

El Laboratorio de Geocronología del Instituto Universitario de Xeoloxía "Isidro Parga Pondal", Universidade da Coruña, ha sido diseñado para el estudio de los procesos exógenos del Cuaternario. Las técnicas geocronológicas que empleamos son los Nucleidos Cosmogénicos Terrestres y la Datación por Técnicas de Luminiscencia. Para ello contamos dos instrumentos: un Espectrómetro de Masas de Gases Nobles y un Lector de Luminiscencia. En este artículo describimos brevemente los fundamentos físicos de estas técnicas geocronológicas, sus procedimientos analíticos y algunos de los resultados que este joven laboratorio ha obtenido hasta ahora.

Geochronology Laboratory of the Institute of Geology "Isidro Parga Pondal", Universidade da Coruña, has been designed for the study of Quaternary exogenous processes. Geochronological techniques we use are Terrestrial cosmogenic nuclides and luminescence dating techniques. For this we use two instruments, a mass spectrometer and a Noble Gas Luminescence Reader. In this article we briefly describe the physics of these geochronological techniques, analytical procedures and some of the laboratory results that this young man has achieved so far.

Geocronología del Cuaternario en el Instituto Universitario de Xeoloxía, Universidade da Coruña

/ DANIEL FERNÁNDEZ MOSQUERA (1)* / JORGE SANJURJO SÁNCHEZ (1)

(1) Instituto Universitario de Xeoloxía "Isidro Parga Pondal" - Universidad da Coruña. Edif. de Servicios Centrales de Investigación. Campus de Elviña. 15071 - A Coruña

INTRODUCCIÓN

La adecuada caracterización cronológica de depósitos y superficies es un aspecto clave para el estudio cuantitativo de los procesos exógenos. La datación tradicional mediante criterios relativos de posición, altitud, estratigráficos, etc de elementos mas o menos cercanos al elemento a datar no permite cuantificar los procesos que generan el paisaje. La datación de los procesos exógenos, y por lo tanto, de las condiciones ambientales presentes e involucradas en dicha génesis se puede obtener mediante el análisis de los minerales presentes en las formas, erosivas o sedimentarias, originadas por los mismos.

La interacción de la radiación con los minerales provoca cambios tanto en la composición atómica como en el estado electrónico, dependiendo de la energía de la radiación incidente. La red cristalina actúa como un sistema gequímico cerrado, lo que permite relacionar estos cambios con el tiempo transcurrido desde que el proceso exógeno expuso al mineral. La radiación cósmica se compone fundamentalmente de partículas de alta energía que al interaccionar con la litosfera provocan reacciones nucleares en las matrices cristalinas, con la consiguiente generación de nuevos nucleidos (Lal, 1988). La

radiación ambiental, debida a la desintegración de elementos radiactivos como U, Th y K, provoca por su parte cambios en el estado electrónico de las redes cristalinas, promoviendo electrones a pozos de potencial mas elevado que el estado fundamental (Aitken, 1985). Ambos cambios son la base de las técnicas de datación que empleamos en nuestro laboratorio: la datación mediante Nucleidos Cosmogénicos Terrestres y la datación por Técnicas de Luminiscencia.

Ambas técnicas son complementarias ya que los nucleidos cosmogénicos permiten datar procesos erosivos y las técnicas de luminiscencia procesos sedimentarios. La radiación cósmica interactúa con los minerales cuando están expuestos en la superficie, llegando incluso a penetrar alguna decena de metros, produciendo reacciones nucleares que generan cambios en la composición atómica del mineral permitiendo su datación. Por el contrario, la señal luminiscente se produce debido a la interacción de la radiación ionizante ambiental con las estructuras cristalinas, por lo que es prácticamente ubicua. Los procesos capaces de eliminar dicha señal, como los que calientan el mineral o lo exponen a la luz solar, depositan un mineral con el reloj luminiscente puesto a cero, preparado

para acumular la nueva señal.

El Laboratorio de Geocronología del Instituto Universitario de Xeoloxía "Isidro Parga Pondal" empezó a instalarse en el año 2005 gracias a la financiación de los fondos FEDER. Desde entonces, hemos trabajado en la puesta a punto de los instrumentos y los procedimientos analíticos necesarios para ofrecer un servicio de datación a la comunidad ibérica de las Ciencias de la Tierra, que no se caracteriza por la abundancia de este tipo de instalaciones. En este artículo describimos brevemente los fundamentos físicos de estas técnicas geocronológicas, sus procedimientos analíticos y algunos de los resultados que este joven laboratorio ha obtenido hasta ahora.

LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS DE GASES NOBLES Y LA DATACIÓN POR NUCLEIDOS COSMOGÉNICOS TERRESTRES

Las peculiaridades de los gases nobles, como su escasa abundancia y reactividad química, los convierten en excelentes trazadores de todo tipo de procesos físicos, especialmente en el campo de las ciencias planetarias. La mayoría de sus aplicaciones se derivan de las variaciones de su composición isotópica debido a procesos de fraccio-

palabras clave: Nucleidos Cosmogénicos, Luminiscencia, Cuaternario.

key words: Cosmogenic Radionuclides, Luminescence, Quaternary.

namiento, o bien a la generación de nuevos nucleidos en reacciones nucleares a partir de elementos más pesados. Estos procesos suceden de igual manera tanto en materiales terrestres como extraterrestres, por lo que sus aplicaciones se extienden desde el estudio del origen y evolución del sistema solar, geoquímica del manto terrestre, origen y evolución de la atmósfera, estudios oceanográficos e hidrológicos y, en lo que a nuestro laboratorio más nos concierne, como sistema de datación tanto de procesos endógenos como exógenos. Una excelente y exhaustiva revisión de los fundamentos y aplicaciones de los gases nobles en las Ciencias de la Tierra y el Espacio se puede encontrar en *Porcelli et al, 2003* y en *Ozima & Podosek, 2002*.

Espectrometría de Masas de Gases Nobles

La cuantificación de las abundancias de gases nobles en matrices minerales se realiza por medio de la Espectrometría de Masas de Gases Nobles (NG-MS). El equipo del que disponemos es un sistema HELIX (*fig. 1*), diseñado en su momento por la compañía GVI y que presentaba deficiencias de diseño. El actual propietario de los sistemas Helix, Thermo Instruments, ha decidido acometer una mejora sustancial del rendimiento del equipo, por lo que actualmente se encuentra en fase de rediseño y mejora. Es un espectrómetro de masas de sector magnético, equipado con una fuente de ionización de impacto electrónico (tipo Nier) y un sistema de detección con 5 detectores duales de copa de Faraday y multiplicadores de electrones. La medida se realiza sin gas portador, es decir, en modo estático a volumen constante.

Para extraer los gases de las matrices se utilizan dos procedimientos. El machacado de los minerales normalmente se emplea en estudios de geoquímica del manto, donde la abundancia de gas no suele ser un problema y lo que realmente interesa es la determinación de las relaciones isotópicas de los gases. Nuestro laboratorio está estudiando actualmente la instalación de un sistema de triturado que está siendo utilizado en el Fluids & Volatiles Laboratory de Scripps Institution of Oceanography (San Diego, EEUU).

El otro método es la liberación de los gases mediante el calentamiento de las matrices minerales. Este procedimiento permite la liberación secuencial de gas en función de su localización en la red



fig 1. Espectrómetro de Masas de Gases Nobles HELIX acoplado a parte de la línea de purificación de gases.

cristalina. En el caso del Ne cosmogénico, por ejemplo, este componente se libera a temperaturas de entre 600 °C y 700 °C (Niedermann et al, 1993). La baja concentración de ^{24}Ne cosmogénico hace imprescindible contar con una técnica que asegure pequeños blancos analíticos. Por ello tanto la línea de extracción y purificación de gases como el propio espectrómetro son totalmente metálicos con el fin de prevenir la difusión de gas hacia el interior de la línea. El horno de extracción es una copia del empleado por el clásico VG5400 del Isotope Lab, de Harmon Craig y Kurt Marti en Scripps Institution of Oceanography. Con éste horno se consiguen blancos de composición atmosférica que corresponden a unos 2×10^7 átomos de ^{20}Ne a temperatura ambiente y el doble a 1000°C.

Tanto la línea como el espectrómetro se mantienen a alto vacío ($< 5 \times 10^{-9}$ Torr). La línea está dividida en sectores, cada uno con su indicador de presión para controlar el progreso de la extracción del gas y su purificación, en las que el gas extraído se expande secuencialmente una vez que finaliza la purificación en cada sector (*ver fig. 2*).

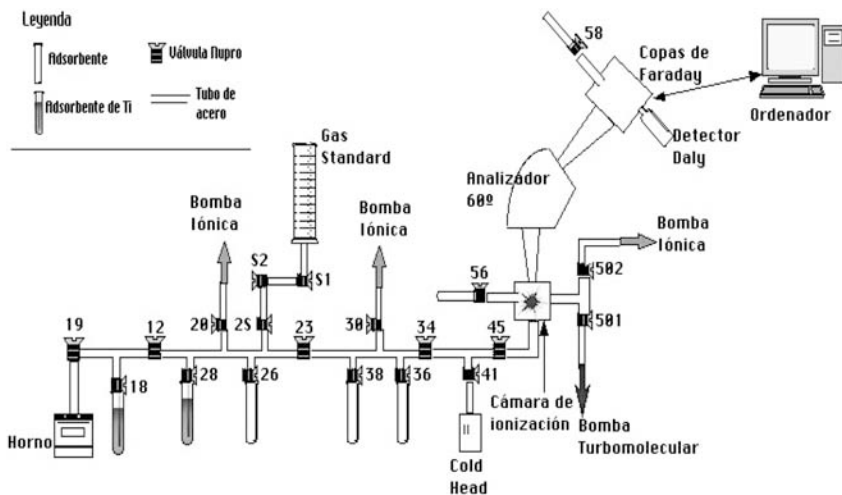
La datación mediante Nucleidos Cosmogénicos Terrestres

Desde que en la década de los años 80 del siglo pasado la técnica de la Espectrometría de Masas por Acelerador se hizo más sensible y accesible, su uso en las Ciencias de la

Tierra ha cambiado el estudio de los procesos exógenos. La medida de nuevos nucleidos acumulados en las superficies geomórficas debido a su exposición a la radiación cósmica (nucleidos cosmogénicos producidos in situ) permite cuantificar un número cada vez mayor de procesos exógenos en disciplinas como la geomorfología, la geodinámica o la paleoclimatología (Cerling y Craig, 1993). Su uso permite obtener dataciones absolutas de distintos procesos en rangos de tiempo que van desde algunos miles hasta millones de años. Así, se han aplicado hasta ahora a la datación de sistemas glaciares, fluviales, deslizamientos y paleoseismos. Como herramienta para cuantificar procesos exógenos se han empleado para obtener tasas de erosión y acumulación absolutas, tasas de generación de suelos y procesos de enterramiento. Hoy en día, un buen número de artículos publicados en las revistas de referencia de las Ciencias de la Tierra y el Espacio tienen que ver con los nucleidos cosmogénicos in situ, bien en su aspecto fundamental o como herramienta geocronológica y cuantitativa (Siame et al, 2006).

Producción de nucleidos cosmogénicos in situ.

La producción de nucleidos cosmogénicos *in situ* (^3He , ^{10}Be , ^{14}C , ^{21}Ne , ^{26}Al , ^{36}Cl , ^{55}Mn , según la litología con la que interaccionen las partículas) se debe a la interacción de los rayos cósmicos secundarios generados en la atmósfe-



Esquema de la línea de purificación e introducción

fig 2. Esquema de la línea de extracción y purificación de gases nobles de matrices minerales. Los gases liberados en el horno de ultra alto vacío son purificados secuencialmente, eliminando los gases reactivos mediante procesos de adsorción. Los inertes son congelados mediante un criostato de expansión adiabática (cold head) (modificado de Craig et al, 1993)

ra, principalmente neutrones y muones, con los átomos de las superficies expuestas. La tasa de producción de los mismos varía con la latitud y la altitud (Dunai, 2000) y en ciertos casos será necesario considerar variaciones temporales en su producción debido a las fluctuaciones en el campo geomagnético (tabla 1). Para una completa revisión de los fundamentos físicos y aplicaciones de esta técnica recomendamos algunos trabajos en la sección de referencias bibliográficas (Lal, 1988, 1991; Gosse & Phillips, 2001; Siame et al, 2006).

Nucleido	Target	Tasa producción (átomos g ⁻¹ año ⁻¹)
³ He	SiO ₂	124
	Olivino	116±3
	Piroxeno	116±3
¹⁰ Be	SiO ₂	5.5±0.7
	Olivino	5.25
	Basalto	1.83
¹⁴ C	SiO ₂	20±4
²¹ Ne	SiO ₂	19.6±3.7
	Olivino	38.7
²⁶ Al	SiO ₂	37.4±1.9
	Olivino	15.4
	Basalto	40.6
³⁶ Cl	Ca	66.8±6.8
	K	137±60

tabla 2.1. Tasas de producción aproximadas para el nivel del mar y latitud geomagnética >60° (modificado de Gosse y Phillips, 2001)

Si suponemos que el flujo de rayos cósmicos ha permanecido constante, que no invariable, a lo largo de la exposición de la superficie a los mismos podemos utilizar la concentración acu-

mulada in situ como una herramienta geocronológica. De esta manera, la tasa de producción de nucleidos cosmogénicos decrece exponencialmente al atravesar la litosfera de acuerdo con la siguiente ley:

$$P(x) = P(0) \exp\left(\frac{-\rho x}{\Lambda}\right) \quad [1]$$

Dónde P(0) es la tasa de producción en la superficie, x la profundidad expresada en cm, ρ la densidad en g/cm³ y Λ la longitud de atenuación característica, distinta para cada material y tipo de partícula productora, en g/cm². Así, la concentración N de un nucleido cosmogénico a una profundidad dada x viene expresada por la siguiente ecuación:

$$N(x,t) = N(x,0) \exp(-\lambda t) + \frac{P(0)}{\lambda + \frac{\rho}{\Lambda} \epsilon} \exp\left(\frac{\rho}{\Lambda} x\right) \left(1 - \exp\left(-\lambda - \frac{\rho}{\Lambda} \epsilon\right) t\right) \quad [2]$$

donde N(x,0) es la concentración en el momento de iniciarse la exposición a los rayos cósmicos en la superficie y ε es la tasa de erosión. Los nucleidos generados se acumulan en la superficie con la única limitación de la erosión y su tiempo de vida media, en caso de ser radiactivos (fig. 1)

De esta manera, la ecuación [2] exige para su resolución analítica que el parámetro ε sea conocido y constante duran-

te el tiempo de exposición de la superficie. Es decir, con un solo nucleido cosmogénico sería posible calcular el tiempo de exposición de la superficie o, de manera inversa, la tasa de erosión siempre que ésta se encontrase en estado estacionario, ya que la concentración del nucleido alcanzaría el equilibrio secular para una tasa de erosión dada. La hipótesis de erosión en estado estacionario probablemente no sea muy realista para muchos escenarios geomorfológicos, aunque sí puede funcionar en periodos largos de exposición donde los episodios erosivos intensos se alternen con otros menos activos.

Cuando la hipótesis de erosión en estado estacionario no sea válida, es necesaria la medida de al menos dos nucleidos cosmogénicos para obtener valores fiables de las tasas de erosión (fig. 2, Lal, 1991). De esta manera se puede calcular de manera independiente el tiempo de exposición de la superficie y la tasa de erosión sufrida. Cuanto mayores sean las diferencias en las vidas medias de los nucleidos, más sensible será este cálculo.

Recientemente, Braucher et al (2009) han demostrado que es posible determinar la historia erosiva de una superficie con un solo nucleido si se estudia la concentración a lo largo de un perfil de la superficie estudiada. La distinta contribución de los mecanismos de producción del nucleido (espalación neutrónica o captura de muones) en función de la profundidad y su distinta sensibilidad a las tasas de erosión permite la reconstrucción de la historia erosiva.

Datación de Procesos Exógenos con ²¹Ne

El Ne cosmogénico, producido mediante las reacciones Si(n,4pxn)Ne, se aloja en la red cristalina del cuarzo y se suma al reservorio de Ne ya existente en la roca, con una composición isotópica que refleja las condiciones de cristalización del mineral y la producción debida a la descomposición de los minerales radioactivos. El Ne cosmogénico tiene una relación isotópica definida que hace que siga una recta de producción de pendiente conocida a partir de la composición ya existente en el mineral (Martí & Craig, 1988). Para discernir los distintos componentes del Ne existentes en la roca, es preciso la medida de los tres isótopos del Ne (²⁰Ne, ²¹Ne, ²²Ne) mediante la Espectrometría de Masas de Gases Nobles. La medida de la liberación del gas a distintas temperaturas posibilita la cuantificación del componente cosmogé-

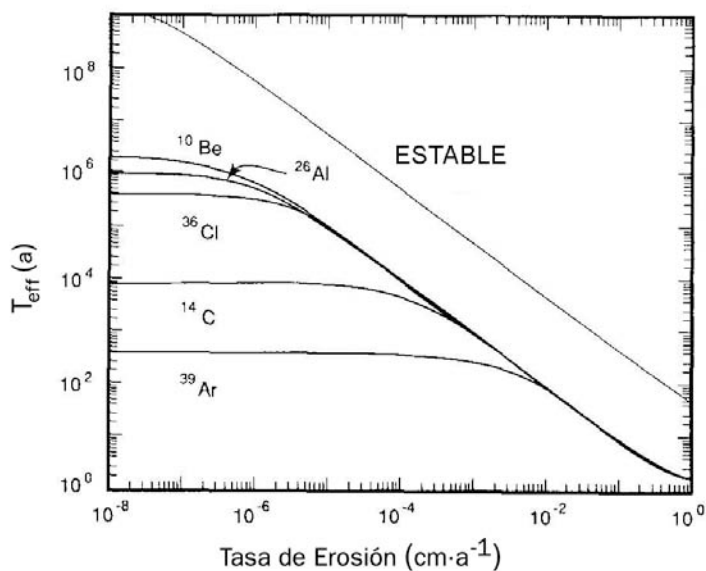


fig 3. Valores calculados de tiempos efectivos de exposición en función de la erosión. "Estable" se refiere a nucleidos no radiactivos como ^3He o ^{21}Ne (modificado de Lal, 1991)

nico, ya que este es liberado a temperaturas menores al estar menos ligado a la red cristalina que los otros componentes (Niedermann et al, 1993, 1994).

La concentración medida de ^{21}Ne cosmogénico puede proporcionar importante información geomorfológica siempre y cuando exista una correcta identificación del origen de la superficie muestreada. Esto es debido a que la acumulación del ^{21}Ne cosmogénico está limitada solamente por la erosión, (fig. 1). Si existen razones para inferir que la erosión sufrida por la superficie ha sido nula desde su exposición (como p.ej, identificación de microrrasgos de abrasión glaciar) podemos interpretar la concentración como la edad de exposición de la superficie. En otro caso, la interpretación más correcta es en términos de la máxima tasa de erosión estacionaria sufrida por la superficie que permite acumular la cantidad medida de ^{21}Ne cosmogénico. De forma general, la erosión obtenida de esta manera será más cercana a la real para exposiciones más prolongadas.

En el grupo del Instituto Universitario de Xeoloxía de la Universidade da Coruña, en colaboración con el Profesor Kurt Marti de la University of California San Diego, llevamos 10 años empleando esta técnica al estudio los procesos erosivos en los paisajes graníticos, siendo pioneros a nivel nacional. En la Península Ibérica, nuestro grupo ha estudiado la cronología de las glaciaciones pleistocenas y los procesos erosivos en superficies graníticas con éste

método con buenos resultados. La identificación de varias etapas glaciares correspondientes a distintos estadios isotópicos en pequeños sistemas glaciares de Galicia o el estudio de las tasas de erosión de superficies graníticas erosivas son parte de los resultados obtenidos hasta ahora (Vidal Romaní, et al, 1999; Fernández Mosquera et al., 2000; Fernández Mosquera 2002; Fernández Mosquera et al., 2005). Recientemente, hemos empezado a trabajar con el grupo del Prof. Didier Bourles, (CEREGE-CNRS) para el desarrollo del par cosmogénico $^{21}\text{Ne}/^{10}\text{Be}$ y su aplicación a distintos escenarios erosivos (Fernández Mosquera et al, 2007, 2008).

La Datación de Procesos y Materiales Mediante Técnicas Luminiscentes.

El empleo de la luminiscencia como método de datación absoluta empieza en la década de los años 50 del pasado siglo. Se fundamenta en el hecho de que los cristales de ciertos minerales acumulan defectos electrónicos debido a la interacción con la radiación ionizante ambiental. Esta acumulación es proporcional al tiempo de interacción y origina una señal que se puede medir en el laboratorio. Las técnicas de datación por luminiscencia se han empleado desde entonces en el ámbito de la geología y la arqueología, principalmente. El rango temporal que abarca esta técnica permite datar materiales desde unas pocas decenas de años hasta los 300-500 Ka, aproximadamente, en función de las características de la muestra y el

depósito. Por una parte, ha permitido el estudio de procesos exógenos cuaternarios mediante la datación de sedimentos fluviales, eólicos y glaciares principalmente (Stokes, 1997; Lian & Roberts, 2006, Wintle, 2006). Por otra, la datación de objetos arqueológicos en aquellos casos en los que no es posible utilizar el ^{14}C , como cerámica o útiles líticos, ha sido de gran utilidad en la arqueología y la paleoantropología (Roberts, 1997). Recientemente, se ha empezado a aplicar al patrimonio arquitectónico como ladrillos y morteros con resultados prometedores (Zacharias et al., 2002)

Principios de la Datación por TL/OSL

El mecanismo básico de la luminiscencia es la liberación de fotones debido a transiciones electrónicas de electrones localizados en pozos más o menos estables de potencial (fig. 4). Este mecanismo a nivel atómico todavía no está completamente comprendido (McKeever & Chen, 1997), pero dada la escala a la que se produce intervienen mecanismos cuánticos. Esto implica que, a escala atómica, la emisión luminiscente es, desde el punto de vista cuantitativo, irreproducible e irrepetible.

Afortunadamente, esta limitación no impide su uso como método analítico aunque sí lo condiciona. La inherente falta de reproducibilidad del mecanismo de luminiscencia impide el uso de patrones y obliga, en el peor de los casos, a la medida de un gran número de alícuotas para obtener una precisión aceptable.

Los minerales que se pueden emplear en esta técnica, fundamentalmente cuarzo y feldespato, deben haber sido expuestos a la luz solar (luminiscencia estimulada ópticamente u OSL) o al calor (termoluminiscencia o TL) durante el tiempo suficiente para que la señal de procesos anteriores, esto es, los electrones acumulados en trampas geológicamente estables, sea eliminada). La exposición del mineral (evento bleaching en la fig. 5) determina que el reloj luminiscente parta de tiempo cero o de otro nivel, que será necesario conocer para que la datación sea exacta. Afortunadamente, en el caso de la OSL, basta con una exposición a la luz solar de unos cuantos minutos, por lo que el transporte eólico es el caso más favorable para aplicar esta técnica. Otro tipo de transporte, como el fluvial, puede ser menos efectivo si se produce en un régimen turbulento, por ejemplo. En la datación por TL, el calentamiento experimental durante la cocción de la cerámica

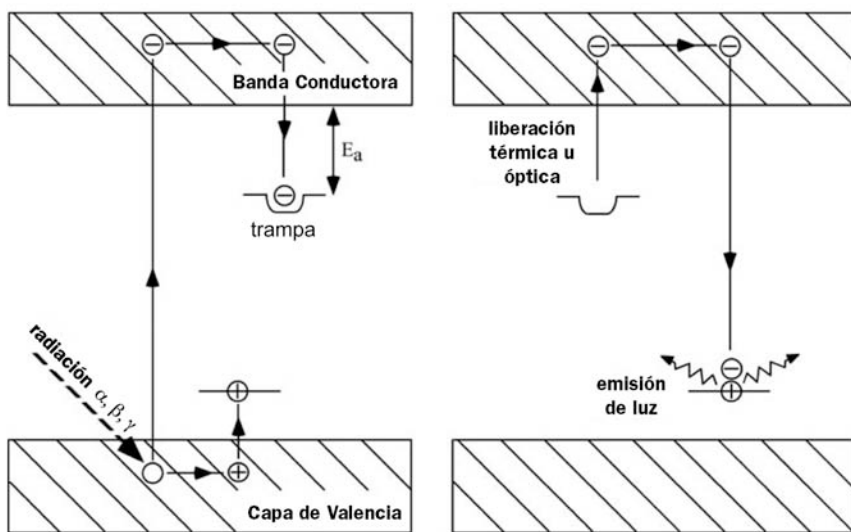


fig 4. Mecanismo de creación de la señal luminiscente en los minerales (modificado de Aitken, 1998).

es suficiente para eliminar por completo la señal del mineral. Es por eso que la TL se aplica con mucho éxito en la datación de objetos arqueológicos y, aunque también se ha empleado en la datación de sedimentos (Aitken, 1985), desde el desarrollo de la técnica de la OSL se prefiere esta última siempre que sea posible.

Para poder datar un mineral es necesario cuantificar dos magnitudes: la paleodosis y la dosis anual. La Paleodosis es la dosis acumulada en el material a datar. Se mide en un lector de luminiscencia, dónde se produce la excitación de los electrones acumulados en los defectos electrónicos con la subsiguiente emisión de luz. La emisión luminosa se expresa en radiación mediante la comparación de la emisión producida por diversas dosis proporcionadas en el laboratorio sobre la misma muestra. La medida de la paleodosis, a diferencia de la mayoría de técnicas analíticas, no se obtiene por comparación con un material estándar. El carácter estocástico de la emisión luminiscente y el hecho de que cada cristal sea único a nivel atómico hacen que las medidas no se puedan referenciar a otros materiales. De hecho, el mayor desafío al que se enfrentan los procedimientos analíticos de medida de la luminiscencia es el poder simular en un breve periodo de tiempo (la medida en el laboratorio) lo que ha sido un proceso mucho más largo en el medio natural. Por ello, los procedimientos analíticos obtienen lo que más propiamente se denomina Dosis Equivalente, que en el mejor de los casos será efectivamente la Paleodosis. La respuesta del mineral a la estimulación ofrece típicamente una forma parabólica (fig. 5), con una fase

lineal a dosis bajas, y una zona final de saturación dónde no se acumulan más electrones aunque la dosis de excitación siga aumentando. La saturación sucede a menores dosis en el cuarzo que en el feldespato, por lo que este mineral podría datar los depósitos más antiguos. Sin embargo, los feldespatos se ven normalmente afectados por un fenómeno de atenuación de la señal cuando son extraídos de la matriz que proporciona la dosis ambiental (proceso conocido como "anomalous fading", Aitken, 1985). El error introducido por este fenómeno en la medida de la señal se puede corregir con una serie de experimentos que se conocen como *fading tests* (Huntley & Lamothe, 2001) para obtener una datación exacta. El cuarzo, por el contrario, almacena la señal sin pérdidas cuantitativas, por lo que suele ser el mineral preferido para la datación de sedimentos.

Hasta la década de los 90, la mayoría de las dataciones por OSL se basaban en la estimulación de feldespatos por infrarrojos (IR) (Wintle, 1997; Aitken, 1998), lo

que presentaba diversos problemas debidos al *fading*, a causa de la cual se infraestimaban frecuentemente las edades absolutas de los elementos datados. El desarrollo de diodos que emiten luz azul (Bøtter-Jensen et al., 2000) y del protocolo SAR (*Single-aliquot regenerative-dose*) (Murray & Roberts, 1998; Murray & Wintle, 2000), optimizaron las medidas en el cuarzo que no presenta esta inestabilidad. Estos avances supusieron un aumento en el número de publicaciones de dataciones a partir del cuarzo basadas en el protocolo SAR, demostrado una precisión y exactitud muy cercana a la del ^{14}C en las condiciones adecuadas (Murray & Olley, 2002).

La otra magnitud necesaria para la datación es la dosis que recibe el mineral por unidad de tiempo, conocida como Dosis Anual, y se mide en el entorno inmediato del mismo. Depende fundamentalmente de la concentración en U, Th y K de la matriz dónde se encuentran los minerales a datar y, en mucho menor medida, de la radiación cósmica que penetra en el sedimento. Las incertidumbres relativas a esta magnitud no se centran en el método analítico para la determinación de las concentraciones de estos elementos sino respecto al comportamiento del depósito como un sistema cerrado. La inmutabilidad de las concentraciones de elementos solubles como el U a lo largo de miles de años en un sedimento expuesto a las condiciones ambientales debe ser, cuando menos, analizada. La variación de las concentraciones de los nucleidos de las cadenas radiactivas a lo largo del tiempo repercuten en el cálculo de la Dosis anual, que muchas veces se asume como constante (Olley et al., 1996). La existencia de desequilibrio en la cadenas de desintegración del ^{238}U es señal de que el sistema ha sido alterado y de que la dosis anual ha podido variar durante el periodo de enterramiento del mineral. Cambios de altitud, o de

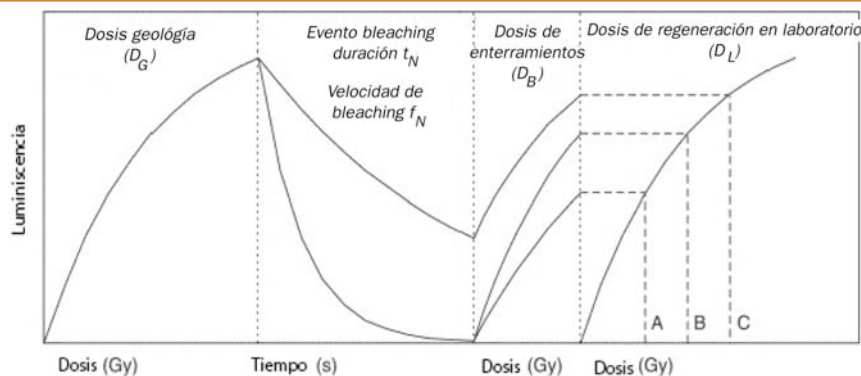


fig 5. Un mineral sometido a la radiación ambiental acumula una señal, denominada dosis geológica. Cuando es movilizado, puede perder esta señal (evento bleaching) para poner a cero el reloj luminiscente. Una vez depositado, vuelve a acumular una dosis proporcional al tiempo de enterramiento. Por último, en el laboratorio se regenera esta señal para permitir su datación.

profundidad del sedimento, afectarían a la dosis de radiación cósmica recibida por el mineral, pero su menor contribución a la acumulación de Paleodosis hace menos importante la estabilidad geológica del depósito que la estabilidad geoquímica.

Procedimientos Analíticos

Las precauciones en la toma de muestras se deben encaminar a la preservación de la Paleodosis y a evitar zonas donde es más probable que haya variado la Dosis anual, como evidencian la presencia de depósitos ferruginosos o de señales geomorfológicas de la circulación de agua. La toma de muestras para la datación por luminiscencia varía según la técnica que se emplee. Si se trata de algún objeto arqueológico para datar por medio de TL, (ej. cerámicas, sílex, etc.) es necesario un tamaño mínimo del objeto y una muestra del sedimento que rodea inmediatamente al mismo (unos 250 gramos de sedimento). Si el elemento a datar es un sedimento por OSL, se introduce un tubo de PVC o acero (dependiendo de la compactación y dureza del sedimento) de unos 30-60 cm de largo y unos 10-20 cm de diámetro para evitar que la luz solar interaccione con el mineral.

En el laboratorio de luminiscencia, se realiza el proceso de preparación de la muestra para su datación, evitando siempre que la luz solar elimine la señal luminiscente. Para ello, los laboratorios de luminiscencia están equipados con una iluminación especial que emite luz en el espectro del rojo o naranja. Bajo estas condiciones se extrae el material a datar de los tubos, si se trata de sedimento. Si se trata de materiales arqueológicos, se eliminan 2 mm del exterior del material con una sierra de diamante, lubricando el corte con agua para evitar el calentamiento de los minerales, y se machaca la parte interna, tamizándose posteriormente. En sedimentos, se mide la saturación y humedad y se tamizan. En ambos casos se toman preferentemente las fracciones de diámetro de grano de 90-180 μm y 180-250 μm . Una vez seleccionada una o varias fracciones se tratan con HCl para eliminar carbonatos y con H_2O_2 para eliminar materia orgánica.

Como se ha explicado anteriormente, las dataciones por luminiscencia se suelen obtener utilizando cuarzo, feldespato, o una mezcla polimineral, aunque preferentemente se utiliza el primero de estos materiales debido a que su señal luminiscente es estable. La sepa-

ración de cuarzo y feldespatos puede hacerse en base a sus diferentes densidades o bien, debido a su diferente dureza (Fernández Mosquera & Sanjurjo Sánchez, 2008). Por último, el mineral purificado es sometido a digestiones con HF para eliminar una parte micrométrica de la capa exterior de los granos, ya que es una parte susceptible de verse afectada por partículas alfa del sedimento o de minerales de la muestra, cuya penetración máxima en los minerales es de unas pocas micras (Aitken, 1985).

La medida de la luminiscencia es obtenida mediante un lector de luminiscencia. Para ello, el laboratorio de luminiscencia de la Unidad de Geocronología del Instituto Universitario de Geología de la Universidad de A Coruña cuenta con un equipo automático Risoe-15 equipado con un fotomultiplicador EMI 9635 QA y con una fuente de radiación beta de $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ calibrada que emite una dosis aproximada de 0.12 Gy/s. En este equipo los minerales a datar son estimulados por medio de calor o a través de luz. Para ello, el lector de luminiscencia está equipado con un termopar y con diodos de LEDs que emiten en la banda del azul y con diodos que emiten en el infrarrojo. El termopar se utiliza para someter la muestra a medidas de termoluminiscencia, así como a algunos tratamientos térmicos requeridos para las medidas de OSL. Los diodos azules, son los utilizados en la medida de OSL del cuarzo y los IR para los feldespatos. Una vez estimulada la muestra, la emisión de luminiscencia es medida por el fotomultiplicador. Al liberarse la carga se elimina la señal luminiscente acumulada desde el enterramiento de la muestra. Posteriormente la fuente de radiación permite "recargar" la señal luminiscente en los minerales de la muestra de modo que se puede volver a estimular y medir la señal añadida. Esto permite comparar la señal llamada "natural", originada por la radiación ambiental durante el enterramiento de la muestra, con la "regenerada" tras al irradiación en el laboratorio. Si se aplican diferentes ciclos de regeneración de la señal y medida sobre una sola alícuota de muestra es necesario corregir los cambios de sensibilidad de la misma muestra a distintas dosis de radiación. Hoy en día, esta estrategia es la más popular en la datación de sedimentos, y el procedimiento más empleado es el SAR 21. Otra estrategia utilizada es la irradiación de múltiples alícuotas de la misma muestra (sistema conocido como "método aditivo"), que también

puede dar buenos resultados en sedimentos (Jain et al., 2003) y que es la estrategia más utilizada en la datación por TL. La interpolación de la señal "natural" en la curva regenerada proporciona la dosis de radiación acumulada en la muestra que se conoce como Dosis Equivalente.

A partir de la medida de la dosis anual se puede obtener la dosis de radiación a la que la muestra ha estado sometida durante el enterramiento. Esta dosis se puede obtener por varios métodos y fundamentalmente procede de la radiación ionizante procedente de las series de desintegración de ^{238}U , ^{232}Th y ^{40}K . Para su medida se pueden utilizar varios métodos. Si el material a datar son sedimentos, las concentraciones de estos isótopos pueden medirse por espectrometría gamma "in situ". El laboratorio de luminiscencia de la Unidad de Geocronología del Instituto Universitario de Geología, cuenta con un espectrómetro gamma portátil GF Instruments GRS-2000 para este tipo de medidas. También la dosis gamma puede medirse en el caso de piezas o materiales arqueológicos, aunque en este caso, la dosis beta debe obtenerse para esos materiales por otro método. Las concentraciones de U, Th y K elemental pueden obtenerse por medio de Espectrometría de Masas con Plasma de Acoplamiento Inducido (ICP-MS) o el Análisis por Activación de Neutrones (AAN). Para las muestras estudiadas en nuestro laboratorio, el primero de estos métodos de análisis se realiza en los CACTI de la Universidade de Vigo. Para la AAN, la Unidad de Geocronología colabora con el grupo de "Geoquímica Aplicada & Luminescência no Património Cultural" de la "Unidade de Ciências Químicas e Radiofarmacéuticas" del Instituto Tecnológico e Nuclear de Portugal, que cuenta con uno de los pocos laboratorios de estas características existentes en Europa, ya que requieren la existencia de un reactor nuclear para la irradiación de las muestras con neutrones, previamente a su medida en espectrómetros de rayos gamma de baja resolución. Sin embargo, estos métodos solo proporcionan la concentración de ^{238}U , ^{232}Th y ^{40}K , pero no de los isótopos resultantes de sus cadenas de desintegración. La comprobación de la existencia de equilibrio secular en las cadenas de reintegración es imprescindible para una total confianza en el cálculo de la Dosis Anual. En nuestro laboratorio este cálculo se realiza en colaboración con el de Radiactividad Ambiental de la Universidade da Coruña.

Una vez obtenida la dosis anual, la edad absoluta calculada consiste en el cociente entre la dosis equivalente y la dosis anual medida, mas la dosis de radiación cósmica calculada para el sedimento a partir de su latitud, altitud y profundidad en la secuencia estratigráfica.

Datación de procesos exógenos y materiales arqueológicos en el laboratorio del IUX

Desde el comienzo de su funcionamiento en el año 2005, el laboratorio de luminiscencia de la Unidad de Geocronología ha participado e intervenido en varios proyectos y estudios tanto arqueológicos como geológicos. Entre los estudios y proyectos en el ámbito de la geología, y mas concretamente de la geomorfología, se han datado varias series eólicas y marinas tanto de la costa de Galicia como del Norte de Portugal. Algunos de los resultados mas destacados son la datación de la serie eólica mas antigua de la Península Ibérica hasta la fecha. Estos resultados se han visto materializados en una tesis doctoral (Fernández Mosquera et al., 2007; Gutiérrez Becker, 2008). En el marco de la Geomorfología, se han estudiado y datado varias terrazas de la cuenca del Rio Miño en Galicia. Se espera publicar también los resultados en los próximos meses.

La participación en estudios y proyectos arqueológicos ha permitido obtener resultados muy positivos y valiosos. Actualmente, los miembros de la unidad forman parte de un proyecto de investigación en el Medio Éufrates (Siria) en el cual se están excavando varios yacimientos arqueológicos del valle del Río Éufrates con restos de civilizaciones que comprenden desde la etapa Sumeria (hasta 5000 y 6000 años antes de ahora) hasta épocas bizantinas y medievales. En el curso de este proyecto, financiado por la Xunta de Galicia y parcialmente por el Ministerio de Cultura y algunas fundaciones, se ha publicado ya un trabajo con resultados positivos en la datación de materiales cerámicos y sedimentos arqueológicos (Sanjurjo Sánchez et al., 2008a). Otros proyectos arqueológicos son la datación de materiales cerámicos de construcción (tejas) de la fortificación medieval situada a los pies de la Torre de Hércules, recientemente nombrada Patrimonio de la Humanidad y que ha permitido comparar las edades de radiocarbono obtenidas de los sedimentos con las edades de termoluminiscencia obtenidas a partir de materiales de construcción medievales (tejas) a través de varios protocolos.

Algunos de los resultados de este proyecto ya han sido publicados (Sanjurjo Sánchez et al., 2008b). En el campo de la arqueología nuestro equipo ha trabajado también en la datación de nuevos materiales, como es el caso de morteros utilizados en construcciones o restos de construcciones antiguas. Se ha aplicado un protocolo determinado para extraer la arena del árido del morteros en edificios antiguos y se han utilizado protocolos de datación existentes para sedimentos en este material, obteniéndose resultados satisfactorios en un elevado porcentaje de muestras. Estos resultados han sido contrastados con la edad obtenida por termoluminiscencia de materiales cerámicos (ladrillos) de las mismas construcciones, encontrándose un elevado índice de coincidencia. Aunque algunos de estos resultados ya han sido anticipados (Sanjurjo Sánchez et al., 2008c) algunos trabajos mas detallados sobre los procedimientos y resultados serán publicados en breve.

REFERENCIAS

Aitken, M.J. (1985) *Thermoluminescence Dating*, Academic Press, New York

_. (1998) *An Introduction to Optical Dating*, Oxford University Press, Oxford

Bøtter-Jensen, L. (1997) *Luminescence techniques: instrumentation and methods*, Radiation Measurements 27, p. 749-768

Braucher, R., P. Del Castillo L., Siame, A. J. Hidy & Bourles, D. L. (2009) *Determination of both exposure time and denudation rate from an in situ-produced 10Be depth profile: A mathematical proof of uniqueness. Model sensitivity and applications to natural cases*, Quaternary Geochronology 4, 56-67.

Cerling, T. E & Craig, H. (1994) *Geomorphology and In-Situ Cosmogenic Annual Review Of Earth And Planetary Sciences 22*, 273-317.

Craig, H., Marti, K. & Wiens, R. (1993) *A static mass spectrometer with triple collection for nitrogen and neon isotopes*. Scripps Institution of Oceanography Reference Series 93-11, 20 p.

Dunai, T.J. (2000) *Scaling factors for production rates of in situ produced cosmogenic nuclides: a critical reevaluation*. Earth and Planetary Science Letters 176, 157-169.

Fernandez Mosquera, D., Marti, K., Vidal Romaní, J.R. & Weigel, A. (2000) *Late Pleistocene deglaciation chronology in the NW of the Iberian Peninsula using cosmic-ray produced ²¹Ne in Quartz*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 172, p 832-837.

_. (2002) *Geocronología de Superficies Graníticas mediante ²¹Ne Cosmogénico en Cuarzo*. Tesis Doctoral. Universidade da Coruña.

_, Vidal Romaní J.R. & Marti K. (2005) *Cosmogenic ²¹Ne in granitic surfaces of Galicia (NW Spain): methods and applications*. En Meteoritos y Geología Planetaria, Eds. Martinez Frías, J. y Madero J. Diputación Provincial de Cuenca, p. 267-282.

_, Marti, K., Vidal Romaní, J.R., (2007) *Cosmic ray neon production at large depths: The ²¹Ne/¹⁰Be ratio and the BeNe Project*. Geophysical Research Abstracts 9, p. 2571.

_, Hah, D., Vidal Romaní, J.R., Braucher, R. & Bourles, D. (2008) *Muon produced Neon in quartz at large depths: BeNe project progress report*. Geochimica et Cosmochimica Acta 72 (12), p. 265.

_ & D. Sanjurjo Sánchez, J. (2008) *A simple and non destructive method to separate quartz and feldspar and its application to TL/OSL methods*. Geochronometria 30, 41-47.

Gosse, J. C. & Phillips, F. M. (2001) *Terrestrial in situ cosmogenic nuclides: theory and application*. Quaternary Science Reviews, 20, 1475-1560.

Gutierrez Becker, L. (2008) *Caracterización y evolución durante el cuaternario superior de los procesos eólicos de la costa del NO peninsular*. Tesis Doctoral. Universidade da Coruña.

Huntley, D.J. & Lamothe, M. (2001) *Ubiquity of anomalous fading in K-feldspars, and the measurement and correction for it in optical dating*, Canadian Journal of Earth Sciences 38, 1093-1106.

Jain, M., Botter-Jensen, L. & Singhvi, A.K. (2003) *Dose evaluation using multiple-aliquot quartz OSL: test of methods and a new protocol for improved accuracy and precision*, Radiation Measurements 37(1), 67-80

Lal, D. (1988) *In situ produced cosmogenic isotopes in terrestrial rocks*. Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 16, 355-388.

_. (1991) *Cosmic ray labeling of erosion surfaces: in situ nuclide production rates and erosion models*. Earth and Planetary Science Letters, 104, 424-439.

Lian, O.B. & Roberts, R.G. (2006) *Dating the Quaternary: progress in luminescence dating of sediments*, Quaternary Science Reviews, 25 (19-20), p. 2449-2468.

McKeever, S.W.S. & Chen, R. (1997) *Luminescence models*. Radiation Measurements 27, 625-661.

Murray, A. S. & Roberts, R.G. (1998) *Measurement of the equivalent dose in quartz using a regenerative-dose single-aliquot protocol*, Radiation Measurements 29,

503–515.

– & Wintle, A.G.. (2000) Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32(1), 57-73

– & Olley, J.M. (2002) Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review *Geochronometria* 21 , p. 1–16

Niedermann, S., Graf, T.Y. & Marti, K. (1993) Mass spectrometric identification of cosmic-ray-produced neon in terrestrial rocks with multiple neon components. *Earth and Planetary Science Letters* 118, 65-73.

–, –, Kim, J. S., Kohl, C. P. Marti, K. & Nishiizumi, K. (1994) Cosmic-ray-produced ^{21}Ne in terrestrial quartz: the neon inventory of Sierra Nevada quartz separates. *Earth and Planetary Science Letters* 125, 341-355.

Ozima, M. & Podosek, F.A. (2002) *Noble Gas Geochemistry*. Cambridge University Press. 300 p.

Olley, M., Murray, A. & Roberts, R.G. (1996) The effects of disequilibria in the uranium and thorium decay chains on burial dose rates in fluvial sediments. *Quaternary Science Reviews* 15, 751-760

Porcelli, D., Ballentine, C.J. & Wieler, R. (2002) Noble Gases in Geochemistry and Cosmochemistry. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. Ed. Geochemical Society y Mineralogical Society of America 47, 844 p.

R.G., Roberts (1997) Luminescence dating in archaeology: from origins to optical. *Radiation Measurements* 27, 819-892

Sanjurjo Sánchez, J., Fernández Mosquera, D & Montero Fenollós, J.L. (2008a) TL/OSL dating of sediment and pottery from two Syrian archaeological sites. *Geochronometria* 30, 21-27.

–, – & Bello, J.M. (2008b) Establecimiento y validación de procedimientos de datación por luminiscencia de material arqueológico en el laboratorio de geocronología de la Universidad de A Coruña: primeros resultados. *Trabajos de Prehistoria* 65 (2), 131-136.

–, –, Trindade, M.J. & Dias, M.I. (2008c) Luminescence dating of lime mortars and bricks from a heritage building. *Luminescence: The Journal of Biological and Chemical Luminescence* 23, 265-266.

Siame, L.L., Boursès, D.L. & Brow, E.T. (2006) In Situ-Produced Cosmogenic Nuclides and Quantification of Geological Processes. *The Geological Society of America*. 158 p.

Stokes, S. (1999) Luminescence dating

applications in geomorphological research, *Geomorphology*. 29 (1-2). p, 153-171.

Vidal Romaní, J.R., Fernández Mosquera, D., Marti, K. & Brum, A. De (1999) Nuevos datos sobre la cronología glacial pleistocena en el NW de la Península Ibérica. *Cadernos do Laboratorio Xeolóxico de Laxe* 24, 7-30.

Wintle, A.G. (1997) Luminescence dating: laboratory procedures and protocols, *Radiation Measurements* 27 (5-6), 769-817.

– (2006) The future role of luminescence dating. *Quaternary International*, 147 , 119–122.

– & Murray, A. S., (2006) A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols, *Radiation Measurements* 41(4), 369-391.

Zacharias, N., Mauz, B. & Michael, C.T. (2002) Luminescence quartz dating of lime mortars. A first research approach. *Radiation Protection Dosimetry* 101, 379-382.