



Untersuchungen der optisch stimulierten Lumineszenz (OSL) an fluviatilen Quarzkörnern aus einem Permafrostprofil von Bungeland (Neusibirische Inseln) und deren statistische Auswertung

MARGRET C. FUCHS*), MATHIAS KRBETSCHKE**) & LUTZ SCHIRRMEISTER***)

1 Tabelle

*Russland
Sibirien
Permafrost
Optisch stimulierte Lumineszenz*

Inhalt

Zusammenfassung	145
Abstract	145
1. Einleitung	145
2. Untersuchungsgebiet	146
3. OSL-Methodik	146
4. Statistische Auswertung	146
5. Schlussfolgerungen	147
Dank	147
Literatur	147

Zusammenfassung

Für die Rekonstruktion von Paläoumweltbedingungen sind Untersuchungen der optisch stimulierten Lumineszenz (OSL) zur Bestimmung von Sedimentationsaltern von besonderer Bedeutung. Probleme können sich bei unzureichender Bleichung der Quarzkörner ergeben, denen man versucht mit statistischen Methoden zu begegnen. In dem untersuchten Subprofil Bun-4 auf den Neusibirischen Inseln zeigten die Modelle nach FUCHS & LANG (2001) und nach LEPPER & MCKEEVER (2002) die besten Übereinstimmungen mit ¹⁴C-Parallelaltern.

Optically Stimulated Luminescence Dating of Fluvial Quartz Grains in a Permafrost Soil in Bungeland (Siberia)

Abstract

Optically stimulated luminescence dating of burial ages is an important tool in the reconstruction of palaeo-environmental conditions. However, insufficient bleaching of the quartz grains is often a methodological problem. Statistical solutions are essential. This study investigates the sub-profile Bun-4 of the New Siberian Islands, and finds the methodology of FUCHS & LANG (2001) and LEPPER & MCKEEVER (2002) produced the results most congruent with parallel ¹⁴C ages.

1. Einleitung

Im Rahmen der russisch-deutschen Wissenschaftskooperation SYSTEM LAPTEV SEA wurden während verschiedener Expeditionen des Alfred-Wegener-Instituts für Polar- und Meeresforschung seit 1998 zahlreiche Untersuchungen zur quartären Umweltdynamik der sibirischen Arktis an den Küsten der Laptevsee, im Lenadelta sowie auf den Neusibirischen Inseln durchgeführt (u.a. SCHWAMBORN et al., 2002; KRBETSCHKE et al., 2002; SCHIRRMEISTER

***) MARGRET C. FUCHS, TU Dresden, Am Hofefeld 1, D 01219 Dresden.
Margret.C.Fuchs@googlemail.com.

***) MATHIAS KRBETSCHKE, Sächsische Akademie der Wissenschaften (SAW), Forschungsstelle Geochronologie Quartär, Institut für Angewandte Physik der TU Bergakademie Freiberg, Leipziger Straße 23, D 09596 Freiberg/Sa.
quatmi@physik.tu-freiberg.de.

***) LUTZ SCHIRRMEISTER, Alfred-Wegener-Institut für Polar- und Meeresforschung (AWI) Sektion Periglazialforschung, Telegrafenberg A 43, D 14473 Potsdam
Lutz.Schirrmeister@awi.de.

et al., 2003a, 2007). Zur Rekonstruktion der Paläoumwelt ist eine möglichst genaue geochronologische Aufschlüsselung der Sedimentkomplexe von besonderer Bedeutung. Hierfür eignen sich vor allem OSL-Untersuchungen zur Bestimmung der Sedimentationsalter. Ein wichtiges Problem der OSL-Datierung stellt die möglicherweise unzureichende Bleichung der Quarzkörner im Zuge der periglazialen Transport- und Ablagerungsprozesse dar. Anhand eines Beispielprofils von den Neusibirischen Inseln, für das ¹⁴C-Vergleichsalter vorliegen, werden die in der Literatur vorgeschlagenen statistischen Methoden der Auswertung von OSL-Daten (Lage- und Streuungsparameter [MURRAY et al., 1995; OLLEY et al., 1998; GALBRAITH et al., 1999; FUCHS & LANG, 2001; LEPPER & MCKEEVER, 2002]) miteinander verglichen, um möglichst genaue Datierungsergebnisse zu erreichen.

2. Untersuchungsgebiet

Die Neusibirischen Inseln begrenzen das arktische Schelfmeer der Laptevsee nach Osten. Das untersuchte Beispielprofil liegt bei 74° 52.163' N und 142° 09.651' E auf Bungeland, einer Sandebene ca. 11–21 m üNN zwischen den Inseln Kotelny und Fadajevsky. Es herrscht kontinuierlicher Permafrost vor mit Auftautiefen von max. 0,6 m. An einigen Stellen kann initialer Thermokarst anhand von Seebildungen beobachtet werden. Polygonale Netzstrukturen zeigen moderne Eiskeilbildung an.

Das fast 4 m mächtige Profil befindet sich am Steilhang eines Erosionstals und wurde während der gemeinsamen russisch-deutschen Expedition „Lenadelta – Neusibirische Inseln 2002“ untersucht. Insgesamt wurden 2 OSL-Proben im Subprofil Bun-4 genommen, Bunge-1 bei 3 m uGOF und Bunge-2 bei 0,7 m uGOF sowie jeweils gesondert Material für die Gammasspektrometrie. Die beprobten Horizonte stellen gut geschichtete Stillwasserablagerungen eines alten Flussarms dar. Der Eisgehalt liegt bei 18–22 Gew.-% (SCHIRRMAYER et al., 2003b). Das Radiokarbonalter für Bunge-1 liegt bei 12 ka BP und für Bunge-2 bei 7 ka BP.

3. OSL-Methodik

Zur Bestimmung der Gesamtdosisleistung, der die untersuchten Proben während der Deposition ausgesetzt waren, wurden einerseits gammasspektrometrische Untersuchungen am Institut für Angewandte Physik der TU Bergakademie Freiberg vorgenommen und andererseits die Wirksamkeit der kosmischen Strahlung über Lageparameter (geographische Lage, Höhe üNN) sowie Sedimentüberdeckung und -dichte der Probe abgeschätzt. Eine Korrektur der Gesamtdosisleistung fand über in situ und durch Sättigung ermittelte Wassergehalte statt. Es wurde eine leichte Uran-Anreicherung festgestellt.

Die Aufbereitung der Proben fand im Freiburger Lumineszenzlabor der Sächsischen Akademie der Wissenschaften Arbeitsstelle Geochronologie statt. Es wurden die Fraktionen 100–160 µm abgesiebt, Karbonate (HCl 10 %) und Organik (H₂O₂ 30 %) entfernt, eine Flotation (HF ca. 0,2 % mit pH ca. 2,4–2,7; Dodecylamin; destill. H₂O; 5 % HCl) und 2 Dichtentrennungen (Natriumpolywolframat) auf 2,62–2,67 g/cm³ durchgeführt. Anschließend erfolgte eine Ätzung (HF 40 %; HCl 37 %), die wegen zu hohem IR-Signal der Testmessung wiederholt werden musste, wobei die IR-Komponente wesentlich reduziert werden konnte. Abschließend wurde das Material auf 90–160 µm abgesiebt und es konnten 48 (Bunge-1) bzw. 24 (Bunge-2) homogene Teilproben (Aliquots) auf Alutellerchen mit Silikon spray auf Ø 0,6 cm fixiert werden.

Die Messung der Äquivalenzdosen der einzelnen Aliquots erfolgte mit dem OSL/TL RisØ Reader in Freiberg nach dem von MURRAY & WINTLE (2000) vorgestellten single-aliquot-regenerative (SAR) Protokoll mit 4 Regenerationszyklen, Nullpunkt und Recycling Punkt. Instabile Signalkomponenten wurden durch Vorheizen mit 260°C entfernt, die OSL-Stimulation mit blauen LEDs erfolgte bei 125°C. Die integrierte Sensitivitätskontrolle gewährleistete eine konstante Testdosis nach jeder Messung (Vorheizen mit 220°C, Stimulation bei 125°C). Um das Verhalten der Probe einschätzen zu können bei vollständiger Bleichung mit anschließender Bestrahlung einer bekannten Labordosis und Wiederholung des ursprünglichen Messprotokolls, wurden Dose Recovery Tests an 4 Aliquots durchgeführt. Die Äquivalenzdosen wurden mit dem von DULLER (2001) eingeführten Programm ANALYST Version 3.04b berechnet.

Für zur weiteren statistischen Auswertung geeignete Aliquots wurden folgende Kriterien festgelegt: Recycling Ratio ≤10 %, Nullpunkt ≤5 % des natürlichen Signals, Signal >3σ über Untergrund und Testdosisfehler ≤10 %.

4. Statistische Auswertung

Um möglichst das Sedimentationsalter einer Probe berechnen zu können, ist es notwendig, die Äquivalenzdosen der einzelnen Aliquots dieser Probe statistisch zu analysieren.

Die den oben genannten Kriterien entsprechenden Aliquots wurden vorerst klassisch statistisch ausgewertet mit Ermitteln der Zentraltendenz durch arithmetisches Mittel und Median (vgl. Tab. 1). Der Vergleich beider deutete auf eine positiv gestreckte Verteilung der Äquivalenzdosen hin, die sich auch im Histogramm widerspiegelt. Die Standardabweichung überstieg deutlich den von FUCHS & WAGNER (2003) ermittelten Grenzwert des Variationskoeffizienten von 10 %, was für eine unterschiedliche Qualität der Bleichung der Quarzkörner spricht. Ein gewisser Anteil der Körner kann aber durchaus gut gebleicht worden sein. Die Ergebnisse des Dose Recovery Tests hingegen zeigen sehr gute Ergebnisse mit einem Variationskoeffizient von <4 % bei vollständiger Bleichung. Der Vergleich beider Variabilitäten lässt darauf schließen, dass die Altersbestimmung mittels arithmetischem Mittel zu einer deutlichen Altersüberschätzung (z.B. für Bunge-1 über 4000 a) führt. Diesem Problem haben sich verschiedene Autoren angenähert.

MURRAY et al. (1995) fanden in ihren Untersuchungen an jungen durch Wasser transportierten Quarzkörnern einen nur kleinen Anteil schlecht gebleichter Aliquots und schlugen vor, die 3 höchsten Äquivalenzdosen aus der Berech-

Tabelle 1.
Ergebnisse der statistischen Methoden zur Auswertung von OSL-Analysen am Beispiel von Bunge-1.

Statistische Methode	Paläodosis [sec]	Variationskoeffizient [%]
Arithmetisches Mittel	355,9	27,2
Median	339,7	28,9
MURRAY et al. (1995)	334,9	18,8
OLLEY et al. (1998)	209,2	11,8
GALBRAITH et al. (1999) Präzisionsgewichtetes Mittel Common Age Model	343,6 335,7	21,7 0,4
Fuchs & Lang (2001)	246,2	5,1
LEPPER & MCKEEVER (2002)	252,5	8,9

nung des arithmetischen Mittels zu nehmen. Da die Analyseergebnisse der hier betrachteten Proben mit dieser statistischen Methode im Vergleich zu den ^{14}C -Altern immer noch eine Altersüberschätzung von über 3000 a (Bsp. Bunge-1) ergaben, lässt sich folgern, dass eine deutlich schlechtere Bleichung vorliegt als bei ihren Untersuchungen.

OLLEY et al. (1998) setzen am unteren Ende der Werteverteilung an. Nach ihren Berechnungen lieferten die untersten 5 % der Werte das wahre Sedimentationsalter. Diese Methode konnte aufgrund der geringen Anzahl geeigneter Aliquots (35 für Bunge-1 bzw. 22 für Bunge-2) nur bedingt angewandt werden (5 % entsprachen weniger als 2 Werte). Außerdem war die Betrachtung der unteren Ausreißer (besonders niedrige Äquivalenzdosen) von entscheidender Bedeutung. Diese Ausreißer können durch postsedimentäre Umlagerungen (z.B. Bio- oder Kryoturba-tion) oder durch mikrodosimetrische Unterschiede im Sediment entstehen. Ebenso hängt die Aussagekraft der Standardabweichung stark von der Anzahl der in die Berechnung einbezogenen Aliquots ab und kann so die der Probe natürlich immanente Variation unterschätzen. Die Ergebnisse lagen ohne Ausreißerbetrachtung etwa 3000 a (Bsp. Bunge-1) unter den ^{14}C -Altern. Mit Ausreißerbetrachtung wurde die Altersunterschätzung verringert, bei Bunge-1 sogar halbiert.

GALBRAITH et al. (1999) stellen mehrere Altersmodelle vor, die je nach Voraussetzungen angewandt werden können. Die Methode des präzisionsgewichteten Mittels (hier prozentualer Messfehler) gleicht im Ergebnis stark dem arithmetischen Mittel. Für das Common Age Model wird eine logarithmische Transformation zur Kompensation der positiven Streckung der Dosisverteilung durchgeführt, wobei nicht differenziert auf die wahre Dosisverteilung eingegangen wird und somit die Gefahr einer Überkompensation der positiven Streckung besteht. Die Ergebnisse sind vergleichbar mit der Methode von MURRAY et al. (1995). Die Plausibilität der Ergebnisse der Standardabweichung ist fraglich. Das Modell ist aber nach GALBRAITH et al. (1999) auch nicht geeignet für Messergebnisse von Aliquots mit so unterschiedlicher Bleichung, wie sie bei den hier betrachteten Proben vorzuliegen scheinen. Vielmehr wird im Modell davon ausgegangen, dass alle Messergebnisse einen allgemeinen Wert (Common Age) repräsentieren. Die anderen Modelle konnten aus Zeitgründen leider bisher nicht näher betrachtet werden.

FUCHS & LANG (2001) gehen individuell auf die jeweilige Verteilung der Äquivalenzdosen ein. Sie nutzen die Dose Recovery Tests, um die natürliche Variabilität der Probe zu bestimmen. Anschließend werden fortschreitend Mittelwerte beginnend mit den 2 niedrigsten Werten bestimmt, bis der Wert der natürlichen Variabilität gerade überschritten wurde. Zum Teil lassen sich mit dieser Methode auch untere Ausreißer mathematisch abgrenzen, nämlich dann, wenn der Variationskoeffizient gleich beim ersten gleitenden Mittelwert überschritten wurde. Es sollte aber trotzdem kontrolliert werden, ob nicht vielleicht zufällig 2 untere Ausreißer nah beieinander liegen und somit eine geringe relative Standardabweichung ergeben. Ebenso ist zu diskutieren, ob die im Labor ermittelte Variabilität aus dem Dose Recovery Test wirklich der im Profil gegebenen natürlichen Variabilität entspricht (z.B. räumliche Variation der Mikrodosimetrie). Dem Problem kann man mit zusätzlichen dosimetrischen Feldmessungen versuchen zu begegnen. Die Ergebnisse dieser Methode mit Betrachtung von Ausreißern entsprechen den ^{14}C -Altern sehr gut. Die Standardabweichung wird verringert, da man nur einen ausgewählten Teil der Dosisverteilung in die Berechnungen einbezieht.

LEPPER & MCKEEVER (2002) liefern mit dem leading edge model eine weitere sehr probenspezifische Herangehensweise. Aus dem Median der nach Größe sortierten Fehler

wird die Klassenweite für die Berechnung der Häufigkeitsverteilung bestimmt. Auf den aufsteigenden Ast des Histogramms wird die Normalverteilungsfunktion nach Gauß angewandt und die Standardabweichung berechnet. Die 2. Ableitung dieser Funktion ergibt die Paläodosis und die zugehörige Standardabweichung, aus denen dann das Alter berechnet werden kann. Auch diese Methode zeigte sehr gute Ergebnisse und ist nicht so stark wie die anderen Methoden anfällig für untere Ausreißer. Die Standardabweichung kann direkt aus der Dosisverteilung der Probe errechnet werden.

5. Schlussfolgerungen

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass eine statistische Auswertung der gewonnenen Äquivalenzdosen einer unzureichend gebleichten Probe entscheidend ist, um das wahre Sedimentationsalter bestimmen zu können. Dabei zeigen Methoden, die individuell auf die Dosisverteilung jeder Probe eingehen, deutlich bessere Ergebnisse, als durch das Übertragen von Grenzwerten aus anderen Untersuchungen erzielt werden kann. Insbesondere mittels der von FUCHS & LANG (2001) sowie von LEPPER & MCKEEVER (2002) vorgestellten Methoden konnten im Vergleich zu den ^{14}C -Altern sehr gute Ergebnisse berechnet werden. Eine Betrachtung von möglichen Ausreißern sollte stets in die Überlegungen einbezogen werden. Unter Umständen kann eine geringe Anzahl von Aliquots das Ergebnis beeinträchtigen, da eventuell nur ein Bereich der wahren Dosisverteilung abgedeckt wird und so Fehlinterpretationen entstehen können.

Dank

Für die freundliche Unterstützung bei der Aufbereitung der Proben möchte ich ganz herzlich der Laborantin Frau STEIN im Freiburger Lumineszenzlabor danken. Ebenso gilt mein Dank Herrn Prof. Arno KLEBER, der mich stets bei organisatorischen Angelegenheiten meiner Arbeit unterstützt hat.

Literatur

- DULLER: ANALYST Version 3.04b. – 2001.
- FUCHS, M. & LANG, A.: OSL dating of coarse-grain fluvial quartz using single-aliquot protocols on sediments from NE Peloponnese, Greece. – *Quaternary Science Reviews*, **20**, 783–787, 2001.
- FUCHS, M. & WAGNER, G.A.: Recognition of sufficient bleaching by small aliquots of quartz for reconstructing soil erosion in Greece. – *Quaternary Science Reviews*, **22** (2003), 1161–1167, 2003.
- GALBRAITH, R.F., ROBERTS, R.G., LASLETT, G.M., YOSHIDA, H. & OLLEY, J.M.: Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium Rock Shelter, Northern Australia. Part I, experimental design and statistical models. – *Archaeometry*, **41**, 2 (1999), 339–364, Oxford 1999.
- KRBETSCHKEK, M.R., GONSER, G. & SCHWAMBORN, G. (2002): Luminescence dating results of sediment sequences of the Lena Delta. – *Polarforschung*, **70**, 83–88, 2002.
- LEPPER, K. & MCKEEVER, S.W.S.: An objective methodology for dose distribution analysis. *Radiation Protection Dosimetry*. – *Solid State Dosimetry*, Vol. **101**, Nos. 1–4, Proceedings of the 13th Int. Conf. Athens, Greece, July 9–13, 2001, part II, 349–352, Oxford 2002.
- MURRAY, A.S., OLLEY, J.M. & CAITCHEON, G.: Measurement of equivalent doses in quartz from contemporary water-lain sediments using optically stimulated luminescence. – *Quaternary Science Reviews*, **14**, 365–371, 1995.
- MURRAY, A. & WINTLE, A.: Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. – *Radiation Measurements*, **32**, 57–73, 2000.
- OLLEY, J., CAITCHEON, G. & MURRAY, A.: The distribution of apparent dose as determined by optical stimulated luminescence in small aliquots of fluvial quartz: implications for dating young sediments. – *Quaternary Science Reviews*, **17**, 1033–1040, 1998.

SCHIRRMEISTER, L., GROSSE, G., SCHWAMBORN, G., ANDREEV, A.A., MEYER, H., KUNITSKY, V.V., KUZNETSOVA, T.V., DOROZHKINA, M.V., PAVLOVA, E.Y., BOBROV, A.A. & OEZEN, D.: Late quaternary history of the accumulation plain north of the Chekanovsky Ridge (Lena Delta, Russia): A multidisciplinary approach. – *Polar Geography*, **27**, No. 4, 277–319, 2003a.

SCHIRRMEISTER, L., GROSSE, G., KUNITSKY, V., MEYER, H., DERIVYAGIN, A. & KUZNETSOVA, T.: Permafrost, periglacial and paleo-environmental studies on New Siberian Islands. – In: Russian-German Cooperation SYSTEM LAPTEV SEA 2002: The Expedition LENA 2002, Reports on Polar and Marine Research, **466**, 195–339, Bremerhaven 2003b.

SCHIRRMEISTER, L. (ed.): Expeditions in Siberia in 2005. – Reports on Polar and Marine Research, **550**, 341 S., Bremerhaven 2007.

SCHWAMBORN, G., RACHOLD, V. & GRIGORIEV, M.N.: Late Quaternary sedimentation history of the Lena Delta. – *Quaternary International*, **89**, 119–134, 2002.

Manuskript bei der Schriftleitung eingelangt am 18. Juni 2008