestracji TL takie pułapki są opróżniane w temperaturach powyżej 500°C. W tak wysokich temperaturach natężenie promieniowania termicznego staje się bardzo wysokie, a procesy emisji luminescencji gwałtownie zmniejszają swoją efektywność (zachodzi termiczne gaszenie luminescencji).

W pierwszym etapie metody, w warunkach laboratoryjnych, podgrzewa się ziarna w celu usunięcia niskotemperaturowej TL, ale bez naruszenia głębszych poziomów pułapkowych. Następnie, za pomocą światła (zwykle bliskiego nadfioletu), którym oświetla się ziarna, powoduje się opróżnienie tych właśnie pułapek. Część uwolnionych z nich elektronów zostaje schwytana przez obecnie puste i znacznie płytsze pułapki. Ponowna rejestracja niskotemperaturowej części krzywej jarzenia daje pośrednio informację o liczbie elektronów w głębokich poziomach pułapkowych, a przez to i o dawce pochłoniętej. Metoda fototransferu może być stosowana w stosunku do ziaren kwarcu, fluorytu i cyrkonu (por. rozdz.1.5).

#### 1.4.6. Test plateau

Jako wyniki pomiarów TL dla każdej porcji ziaren otrzymuje się krzywa jarzenia. Otrzymane krzywe jarzenia można podzielić na wiele krótkich fragmentów - przedziałów temperatury. Dla każdego z nich wyznaczyć oddzielnie i obserwować zmienność wartości ED w funkcji temperatury krzywej jarzenia. Przykład takiej zależności prezentuje rys. 1.11. Dla niskich temperatur krzywej jarzenia wartości ED są równe zeru, potem stopniowo rosną i dla temperatur powyżej 300°C stabilizują się wokół pewnej wartości. Obszar wyższych temperatur, gdzie nie obserwuje się zależności ED od temperatury, nazywa się plateau wartości ED. Występowanie plateau uwarunkowane jest kilkoma czynnikami. Krzywa jarzenia NTL reprezentuje dla wyższych temperatur termoluminescencję pochodzącą z pułapek o dużych wartościach  $E_a$ , a więc odpowiednio stabilnych w temperaturze otoczenia. W "naturalnych" ziarnach, to znaczy nie napromieniowanych w laboratorium, płytsze pułapki zostały w naturalny sposób opróżnione, a te o pośrednich wartościach  $E_a$  zachowują tylko część schwytanych elektronów. Dlatego wartości ED rosną w miarę, jak obserwowana jest termoluminescencja związana z uwalnianiem elektronów z coraz bardziej stabilnych pułapek i ustalają się po osiągnięciu temperatury, przy której opróżniane są pułapki najbardziej stabilne, dla których średni czas przetrzymywania elektronu w temperaturze otoczenia jest znacznie większy od wieku obiektu. Przy takiej interpretacji jest oczywiste, że do dalszych obliczeń powinna być brana wartość ED odpowiadająca zakresowi plateau.



Rys. 1.11. Przykład wykresu zależności *ED* od temperatury krzywej jarzenia z charakterystycznym plateau. Zmniejszanie się wartości *ED* powyżej pewnej temperatury pojawia się w przypadku zbyt krótkiego czasu laboratoryjnego wybielania przy stosowaniu metody odtworzeniowej

Fig. 1.11. An example of ED dependence on glow curve temperature exhibiting a characteristic plateau. Decrease of ED values above certain temperature may be caused by an insufficient laboratory bleaching when the regeneration method is used

Wyniki testu plateau mogą też dostarczyć informacji o poprawności ustalenia początkowej wartości TL osadu. Jeżeli czas wybielania ziaren w warunkach laboratoryjnych był taki, że pozostała termoluminescencja odpowiada dokładnie początkowej, to w zakresie temperatur krzywej jarzenia odpowiadających stabilnym poziomom pułapkowym powinno się otrzymać plateau zależności *ED* od temperatury. Ewentualne odchylenia mogą służyć za wskazówkę, czy czas wybielania ziaren był za długi czy za krótki.

#### 1.4.7. Inne metody ustalania poziomu początkowego TL ziaren w osadach

Oprócz testu plateau, do weryfikacji poprawnego odtworzenia w warunkach laboratoryjnych poziomu początkowego TL można wykorzystać fakt, że ziarna minerałów kwarcu i skalenia są w różnym stopniu podatne na wybielające działania światła. Jeżeli w jednakowych warunkach oświetlenia obserwowano zanik termoluminescencji ziaren każdego z tych minerałów, to okazuje się, że ziarna skalenia tracą termoluminescencję szybciej i ostatecznie w większym stopniu. Można zatem z datowanego osadu wydzielić w procesie preparatyki wstępnej ziarna jednego i drugiego minerału. Ostatecznie, ich badanie powinno dać ten sam wynik datowania (Mejdahl, 1985).

Dla ziaren obu minerałów wyznaczamy w ten sam sposób równoważną dawkę pochłoniętą i poddając je wybielaniu wystawiamy je jednocześnie, w tych samych warunkach, na działanie światła. Jeżeli czas wybielania nie był dobrze dobrany, czyli poziomy termoluminescencji pozostałej w ziarnach kwarcu i skalenia nie są takie same jak początkowe, to dla każdego minerału otrzymamy inny wynik datowania. Zmieniając czas wybielania, można dobrać taki, przy którym wyniki datowania pokryją się. W ten sposób można ustalić właściwy czas wybielania, dający poziom pozostałej TL równy początkowemu, i jednocześnie określić poprawny wiek osadu.

# 1.5. Wyznaczanie dawki pochłoniętej metodami pojedynczych porcji i pojedynczych ziaren

W pomiarach dawki pochłoniętej, wykonywanych którąś z metod opisanych w rozdziale 1.4, wykorzystuje się wiele porcji wypreparowanych ziaren, które napromieniowuje się różnymi znanymi dawkami i następnie mierzy luminescencję. Wspólnym problemem tych metod jest normalizacja wartości sygnałów mierzonych dla fizycznie różnych porcji ziaren; różnych masą, składem mineralnym, czy wreszcie właściwościami indywidualnych ziaren. Wszystko to powoduje nieunikniony i czasami dość znaczny rozrzut wyników. Pogarsza on w oczywisty sposób dokładność dopasowania funkcji wzrostu TL lub OSL z dawką pochłoniętą i dokładność, z jaką można ostatecznie wyznaczyć dawkę równoważną oraz wiek.

Na podstawie wcześniejszych badań termoluminescencji ziaren kwarcu (Benkö, 1983; Miallier i in., 1985) oraz bieżących prac w zakresie OSL (np. Murray i Roberts, 1997; Adamiec, 1999) można wnioskować, że najpoważniejszym źródłem rozrzutu wyników pomiaru luminescencji między poszczególnymi porcjami są właściwości pojedynczych ziaren. Tylko niewielka część ziaren wykazuje znaczącą czułość luminescencyjną. Oznacza to, że w porcji o masie rzędu kilku mg, która zawiera kilkaset ziaren, może być tylko kilka do kilkunastu ziaren, które dają praktycznie całą obserwowaną luminescencję. W tym wypadku jest zrozumiałe, że wahania liczby "świecących" ziaren i indywidualne różnice między nimi prowadzą do bardzo dużych różnic wartości całkowitej luminescencji porcji.

Kilka lat temu G. A. T. Duller zaproponował metodę (Duller, 1991), polegającą na zautomatyzowanym wykonaniu pomiarów potrzebnych do wyznaczenia wartości dawki pochłoniętej dla tej samej porcji ziaren. Unika się w ten sposób najpoważniejszych źródeł rozrzutu wyników i można znacząco poprawić dokładność i precyzję datowania. Metoda zaproponowana przez Dullera polega na wyznaczeniu dawki pochłoniętej przez ziarna w taki sam sposób, jaki jest stosowany w metodzie addytywnej OSL. W metodzie Dullera pomiar OSL trwa bardzo krótko, tylko tyle ile trzeba, żeby zarejestrować z odpowiednią dokładnością początkowe natężenie OSL. W ten sposób usuwa się z pułapek tylko niewielką część elektronów, a następnie porcję ziaren napromieniowuje się znaną dawką promieniowania i ponownie mierzy natężenie OSL. Cykl polegający na napromieniowaniu kolejną dawką i krótkim pomiarze OSL można powtórzyć kilka razy i przedłużyć w warunkach laboratoryjnych wzrost luminescencji badanych ziaren. Ostatecznie dawkę pochłoniętą przez ziarna zawarte w porcji wyznacza się w sposób przedstawiony w rozdziale 1.4.1.

Z takim sposobem wyznaczenia funkcji wzrostu luminescencji i dawki pochłoniętej wiążą się dwie trudności. Po pierwsze, w ziarnach bezpośrednio po napromieniowaniu zapełnione są nie tylko pułapki najbardziej stabilne, jak w ziarnach naturalnych, ale również znacznie mniej stabilne, które w warunkach naturalnych samoczynnie się opróżniają. Zatem pomiar OSL przeprowadzony natychmiast po napromieniowaniu nie może być bezpośrednio porównany z pomiarem naturalnej OSL ziaren. Żeby w warunkach laboratoryjnych opróżnić mało stabilne pułapki, stosuje się wygrzewanie ziaren w podwyższonej temperaturze przez odpowiedni czas (temperatura wynosi od 150 do 300°C, a czas wygrzewania od tygodni do sekund). W czasie takiego wygrzewania usuwana jest też część elektronów z bardziej stabilnych pułapek. Po drugie, powtarzane procedury wygrzewania i pomiarów OSL usuwają stopniowo coraz więcej elektronów ze stabilnych pułapek i z tego powodu wyniki kolejnych pomiarów są w coraz większym stopniu zaniżone. Trzeba je zatem skorygować przed wykorzystaniem do ustalenia wartości dawki pochłoniętej. Odpowiednie współczynniki korekcyjne ustala się doświadczalnie dla dodatkowej porcji ziaren wydzielonych z tej samej próbki. Dodatkową porcję ziaren poddaje się takiej samej liczbie takich samych cykli wygrzewania i pomiaru OSL co porcję właściwą. Jedyną, ale istotną różnicą jest to, że porcji ziaren przeznaczonej do pomiarów korekcyjnych nie napromieniowuje się dawkami laboratoryjnymi. W ten sposób można ustalić, w jakim stopniu wygrzewanie i pomiar OSL zmniejszają natężenie luminescencji, i jak należy skorygować wyniki pomiarów właściwych. W dalszej części, w rozdziale 3.2.2., jest przedstawiony bardziej szczegółowo przykład datowania metodą pojedynczych porcji. Metoda Dullera, nazywana metodą addytywną pojedynczych porcji (SAA(D) – *Single Aliquot Additive (Dose)*), nie jest, formalnie rzecz biorąc, metodą pojedynczej porcji (potrzebna jest co najmniej jeszcze jedna dla ustalenia współczynników korygujących), tym niemniej wartość dawki pochłoniętej jest ustalana dla jednej porcji. Później zostały zaproponowane modyfikacje tej metody, w których wystarczy już tylko jedna porcja do wykonania wszystkich pomiarów (Galloway, 1996).

Przewagę metody pojedynczych porcji nad metodami przedstawionymi wcześniej można zrozumieć rozpatrując przykład hipotetycznego osadu, w którego skład wchodzą ziarna o różnej czułości. Założymy, że osad tworzył się w warunkach, w których wszystkie ziarna były eksponowane na światło odpowiednio długo i początkowa luminescencja OSL wszystkich ziaren była równa zeru. Po odcięciu dostępu światła, w miarę pochłanianej dawki promieniowania jonizującego, OSL ziaren stopniowo rosła, aż do chwili obecnej. Ponieważ czułości poszczególnych ziaren są różne, to mimo pochłonięcia tej samej dawki promieniowania, różne są natężenia OSL, jakie możemy zmierzyć w różnych porcjach ziaren wypreparowanych z tego osadu. Jeżeli stosujemy metodę pojedynczych porcji, to, mimo różnic czułości, dla każdej z nich wyznaczymy tę samą, w granicach błędów statystycznych, dawkę pochłoniętą i ostatecznie wiek osadu. Dawka pochłonięta wyznaczona dla tej próbki osadu metodą wielu porcji będzie w tych warunkach obarczona znacznie większym błędem z powodu rozrzutu natężenia luminescencji poszczególnych porcji.

Metoda SAA jako metoda addytywna w mniejszym stopniu nadaje się do starych osadów z powodu gorszej dokładności ekstrapolacji linii wzrostu, zwłaszcza przy występowaniu nasycenia sygnału. Wolna od problemu ekstrapolacji jest metoda odtworzeniowa, jednak w tym przypadku problemem może być zmiana czułości ziaren wywołana kolejnymi cyklami wybielania sygnału, napromieniowania, wygrzewania i pomiaru luminescencji.

Zaproponowano kilka różnych wariantów metody pojedynczych porcji, które mogą być stosowane zarówno do ziaren, których czułość w trakcie kolejnych operacji napromieniowywania, wygrzewania i wybielania nie ulega zmianie, jak i takich, które ją zmieniają w systematyczny sposób. W szczególności należy wymienić metodę SARA – *Single Aliquot Regeneration on Additive dose* (Mejdahl i Bøtter–Jensen, 1994). Ściśle biorąc, też nie jest to metoda



Fot. 4. Wygląd aparatury w zestawie do pomiarów metodą pojedynczych porcji. Źródło promieniowania β jest umieszczone na szynie i jest automatycznie przesuwane nad okienko berylowe w głowicy czytnika w celu napromieniowania kolejnej porcji. Do tych samych celów może być wykorzystana aparatura produkowana przez Risø National Laboratory pokazana na fot. 1b. Fotografia przedstawia aparaturę znajdującą się w laboratorium datowania luminescencyjnego w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach

Photo 4. General view of equipment used for single aliquot measurements. A beta source is transferred automatically towards a reader and an aliquot may be irradiated through a beryllium window. A reader shown in Photo 1b., manufactured by the Risø National Laboratory may also be used for this purpose. The photograph shows equipment in the luminescence dating laboratory of the Institute of Physics, Silesian University of Technology, Gliwice



Fot. 5. Spektrometry promieniowania  $\gamma$  i  $\alpha$  firmy Canberra wykorzystywane do pomiarów zawartości izotopów promieniotwórczych w próbkach osadów. Fotografia przedstawia aparaturę znajdującą się w laboratorium datowania luminescencyjnego w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach

Photo 5. Alpha and gamma rays spectrometers manufactured by Canberra used for determinations of concentrations of radioisotopes in sediment samples. The photograph shows equipment in the luminescence dating laboratory of the Institute of Physics, Silesian University of Technology, Gliwice pojedynczej porcji, bo do wyznaczenia dawki pochłoniętej potrzeba co najmniej czterech oddzielnych porcji, może być jednak, w różnych wariantach, stosowana przy pomiarach TL, IRSL i GLSL (IRSL – *Infrared Stimulated Luminescence* i GLSL – *Green Light Stimulated Luminescence*, to akronimy oznaczające OSL pobudzaną w różny sposób), poprawiając precyzję wyznaczenia dawki pochłoniętej.

Kolejna metoda została zaproponowana w 1998 roku przez A. S. Murraya i R. G. Robertsa (Murray i Roberts, 1998). Jest to metoda odtworzeniowa pojedynczej porcji (SAR – *Single Aliquot Regenerative-dose*) i w pełni zasługuje na tę nazwę, bo w tym przypadku rzeczywiście wszystkie pomiary naturalnej i odtworzonej luminescencji oraz pomiary zmian czułości ziaren wykonane są dla jednej porcji.

Rysunki 1.12. i 1.13. pokazują dla ziaren kwarcu wypreparowanych z tej samej próbki wzrost luminescencji wyznaczony metodą klasyczną i metodą pojedynczych porcji. Zmniejszenie rozrzutu wyników jest wyraźnie widoczne. Drugi z rysunków dokładnie pokazuje, jak systematycznie mogą różnić się właściwości dwóch porcji ziaren z tej samej próbki. Podobne przykłady pokazujące różnicę w precyzji wyznaczenia dawki pochłoniętej są podane w rozdziale 3.2.2.



Rys. 1.12. Wzrost OSL ziaren kwarcu z dawką promieniowania  $\beta$  wyznaczony metodą klasyczną, tzn. wielu porcji (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)

Fig. 1.12. OSL growth for quartz grains determined by multiple aliquot methods (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)

Metoda pojedynczych porcji mogła zostać urzeczywistniona dzięki istotnemu postępowi technicznemu w zakresie pomiarów bardzo słabych sygnałów luminescencji oraz konstrukcji zautomatyzowanej aparatury, umożliwiającej wykonanie wszystkich operacji (łącznie z napromieniowaniem, wybielaniem i wygrzewaniem) w jednym programowalnym cyklu (np. Bøtter–Jensen i Duller, 1992). Przykład zestawu aparatury, który może być użyty do pomiarów metodą pojedynczych porcji, jest pokazany na fot. 4. Błąd wyznaczenia dawki równo-
ważnej, który dla klasycznych metod jest zwykle większy od 10%, w metodzie pojedynczych porcji może być zmniejszony kilkakrotnie, do wartości rzędu od 1 do 4%.

Rozwój techniczny aparatury umożliwia obecnie wykorzystanie w szerszym stopniu proponowanych wcześniej metod wyznaczania dawki pochłoniętej w pojedynczych ziarnach. Pierwsze sugestie i prace w tym zakresie były wykonane przez Benkö (1983), Miallieriego, Faïna i Sanzellego (1985), Huntleya, Huttona i Prescotta (1993), Bergera (1994), Murraya i Robertsa (1998). Obecnie pojawiają się już publikacje przedstawiające prace wykonane za pomocą systemów specjalnie przystosowanych do pomiarów luminescencji pojedynczych zia-



Rys. 1.13. Linie wzrostu OSL wyznaczone dla pojedynczych porcji ziaren kwarcu z tej samej próbki co na rys. 1.12. (Bluszcz i Bøtter–Jensen, 1993)



ren (Duller i in., 1999). Znaczenie tej najnowszej metody można ocenić rozpatrując przykład bardziej realistyczny od przedstawionego wyżej hipotetycznego osadu. To co różni poprzedni przykład od realnego osadu, to założenie całkowitego usunięcia sygnału OSL we wszystkich ziarnach w czasie depozycji. W rzeczywistości ziarna są eksponowane na światło słoneczne przez różny czas i nie dla wszystkich ten czas musi być wystarczający do całkowitego usunięcia wcześniejszej luminescencji. W skrajnych przypadkach część ziaren może wejść w skład nowo tworzącego się osadu bez żadnej ekspozycji i bez redukcji wcześniejszej luminescencji. Wystąpi wtedy nie tylko znacznie większy rozrzut natężenia luminescencji mierzonej dla poszczególnych porcji, ale i rozrzut wartości dawki pochłonietej wyznaczanych dla pojedynczych porcji. Taki rozrzut występuje w pomiarach rzeczywistych osadów (Olley i in., 1998). Rozkład wartości dawek dla pojedynczych porcji powinien mieć granicę od strony mniejszych dawek. Ta granica odpowiada wartościom wyznaczonym dla porcji, w których wszystkie ziarna zostałyby całkowicie wybielone ekspozycją w czasie depozycji. Ta granica może nie być ostra w przypadku pomiarów wykonywanych dla porcji zawierających dużą liczbę ziaren, ale powinna być taka, jeżeli pomiary zostały wykonane dla pojedynczych ziaren (Murray i Roberts, 1997). Konsekwencje tego faktu są oczywiste i wyraźnie widać przewagę metody pojedynczych ziaren nie tylko przy ustaleniu dawki pochłoniętej w czasie od powstania osadu, ale dodatkowe możliwości interpretacji rozkładu dawek w odniesieniu do procesów sedymentacji.

# 1.6. Wyznaczanie mocy dawki i wieku

Do wyznaczenia mocy dawki promieniowania, albo dawki rocznej, stosuje się w praktyce kilka metod. W sposób bezpośredni dawkę roczną można zmierzyć metodą dozymetrii termoluminescencyjnej (TLD), umieszczając odpowiednio przygotowane dozymetry w miejscach, z których pobrano próbki do datowania. Pośrednio dawkę roczną oblicza się na podstawie zmierzonych koncentracji izotopów promieniotwórczych w próbce i w jej środowisku, uwzględniając wilgotność i dodając dawkę promieniowania kosmicznego. Poniżej podano podstawowe informacje o częściej stosowanych metodach.

# 1.6.1. Dozymetria termoluminescencyjna – TLD

W pomiarach dawki używane są specjalnie spreparowane dozymetry o dużej czułości (np. CaF<sub>2</sub>, LiF, CaSO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) umieszczane w terenie, w miejscu poboru próbki (Aitken, 1969; Mejdahl, 1972; Bailiff i Aitken, 1980; Liritzis i Galloway, 1982; McKeever, 1985). Można w ten sposób określić dawki roczne promieniowania beta i gamma. Jeżeli ekspozycja dozymetrów trwa cały rok, to dodatkową korzyścią jest możliwość uwzględnienia sezonowych wahań wilgotności.

#### 1.6.2. Spektrometria promieniowania gamma

W warunkach laboratoryjnych, lub w terenie, rejestruje się widmo promieniowania gamma za pomocą wielokanałowego spektrometru z detektorem scyntylacyjnym lub półprzewodnikowym. Poprzez porównanie zarejestrowanego widma z widmami zmierzonych w tych samych warunkach wzorców zawierających znane ilości izotopów radioaktywnych uranu, toru i potasu, można obliczyć koncentracje tych izotopów w próbce lub w środowisku. W następnej kolejności oblicza się dawkę roczną (pochłoniętą w ziarnach minerału, który jest wykorzystany do datowania) dla każdego z rodzajów promieniowania, alfa, beta i gamma, emitowanych przez poszczególne izotopy promieniotwórcze. Uwzględnia się przy tym wiele czynników geometrycznych i innych: rozmiary próbki, rozmiary ziaren, zasięgi promieniowania, wilgotność próbki i otoczenia. Jeżeli do datowania wykorzystywane są ziarna kwarcu, które nie zawierają wewnątrz izotopów promieniotwórczych, to uzyskane metodami spektrometrii gamma wyniki są wystarczające do wykonania obliczeń dawki rocznej. Podobnie jest w przypadku wykorzystania do datowania drobnych ziaren polimineralnych. Jeżeli do datowania wykorzystane są ziarna skalenia lub cyrkonu, które zawierają znaczne ilości promieniotwórczych izotopów, to należy dodatkowo zmierzyć ich koncentracje w samych ziarnach i obliczyć odpowiednie dodatkowe składniki dawki rocznej. Wykorzystanie w pomiarach detektora półprzewodnikowego o wysokiej zdolności rozdzielczej pozwala wykryć odstępstwa od stanu równowagi wiekowej między radioizotopami tworzącymi szereg promieniotwórczy. Brak równowagi wiekowej (lub równowagi promieniotwórczej) jest zwykle oznaką lokalnych migracji niektórych radioizotopów w środowisku i zmiany w czasie poziomu radioaktywności osadu. Jest to istotne zwłaszcza przy datowaniu luminescencyjnym osadów węglanowych.

Stosowanie spektrometrii gamma wysokiej rozdzielczości do pomiarów aktywności umożliwia również wykrycie ewentualnych skażeń osadu radioizotopami z opadu promieniotwórczego, lub uwolnionych do środowiska w wyniku awarii urządzeń jądrowych. Fotografia 5. przedstawia półprzewodnikowy spektrometr wysokiej rozdzielczości promieniowania gamma, który można wykorzystać w takich pomiarach.

# 1.6.3. Zliczanie cząstek alfa

Metoda polegająca na zliczaniu cząstek alfa jest stosowana najczęściej do określenia aktywności izotopów uranu i toru w próbkach ceramiki, wypalanych krzemieni i innych obiektach o ograniczonej masie. Na podstawie szybkości zliczeń cząstek alfa rejestrowanych za pomocą licznika scyntylacyjnego z ekranem z ZnS, i przy dodatkowym założeniu wartości stosunku aktywności <sup>238</sup>U do <sup>238</sup>Th, można ustalić ich aktywności, a następnie, podobnie jak w punkcie 1.6.2., obliczyć odpowiednie składniki dawki rocznej.

Metodę tę można rozszerzyć o analizę rozkładu odstępów czasu między kolejnymi cząstkami alfa (tzw. metoda opóźnionych koincydencji). Na tej podstawie da się ustalić stosunek aktywności U do Th i dokładniej obliczyć składniki dawki rocznej.

Zliczanie cząstek alfa nie daje informacji o aktywności izotopu beta promieniotwórczego <sup>40</sup>K i pomiary cząstek alfa trzeba uzupełnić pomiarem zawartości potasu metodą fotometrii płomieniowej.

# 1.6.4. Fotometria płomieniowa lub atomowa spektrometria absorpcyjna

Fotometrię płomieniową stosuje się jako uzupełnienie metody zliczania cząstek alfa. Za jej pomocą można wyznaczyć całkowitą zawartość potasu w analizowanej próbce. Korzystając z tego, że ilość izotopu <sup>40</sup>K jest stałą częścią całkowitej ilości potasu (wagowo 0,0117%), można obliczyć jego aktywność w próbce, a następnie wyznaczyć dawki roczne emitowanego promieniowania beta i gamma.

# 1.6.5. Spektrometria promieniowania alfa

Spektrometria promieniowania alfa jest metodą radiochemiczną i wymaga skomplikowanej preparatyki chemicznej analizowanych próbek. Do pomiarów natężenia promieniowania α wymagany jest półprzewodnikowy detektor cząstek α. Metoda umożliwia precyzyjne określenie aktywności macierzystych izotopów <sup>238</sup>U i <sup>232</sup>Th oraz ich produktów rozpadu w badanym osadzie, a przez to stwierdzenie stopnia zachowania równowagi promieniotwórczej. Możliwość stwierdzenia braku równowagi oraz uwzględnienia tego w obliczeniach mocy dawki jest szczególnie przydatna przy datowaniu osadów z węglanu wapnia (kalcytu), występujących w postaci nacieków jaskiniowych: stalaktytów, stalagmitów i polew kalcytowych.

# 1.6.6. Zliczanie cząstek beta

Metoda ta ma zastosowanie wyłącznie do pomiaru aktywności <sup>40</sup>K w ziarnach skaleni potasowych. Wydzielone z datowanej próbki ziarna skaleni umieszcza się w przepływowym liczniku GM o niskim tle i rejestruje cząstki beta emitowane przez <sup>40</sup>K zawarty w ziarnach. Liczniki gazowe GM mają praktycznie stuprocentową wydajność na promieniowanie beta i niską, kilkuprocentową wydajność na promieniowanie gamma, dzięki czemu bardzo dobrze nadają się do tego celu. Wyniki zliczania cząstek β porównuje się z wynikami uzyskanymi w tych samych warunkach dla wzorcowych ziaren o dokładnie znanej aktywności właściwej <sup>40</sup>K, a następnie oblicza aktywność <sup>40</sup>K w ziarnach próbki (Bøtter–Jensen i Mejdahl, 1988). Aktywność <sup>40</sup>K w skaleniach potasowych jest potrzebna do wyznaczenia dawki wewnętrznej związanej z samopochłanianiem promieniowania beta w ziarnach.

# 1.6.7. Obliczenia efektywnej dawki rocznej

Procedury obliczania dawki rocznej promieniowania pochłanianego przez ziarna minerałów wykorzystywanych do datowania zależą od:

- rodzaju datowanego obiektu,
- rodzaju minerału,
- rozmiaru ziaren,
- sposobu preparatyki ziaren,
- przyjętej metody wyznaczania mocy dawki.

Obliczenia wykonuje się oddzielnie dla poszczególnych rodzajów promieniowania: alfa, beta, gamma i promieniowania kosmicznego.

Spowodowane jest to różnymi zasięgami i efektywnościami w zapełnianiu stanów pułapkowych przez różne rodzaje promieniowania oraz rozmiarami datowanych obiektów i samych ziaren.

Dawkę pochłanianą przez ziarna można podzielić na wewnetrzna i zewnetrzna. Ten podział dotyczy miejsca występowania izotopów promieniotwórczych, które mogą być wewnątrz lub na zewnątrz ziaren.

Dawkę pochłaniana można podzielić również na wewnętrzna i zewnętrzna względem datowanego obiektu. W tym wypadku chodzi o usytuowanie izotopów promieniotwórczych wewnątrz obiektu lub na zewnątrz, w otaczającym środowisku.

W praktyce datowania metodami TL i OSL dawke pochłonieta najczęściej wyznacza się wykorzystując następujące rodzaje ziaren mineralnych:

- ziarna kwarcu o rozmiarach od około 90 do 200 µm (metoda ziaren kwarcu),
- ziarna skaleni potasowych o rozmiarach od około 150 do 400 µm (metoda ziaren skalenia),
- ziarna cyrkonu o rozmiarach około 100 μm,
- ziarna frakcji polimineralnej o rozmiarach 4–11 µm (metoda drobnych ziaren),
- ziarna kalcytu z rozdrobnionych nacieków węglanowych lub rozdrobnione krzemienie.

W zależności od datowanego obiektu i użytych ziaren można zatem wyróżnić następujące składniki dawki.

- Dawka promieniowania kosmicznego, która, ze względu na położenie źródeł, jest zawsze dawka zewnętrzna.
- Dawka promieniowania alfa, z uwagi na zasięg nie przekraczający kilkudziesięciu µm, ma dla datowanego obiektu zawsze charakter dawki wewnętrznej. Dla grubszych ziaren nie zawierających U i Th (np. kwarc, skalenie) może być praktycznie pominieta, a dla ziaren zawierajacych U lub Th (np. cyrkon) ma charakter dawki wewnętrznej. Dla drobnych ziaren, bez względu na to czy zawierają U i Th, może być traktowana jak dawka zewnętrzna.
- Dawka promieniowania beta, z uwagi na zasięg rzędu paru mm, może być traktowana jako dawka wewnętrzna ze względu na datowany obiekt. Dla drobnych ziaren, bez względu na to czy zawierają izotopy beta promieniotwórcze, może być traktowana jak dawka zewnętrzna. Dla grubszych ziaren należy oddzielnie obliczać dawkę zewnętrzną beta i, jeżeli ziarna zawierają źródła promieniowania beta (np. skalenie potasowe), dawkę wewnętrzną, z uwzględnieniem osłabienia i samopochłaniania tego promieniowania.
- Dawka promieniowania gamma, z uwagi na średni zasięg rzędu kilkudziesięciu cm, ma ze względu na ziarna zawsze charakter dawki zewnętrznej. Dla obiektów

o rozmiarach małych w porównaniu z zasięgiem (np. fragmenty ceramiki lub krzemienia o rozmiarach kilku cm) może być również traktowana jako dawka zewnętrzna. Dla obiektów o rozmiarach tego samego rzędu lub większych od zasięgu (np. próbki jednorodnego osadu o znacznej miąższości) dawka promieniowania gamma ma charakter dawki wewnętrznej. Natomiast dla obiektów o rozmiarach pośrednich należy oddzielnie obliczać dawkę wewnętrzną i zewnętrzną, z uwzględnieniem osłabienia i samopochłaniania tego promieniowania.

Wartości dawek rocznych dla U, Th i K, oraz dla poszczególnych rodzajów promieniowania, można obliczyć na podstawie zmierzonych aktywności korzystając ze współczynników przeliczeniowych podanych w pracach Aitkena (1983) i Adamca i Aitkena (1998). Ich wartości zostały ustalone, przy założeniu że cała energia promieniowania jonizującego alfa, beta (włączając elektrony konwersji i promieniowanie X) i gamma jest równomiernie pochłaniana w ośrodku zawierającym izotopy promieniotwórcze.

Dawka równoważna jest określana dla wypreparowanych z próbki ziaren jako dawka tylko promieniowania beta lub gamma. Zatem przed obliczeniem wieku TL lub OSL trzeba wartości dawki pochłoniętej i rocznej sprowadzić do "wspólnego rodzaju". Robi się to przez przeliczenie bezwzględnych wartości dawek rocznych na efektywne, uwzględniając:

- mniejszą wydajność promieniowania alfa w generowaniu TL i OSL ziaren, którą powinno się oddzielnie wyznaczyć dla każdej datowanej próbki – dotyczy to przede wszystkim metody drobnych ziaren,
- rozmiar ziaren oraz samopochłanianie i osłabienie promieniowania beta w ziarnach (Fleming, 1979; Mejdahl, 1979) – samopochłaniane uwzględnia się dla ziaren skaleni potasowych i cyrkonu,
- usuwanie zewnętrznej warstwy grubszych ziaren przez trawienie w stężonym kwasie fluorowodorowym HF w celu zmniejszenia wkładu dawki promieniowania alfa dotyczy to metody grubych ziaren.

Całkowitą efektywną dawkę roczną otrzymuje się przez sumowanie odpowiednich składników efektywnych dawek wewnętrznych i zewnętrznych dla poszczególnych rodzajów promieniowania oraz dawki promieniowania kosmicznego (Yokoyama i in., 1982).

# 1.6.8. Wpływ wilgotności na efektywną dawkę roczną

Pomiary laboratoryjne aktywności izotopów w datowanej próbce i jej otoczeniu wykonuje się dla wysuszonego materiału. Przy ustalaniu efektywnej dawki rocznej trzeba jednak uwzględnić, że obecność wody w próbce i w otoczeniu, w warunkach naturalnych, zmniejsza wielkość dawki pochłanianej przez ziarna w próbce, bowiem woda pochłania i osłabia docierające do nich promieniowanie. Jeżeli zostały ustalone średnie wilgotności próbki i otoczenia, co samo w sobie jest dość trudnym problemem, to wartości efektywnych dawek rocznych należy skorygować posługując się podanym niżej wzorem (Aitken i Xie, 1985)

$$d_p = \frac{d_{ps}}{1 + H_p \cdot W_w},\tag{1.7}$$

gdzie  $d_p$  jest wartością skorygowaną dawki rocznej,  $d_{ps}$  – dawką roczną obliczoną dla suchej próbki (otoczenia),  $w_w$  – wilgotnością względną próbki (otoczenia),  $H_p$  – stałą zależną od rodzaju promieniowania ( $p = \alpha, \beta, \gamma$ ). Wilgotność względna określona jest następująco:

$$w_w = \frac{m_w - m_s}{m_s},\tag{1.8}$$

gdzie  $m_w$  jest masą wilgotnej próbki, a  $m_s$  masą tej próbki po wysuszeniu. Stała H przyjmuje następujące wartości dla różnych rodzajów promieniowania:

$$H_{\alpha} = 1,50$$
  
 $H_{\beta} = 1,25$  (1.9)  
 $H_{\gamma} = 1,14$ 

# 1.6.9. Obliczanie wieku

Po ustaleniu wartości dawki równoważnej *ED* jedną z metod przedstawionych we wcześniejszych rozdziałach i obliczeniu wartości efektywnej dawki rocznej w sposób właściwy dla użytych do datowania ziaren i rodzaju obiektu, jak to przedstawiono powyżej, do wyznaczenia wieku próbki można wykorzystać wzór (1.3) lub (1.4):

$$T = \frac{ED}{d_{ef}}.$$

# 2. Datowanie osadów geologicznych

# 2.1. Czynniki umożliwiające i ograniczające zastosowanie metod luminescencji do datowania osadów czwartorzędowych

Wielkość fizyczną *A* można wykorzystać do datowania, jeżeli spełnia, między innymi, dwa podstawowe warunki. Po pierwsze, z początkiem mierzonego okresu musi być związana określona wartość początkowa tej wielkości. Po drugie, w ciągu mierzonego okresu wielkość musi zmieniać się ściśle monotonicznie, rosnąć lub maleć, w znany sposób, na przykład:

$$A(t) = A_0 + F(t), \qquad (2.1)$$

gdzie  $A_0$  jest wartością początkową wielkości A, a F(t) jest ściśle monotoniczną funkcją czasu t o znanej postaci, która ma wartość zero w chwili początkowej t = 0.

Jeżeli posłużyć się przykładem metody radiowęglowej, to wykorzystywaną wielkością jest aktywność właściwa promieniotwórczego izotopu węgla <sup>14</sup>C, odniesiona do jednostki masy organicznego węgla zawartego w datowanej próbce. Wartość początkowa aktywności właściwej  $A_0$  jest równa aktywności właściwej biosfery i jest względnie stała, słabo zależna od rodzaju próbki i czasu. Początek okresu jest zdefiniowany przez śmierć organizmu i ustanie wymiany izotopowej ze środowiskiem. Od tego momentu aktywność właściwa <sup>14</sup>C w próbce stale maleje zgodnie z prawem zaniku promieniotwórczego. Funkcja F(t) jest w tym wypadku ściśle malejąca i ma postać następującą:  $F(t) = A_0(e^{-\lambda \cdot t} - 1)$ , gdzie  $\lambda$  jest stałą rozpadu izotopu <sup>14</sup>C. Ostatecznie:

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\lambda \cdot t} \,. \tag{2.2}$$

W metodzie radiowęglowej wartość początkowa wielkości A jest mało zależna od czasu, w którym nastąpiła śmierć organizmu (występowanie tej zależności powoduje konieczność kalibracji dat radiowęglowych), a jej spadek w czasie zachodzi ściśle według prawa zaniku promieniotwórczego.

W metodach luminescencyjnych sytuacja jest bardziej skomplikowana, mamy bowiem do czynienia ze złożoną zależnością od czasu wielkości wykorzystywanej do datowania. Wielkością mierzoną jest luminescencja, która bezpośrednio zależy od dawki pochłoniętej promieniowania i dopiero pośrednio przez nią od czasu. Tę ostatnią zależność, to jest zależność dawki pochłoniętej od czasu, można przedstawić ogólnie w następujący sposób:

$$D(t) = \int_{0}^{t} d(t)dt,$$
 (2.3)

gdzie d(t) jest mocą dawki promieniowania jonizującego, którą całkujemy od momentu depozycji ziaren do chwili obecnej. Ta ogólna postać zależności dopuszcza zmienność mocy dawki w czasie. Tylko wtedy gdy moc dawki jest stała, niezależna od czasu:

$$d(t) = d = \text{const}$$

równanie (2.3) przyjmuje prostą postać, znaną z rozdziału 1.1.:

$$D(t) = d \cdot t$$
.

Wielkość luminescencji ziaren (może to być termoluminescencja lub luminescencja stymulowana optycznie), którą mierzy się w laboratorium, jest z kolei funkcją dawki D(t) pochłoniętej w czasie *t* od momentu depozycji oraz luminescencji początkowej  $L_0$ , którą miały wtedy ziarna:

$$L = L_0 + F(D(t)).$$
(2.4)

W przypadku gdy luminescencja jest ściśle proporcjonalna do pochłoniętej dawki (por. wzór 1.5), zależność (2.4) można przedstawić następująco:

$$L = L_0 + a_1 \cdot D(t).$$
 (2.5)

W pomiarach laboratoryjnych potrafimy bez większych kłopotów wyznaczyć współczynnik proporcjonalności między wartością pochłoniętej dawki a luminescencją  $a_1$ , który charakteryzuje ziarna minerałów wydzielone z datowanego utworu.

Wyznaczenie wartości  $L_0$  stwarza więcej problemów i jest w dużym stopniu zależne od genezy osadu. Najprostsza sytuacja występuje wtedy, gdy w czasie transportu i depozycji pojedyncze ziarna są eksponowane przez długi czas na światło słoneczne, a więc przede wszystkim w przypadku osadów eolicznych, a to lessów lub piasków wydmowych. W tych przypadkach można założyć, że początkowa OSL ziaren jest równa zeru, a początkowa TL jest zredukowana do poziomu resztkowego, lub niewiele wyższego, który można wyznaczyć stosunkowo łatwo w warunkach laboratoryjnych (por. opis metod całkowitego wybielania, odtworzeniowej lub odtworzeniowo-addytywnej).

Podobnie jest w przypadku utworów pochodzenia wulkanicznego, a także podścielających je bezpośrednio osadów, które mogły ulec podgrzaniu do wysokiej temperatury. W tym przypadku, podobnie jak dla ceramiki archeologicznej, rolę czynnika zerującego luminescencję pełni wysoka temperatura, która skutecznie zeruje nie tylko OSL, ale i TL ziaren mineralnych. W przypadkach mniej korzystnych, kiedy ziarna są eksponowane przez krótki tylko okres, w dalszym ciągu można zakładać, że wcześniejszy sygnał OSL został skutecznie wyzerowany i początkowa OSL ziaren jest też zerowa. W skrajnym przypadku ekspozycja może być wystarczająca do wyzerowania tylko sygnału OSL i do nieznacznej redukcji sygnału TL.

Najmniej korzystna, a właściwie wykluczająca możliwość datowania jedną z metod luminescencyjnych, jest sytuacja, w której ziarna w czasie transportu i depozycji w nowym miejscu nie są eksponowane na światło. Może tak być w przypadku wszelkich gwałtownych i krótkotrwałych procesów, w których transportowane są nie tyle pojedyncze ziarna co cała masa osadu (na przykład gliny morenowe, spływy, osuwiska). Tego typu zdarzenie nie może być datowane metodami luminescencyjnymi. Ewentualny wynik zastosowania procedur datowania do ziaren wyekstrahowanych z powstałego w takich warunkach osadu będzie odnosił się do jakiegoś wcześniejszego zdarzenia, kiedy ziarna po raz ostatni były wystarczająco długo eksponowane na światło.

Wracając do wzoru (2.5), który przedstawia najprostszy przypadek zależności luminescencji od pochłoniętej dawki promieniowania jonizującego, trzeba zwrócić uwagę na właściwości funkcji D(t). Dzięki wzrostowi dawki pochłoniętej D(t) wraz z upływem czasu możliwe jest wykorzystanie metod luminescencyjnych do datowania. W większości przypadków można przyjąć, że aktywności izotopów promieniotwórczych zawartych w różnych skałach nie zmieniają się, i że są stałe nawet w geologicznej skali czasu. Rzeczywiście, jeżeli wziąć pod uwagę radioizotopy dające istotny wkład do mocy dawki promieniowania w naturalnych warunkach, to ich stałe zaniku są porównywalne z wiekiem Układu Słonecznego i samej Ziemi. Można zatem uważać, że w skali czwartorzędu nie nastąpiła zauważalna zmiana ilości tych radioizotopów. Z pewnością dotyczy to globalnej ilości izotopów, ale nie wyklucza zmian, nawet istotnych, w skali lokalnej. Pewne procesy geofizyczne lub geochemiczne mogą doprowadzić do transportu radioizotopów, lub grup radioizotopów, między różnymi częściami lokalnego środowiska. Skądinąd wiadomo, że jest to warunkiem wykorzystania metod radiometrycznych do datowania skał.

Poza skrajnymi przypadkami, na przykład utworami węglanowymi lub osadami zalegającymi na granicy między warstwami różniącymi się bardzo składem radioizotopów, można przyjąć, że ewentualne niedokładności związane z lokalnymi zmianami aktywności radioizotopów w osadzie, który podlega datowaniu, są porównywalne z błędami pomiarowymi i niepewnościami w wyznaczeniu wartości efektywnej mocy dawki.

W przypadku osadów węglanowych zaburzona jest równowaga wiekowa między radioizotopami szeregów promieniotwórczych <sup>232</sup>Th, <sup>235</sup>U i <sup>238</sup>U. Wraz z upływem czasu jest ona stopniowo przywracana, co zwiazane jest ze zmiana mocy dawki promieniowania emitowanego w czasie rozpadów jąder izotopów w tych szeregach. Wykorzystanie spektrometrii promieniowania gamma lub alfa (por. rozdz. 1.6.2 i 1.6.5) umożliwia stwierdzenie braku równowagi w szeregach i uwzględnienie jej przy obliczaniu średniej mocy dawki (Goslar i Hercman, 1988).

Dalece powszechniejszym czynnikiem wpływającym na moc dawki promieniowania pochłanianego przez ziarna są zmiany ilości wody wypełniającej pory w osadzie. W niektórych przypadkach sezonowe lub długookresowe zmiany zawartości wody w osadzie mogą prowadzić do kilkudziesięcioprocentowej zmiany mocy dawki (por. wzory 1.7...1.9). Istotne staje się zatem rozpoznanie historii zawodnienia osadu i właściwe ustalenie średniej zawartości wody.

Kolejny czynnik, mający wpływ na technikę datowania metodami luminescencyjnymi i ostatecznie ograniczający zakres ich stosowania, jest związany z zależnością między wielkością luminescencji a dawką pochłonietą przez ziarna. Ogólna zależność luminescencji od dawki przedstawiona równaniem (2.4) w większości przypadków daje się opisać za pomocą funkcji (1.5):

$$L(D) = L_0 + a_1 \cdot D + a_2 \cdot (1 - e^{-a_3 \cdot D}),$$

W praktyce współczynnik  $a_1$  ma na tyle małą wartość, że nie wpływa w zauważalny sposób na zachowanie się funkcji L(D) w zakresie dużych wartości dawek i funkcja wykazuje charakterystyczne nasycenie widoczne wyraźnie dla wartości

$$D \sim \frac{3}{a_3}.$$
 (2.6)

Dla  $D = \frac{2.3}{a_3}$  luminescencja przyrasta dziesięciokrotnie wolniej niż początkowo, a dla  $D = \frac{4.6}{a_3}$  już stukrotnie wolniej. Przykładowo, dla ziaren kwarcu typowe wartości współ-

czynnika a3 mieszczą się w zakresie 0,01-0,001 Gy<sup>-1</sup>. Zmniejszanie się czułości ziaren związane jest z ograniczoną liczbą pułapek elektronowych w krysztale. Jeżeli przyjąć, że pochłaniane promieniowanie nie generuje nowych centrów pułapkowych i rekombinacyjnych, to luminescencja nie może być większa od obserwowanej, w sytuacji kiedy wszystkie pułapki są zapełnione i nie zwiększa się już bez względu na dalsze pochłoniete dawki promieniowania. Jeżeli dodatkowo wziąć pod uwage naturalny rozrzut wyników pomiarów luminescencji, to omawiane zjawisko ogranicza wartość największej dawki pochłoniętej, jaka może być wyznaczona na podstawie pomiarów luminescencji. Jeżeli taka sytuacja ma miejsce w praktyce, to jedyne co można stwierdzić, to fakt, że dawka pochłonięta przez ziarna jest nie mniejsza od pewnej wartości  $D_{min}$ .

Skończona dokładność pomiarów luminescencji powoduje również, że nie jest możliwe wyznaczenie wartości bardzo małych dawek pochłoniętych. W praktyce powoduje to, że dawka pochłonięta musi być wtedy podana jako nie większa od pewnej wartości  $D_{max}$ .

# Zakres stosowania metod luminescencyjnych

Skuteczne wyzerowanie luminescencji lub jej redukcja do poziomu, który można wyznaczyć i uwzględnić w warunkach laboratoryjnych, jest koniecznym czynnikiem, umożliwiającym zastosowanie jednej z metod luminescencyjnych do określenia wieku powstania osadu. Wymóg ten ogranicza stosowanie metod luminescencyjnych do trzech grup osadów.

W pierwszej grupie znajdują się osady, które powstawały w warunkach sprzyjających ekspozycji pojedynczych ziaren na światło. Typowym przykładem osadów należących do tej grupy są osady eoliczne. Drugą grupę stanowią osady zbudowane z minerałów, których kryształy tworzyły się w czasie powstawania osadu. Są to przede wszystkim węglanowe nacieki jaskiniowe. W trzeciej grupie mamy osady zawierające ziarna minerałów, których luminescencja została usunięta przez podgrzanie do wysokiej temperatury, np. osady zawierające materiał pochodzenia wulkanicznego lub podścielające utwory wulkaniczne.

Brak możliwości wyznaczenia bardzo małych i bardzo dużych wartości dawek pochłoniętych powoduje, że metodami luminescencji nie można określić wieku bardzo młodych i bardzo starych osadów. W przypadku typowych właściwości ziaren użytych do pomiarów luminescencji i średnich aktywności osadu oznacza to, że wiek osadów młodszych od około 1 tys. lat i starszych od około 300-400 tys. lat nie może być wyznaczony w postaci skończonej. Te wartości graniczne są oczywiście tylko orientacyjne i w konkretnych przypadkach mogą być istotnie inne. Jeżeli brać pod uwagę trwałość termiczną luminescencji, to można by datować utwory o wieku rzędu milionów lat, pod warunkiem że wcześniej nie doszłoby w nich do nasycenia luminescencji. W przypadku metody TL, gdzie konieczne jest określenie początkowej wartości termoluminescencji ziaren, zwiększa się wartość minimalnego wieku, który można wyznaczyć w postaci skończonej (Bluszcz i Pazdur, 1985).

Na zakończenie tego podrozdziału warto jeszcze omówić pewne wyjątkowe przypadki wzrostu wartości mocy dawki promieniowania jonizującego. Są to przypadki związane praktycznie wyłącznie z działalnością człowieka polegającą na intencjonalnym lub przypadkowym wprowadzeniu do środowiska dodatkowych ilości izotopów promieniotwórczych, które pojawiły się wraz z technologią produkcji energii jądrowej do celów militarnych i cywilnych. W latach sześćdziesiątych po raz pierwszy doszło do wprowadzenia do środowiska sztucznie wytworzonych izotopów promieniotwórczych w ilościach mierzalnych w skali globalnej. Były to radioizotopy składające się na tak zwany opad promieniotwórczy jako skutek prób z bronią atomową i termojądrową. W latach późniejszych, wraz z upowszechnieniem energetyki jądrowej, doszło kilkakrotnie do niekontrolowanych emisji znacznych ilości substancji promieniotwórczych i dodatkowego skażenia środowiska. W odróżnieniu od opadu, będącego skutkiem prób z bronią jądrową, doprowadziło to do lokalnego wzrostu aktywności środowiska. Szczęśliwie dla metod dozymetrycznych wzrost radioaktywności spowodowany opadem promieniotwórczym jest ograniczony do przypowierzchniowej warstwy gruntu i prowadzi do niewielkiego tylko wzrostu mocy dawki promieniotwornie. Dzieje się tak dlatego, że aktywność naturalnie występujących izotopów jest wielokrotnie większa od aktywności skażeń. Promieniowanie emitowane przez izotopy skażeń jest pochłaniane w warstwie gruntu o grubości do około 50 cm i nie dociera do warstw położonych głębiej.

Wynika z tego, że praktycznie we wszystkich przypadkach promieniotwórcze skażenie środowiska nie ma żadnego wpływu na dawkę pochłoniętą przez ziarna zawarte w osadach.

Do lokalnego zwiększenia poziomu promieniowania dochodzi też w wyniku działalności górniczej. Najczęściej wydobywane kopaliny lub odpady kopalniane składowane na hałdach charakteryzują się wyższą radioaktywnością od osadów powierzchniowych. Dotyczy to nie tylko kopalń rud uranu, ale i innych surowców, w tym węgla kamiennego. Podwyższenie poziomu radioaktywności może objąć większy obszar, jeżeli dochodzi do penetracji składowisk przez wodę, wypłukiwania związków zawierających promieniotwórcze izotopy i przenoszenia ich dalej z wodami powierzchniowymi lub gruntowymi. W przypadkach, w których próbki do datowań pobierane są w pobliżu składowisk odpadów kopalnianych należy upewnić się czy nie doszło takiego lokalnego zwiększenia promieniotwórczości gruntu.

# 2.2. Laboratoryjne źródła niepewności pomiaru wieku

Proces datowania luminescencyjnego wymaga wykonania bardzo wielu różnego rodzaju pomiarów i obliczeń, przy których korzysta się z danych tablicowych pochodzących ostatecznie też z pomiarów. Korzysta się przy tym z różnego rodzaju wzorców, których dokładność jest ograniczona. Ponieważ każdy pomiar obarczony jest zawsze pewną niepewnością, lub inaczej błędem, to w nieunikniony sposób wynik datowania luminescencyjnego jest też obciążony zwykle znacznym błędem. W kontekście niepewności wyników pomiarów mowa jest często o dokładności i precyzji pomiaru. W języku potocznym są to synonimy, ale w metrologii te dwa pojęcia odnoszą się do zupełnie różnych właściwości metody pomiarowej i dla uniknięcia nieporozumień co do ich znaczenia pokrótce zostaną tutaj przypomniane.

Dokładność dotyczy związku, jaki zachodzi między wynikiem pomiaru a rzeczywistą wartością wielkości mierzonej. Precyzja natomiast dotyczy relacji, jakie zachodzą między wynikami powtarzanych pomiarów tej samej wielkości.

Relacje, jakie zachodzą między wynikami pomiarów a prawdziwą wartością wielkości mierzonej, ilustruje rys. 2.1. Przedstawia on za pomocą węższych i jaśniejszych słupków hipotetyczny histogram wartości wyników pomiarów, wykonanych pewną metodą, tej samej wielkości, powtarzanych dużą liczbę razy. Niedokładność metody pomiarowej wynosi 10; wartość prawdziwa to 140, a wartość oczekiwana rozkładu prawdopodobieństwa pojedynczego wyniku otrzymanego tą metodą (linia ciągła i skala po prawej stronie wykresu) wynosi 150. Rozrzut wyników (dyspersja rozkładu) wynosi 15 i charakteryzuje precyzję metody. Ciemne, szersze słupki przedstawiają oczekiwane liczby wyników w każdym przedziale histogramu. Wysokość ciemnego słupka jest miarą prawdopodobieństwa, że otrzymany tą metodą wynik pomiaru wielkości o wartości 140 będzie się mieścił w odpowiednim przedziale.



Rys. 2.1. Hipotetyczny rozkład (histogram) wyników pomiarów powtarzanych w tych samych warunkach dużą liczbę razy (wąskie jasne słupki). Pionowa przerywana linia oznacza dokładną wartość mierzonej wielkości. Skrajne słupki przedstawiają liczebności w otwartych przedziałach ( $\leq 123$ ) i (> 177)

Fig. 2.1. A hypothetical histogram of measurement results repeated many times under same conditions (narrow lighter bars). A vertical dashed line marks a true value of measured quantity. Outmost bars mark numbers in open ranges ( $\leq 123$ ) and (> 177)

W czasie każdego pomiaru działają czynniki będące poza kontrolą wykonującego, a ich działanie ma charakter przypadkowy i nieprzewidywalny. Dlatego wyniki pomiarów tej samej wielkości, powtarzane tą samą metodą, w takich samych warunkach, różnią się od siebie wy-kazując pewien rozrzut. Najczęściej obserwowany rozkład wyników jest rozkładem normalnym o pewnej średniej i dyspersji. Metoda pomiarowa jest dokładna, jeżeli wartość średnia rozkładu wyników pomiarów jakiejś wielkości jest bliska prawdziwej wartości tej wielkości.

Metoda pomiarowa jest tym precyzyjniejsza, im mniejsza jest dyspersja, czyli rozrzut, rozkładu wyników. Ideałem byłaby metoda zarówno precyzyjna, jak i dokładna. Niestety, zawsze występują pewne czynniki o charakterze systematycznym lub przypadkowym, które ograniczają dokładność i precyzję pomiaru. Czynniki o charakterze systematycznym zmniejszają dokładność wyniku pomiaru. Niepewności, których są źródłem, nazywają się zwykle błędami systematycznymi pomiaru. Czynniki losowe, o przypadkowym charakterze, mają wpływ na precyzję pomiaru. Niepewności wynikające z działania tych czynników nazywają się zwykle błędami przypadkowymi. W kolejnych częściach rozdziału zostaną przedstawione źródła błędów systematycznych i przypadkowych występujące w procesie datowania z wyko-rzystaniem zjawiska luminescencji.

# 2.2.1. Niepewności systematyczne związane z kalibracją mocy dawki źródeł promieniowania i standardów radioaktywności

Grupa czynników odpowiedzialnych za błędy systematyczne decyduje ostatecznie o dokładności metody i dlatego jest szczególnie ważne, by wszelkie źródła błędów systematycznych zostały rozpoznane i sprowadzone do minimum.

Laboratorium wykonujące datowania metodą luminescencyjną musi korzystać ze źródeł promieniowania w celu wyznaczenia dawki równoważnej i efektywności promieniowania alfa, jeżeli pomiary luminescencji są wykonywane dla frakcji drobnych ziaren. Używa też wzorców radioaktywności do kalibracji urządzeń do pomiarów koncentracji radioizotopów w datowanych materiałach. Dokładność określenia mocy źródeł promieniotwórczych i zawartości wzorców radioaktywności jest ograniczona. Jeżeli laboratorium używa stale tego samego źródła i standardu radioaktywności, to wszystkie wykonane pomiary będą obarczone takim samym błędem, w tym wypadku systematycznym, związanym z błędem ich wzorcowania. W przypadku używania różnych źródeł lub standardów, lub po każdej rekalibracji, wartości błędów systematycznych ulegają zmianie. Ma to istotne znaczenie przy późniejszej interpretacji wyników datowań. Jeżeli bowiem jakaś grupa wyników została otrzymana w taki sam sposób i w takich samych warunkach laboratoryjnych, to będą one obarczone takimi samymi błędami systematycznymi, np. wszystkie w jednakowym stopniu zawyżone. Przy analizie wewnętrznych relacji występujących w takiej grupie wyników istotne będą tylko błędy przypadkowe związane najczęściej z pomiarami wykonywanymi w trakcie datowania konkretnej grupy próbek.

50

Wartości błędów systematycznych, jakimi są obarczone wartości mocy dawek źródeł promieniotwórczych, wynoszą zwykle do 5%. Dokładność określenia koncentracji izotopów promieniotwórczych we wzorcach radioaktywności jest podobnego rzędu – nie przekracza ona zwykle 3%.

Charakter systematyczny maję również niepewności różnego rodzaju wielkości odczytywanych z tablic. Typowymi przykładami takich wielkości, które są używane pośrednio lub bezpośrednio w datowaniu metodą luminescencyjną, są: stałe rozpadu izotopów promieniotwórczych i energie oraz natężenia emitowanego przez nie promieniowania, wartości  $H_p$  używane do korekty dawki rocznej ze względu na wilgotność osadu itp. Wartości te pochodzą z wielokrotnie powtarzanych pomiarów i co jakiś czas w wyniku nagromadzenia się nowych danych podlegają rewizji i zmianom (porównaj, na przykład, artykuł Adamca i Aitkena, 1998).

# 2.2.2. Niepewności przypadkowe związane z pomiarami radioaktywności i luminescencji wykonywanymi w laboratorium

Błędy należące do tej grupy decydują o precyzji datowania, od której może ostatecznie zależeć zdolność do chronologicznego rozdzielenia przeszłych zdarzeń.

Na wynik każdego pomiaru ma wpływ duża liczba drobnych czynników, których nie można lub nie opłaca się kontrolować. One właśnie powodują, że wyniki kolejnych pomiarów tej samej wielkości różnią się od siebie i różnice te są losowe. Od umiejętności i staranności wykonującego pomiar może jednak zależeć bezwzględna wielkość rozrzutu wyników. Wystarczy tyko wspomnieć możliwe źródła błędów przypadkowych: nieuniknione różnice masy kolejnych naważek ziaren poddawanych pomiarom luminescencji, niezachowanie tej samej geometrii przy napromieniowywaniu porcji ziaren dawkami laboratoryjnymi, krótkoi średniookresowe niestabilności w pracy aparatury pomiarowej i rejestracyjnej. Zachowanie odpowiedniej procedury pomiarów i kontroli warunków pracy aparatury pomiarowej może poważnie ograniczyć wielkość występujących błędów przypadkowych.

Typowe wartości błędów przypadkowych przy wyznaczaniu dawki równoważnej wynoszą od 5 do 15% mierzonej wartości w przypadku stosowania techniki wielu porcji i 1 do 5% w przypadku techniki pojedynczych porcji ziaren. Na końcową precyzję tych pomiarów ma też wpływ liczba porcji użytych do pomiarów. W pierwszym przybliżeniu rozrzut maleje jak odwrotność pierwiastka liczby porcji użytych do wyznaczenia *ED*.

Podobna sytuacja występuje przy pomiarach koncentracji radioizotopów. Typowy pomiar jest obarczony błędem przypadkowym wynoszącym około 2%. Wielkość tego błędu maleje z wydłużaniem czasu pomiaru i w przybliżeniu jest proporcjonalna do odwrotności pierwiastka czasu pomiaru. Na całkowity błąd wyznaczenia efektywnej dawki rocznej ma wpływ wiele innych czynników, z których najpoważniejsze to niepewność co do zawartości wody w osadzie (i jej ewentualnej zmienności w przeszłości) oraz co do stałości zawartości izotopów promieniotwórczych w osadzie. Powoduje to ostatecznie, że dawka roczna może być wyznaczona z dokładnością wynoszącą od około 5 do 10%.

# 2.3. Niepewności związane z założeniami metod datowania

Każda z metod datowania korzysta z szeregu założeń, co do których przyjmuje się, że są spełnione, i które umożliwiają otrzymanie ostatecznego wyniku w postaci, np. wieku osadu. Typowymi założeniami wprowadzającymi uproszczenia w przypadku datowania luminescencyjnego są:

- Luminescencja ziaren wchodzących w skład osadu została wyzerowana lub zredukowana do wyznaczonego w laboratorium poziomu w momencie tworzenia się osadu.
- Wilgotność osadu, czyli stopień nasycenia przestrzeni między ziarnami wodą, była taka jak stwierdzana pomiarami obecnie lub mieściła się w przedziale wartości przyjętym do obliczeń.
- Koncentracje izotopów promieniotwórczych w datowanym osadzie nie ulegały zmianie w całym okresie od chwili jego utworzenia do obecnej.
- Wzrost luminescencji wraz z pochłanianą dawką promieniowania jonizującego jest opisany przyjętą funkcją (np. określoną wzorem 1.5).

Błędy wynikające z niespełnienia założeń metody pomiarowej są niejako z definicji błędami systematycznymi. Jednak z punktu widzenia użytkownika wyników datowania traktuje się je jak błędy przypadkowe. Wynika to z tego, że odchylenie od założonych warunków ma charakter ciągły i nie dysponujemy wiedzą pozwalającą na określenie wielkości i kierunku tego odchylenia. Wielkość tego rodzaju błędów jest bardzo trudna do oszacowania i jedyny sposób ich ograniczenia polega na dobieraniu do datowania prób, które dają największe gwarancje spełnienia założeń metody.

# 2.4. Niepewności związane z pobieraniem prób do datowania

Nie są to błędy w ścisłym znaczeniu tego terminu, bowiem nie chodzi w tym przypadku o różnicę między wynikiem datowania a prawdziwym czasem, jaki upłynął od sedymentacji pobranego materiału do chwili obecnej. W rezultacie prowadzą jednak do różnicy między wynikiem datowania a wiekiem oczekiwanym na podstawie innych przesłanek.

Przy analizie tego rodzaju przypadków trzeba zawsze pamiętać, że metodą luminescencyjną wiek otrzymuje się jako czas, który upłynął od ostatniej ekspozycji ziaren osadu na światło (i to tylko takiej, która usunęła wcześniejszą luminescencję do poziomu bliskiego resztkowemu). Moment, w którym ziarna, np. kwarcu, wchodzące w skład osadu, były ostatni raz eksponowane na światło, nie zawsze musi pokrywać się z momentem, w którym powstała warstwa osadu. Nierzadko prawdopodobna jest sytuacja, w której duże fragmenty wcześniej utworzonej warstwy osadu w wyniku procesów wtórnych zostają przemieszczone do nowej pozycji w sposób wykluczający ekspozycję ziaren mineralnych na światło.

Niezależnie od tego może też się zdarzyć, zwłaszcza gdy próby do datowania pobierane są z różnych miejsc, że opróbowane osady nie korelują ze sobą lub reprezentują chronologię inną od spodziewanej.

# 2.5. Perspektywy zwiększenia precyzji i dokładności datowań luminescencyjnych osadów czwartorzędowych

Wydaje się, że największe możliwości w tym zakresie związane są z poprawą precyzji pomiarów dawki pochłoniętej za pomocą technik wprowadzonych w kilku ostatnich latach bądź wprowadzanych obecnie. Z poprawą dokładności i precyzji wyznaczania wartości dawki rocznej związane są mniejsze możliwości.

Jeżeli chodzi o poprawę dokładności wyników datowania, czyli przede wszystkim o zmniejszenie błędów metody, to postęp zależy od możliwości odtworzenia zmian radioaktywności osadu oraz zmian zawartości wody w osadach w przeszłości.

Zwiększenie dokładności pomiarów dawki pochłoniętej wymaga kalibracji mocy dawek laboratoryjnych źródeł promieniowania beta lub gamma z uwzględnieniem geometrii napromieniowania, rodzaju minerału i rozmiarów ziaren użytych w pomiarach. Zalecane jest przy tym prowadzenie systematycznych porównań między różnymi ośrodkami, w celu wychwycenia i wyeliminowania ewentualnych źródeł błędów systematycznych kalibracji.

Znacznie bardziej można poprawić precyzję pomiarów dawki pochłoniętej przez wprowadzenie metod pojedynczych porcji (Duller, 1991; Murray i Roberts, 1998). Do niedawna w Polsce nie było technicznych możliwości wykonywania pomiarów tymi metodami. Obecnie są takie możliwości w laboratoriach dysponujących automatycznymi czytnikami i należy się spodziewać, że nowa metoda zostanie wprowadzona w krótkim czasie. W laboratorium datowania luminescencyjnego w Gliwicach wykonywane są próby datowania osadów tymi metodami. Producenci automatycznego sprzętu do pomiarów TL i OSL wykorzystywanego do celów datowania wprowadzają systemy, które pozwolą na pomiary dawki pochłoniętej w pojedynczych ziarnach minerałów. Otworzy to zapewne zupełnie nowe możliwości w zakresie datowania różnych zdarzeń w historii próbki i interpretacji wyników.

Dokładność i precyzja pomiarów radioaktywności osadów jest już tak duża, że istotna poprawa wymaga zaangażowania dużych środków technicznych oraz nakładów finansowych i poza szczególnymi przypadkami byłaby nieopłacalna. Ponieważ przy ustalaniu wartości dawki rocznej odgrywają dużą rolę również inne, poza obecną koncentracją radioizotopów w osadzie, czynniki: zmiany radioaktywności związane z migracją izotopów w środowisku, zmiany wilgotności, ucieczka radonu, to istotny postęp w tym zakresie jest uwarunkowany możliwościami odtworzenia i uwzględnienia tych zmian w obliczeniach.

Ograniczenia błędów systematycznych związanych z podstawowymi założeniami metody powinien przynieść program porównania wyników datowania różnymi metodami bezwzględnymi. W szczególności dotyczy to metody potasowo–argonowej i metody uranowej, które jako praktycznie jedyne spośród metod radiometrycznych mogą być stosowane w tym samym przedziale czasu co metody luminescencyjne. Powodzenie takiego programu porównań zależy oczywiście od znalezienia osadów spełniających jednocześnie wymagania kilku metod. Osobnym zagadnieniem pozostaje porównywanie wyników datowania metodą radiowęglową i luminescencyjną. Będzie to możliwe w szerszym niż obecnie zakresie po zaakceptowaniu wiarygodności kalibracji radiowęglowej skali czasu poza okres obecnie objęty kalibracją dendrochronologiczną.

# 3. Analiza i interpretacja wyników datowania

#### 3.1. Analiza dużych zestawów wyników datowania

W wielu przypadkach dysponujemy dużymi zestawami wyników datowania obiektu geologicznego, na przykład określonego typu osadu o znacznym zasięgu terytorialnym i czasowym. Zwykle daty nie rozkładają się równomiernie, ale grupują się wokół pewnych wartości lub w pewnych przedziałach. Szczególnie dobrze widoczne jest to na zestawieniach wyników w postaci histogramów przedstawiających rozkład dat wzdłuż osi czasu, gdzie grupy podobnych dat dają charakterystyczne maksima.

Gdyby grupowanie się wyników nie było przypadkowe, to widoczne maksima rozkładu można by, przy spełnieniu pewnych innych warunków, interpretować jako odzwierciedlenie przeszłych okresów zasiedlania stanowiska archeologicznego lub cykli klimatycznych sprzyjających określonemu typowi sedymentacji.

Rozdział niniejszy przedstawia sposób ilościowej oceny istotności maksimów w rozkładach wyników datowania przez wykorzystanie metody "bootstrap".

Rysunek 3.1 przedstawia przykład rozkładu częstości dat, w tym przypadku 457 wyników datowania metodą TL próbek lessów. Próbki pochodziły z różnych rejonów świata i były datowane w różnych laboratoriach. Na potrzeby analiz statystycznych zostały zebrane przez A. Singhvi (Singhvi et al., 1998), a w tej pracy posłużyły jako materiał przykładowy.

Rozkład przedstawiony na rys. 3.6 otrzymuje się sumując rozkłady normalne związane z każdą datą w taki sposób, że wartość średnia pojedynczego rozkładu jest równa wyznaczonej wartości wieku próbki, a dyspersja rozkładu – błędowi pomiaru wieku. Ostatecznie funkcja rozkładu częstości jest dana wzorem:

$$f(\tau) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}N} \cdot \sum_{i=1}^{N} \frac{1}{\Delta T_i} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\tau - T_i}{\Delta T_i}\right)^2},$$
(3.1)

gdzie  $T_i$  i  $\Delta T_i$  są odpowiednio zmierzoną wartością i błędem wieku *i-tej* próbki, a N jest liczbą wszystkich próbek.

Sumaryczne przedstawienie dużej liczby wyników za pomocą funkcji rozkładu częstości pozwala zwykle ocenić, czy w rozkładzie występują jakieś grupy, czy też wyniki są rozłożone w sposób przypadkowy. Należy podkreślić, że ocena "oglądowa" grupowania się wyników jest zwykle subiektywna; dokonujący jej, zwłaszcza gdy jest zainteresowany wykryciem takich grup, ma naturalną skłonność do przeszacowania istotności swojej oceny. Dlatego poszukuje się metod, które pozwoliłyby na obiektywne ustalenie istotności zaobserwowanych maksimów rozkładu częstości.

W przypadku analizy dużego zestawu wyników datowania interpretacji podlega występowanie w rozkładzie charakterystycznych maksimów i minimów częstości. Ich obecność w rozkładzie świadczy o grupowaniu się dat w jednych przedziałach czasu i ich względnego braku w innych. Jeżeli spełnione jest założenie o losowym doborze próbek do datowania, to występowanie maksimum może świadczyć o tym, że less był intensywnie akumulowany w określonym okresie przeszłości.





Fig. 3.1. Date frequency distribution function obtained as a sum of normal distributions associated with each date. The distribution contains 457 dates ranging from 0 to 400 ka BP

# 3.1.1. Metoda "bootstrap"

Do wyznaczenia statystycznie istotnej liczby maksimów (modów) rozkładu została wykorzystana metoda "bootstrap" (Efron i Tibshirani, 1993), która nie wymaga żadnych założeń co do rozkładu prawdopodobieństwa otrzymania określonej wartości – w tym przypadku wartości wieku próbki. Nazwa metody nawiązuje do jednej z opowieści Barona von Münchhausena, w której wydostał się z bagna ciągnąc za "ucha cholewek" własnych butów; jej również nie jest potrzebna dodatkowa, poza samym zestawem analizowanych danych, pomoc.

Zakładamy, że mamy zestaw *n* wartości  $x_1, \ldots x_n$ , które mogą być, na przykład, wynikami pomiarów pewnej cechy w grupie *n* przedmiotów tego samego rodzaju. Prawdziwy rozkład wartości *x* cech wszystkich możliwych przedmiotów nie jest znany i w pierwszej kolejności tworzymy funkcję estymatora gęstości rozkładu tych wartości. Polega to na związaniu z każdą z *n* wartości standardowej funkcji rozkładu Gaussa:

$$\Phi(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{t^2}{2}\right).$$
(3.2)

Dodajemy do siebie wszystkie te funkcje:

$$\hat{f}(t;h) = \frac{1}{nh} \sum_{1}^{n} \Phi(\frac{t-x_{i}}{h}), \qquad (3.3)$$

i otrzymujemy gaussowski estymator gęstości rozkładu.

Parametr *h*, nazywany szerokością okna, określa stopień wygładzenia rozkładu; czynnik  $\frac{1}{nh}$  normalizuje funkcję estymatora gęstości rozkładu  $\hat{f}(t;h)$  w taki sposób, że:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \hat{f}(t;h) \cdot dt = 1.$$
(3.4)

Trzeba zwrócić uwagę, że parametr *h* jest czymś innym od błędu (dyspersji rozkładu) występującego we wzorze (3.1). Szerokość okna parametryzuje cały rozkład gęstości (3.2), a nie jego poszczególne składniki jak  $\Delta T_i$  w (3.1). Przykłady wykresów funkcji  $\hat{f}(t;h)$  przedstawia rys. 3.2.

Liczba lokalnych maksimów funkcji  $\hat{f}(t;h)$  jest nierosnącą funkcją szerokości okna *h*. Rysunek 3.3 pokazuje przykładową zależność liczby modów *m* estymatora gęstości rozkładu od szerokości okna *h*.





Fig. 3.2. Two examples of Gaussian kernel density estimate for different window widths h = 0,10 and h = 0,02 (thinner line). The distribution contains 457 values ranging from 1.5 to 6.0. See also Chapter 3.1.3.

Szerokość okna h można porównywać ze średnią odległością między wartościami x w grupie: jeżeli h jest wyraźnie większe od średniej odległości między wartościami w jednej

grupie, to poszczególne rozkłady tej grupy zlewają się. Odległości między grupami muszą być wyraźnie większe od *h*, żeby wystąpiło minimum rozdzielające sąsiednie grupy.



Rys. 3.3. Zależność liczby modów (lokalnych maksimów) funkcji estymatora gęstości rozkładu od szerokości okna. (Ten sam zestaw wyników co na rysunku poprzednim)

Fig. 3.3. Number of modes (local maxima) of Gaussian kernel density estimate vs. window width. (The same set of results as above)

Jeżeli zestaw analizowanych wyników nie ma żadnej wewnętrznej struktury, tzn., wszystkie wyniki tworzą w istocie jedną grupę, to faktyczny rozkład gęstości powinien mieć tylko jedno maksimum. Istnieje najmniejsza wartość szerokości okna  $\hat{h}_1$ , taka że  $\hat{f}(t; \hat{h}_1)$  ma tylko jedno maksimum. (W przykładzie na rys. 3.3  $\hat{h}_1$  jest bliskie 0,566.) Duża wartość  $\hat{h}_1$  oznacza, że otrzymanie funkcji estymatora rozkładu gęstości z jednym maksimum wymaga znacznego wygładzenia, i że hipoteza o tylko jednym maksimum jest mało prawdopodobna.

Po to, żeby móc powiedzieć o wartości  $\hat{h}_1$ , czy jest za duża, należałoby znać rozkład tego estymatora. I tu pomocna staje się metoda "bootstrap". Pozwala ona na znalezienie "empirycznego" rozkładu  $\hat{h}_1$  bez żadnych założeń co do rozkładu samych wyników.

Polega to na generacji nowych zestawów o takim samym rozkładzie, przez losowanie ze zwracaniem, z zestawu  $x_1, x_2, ..., x_n$  ciągu  $y_1^*, y_2^*, ..., y_n^*$ . W wylosowanym ciągu niektóre  $x_i$  mogą się powtarzać, a tym samym innych może nie być wcale. Następnie wartości w wylosowanym ciągu podlegają dodatkowemu "rozmyciu" przez obliczenie wartości  $x_1^*, x_2^*, ..., x_n^*$  według wzoru (3.5) poniżej. Wielkość "rozmycia" jest proporcjonalna do wartości  $\hat{h}_1$ .

$$x_{i}^{*} = \overline{y}^{*} + \frac{y_{i}^{*} - \overline{y}^{*} + \hat{h}_{1} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{i}}{\sqrt{1 + \hat{h}_{1}^{2} / \hat{\sigma}^{2}}}; \quad i = 1, 2, \dots n, \qquad (3.5)$$

We wzorze (3.5)  $\overline{y}^*$  jest wartością średnią ciągu  $y_1^*, y_2^*, \dots, y_n^*, \hat{\sigma}^2$  wariancją oryginalnego zestawu  $x_1, x_2, \dots, x_n$ , a  $\mathcal{E}_i$  są losowymi wartościami o standardowym rozkładzie normalnym. Czynnik  $(1 + \hat{h}_1^2 / \hat{\sigma}^2)^{-1/2}$  jest dobrany tak, że wariancja  $x_1^*, x_2^*, \dots, x_n^*$  jest w przybliżeniu równa  $\hat{\sigma}^2$ .

Nowy bootstrapowany zestaw  $x_1^*, x_2^*, \dots x_n^*$  traktuje się podobnie jak oryginalny i oblicza dla niego najmniejszą szerokość okna  $\hat{h}_1^*$  dającą jedno maksimum w rozkładzie gęstości. Bootstrapowane zestawy generuje się wiele razy, powiedzmy B = 500 lub 1000, uzyskując ciąg wartości  $\hat{h}_1^*(1), \dots \hat{h}_1^*(B)$ , który odzwierciedla rozkład estymatora  $\hat{h}_1$ . Następnie obliczamy *P-wartość*, zdefiniowaną jako

$$P-wartość = \frac{\#\{\hat{h}_{1}^{*}(b) \ge \hat{h}_{1}\}}{B},$$
(3.6)

która jest stosunkiem liczby przypadków, w których wartość  $\hat{h}_1^*$  jest większa lub równa  $\hat{h}_1$ . *P-wartość* jest jednocześnie równa stosunkowi liczby zestawów, które mają więcej niż jedno maksimum dla danej szerokości okna  $\hat{h}_1$  do liczby wszystkich wygenerowanych zestawów. Uzyskanie dobrego estymatora wartości stosunku wymaga odpowiednio dużej liczby *B*. Im większa jest *P-wartość*, tym bardziej prawdopodobne jest, że rozkład ma jedno maksimum – czyli wyniki tworzą tylko jedną grupę. Mała *P-wartość* wskazuje, że wartość  $\hat{h}_1$  jest za duża, to znaczy powoduje większe wygładzenie oryginalnego zestawu, niż to jest statystycznie uzasadnione.

*P-wartość* może być wykorzystana przy testowaniu hipotezy o liczbie modów rozkładu. Testowaniu podlega hipoteza zerowa o liczbie modów m = 1 przeciw hipotezie m > 1. Jeżeli *P-wartość* jest duża, to hipotezę zerową przyjmujemy, w przeciwnym razie odrzucamy ją i możemy testować następną o liczbie modów m = 2, itd. aż do przyjęcia którejś kolejnej.

### 3.1.2. Krytyczne P-wartości

Do rozstrzygnięcia pozostaje problem, kiedy *P-wartość* jest duża na tyle, że hipotezę zerową należy przyjąć. W tym celu proponuje się ustalenie krytycznych *P-wartości* odpowiadających arbitralnie przyjętemu poziomowi istotności, np.  $\alpha = 0.05$  lub 0.10, w sposób opisany w dalszej części tego rozdziału.

Zakłada się, że wartości pochodzące z zestawu, który nie ma żadnej struktury (nie można w nim wyróżnić dwóch lub więcej odrębnych grup), mają rozkład równomierny. Oznacza to, że gęstość rozkładu prawdopodobieństwa tego, że dowolna wartość z pewnego przedziału trafi do zestawu, jest stała. Proponuje się zatem, żeby hipotezie zerowej o liczbie modów m = 1 odpowiadał rozkład równomierny gęstości prawdopodobieństwa w przedziale odpowiadającym zmienności wartości w testowanym zestawie. Jeżeli wartości w zestawie  $x_1, x_2, \ldots x_n$  mieszczą się w przedziale (a, b), to proponowany rozkład ma postać:

$$p(x) = \begin{cases} \frac{1}{b-a}, \, \mathrm{dla} \ x \in \langle a, b \rangle \\ 0, \, \mathrm{dla} \ x \notin (a, b) \end{cases}$$
(3.7)

W zestawie zawierającym *n* wartości wylosowanych zgodnie z rozkładem (3.7) mogą, na zasadzie przypadku, istnieć dwie lub więcej grup. Chodzi teraz o ustalenie, jak dla takiego przypadkowego zestawu i dla liczby modów *m* wyglądają rozkłady odpowiednich  $P_m$ -wartości. Znajomość tych rozkładów pozwoli z kolei na ustalenie krytycznych wartości  $p_m^{\alpha}$  spełniających warunek:

$$P(P_m - wartość > p_m^{\alpha}) = \alpha$$
(3.8)

Rozkłady  $P_m$ -wartości można otrzymać w następujący sposób. Generujemy ciąg *n* przypadkowych wartości o rozkładzie równomiernym (3.7) należących do przedziału  $\langle a,b \rangle$ . Traktujemy go następnie w sposób przedstawiony w rozdziale 3.3.2., obliczając dla każdej liczby modów m = 1, 2, 3, ...k odpowiednią  $P_m$ -wartość. Generujemy dużą liczbę M (równą powiedzmy 100, lub więcej zależnie od dokładności, jaką chcemy osiągnąć) takich przypadkowych ciągów, uzyskując dla każdej liczby modów m "empiryczny" rozkład  $P_m$ -wartości. Na podstawie "empirycznego" rozkładu znajdujemy dystrybuantę i ustalamy, jakiej  $p_m^{\alpha}$  odpowiada wartość dystrybuanty  $1 - \alpha$ .

Jedyna trudność występująca w tej metodzie polega na ogromnej czasochłonności obliczeń numerycznych, które trzeba przeprowadzić, żeby otrzymać końcowe wyniki. W prezentowanym przykładzie użyto programu autora, wykonywanego przez superkomputer CONVEX C3820 w centrum obliczeniowym ACK Cyfronet w Krakowie oraz przez komputer HP9000/800 w Centrum Komputerowym Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Część obliczeń wykonanych na superkomputerze CONVEX C3820 w Akademickim Centrum Komputerowym Cyfronet w Krakowie była finansowana środkami grantu obliczeniowego KBN/C3840/CD/048/1996.

### 3.1.3. Przykład obliczeń dla rzeczywistego zestawu wyników datowania

Przy analizie wyników datowania trzeba uwzględnić fakt, że oczekiwany rozkład gęstości prawdopodobieństwa uzyskania określonej wartości nie jest równomierny. Prawdopodobieństwo otrzymania daty o wartości należącej do przedziału  $(t, t + \Delta t)$  jest proporcjonalne nie do szerokości przedziału  $\Delta t$ , a do względnej szerokości  $\frac{\Delta t}{t}$ . Równomiernie rozłożone są w takim przypadku wartości logarytmu dat. W związku z tym pierwszy krok analizy polega na zastąpieniu zestawu dat zestawem logarytmów naturalnych wartości wieków TL w tys. lat BP. Rysunek 3.1 przedstawia rozkład częstości dat w analizowanym zestawie, a rys. 3.2 funkcję  $\hat{f}(t;h)$  estymatora rozkładu gęstości logarytmów dat. Na rysunku. 3.3 przedstawiono zależność liczby maksimów funkcji  $\hat{f}(t;h)$  od szerokości okna h dla analizowanego zestawu wyników. Badanie tej zależności pozwoliło na ustalenie szeregu wartości  $\hat{h}_i$ , najmniejszych wartości szerokości okna, dla których obserwuje się j maksimów rozkładu. Następnie dla kolejnych liczb maksimów m = 1, 2, ... 30 wyznaczono korzystając z metody "bootstrap" *P<sub>m</sub>-wartości*. Wyniki przedstawione są na rys. 3.4 w postaci wąskich ciemnych słupków.  $P_m$ -wartości otrzymano dla B = 500 wygenerowanych metodą "bootstrap" zestawów (por. wzór 3.6). Na tym samym rysunku zaznaczono również krytyczne wartości odpowiadające 5% poziomowi istotności. Zostały one otrzymane w sposób opisany w poprzednim rozdziale dla M = 310 zestawów losowo wygenerowanych wartości o rozkładzie równomiernym. Dla każdego z M losowych zestawów wyznaczono  $P_m$ -wartości w taki sam sposób jak dla zestawu poddanego analizie. Rozkłady otrzymanych P<sub>m</sub>-wartości są przedstawione na rys. 3.5 w postaci kilku przykładowych dystrybuant. Linia przerywana odpowiada 5% poziomowi istotności. Przecięcie dystrybuanty  $P_m$ -wartości z linią przerywaną wyznacza odpowiednią wartość krytyczną. Prawdopodobieństwo, że w losowym zestawie 457 wartości otrzymamy dla *m* modów *P*-wartość większą od krytycznej jest mniejsze od 0,05. Wartości krytyczne zostały oddzielnie przedstawione na rys. 3.4 w postaci szerszych i jaśniejszych słupków. Nietrudno ustalić, że *P*-wartości osiągające 5% poziom istotności odpowiadają liczbom modów m = 5i m = 29 (lub m = 28). Szerokości okna, dla których obserwuje się te liczby modów, wynoszą odpowiednio  $h \approx 0,10$  i  $h \approx 0,02$ .



Rys. 3.4. Ciemne, węższe słupki: *P-wartości* otrzymane dla analizowanego zestawu 457 wyników. Jasne, szersze słupki: wartości krytyczne  $p_m^{\alpha}$  dla poziomu istotności  $\alpha = 0.05$ 

Fig. 3.4. Darker, narrower bars: *P-values* for an analysed set of 457 results. Lighter, broader bars: critical  $p_m^{\alpha}$  values for  $\alpha = 0.05$  significance level

Rys. 3.5. Przykładowe dystrybuanty rozkładów  $P_m$ -wartości dla losowych zestawów 457 wartości równomiernie rozłożonych w przedziale (1,610, 6,185). Rozkłady  $P_m$ -wartości otrzymano dla M = 310 wygene-rowanych losowo zestawów

Fig. 3.5. Examples of cumulative distribution functions of  $P_m$ -values for random sets of 457 values unformly distributed over a (1.610, 6.185) range.  $P_m$ -values distributions of have been obtained for M = 310 randomly generated sets

# 3.1.4. Interpretacja wyników

Otrzymane rezultaty świadczą, że w analizowanym zestawie występują dające się wyróżnić grupy wyników. Wykresy funkcji estymatora rozkładu gęstości wyników ze statystycznie istotnymi liczbami lokalnych maksimów przedstawione są na rys. 3.2. Wydaje się, że dwie okoliczności przemawiają za przyjęciem rozkładu z pięcioma grupami (maksimami). Po pierwsze, weryfikując kolejne hipotezy o coraz większych liczbach modów rozkładu po raz pierwszy przy m = 5 nie mamy podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej i tym samym nie powinniśmy już przechodzić do hipotez następnych. Po drugie, szerokość okna, dla której występuje 5 istotnych maksimów, jest zbliżona do średniej precyzji datowania TL. Można się spodziewać, że właśnie precyzja metody datowania, albo inaczej jej zdolność rozdzielcza, będzie ograniczeniem przy próbach wydzielenia grup wyników o subtelniejszej strukturze. Obecność w zestawie co najmniej tak samo istotnych 29 grup wyników jest z tego punktu widzenia niezrozumiała. Potrzebne byłyby dalsze badania, by móc stwierdzić, czy jest to artefaktem związanym z właściwościami metody, czy też wynika obiektywnie ze struktury danych.

Jeżeli przyjąć za uzasadnioną hipotezę o pięciu lokalnych maksimach rozkładu, to odpowiadające im grupy wyników są następujące. Pierwsza grupa zawiera tylko jedną datę około 5 tys. lat. Tę datę, jako najbardziej odstającą od pozostałych, należałoby prawdopodobnie wykluczyć z analizowanego zestawu. Dodatkowe analizy wykonane przez autora potwierdzają, że wyłączenie tej jednej daty nie wpływa na wyróżnienie pozostałych maksimów.

Druga grupa zawiera daty z przedziału 15 do 27 tys. lat BP, z wyraźnym maksimum (bezwzględnie najwyższym) około 17 tys. lat BP.



Rys. 3.6. Porównanie rozkładu wyników datowania TL próbek z Klępicza i Golic (rozkład zaznaczony ciągłą linią obejmuje 23 wyniki) z rozkładem wyników datowania 457 próbek lessu z całego świata (linią przerywaną zaznaczony jest zestaw "światowy" bez 23 próbek z Polski). Pionowa linia odpowiada 19 tys. lat, to jest maksymalnemu wiekowi spodziewanemu dla osadów z Klępicza i Golic (por. rozdział 3.2.1.1.)

Fig. 3.6. Comparison of TL dating results for samples from Klępicz and Golice (a distribution drawn with a solid line contains 23 dates) with a distribution of 457 dating results for loess samples from the whole world. A vertical line marks an expected maximum age for samples from Klępicz and Golice – 19 ka (see Chapter 3.2.1.1.)

Trzecia grupa obejmuje wartości między 42 a 86 tys. lat BP, z maksimum około 74 tys. lat BP.

Czwarta grupuje daty między 110 a 275 tys. lat BP, z maksimum około 145 tys. lat BP.

Ostatnia, piąta grupa obejmuje przedział od 360 do 400 tys. lat BP, zawierający 4 daty. Maksimum w tym przydziale przypada na wartość około 376 tys. lat BP. Warto zaznaczyć, że zbliżone wyniki otrzymano dla tego samego zestawu metodą maksimum entropii (Singhvi i in., 1998).

Występowanie grup dat skupionych w pewnych przedziałach i ich względny brak w innych można interpretować jako odbicie faktu, że warstwy lessu odkładały się tylko w pewnych okresach. Nie można wykluczyć, że w wydzielonych powyżej przedziałach czasu również występowały znaczne wahania w szybkości akumulacji osadów, ale metoda datowania TL nie pozwala na bardziej precyzyjne określenie wieku i tym samym wyróżnienie krótszych okresów.

Interpretacja powyższa jest uzależniona od tego, czy zestaw datowanych próbek, których wartości wieku tworzą analizowany zestaw, może być uważany za próbę losową z wszystkich warstw lessu, jakie odłożyły się w przeszłości. W opinii autora tak właśnie jest. Mimo że każdy pobierający próby osadów do analiz stara się robić to w sposób nieprzypadkowy i bardzo starannie dobiera miejsce, z którego pobiera materiał, to co najmniej dwa niezależne czynniki mają wpływ wystarczający, żeby próbka była w istocie losowa.

Pierwszy jest związany z lokalizacją profilu, odsłonięcia czy odwiertu, z którego pobieramy próbki. Tylko niewielka liczba lokalizacji spełnia warunki, w których stosunkowo szybko, bezpiecznie i małym nakładem środków można próbki pobrać. I na ten wybór nie mamy praktycznie żadnego wpływu. W tym przypadku sama przyroda "dba" o losowość próbki, "udostępniając" tylko nieliczne lokalizacje.

Drugi czynnik jest związany z samym poborem próbek w określonym miejscu. Wydaje się, że w tym przypadku o wyborze poszczególnych próbek decyduje wiedza i doświadczenie badacza oraz cel, któremu próbki mają służyć. Świadomy wpływ pobierającego jest w rzeczywistości ograniczony, o czym świadczą liczne przypadki tak zwanych nietrafionych dat, których nie można przypisać błędom metody datowania (por. Bluszcz, 1997). Jako przykład można przywołać rozważany w dalszej częsci przypadek datowania TL osadów lessopodobnych ze stanowisk w Klępiczu i Golicach (rozdz. 3.1.1.1). Próbki były pobierane ze ściśle zdefiniowanych warstw, których wiek szacuje się na młodszy od około 20 tys. lat BP. Z każdej warstwy pobrano, w niedużej odległości od siebie, dwie próbki. Zmierzone wartości wieku TL wykazują rozrzut znacznie większy od oczekiwanego, w szczególności próbki z tej samej warstwy rzadko dają zbliżone wartości wieku TL i znaczna część dat ma wartości powyżej 20 tys. lat BP. Jeżeli porównać rozkład gęstości wyników dla próbek Klępicz/Golice z rozkładem dla analizowanego zestawu, co zrobiono na rys. 3.6, to okazuje się, że poza czterema najmłodszymi datami około 7 - 8 tys. lat BP pozostałe bardzo dobrze korelują z zestawem "światowym".

# 3.2. Porównywanie wyników datowania z niezależnymi szacunkami wieku osadów

Przy porównaniach wyników datowania tego samego lub różnych obiektów trzeba pamiętać, jak była o tym mowa poprzednio, że każdy wynik obarczony jest błędem systematycznym i błędem przypadkowym. Wartości tych błędów nie są oczywiście znane i jedyne co może zrobić wykonawca datowania, to jak najstaranniej oszacować wartości parametrów charakteryzujących te błędy. Przyjęto, że jako wielkość błędu podaje się wartość dyspersji (rozrzutu) rozkładu wyników. Dlatego o takim błędzie mówi się, że odpowiada poziomowi 1 $\sigma$  lub że jest to błąd wynoszący 1 $\sigma$ . Nawiązując do hipotetycznego przykładu z rys. 2.1., można stwierdzić, że błąd przypadkowy wynosi  $\sigma_p = 15$ , a wartość błędu systematycznego mogła zostać oszacowana na  $\sigma_s = 7$ . W takim przypadku podawany przez laboratorium całkowity błąd wyniku datowania, zgodnie z regułą sumowania błędów i po stosownym zaokrągleniu, będzie wynosił:

$$\sigma_c = \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_s^2} = 17, \qquad (3.9)$$

# 3.2.1. Porównywanie wyników otrzymanych jedną z metod luminescencyjnych

Jeżeli datowanie było wykonane w jednym laboratorium tą samą metodą i przy użyciu tych samych wzorców, źródeł itd., to wszystkie wyniki są obarczone w takim samym stopniu błędami systematycznymi. Oznacza to, że ze względu na sposób wykonywania pomiarów i korzystania z różnego rodzaju wzorców, względny (albo procentowy) błąd systematyczny wszystkich wyników jest taki sam (jakkolwiek nie znany) i z tego powodu nie ma żadnego wpływu na wzajemne relacje między wynikami w zestawie. Zatem, przy porównywaniu wy-ników należy wziąć pod uwagę tylko błędy przypadkowe, jakimi są obarczone poszczególne daty.



Rys. 3.7. Ilustracja inwersji wyników datowania. Otrzymane wyniki datowania  $t_1$  i  $t_2$  są w relacji odwrotnej do tej, w jakiej są prawdziwe wieki  $T_1 = 150$  ka i  $T_2 = 180$  ka. Ciągłe linie są wykresami funkcji gęstości prawdopodobieństwa otrzymania określonego wyniku. Prawdopodobieństwo, że różnica  $t_1$  -  $t_2$  jest jakakolwiek, ale większa od 0, wynosi w tym wypadku prawie 8% (patrz tabela 3.1. poniżej)

Fig. 3.7. Illustration of inversion of dating results. Obtained results  $t_1$  and  $t_2$  are in relation opposite to that of true ages  $T_1 = 150$  ka and  $T_2 = 180$  ka. Solid lines show probability densities of obtaining a particular result

Bardzo często źródłem nieporozumień są tak zwane inwersje dat. Są to sytuacje, kiedy wyznaczony wiek warstwy niżej położonej jest mniejszy od wyznaczonego wieku warstwy położonej wyżej. W przypadku kiedy zestaw zawiera większą liczbę wyników, a różnice wie-

ku poszczególnych datowanych warstw osadu są porównywalne z błędem przypadkowym datowania, to ze statystycznego punktu widzenia takie przypadki są nieuniknione.

Przypuśćmy, że mamy dwie daty otrzymane dla dwóch różnych warstw osadu, których prawdziwe wieki wynoszą  $T_1 = 150$  ka i  $T_2 = 180$  ka, czyli różnią się wiekiem o 30 ka. Niech błąd przypadkowy każdej daty wynosi  $\sigma_1 = \sigma_2 = 15$  ka, zaś błąd systematyczny jest identyczny w obu przypadkach i nie trzeba go uwzględniać. Różnica między prawdziwymi wartościami wieku jest dość znaczna i wynosi  $2\sigma$ . Jednak prawdopodobieństwo, że w wyniku datowania otrzymamy odpowiednio dwie wartości  $t_1$  i  $t_2$  takie, że  $t_1 > t_2$  wynosi  $P(t_1 > t_2) \cong 0,079$ , czyli prawie 8%. W tabeli 3.1. poniżej podane są prawdopodobieństwa otrzymania odwróconych dat dla różnych wartości różnicy między prawdziwymi wiekami próbek. Wartości prawdopodobieństw zostały obliczone przy założeniu normalnego rozkładu wyników datowania i dla jednakowych błędów obu pomiarów (dyspersji rozkładów). W pierwszej kolumnie jest podana różnica wyrażona wielokrotnością błędu pomiaru  $\sigma$ , a w drugiej wartość prawdopodobieństwa inwersji wyników. Z tej samej tabeli można też korzystać w celu uzyskania prawdopodobieństwa, że różnica  $t_1 - t_2$  będzie większa od określonej wartości. W tym celu należy dodać do różnicy  $T_2 - T_1$  różnicę  $t_1 - t_2$ , wyrazić wynik jako wielokrotność  $\sigma$  i w prawej kolumnie znaleźć odpowiednią wartość prawdopodobieństwa.

nia dla normalnego rozkładu gęstości prawdopo-					
dobieństwa N(Τ, σ)					
<i>T</i> <sub>2</sub> - <i>T</i> <sub>1</sub>	$P(t_1 > t_2)$				
$0,0 \sigma$	0,50				
$0,5 \sigma$	0,36				
1,0 σ	0,24				
1,5 σ	0,14				
$2,0 \sigma$	0,079				
2,5 σ	0,038				
$3,0 \sigma$	0,017				
$3,5 \sigma$	0,0067				
$4,0 \sigma$	0,0023				
5,0 σ	0,00020				

Tabela 3.1 Prawdopodobieństwo inwersji wyników datowania dla normalnego rozkładu gęstości prawdopodobieństwa N(T, σ)

# 3.2.1.1. Datowanie metodą TL lessów w Golicach i Klępiczu

Osady lessowe Pomorza Zachodniego, występujące jako pokrywy o zróżnicowanej ciągłości, powlekające proksymalne części sandrów, fragmenty moren czołowych oraz wysoczyzn na zapleczu tych moren w strefie zasięgu fazy pomorskiej ostatniego zlodowacenia były datowane metodą termoluminescencyjną w laboratorium w Gliwicach (Bluszcz i in., 1994). Osady te występują w trzech odmianach litofacjalnych wyraźnie zależnych od sytuacji geomorfologicznej, tj. jako less masywny, drobnolaminowany i smugowany. Pozycja litostra-tygraficzna badanych osadów lessowych wskazuje, że powstały w zimnych, peryglacjalnych warunkach przełomu górnego i późnego vistulianu oraz że są niewątpliwie młodsze od fazy pomorskiej. Wiek moren czołowych fazy pomorskiej został oszacowany (Kozarski, 1986) na podstawie datowania metodą radiowęgla na 15 200 lat BP (wiek konwencjonalny). Biorąc pod uwagę wyniki pomiarów kalibracyjnych radiowęglowej skali czasu otrzymane na podstawie datowania metodami <sup>14</sup>C i U/Th raf koralowych (Bard i in., 1990), wiek ten można określić na około 19 000 lat BP w skali kalendarzowej. Oznacza to, że wiek zalegających na nich osadów lessowych musi być odpowiednio młodszy.

Tabela 3.2

Wyniki pomiarów radioaktywności próbek, obliczone wartości dawek rocznych,	dawek						
pochłoniętych i wieku TL próbek							

Nazwa próbki	Głębo-	Aktywności [Bq/kg]			Dawka	ED	Wick TI
	kość [cm]	Th	U	K	roczna [Gy/ka]	[Gy]	[ka BP]
Golice 1	210	27,4±0,4	28,3±1,1	523±5	2,7±0,2	33±5	12,2±1,8
Golice 2	210	26,5±0,7	19,2±1,4	540±6	2,8±0,2	>49	>17
Golice 3	160	29,5±0,5	29,4±1,2	536±5	2,9±0,2	25±3	8,8±1,0
Golice 4	160	26,0±0,6	25,1±1,3	524±4	2,9±0,2	44±6	15,0±2,5
Golice 5	110	27,2±0,7	23,3±1,3	478±5	2,7±0,2	19±3	7,0±1,3
Golice 6	110	33,7±0,7	24,3±1,5	476±5	2,7±0,2	28±3	$10,3{\pm}1,5$
Klępicz 1/1	155	27,4±0,5	28,3±1,1	523±5	2,7±0,2	22±12	8,0±4,5
Klępicz 1/2	175	26,4±0,6	24,0±1,1	475±5	2,6±0,2	46±4	$18\pm2$
Klępicz 1/3	115	24,7±0,6	21,9±1,1	467±5	2,5±0,2	65±6	26±3
Klępicz 1/4	115	24,0±0,6	28,9±1,5	475±6	2,6±0,2	40±4	15,6±1,7
Klępicz 1/5	85	27,8±0,8	32,3±2,0	457±8	2,6±0,2	47±5	18,0±2,2
Klępicz 1/6	85	26,6±0,7	23,2±1,3	493±5	2,6±0,2	62±8	24±4
Klępicz 4/1	255	24,0±0,7	21,7±1,3	547±5	2,7±0,2	194±65	73±25
Klępicz 4/2	255	27,5±0,4	25,8±1,0	549±5	2,7±0,2	81±14	30,6±5,4
Klępicz 4/3	210	30,3±0,7	22,9±1,3	577±5	2,9±0,2	61±8	22±3
Klępicz 4/4	210	41,2±1,0	35,5±2,4	586±9	3,1±0,2	49±8	16±3
Klępicz 4/5	155	29,6±0,6	24,8±1,1	545±5	2,9±0,2	34±2	12,0±1,0
Klępicz 4/6	155	33,6±0,7	26,4±1,8	509±8	2,7±0,2	57±7	20,9±2,8
Klępicz 5/1	225	27,5±0,5	22,9±1,1	536±4	2,7±0,2	39±7	14,5±3,5
Klępicz 5/2	225	28,9±0,7	26,5±1,5	559±6	2,9±0,2	48±3	17,0±2,0
Klępicz 5/3	145	27,1±0,6	21,6±1,1	557±5	2,9±0,2	62±10	21±4
Klępicz 5/4	145	27,8±0,7	25,2±1,5	552±5	3,0±0,3	153±11	51±6
Klępicz 5/5	60	29,0±0,6	24,5±1,1	542±5	2,9±0,2	24±3	8,4±1,0
Klępicz 5/6	60	$30,5\pm0,6$	30,4±1,3	539±6	3,0±0,2	23±3	7,8±1,0

Próbki osadów lessowych do datowania TL pobrano z czterech stanowisk, które były (Golice), zlokalizowane w lessie masywnym drobnolaminowanym (Klepicz 1) i smugowanym (Klępicz 4 i 5). Na każdym stanowisku wybrano do opróbowania po trzy poziomy poniżej granicy odwapnienia. Z każdego pobierano po dwie porcje osadów z ręcznie odwierconych w ścianie odsłonięcia poziomych otworów. Otwory były nawiercane na tym samym poziomie, w odległości około 0,5 m od siebie. Porcje pochodziły z odległości 30 do 40 cm od ściany odsłonięcia i miały masę średnio 1 kg. Z 24 pobranych próbek wydzielono ziarna kwarcu o granulacji około 100 µm, które posłużyły do wyznaczenia dawek pochłoniętych metodą odtworzeniową.



Rys. 3.8. Schemat profili osadów lessopodobnych w Golicach i Klępiczu z zaznaczonymi miejscami poboru próbek i wynikami datowania TL w ka

Fig. 3.8. Sketch of loess-like sediment profiles in Golice and Klępicz. Sampled points are marked with circles, TL dates quoted in ka

Dla wszystkich pobranych próbek otrzymano daty TL, przy czym w jednym przypadku otrzymano rezultat w postaci wieku otwartego. Wartości wieku próbek i ich błędów zebrano w tabeli 3.2. Większość dat TL (16) jest w zgodzie z vistuliańską genezą badanych osadów. Osiem dat jest starszych niż 20 tys. lat, co stoi w sprzeczności z interpretacją stratygraficzną. Wcześniej sugerowano (Bluszcz, niepublikowane sprawozdanie z datowania metodą TL), że

te wyniki można tłumaczyć domieszką starszego, środkowopolskiego materiału, który nie zwietrzał dostatecznie, co spowodowało, że ziarna w nim zawarte nie miały kontaktu ze światłem. Obecnie wydaje się jednak, że właściwsza jest inna interpretacja. Rysunek 3.6. zamieszczony w jednym z poprzednich rozdziałów przedstawia porównanie rozkładów wyników datowania TL 23 próbek ze stanowisk w Golicach i Klępiczu z rozkładem 457 dat TL próbek lessów pochodzących z całego świata (Singhvi i in., 1998). Wyraźna jest dobra zgodność obu rozkładów, zwłaszcza w przedziale między 15 a 30 tys. lat BP. Uzasadnia to uznanie za prawdopodobne, że wyniki oznaczeń TL dla próbek z Golic i Klępicza starsze od 20 tys. lat datują procesy sedymentacji (lub redepozycji) lessu na tym terenie, zachodzące w warunkach ekspozycji na światło. Obecność w tym samym poziomie stratygraficznym materiału o różnym wieku wynikać może z tego, że późniejsze procesy prowadzące do ukształtowania się osadów w dzisiejszej formie mogły przebiegać w warunkach nie sprzyjających ekspozycji wszystkich ziaren na światło. Część z nich mogła być eksponowana przez bardzo krótki czas, nie wystarczający do redukcji pregenetycznej TL. Ponieważ wynik datowania TL wskazuje na ostatnią długą ekspozycję ziaren na światło, to można przyjąć, że w okresach, na które wskazują daty TL, miały miejsce procesy sedymentacji lessu. Taka interpretacja oznacza, że jeżeli wykluczyć wtórne procesy masowego transportu i mieszania się już zdeponowanego materiału, to wiek powstania danej warstwy osadu jest wyznaczony przez najmłodsze daty TL otrzymane dla próbek z tej warstwy i ograniczony odpowiednio od dołu przez najmłodsze daty dla próbek z warstwy zalegającej wyżej.

## 3.2.2. Porównywanie wyników otrzymanych różnymi metodami luminescencyjnymi

Jeżeli wyniki były otrzymane różnymi metodami, np. TL i OSL, ale w jednym laboratorium i przy zastosowaniu tych samych wzorców, źródeł itp., to można je formalnie traktować jak otrzymane tą samą metodą, ponieważ względne błędy systematyczne są zawsze takie same. Należy pamiętać tylko o tym, że sygnał OSL jest znacznie łatwiej i szybciej usuwany w czasie transportu i sedymentacji materiału niż sygnał TL. W przypadku niektórych osadów może to być źródłem dodatkowej systematycznej różnicy między wynikami datowania obiema metodami. W szczególności jeżeli można przypuszczać, że ekspozycja na światło w czasie transportu i sedymentacji materiału mogła być krótka i niewystarczająca do dostatecznego wyzerowania wcześniejszego sygnału TL, to wynik datowania TL będzie zawyżony w stosunku do wyniku datowania OSL, i oczywiście w stosunku do prawdziwego wieku osadu.

# 3.2.2.1. Datowanie metodami TL profilu osadów lessowych w Odonowie

Wyrobisko cegielni w Odonowie odsłania profil osadów lessowych o znacznej grubości (Jersak, 1976). Jak dotąd jest to jedyne stanowisko w Polsce, gdzie pobrano w sposób planowy większą liczbę prób z przeznaczeniem do porównania wyników datowania metodą termoluminescencji w trzech czynnych wówczas laboratoriach. Do datowania wybrano 14 warstw z głębokości od 1,5 do 13 m. Z każdej z warstw pobrano po trzy próbki, które poddane zostały datowaniu w laboratoriach w Warszawie (Prószyńska-Bordas i in., 1987), w Lublinie (Butrym, 1987) i w Gliwicach (Bluszcz, 1987). W każdym z nich stosowano inne techniki pomiarowe. W laboratorium Uniwersytetu Warszawskiego pomiary TL wykonywano metodą odtworzeniowa, dla frakcji drobnych ziaren polimineralnych. W laboratorium Instytutu Fizyki Politechniki Ślaskiej w Gliwicach pomiary TL wykonywano również metoda odtworzeniową, ale dla grubych ziaren, a w laboratorium Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie pomiary TL wykonywano metodą addytywną dla frakcji polimineralnej, o pośredniej granulacji około 56 µm. Wyniki datowania zamieszczone są na rycinie przedstawiającej przekrój przez sekwencję osadów z zaznaczonymi miejscami poboru próbek. Podwójne wyniki w kolumnie gliwickiej otrzymano dla frakcji ziaren o granulacji 88-100 µm (lewa półkolumna) i 100-150 µm (prawa półkolumna), jeżeli ich ilość była wystarczająca do wykonania pomiarów, pojedyncze wyniki otrzymano dla próbek, dla których wystarczająca była ilość ziaren tylko jednej frakcji lub obie frakcje trzeba było połaczyć.

Wyniki datowania próbek w laboratoriach w Warszawie i Gliwicach są zgodne w większości przypadków w granicach podanych błędów (Prószyńska-Bordas i Bluszcz, 1987). Ta zgodność pozwala na wysunięcie dwóch dodatkowych wniosków. Pierwszy dotyczy inwersji dat obserwowanej dla próbek z głębokości około 6 i 8 m (miejsca poboru oznaczone numerami 6, 7 i 8). Fakt, że występuje ona w obu zestawach dat, istotnie zmniejsza prawdopodobieństwo przypadkowego jej powstania. Wydaje się, że można ją wytłumaczyć anomalią rozkładu radioaktywności w profilu. Wyniki pomiarów koncentracji izotopów promieniotwórczych są wyraźnie wyższe dla próbki z głębokości około 8 m niż dla próbek z głębokości około 6 m. Wyliczone wartości dawek rocznych osiągają maksimum dla próbek z głębokości 8 m i minimum dla próbek z głębokości 6 m. Rozkład aktywności mógł zostać zaburzony w ostatnim okresie na skutek eksploatacji wyrobiska i wzmożonego ruchu wód gruntowych, poprzez przemieszczenie części izotopów z warstwy wyższej do niższej. Tłumaczy to inwersję wyników datowania.



Rys. 3.9. Schemat profilu lessowego w Odonowie podany za Jersakiem (1976) z zaznaczonymi poziomami, z których pobrano próbki oraz wyniki datowania TL z trzech laboratoriów biorących udział w projekcie

Fig. 3.9. Sketch of loess profile in Odonów given by Jersak (1976). Sampled layers and TL dating results obtained in three laboratories are quoted

Drugi wniosek dotyczy wyników otrzymanych w obu powyższych laboratoriach dla próbek z poziomów glebowych (miejsca poboru oznaczone numerami 3 i 12). Można zauważyć, że wiek wyznaczony metodą drobnych ziaren (Warszawa) jest zbliżony do wieku warstwy przykrywającej glebę, a wiek wyznaczony metodą grubych ziaren (Gliwice) do wieku war-
stwy podścielającej. Widać to wyraźniej, jeżeli wziąć pod uwagę, że tym razem porównanie dotyczy wyników otrzymanych w tym samym laboratorium, tą samą metodą i z tego powodu można zmniejszyć błędy oznaczeń pozostawiając tylko błędy przypadkowe. Stanowią one około 70% błędu całkowitego, jeżeli przyjąć, że w przybliżeniu błędy przypadkowe i systematyczne mają równe udziały. Prawdopodobną przyczyną obserwowanych różnic wieku są różnice w skuteczności zerowania termoluminescencji i sposobie zachowania się ziaren o różnej granulacji w glebie, w której trwają procesy biologiczne (Bluszcz, 1989b).

Wyniki uzyskane w laboratorium w Lublinie są wyraźnie różne od otrzymanych w dwóch pierwszych i, w stosunku do nich, systematycznie zawyżone. Możliwą przyczyną jest stosowana w Lublinie metoda addytywna, która nie uwzględnienia niekompletnej redukcji TL przed depozycją ziaren oraz dopasowanie prostoliniowej funkcji wzrostu TL zamiast właściwszej w tym przypadku funkcji wykładniczej z nasyceniem.

# 3.2.2.2. Datowanie metodami OSL i TL glacjalnych osadów czwartorzędowych w Mikorzynie i Sławoszewku

Na obu stanowiskach pobierano próbki z profili odsłoniętych w wyniku działalności kopalni odkrywkowej, obejmujących osady zlodowacenia północnopolskiego i interglacjału eemskiego (Stankowski i in., 1999). Datowaniu metodami termoluminescencji (TL) i optycznie stymulowanej luminescencji (OSL) poddano 13 próbek reprezentujących górne partie osadów obu profili.

Próbki pobierano z ręcznie nawierconych poziomych otworów o długości około 40 cm od powierzchni świeżo oczyszczonej ściany wyrobiska kopalnianego. Próbki o masie około 0,8 kg pakowano do plastikowych pojemników i umieszczono w metalowym kontenerze chroniącym je od światła. Dodatkowo pobierano po około 20 g materiału osadu do szczelnego pojemnika z przeznaczeniem do pomiarów naturalnej wilgotności osadu.

Dawkę roczną wyznaczono na podstawie pomiarów aktywności izotopów promieniotwórczych zawartych w suchej masie próbki. Wyniki pomiarów aktywności i wyliczone wartości efektywnych dawek rocznych zamieszczone są w tabeli 3.3. Stosując standardową procedurę laboratoryjną (Bluszcz, Pazdur, 1985; Bluszcz, 1986a, 1995), z próbek wydzielono ziarna kwarcu o granulacji około 100 µm wykorzystane następnie do wyznaczenia dawki geologicznej. Wartości dawek pochłoniętych, wyznaczonych metodami TL i OSL znajdują się również w tabeli 3.3.

Ostateczne wyniki datowania wraz z informacją o głębokości zalegania osadu i jego krótką charakterystyką, zawiera tabela 3.4.

W każdym przypadku datowano jedną i drugą metodą tę samą porcję wydzielonych ziaren kwarcu.

Wynik datowania próbek ze stanowiska Mikorzyn metodami TL i OSL są praktycznie identyczne. Próbki Mikorzyn o numerach od 2 do 5 reprezentują osady powstałe w środowisku wodnym. Zgodność wyników datowania TL i OSL oznacza, że depozycja za-chodziła w warunkach sprzyjających długiej ekspozycji ziaren na światło słoneczne, czyli prawdopodobnie w stosunkowo wolnym tempie.

Próbki Mikorzyn 1 i Sławoszewek 2 reprezentują osad lodowcowy. Wartości dawek geologicznych wskazują, że ziarna nie miały praktycznie wcale kontaktu ze światłem, sugerując tym gwałtowny charakter procesu depozycji. Pozostaje to zgodne z genezą osadu, którego depozycję mógł poprzedzić tylko transport sub- bądź inglacjalny, a w końcowej fazie depozycji transport masowy (Stankowski i in., 1999).

W odniesieniu do pozostałych próbek ze stanowiska Sławoszewek, w dwóch przypadkach występują znaczne różnice wyników datowania TL i OSL. Jest tak dla próbek utworów piaszczysto - żwirowych (Sławoszewek 1) i próbek glin z przewarstwieniami piasku (Sławoszewek 3). Przyczynę różnicy między wynikami datowania próbki Sławoszewek 1 można upatrywać w tym, że datowana warstwa osadu tworzyła się w warunkach wystarczających tylko do wyzerowania sygnału OSL (data jest prawdopodobna z geologicznego punktu widzenia; Stankowski i in., 1999), ale ekspozycja na światło słoneczne była niewystarczająca do redukcji sygnału TL, co może sugerować szybki proces transportu i depozycji ziaren. Podobnie jest w przypadku osadu reprezentowanego przez próbkę Sławoszewek 3. Wiek OSL pozostaje w zgodności z dotychczasowym stanem wiedzy geologicznej, natomiast data TL jest mocno postarzona. Wartości dawki pochłoniętej wyznaczonej metodą OSL dla próbek Sławoszewek 3 i 4 są zgodne, w granicach błędów metody, a obserwowana inwersja powinna być traktowana jako bardzo prawdopodobna (porównaj z tabela 3.1.). Wartości wieku TL i OSL dla próbek Sławoszewek o numerach od 4 do 9 są zgodne w granicach błędu metody (różnice między datami TL i OSL nie są w tym wypadku statystycznie istotne) i jednocześnie nie są sprzeczne z wiedzą stratygraficzną.

Podsumowując wyniki datowania tych samych próbek metodami TL i OSL, można stwierdzić, że stosowane łącznie pozwalają, oprócz wyznaczenia wieku osadu (w tym wypadku za wiek osadu można uważać wiek wyznaczony metodą OSL), na uzyskanie dodatkowych informacji dotyczących warunków jego depozycji.

#### Tabela 3.3

Próbka	Kon	centracje [B	q/kg]	Efek. moc dawki	Dawka poo	chłonięta [Gy]
	Th	U	Κ	[Gy/ka]	$ED_{TL}$	ED <sub>OSL</sub>
Mikorzyn 1	13,1±0,9	21,2±0,8	451±10	2,16±0,15	≥215	≥215
Mikorzyn 2	$6,2{\pm}0,8$	11,6±0,7	205±7	$1,13\pm0,10$	26,8±3,3	24,5±3,3
Mikorzyn 3	5,9±0,6	9,3±0,7	270±8	1,31±0,11	26,5±1,9	23,7±1,4
Mikorzyn 4	$10,4{\pm}0,8$	14,6±0,7	291±8	1,51±0,12	45,5±7,2	48,2±6,6
Mikorzyn 5	$9,8{\pm}0,8$	13,2±0,7	304±8	$1,55\pm0,12$	81,8±11,8	89,4±8,0
Sławoszewek 1				$1,62\pm0,16$	60,4±8,9	30,1±4,5
Sławoszewek 2	moc dawk	i wyznaczon	a na pod-	$1,80\pm0,14$	≥180	≥180
Sławoszewek 3	stawie por	niarów <i>in sit</i>	<i>u</i> przeno-	1,47±0,12	160±41	32±16
Sławoszewek 4	śnym radio	ometrem scy	ntylacyj-	1,41±0,12	25±17	25±16
Sławoszewek 5	nym			2,33±0,22	$100 \pm 51$	$100\pm51$
Sławoszewek 6				1,47±0,15	220±81	129±61
Sławoszewek 9	$18,4{\pm}0,8$	12,3±0,9	419±9	1,95±0,13	300±87	250±78
Sławoszewek 10	$20,0\pm0,8$	13,4±0,9	434±9	1,96±0,13	706±150	180±60

Wyniki pomiarów aktywności i dawki pochłoniętej w próbkach osadów ze stanowisk Mikorzyn i Sławoszewek

Tabela 3.4

Nazwa próbki	Głębo- kość [cm]	Charakterystyka osadu	Wiek TL [ka]	Wiek OSL [ka]
Mikorzyn 1	120	piasek gliniasty	≥93	≥93
Mikorzyn 2	210	drobne piaski laminowane żwirkiem	23,7±3,3	21,7±3,3
Mikorzyn 3	265	utwory piaszczysto - żwirowe	20,2±2,3	18,1±1,9
Mikorzyn 4	340	mułki szare	30,1±5,4	31,9±5,1
Mikorzyn 5	410	gruby piasek z laminacjami drobnego żwiru, liczne wtrącenia żelaziste	52,8±8,7	57,7±6,9
Sławoszewek 1	60	utwory piaszczysto - żwirowe	37,3±6,2	18,6±3,1
Sławoszewek 2	190	glina z przewarstwieniami piasku	≥93	≥93
Sławoszewek 3	260	utwory mułkowo - piaszczyste prze- chodzące w drobne piaski	109±29	22±11
Sławoszewek 4	320	piaski drobne i grube ze żwirem	18±12	$18 \pm 11$
Sławoszewek 5	385	grube piaski i żwir	43±22	43±22
Sławoszewek 6	430	utwory piaszczysto - żwirowe	150±57	88±42
Sławoszewek 9	785	utwory piaszczysto - żwirowe	154±47	128±42
Sławoszewek 10	800	utwory piaszczysto - żwirowe	360±80	92±31

Wiek TL i OSL próbek ze stanowisk Mikorzyn i Sławoszewek

#### 3.2.2.3. Datowanie metodami OSL i TL osadów holoceńskich stanowiska Łazy

Datowane były osady pyłowe, których wiek na podstawie źródeł archeologicznych i historycznych oraz niezależnego datowania metodą <sup>14</sup>C można było określić na holoceński (Bluszcz i Pietrzak, 1998a i b). Do badań pobrano próbki z odsłonięcia w podcięciu erozyjnym

w dnie doliny Kubaleńca (dopływu Starej Rzeki uchodzącej do Wisły). Pobrane próby nie były duże – miały objętość około 0,4 do 0,8 dm<sup>3</sup>. Z pobranego materiału wydzielono ziarna kwarcu i wyznaczono wartości dawek pochłoniętych metodami TL i OSL.

Tal	bela	3.5

Wyniki pomiarów aktywności i dawki pochłoniętej dla próbek ze stanowiska w Łazach						
Dróbka	Koncentracje [Bq/kg]			Moc dawki	Dawka poc	hłonięta [Gy]
ПООКа	Th	U	K	[Gy/ka]	ED <sub>OSL</sub>	$ED_{TL}$
Łazy 1	41,81±1,84	37,50±1,64	547,1±7,5	3,08±0,25	3,4±0,9	15,1±1,1
Łazy 2	38,29±1,68	34,01±1,49	549,4±7,3	$2,82\pm0,22$	8,1±1,4	24,8±1,4
Łazy 3	39,82±1,76	35,21±1,56	553,3±7,6	2,95±0,24	$3,8\pm0,6$	21,2±1,6
Łazy 4	44,68±1,94	39,27±1,70	523,1±6,9	$2,92\pm0,23$	19,5±3,3	68,1±5,3
Łazy 5	42,24±1,84	39,46±1,70	531,1±7,0	2,90±0,23	24,0±3,7	76,5±7,8
Łazy 6	42,52±1,83	37,51±1,59	486,1±5,4	2,73±0,22	23,5±3,8	130±50
Łazy 8	17,99±0,79	17,00±0,75	439,9±4,7	$1,85\pm0,14$	9,2±1,7	67±8
Łazy 9	44,25±1,91	44,62±1,89	508,6±5,8	2,83±0,22	17,0±2,2	130±25
Łazy 10	32,71±1,43	29,55±1,28	482,3±5,6	2,40±0,19	42±14	116±10
Łazy 11	28,18±1,23	35,47±1,51	505,2±5,6	$2,54{\pm}0,20$	28,5±9,6	250±50
Łazy 12	24,15±1,07	33,86±1,44	443,2±5,1	2,19±0,17	48±15	77±7
Łazy 13	26,25±1,16	36,37±1,55	471,1±5,4	2,55±0,21	39±5	114±25

Tabela 3.6

Lestawienie wynikow uatowania OSE i i E uia probek ze stanowiska w Laza	' datowania USL 1 1 L dia probek ze stanowiska w Łaza	acn
---	---	-----

Drábka	Głębokość	Charaktaryatyka asadu	Wiek OSL w	Wiek TL
FIOUKa	[cm]	Charakterystyka Osadu	tys. lat	w tys. lat
Łazy 1	170	utwór pyłowy rytmicznie warstwowa-	1,1±0,3	4,9±0,5
Łazy 2	205	ny	2,9±0,5	$8,8{\pm}0,8$
Łazy 13	218		15,3±2,3	44,6±10,5
Łazy 3	235		1,3±0,2	$7,2\pm0,8$
Łazy 4	280		6,7±1,2	23,3±2,6
Łazy 5	335	szare nyky jednorodnie uziarnione	8,3±1,4	26,4±3,4
Łazy 11	390	szare pyły jednorodnie uziannone	11,2±3,9	>77
Łazy 9	495		6,0±0,9	46,0±9,5
Łazy 6	470		8,6±1,6	47,6±18,7
Łazy 12	470		21,9±7,1	35,1±4,2
Łazy 10	535	utwór pieszczysta – żwirowa	17,5±6,0	48,3±5,6
Łazy 8	660	utwor plaszczysto - zwiłówy	5,0±1,0	36,2±5,2

Wartości dawek pochłoniętych i wieku wyznaczono dla 12 próbek. Ponieważ jedną i drugą metodą datowane były dokładnie te same porcje ziaren, przy porównaniu wyników wystarczy uwzględnić tylko wartości dawek pochłoniętych. Wartości dawek pochłoniętych wyznaczone metodą OSL są wyraźnie mniejsze od odpowiednich wartości otrzymanych metodą TL (tabela 3.5. – dwie ostatnie kolumny). W 11 przypadkach różnice te są statystycznie

istotne na poziomie istotności 0,05 lub mniejszym. Tylko w przypadku próbki Łazy 12 różnica na poziomie 0,05 nie jest istotna statystycznie.

Trzeba zaznaczyć, że zastosowana procedura pomiarowa pozwoliła na wyznaczenie obiema metodami dawek pochłoniętych w dokładnie tych samych porcjach ziaren. Dlatego występujące różnice nie powinny mieć związku z mieszaniem się materiału o różnym wieku luminescencyjnym. Dodatkowym argumentem przemawiającym za takim przypuszczeniem jest mały rozrzut wyników pomiarów luminescencji naważek ziaren nie naświetlonych dawką laboratoryjną. Masa naważek jest na tyle mała (5 mg), że gdyby w próbce były dwie populacje ziaren o różnym wieku, to naturalne fluktuacje względnego składu ziaren powinny prowadzić do zwiększenia rozrzutu wyników pomiarów.

Można jednak przypuszczać, że ostatnia ekspozycja na światło słoneczne była stosunkowo krótka, pozostawiając cały lub znaczną część wcześniej zgromadzonego sygnału TL. W tym przypadku daty TL dotyczyłyby wcześniejszego epizodu w historii ziaren wchodzących w skład osadu, związanego z dłużej trwającą ekspozycją. Z 12 wyników TL aż 9 wskazuje na vistulian jako okres, w którym ziarna miały długi kontakt ze światłem. Takie warunki mogły występować przy eolicznym transporcie ziaren i pierwotnej akumulacji lessu. Dodatkowym argumentem przemawiającym za tym, że te wyniki TL datują okres akumulacji lessu, jest dobra zbieżność dat TL z globalnym rozkładem dat lessów (Singhvi i in., 1998) oraz z rozkładem wyników datowania utworów lessowych na Pomorzu Zachodnim (Bluszcz i in., 1994). Dwie daty TL (GdTL-471 8,8±0,8 ka i GdTL-472 7,2±0,8 ka) świadczą, że podobne warunki sprzyjające długiej ekspozycji ziaren występowały około 8 tys. lat temu – w okresie, na który również wskazują datowania lessów z Pomorza Zachodniego.

Wyniki datowania OSL wskazują w większości na holocen jako okres ostatniego krótkiego kontaktu ziaren ze światłem. Można przypuszczać, że miało to miejsce w czasie redepozycji lessu na stosunkowo małą odległość: spłukiwania, transportu rzecznego w czasie wezbrań lub bliskiego transportu eolicznego, przy czym część tych procesów była niewątpliwie związana z intensywną działalnością człowieka obecnego na tym terenie od czasów neolitycznych (Pietrzak, 1998a, b).

Procesy, które prowadziły do przemieszczania i ponownego odłożenia osadów, mogły mieć również charakter masowy i krótkotrwały. W takich warunkach większa część transportowanych ziaren nie miała wcale kontaktu ze światłem i zachowała informację o wieku wcześniejszego zdarzenia. To tłumaczy, dlaczego wiek luminescencyjny nie jest skorelowany z pozycją stratygraficzną warstwy, z której pochodzi próbka datowanego osadu.

# *3.2.2.4. Datowanie luminescencyjne metodami wielu porcji i metodami pojedynczych porcji gleby kopalnej w wydmie w Kuźnicy*

Datowana próbka została pobrana z warstwy gleby kopalnej w wydmie, z głębokości 150 cm. Wypreparowane z próbki ziarna kwarcu o granulacji 100 – 120 µm zostały podzielone na trzy części i dla każdej z nich wyznaczano dawkę pochłoniętą inną metodą luminescencyjną. Na największą część składało się 75 porcji po 5 mg przeznaczonych do pomiarów OSL i TL. Dwie kolejne części zawierały po 20 takich porcji i dla nich wyznaczono wartości dawek pochłoniętych metodami SAA i SAR (por. rozdział 1.5.2.). W przypadku metod wielu porcji procedura była taka sama jak przy datowaniu osadów ze stanowiska w Łazach. Procedura i warunki pomiarów metodami pojedynczych porcji są przedstawione w dalszej części.

Dawkę roczną wyznaczono na podstawie pomiarów aktywności izotopów promieniotwórczych zawartych w suchej masie próbki. Pomiary wykonano spektrometrem promieniowania gamma i wyniki przeliczono na wartość efektywnej dawki rocznej uwzględniając rozmiary i trawienie ziaren oraz wilgotność i głębokość zalegania osadu. Wartość dawki rocznej jest taka sama dla wszystkich porcji – ziarna pochodzą bowiem z tej samej warstwy osadu – i wynosi  $d = 0,50\pm0,08$  Gy/ka.

Metodę SAA zastosowano w wersji z korektą dawki (Duller, 1991). Na pomiar składało się dziesięć cykli obejmujących:

- napromieniowanie dawką beta  $D_{i}$ ,
- podgrzewanie w temperaturze 200°C przez 10 s,
- pomiar OSL w temperaturze  $35^{\circ}$ C przez  $10 \text{ s} L_i$ .

Wartości kolejnych dawek wynosiły:  $D_1 = 0$  Gy,  $D_2$  i  $D_3 = 1,98$  Gy,  $D_4$ ,  $D_5$  i  $D_6 = 3,96$  Gy,  $D_7 = 5,94$  Gy,  $D_8$ ,  $D_9$  i  $D_{10} = 0$  Gy. Pierwszy pomiar wykonano w celu ustalenia naturalnej luminescencji i dlatego pierwsza dawka była zerowa. Ostatnie trzy cykle miały na celu sprawdzenie poprawności stosowanej korekty i odpowiednie dawki też były zerowe. W powyższy sposób wykonano pomiary dla 12 porcji. Pozostałych osiem porcji poddano takim samym dziesięciu cyklom pomiarowym, z tą różnicą że porcji nie napromieniowano dawkami beta. Wyniki tych pomiarów, przedstawione na rys. 3.10. posłużyły do ustalenia współczynników korekcyjnych.

Rysunek 3.11. przedstawia wyniki kolejnych pomiarów luminescencji dla jednej z porcji ziaren kwarcu.



Rys. 3.10. Znormalizowane wyniki pomiarów OSL czterech 5 mg porcji ziaren kwarcu wykorzystanych do ustalenia współczynników korekcyjnych

Fig. 3.10. Normalised OSL measurement results for four 5-mg aliquots of quartz grains used for determination of correction coefficients



Fig. 3.11. OSL measured for 5-mg aliquots of quartz grains before (squares) and after (circles) applying dose correction

W datowaniu metodą SAR wykorzystano procedurę zaproponowana przez Murraya i Robertsa (1998). Pomiar składał się z 7 następujących cykli:

- napromieniowanie dawką beta D<sub>i</sub>,
- podgrzewanie w temperaturze 220°C przez 10 s,
- pomiar OSL w temperaturze  $125^{\circ}$ C przez 60 s  $L_i$ ,
- napromieniowanie dawką testową  $D_{\rm T}$ ,
- podgrzewanie w temperaturze 160°C przez 1 s,
- pomiar OSL w temperaturze  $125^{\circ}$ C przez 60 s  $T_i$ .

Wartości dawek beta w kolejnych cyklach wynosiły:  $D_1 = 0$  Gy,  $D_2 = 0,99$  Gy,  $D_3 = 2,96$  Gy,  $D_4 = 3,94$  Gy,  $D_5 = 5,91$  Gy,  $D_6 = 7,88$  Gy i  $D_7 = D_2$ . Ostatnia dawka ma tę samą wartość co druga, w celu sprawdzenia, czy przyjęta procedura korekcyjna jest właściwa. Wartość

dawki testowej wynosiła  $D_{\rm T}$  = 1,97 Gy. Do analiz wzięto początkowe wartości OSL zarejestrowane w pierwszej sekundzie stymulacji pomniejszone o wartości zarejestrowane w ostatniej sekundzie przyjęte jako tło (por. rys. 3.12.).



Rys. 3.12. Natężenie OSL zarejestrowane dla pojedynczej porcji ziaren w czasie 60 s stymulacji zielonym światłem. Kółkami zaznaczono wartości mierzone w kolejnych sekundowych odcinkach czasu

Fig. 3.12. OSL intensity measured for a quartz grains aliquot during a 60 s green light stimulation

Rys. 3.13. Wyniki pomiarów  $T_i$  – luminescencji rejestrowanej po napromieniowaniu kolejnymi dawkami testowymi. Widoczny jest stopniowy wzrost czułości ziaren

Fig. 3.13. OSL measured after irradiation with subsequent test doses. Grains show increasing sensitivity

Rys. 3.14. Wyniki pomiarów  $L_i$  – luminescencji rejestrowanej po napromieniowaniu kolejnymi dawkami odtworzeniowymi. Po zastosowaniu korekty wartości luminescencji ulegają zmniejszeniu i układają się bardzo dobrze wzdłuż dopasowanej linii wzrostu. Korekta jest właściwa, o czym świadczy dobra zgodność obu skorygowanych wartości *L* dla dawki 0,99 Gy. Kwadraty – wartości OSL przed korektą, kółka – po korekcie. Większe kółko dla dawki 0 Gy jest naturalną OSL tej porcji ziaren. Wyznaczona metodą interpolacji wartość dawki równoważnej *ED* = 1,92 Gy

Fig. 3.14. OSL measured after irradiation with subsequent regeneration doses before (squares) and after (circles) normalisation.

Wyznaczone metodami SAA i SAR wartości *ED* są zebrane w tabeli 3.7. i można zauważyć, że zgadzają się ze sobą. Wykazują jednak pewien rozrzut i dla lepszego jego scharakteryzowania sporządzony został histogram wartości *ED* pokazany na rys. 3.15.

w Kuźnicy					
Me addy	etoda ⁄tywna	1	Metoda od	tworzeniov	wa
Numer	$ED_{SAA}$	Numer	$ED_{SAR}$	Numer	$ED_{SAR}$
porcji	[Gy]	porcji	[Gy]	porcji	[Gy]
1	1,159	1	1,917	11	4,161
2	2,374	2	0,854	12	1,687
3	0,693	3	2,219	13	0,932
4	0,671	4	1,343	14	1,675
5	2,231	5	1,225	15	1,671
6	1,263	6	1,475	16	1,130
7	0,972	7	1,344	17	0,824
8	1,717	8	1,050	18	1,176
9	1,127	9	1,450	19	1,216
10	1,200	10	0,902	20	1,607
11	1,185				
12	1,237				

Tabela 3.7 Zestawienie wartości dawek równoważnych otrzymanych metodami pojedynczych porcji SAA i SAR dla gleby kopalnej w wydmie w Kuźnicy



Rys. 3.15. Histogram wartości *ED* otrzymanych metodami SAA i SAR dla porcji ziaren kwarcu próbki z Kuźnicy

Fig. 3.15. A histogram of *ED* values obtained with SAA and SAR methods for single aliquots of quartz grains extracted from a Kuźnica sample

Na podstawie histogramu zdecydowano, żeby odrzucić cztery wyniki, których wartości są większe od 2,0 Gy. Można przypuszczać, że te porcje zawierały ziarna, które nie zostały w dostatecznym stopniu wybielone w czasie depozycji. Wartość średnia dla pozostałych wynosi  $ED_{\text{sr}} = 1,239\pm0,062$  Gy. Po przeliczeniu daje to wiek osadu wynoszący  $T = 2,47\pm0,39$  tys. lat BP.

Pozostałą część porcji ziaren datowano kombinowaną metodą OSL i TL, polegającą na tym, że pomiary luminescencji wykonywane są dla tych samych porcji ziaren – najpierw mierzony jest sygnał OSL, a potem TL (Bluszcz, 1999). W tym wypadku pomiary wykonano metodą wielu porcji – łącznie zmierzono luminescencję dla 75 porcji ziaren. Uzyskane wyniki przedstawiono syntetycznie w postaci dwóch wykresów na rys. 3.16. i 3.17. W obu wypadkach dawkę równoważną wyznaczono metodą odtworzeniowo-addytywną przy użyciu programu komputerowego napisanego przez autora.



Rys. 3.16. Wyniki pomiarów OSL i dopasowane linie wzrostu. Puste kwadraty przedstawiają wartości OSL zmierzone dla porcji napromieniowanych dawkami odtworzeniowymi. Pełne romby – wartości OSL dla porcji napromieniowanych dawkami addytywnymi. Pełne kółka – wartości zmierzone dla porcji naświetlonych dawkami odtworzeniowymi po przesunięciu i korekcie czułości. Linia przerywana dopasowana jest do pustych kwadratów, a linia ciągła przedstawia końcowy rezultat dopasowania i wyznacza wartość  $ED_{OSL} = 1,14\pm0,36$  Gy

Fig. 3.16. Results of "Australian slide" method applied to multiple aliquot OSL results obtained for Kuźnica sample. Filled diamonds – additive dosed aliquots OSL, empty squares – regeneration dosed aliquots OSL, filled circles – shifted and sensitivity adjusted regeneration dosed aliquots OSL

Rys. 3.17. Wyniki pomiarów TL i dopasowane linie wzrostu. Opis taki sam jak do poprzedniego rysunku. Wyznaczona wartość  $ED_{TL} = 2,31\pm0,37$  Gy

Fig 3.17. As above, but for TL measurements

W obu przypadkach widoczny jest znaczny rozrzut zmierzonych wartości luminescencji, co tym razem odbija się na dokładności wyznaczenia dawki równoważnej. W porównaniu z metodami pojedynczych porcji końcowe błędy są prawie 6-krotnie większe. Można też zauważyć zmianę czułości ziaren wywołaną wybielaniem w warunkach laboratoryjnych. Czułość ziaren napromieniowanych dawkami odtworzeniowymi jest większa, podobnie jak w metodzie SAR. Wartość  $ED_{OSL}$  bardzo dobrze się zgadza z wartościami wyznaczonymi metodami SAA i SAR, natomiast wartość  $ED_{TL}$  jest blisko dwukrotnie większa. Na tej podstawie można wnioskować, że w trakcie depozycji ziarna były wystawione na światło przez stosunkowo krótki czas, wystarczający tylko do wyzerowania sygnału OSL, a nie wystarczający do redukcji TL. Jak o tym świadczą odstające wyniki na histogramie wartości  $ED_{SAR}$ , część ziaren prawdopodobnie nie była wcale eksponowana na światło, i to mimo eolicznej genezy utworu.

## 3.2.3. Porównywanie wyników otrzymanych różnymi metodami datowania lub w różnych laboratoriach

W przypadku kiedy wyniki zostały otrzymane różnymi metodami, np. TL i <sup>14</sup>C, lub tą samą metodą, ale w różnych laboratoriach, to przy ich porównywaniu należy brać pod uwagę całkowity błąd datowania określony wzorem (3.1).

Należy jednak dodatkowo zwrócić uwagę na dwie możliwe sytuacje. Pierwsza z nich dotyczy porównywania wyniku datowania <sup>14</sup>C z wynikiem datowania luminescencyjnego. Datowanie luminescencyjne jest datowaniem bezwzględnym i by jego wynik mógł być porównywany bezpośrednio z wynikiem datowania <sup>14</sup>C, ten ostatni musi zostać poddany kalibracji. W przypadku kiedy wiek obiektu nie pozwala na kalibrację na podstawie danych dendrochronologicznych (Goslar i in., 1998; Bard i in., 1990, 1996), można posłużyć się tymczasową skalą opartą na datowaniach korali lub osadów warwowych, pamiętając jednak o jej tymczasowości i znacznie mniejszej dokładności.

Druga sytuacja występuje wówczas, kiedy wyniki zostały otrzymane w tym samym laboratorium, i nawet tą samą metodą, ale przy użyciu różnych wzorców, źródeł itd. W takiej sytuacji wyniki muszą być traktowane jak otrzymane różnymi metodami, z uwzględnieniem całkowitego błędu pomiaru wieku.

Z powyższych rozważań wynika, że w każdej sytuacji analiza i interpretacja wyników datowania powinna być dokonywana we współpracy przyrodników i wykonujących datowania, lub po uzyskaniu wyczerpujących informacji dotyczących stosowanych metod i technik oraz udziałów błędów przypadkowych i systematycznych w całkowitym błędzie datowania.

W praktyce przypadki, kiedy próbki pochodzące z tych samych utworów są datowane różnymi metodami, nie są zbyt częste. Z tego powodu porównanie wyników otrzymanych metodą TL i <sup>14</sup>C zostanie zilustrowane przykładami stanowisk archeologicznych. Sposób po-

równania wyników obu metod i ich interpretacja mało zależą od tego, czy datowane były obiekty geologiczne czy archeologiczne.

#### 3.2.3.1. Datowanie metodami TL i <sup>14</sup>C stanowiska w Kamieńcu

Stanowisko w Kamieńcu koło Tarnowskich Gór zawiera osadę kultury łużyckiej i wczesnośredniowieczny grodek warowny (Abłamowicz, 1991). Znaleziska archeologiczne potwierdzają dwa główne okresy zasiedlenia tego stanowiska. Pierwszy okres, prehistoryczny, reprezentowany jest przez osadę łużycką datowaną archeologicznie na VII-V wiek przed Chrystusem, drugi reprezentowany przez wczesnośredniowieczny grodek warowny był datowany archeologicznie na VIII-IX wiek po Chrystusie. Do badań pobrano z obu warstw kulturowych 13 próbek ceramiki przeznaczonych do analiz metodą TL i 7 próbek organicznych (kości i drewna) z przeznaczeniem do datowania metodą <sup>14</sup>C (Abłamowicz i in., 1994).

W celu porównania wyników otrzymanych dwoma metodami daty <sup>14</sup>C poddano kalibracji i jej wyniki przedstawiono w postaci odpowiedniego rozkładu prawdopodobieństwa (Pazdur i Michczyńska, 1989). W podobny sposób, to znaczy w postaci rozkładu prawdopodobieństwa, przedstawiono wyniki TL i oba rozkłady porównano na wspólnym wykresie (Bluszcz, 1997). Taki sposób prezentacji wyników pozwala w tym przypadku stwierdzić, że wyniki datowania oraz przewidywania na podstawie niezależnych przesłanek pozostają w zgodzie.

		Tabela 3.8
Wyniki datowania TL	ceramiki ze stanowiska w K	lamieńcu
Numer	Wiek TL	Trm
laboratoryjny	[lata BP]	тур
GdTL-304	1130±170	М
GdTL-305	< 530	Μ
GdTL-306	$1480 \pm 180$	Μ
GdTL-307	1170±300	Μ
GdTL-308	1260±180	Μ
GdTL-309	930±190	Μ
GdTL-310	1130±300	Μ
GdTL-311	2820±570	L
GdTL-312	3450±480	L
GdTL-313	2600±790	L
GdTL-314	3660±310	L
GdTL-315	3180±200	L
GdTL-316	3270±470	L

Typ "L" oznacza ceramikę zaliczoną typologicznie do kultury łużyckiej (okres halsztacki VII-V wiek BC), a typ "M" oznacza ceramikę wczesnośredniowieczną (VIII-IX wiek)



Rys. 3.18. Rozkłady kalibrowanych dat radiowęglowych (linia cieńsza) i termoluminescencyjnych (linia grubsza) otrzymane dla próbek ze stanowiska w Kamieńcu

Fig. 3.18. Distributions of calibrated radiocarbon dates (thinner line) and thermoluminescence dates (thicker line) obtained for samples from the site Kamieniec

		Tabela 3.9
Wiek konwencjo	nalny <sup>14</sup> C próbel	k ze stanowiska w Kamieńcu
Numer	Wiek <sup>14</sup> C	V ontokat kulturova
laboratoryjny	[lata BP]	Kontekst kulturowy
Gd-5466	$1160 \pm 50$	
Gd-3466	1250±30	wazasna źradniowiacza:
Gd-3456	$1285 \pm 30$	VIII IX wick
Gd-5467	1310±40	VIII-IX WICK
Gd-5468	1330±50	
Gd-5464	2560±40	kultura łużycka:
Gd-2983	$2580 \pm 80$	VII-V wiek BC

### 3.2.3.2. Datowanie metodami TL i <sup>14</sup>C stanowiska w Haćkach

Stanowisko archeologiczne w Haćkach (Kobyliński, 1989), obejmujące osadę obronną, było wielokrotnie datowane metodą radiowęgla (Pazdur i in., 1994), ale większość wyników była sprzeczna z interpretacją archeologiczną stanowiska. W tej sytuacji, we współpracy z zainteresowanymi archeologami, pobrano na stanowisku 17 fragmentów ceramiki, z których 4 zidentyfikowano jako należące do zabytków kultury pomorskiej (3 – 2 tysiąclecie przed Chrystusem), a 12 jako zabytki wczesnośredniowieczne (VI – VII wiek). Ostatecznie wyda-towano 16 próbek, przy czym dla 9 z nich otrzymano podwójne plateau interpretowane jako wynik co najmniej dwóch zdarzeń w historii ceramiki, kiedy została ona poddana podwyż-szonej temperaturze (Bluszcz i Pazdur, 1994a, b; Bluszcz, 1997). Zdarzenie, które spowodo-

wało pojawienie się plateau w zakresie niższych temperatur, miało miejsce później niż zdarzenie zapisane w plateau, w przedziale wyższych temperatur. To późniejsze zdarzenie polegało na podgrzaniu ceramiki do niższej temperatury, które nie usunęło całej wcześniejszej TL. Interpretację tę potwierdza grupowanie się dat TL otrzymanych dla niskotemperaturowego plateau razem z "normalnymi" datami TL.

Podobnie jak we wcześniejszym przykładzie porównano ze sobą rozkład kalibrowanych dat <sup>14</sup>C i wszystkich dat TL. Oba rozkłady są zgodne i wskazują przy tym na trzy dodatkowe okresy (łącznie pięć) zasiedlenia stanowiska wbrew interpretacji archeologicznej przewidującej tylko dwa.

			Tabela 3.10
Wyniki datowania TL ce	ramiki z	e stanowiska w	Haćkach
Numer		Wiek TL	Tun
laboratoryjny		[lata BP]	тур
GdTL-275	WTP	3610±2500	Р
CdTL 276	WTP	3120±1030	D
0011-270	NTP	2190±950	Γ
GdTL-285	WTP	1770±210	Р
GdTL-286	WTP	2160±500	Р
CATL 299	WTP	1870±330	
Gu1L-200	NTP	770±290	
GdTL-273	WTP	1400±220	М
GdTL-274	WTP	4980±750	М
GdTL-277	WTP	1510±210	М
CATL 279	WTP	1470±210	М
Gull-278	NTP	$1000 \pm 140$	IVI
CATL 270	WTP	$1400 \pm 140$	М
Guil-279	NTP	650±100	1 <b>V1</b>
CdTL 280	WTP	2200±190	М
0011-200	NTP	$1480 \pm 270$	1 <b>V1</b>
CdTL 281	WTP	3420±610	М
0011-201	NTP	$1730 \pm 140$	1 <b>V1</b>
CATL 282	WTP	3040±470	М
0011-202	NTP	820±220	1 <b>V1</b>
GdTL-283	WTP	1290±100	М
CdTL 284	WTP	$2860 \pm 2000$	М
0011-204	NTP	$1710 \pm 700$	1 <b>V1</b>
CATL 297	WTP	1540±300	M
Juil-20/	NTP	$840 \pm 70$	IVI
11 / TDD '1 11 1		1 /	

WTP – wynik dla wysokotemperaturowego plateau;

NTP – wynik dla niskotemperaturowego plateau.

Typ P oznacza ceramikę zidentyfikowaną jako pomorska (3 - 2 milenium BC), a typ M – zidentyfikowaną jako wczesnośredniowieczna (VI – VII wiek).

			Tabela 3.11
Wiek konwencj	onalny <sup>14</sup> C pr	óbek ze stanowis	ska w Haćkach
Numer	Wiek <sup>14</sup> C	Numer	Wiek <sup>14</sup> C
laboratoryjny	[lata BP]	laboratoryjny	[lata BP]
Gd-3287	1930±50	Gd-3484	2305±35
Gd-5200	2330±50	Gd-5399	$1900 \pm 50$
Gd-2749	2240±90	Gd-5219	$1480 \pm 60$
Gd-5402	$2830 \pm 50$	Gd-3475	1610±45
Gd-3482	2360±30	Gd-3477	1370±100
Gd-5019	$1620 \pm 40$	Gd-5744	$1810 \pm 70$
Gd-5218	$1590 \pm 50$	Gd-4176	$2870 \pm 70$
Gd-5397	4180±60	Gd-3474	$1455 \pm 30$
Gd-5020	2300±50	Gd-3479	1450±120
Gd-5201	$2390 \pm 50$	Gd-5400	1910±50
Gd-5199	2230±35	Gd-3480	1285±35
Gd-3483	2180±35	Gd-3481	1450±30



Rys. 3.19. Rozkłady dat radiowęglowych (linia cieńsza) i termoluminescencyjnych (linia grubsza) otrzymane dla próbek ze stanowiska w Haćkach

Fig. 3.19. Distributions of calibrated radiocarbon dates (thinner line) and thermoluminescence dates (thicker line) obtained for samples from the site Haćki

Wydaje się, że można przeprowadzić pewne analogie między interpretacją wyników datowania metodą TL ceramiki archeologicznej z prezentowanych powyżej stanowisk a interpretacją wyników datowania luminescencyjnego osadów geologicznych. W każdym wypadku wynik datowania odnosi się do ostatniego zdarzenia polegającego na podgrzaniu do wysokiej temperatury w przypadku ceramiki lub ekspozycji na światło w przypadku osadów. Czas powstania obiektu metodą luminescencji można określić tylko wtedy, kiedy:

1. W chwili powstania została usunięta wcześniejsza luminescencja ziaren, które są wykorzystywane w tej metodzie, i  W czasie od powstania do chwili obecnej nie miało miejsca żadne inne zdarzenie, które mogło usunąć gromadzoną luminescencję.

Jeżeli te warunki nie są spełnione, to wyznaczony wiek dotyczy w przypadku osadów wcześniejszego zdarzenia, któremu towarzyszyło usunięcie luminescencji albo, w przypadku ceramiki, zdarzenia późniejszego, w którym została ona poddana ponownie działaniu wysokiej temperatury.

# 3.3. Ograniczenia interpretacji wynikające z założeń i dokładności metody datowania

Wykonanie datowania luminescencyjnego zgodnie z wszystkimi zasadami nie gwarantuje jeszcze, że otrzymany rezultat będzie uznany za zadowalający z geologicznego punktu widzenia, czyli, na przykład, niesprzeczny ze stratygrafią stanowiska lub z wynikami innych badań. Można wskazać kilka przyczyn takiego stanu rzeczy. Oczywistą przyczyną jest błąd gruby datowania spowodowany pomyłką laboratoryjną. Jest to oczywista przyczyna i dlatego nie ma potrzeby dłużej się przy niej zatrzymywać. Można tylko powiedzieć, że standaryzowanie procedur laboratoryjnych i dokumentowanie procesu pomiaru zmniejszają prawdopodobieństwo wystąpienia błędu grubego datowania.

Mniej oczywistą przyczyną, choć bardziej prawdopodobną, jest duża wartość przypadkowej odchyłki rezultatu pomiaru od wartości prawdziwej. Jeżeli błąd przypadkowy jest podawany na poziomie 1 σ, to przy założeniu normalnego rozkładu wyników pomiarów prawdopodobieństwo losowej odchyłki większej od wartości błędu pomiarowego wynosi około 32% (bez uwzględniania znaku), większej od dwukrotnej wartości błędu – ok. 4,5%, większej od trzykrotnej wartości błędu – ok. 0,27%. Jednym ze szczególnie wyraźnych skutków takich przypadków są inwersje wyników datowania, o których była mowa w rozdziale 3.2. Przy interpretacji wyników datowania trzeba zawsze zdawać sobie sprawę z takiej możliwości. Zmniejszyć szansę mylnej interpretacji, będącej rezultatem dużej losowej odchyłki, można tylko poprawiając precyzję metody lub wykonując większą liczbę niezależnych oznaczeń wieku.

Konieczność uwzględnienia przy interpretacji wyniku datowania błędu pomiaru ogranicza możliwość rozróżnienia zdarzeń w czasie. Należy zdawać sobie sprawę z tego, że ponieważ wynik obarczony jest losowym błędem, to również wnioski ustalone na podstawie tych wyników są losowe. Przykładowo, jeżeli datowano dwa zdarzenia określające początek  $(T_p \pm \Delta T_p)$  i koniec jakiegoś procesu  $(T_k \pm \Delta T_k)$ , to ustalona na tej podstawie długość tego procesu (*t*) jest też obarczona błędem ( $\Delta t$ ), gdzie

$$t = T_k - T_p; \quad \Delta t = \sqrt{(\Delta T_k)^2 + (\Delta T_p)^2}.$$
 (3.10)

Wartość błędu  $\Delta t$  jest określona wzorem (3.10), w przypadku gdy  $\Delta T_i$  jest całkowitym błędem odpowiedniego datowania. Ustalenie długości trwania procesu, jak w powyższym przykładzie, jest szczególnym przypadkiem zagadnienia porównywania wyników datowania i jeżeli zachodzą odpowiednie warunki, to błąd  $\Delta t$  powinien być ustalony z uwzględnieniem składników systematycznych i przypadkowych.

Kolejną przyczyną (wydaje się, że ciągle zbyt rzadko uświadamianą) jest związek (a raczej brak bezpośredniego związku) zdarzenia datowanego metodą luminescencyjną ze zdarzeniem geologicznym. Dlatego należy ponownie zaznaczyć, że metodą luminescencji datuje się ostatnie zdarzenie w historii ziaren znajdujących się w osadzie, polegające na ekspozycji na światło. Musiała to być przy tym ekspozycja wystarczająca do redukcji poziomu luminescencji do wartości resztkowej. Metoda luminescencji umożliwia określenie daty tylko takiego zdarzenia geologicznego, któremu towarzyszyła ekspozycja ziaren na światło.

Ponieważ OSL ulega redukcji o wiele szybciej niż TL, to łatwiej o bezpośredni związek w przypadku datowania metodą OSL niż TL.

Związek zdarzenia datowanego ze zdarzeniem geologicznym jest bardzo istotny przy interpretacji wyniku datowania. Osady datowane metodami luminescencji w różnym stopniu spełniają założenie, że w czasie ich depozycji ziarna mineralne były wystawione na działanie światła i z tego punktu widzenia można mówić, że są bardziej lub mniej przydatne do datowania. Generalnie, im dłuższy jest transport i wolniejsza depozycja, tym większa szansa, że ziarna wchodzące w skład osadu były wystawione na światło przez wystarczająco długi czas. Z kolei szybkie procesy transportu i depozycji mniej sprzyjają ekspozycji poszczególnych ziaren na światło. Biorąc to pod uwagę, za najbardziej przydatne do datowania metodami luminescencji należy uznać osady eoliczne. W dalszej kolejności piaski różnego pochodzenia, a zwłaszcza piaski fluwialne. Do najmniej przydatnych należą osady glacjalne, zwłaszcza gliny zwałowe oraz osady tworzące się w wyniku transportu masowego, kiedy poszczególne ziarna nie mają kontaktu ze światłem. Inne typy osadu mogą być również przydatne do celów datowania metodami luminescencji, ale należy się w ich przypadku liczyć z mniejszym prawdopodobieństwem spełnienia założenia. Zestawienie poniżej podaje dla typowych materiałów stopień przydatności do datowania metodą luminescencyjną.

Typ materiału / osadu	Przydatność do datowania luminescencyjnego
materiał przepalony lub poddany działa-	hardzo dobra
niu temperatury powyżej 500°C	bardzo dobra
osady eoliczne:	bardzo dobra
– lessy	bardzo dobra
<ul> <li>piaski wydmowe</li> </ul>	bardzo dobra
kalcytowe nacieki jaskiniowe	dobra
osady piaszczyste:	dobra lub bardzo dobra
<ul> <li>piaski plażowe</li> </ul>	dobra lub bardzo dobra
<ul> <li>piaski fluwialne</li> </ul>	dobra
osady glacjalne i peryglacjalne:	mało przydatne lub nieprzydatne
<ul> <li>piaski fluwioglacjalne</li> </ul>	dostateczna
<ul> <li>gliny morenowe</li> </ul>	nieprzydatne
<ul> <li>gliny zwałowe</li> </ul>	nieprzydatne
osady osuwiskowe i inne powstałe	nioprzydatna
w wyniku transportu masowego	meprzydatne

Można również mówić o przydatności nie tyle osadu co samej próbki pobranej do datowania. W tym przypadku decydujący jest sposób pobierania porcji osadu. Najprzydatniejsze są próbki pobierane z odsłonięć i wkopów, bo zapewniają najlepszą kontrolę otoczenia próbki istotną z punktu widzenia ustalenia dawki rocznej. Niewiele ustępują im próbki pobierane z płytkich wierceń bez płuczki. Próbki z głębokich rdzeni wierconych "na mokro" są zdecydowanie mniej przydatne, ponieważ materiał płuczki może przeniknąć do środka rdzenia. Obecność materiału płuczki w próbce może zafałszować nie tylko aktywność naturalnych izotopów, ale i dawkę pochłoniętą przez to, że do jej wyznaczenia mogą być użyte ziarna materiału płuczki.

#### Podsumowanie

Dla czytelnika tej monografii i potencjalnego użytkownika wyników datowania wykonanego metodą luminescencyjną najważniejsze będą zapewne rozdziały 2. i 3. W rozdziale 2. "Datowanie osadów geologicznych" przedstawione są warunki, jakie musi spełniać osad, żeby wiek luminescencyjny pokrywał się z wiekiem geologicznym osadu. Z warunków tych niewątpliwie najważniejsza jest dostatecznie długa ekspozycja ziaren mineralnych na światło słoneczne. Brak takiej ekspozycji lub krótka ekspozycja niewystarczająca do usunięcia wcześniejszego sygnału zawsze będą powodowały zawyżenie wieku luminescencyjnego w stosunku do wieku geologicznego. Rozdział drugi zawiera również ważną z punktu widzenia użytkownika analizę źródeł błędów pomiarowych, które mają wpływ na dokładność i precyzję metody datowania.

W rozdziale 3. "Analiza i interpretacja wyników datowania" pokazano na kilku wybranych przykładach, jakie mogą być praktyczne skutki niespełnienia omówionych w rozdziale 2. warunków oraz jakie znaczenie mają one i źródła niepewności pomiarowych dla interpretacji wyników datowania.

W rozdziale 3.1. przedstawiono przykład poszukiwania grup w rozkładzie dat TL otrzymanych dla ponad 450 próbek lessów z całego świata. Za pomocą metody "bootstrap" stwierdzono, że w rozkładzie występują cztery dające się obiektywnie wyróżnić grupy, obejmujące daty z okresów: 15-27 tys. lat BP, 42-86 tys. lat BP, 110-275 tys. lat BP i 360-400 lat BP. Przy pewnych założeniach interpretuje się te okresy jako okresy wzmożonej akumulacji lessów w skali globalnej, przedzielone okresami względnie słabszej lub braku akumulacji.

W rozdziale 3.2. zaprezentowano przykłady porównywania niezależnych wyników datowania otrzymanych tymi samymi metodami lub różnymi metodami. Przykłady obejmują:

- Datowania TL tych samych osadów w jednym laboratorium (datowania TL lessów ze stanowisk w Klępiczu i Golicach) i w różnych laboratoriach (datowania TL lessów ze stanowiska w Odonowie).
- Datowania tych samych osadów różnymi metodami luminescencyjnymi TL i OSL (osady ze stanowisk w Mikorzynie i Sławoszewku, osady pyłowe ze stanowiska w Łazach oraz gleba kopalna w wydmie w Kuźnicy).
- Datowania obiektów archeologicznych metodami TL i <sup>14</sup>C (stanowiska archeologiczne w Kamieńcu i Haćkach).

Na przykładach tych pokazano między innymi, w jaki sposób należy uwzględniać błędy przypadkowe i błędy systematyczne datowania przy porównywaniu i interpretacji wyników.

Błędy samej metody datowania (chodzi zwłaszcza o metody luminescencyjne i brak lub niedostateczne wyzerowanie sygnału w czasie depozycji materiału) były przedmiotem analizy w przykładach dotyczących stanowisk w Klępiczu i Golicach, Sławoszewku, Łazach i Kuźnicy. W przykładowych analizach przyjmowano, że każdy wynik datowania luminescencyjnego jest metodycznie poprawny w tym sensie, że otrzymany wiek wskazuje na ostatni okres, w którym ziarna mineralne użyte do wyznaczenia dawki pochłoniętej miały kontakt ze światłem wystarczający do skutecznej redukcji luminescencji. W przekonaniu autora, do którego skłaniają go przytoczone w tej pracy przykłady datowań ze stanowisk w Klępiczu i Golicach (porównanie z rozkładem "światowym" dat lessów) oraz Sławoszewku i Łazach (porównanie datowań tych samych próbek metodami TL i OSL), założenie to jest uzasadnione w przypadku prawie wszystkich dat luminescencyjnych. W tym kontekście wniosek sformułowany przy analizie datowań lessów z Klępicza i Golic można rozciągnąć na wszystkie inne przypadki. Wiek powstania danej warstwy osadu jest wyznaczony przez najmłodsze daty TL/OSL otrzymane dla próbek z tej warstwy i ograniczony odpowiednio od dołu przez najmłodsze daty dla próbek z warstwy zalegającej wyżej.

Oprócz tego w rozdziale 3.2. udziałem czynników losowych wytłumaczono fakt występowania w seriach dat tak zwanych inwersji – tabela 3.1. podaje obliczone wartości prawdopodobieństwa wystąpienia inwersji dla pary dat przy założeniu normalnego rozkładu błędów datowania. Dla wielu zaskoczeniem będzie fakt, że prawdopodobieństwa przypadkowego wystąpienia inwersji wyników są tak duże.

W rozdziale 3.3. podano najważniejsze czynniki ograniczające możliwości interpretacji wyników datowania metodami luminescencyjnymi, a w szczególności: ograniczona dokładność datowania (fakt występowania błędów pomiarowych), związek zdarzenia datowanego metodą luminescencyjną ze zdarzeniem geologicznym (najczęściej depozycja osadu) oraz sposób pobierania próbek przeznaczonych do datowania.

Rozdział 3. jest również znaczący ze względu na to, że przedstawiono w nim dorobek autora w zakresie metody datowania luminescencyjnego, a prezentowane interpretacje są ilustracjami najważniejszych tez stawianych przez autora. Nie znaczy to oczywiście, że przedstawione interpretacje są jedynymi możliwymi. Głównym przesłaniem tej pracy jest przekonanie czytelnika, że wszystkie wymienione czynniki muszą być przy interpretacji wyników uwzględnione, a w szczególności nie można przeceniać znaczenia pojedynczych dat lub nawet grup kilku dat.

#### Dodatek A. Pobieranie prób do datowania luminescencyjnego

O możliwości datowania osadów za pomocą luminescencji ziaren mineralnych decyduje wrażliwość na światło – fakt, że ekspozycja na światło może usunąć luminescencję ziaren. Dlatego przy pobieraniu prób należy bezwzględnie unikać ekspozycji na światło, nawet rozproszone.

Różne laboratoria wykonujące datowania luminescencyjne mają zwykle różne preferencje w stosunku do ilości materiału i zawartości w nim ziaren określonych minerałów o określonej granulacji. Jeżeli poniżej podane są bardziej szczegółowe dane, to dotyczą one Laboratorium Datowania Luminescencyjnego w Zakładzie Zastosowania Radioizotopów Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

#### Zasady pobierania próbek osadów z przeznaczeniem do datowania metodą OSL lub TL

 Pobieranie prób do datowania powinno się odbywać zawsze po konsultacji z laboratorium, które będzie wykonywało datowanie.

W miarę możliwości przy pobieraniu próbek powinien być obecny przedstawiciel tego laboratorium.

- 2. Próbki najlepiej jest pobierać z odsłonięć, wykopów itp. W ostateczności można pobierać próbki za pomocą ręcznych wiertni lub wiertni mechanicznych bez płuczki. Próbki pobrane za pomocą wierceń z płuczką praktycznie nie nadają się do datowania ze względu na możliwość zanieczyszczenia materiału osadu materiałem płuczki.
- Bezwzględnie unikać ekspozycji próbki na światło słoneczne lub sztuczne oraz nadmiernego podgrzewania próbki. Dotyczy to samego pobierania prób, jak i wszystkich późniejszych czynności związanych z przechowywaniem i transportem prób.
- 4. Masa próbki powinna być taka, by można z niej było wydzielić odpowiednią ilość ziaren nadających się do datowania. W zależności od stosowanej metody mogą w grę wchodzić różne frakcje ziaren skaleni potasowych lub kwarcu. W przypadku Laboratorium Datowa-nia Luminescencyjnego w Gliwicach próbka powinna zawierać ziarna kwarcu o granulacji między 90 150 μm. Po wydzieleniu z próbki ich ilość nie powinna być mniejsza od oko-ło 1 g.
- 5. Ze względu na wykonywany w laboratorium pomiar aktywności osadu ilość pobranego materiału nie powinna być mniejsza od 1 kg (suchego osadu).
- 6. Próbki należy pobierać z osadu, który tworzył się w warunkach ekspozycji na światło słoneczne, ze środka warstwy o grubości 60 cm. W przypadku cieńszych warstw lub niejed-

norodnego otoczenia próbki należy wykonać pomiar dawki in situ (wykonuje laboratorium) lub pobrać dodatkowe próbki i zanotować geometrię miejsca poboru.

- Przy pobieraniu prób z odsłonięć należy odrzucić część zewnętrzną materiału, która była eksponowana na światło.
- Należy unikać próbek zawierających duże ilości węglanów lub bogatych we frakcje organiczne.
- 9. Próbkę przechowywać w stanie naturalnej wilgotności w podwójnym, światłoszczelnym i wodoszczelnym opakowaniu. Jeżeli nie jest możliwe zabezpieczenie przed utratą wilgotności całej masy materiału, to można porcję o masie około 20 g i o naturalnej wilgotności zamknąć w szczelnym pojemniczku i dołączyć do reszty próbki.
- Nie wolno dopuścić do napromieniowania próbki niekontrolowanymi dawkami promieniowania jonizującego (dawki stosowane przy kontroli przesyłek pocztowych i lotniczych są dopuszczalne).

Praktycznym sposobem pobierania prób z łatwiej dostępnych miejsc jest użycie odcinków rur (np. plastikowych) o średnicy około 6 cm i długości 25 do 30 cm, mieszczących wymaganą ilość 1 kg materiału. Przygotowany odcinek rury wbija się w ścianę odsłonięcia i wyjmuje razem z materiałem, po czym zamyka dopasowanymi denkami i szczelnie owija mocną taśmą samoprzylepną i umieszcza w nieprzezroczystej osłonie. Należy zachować ostrożność z pojemnikami z tworzyw sztucznych, ponieważ mimo że wydają się nieprzezroczyste, często przepuszczają promieniowanie ultrafioletowe, które bardzo skutecznie kasuje luminescencję ziaren mineralnych.

#### **Dodatkowe informacje**

Każdej próbie dostarczonej do laboratorium powinien zawsze towarzyszyć wypełniony specjalny arkusz informacyjny (dostarcza laboratorium). W szczególności powinien on zawierać szkic sytuacyjny miejsca poboru ze schematycznym przekrojem z zaznaczonymi granicami warstw i innych niejednorodności oraz miejscami, z których pobrano próby. Szkic powinien podawać odległości i być wykonany, w miarę możliwości, w skali.

Wszystkie pojemniki (woreczki itp.), zawierające pobrany materiał muszą być opisane tymi samymi symbolami co w arkuszu informacyjnym, tak by możliwa była jednoznaczna identyfikacja każdej porcji materiału i odróżnienie materiału różnych prób.

W przypadkach jakichkolwiek wątpliwości należy przed pobraniem prób skontaktować się z laboratorium.

#### Dodatek B. Preparatyka laboratoryjna próbek

Dodatek zawiera opis przygotowania próbek do pomiarów metodami OSL i TL w Laboratorium Datowania Luminescencyjnego w Zakładzie Zastosowania Radioizotopów Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Laboratorium wykonuje datowania wykorzystując luminescencję grubych ziaren kwarcu o granulacji około 100 µm, a przyjęty sposób postępowania ma na celu wydzielenie z materiału datowanej próby tylko takiej frakcji.

#### Pomiary wilgotności

Jeżeli próby dostarczone do laboratorium były zabezpieczone przed utratą wody, to w pierwszej kolejności wykonywany jest pomiar naturalnej wilgotności osadów. Pomiary polegają na ważeniu wydzielonej porcji osadu o masie około 20 g bezpośrednio po otrzymaniu, a następnie na suszeniu w temperaturze 95°C. Ważenie powtarza się w odstępach dobowych i kończy suszenie porcji, jeżeli kolejne ważenia dają ten sam wynik. Wilgotność względną próbki wylicza się według wzoru:

$$h = \frac{m_w - m_s}{m_s},\tag{B.1}$$

gdzie  $m_w$  i  $m_s$  są odpowiednio masami wilgotnej i wysuszonej porcji osadu. Wyznaczone wilgotności względne, wraz z informacjami otrzymanymi od nadsyłających próbki, służą do ustalenia wartości średnich wilgotności osadów w okresie ich zalegania. Te ostatnie wykorzystywane są przy ustaleniu efektywnej mocy dawki promieniowania pochłanianego przez ziarna mineralne w osadzie.

# Pomiary koncentracji izotopów promieniotwórczych w osadzie i wyznaczenie mocy dawki promieniowania jonizującego

Po wysuszeniu próbki osadu poddawane są pomiarom koncentracji izotopów promieniotwórczych: U, Th i K. Pomiary te wykonywane są za pomocą półprzewodnikowego lub scyntylacyjnego spektrometru gamma na porcji materiału o masie 300 - 800 g. Masa porcji zależy od użytego spektrometru i geometrii pomiaru. W szczególnych przypadkach możliwe jest wykonanie pomiaru na mniejszej ilości materiału - od około 20 g. Zmierzone widma promieniowania gamma są analizowane za pomocą programu komputerowego i porównywane z widmami wzorców zmierzonymi w tych samych warunkach. Na tej podstawie wyliczane są wartości koncentracji izotopów promieniotwórczych, które są następnie przeliczane na moce dawek promieniowania. Uwzględnia się przy tym wilgotność osadu, moc dawki promieniowania kosmicznego (z uwzględnieniem głębokości zalegania osadu), rozmiar ziaren oraz czas trawienia kwasem fluorowodorowym.

#### Wydzielanie ziaren kwarcu

Po zakończeniu pomiarów wilgotności i koncentracji izotopów promieniotwórczych z próby wydzielane są ziarna kwarcu. W pierwszej kolejności z materiału próby usuwane są węglany i substancja organiczna. Polega to na traktowaniu rozdrobnionego materiału 4% roztworem HCl przez co najmniej 24 godziny w temperaturze pokojowej (ta część procedury jest w miarę potrzeby przedłużana aż do całkowitego usunięcia węglanów), a następnie 2% roztworem NaOH przez kolejne 24 godziny w temperaturze pokojowej. Jeżeli materiał zawiera znaczniejsze ilości bardzo drobnych frakcji, to są one usuwane w czasie płukania przez zlewanie zawiesiny drobnych ziaren w wodzie<sup>1</sup>. Pozostała ilość materiału jest przemywana wodą destylowaną i suszona swobodnie lub próżniowo w temperaturze nie przekraczającej 40°C. Po tym etapie preparatyki pozostałość zawiera niemal wyłącznie mieszaninę grubszych ziaren, które można rozdzielić przez analizę sitową na sucho. Najczęściej wydziela się frakcje o rozmiarach ziaren 90-100 i 100-120 µm. W zależności od ilości uzyskanego materiału wybiera się jedną z nich lub łączy je razem. Możliwe jest też wydzielenie do dalszych operacji grubszej frakcji do 160 µm. Wydzielone ziarna trawione są następnie 40% roztworem HF (stężonym kwasem fluorowodorowy), co powoduje usunięcie zewnętrznej warstwy ziaren kwarcu oraz rozpuszczenie ziaren innych minerałów. Po trawieniu ziarna kwarcu są płukane w wodzie destylowanej i w 8% roztworze HNO<sub>3</sub> w celu usunięcia związków fluoru, płukane ponownie i suszone. Czystość kwarcu jest sprawdzana przez pomiar IRSL (luminescencji stymulowanej podczerwienią). Można w ten sposób wykryć ewentualne pozostałości ziaren skalenia i w razie potrzeby powtórzyć odpowiednie etapy preparatyki.

#### Wybielanie laboratoryjne ziaren

Przy wyznaczaniu dawki pochłoniętej przez ziarna za pomocą metody odtworzeniowej lub odtworzeniowo-addytywnej konieczne jest zredukowanie luminescencji ziaren przed napromieniowaniem dawkami odtworzeniowymi. W Laboratorium w Gliwicach używa się do tego celu lamp typu LRFM-125W dających światło o składzie widmowym zbliżonym do światła dziennego.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Ten etap preparatyki jest pomijany, jeżeli datowana ma być drobna frakcja ziaren o rozmiarach mniejszych od około 10 μm. W takim przypadku zlana zawiesina jest pozostawiana do całkowitego odstania, a ziarna o pożądanej granulacji są wydzielane metodą sedymentacyjną w kolumnie wody lub acetonu.

Pracą lamp steruje programowany cyfrowy przekaźnik elektroniczny. Standardowo korzysta się z dwóch czasów wybielania wynoszących 180 i 360 minut. Dłuższy czas odpowiada w przybliżeniu całodniowej ekspozycji ziaren na światło w bezchmurny letni dzień. Wybielanie przez 180 minut powoduje całkowite usunięcie OSL ziaren kwarcu (sygnał OSL mierzony po wybieleniu nie różni się od tła przyrządu). W przypadku TL wybielanie powoduje redukcję sygnału, której stopień zależy od czasu ekspozycji.

### Bibliografia

- Abłamowicz D., 1991, Chronologia grodziska w Kamieńcu, gm. Zbrosławice, woj. katowickie. Śląskie Prace Prahistoryczne, t. 2, s. 207-218.
- Abłamowicz D., Bluszcz A., Pazdur A., Pazdur M. F., 1994, Datowanie metodami radiowęgla i termoluminescencji wielokulturowego stanowiska w Kamieńcu, woj. katowickie, Zesz. Nauk. Pol. Śl., Ser. Mat.–Fiz., Z. 70, Geochronometria Nr 9, s. 89–103.
- Adamiec G., 1999, Variations in pre-dose sensitisation of single quartz grains. Books of Abstracts of 9th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Rome 6-10.09.1999, s. 21.
- Adamiec G., Aitken M. J., 1998, Dose-rate conversion factors: update. Ancient TL, v. 16, No. 2, s. 37-50.
- Adamiec G., Bluszcz A., 1994, Termoluminescencyjne datowanie neolitycznej ceramiki z terenu Małopolski (okolice Kazimierzy Wielkiej). Światowit, t. XXXIX, s. 157–181.
- Aitken M. J., 1969, Thermoluminescent dosimetry of environmental radiation on archaeological sites. Archaeometry, 11, s. 109–114.
- Aitken, M.J., 1983, Radioactivity data using SI units. PACT No. 9, s. 65–71.
- Aitken M. J., 1985, Thermoluminescence dating. Academic Press.
- Aitken, M. J., 1998, Introduction to optical dating: the dating of Quaternary sediments by the use of photon-stimulated luminescence. Oxford University Press, Oxford.
- Aitken M. J., Tite M. S., Reid J., 1964, Thermoluminescent dating of ancient ceramics. Nature, 202, s. 1032-1033.
- Aitken M. J., Xie J., 1985, Moisture correction for annual gamma dose. Ancient TL, 8, s. 6–9.
- Bailiff I., 1976, Use of phototransfer for the anomalous fading of thermoluminescence. Nature 264, s. 531–533.
- Bailiff I., Aitken M. J., 1980, Use of thermoluminescence dosimetry for evaluation of internal beta doserate in archaeological dating. Nucl. Instr. Meth., 173, s. 423–429.
- Bard E., Hamelin B., Fairbanks R. G., Zindler A., 1990, Calibration of the <sup>14</sup>C timescale over the past 30,000 years using mass spectrometric U-Th ages from Barbados corals. Nature, 345, s. 405-410.
- Bard E., Hamelin B., Arnold M., Montaggioni L., Cabioch G., Faure G., Rougerie F., 1996, Deglacial sea-level record from Tahiti corals and the timing of global meltwater discharge. Nature, 382, s. 241-244.
- Benkö L., 1983, TL properties of individual quartz grains. PACT, 9, s. 179-181,
- Berger G. W., 1994, Thermoluminescence dating of sediments older than ~100 ka. Quaternary Science Reviews (Quaternary Geochronology), 13, s. 445-455.
- Bluszcz A., 1985, Datowanie termoluminescencyjne, Wszechświat, t. 36, s. 82-85.
- Bluszcz A., 1986a, Podstawy datowania osadów metodą termoluminescencji, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser. Mat.–Fiz., Z. 46, Geochronometria Nr 1, s. 109–124.

- Bluszcz A., 1986b, Stanowisko pomiarowe i metodyka pomiarów w Laboratorium TL w Gliwicach, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser. Mat.–Fiz., Z. 46, Geochronometria Nr 1, s. 147–157.
- Bluszcz A., 1987, Sprawozdanie z datowania termoluminescencyjnego próbek lessu z Odonowa; [w:] T. Madeyska Sprawozdania z Badań Naukowych KBCz PAN nr VII, s. 8-9.
- Bluszcz A., 1988, Thermoluminescence sensitivity changes of mineral grains after optical bleaching, Quaternary Sci. Rev., vol. 7, s. 321–323.
- Bluszcz A., 1989a, Datowanie ceramiki metodą termoluminescencyjną, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser. Mat.–Fiz., Z. 61, Geochronometria Nr 6, s. 193–201.
- Bluszcz A., 1989b, Results of TL dating of the loess profile at Odonów (Southern Poland) in the Gliwice TL Laboratory, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser. Mat.–Fiz., Z. 58, Geochronometria Nr 5, s. 91–105.
- Bluszcz A., 1989c, Wpływ przemrażania na termoluminescencję ziaren minerałów w glinach, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser. Mat.–Fiz., Z. 61, Geochronometria Nr 6, s. 213–218.
- Bluszcz A., 1995, Wykorzystanie paleodozymetrii jako metody datowania w archeologii i geologii, Zesz. Nauk. Pol. Śląskiej, Ser Mat.–Fiz. Z. 77, Geochronometria Nr 11, s. 57–88.
- Bluszcz A., 1996, Exponential function fitting to TL growth data and similar applications. Zesz. Nauk. Pol. Śl., seria Mat. Fiz., Z. 79, Geochronometria Nr 13, s. 135-141.
- Bluszcz A., 1997, On some problems of interpretation of physical dating methods results: an example of thermoluminescence dating. Suomen Muinaismuistoyhdistys, Iskos 11, s. 89-98.
- Bluszcz A., Bøtter–Jensen L., 1993, Calibration of a beta source using TL and OSL on quartz, Risø report no. Risø–I–725(EN), Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark, 21 s.
- Bluszcz A., Bøtter–Jensen L., 1995, Dosimetric properties of natural quartz grains extracted from fired materials. Radiation Measurements, v. 24, no. 4, s. 465–468.
- Bluszcz A., Kozarski S., Nowaczyk B., 1994, Termoluminescencyjne datowanie vistuliańskich pokryw lessowych Pomorza Zachodniego, Zesz. Nauk. Pol. Śl., Ser. Mat.-Fiz., Z. 71, Geochronometria Nr 10, s. 225-251.
- Bluszcz A., Pazdur M. F., 1981, Elektronowy rezonans paramagnetyczny nowa metoda określania wieku bezwzględnego osadów czwartorzędowych, Przegl. Geol., t. 29, s. 604–605.
- Bluszcz A., Pazdur M. F., 1985, Comparison of TL and <sup>14</sup>C dates of young eolian sediments a check of zeroing assumption, Nuclear Tracks, vol. 10, p. 703–710.
- Bluszcz A., Pazdur M. F., 1994a, Datowanie metodą termoluminescencji zabytkowej ceramiki z grodziska w Haćkach na Podlasiu, Zesz. Nauk. Pol. Śl., ser. Mat.–Fiz., Z. 70, Geochronometria Nr 9, s. 47–67.
- Bluszcz A., Pazdur M. F., 1994b, Porównanie typologicznego datowania ceramiki z wynikami fizycznych metod datowania. Światowit, t. XXXIX, s. 182–192.
- Bluszcz A., Pietrzak M., 1998a, Datowanie metodami OSL i TL próbek osadów pyłowych z profilu Łazy. Materiały III Seminarium Geneza, Litologia i Stratygrafia Utworów Czwartorzędowych, Poznań 1998, s. 18-20. (złożone do druku).

- Bluszcz A., Pietrzak M., 1998b, Stratygrafia osadów pyłowych z profilu "Łazy" na Pogórzu Wiśnickim. Materiały III Seminarium Geneza, Litologia i Stratygrafia Utworów Czwar-torzędowych, Poznań 1998, s. 21-22. (złożone do druku).
- Bluszcz A., 1999, Combined OSL and TL dating of young sediments possibilities for new interpretations. (złożone do druku).
- Bortolot V. J., 1997, Improved OSL excitation with fiberoptics and focused lamps. Radiation Measurements, 27, s. 101-106.
- Bortolot V. J., 1999, A new modular high capacity OSL reader system. Books of Abstracts of 9th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Rome 6-10.09.1999, s. 151.
- Bøtter–Jensen L., Mejdahl V., 1988, Assessment of beta dose rate using a GM multicounter system. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 14, s. 187–191.
- Bøtter–Jensen L., Duller G. A. T., 1992, A new system for measuring OSL from quartz samples. Nuclear Tracks and Radiation Measurements 20, s. 549–553.
- Bøtter–Jensen L., Duller G. A. T., Murray A. S., 1999, Advances in luminescence measurement systems. Books of Abstracts of 9th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Rome 6-10.09.1999, s. 63.
- Butrym J., 1987, Wiek TL lessów z profilu w Odonowie k. Kazimierzy Wielkiej; [w:] T. Madeyska Sprawozdania z Badań Naukowych KBCz PAN nr VII, s. 10-15.
- Chruścińska A., Oczkowski H. L., 1994, Datowanie metodą termoluminescencji. Postępy Fizyki t. 45, z. 6, s. 573–587.
- Curie D., 1960, Luminescence cristalline. Dunod, Paris. (przekład polski Luminescencja kryształów. PWN, 1965)
- Daniels F., Boyd C. A., Saunders D. F., 1953, Thermoluminescence as a research tool. Science, 117, s. 343-349.
- Duller G. A. T., 1991, Equivalent dose determination using single aliquots. Nuclear Tracks and Radiation Measurements 18, s. 371–378.
- Duller G. A. T., Bøtter–Jensen L., Murray A. S., Truscott A. J., 1999, Optical dating of single sand-sized grains of quartz: sources of variability. Books of Abstracts of 9th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Rome 6-10.09.1999, s. 27.
- Duller G. A. T., Bøtter–Jensen L., Kosiek P., 1998, A high-sensitivity OSL scanning system for measurement of single sand-sized grains. Abstracts of 12th International Conference on Solid State Dosimetry, Burgos 5-10.07.1998, s. 55.
- Efron B., Tibshirani R. J., 1993, An Introduction to the Bootstrap. New York, Chapman and Hall: 436 s.
- Fleming, S.J., 1979, Thermoluminescence Techniques in Archaeology. Clarendon Press, Oxford.
- Galloway R. B., 1996, Equivalent dose determination using only one sample: alternative analysis of data obtained from infrared stimulation of feldspars. Radiation Measurements, 26, s. 103-106.

- Goslar T., Wohlfarth B., Björck S., Possnert G., Björck J., 1998, Variations of of atmospheric <sup>14</sup>C concentrations over the Alleröd-Younger Dryas transition. Climate Dynamics, 15, s. 29-42.
- Grogler N., Houtermans F. G., Stauffer H., 1960, Über die Datierung von Keramik und Ziegel durch Thermolumineszenz. Helvetica Physica Acta, 33, s. 595-596.
- Huntley D. J., Godfrey–Smith D. I., Thewalt M. L. W., 1985, Optical dating of sediments. Nature, 313, s. 105–107.
- Huntley D. J., Hutton J. T., Prescott J. R., 1993, The stranded beach-dune sequence of southeast South Australia: A test of thermoluminescence dating, 0-800 ka. Quaternary Science Reviews, 12, s. 1-20.
- Hütt G., Jaek I., Chonka J., 1988, Optical dating: K-feldspars optical response stimulation spectra. Quaternary Science Reviews, 7, s. 381-385.
- Hütt G., Jaek I., 1990, Photoluminescence dating of alkali feldspars: physical background, equipment and some results. Radiation Protection Dosimetry, 34, 1/4, s. 73-74.
- Ichikawa Y., 1965, Dating of ancient ceramics by thermoluminescence. Bulletin of the Institute of Chemical Research, Kyoto University, 43, s. 1-6.
- Ikeya M., 1975, Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance. Nature, 255, s. 48-50.
- Jabłoński A., 1935, Über den Mechanismus der Photolumineszenz von Farbstoffphosphoren. Z. Phys., 94, s. 38.
- Jabłoński A., 1950, Fotoluminescencja kryształów. Postępy Fizyki, I, 5-6, s. 249-275.
- Jersak. J., 1976, Investigations of fossil soil complexes and loess series at Odonów near Kazimierza Wielka. Bull. Societe de Sciences et des Lettres de Łódź, v. 26, no. 2, s. 1-4.
- Kennedy G. C., Knopf L., 1960, Dating by thermoluminescence. Archaeology, 13, s. 147-148.
- Kobyliński Z., 1989, Chronologia osadnictwa w Haćkach na Podlasiu: przesłanki archeologiczne i radiowęglowe. Zesz. Naukowe Politechniki Śląskiej, Seria Mat.-Fiz. z. 61, Geochronometria Nr 6, s. 165-173.
- Kozarski S., 1986, Skale czasu a rytm zdarzeń geomorfologicznych vistulianu na Niżu Polskim. Czasopismo Geograficzne t. 57 (2), s. 247-270.
- Liritzis Y., Galloway R. B., 1982, A new approach to the beta dosimetry of ceramics for thermoluminescence dating. Nucl. Instr. Meth., 201, s. 503–506.
- McKeever S. W. S., 1985, Thermoluminescence of Solids (s. 217–234 i 241–243). Cambridge University Press, Cambridge.
- Mazess R. B., Zimmerman D. W., 1966, Pottery dating from thermoluminescence. Science, 152, s. 347-348.
- Mejdahl V., 1969, Thermoluminescence dating of ancient Danish ceramics. Archaeometry, 11, s. 99-104.
- Mejdahl V., 1972, Dosimetry techniques in thermoluminescence dating. Risø Report No 261, DAEC, Research Establishment Risø.
- Mejdahl, V., 1979, Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains. Archaeometry, 21, s. 61–72.

- Mejdahl V., 1985, Thermoluminescence dating of partially bleached sediments. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 10, s. 711–715.
- Mejdahl V., Bøtter–Jensen L., 1994, A new OSL method based on single aliquot measurements. Quaternary Geochronology (Quat. Sc. Rev.) 13, s. 551-554.
- Miallier D., Faïn J., Sanzelle S., 1985, Single quartz grain thermoluminescence dating: an approach for complex materials. Nuclear Tracks, 10, 1/2, s. 163-168.
- Murray A. S., Roberts R. G., 1997, Determining the burial time of single grains of quartz using optically stimulated luminescence. Earth and Planetary Science Letters, 152, s. 163-180.
- Murray A. S., Roberts R. G., 1998, Measurement of the equivalent dose in quartz using a regenerative-dose single-aliquot protocol. Radiation Measurements, v. 29, no. 5, s. 503-515.
- Olley J. M., Caitcheon G. C., Murray A. S., 1998, The distribution of apparent dose as determined by optically stimulated luminescence in small aliquots of fluvial quartz: implications for dating young sediments. Quaternary Science Reviews (Quaternary Geochronology) w druku.
- Pazdur M. F., Bluszcz A., 1987a, Wykorzystanie chronometrii termoluminescencyjnej w chronostratygrafii czwartorzędu. Część I, Przegląd Geologiczny, t. 35, s. 566–570.
- Pazdur M. F., Bluszcz A., 1987b, Wykorzystanie chronometrii termoluminescencyjnej w chronostratygrafii czwartorzędu. Część II., Przegląd Geologiczny, t. 35, s. 624–628.
- Pazdur M. F., Michczyńska D., 1989, Improvement of the procedure for probabilistic calibration of radiocarbon dates. Radiocarbon, v. 31, s. 824-832.
- Pazdur M. F., Awsiuk R., Goslar T., Pazdur A., 1994, Chronologia radiowęglowa stanowiska w Haćkach na Podlasiu. Zesz. Naukowe Politechniki Śląskiej, Seria Mat.-Fiz. z. 70, Geochronometria Nr 9, s. 27-46.
- Pietrzak M., 1998a, Ocena geomorfologicznych skutków gospodarczej działalności człowieka prehistorycznego w obszarze progu Pogórza Wielickiego. [w:] Rola człowieka prehistorycznego w przemianach środowiska przyrodniczego, materiały sympozjum w Sosnowcu 2-3.04.1998 r.
- Pietrzak M., 1998b, Development of settlement and farming from the Neolithic period to date in the marginal zone of the Carpathian Foothills between the Raba and Uszwica rivers.[w:] Man and environment, red. W. Chełmicki, Prace Geograficzne IG UJ, zeszyt 103, Kraków.
- Prescott J. R., Huntley D. J., Hutton J. T., 1993, Estimation of equivalent dose in thermoluminescence dating – the "Australian slide" method. Ancient TL, 11, s. 1-5.
- Prószyńska-Bordas H., Bluszcz A., 1987, TL dating of the loess profile at Odonów (Poland) the interlaboratory comparison of dating techniques. Abstracts 5th Specialist Seminar on TL and ESR Dating. Cambridge.
- Prószyńska-Bordas H., Stańska-Prószyńska W., Prószyński M., 1987, Termoluminescencyjne wskaźniki wieku lessów i gleb kopalnych z przekroju w Odonowie (metoda i wyniki laboratorium warszawskiego). [w:] T. Madeyska Sprawozdania z Badań Naukowych KBCz PAN nr VII, s. 16-29.
- Ralph E. K., Han M. C., Dating of pottery by thermoluminescence. Nature, 210, s. 245-247.

- Shelkoplias V. N., Morozow G. V., 1965, Opridelenije otnositelnogo wozrasta chetwertichnykch otlozchenij srednego Pridneprowija termoluminestsentnim metodom.
  [w:] Osnownije problemy izuchenija chetwertichnogo pierioda. Moskwa, Nauka.
- Singhvi A. K., Bluszcz A., Murthy C. S. R., Someshwar Rao M., 1998, Synthesis of luminescence chronology of loess accumulation episodes and implications for global land-see correlation. In: Abstracts of PAGES Open Science Meeting, University of London, April 20-23 1998.
- Stankowski W., Bluszcz A., Nita M., 1999, Stanowiska osadów górnoczwartorzędowych Mikorzyn i Sławoszewek w świetle badań geologicznych, datowań radiowęglowych i luminescencyjnych oraz analiz palinologicznych. [w:] A. Pazdur, A. Bluszcz, W. Stankowski, L. Starkel (red.) Geochronologia górnego czwartorzędu Polski w świetle datowania radiowęglowego i luminescencyjnego. WIND – J. Wojewoda, Wrocław. s. 87-112.
- Wintle A. G., Huntley D. J., 1980, Thermoluminescence dating of ocean sediments. Canadian Journal of Earth Sciences, 17, 348-360.
- Wintle A. G., Prószyńska H., 1983, TL dating of loess in Germany and Poland. PACT, 9, s. 547-554.
- Yokoyama, Y., Nguyen, H.–V., Quaeqebeur, J.–P., Poupeau, G., 1982, Some problems encountered in the evaluation of annual dose–rate in the electron spin resonance dating of fossil bones. PACT No 6, s. 105–115.
- Zeller E. J., 1968, Use of Electron Spin Resonance for measurement of radiation damage. [w:]D. J. McDougall (ed.) Thermolumiescence of Geological Materials. Academic Press, London. Chapter 5.1.

Obszerne zestawienia literatury źródłowej, dotyczącej różnych aspektów wykorzystania metod luminescencji do datowania obiektów archeologicznych i geologicznych, można znaleźć w książkach M. J. Aitkena "Thermoluminescence dating" (Aitken, 1985) oraz "Introduction to optical dating: the dating of quaternary sediments by the use of photon-stimulated luminescence" (Aitken, 1998).

## DATOWANIE LUMINESCENCYJNE OSADÓW CZWARTORZĘDOWYCH – TEORIA, OGRANICZENIA, PROBLEMY INTERPRETACYJNE

#### Streszczenie

Datowanie luminescencyjne jest wykorzystywane w geologii od połowy lat 1960 i, zwłaszcza w ostatnim okresie, dzięki rozwojowi nowych metod i wprowadzeniu automatycznej aparatury można mówić o prawdziwym zalewie wyników datowania różnych osadów. Również w Polsce, gdzie działają cztery laboratoria wykonujące datowania metodami TL i OSL, liczbę datowań szacuje się na tysiące. Wydaje się jednak, że wśród większości użytkowników brak jest wiedzy na temat podstaw samej metody, a zwłaszcza jej ograniczeń, które rzutują na możliwości interpretowania uzyskanych rezultatów. Prezentowana praca stara się wypełnić te braki i adresowana jest przede wszystkim do szerokiego grona przyrodników już wykorzystujących lub zamierzających korzystać z możliwości luminescencyjnych metod datowania.

Praca przedstawia fizyczne podstawy metody i zasadnicze zagadnienia związane z pomiarami luminescencji, dawek pochłoniętych i mocy dawek – to jest wielkości, których wartości są niezbędne do określenia wieku luminescencyjnego. Jednak większy nacisk położono na ograniczenia i niepewności wyników wynikające z samych pomiarów, jak i możliwych odstępstw od założeń, z których korzysta metoda, w rzeczywistych przypadkach.

Duża część pracy została poświęcona analizie uzyskanych rezultatów i możliwości ich interpretacji. Tezy stawiane przez autora zostały zilustrowane za pomocą 160 wyników datowania prób z 7 stanowisk, w większości (132 daty) wykonanych przez autora. Niezależnie od tych przykładów przedstawiono w pracy analizę i interpretację dużego zestawu dat TL otrzymanych dla próbek lessu, obejmującego 457 wyników otrzymanych w wielu laboratoriach na świecie.

W załączonych na końcu dodatkach przedstawiono zasady pobierania prób osadów przeznaczonych do datowania metodami luminescencyjnymi, oraz podstawowe informacje o procedurach laboratoryjnych stosowanych w Laboratorium Datowania Luminescencyjnego Zakładu Zastosowań Radioizotopów Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

## LUMINESCENCE DATING OF QUATERNARY SEDIMENTS – THEORY, LIMITATIONS, INTERPRETATION PROBLEMS

#### Abstract

Luminescence dating has been applied in geology for about 35 years and, especially in a recent period, due to development of new methods and with an advent of automatic measurement equipment we may see a real flood of new dating results obtained for different sediments. Also in Poland, where four laboratories date geological samples by TL and OSL methods, the total number of dates is estimated to several thousands. It seems however, that there is a gap between the knowledge of most users of dating results about the method and its actual deficiencies that limit possibilities of interpretation of obtained results. The present work is aimed at filling this gap and has been addressed first of all to a wide range of natural scientists, who already apply or plan to apply luminescence dating in their work.

The work presents a physical basis of the method and fundamental problems related to measurements of luminescence, absorbed dose and dose-rate – that is those quantities, which values are necessary to determine a luminescence age. Still more stress has been applied to limitations and uncertainties of results resulting from measurement procedures as well as from possible departures from assumptions the method bases on, which occur in real cases.

A substantial part of the work has been devoted to an analysis of obtained results and to possible interpretations. The theses put forward by the author have been illustrated by means of 160 dating results obtained for samples from 7 sites, in most cases produced by him (132 dates). Independently from these examples, the work presents an analysis and interpretation of a large set of 457 TL dates obtained for loess samples in different laboratories.

Two Appendices contain additional information concerning collecting sediment samples for dating by luminescence methods, and laboratory procedures that are applied in the Luminescence Dating Laboratory of the Department of Radioisotopes of the Institute of Physics, Silesian University of Technology in Gliwice.