

Datação por TL / LOE (TL / OSL dating)

1. Preparação das amostras

Sedimentos

Os tubos são abertos em ambiente de luz vermelha na extremidade interna de inserção que deve ser indicada. Posteriormente passam por um tratamento químico com H₂O₂ (20%), HF (20%) e finalmente HCl (10%), sendo que as lavagens intermediárias são efetuadas com água destilada. Após tratamento químico as amostras são secas e peneiradas separando em uma fração granulométrica na faixa de 100-160 µm (100-60 Tyler), obtendo assim material Natural (quartzo/feldspato) isentos de materiais orgânicos e/ou metais pesados, e com granulometria bem homogênea.

Cerâmicas

As amostras cerâmicas têm sua superfície totalmente lixada, são trituradas com cuidados especiais para grãos de quartzo muito grandes, que são retirados por terem absorção radioativa diferentes dos grãos pequenos (diferença causada por distâncias de penetração das radiações). São peneiradas separando em uma fração granulométrica na faixa 100-160 µm (100-60 Tyler), passam por um tratamento químico com H₂O₂ (20%), HF (20%) e finalmente HCl (10%), sendo que as lavagens intermediárias são efetuadas com água destilada, são secas obtendo assim material Natural (quartzo/feldspato) isentos de materiais orgânicos e/ou metais pesados, e com granulometria bem homogênea.

2. Preparação das amostras para análise de TL / OSL

Sedimentos

A partir da amostra de material Natural é separada uma porção que é submetida à radiação solar por um período de aproximadamente 20 dias para decaimento Residual (TL / OSL). Desta porção são separadas várias amostras que são irradiadas (fonte de ⁶⁰Co (455Ci)) em várias doses pré-definidas (Gy), que devem estar próximas a dose acumulada Natural para montagem da curva de calibração.

Cerâmicas

A partir da amostra de material Natural é separada uma porção que é submetida a um tratamento térmico a 500 °C para decaimento residual que é total da emissão de TL (simulando a queima da cerâmica na sua manufatura). Desta porção são separadas várias amostras que são irradiadas (fonte de ⁶⁰Co (455Ci)) em várias doses pré-definidas (Gy), que devem estar próximas a dose acumulada Natural para montagem da curva de calibração.

Datação, Comércio e Prestação de Serviços LTDA.

Datação: LOE e TL

3. Determinação da Dose Acumulada Natural ou Paleodose

Equipamento: Fotomultiplicadora Thorn EMI Electron Tubes, Type 9235QA; Sistema de LUZ Azul por LED; Contador de Fótons e Fonte de Alta Tensão. Software próprio desenvolvido para coleta de dados.

Sedimentos

Protocolos utilizados: MAR e SAR

O protocolo MAR é feito para determinar uma idade média a partir de apenas 1 curva de calibração feita (normalmente aceito para publicações nacionais, teses, etc.)

Em procedimentos de datação por alíquotas múltiplas (MAR) é utilizada cerca de 20 alíquotas para se obter um único valor de P, com uma curva de calibração e conseqüentemente, é obtida uma única idade. Cada alíquota era usada para ser irradiada com doses diferentes e crescentes de radiação ionizante e algumas eram separadas para a medição da LOE natural.

O protocolo SAR é feito para determinar uma idade média dentre pelo menos 10 a 20 alíquotas, ou seja, são feitas de 10 a 20 curvas de calibração e encontradas de 10 a 20 idades. É possível construir um histograma de idades e interpretar a variação na amostragem (normalmente exigido pelos revisores de revistas internacionais).

No protocolo SAR apenas uma alíquota (~7mg) é utilizada para a determinação de cada Paleodose (P). Dessa forma, a alíquota usada na medida do sinal natural de LOE, será a mesma utilizada nas diversas etapas de irradiação, para a construção da curva de calibração. Assim, no protocolo SAR se utilizarmos as mesmas 20 alíquotas, obteremos no final 20 valores de P e, conseqüentemente, 20 idades diferentes para uma mesma amostra.

Embora o protocolo SAR elimine os problemas dos procedimentos de datação existe uma série de fatores que, se não forem observadas e corrigidas, podem torná-lo tão propensos a erros como os demais protocolos. Um exemplo de observação a ser considerada é a seguinte: devido às repetidas etapas de irradiações, pode ocorrer uma queda ou aumento na sensibilidade dos grãos que formam uma alíquota, gerando uma variação na resposta da LOE em função da dose aplicada. A fim de corrigir este possível problema, entre as doses de radiação ionizante e após a medição do sinal natural, são aplicadas e medidas as doses de teste (D_T) constante e, geralmente, determinada com base no valor estimado para P, em torno de 10 % P. Wallinga et al, 2000, mostram que este teste é necessário para eficácia do protocolo SAR.

Para efetuar o protocolo SAR devemos seguir algumas etapas:

Separação de 20-50 grãos (100-300 μ m) ou alíquotas (7mg) de cada amostra a ser datada:

1. Medida da LOE natural, L_n .
2. Irradiação (fonte radioativa) com dose teste (D_T).
3. Tratamento térmico de 220°C.
4. Medida da LOE teste, T_n .
5. Irradiação com dose regenerativa.
6. Tratamento térmico de 220°C.
7. Medida da LOE regenerativa, L_i .

Datação, Comércio e Prestação de Serviços LTDA. Datação: LOE e TL

8. Irradiação com dose teste.
9. Tratamento térmico de 220°C.
10. Medida da LOE teste, T_i .
11. Repetição do ciclo começando a partir do item 6 até a 4 dose regenerativa.

Terminado a confecção da curva de calibração individual de cada grão/alíquota, que é a razão L_i/T_i versus dose, onde $i=1$ até 4.

A seguir, é feito um gráfico de calibração L_i/T_i versus a D_i , como são usados os mesmos grãos para o ciclo todo, eles podem sofrer variações (alteração) na sua resposta LOE com a dose, essas variações são corrigidas através da leitura da dose teste, que será sempre constante em cada ciclo (geralmente em torno de 10% do valor da dose acumulada). Com o gráfico da calibração pronto, insere-se o valor da taxa L_n/T_n (a luminescência natural contida na amostra pela luminescência teste), para encontrar o valor da dose acumulada natural no cristal, D_e , conforme mostra a Figura 1.

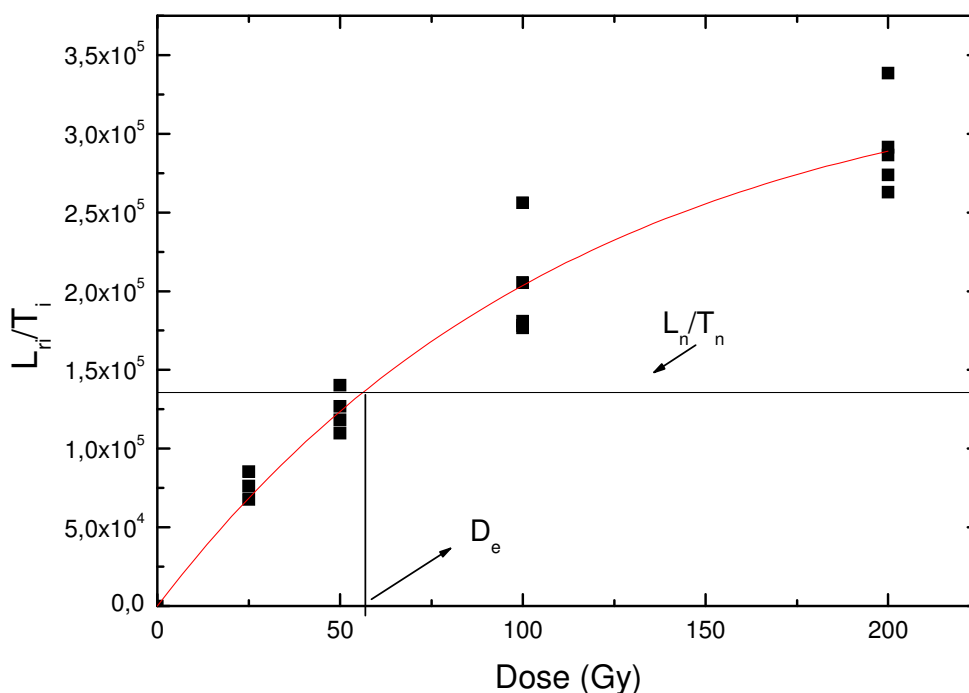


Figura 1.: Exemplo de Curva de calibração obtida através do protocolo SAR.

Para se encontrar os valores de D_e , são usados o modelo de cálculo pela média ponderada dos D_e , ou utiliza-se apenas os valores mais baixos de D_e , considerando que os altos estavam com sinal de LOE residuais.

Datação, Comércio e Prestação de Serviços LTDA.

Datação: LOE e TL

O Protocolo SAR como um todo ainda é composto por mais 3 testes:

1. Reciclagem, que é a correção na sensibilidade da resposta
 $0,9 < (L_i/T_i)/(L_1/T_1) < 1,1$, onde i = última dose igual a D_1 ;
2. Recuperação do sinal devido à irradiação, estimulação ou tratamentos térmicos prévios
 $(L_0/L_{nat}) < 5\%$, onde L_0 = emissão devido à dose zero;
3. Recuperação de dose, determinação da dose, previamente estabelecida, usando o SAR, com os mesmos parâmetros usados para determinar a D_e da amostra.

A idade (I) é calculada dividindo D_e por T , este é encontrada através dos valores de concentração dos isótopos radioativos do U, Th e K, além da contribuição da radiação cósmica. Esses valores são determinados através de espectroscopia gama.

$$I = \frac{D_e}{T_{\beta} + T_{\gamma} + T_{\text{raios cósmicos}}}$$

Importante: A idade média encontrada pela técnica de LOE é o momento na qual a amostra foi exposta, por um longo tempo, à luz solar pela última vez. As amostras com exposições de curta duração ou em várias épocas diferentes, como remobilizações de dunas, podem levar a interpretações errôneas.

Referência

Jakob Wallinga, Andrew Murray and Ann Wintle, 2000, The single-aliquot regenerative-dose (SAR) protocol applied to coarse-grain feldspar, *Radiation Measurements*, **32**, 5-6, 529-533.

Cerâmicas

O método de regeneração total é usado para determinar a dose acumulada da amostra, neste método são medidas as intensidades de TL_{nat} e as TL_{res} + irradiação (estes últimos com doses pré estabelecidas de radiação ionizante conhecidas), num intervalo de temperatura de 30 a 475°C. O ajuste dos pontos experimentais de intensidade de TL no valor de pico de intensidade e sua extrapolação nos fornece o valor da dose acumulada (em Gy) quando comparado com os valores de doses conhecidas.

Importante: A idade média encontrada pela técnica de TL é a data na qual a amostra foi submetida a uma temperatura acima de 300-400°C. Amostras que não foram queimadas podem nos levar a interpretações errôneas.