

TL, OSL ed EPR
Tre Metodologie per la Datazione

Sebastiano Olindo Troja

Datazione assoluta e relativa di sedimenti

DATAZIONE ASSOLUTA

Collocazione di un evento in una scala temporale

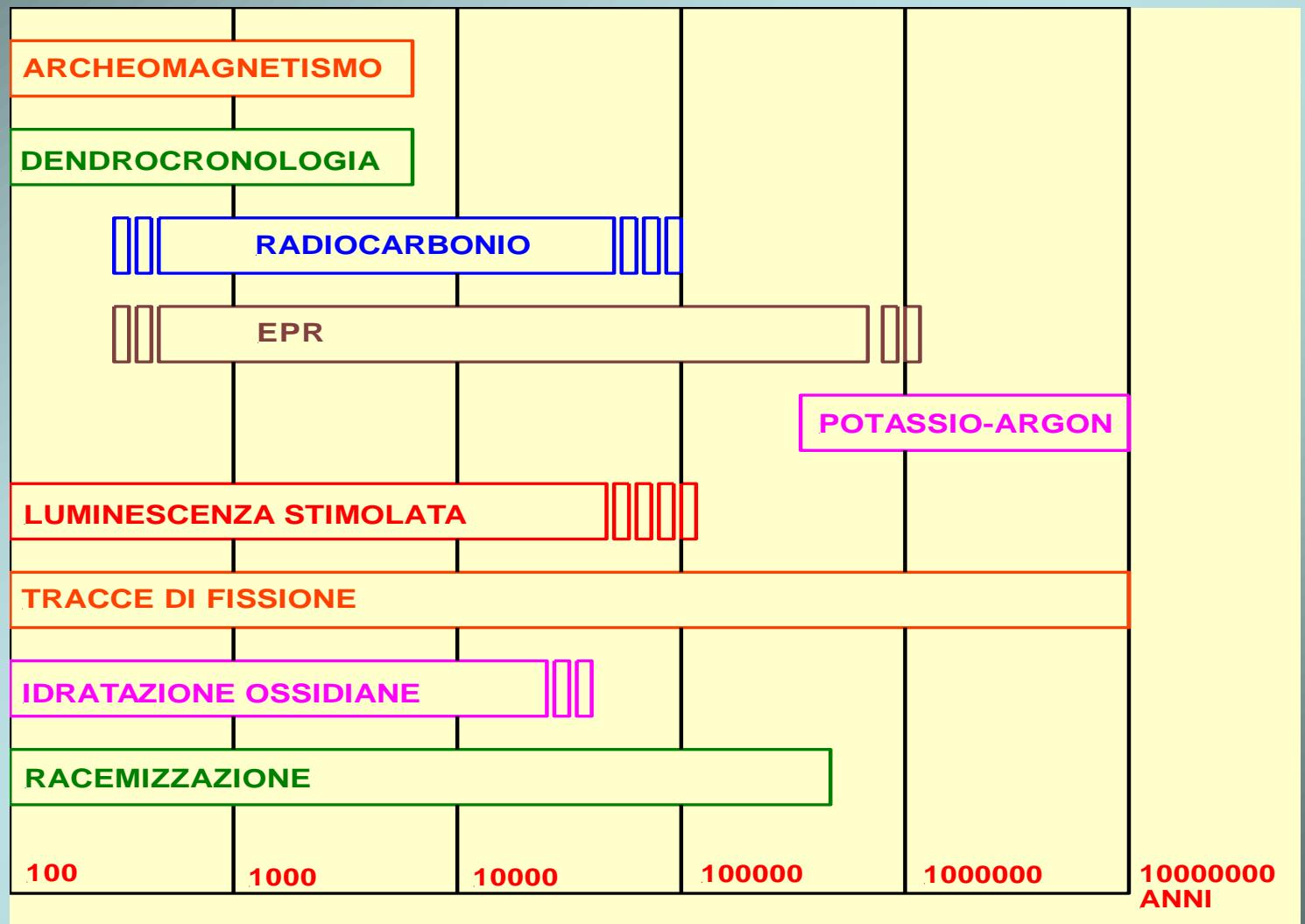
DATAZIONE RELATIVA

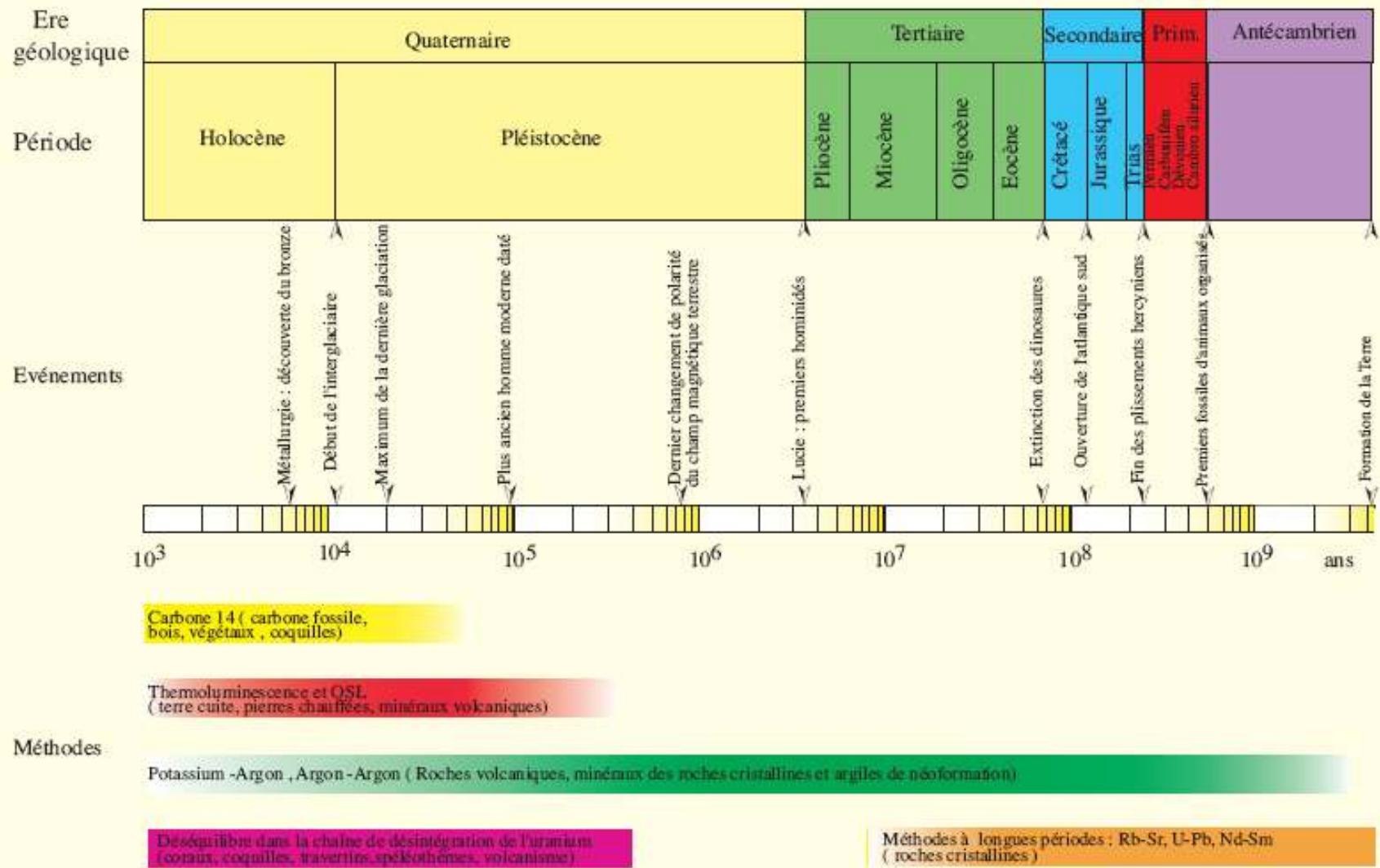
Ordinamento temporale di un evento rispetto ad uno che
lo precede o che lo segue

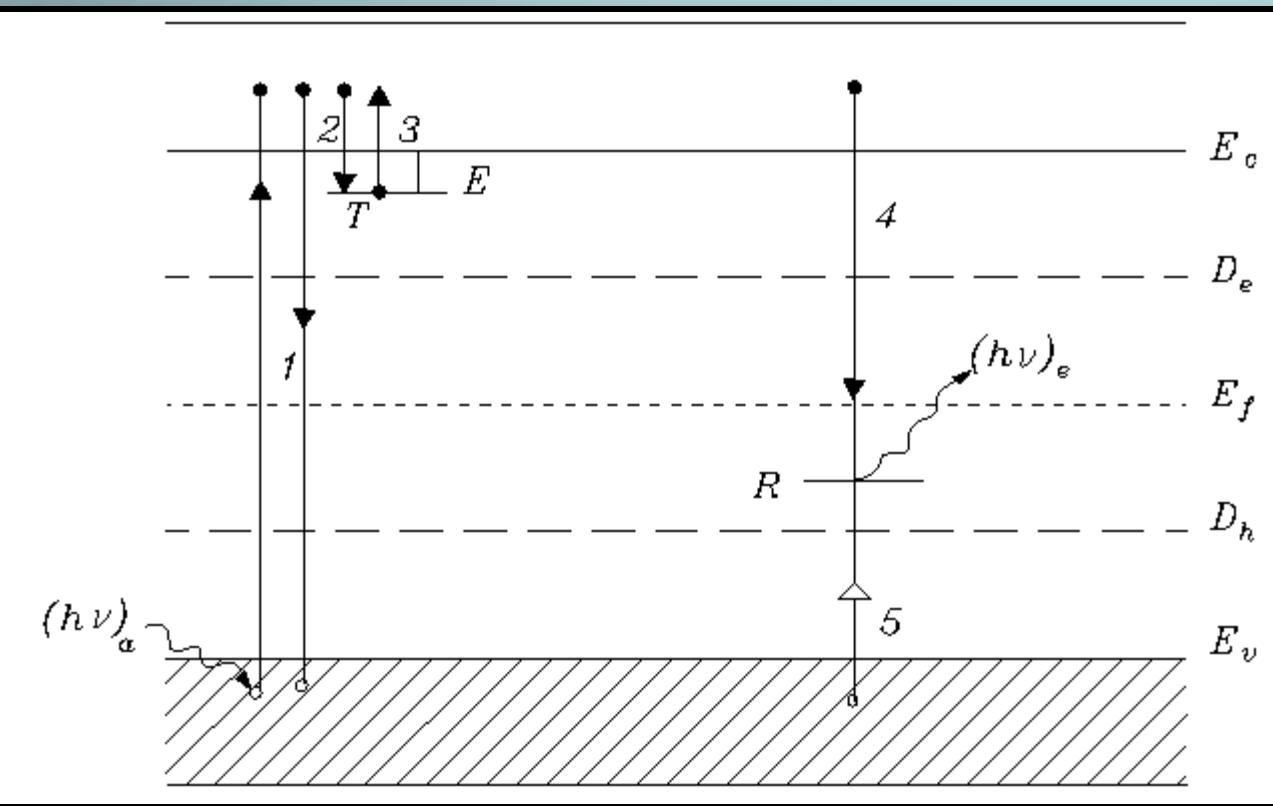
- Una grandezza fisica che vari nel tempo secondo una legge conosciuta e la cui “intensità” sia correlabile al tempo intercorso fra un evento del passato, che si vuole datare, ed il momento in cui viene effettuata la sua misura in laboratorio

Radioisotopi e datazione

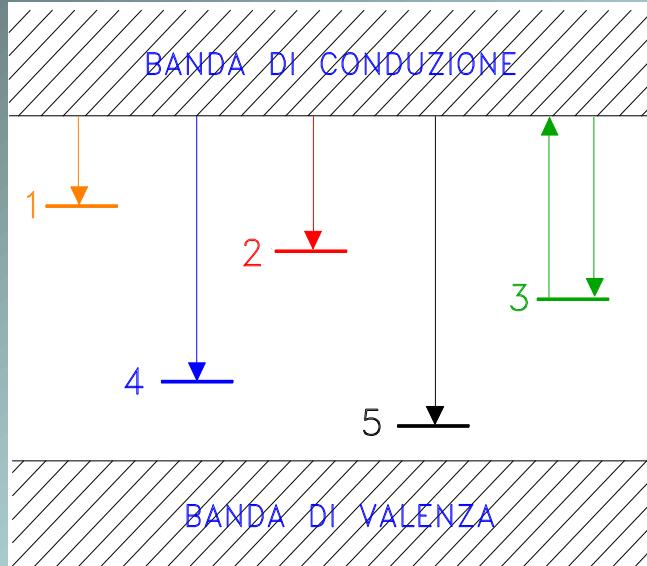
Elemento progenitore	Tempo di dimezzamento (a)	Elemento figlio	Materiali datati
Carbonio-14	5730	Azoto-14	Materiali organici
Uranio-235	723 milioni	Piombo-207	Zircone, Uraninite, Pechblenda
Potassio-40	1.300 milioni	Argon-40	Muscovite, Biotite, Orneblenda, Feldspato potassico, Rocce vulcaniche
Uranio-238	4.510 milioni	Piombo-206	Zircone, Uraninite, Pechblenda
Torio-232	13.900 milioni	Piombo-208	Rocce vulcaniche
Rubidio-87	47.000 milioni	Stronzio-87	Miche, Feldspati potassici, Rocce metamorfiche







Modello di Mc Keever

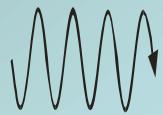


- 1 Trappola termicamente instabile
- 2 Trappola termicamente stabile (TL)
- 3 Trappola termicamente disconnessa otticamente stimolabile (OSL)
- 4 Centro di ricombinazione LUMINESCENTE
- 5 Centro di ricombinazione NON LUMINESCENTE

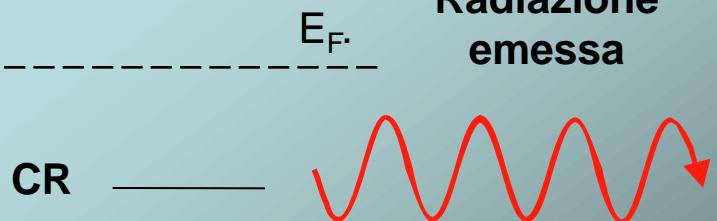
$$\frac{dm_4}{dt} = I_{OSL} \Rightarrow n \leftarrow n \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$$

Luminescenza

Radiazione
Ionizzante
 α , β , γ , cosmica



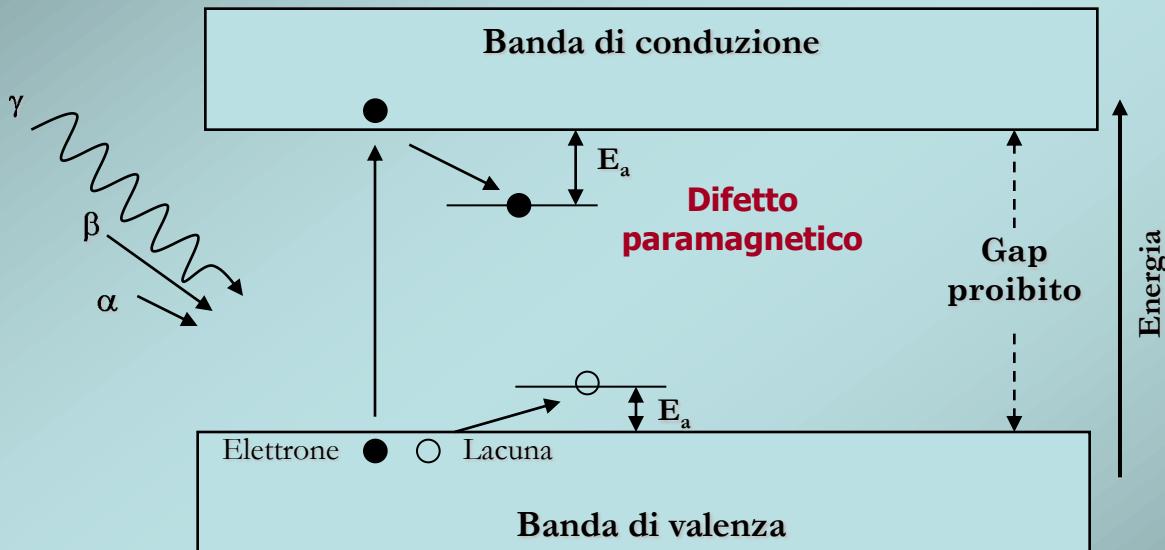
Banda di conduzione



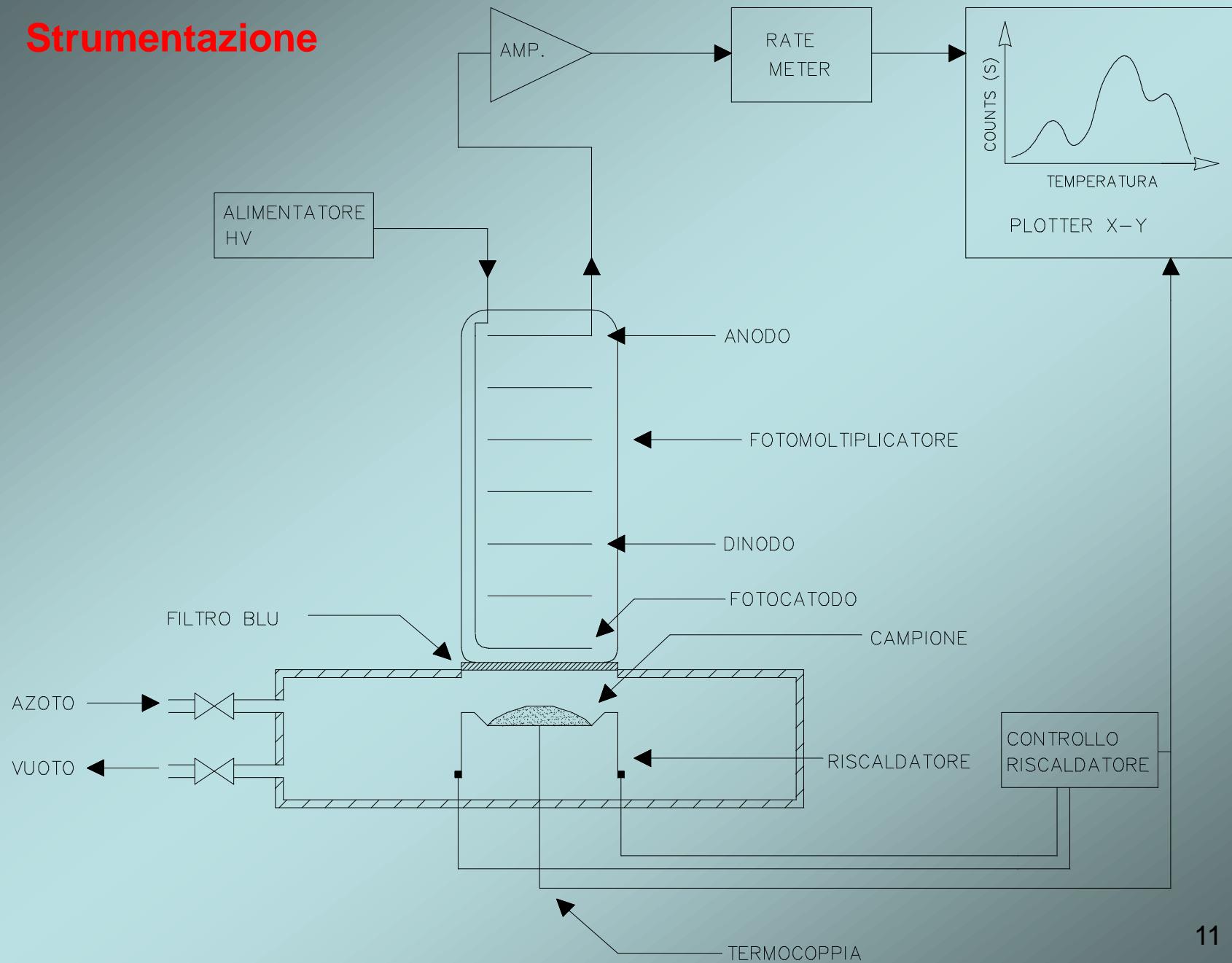
Banda di valenza

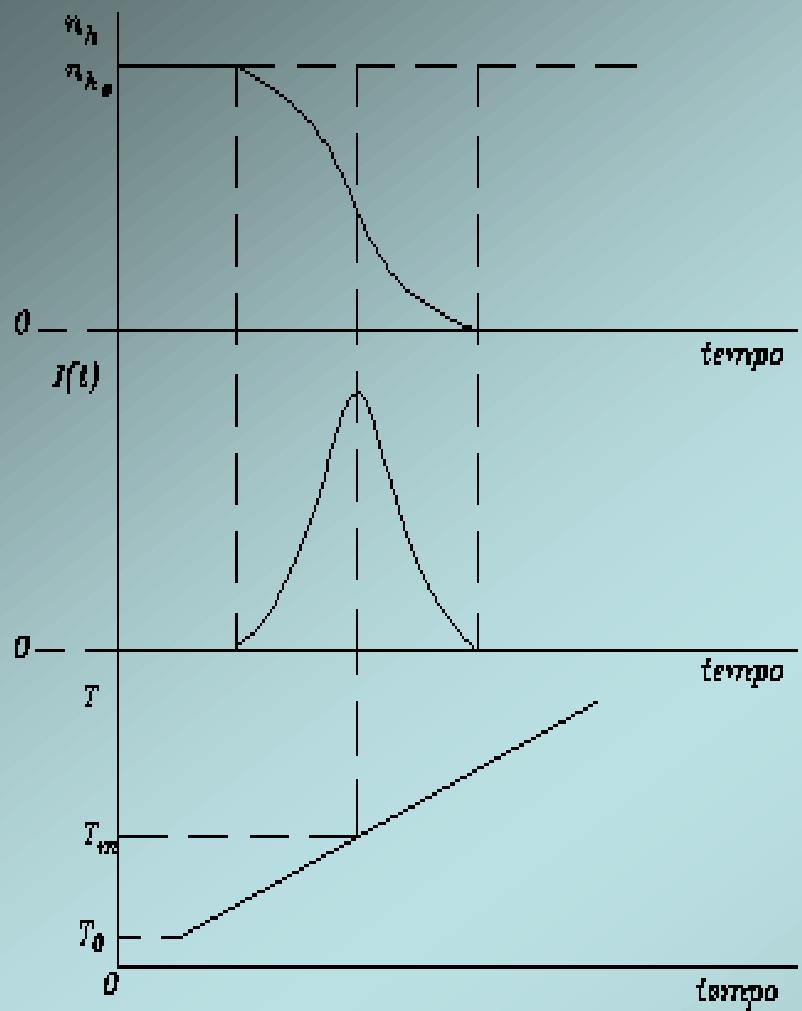
Radiazione
emessa

ESR



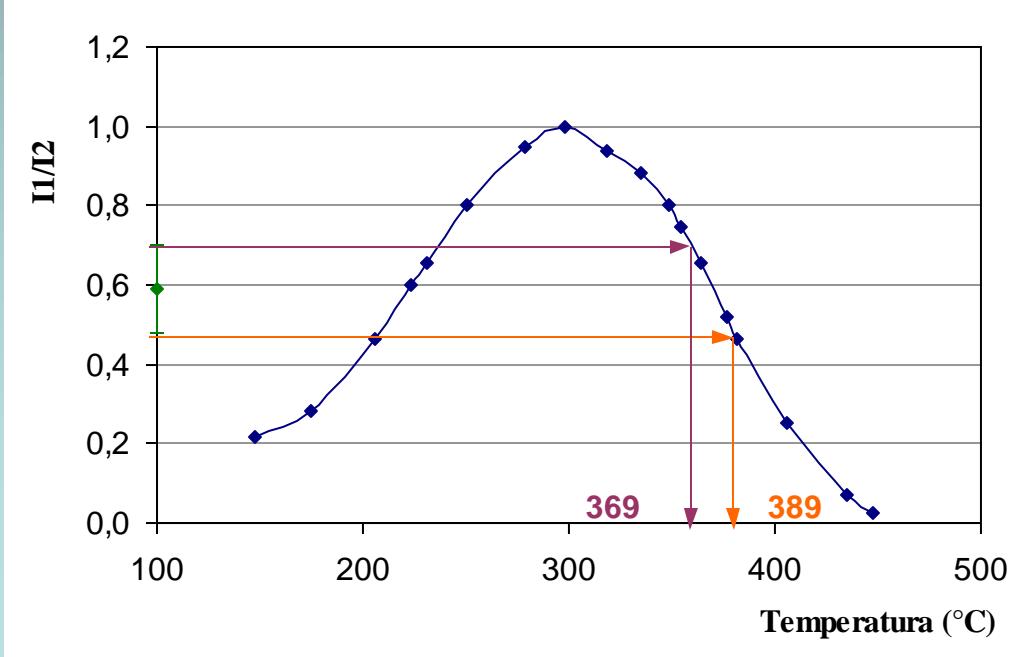
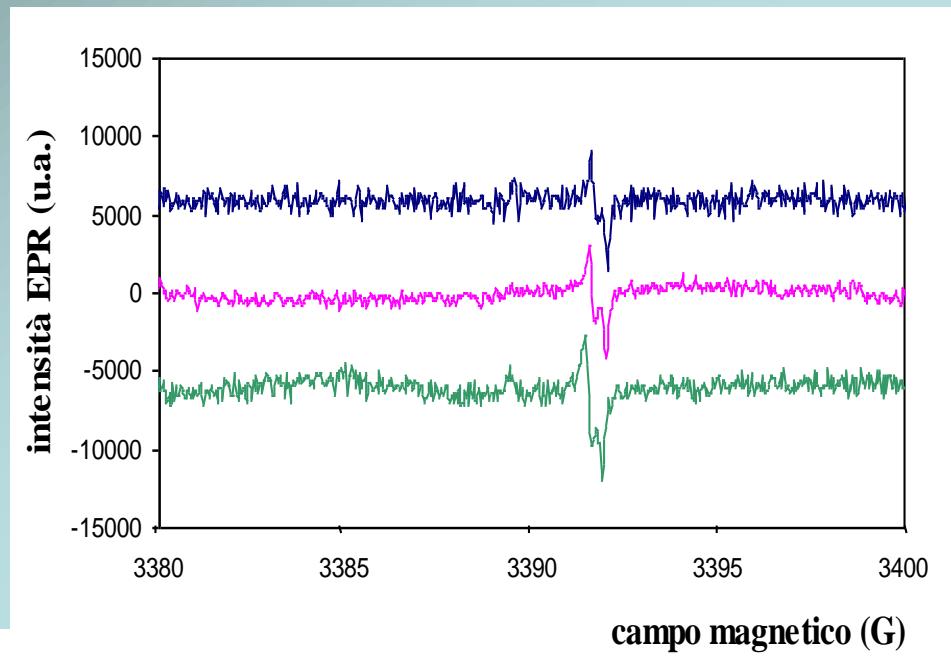
Strumentazione



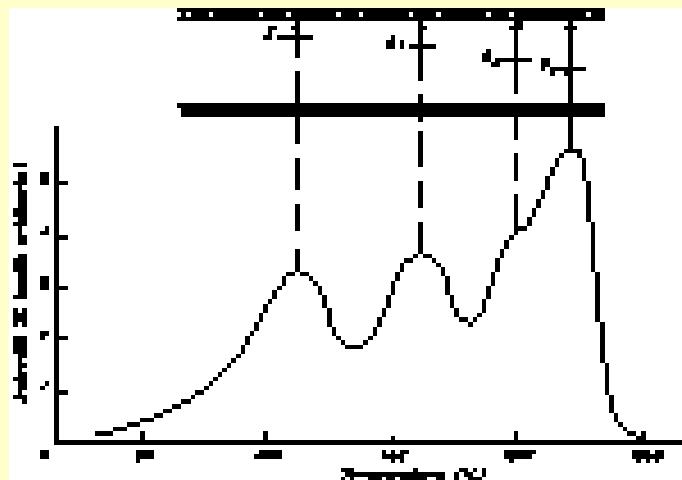


McKeever, 1985

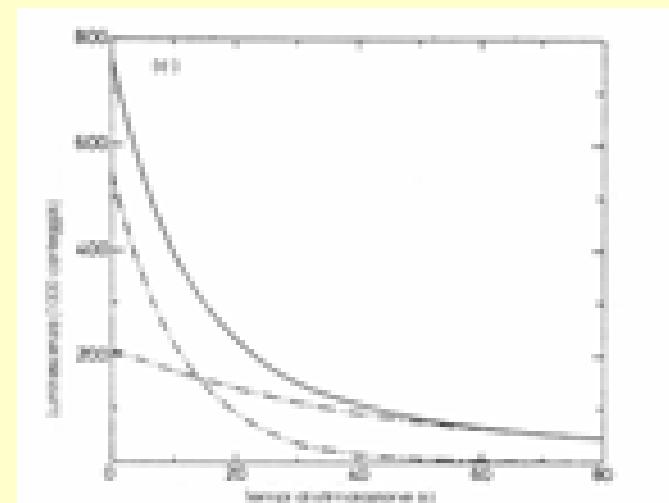
Determinazione della temperatura equivalente di riscaldamento



Glow-Curve



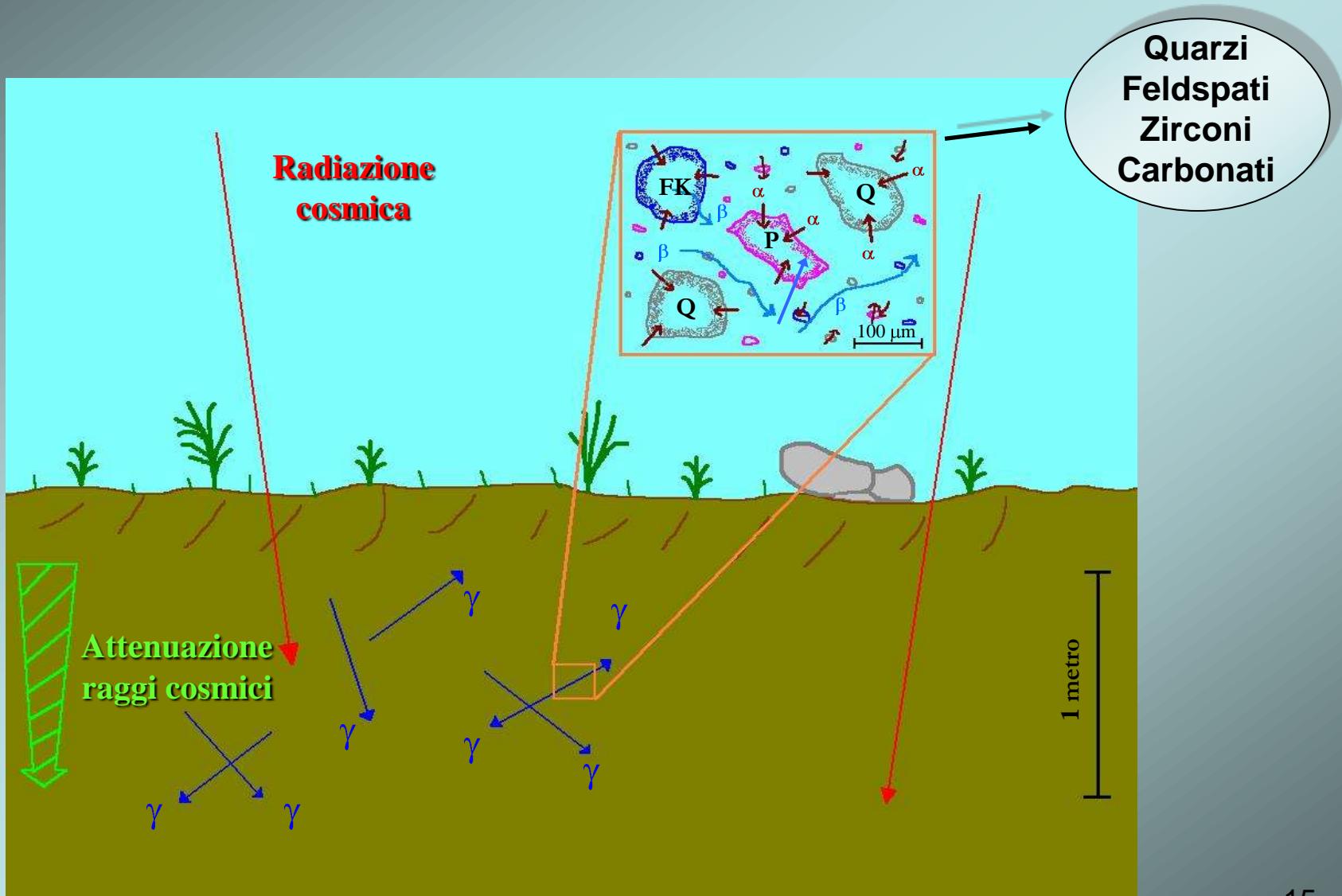
Decay-Curve



$$I(T) = n_0 \exp\left(-\frac{E}{KT}\right) \exp\left[-\frac{s}{\beta} \int_0^T \exp\left(-\frac{E}{KT}\right) dT\right]$$

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{t}{\Gamma}\right)$$

Assorbimento di dose



^{40}K

Elemento	Vita Media	Emissione α (MeV)	Emissione β (keV)	Emissione γ (MeV)
K40	1.277×10^9 a	-	583 (Ca40) (Ar40)	1.461

Catena $^{232}\text{Th} \rightarrow ^{208}\text{Pb}$

Elemento	Vita Media	Emissione α (MeV)	Emissione β_{\max} (keV)	Emissione γ (MeV)
Th232	1.39×10^{10} a	4.007 3.952 3.882	stabile	
Ra228	5.75 a	-	55	
Ac228	6.13 h	-	2110	0.338 0.911 0.969
Th228	1.913 a	5.421 5.338 5.208 5.173 5.137	stabile	
Ra224	3.66 g	5.684 5.447	stabile	
Rn220	55.6 s	6.296 5.761	stabile	
Po216	0.145 s	6.777	stabile	
Pb212	10.64 h	-	580	0.239
Bi212	60.6 min	6.09 6.05	2250	
Po212	3.04×10^{-7} s	8.780	-	
Tl208	3.1 min		1800	0.583 2.615

Catena $^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb}$

	Vita Media	Emissione α (MeV)	Emissione β (keV)	Emissione γ (MeV)
U238	4.468×10^9 a	4.195 4.147 4.038	stabile	
Th234	24.10 g	-	191 103	0.633 0.924 0.928
Pa234	1.18 min 6.7 h	-	2290 530 1130 1300	1.001 1.121 1.765
U234	2.48×10^5 a	4.768 4.717 4.600	stabile	
Th230	7.52×10^4 a	4.682 4.615 4.476 4.437	stabile	
Ra226	1.6×10^3 a	4.781 4.598 4.340 4.191	stabile	0.186
Rn222	3.824 g	5.486 4.983		
Po218	3.05 min	6.110	330	
Pb214 At218	26.8 min 2 s	- 6.70 6.65	1030 670	0.242 0.295 0.352

Catena $^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb}$

	Vita Media	Emissione $e\alpha$ (MeV)	Emissione β (keV)	Emissione γ (MeV)
Bi214	19.7 min	5.61	3260	0.609 1.120 1.765 2.204 2.448
Po214	1.64×10^{-4} s	7.83	-	
Tl210 Pb210	1.32 min 22 a	-	2300	
Bi210	5.02 g	4.93 4.89 4.59	17 64	
Hg206 Po210	8.6 min 138.3 g	- 5.305	1300	
Tl206	4.19 min		1520	
Pb206				



Catena $^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb}$

Elemento	Vita Media	Emissione α (MeV)	Emissione β (keV)	Emissione γ (MeV)
U 235	7.13×10^8 a	4.391 4.361 4.1-4.6	stabile	0.093 0.144 0.186 0.241
Th231	25.64 h	-	300	0.093
Pa231	3.43×10^4 a	5.050 5.016 4.999 4.938 4.724	stabile	0.243 0.341
Ac227	22 a	4.949 4.937 4.866 4.849	46	
Th227	18.17 g	6.036 5.976 5.755 altri 9	stabile	0.235 0.236
Fr223	21 min	5.340	1150	
Ra223	11.68 g	5.745 5.714 5.605 5.538		0.144 0.338 0.609
At219 Rn219	0.9 min 3.92 s	6.28 6.813 6.547 6.419	n.d.	

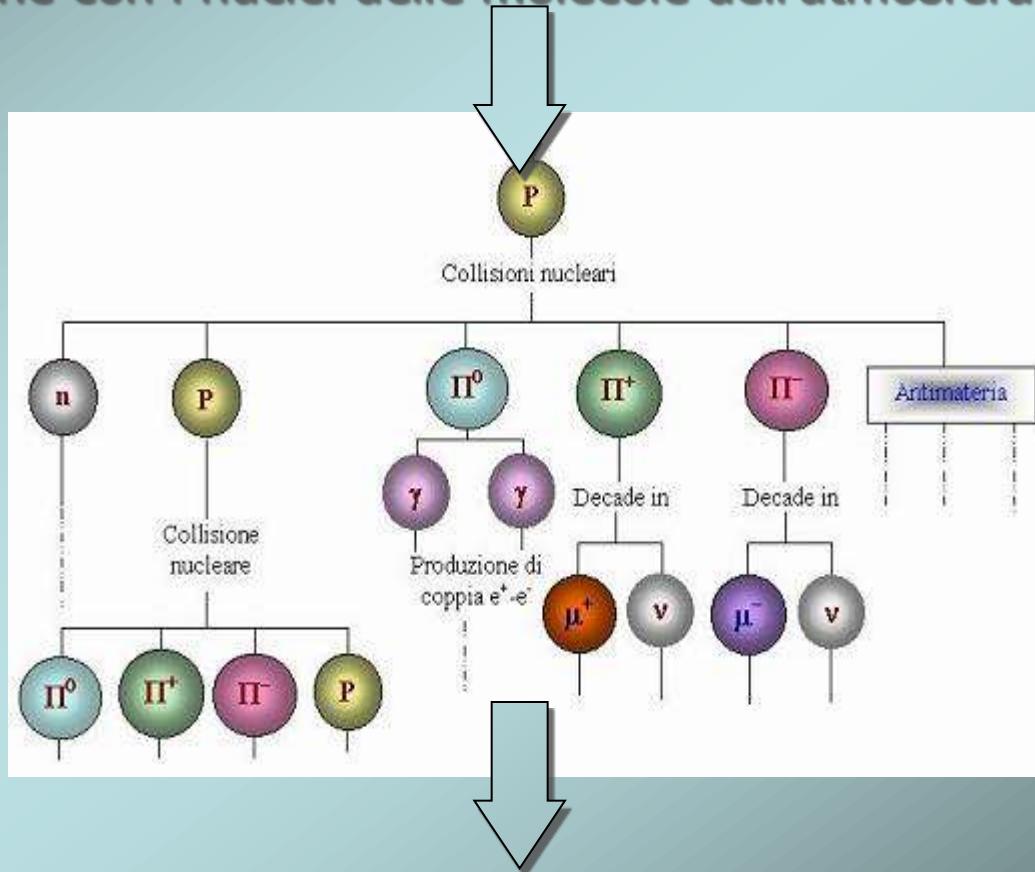
Catena $^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb}$				
Elemento	Vita Media	Emissione $e\alpha$ (MeV)	Emissione $e\beta$ (keV)	Emissione $e\gamma$ (MeV)
Bi215	8 min	-	n.d.	
Po215	1.83 ms	7.384		
Pb211	36.1 min	-	1355 951 525 251	
Bi211	2.16 min	6.617 6.273	n.d.	0.351
Po211	0.52 s	7.434 6.895		
Tl207	4.79 min	-	1440	
Pb207				



Raggi cosmici

Principalmente **protoni**, ma anche e^- , α , γ , neutrini

Interazione con i nuclei delle molecole dell'**atmosfera terrestre**



Al livello del mare si hanno principalmente **muoni**, protoni, elettroni, ...

Metodologia di datazione

IPOTESI DI APPLICABILITA'

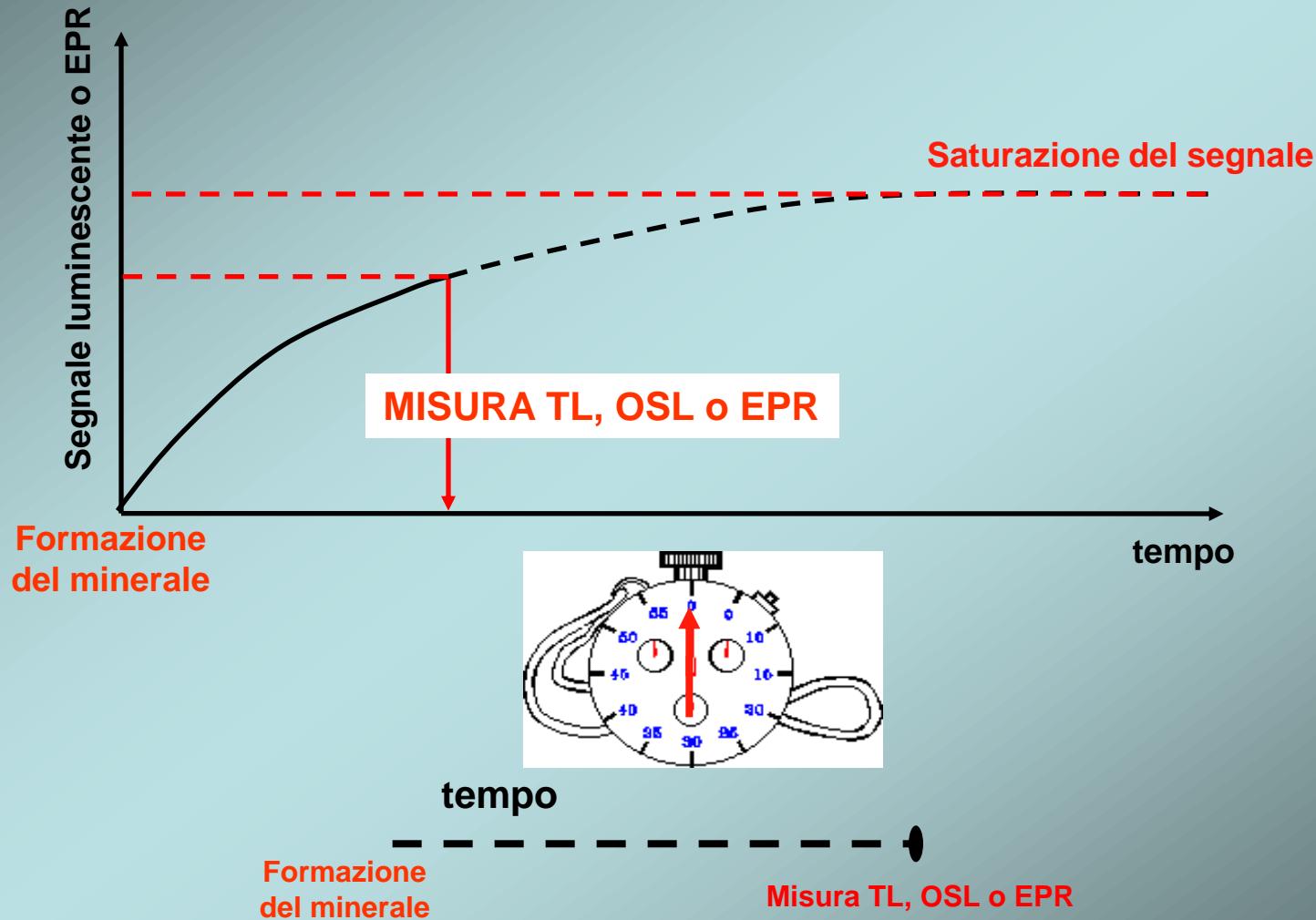
Se il numero di elettroni
intrappolati, è proporzionale alla
dose ricevuta nel tempo
(TL), (OSL), (EPR)

Se \exists un evento azzerante :
riscaldamento,
bleaching solare,
formazione del minerale

*Se l'irraggiamento naturale è
continuo e costante*

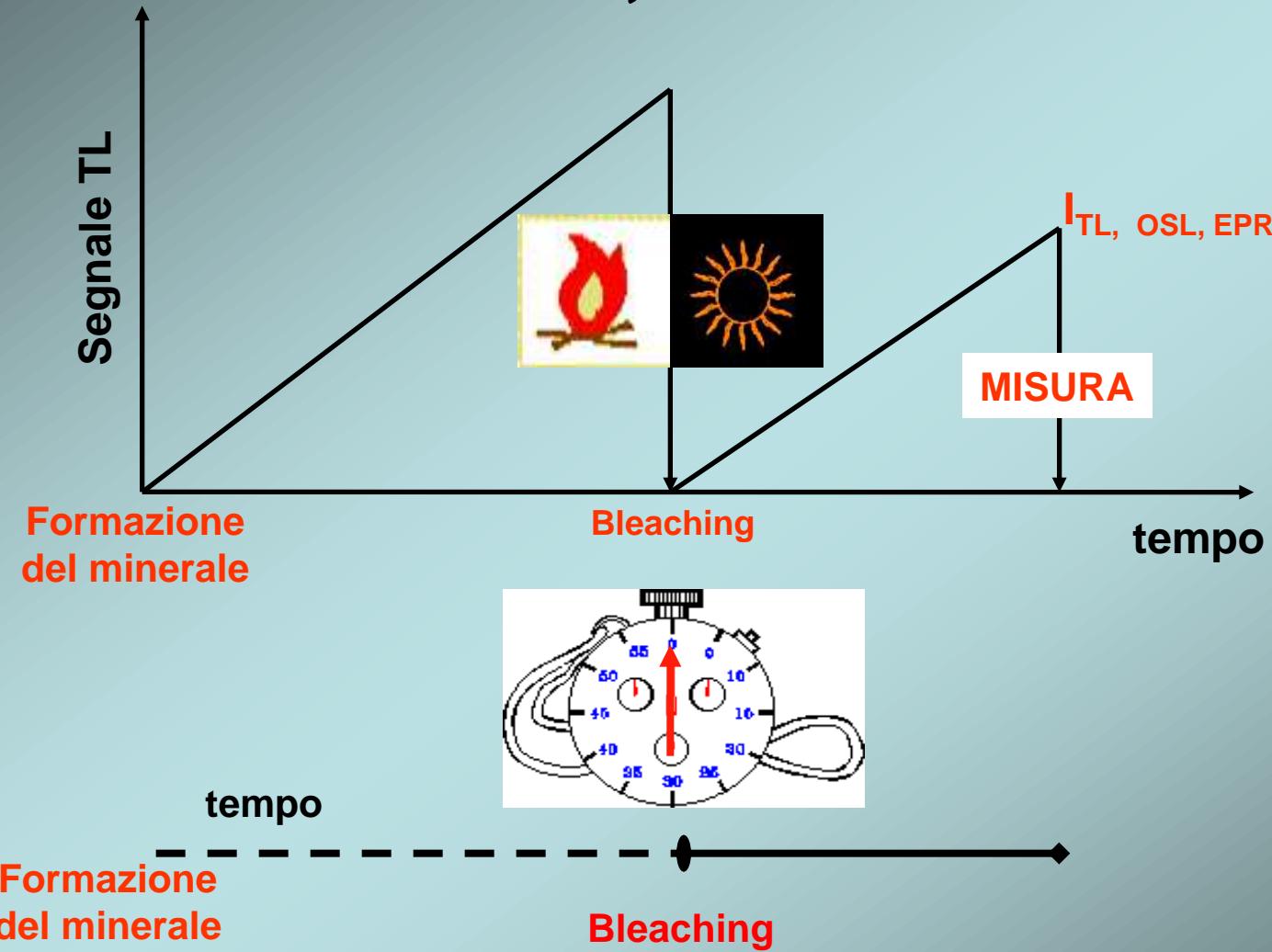
Datazione TL, OSL e EPR

Inclusioni cristalline che mantengono la loro dose geologica
(tipicamente carbonati quali speleotemi, gusci di conchiglie....)



Età = Intervallo di tempo **formazione del minerale/misura**

Datazione TL, OSL ed EPR



Età = Intervallo di tempo bleaching/misura



Catena dell'uranio 238 (semplificata) in equilibrio secolare



Catena del torio 232 (semplificata) in equilibrio secolare

Problema

Differenze chimiche fra i diversi elementi delle catene

Disequilibrio

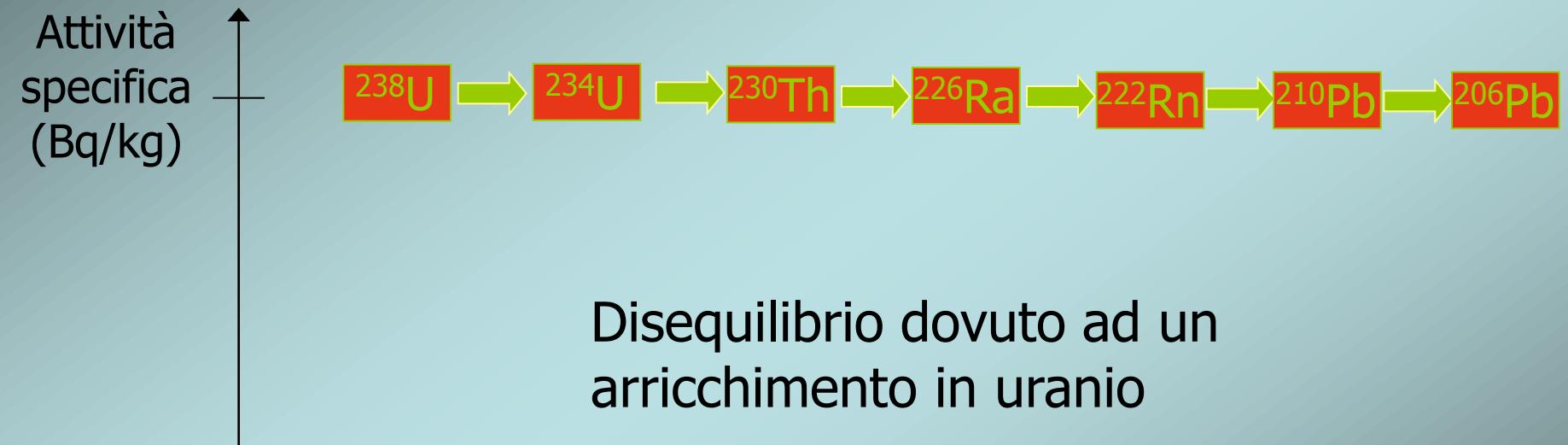
Calcolo della Dose Annua

$$D_a = D_{\text{int}} + D_{\text{ext}} = (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{\text{int}} + (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{\text{ext}} + D_{\text{cosm}}$$

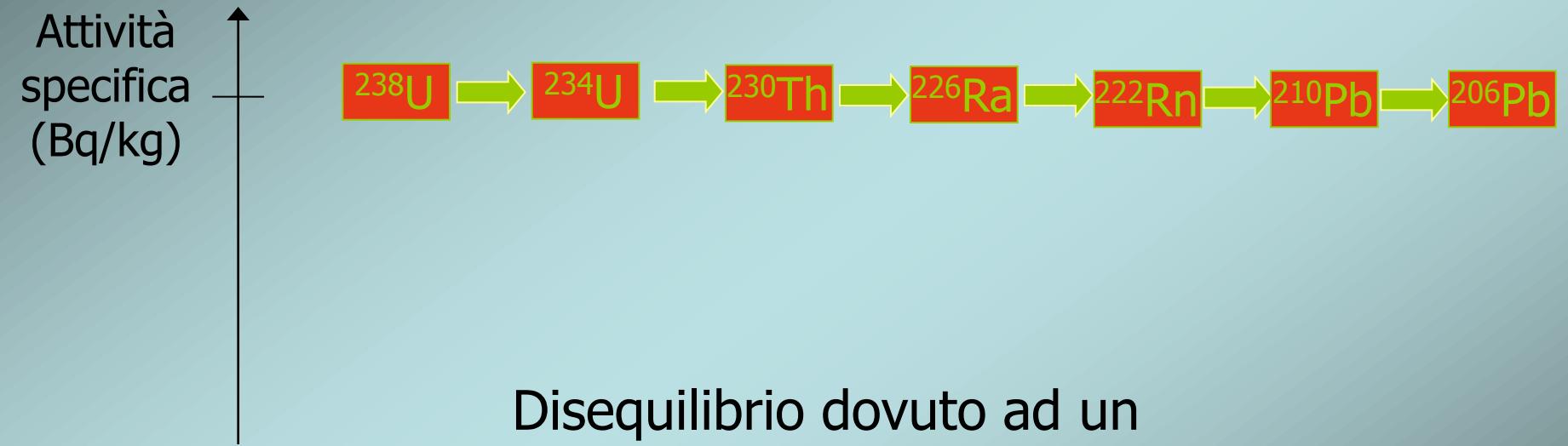
	D_α (Gy/ka)	D_β (Gy/ka)	D_γ (Gy/ka)
^{238}U (1 ppm)	0.218	0.146	0.113
^{232}Th (1 ppm)	0.061	0.027	0.048
^{40}K (1 %)	—	0.782	0.243

(Adamiec and Aitken, 1998)

Disequilibrio

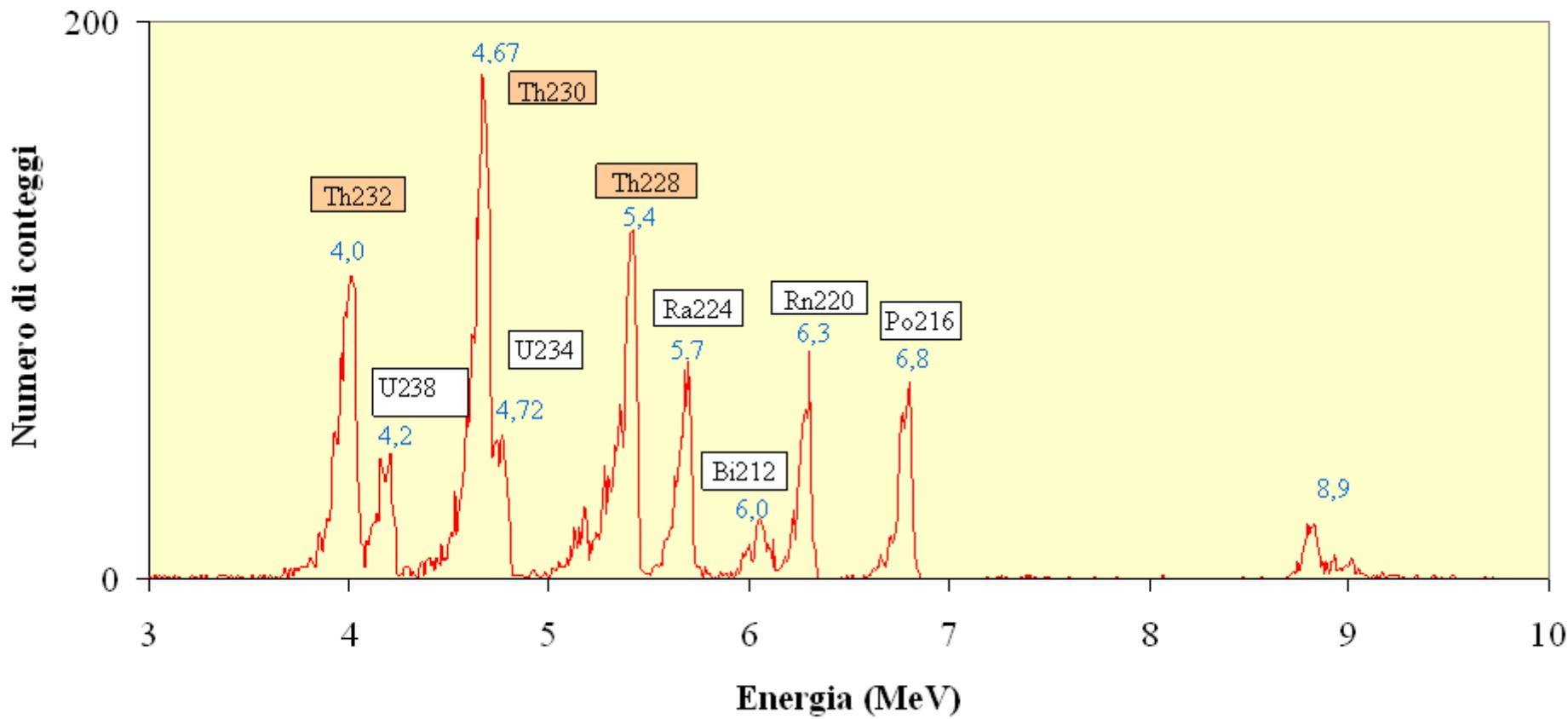


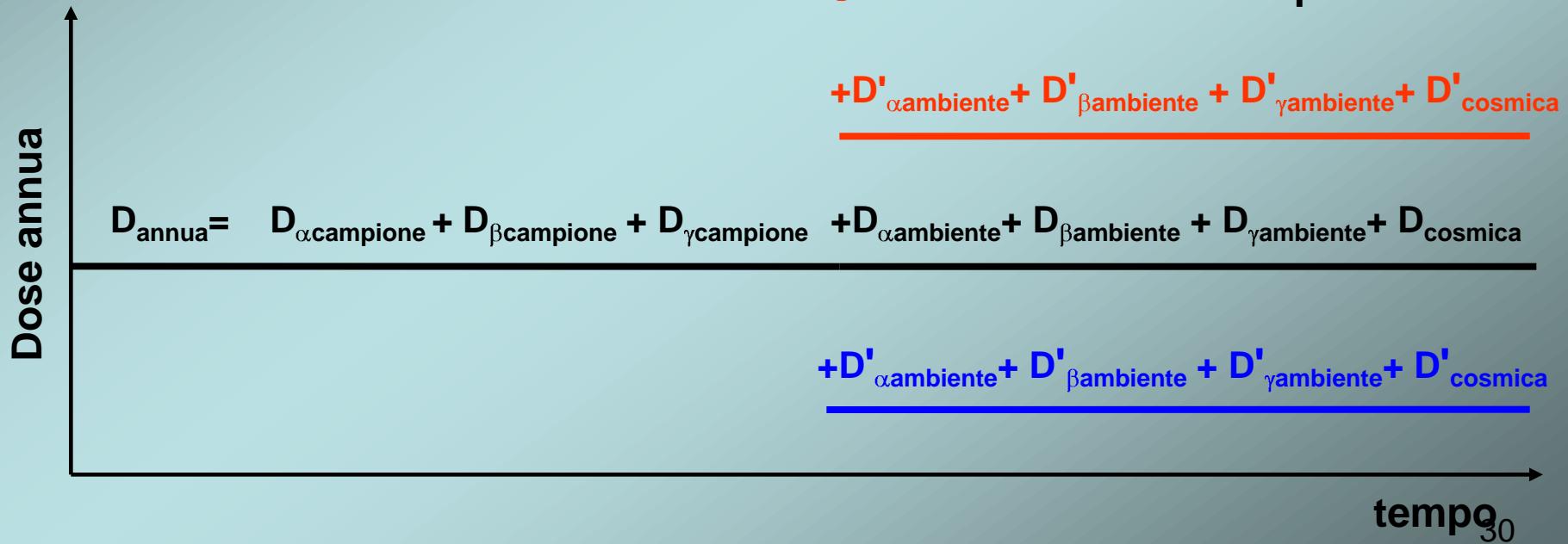
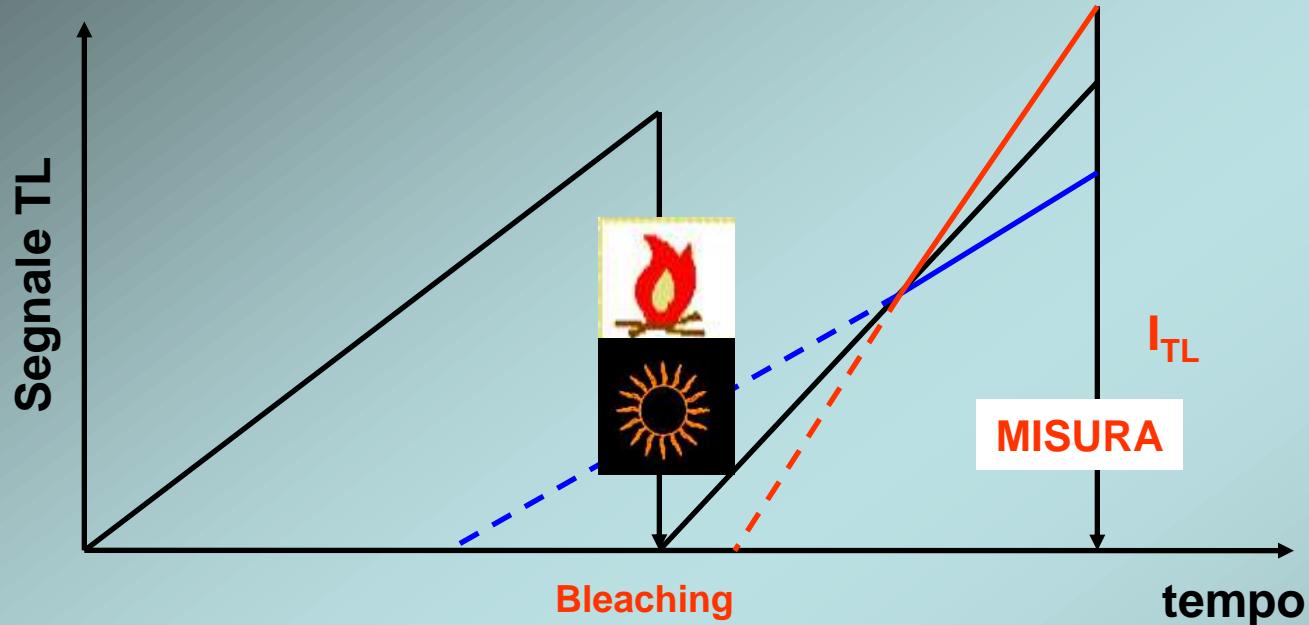
Disequilibrio



- Spettrometria α e/o γ ad alta risoluzione per valutare correttamente la dose annua ricevuta dal campione

Thorium





Risposta

Dose assorbita

Da misure TL, OSL, EPR

Paleodose: dose totale assorbita dall'ultimo evento azzerante

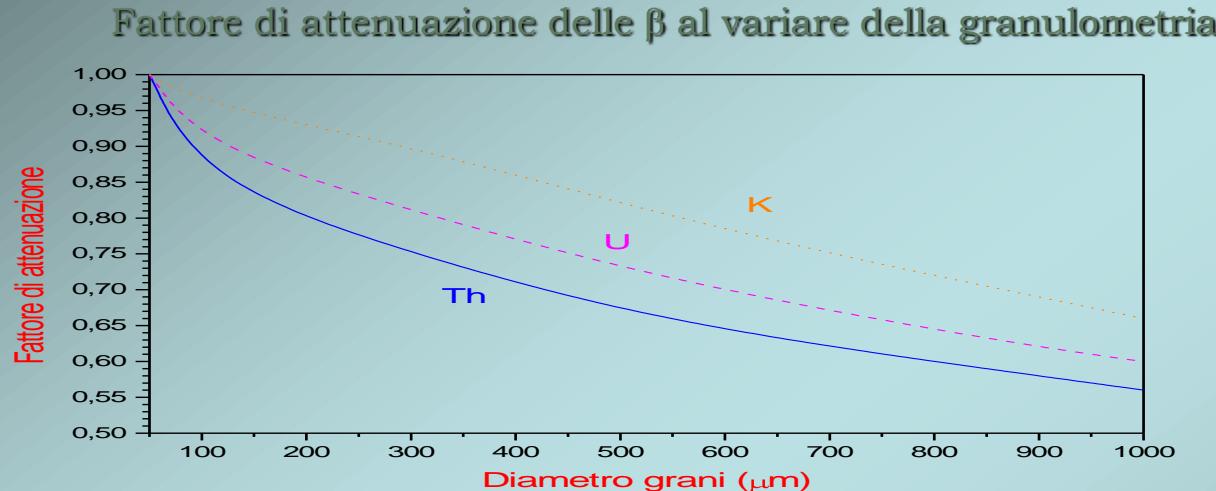
$$\text{Età}(a) = \frac{\text{Paleodose(Gy)}}{\text{Doseannua(Gy/a)}} = \frac{D_e}{D_a}$$

Dose annua:
dose media assorbita per anno

Da misure di
dosimetria e radioattività
in situ ed extra situ

Dose artificiale equivalente per intensità (ad es. di luminescenza emessa) alla dose naturale totale ricevuta. Essa viene ottenuta ricostruendo sperimentalmente la relazione luminescenza dose tramite aggiunte di dosi artificiali β (dose equivalente $Q\beta$) ma potrebbero essere α o γ

Correzioni alla dose annua



Correzioni per l'umidità

$$D'_\alpha = \frac{D_\alpha}{1 + H_\alpha \cdot WF} = \frac{D_\alpha}{1 + 1.5 \cdot WF}$$



Dose α corretta

$$D'_\beta = \frac{D_\beta}{1 + H_\beta \cdot WF} = \frac{D_\beta}{1 + 1.25 \cdot WF}$$



Dose β corretta

$$D'_\gamma = \frac{D_\gamma}{1 + H_\gamma \cdot WF} = \frac{D_\gamma}{1 + 1.14 \cdot WF}$$



Dose γ corretta

$$W = \text{porosità} = \frac{\text{peso campione saturo di } H_2O}{\text{peso campione asciutto}} - 1 = \frac{\text{peso } H_2O \text{ nel campione saturo}}{\text{peso campione asciutto}}$$

$$H = \frac{\text{stopping power } H_2O}{\text{stopping power campione}}$$

$$H_\alpha = 1.5$$

$$H_\beta = 1.25$$

$$H_\gamma = 1.14$$

$$F = \text{frazione di saturazione} = \frac{\text{contenuto medio di } H_2O \text{ nel campione}}{\text{contenuto medio di } H_2O \text{ in saturazione}} = \frac{\text{peso all'estrazione} - \text{peso asciutto}}{\text{peso in saturazione} - \text{peso asciutto}}$$

Calcolo della Dose annua

$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{int} + (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$

Per campioni di quarzo il contributo della dose interna è trascurabile rispetto a quella esterna (Aitken 1998).

$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$

Calcolo della Dose annua

$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (D_\alpha + D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$

A causa dell'attacco in HF al 40% (coarse grain), uno spessore di circa 20 μm per grano viene rimosso, e quindi si può trascurare D_α

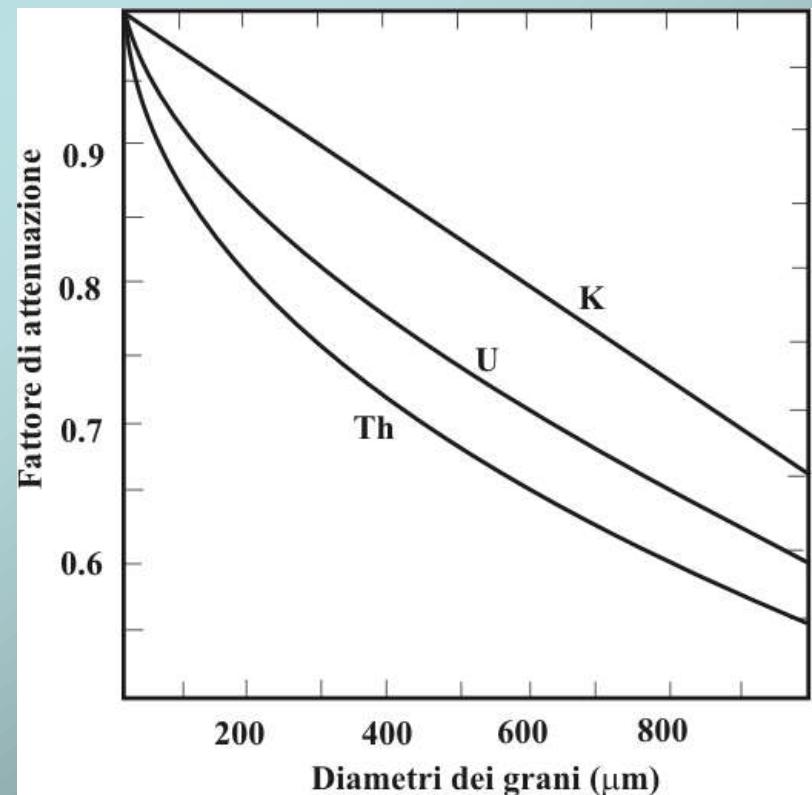
$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$

Calcolo della Dose annua

$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$

D_β deve essere corretta tramite un fattore moltiplicativo, detto fattore di attenuazione "f".

$$D_a = D_{int} + D_{ext} = (f D_\beta + D_\gamma)_{ext} + D_{cosm}$$



Contributo alla Dose Annua

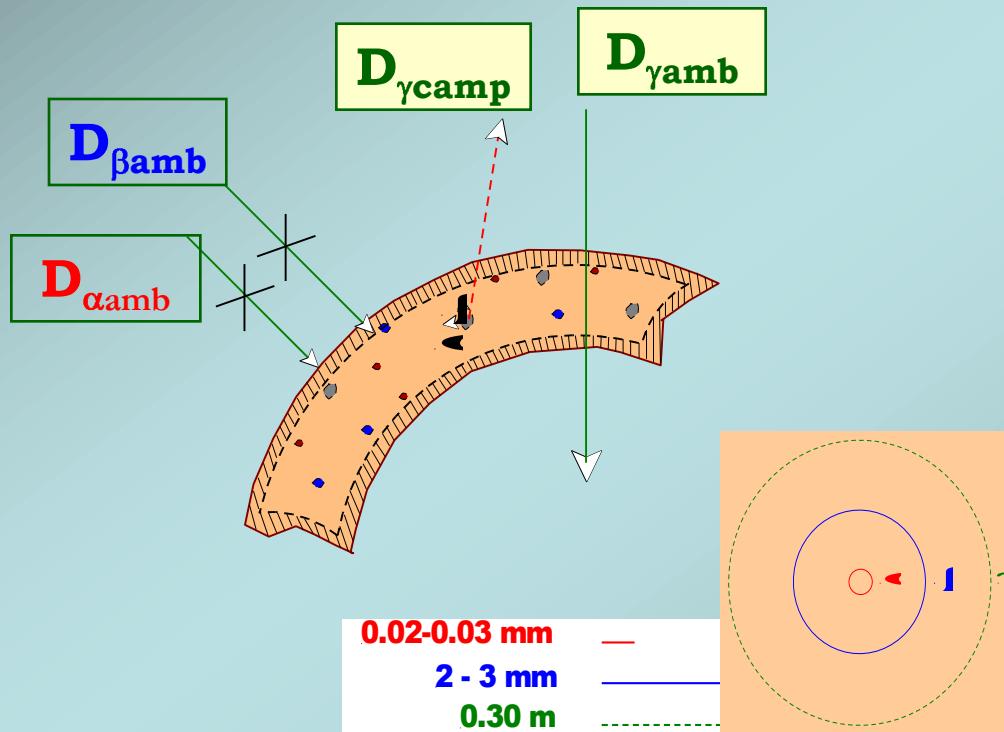
Fine grain

$$D = D_{\alpha\text{camp}} + D_{\beta\text{camp}} + D_{\gamma\text{camp}} + D_{\alpha\text{amb}} + D_{\beta\text{amb}} + D_{\gamma\text{amb}} + D_{\alpha\text{crist}} + D_{\beta\text{crist}} + D_{\gamma\text{crist}} + D_{\text{cosm}}$$

Coarse grain (quarzi)

$$D = D_{\alpha\text{camp}} + D_{\beta\text{camp}} + D_{\gamma\text{camp}} + D_{\alpha\text{amb}} + D_{\beta\text{amb}} + D_{\gamma\text{amb}} - \cancel{D_{\alpha\text{crist}}} - \cancel{D_{\beta\text{crist}}} + D_{\gamma\text{crist}} + D_{\text{cosm}}$$

Coarse grain (feldspati)



FG
Cristalli misti
 $3 \mu\text{m} \leq \varnothing \leq 8 \mu\text{m}$

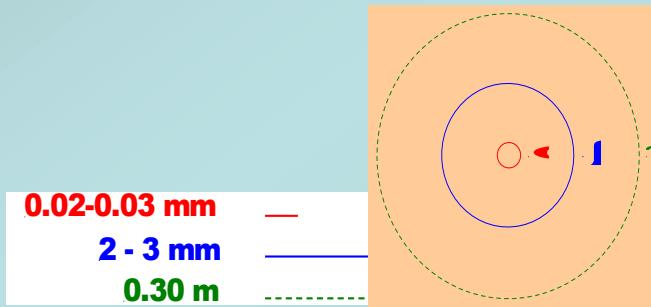
CG
Frazioni cristalline separate
 $100 \mu\text{m} \leq \varnothing \leq 500 \mu\text{m}$

Contributo alla Dose Annua

COARSE GRAIN ZIRCONE

$$D = D_{\alpha\text{camp}} + D_{\beta\text{camp}} + D_{\gamma\text{camp}} + D_{\alpha\text{amb}} + D_{\beta\text{amb}} + D_{\gamma\text{amb}} + \boxed{D_{\alpha\text{crist}}} + \boxed{D_{\beta\text{crist}}} + D_{\gamma\text{crist}} + D_{\text{cosm}}$$

CG
Frazioni cristalline separate
 $100 \mu\text{m} \leq \emptyset \leq 500 \mu\text{m}$



L'equazione dell'Età FG e CG

Fine grain (fase mista Q ed FK)

($4\mu\text{m} \leq \Phi \leq 8\mu\text{m}$)

$$Et\dot{\alpha}_{FG} = \frac{P_{FG}}{kD_\alpha + D_\beta + D_\gamma + D_{Cosm}}$$

Coarse grain Qz ($\Phi \geq 100\mu\text{m}$)

$$Et\dot{\alpha}_{CG} = \frac{P_{CG}}{fD_\beta + D_\gamma + D_{Cosm}}$$

Coarse grain Fk ($\Phi \geq 100\mu\text{m}$)
Fading ?

$$Et\dot{\alpha}_{CG} = \frac{P_{CG}}{fD_\beta + (1-f)D_{\beta crist} + D_\gamma + D_{cosm}}$$

Dove:

D_α e D_β = dose a e β (corrette in umidità) campione;

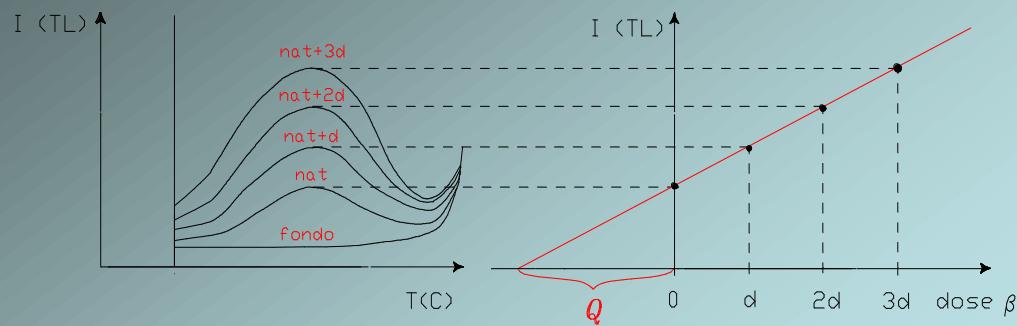
k = fattore di efficienza delle α rispetto alle β ;

f = fattore di attenuazione per quella particolare granulometria.

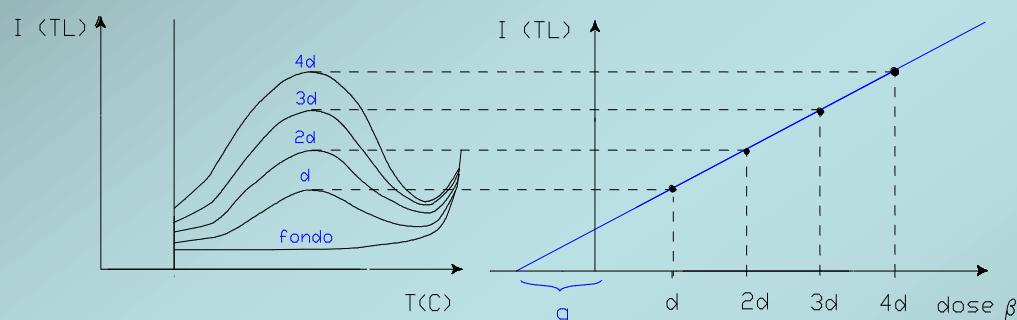
Metodologie di ricostruzione della relazione Intensità vs dose

- ADDED
- REGENERATION
 - SAR (Large aliquots, Small aliquots)
 - DSAR
 - SGR (Single grain)

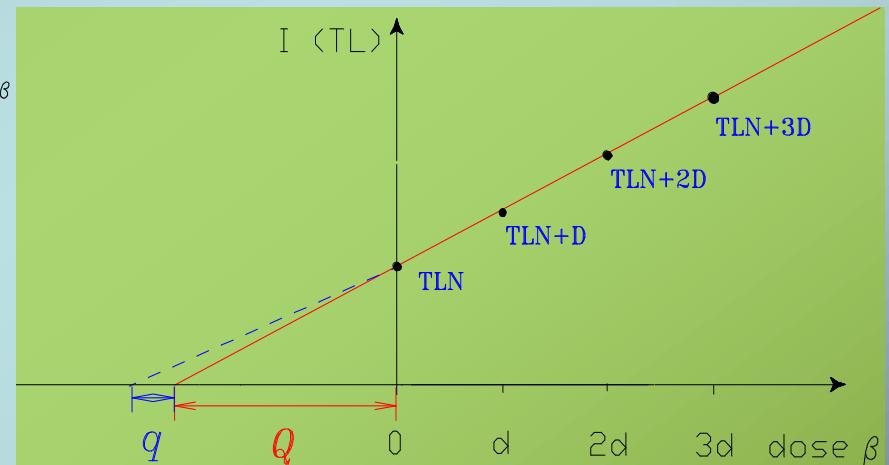
Metodo della Added Dose



Determinazione della dose equivalente attraverso misure di TL col metodo della *Added Dose*



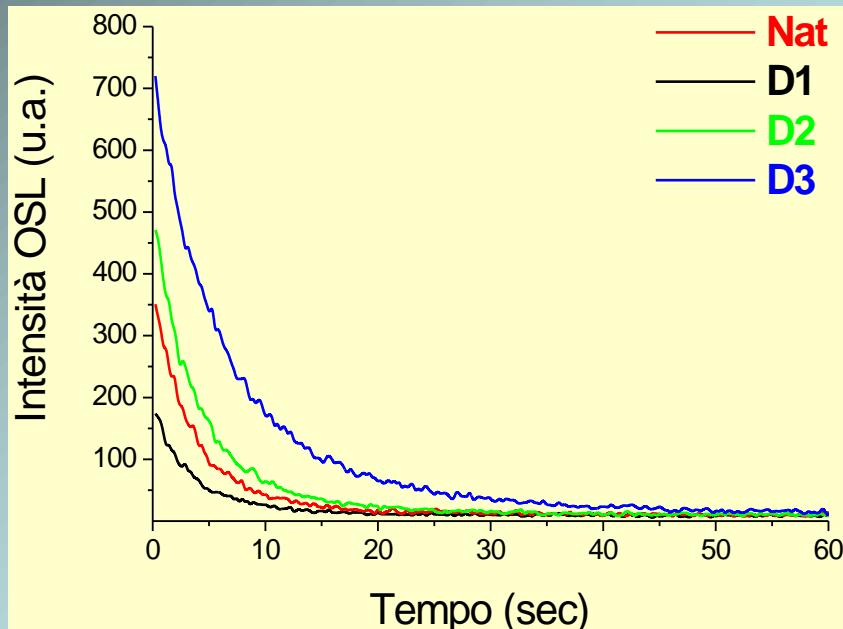
Correzione di non linearità q alla dose equivalente Q nel caso di utilizzazione del modello lineare



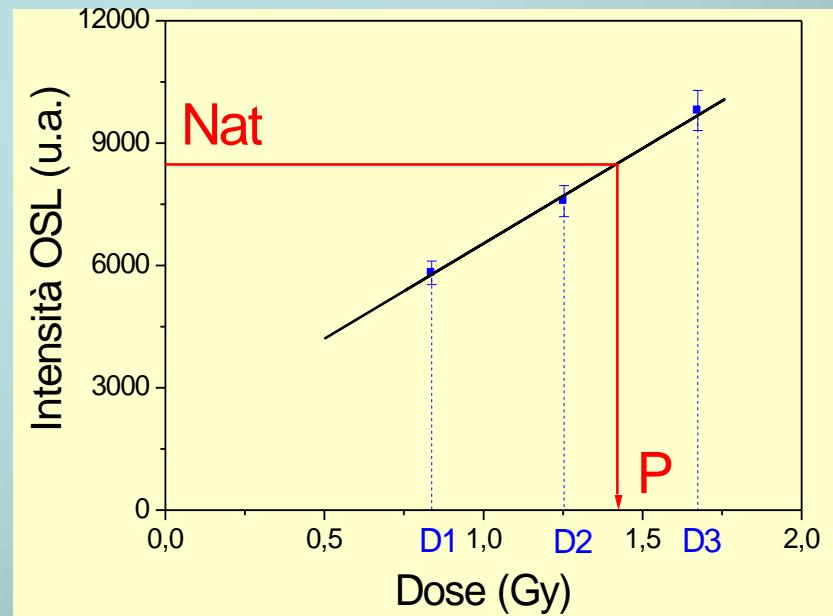
$$P = Q + q$$

Metodo della *Regeneration*

Emissione OSL naturale e “Rigenerazione”
tramite sorgente β calibrata



Determinazione della dose equivalente artificiale
 β tramite misure OSL col metodo *Regeneration*

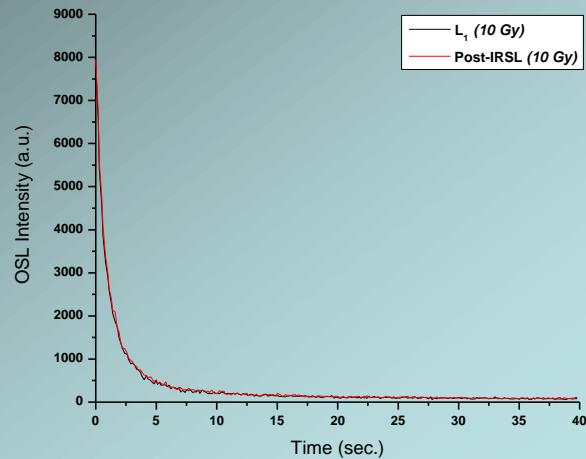


Quali soluzioni?

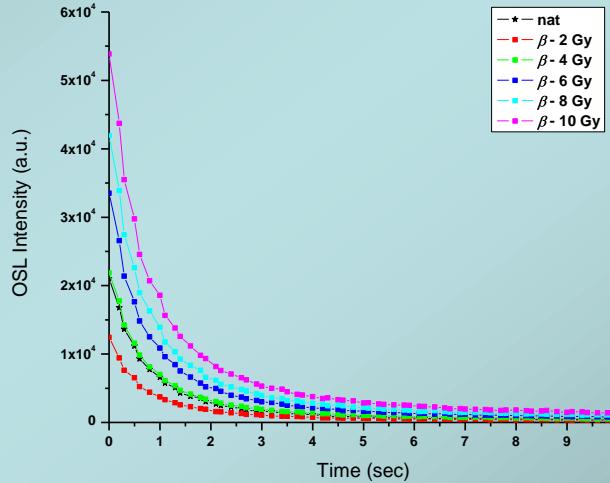
*Estrazione del quarzo dalla
matrice ceramica
polytungstato*
 $2.62 \text{ g/cm}^3 < \rho < 2.67 \text{ g/cm}^3$

*Misure di
OSL su
Inclusion Qz*

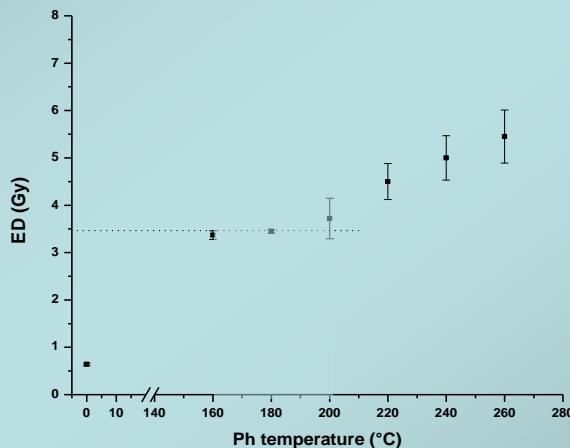
1. Condizione necessaria → Verifica della purezza del quarzo



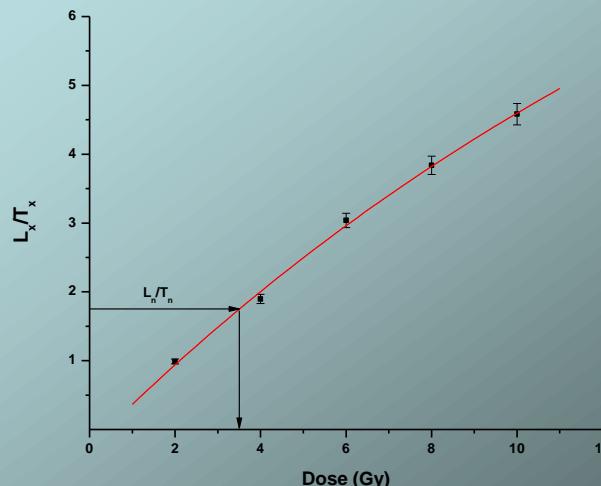
3. Single aliquot regeneration



2. Test per la scelta del ph

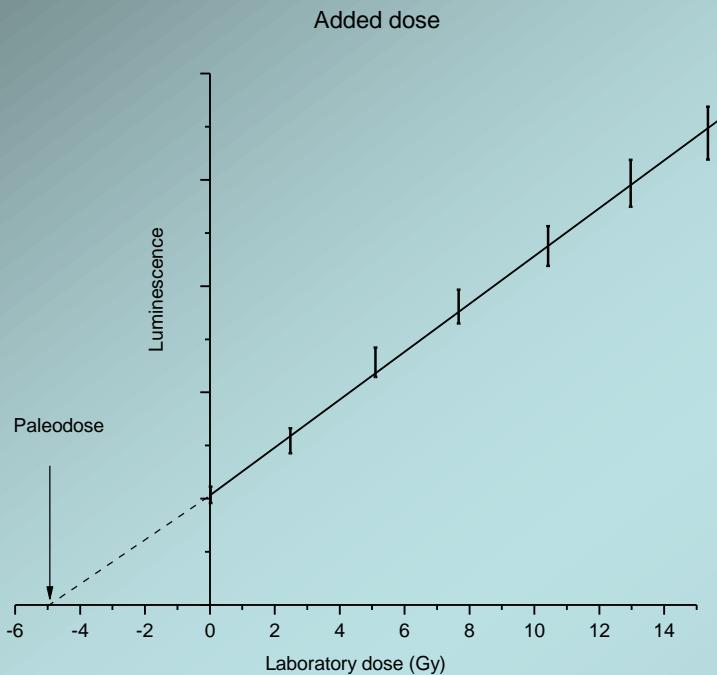


4. Determinazione della ED

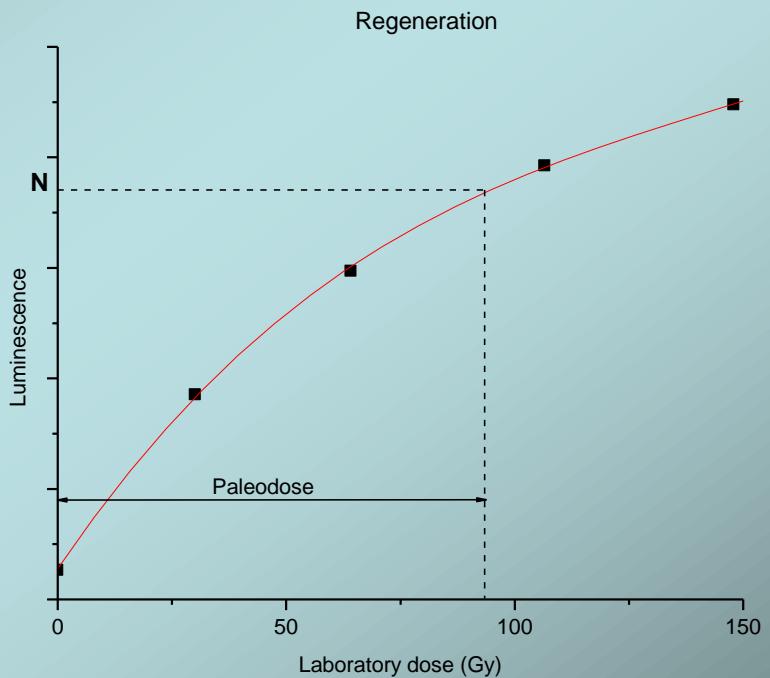


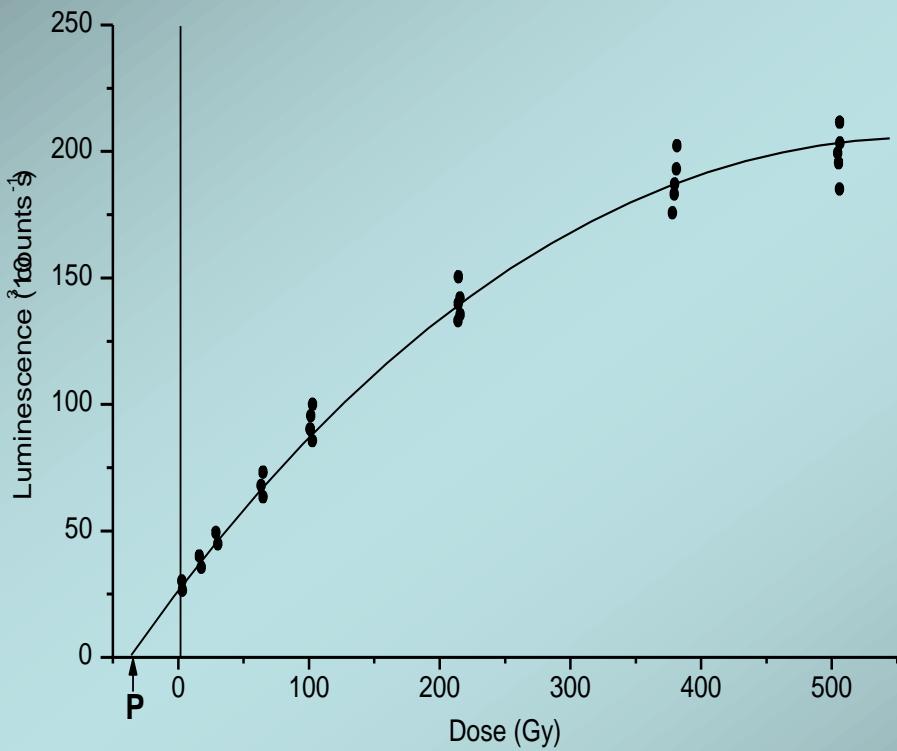
Calcolo della paleodose

metodo added dose

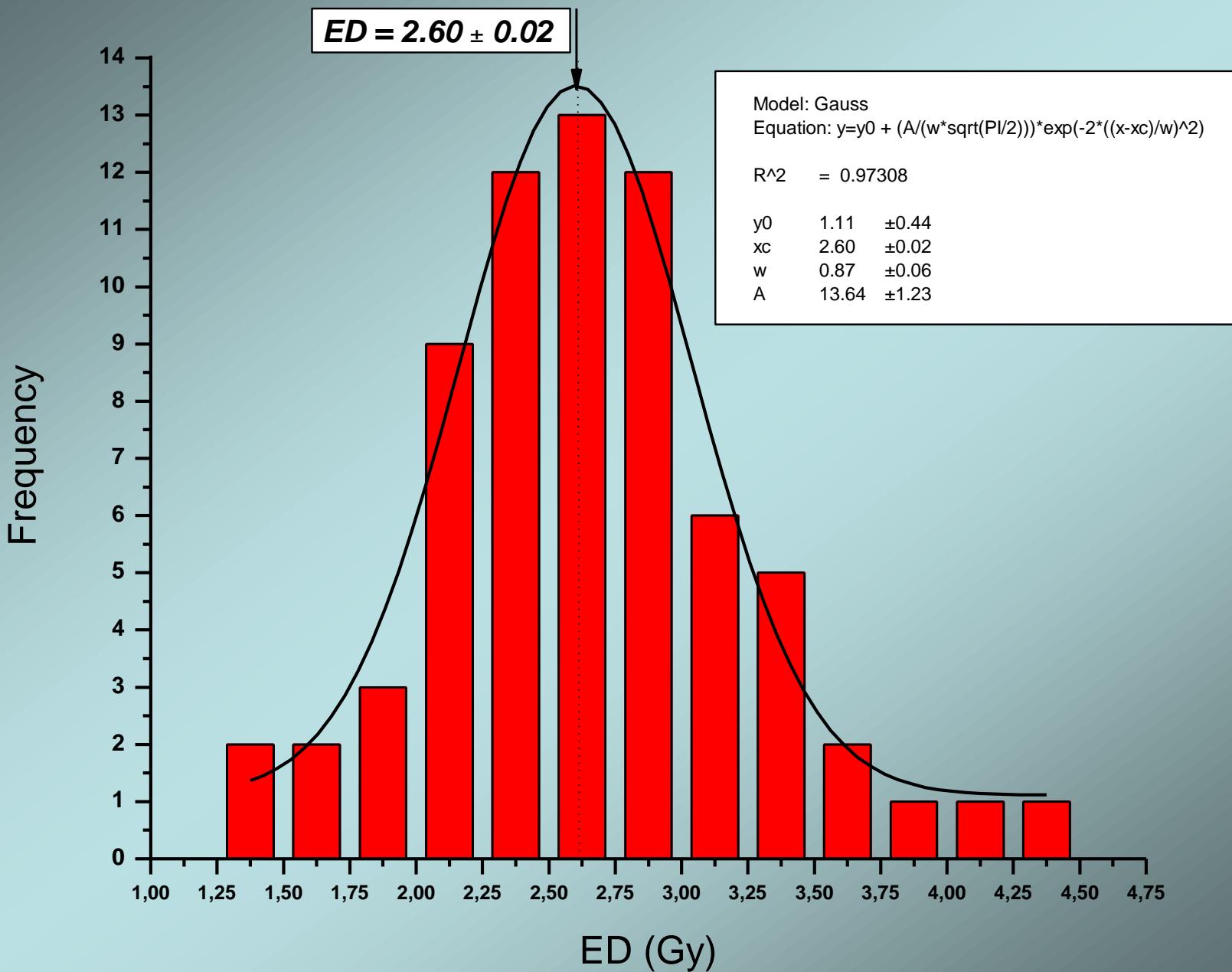


metodo regeneration



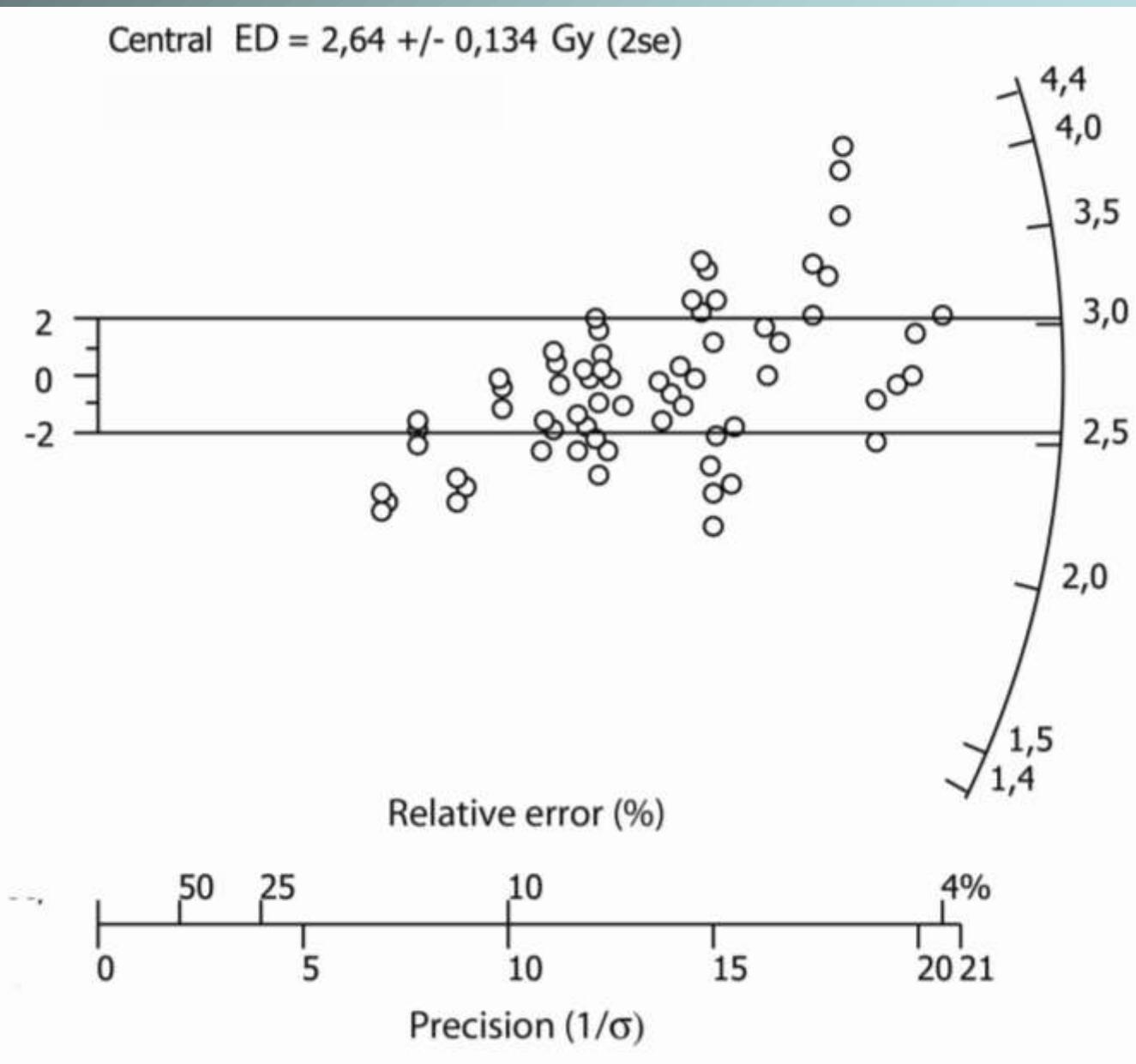


ED frequency (MPA5)



ED determination

ED Radial Plot (MPA5)

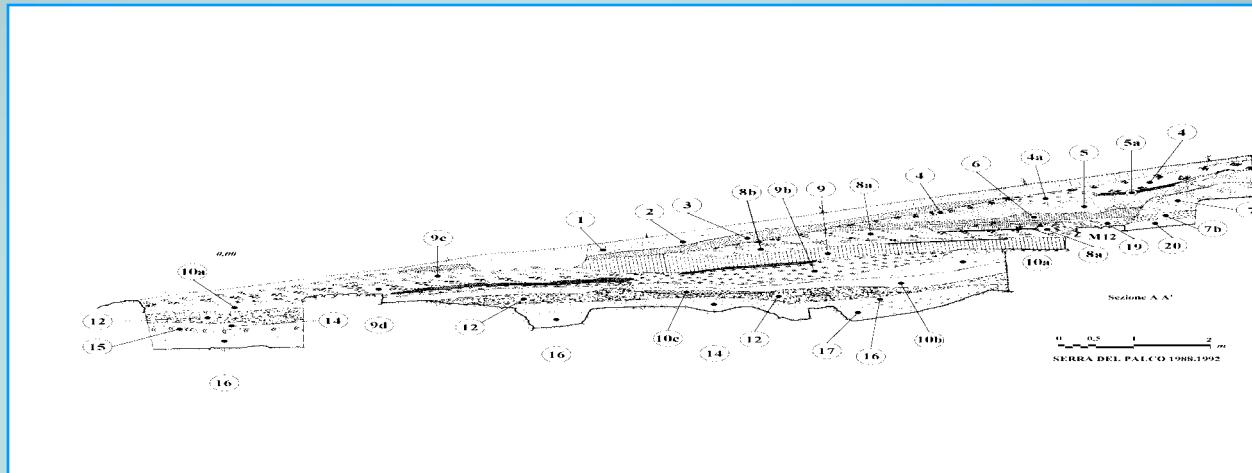


ED determination

Il sito di Milena

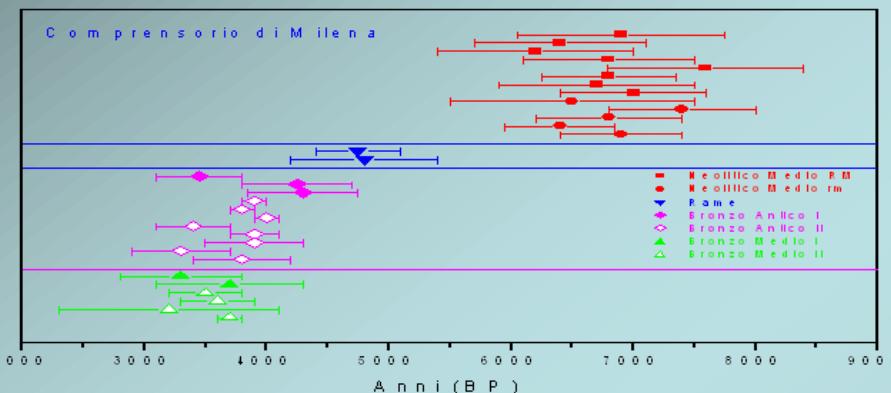


Il sito Neolitico

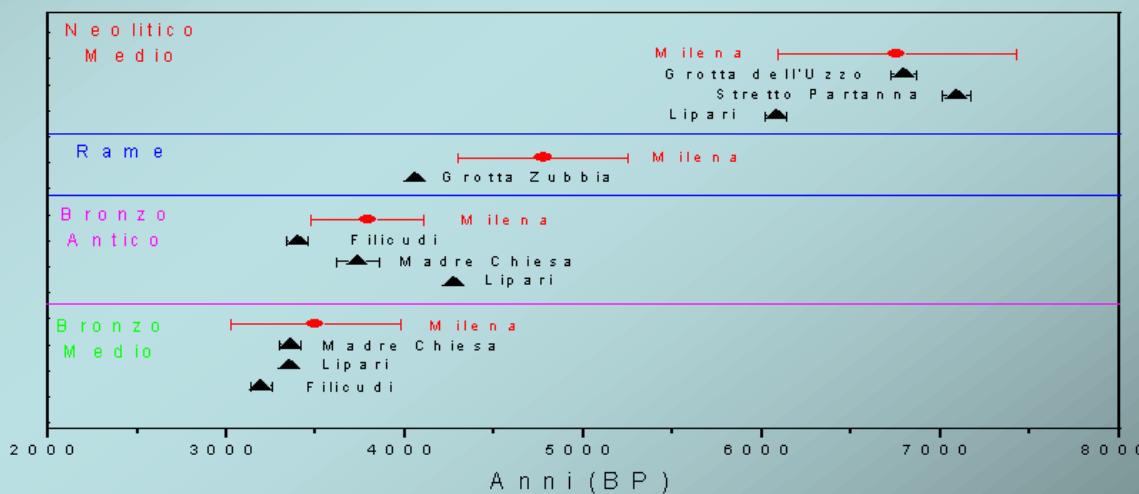


Il sito del Bronzo

Datazione del comprensorio di Milena



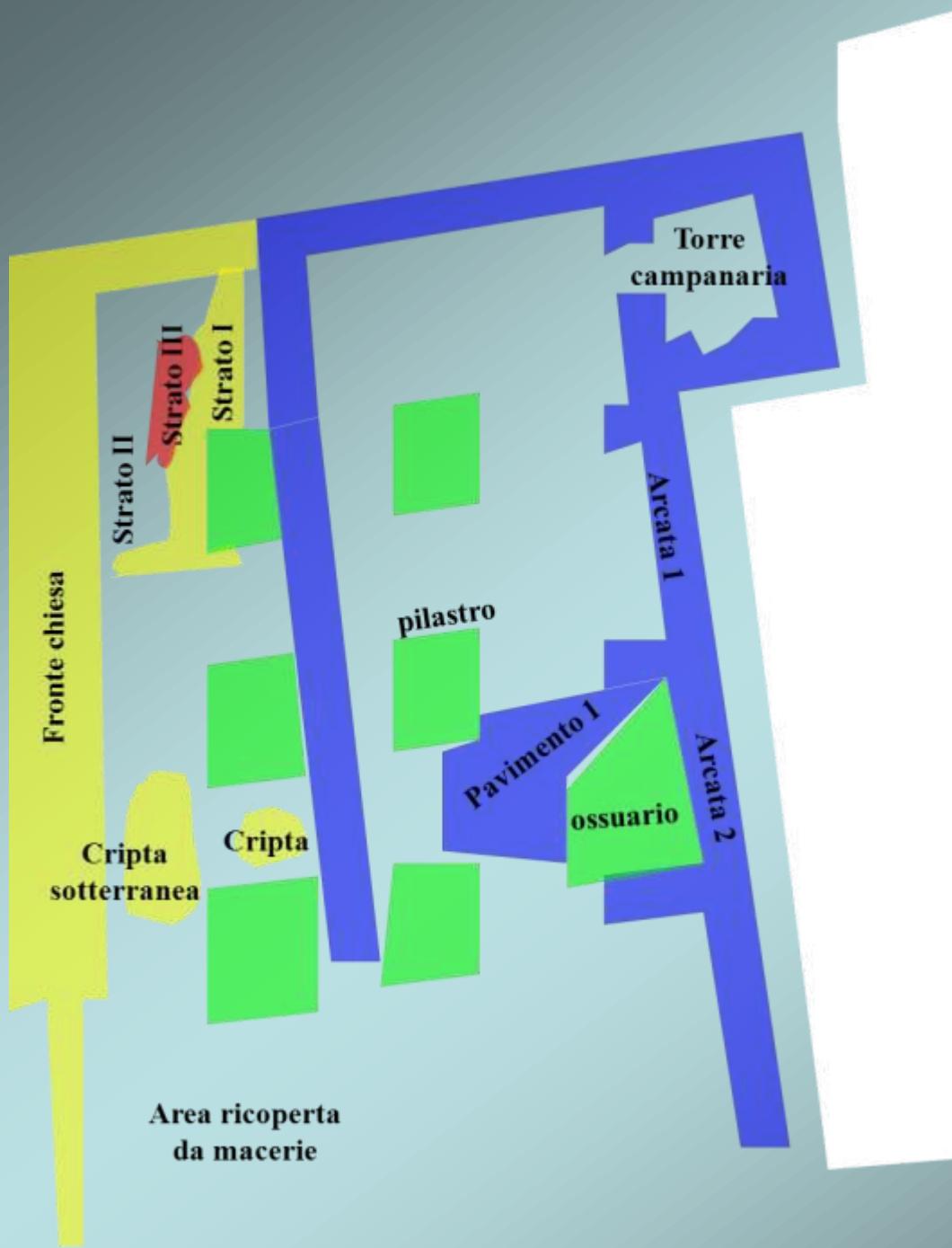
Età ottenute mediante TL per i vari siti del comprensorio



Confronto tra la datazione TL del comprensorio di Milena e quelle ottenute con altri metodi per siti siciliani coevi

La chiesa della Calispera





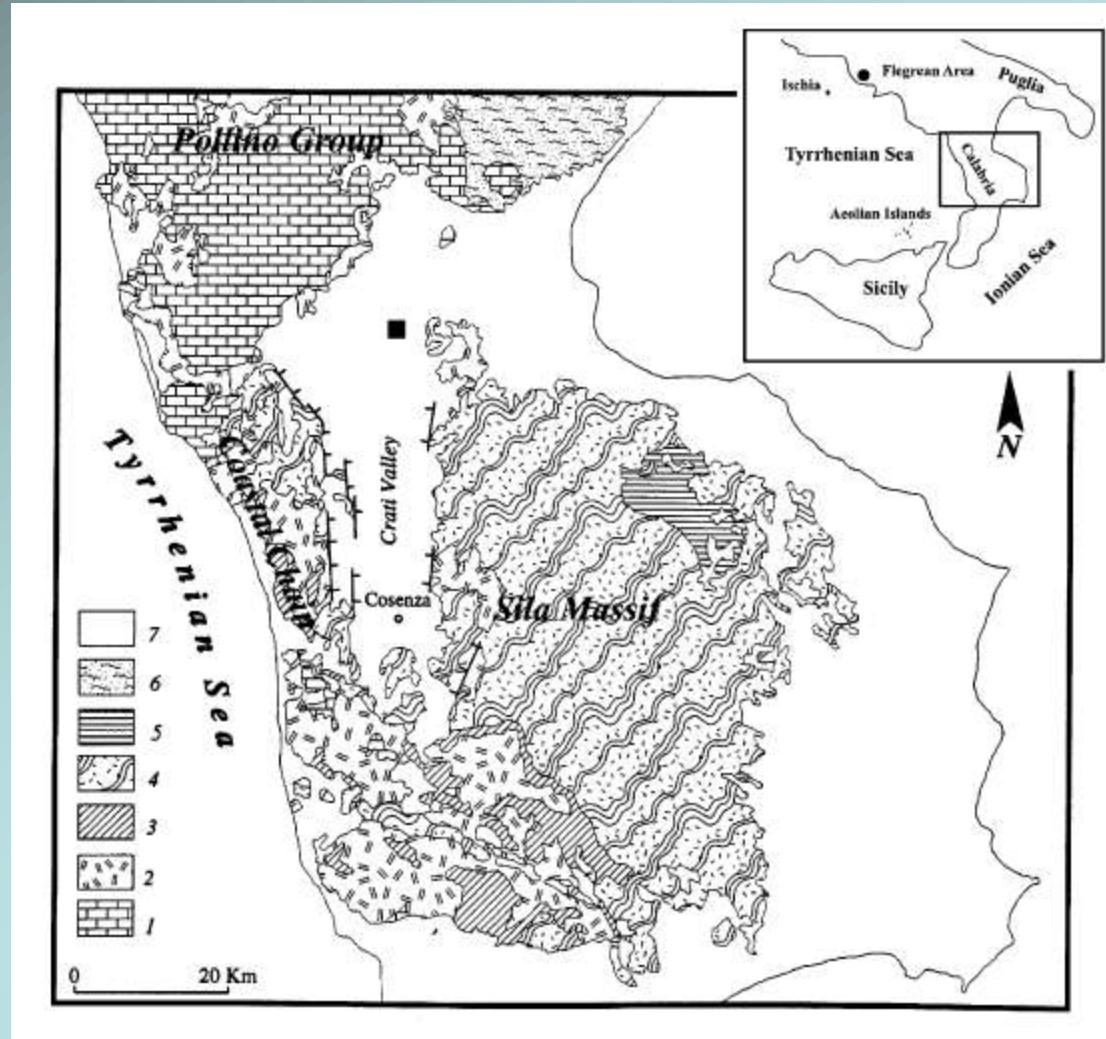
1200 d.c.

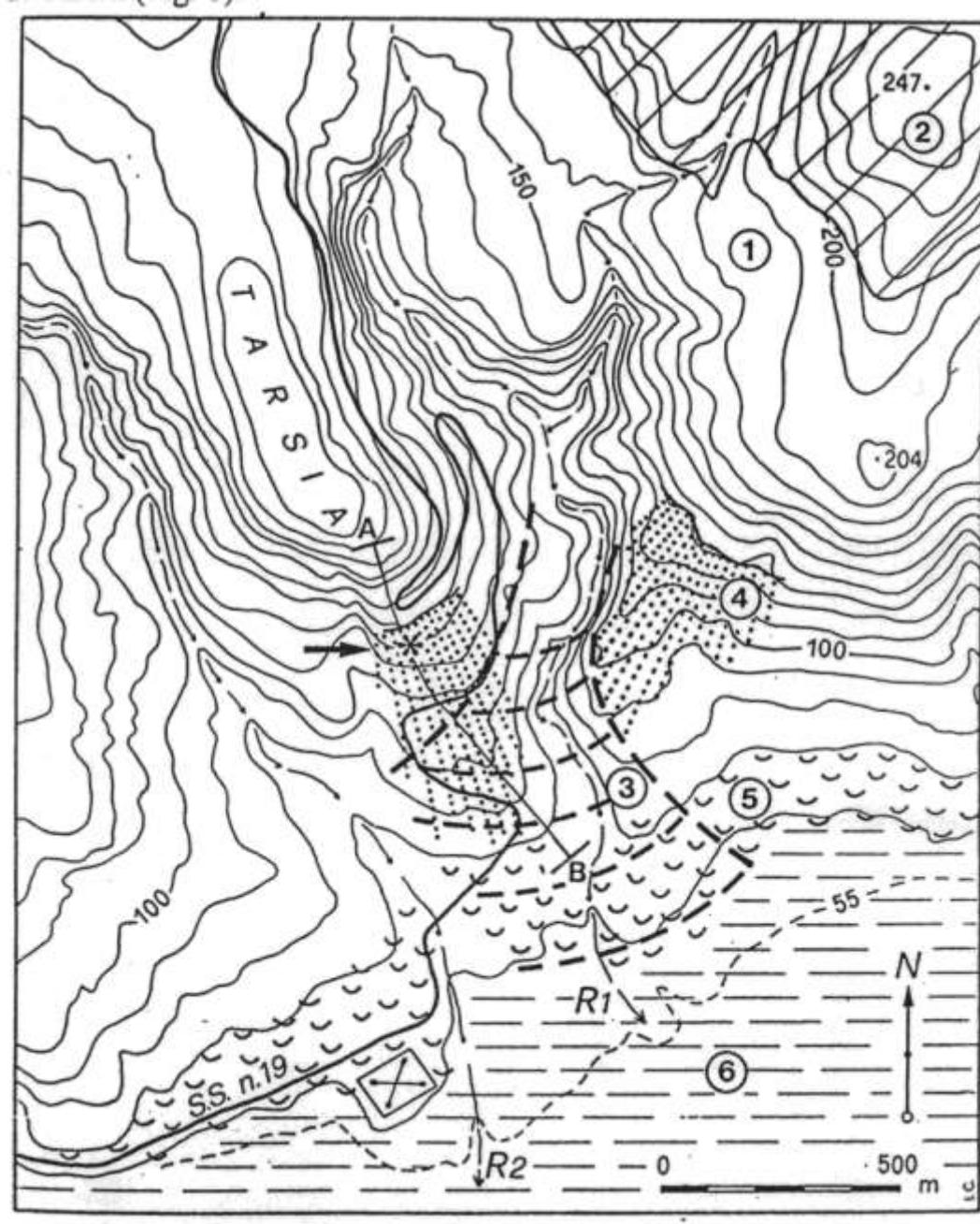
1400 d.c.

1600 d.c.

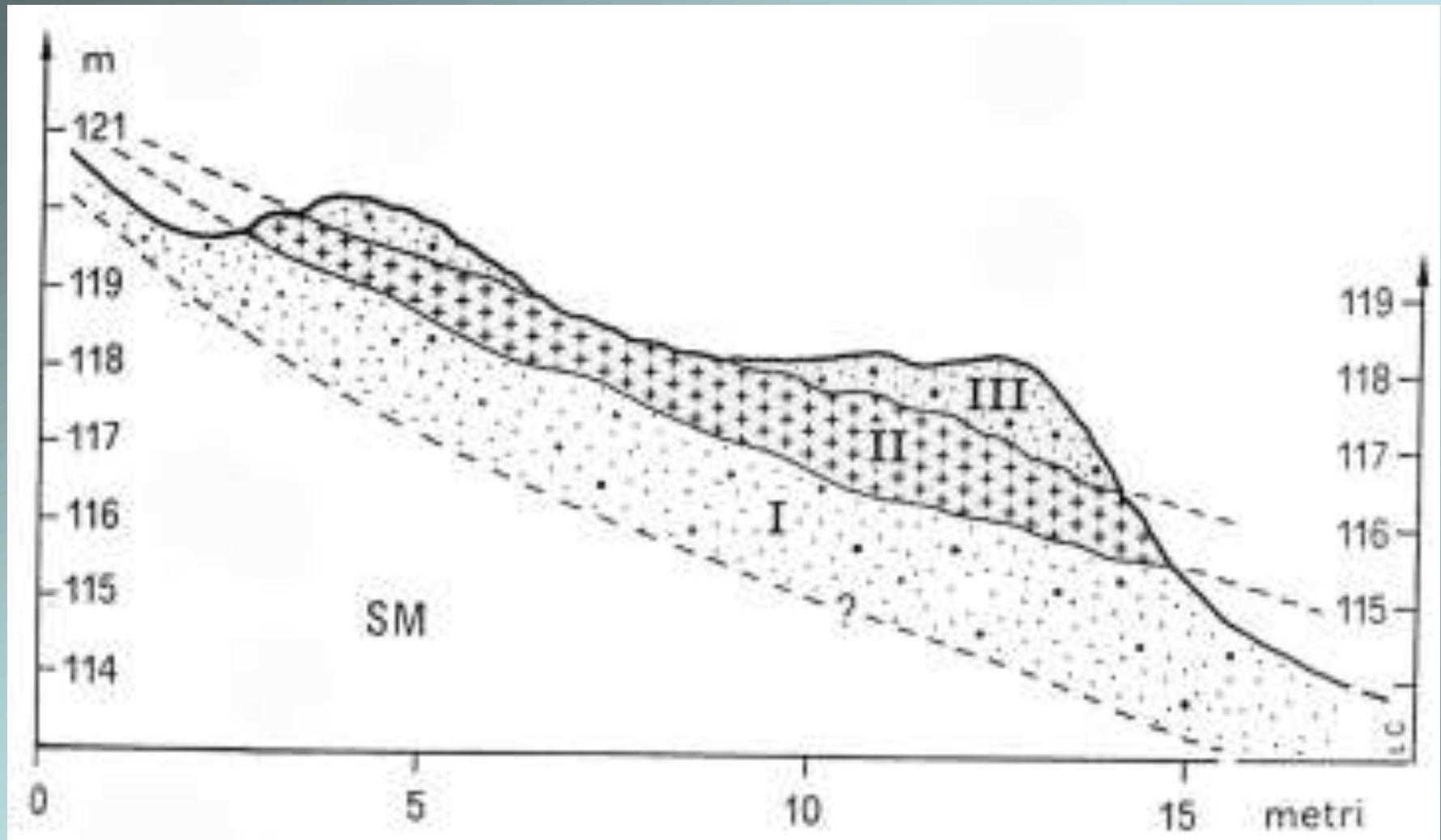
1700 d.c.

- BACINO del CRATI (Calabria)

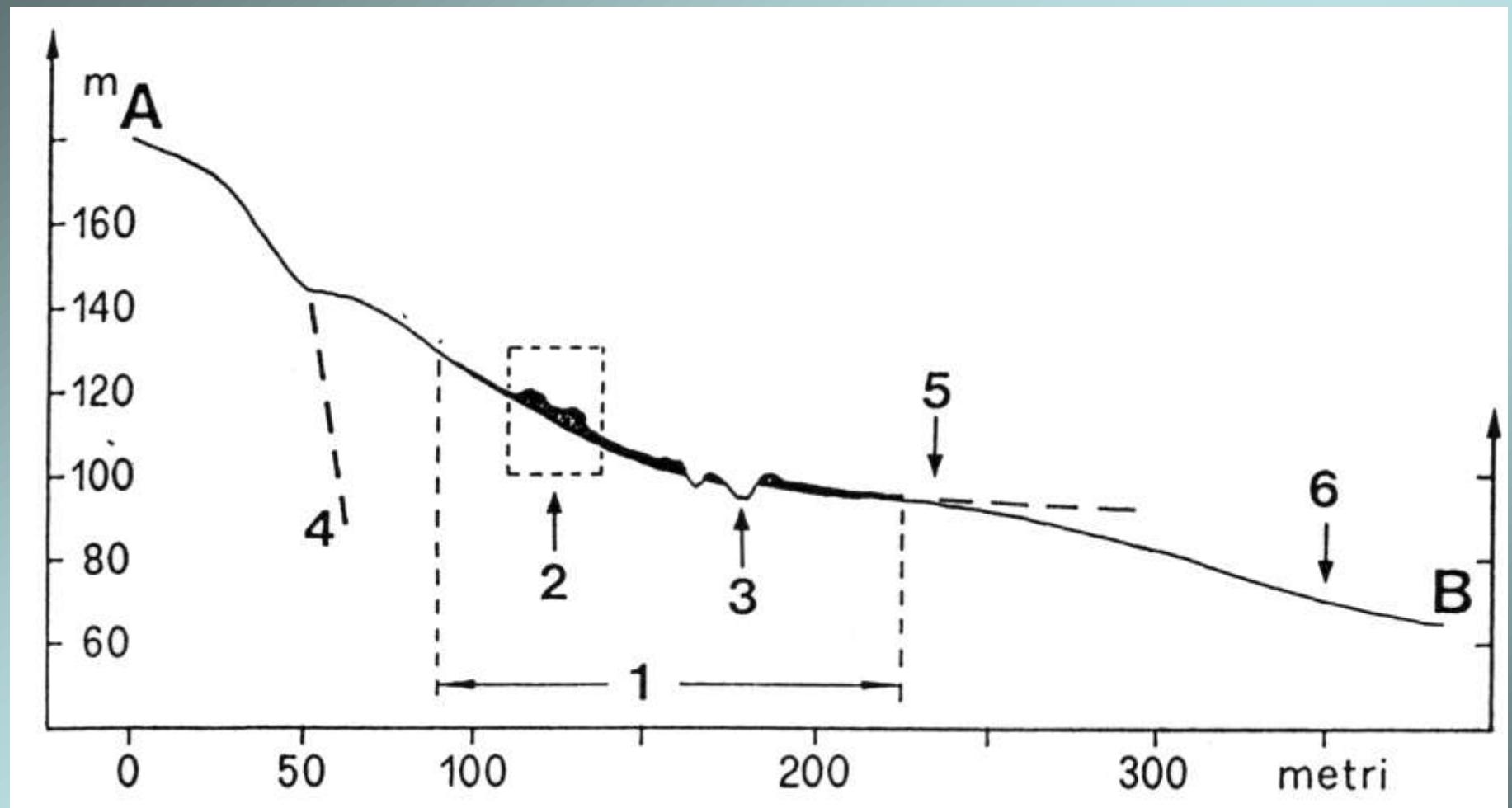




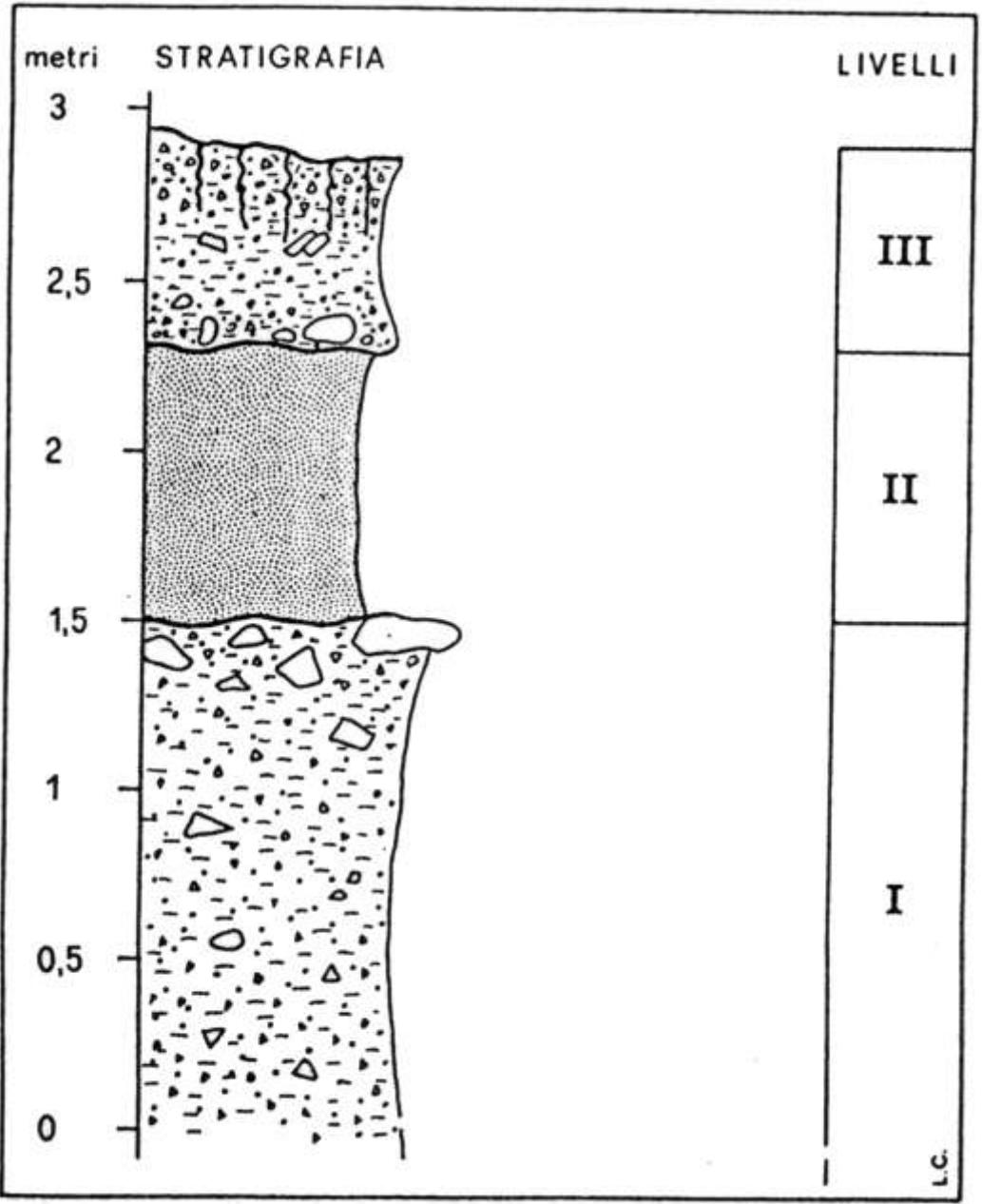
**Carta geologica e
morfologica
dell'area di Tarsia**



Profilo geologico dettagliato in cui si osserva lo strato vulcanoclastico intercalato a depositi colluviali.



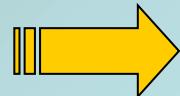
Profilo geologico dell'area di Tarsia



**Colonna stratigrafica
di dettaglio dello
strato
vulcanoclastico
dell'area di Tarsia e
sue relazioni con i
depositi sottostanti
e sovrastanti.**

Le metodologie di datazione possono essere, sulla base della tipologia di campionamento :

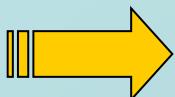
*origine
sedimentaria*



Quarzi

TL
OSL

*origine
vulcanica*



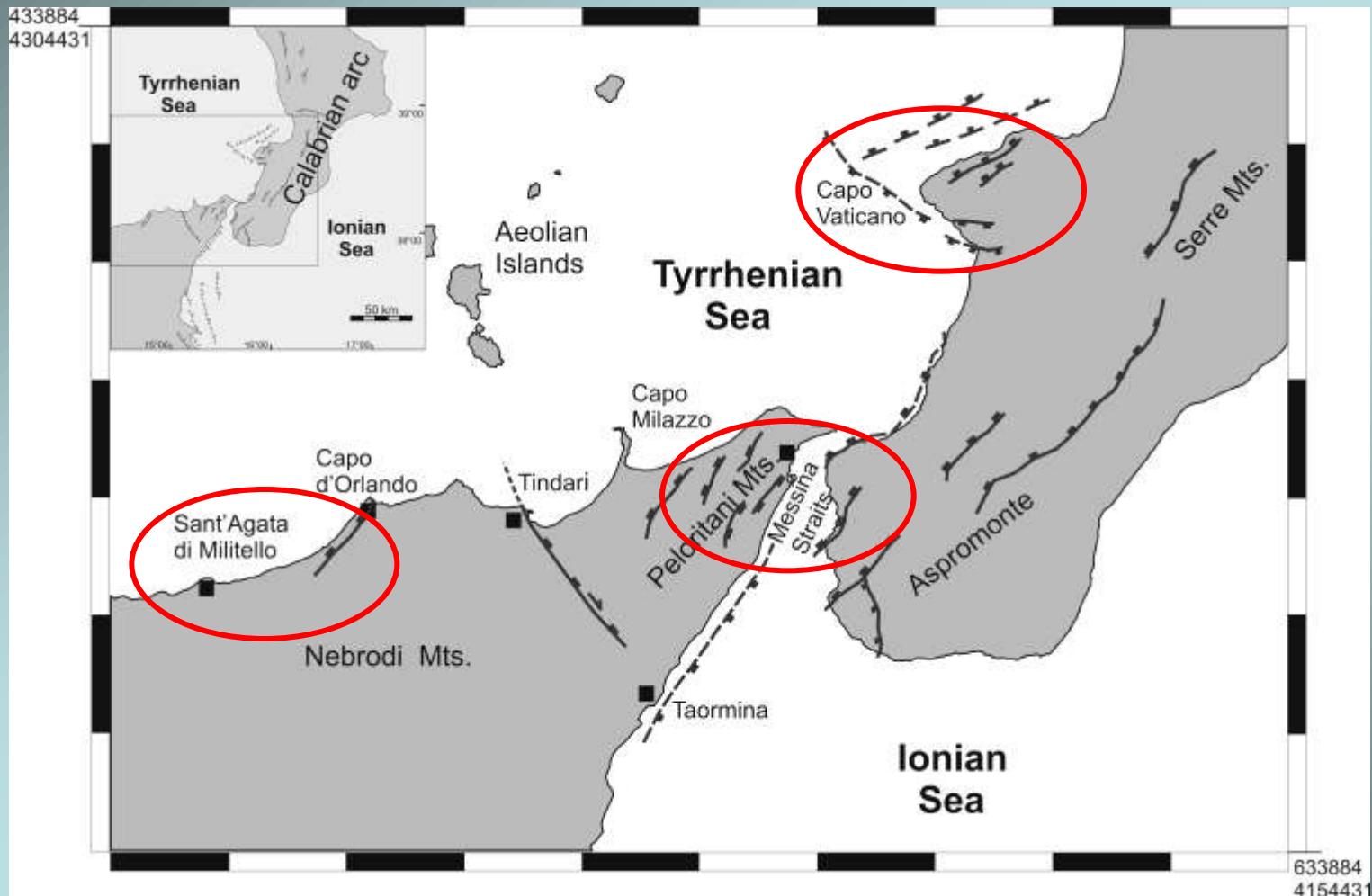
Feldspati potassici

TL
OSL

Separated Fraction	Grain size (μm)	Δ_{sat}	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	Internal K (%)	P(TL) (Gy)	P(IR-OSL) (Gy)
Q13	100-300	1.06 \pm 0.02	15.80 \pm 0.40	82.60 \pm 2.10	3.97 \pm 0.01	-	531.87 \pm 40.05	364.28 \pm 31.42
KF13	100-300	1.06 \pm 0.02	15.80 \pm 0.40	82.60 \pm 2.10	3.97 \pm 0.01	12.74 \pm 0.64	449.13 \pm 33.77	367.47 \pm 29.45

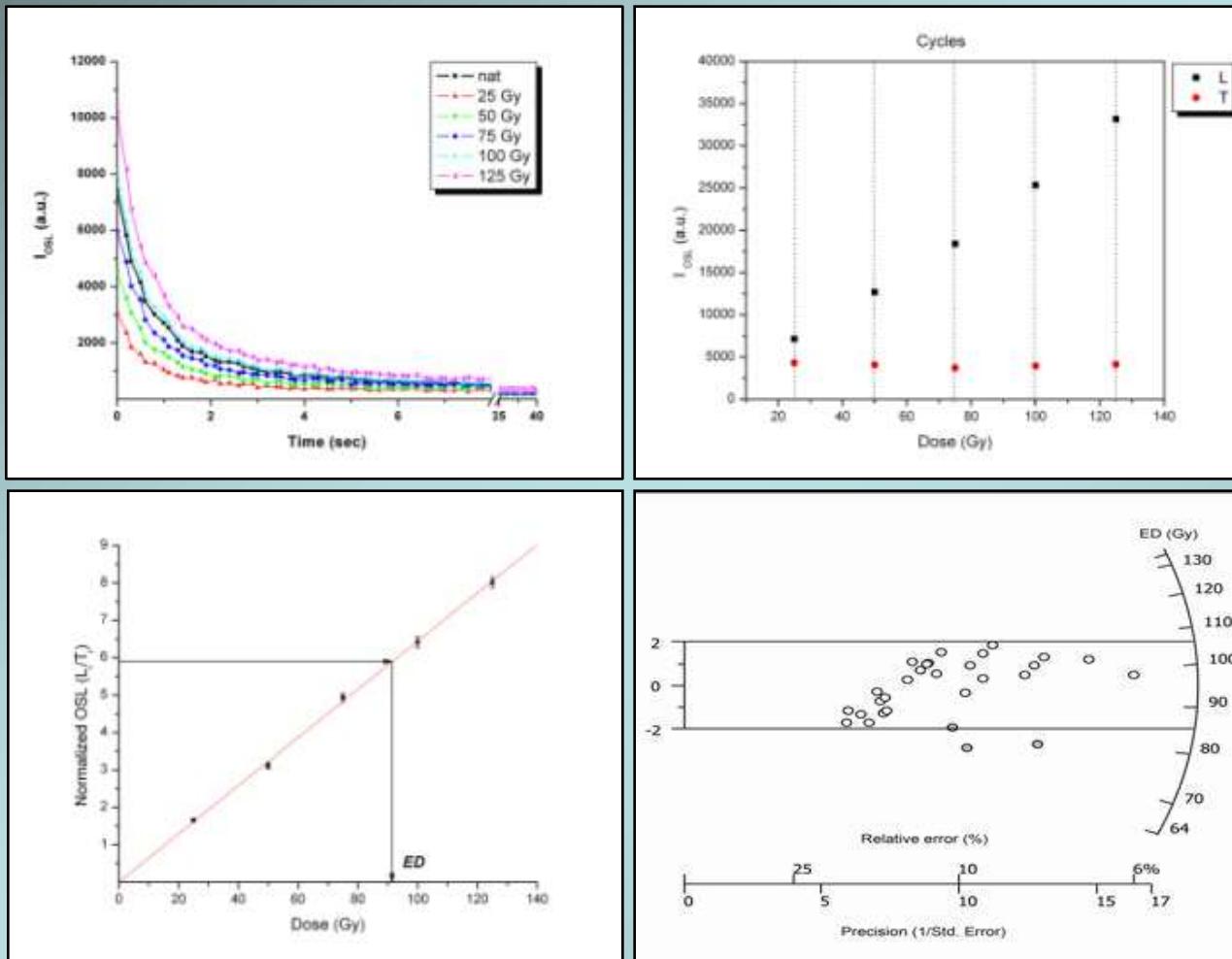
Separated Fraction	Grain size (μm)	Ext. Beta (Gy/ka)	Ext. Gamma + cosmic (Gy/ka)	Int. beta (Gy/ka)	Total dose rate (Gy/ka)	TL age (ka)	IR-OSL age (ka)
Q13	100-300	6.51 \pm 0.23	6.50 \pm 0.26	-	13.01 \pm 0.34	40.88 \pm 3.26	28.00 \pm 2.52
KF13	100-300	6.51 \pm 0.23	6.50 \pm 0.26	0.60 \pm 0.02	13.61 \pm 0.34	33.00 \pm 2.62	27.00 \pm 2.27

Scelta dei siti



Misure sperimentali → Paleodose

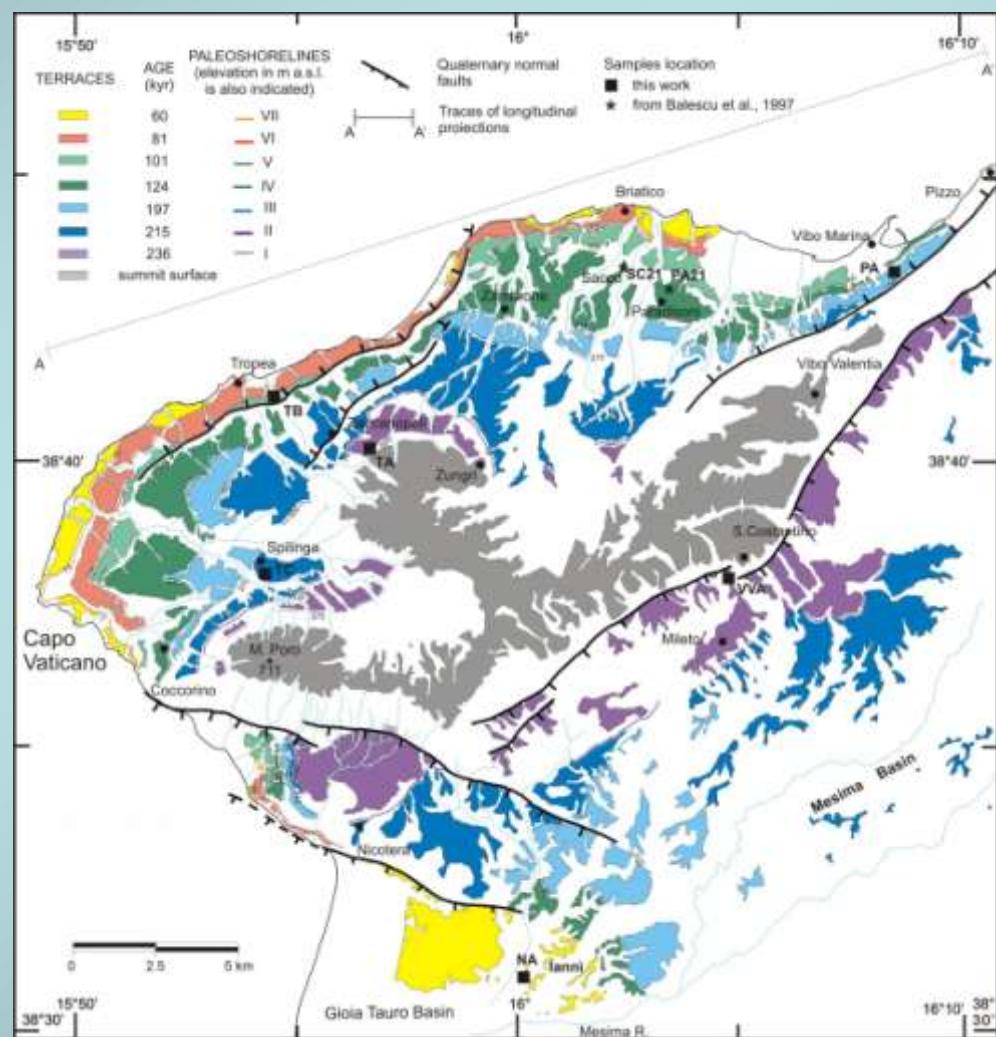
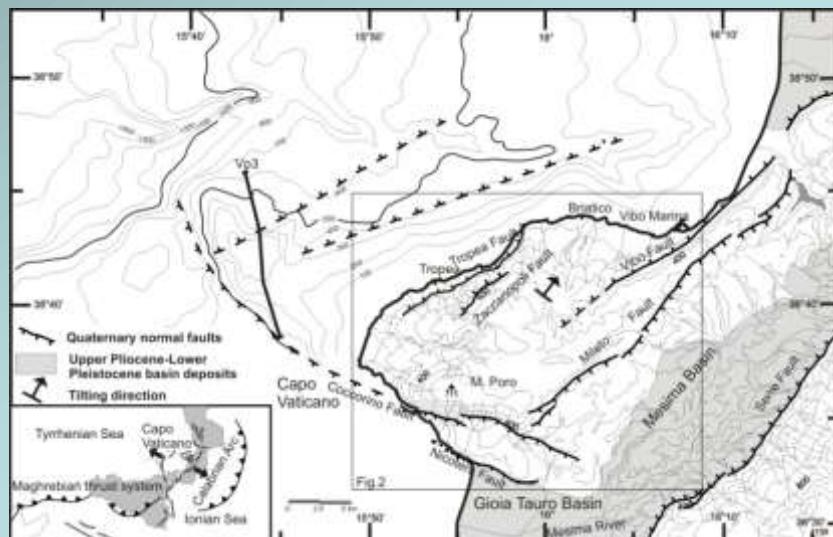
Single-aliquot regenerative-dose protocols (Murray and Wintle, 2000)



$$ED = 94 \pm 5 \text{ Gy}$$

Capo Vaticano

Bianca, M., Catalano, S., De Guidi, G., Gueli, A.M., Monaco, C., Ristuccia, G.M., Stella, G., Tortorici, G., Tortorici, L., Troja, S.O., 2011. Luminescence chronology of Pleistocene marine terraces of Capo Vaticano peninsula (Calabria, Southern Italy). Quaternary International 232, 144-121.



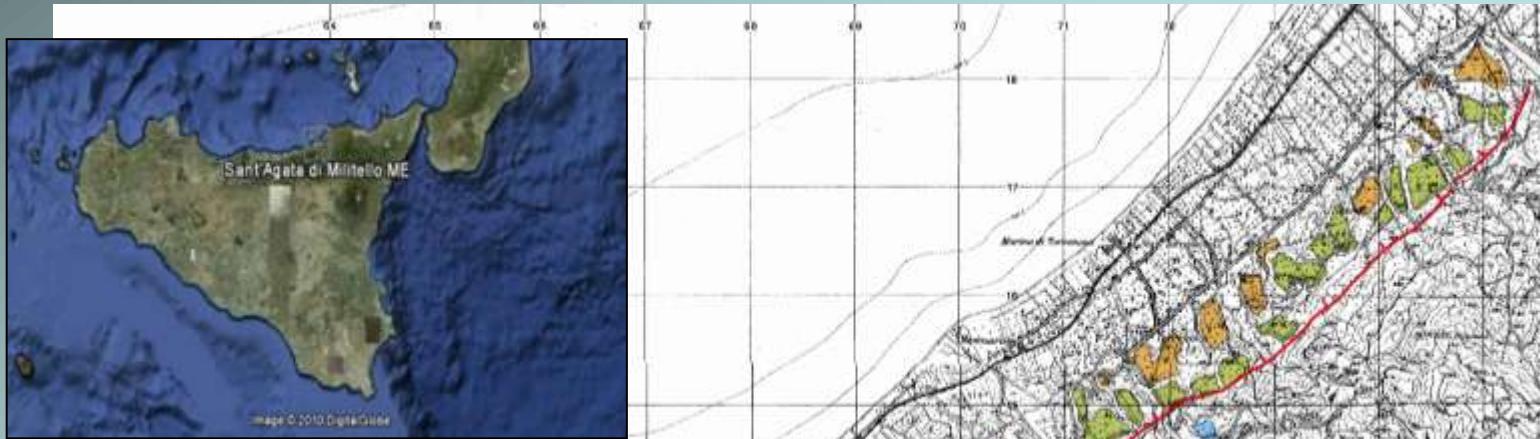
Età dei campioni

Sample	Elevation (m)	<i>ED</i> (Gy)	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	D_β (Gy/ka)	$D_{\gamma\text{amb+cosm}}$ (Gy/ka)	AD (Gy/ka)	Età OSL (ka)
VVA	380	136±8	0,78±0,01	1,11±0,05	0,27±0,01	0,32±0,02	0,41±0,03	0,63±0,06	214±25
TA	560	134±7	0,84±0,01	1,32±0,05	0,26±0,01	0,33±0,02	0,42±0,03	0,65±0,06	207±22
TC	465	142±9	0,76±0,01	1,27±0,05	0,35±0,01	0,38±0,02	0,43±0,03	0,71±0,06	199±21
PA	125	123±6	0,70±0,01	1,20±0,05	0,30±0,01	0,34±0,02	0,41±0,03	0,67±0,06	184±20
TB	52	122±6	1,12±0,01	1,92±0,05	0,84±0,01	0,80±0,02	0,62±0,03	1,29±0,06	94±8
NA	50	59±4	0,73±0,01	1,33±0,05	0,61±0,01	0,57±0,02	0,50±0,03	0,96±0,06	62±6

$$\text{Età}_{\text{CG}}(\text{ka}) = \frac{\text{ED(Gy)}}{1 \cdot D_{\beta\text{camp}} + D_{\gamma\text{amb+cosm}} \text{ (Gy/ka)}}$$

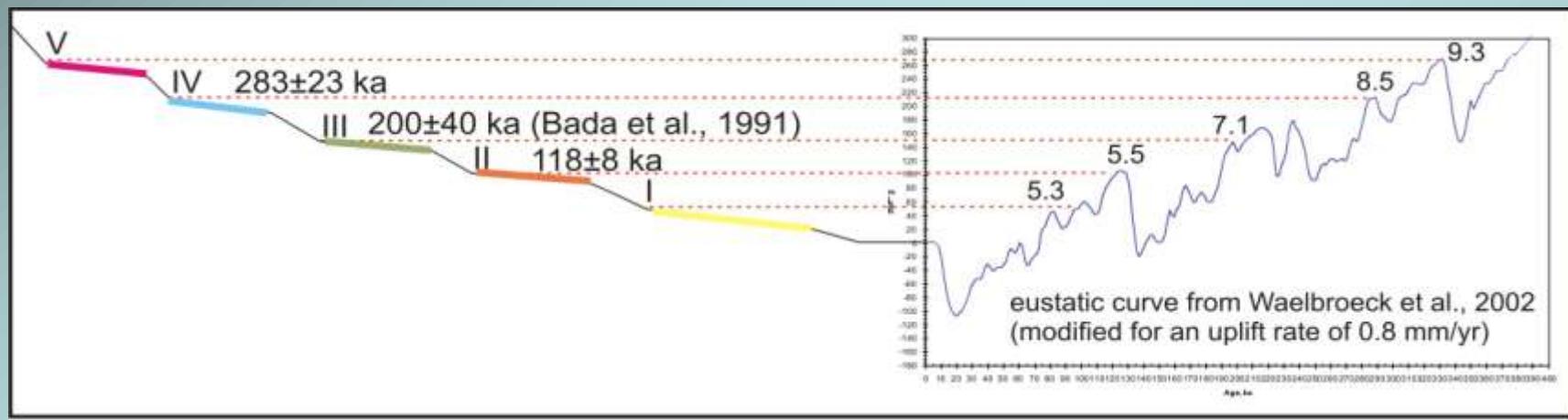
Ordine del terrazzo	Quota inner edge (m)	Stage isotopico	ka	Sea level corr.
VII	30-75	3.3	60	+48
VI	45-135	5.1	81	+19
V	50-175	5.3	100	+21
IV	75-285	5.5	124	-6
III	125-370	7.1	197	+10
II	250-500	7.3	215	+4
I	350-575	7.5	236	+9

Sant'Agata di Militello

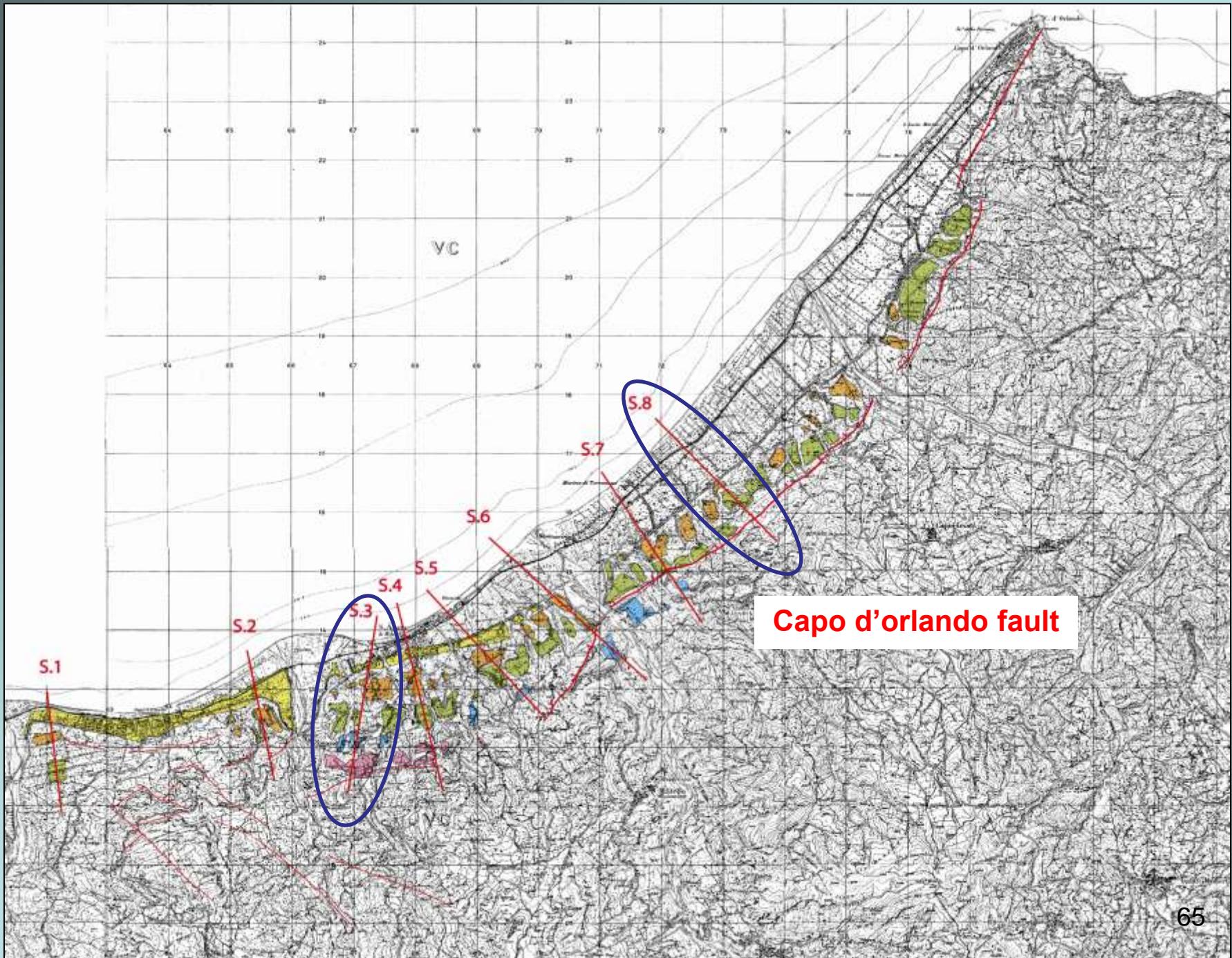


Età dei campioni

Sample	Elevation (m)	<i>ED</i> (Gy)	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	D_β (Gy/ka)	$D_{\gamma\text{amb+cosm}}$ (Gy/ka)	AD (Gy/ka)	Età OSL (ka)
SAM21	210	176±13	0,78±0,02	1,11±0,03	0,43±0,01	0,30±0,01	0,32±0,01	0,62±0,02	283±23
SAM23	30	94±5	0,84±0,02	1,33±0,04	0,75±0,01	0,44±0,01	0,36±0,01	0,80±0,02	118±8



Ordine del terrazzo	Quota inner edge (m)	Stage isotopico	ka	Sea level corr.
V	250-310	9.3	330	+4,68
IV	180-230	8.5	288	-16,88
III	90-160	7.1	197	-9,68
II	50-100	5.5	124	+6,30
I	30-50	5.3	100	-23,84



Tassi di sollevamento (mm/a)

