

# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Datación por luminiscencia: ópticamente estimulada (OSL) y termoluminiscencia (TL)

Luminescence dating: optically stimulated (OSL) and thermoluminescence (TL)

Medialdea, A.<sup>(1)</sup>; Rivera-Silva, J.<sup>(2)</sup>

 (1) Centro Nacional de Investigación sobre la Evolución Humana (CENIEH). Paseo Sierra de Atapuerca 3, 09002 Burgos, España. alicia.medialdea@cenieh.es
(2) Servicio de Radioisótopos, Centro de Investigación, Tecnología e Innovación (CITIUS).

Universidad de Sevilla. Avenida Reina Mercedes, 4B, 41012, Sevilla, España.

#### Resumen

La datación por luminiscencia se ha convertido en los últimos años en uno de los métodos claves para establecer cronologías absolutas en el periodo del Cuaternario. La posibilidad de aplicarlo sobre granos de cuarzo y feldespato, abundantes en casi todos los ambientes sedimentarios y presentes en las piezas cerámicas, hace que sea uno de los métodos de datación más versátiles tanto en geología como arqueología. La luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) y las variantes de esta técnica, así como la termoluminiscencia (TL) permiten datar el último momento en que estos granos minerales estuvieron expuestos a la luz solar o fueron sometidos a altas temperaturas antes de quedar depositados y enterrados. Los avances en la técnica han permitido aumentar la precisión, pudiendo estimar edades con un error menor al 10 %, cubriendo el periodo que va desde el presente a varios cientos de miles de años. Las dificultades que presentaba esta técnica en sus comienzos, como el blanqueamiento parcial o las diferencias en la señal luminiscente, son, hoy en día, información añadida a las dataciones estimadas. Este artículo pretende proporcionar la información necesaria para que los usuarios de esta técnica puedan aprovechar al máximo su potencial y les ayude en la interpretación de los resultados.

Palabras clave: luminiscencia ópticamente estimulada; OSL; datación; geocronología; tasa de dosis; cuarzo.

#### Abstract

Over the past years, luminescence dating has become one of the key methods to establish absolute chronologies for the Quaternary. It is applied on quartz and feldspar grains which are abundant in most sedimentary environments and are contained in pottery. This makes it one of the most versatile dating techniques for both, geology and archaeology. Optically Stimulated Luminescence (OSL) and related techniques as well

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.96428

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



as thermoluminescence (TL) date the last moment that those mineral grains were exposed to daylight or to high temperature, before being deposited and buried. The latest advances in the technique have made it possible to increase the precision, leading to the estimation of ages with an uncertainty below 10%, and offering an age range that covers from the present to several hundred thousands of years. The difficulties that this technique used to have, are, nowadays, additional information to the estimated ages. This article aims to provide enough information for the users of luminescence dating to make the most of its potential and to help them in the interpretation of their results.

Key words: optically stimulated luminescence; OSL; dating; geochronology; dose rate; quartz.

#### 1. Introducción

La datación por luminiscencia es un método cronológico que permite datar de forma absoluta tanto eventos geológicos como restos arqueológicos. La edad estimada mediante esta técnica es el tiempo transcurrido desde que el material a estudio estuvo expuesto a la luz solar por última vez, antes de quedar enterrado. Lleva aplicándose varias décadas, pero ha sido principalmente en los últimos 20 años cuando, gracias a los avances desarrollados en la técnica, ha despuntado convirtiéndose en una de las técnicas de datación más utilizadas para el periodo del Cuaternario.

En sus inicios, la datación por luminiscencia se empezó aplicando para datar piezas cerámicas; en ese caso, la edad estimada es el tiempo transcurrido desde la cocción de la pieza ya que las altas temperaturas, al igual que la luz solar, blanguean la señal luminiscente, estableciendo así el instante cero. Posteriormente, la posibilidad de utilizar el momento de exposición a la luz solar como instante en el que se produce el blanqueo de la señal hizo que aumentara su aplicación para datar eventos geológicos. La termoluminscencia, que abrió el uso de estas técnicas para datación, ha sido prácticamente sustituida en la actualidad por el uso de la luminiscencia ópticamente estimulada ya que presenta mayor estabilidad en el tiempo y mayor sensibilidad de la respuesta luminiscente que permite mejorar la precisión en las edades estimadas.

Este artículo pretende dar una visión general de la datación por luminiscencia, aportando la información necesaria para que los usuarios de esta técnica puedan aprovechar el potencial que la técnica ofrece y facilitar la interpretación de resultados.

## 2. Metodología

Algunos minerales, como el cuarzo y el feldespato, tienen la propiedad de almacenar en su estructura cristalina parte de la energía recibida de la radiación ionizante, alfa, beta y gamma, principalmente, presente en la naturaleza. Esa energía es transportada por los electrones que han guedado libres al ser arrancados de su órbita como consecuencia de la interacción de la radiación ionizante con el cristal (Fig. 1a). Los electrones libres quedan atrapados en defectos de la red cristalina (Fig. 1b). Cuanto más larga sea la exposición a la radiación ionizante, mayor número de electrones quedarán atrapados (Aitken 1985). Ante la exposición a luz o a temperaturas por encima de los 300 °C aproximadamente, los electrones atrapados caen a los centros de recombinación perdiendo energía en el proceso; esa energía liberada se emite en forma de luz denominada luminiscencia (Fig. 1c). La luz emitida es proporcional a la cantidad de electrones atrapados y, por tanto, a la cantidad de radiación ionizante recibida.

Cuando el mecanismo de estimulación que ha dado lugar a la emisión de luminiscencia es la exposición a altas temperaturas, como la que se produce durante la cocción de pie-



Figura 1. Diagrama de energía representando los procesos físicos que se dan en los granos de cuarzo al recibir radiación ionizante (a), almacenamiento de energía en forma de cargas altrapadas (b) y desexcitación de los electrones atrapados que caen a los centros de recombinación emitiendo luminiscencia cuando el cuarzo es estimulado con luz o calor. Representación basada en la versión de Aitken 1985. Figura editada por S. Morquillas Trascasa.

Figure 1. Energy level diagram illustrating the different physical processes that occur in quartz grains when receiving ionizing radiation (a), storing energy as trapped charge (b) release of electrons that fall to recombination centres and emit luminescence when stimulated with heat or light (c). Figure edited by S. Morquillas Trascasa.

zas cerámicas, la emisión luminiscente recibe el nombre de termoluminiscencia, TL. Cuando la fuente de estimulación es la luz visible, la emisión derivada se conoce con el nombre de luminiscencia ópticamente estimulada; OSL en su forma abreviada (Optically Stimulated Luminescence). La señal luminiscente de los granos de feldespato que se emplea para datación es la obtenida como respuesta a estimulación infrarroja y se conoce como IRSL (Infrared Stimulated Luminescence). La TL/OSL/IRSL se produce de forma natural cuando los granos minerales que han estado recibiendo dosis de radiación de su entorno quedan expuestos a la luz solar por procesos de manipulación, erosión o transporte. De cara a poder utilizar esa señal para determinar la dosis de radiación recibida, es necesario que la respuesta luminiscente se fuerce en un medio controlado en el que se pueda registrar.

Una vez que se produce la emisión luminiscente, ya sea de forma espontánea por exposición a la luz o a elevadas temperaturas durante la cocción de una pieza cerámica, la energía acumulada se elimina reseteando las trampas electrónicas y el consecuente blanqueo de la señal luminiscente. Se establece, entonces, el momento t=0 que permite emplear este método para datación. El tiempo datado por luminiscencia será el transcurrido desde la última vez que se produzco el blanqueo de la señal luminiscente (Bøtter-Jensen et al., 2003). La OSL, IRSL o TL medida será proporcional a la dosis de radiación recibida durante este periodo en el que el mineral a datar habrá estado enterrado y oculto a la luz visible y no expuesto tampoco a fuentes de calor por encima de los 300 °C.

Para relacionar esta dosis acumulada con el tiempo transcurrido es necesario saber a qué ritmo se ha recibido, es decir, la dosis recibida por unidad de tiempo, conocida como "tasa de dosis". Este concepto se desarrolla en el apartado 2.5 de este artículo. La edad, o tiempo transcurrido desde la última exposición de los minerales a la luz solar o a altas temperaturas vendrá dado por la relación:

$$Edad (a\tilde{n}os) = \frac{Dosis recibida (Gy)}{Tasa de dosis \left(\frac{Gy}{a\tilde{n}o}\right)}$$

donde la dosis recibida se expresa en Gray (Gy), siendo 1 Gy equivalente a 1 Julio de energía por kilogramo de materia y la tasa de dosis es la cantidad de radiación por unidad de tiempo y se expresa en Gray por años o kiloaños.

El rango de edades en el que es aplicable la datación por luminiscencia va desde prácticamente el presente (10-20 años) a varios cientos de miles de años. Este límite superior que se puede alcanzar depende de varios factores que se verán a lo largo de este trabajo, pero a grandes rasgos, el límite en el caso de la datación por OSL sobre cuarzo se encuentra en torno a los 300.000 años, y sobre feldespato, alrededor de los 500.000 años.

## 2.1. Muestreo en campo y preparación de muestras

Dado que la edad que se estima con este método es la última vez que los granos minerales estuvieron expuestos a la luz solar por última vez, la condición imprescindible que se tiene que cumplir durante el muestreo es que el material a estudio no sea expuesto a la luz. El procedimiento más sencillo y más común para muestrear material sedimentario es extraer el sedimento utilizando un tubo opaco que se clavará por percusión en el nivel sedimentario de interés. El sedimento de cada extremo del tubo es descartado al abrir el tubo en el laboratorio, bajo condiciones controladas de luz; se utilizará para las medidas de luminiscencia únicamente el material de la parte central del tubo. Es necesario garantizar que el material dentro de tubo gueda bien sellado, impidiendo su movimiento dentro del tubo; esto podría derivar en que el material de los extremos, potencialmente expuesto a la luz, se mezcle con el material de la parte central.

# 2.1.1. Selección de la muestra óptima

Un factor fundamental en la datación por luminiscencia es que la muestra seleccionada se pueda relacionar unívocamente con el evento que se quiera datar. Esa condición va más allá de la técnica en sí, pero hay que ser conscientes de su implicación de cara a entender la información aportada por las dataciones.

En el caso de muestras sedimentarias, será necesario buscar material con una matriz lo más homogénea posible, entendiéndose por matriz el material que rodea la muestra en un radio de unos 30 cm, que es el alcance medio de la radiación gamma. Atendiendo a esta condición, no serán óptimas las muestras superficiales o aquellas que se encuentren a una profundidad menor a los 30 cm. Se evitarán también las zonas que hayan podido sufrir bioturbación, ya sea por la presencia de raíces o insectos, que han podido ocasionar el desplazamiento y mezcla de granos minerales de distintas capas sedimentarias (Fig. 2). De igual forma, se evitarán entornos claramente heterogéneos como áreas junto a grandes bloques (Fig. 2) en los que el material dentro del tubo de muestreo sea distinto al que lo rodeaba en su matriz original. El tamaño de grano óptimo para las medidas de luminiscencia es de entre 90 y 250 µm (arena). Se buscará material de ese tamaño.

De cara a dar robustez a las dataciones, será útil muestrear, no solo el nivel de interés sino también los niveles superior e inferior que permitan acotar las estimaciones de edad.

Además del material no expuesto, que se utilizará para la medida de luminiscencia, se debe tomar muestra del material representativo de la matriz que se utilizará para las medidas de concentración de radioisótopos (ver sección 2.5) y para estimar el contenido en humedad. Esa muestra deberá guardarse en una bolsa sellada para evitar la pérdida de humedad, pero no será necesario evitar su exposición a la luz.



Figura 2. Esquema de una sección de muestreo tipo, indicando las zonas más adecuadas para tomar las muestras. La radiación ionizante recibida por el sedimento proviene de la radiación cósmica y de la contribución de la radiación alfa, beta y gamma del entorno sedimentario, cada una con un alcance distinto. Figura editada por C. García Iglesias. Imagen SEM capturada por F.M. Varela Feria.

Figure 2. Diagram of a general sampling section, indicating the most suitable locations for sampling. Ionizing radiation received by the sediments comes from cosmic radiation and the contribution of alpha, beta and gamma from the sedimentary matrix; each one of which have a different range. Figure edited by C. García Iglesias. SEM image captured by F.M. Varela Feria. 2.1.2. Extracción de cuarzo y feldespato para la medida de luminiscencia

En el laboratorio, el sedimento será tratado siguiendo procedimientos estándar (Wintle, 1997) para extraer granos de cuarzo o feldespato. Generalmente se trabaja con granos gruesos, de tamaño 90 a 250 µm. Estos procedimientos incluyen el tratamiento con HCl y H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> para eliminar carbonatos y materia orgánica, respectivamente. Se emplea líquido denso para separar la fracción rica en cuarzo,  $\rho$ >2.62 g/cm<sup>3</sup>, de la fracción de feldespato potásico, p<2.58 g/cm<sup>3</sup> y descartar los minerales pesados p>2.72 g/cm<sup>3</sup>. La fracción rica en cuarzo se trata posteriormente con HF al 40%; este tratamiento elimina los posibles granos de feldespato que hayan quedado y además, pule la capa superficial de los granos de cuarzo, eliminando así la parte afectada por radiación alfa. Además de este tamaño de grano, también es posible trabajar con fracciones finas, 4 a 11 µm. En ese caso, no es posible hacer una separación por densidades por lo que hay que someter la fracción a un tratamiento prolongado de H<sub>2</sub>FSi<sub>6</sub> para eliminar los feldespatos y obtener granos de cuarzo de ese tamaño o también se puede trabajar con la fracción polimineral. Cada uno de los minerales (cuarzo y feldespato) y tamaño de grano (grueso o fino) tiene sus ventajas e inconvenientes que se verán a lo largo de este artículo.

### 2.2. Dosis equivalente

La dosis de radiación recibida se conoce como "dosis equivalente", D<sub>e</sub> en su forma abreviada. Esta dosis, estimada en laboratorio, equivale a la dosis de radiación necesaria para generar la señal luminiscente derivada de la energía acumulada de forma natural. En el laboratorio, esta señal de OSL en cuarzo se obtiene forzando la emisión al estimular los granos de cuarzo con luz visible, verde o azul (565 y 470 nm, respectivamente) o con luz infrarroja (870 nm) en el caso del feldespato. La señal resultante, proporcional a la radiación recibida, tiene un pico de intensidad inicial que decae con el tiempo de estimulación (Fig. 3a). Para relacionar esa señal con la dosis acumulada, es necesario definir una curva de respuesta a la dosis. El método empleado para obtener esa curva ha ido evolucionando con los años, pasando de los protocolos que emplean varias alícuotas (i.e. sub-muestras de una muestra dada) para establecer cada punto de la curva, a los protocolos denominados "single aliquot" en los que se define una curva para cada alícuota medida. De estos últimos, el protocolo SAR (single aliquot regenerative dose) presentado en Murray y Wintle 2000, ha sido el protocolo más utilizado desde su publicación. Para ello, una vez medida la señal natural, y reseteada la señal luminiscente, la muestra se irradia de forma artificial con una dosis de radiación conocida. De la misma forma que se forzó la emisión de la luminiscencia correspondiente a la dosis recibida en la naturaleza, se estimula la muestra y se detecta la señal luminiscente correspondiente a la dosis artificial dada. Ese proceso se repite varias veces con distintos valores de dosis, resultando en una curva que relaciona la señal luminiscente con la dosis de radiación (Fig. 3b). Sobre ella se puede interpolar la señal natural y obtener así la dosis equivalente. La posibilidad de interpolar la señal natural permite mejorar la precisión de la dosis calculada frente a los métodos que emplean una extrapolación para calcular la D<sub>e</sub> (Duller, 2008).

#### 2.3. Control de calidad de la respuesta luminiscente

De cara a garantizar la adecuación del protocolo empleado para la estimación de la dosis equivalente, es necesario hacer comprobaciones que garanticen la fiabilidad de los resultados. El protocolo SAR incluye una serie de parámetros que permiten, entre otros factores, identificar y corregir posibles cambios en la sensibilidad de las muestras, causados por los consecutivos procesos de irradiación, calentamiento y estimulación empleados durante las medidas. Así mismo, en las medidas sobre cuarzo, se puede incluir un paso en la secuencia de medida para detectar posible contaminación con granos de feldespato (Duller, 2003). En este caso se aprovecha la característica de que los granos de feldespato emiten luminiscencia al ser estimulados con luz infrarroja (IR) pero no lo hacen los granos



Figura 3. (a) Curva de decaimiento de la señal de OSL mostrando la intensidad de la señal luminiscente en función del tiempo de estimulación. (b) Curva de respuesta a la dosis que muestra la relación entre la señal luminiscente normalizada y la dosis. Sobre ella se ha indicado la señal de OSL natural y la correspondiente dosis equivalente. Los círculos abiertos corresponden a los valores obtenidos a partir de irradiación artificial en el laboratorio.

Figure 3. OSL decay curve (left) showing the intensity of the OSL signal as a function of the stimulation time. Dose response curve (right) showing the relation between the normalized OSL signal and the dose. On that curve, the natural OSL signal and the corresponding equivalent dose are shown. Open icons indicate the values obtained from the artificial irradiation in the laboratory.

de cuarzo. La comparación de la OSL usando previamente estimulación IR y sin ella, permite identificar la presencia de feldespato en la fracción de cuarzo. Esta contaminación puede dar lugar a estimaciones erróneas de la edad y es, por tanto, importante identificarla.

Uno de los experimentos más relevantes de cara a evaluar la fiabilidad de la respuesta luminiscente es el test de recuperación de dosis (*dose recovery*). Se trata de someter las muestras a una dosis de radiación conocida y medir la respuesta luminiscente aplicando el mismo protocolo que se utilizará para medir la señal natural. Se considera que el protocolo es adecuado cuando es posible recuperar la dosis dada con un error menor al 10%. Para diferencias mayores entre la dosis dada y la dosis recuperada, será necesario evaluar el origen de la variación y su efecto en la estimación de la dosis natural.

En el caso de las medidas de IRSL sobre feldespato es necesario incluir además un análisis para evaluar el efecto del decaimiento anómalo (Wintle, 1973) y de la presencia de señal residual. El decaimiento anómalo es una de las limitaciones del uso de feldespato en datación. La señal acumulada decae con el tiempo, siendo significativo en la escala de tiempos natural (tiempo que el sedimento ha permanecido enterrado) pero no se observa en los tiempos que se manejan en el laboratorio. Por eso, es necesario hacer una valoración de ese decaimiento y corregir las edades estimadas, introduciendo en ese proceso una fuente de error significativa. Además, el cálculo de la tasa de dosis es más complicado para los granos de feldespato (ver sección 2.5).

## 2.4. Distribuciones de dosis

Al extraer los granos de cuarzo o feldespato de una muestra concreta, sería de esperar que todos ellos hubieran recibido la misma dosis en la naturaleza y por tanto, todos respondieran con la misma señal luminiscente. Sin embargo, al medir varias alícuotas, ya sean granos individuales o alícuotas con varios granos, se observa inconsistencia en la respuesta (Durcan, 2021) causada tanto por factores intrínsecos como aquellos relacionados con la instrumentación o las características concretas de los granos minerales medidos, y factores extrínsecos como la heterogeneidad de la radiación en el entorno o el nivel de blanqueamiento de la señal luminiscente (Thomsen et al., 2005). De cara a poder estimar una D que verdaderamente corresponda al periodo que la muestra ha estado oculta a la luz, es necesario obtener una distribución de dosis representativa para lo que se medirán varias alícuotas de cada muestra. El número de alícuotas necesarias para obtener dicha población variará de unas muestras a otras y dependerá de la variabilidad observada entre ellas. Esa variabilidad se cuantifica a través del valor de sobredispersión (Galbraith et al... 1999) que generalmente se expresa como un porcentaje de la dosis total. Los valores de sobredispersión, OD, de una distribución normal suelen estar entre 10 y 25 %. Es común hacer una reducción de la población de dosis eliminando los outliers, utilizando criterios estándar como el rango intercuartil (Tukey, 1977). La sobredispersión de las distribuciones disminuve significativamente cuando se mide la fracción de grano fino (4-11 µm). En ese caso, las alícuotas contienen miles de granos que contribuyen en conjunto a la señal de luminiscencia detectada. La variabilidad entre ellas es casi despreciable y se puede reducir el error asociado a la D<sub>e</sub> significativamente aumentando la precisión de la datación.

Las distribuciones de dosis se representan gráficamente en histogramas y gráficos de abanico (Fig. 4a), gráficos radiales o mostrando la señal luminiscente en función de la dosis medida (Fig. 4b).

# 2.5. Tasa de dosis

Para determinar la tasa de dosis que los minerales de cuarzo o feldespato han recibido durante el tiempo que han permanecido enterrados, se debe considerar el efecto que han tenido la radiación cósmica, procedente



Figura 4. Distribución de dosis representada con gráfico de abanico e histograma (izquierda) y como relación entre la señal luminiscente y la dosis medida (derecha). Los iconos en cada gráfico corresponden a los valores individuales de dosis medidos a partir de su señal luminiscente y su incertidumbre asociada.

Figure 4. Dose distribution plotted as a abanico and histogram (left) and as a relation between the luminescence signal and the doses measured (right). The icons in each plot correspond to the individual doses estimated from their luminescence signal and their associated uncertainty.

del espacio exterior, y los tres tipos de radiaciones ionizantes presentes en la naturaleza (alfa, beta y gamma).

La radiación cósmica está formada por partículas subatómicas de alta energía (90% protones, 9% partículas alfa y 1% electrones libres) que viajan por el espacio a una velocidad cercana a la velocidad de la luz. El campo magnético de nuestro planeta nos protege contra esta radiación, y solo una pequeña fracción atraviesa la atmósfera. Aun así, se estima que, debido a la radiación cósmica, el ser humano recibe el 13% (0.39 mSv) de la dosis total promedio debida a la exposición a la radiación (3 mSv) (UNSCEAR, 2010). Una fracción de esta radiación también penetra en la superficie terrestre y disminuye rápidamente a medida que aumenta la profundidad, especialmente en los primeros 100 cm. En particular, el efecto que produce esta radiación sobre los minerales de cuarzo y feldespato es similar al de la radiación gamma que reciben de su entorno debido a la radiactividad natural, aunque ésta posee mayor energía.

Las radiaciones ionizantes de origen natural proceden de los distintos isótopos radiactivos que podemos encontrar en la naturaleza. De-

pendiendo de su esquema de desintegración, estos isótopos pueden emitir radiaciones alfa, beta y/o gamma. La radiación alfa está compuesta por partículas cargadas, formadas por dos protones y dos neutrones. Debido a su elevada carga relativa, es la radiación más ionizante de las tres, aunque su poder de penetración en la materia es el menor, siendo de tan solo algunas micras en el caso de los minerales de cuarzo y feldespato. Por eso, al pulir la capa externa de los granos de cuarzo usando HF, se elimina la parte afectada por radiación alfa, simplificando los cálculos de la tasa de dosis. Los principales emisores de esta radiación son los isótopos radiactivos de la cadena de desintegración del <sup>238</sup>U y <sup>232</sup>Th (Fig. 5).

La radiación beta está compuesta por partículas cargadas, electrones o positrones, que son emitidos por los núcleos de los isótopos radiactivos. Su carga relativa es menor que la de las partículas alfa y su poder de penetración es mayor, pudiendo recorrer varios milímetros en la estructura cristalina de cuarzos y feldespatos. La principal fuente de radiación de emisores beta en este entorno es el <sup>40</sup>K, isótopo radiactivo del potasio que se desintegra en un 89% en <sup>40</sup>Ca (estable) emitiendo partículas beta y en un 11% en <sup>40</sup>Ar (estable) emitiendo un neutrino y radiación gamma.

La radiación gamma es una radiación electromagnética, formada por fotones con distintas energías. Posee el poder de penetración en la materia, pudiendo alcanzar hasta los 30 cm en este contexto. Procede fundamentalmente de las cadenas de desintegración de los isótopos de U y Th y del <sup>40</sup>K (Fig. 5).



Figura 5. Cadenas de desintegración del <sup>238</sup>U (arriba) y del <sup>232</sup>Th (abajo) (IAEA, 2011). Figure 5. Decay chain of <sup>238</sup>U (top) y del <sup>232</sup>Th (bottom)

(IAEA, 2011).

### 2.5.1. Medida de la radiación del entorno

Una vez identificados los isótopos radiactivos principales, debemos determinar la tasa de dosis de radiación que éstos suministran a los minerales de cuarzo o feldespato. Para ello, podemos optar por medir la radiación *in situ* o tomar muestras representativas y realizar medidas de concentración de actividad en el laboratorio.

En el primer caso, dependiendo de los niveles de actividad, se pueden utilizar detectores de radiación para realizar el recuento de los emisores alfa, beta y gamma. Es común el empleo de detectores gamma portátiles, en muchos casos de yoduro de sodio (Nal), que permiten realizar directamente un cálculo de dosis o bien obtener un espectro multielemental a partir del cual determinar las concentraciones de actividad de los isótopos radiactivos principales. En el caso de las mediciones en laboratorio, se utilizan varias técnicas analíticas para determinar las concentraciones de actividad de los isótopos de U, Th y de <sup>40</sup>K, entre las que podemos destacar la medida por ICP-MS y la espectrometría gamma de alta resolución. En esta última técnica se emplean detectores de germanio de alta pureza (detectores HPGe) refrigerados por nitrógeno líquido y rodeados por blindajes activos y pasivos (Fig. 6). Las concentraciones medidas por ICP-MS o detectores HPGe tienen mayor precisión que las medidas obtenidas con un detector portátil, sin embargo, este último permite detectar alteraciones en la matriz, no identificables a simple vista.

Para obtener la tasa de dosis a partir de las concentraciones medidas se aplican factores de conversión; los más recientes son los publicados en Guerin *et al.* (2011) y Liritzis *et al.* (2013).

Además de la radiación externa que reciben de igual forma los granos de cuarzo y feldespato, en el caso del feldespato, será necesario tener en cuenta también la contribución de la radiación interna derivada principalmente de la concentración de <sup>40</sup>K de los granos mismos.

La humedad es un factor que contribuye a atenuar la dosis de radiación que reciben los minerales de cuarzo o feldespato, ya que una parte de esta radiación es absorbida por las moléculas de agua presentes. Por ello, como parte del análisis, se realiza una estimación del contenido en agua de la muestra y se hace una valoración para calcular la atenuación de acuerdo al contenido en humedad representativo del periodo de enterramiento. En el cálculo de la dosis que reciben los minerales se tiene en cuenta la atenuación causada por esta humedad (Aitken, 1985; Aitken, 1998).

### 2.5.2. Estimación de la radiación cósmica

La contribución de la radiación cósmica a la tasa de dosis total se calcula en función de la longitud, latitud, altitud, profundidad de en-



Figura 6. Espectro gamma de una muestra de sedimento obtenido a partir espectrometría gamma de alta resolución con detectores HPGe.

Figure 6. Gamma spectrum of a sedimentary sample derived from high resolution HPGe gamma spectrometers.

terramiento de la muestra en el suelo y de la densidad media del material que está sobre ella. Por ello, es necesario registrar los datos de geolocalización y profundidad durante el muestreo. Con esta información, se realiza una estimación de la contribución cósmica a la tasa de dosis, basada normalmente en la información publicada por Prescott y Hutton (1994).

#### 2.5.3. Cálculo de la tasa de dosis

Una vez obtenidos los datos de concentración de actividad de los isótopos de U, Th y <sup>40</sup>K (Fig. 6), la humedad de la muestra, la profundidad de enterramiento y la información de geolocalización, se procede a realizar el cálculo de la tasa de dosis total. En la actualidad, está muy extendido el uso de herramientas informáticas para llevar a cabo este cálculo, en el que va se consideran todos los factores de conversión comentados anteriormente. Entre estas herramientas, la más utilizada es la denominada Dose Rate and Age Calculator (DRAC; Durcan et al., 2015). DRAC es un programa basado en un entorno web desarrollado para calcular la tasa de dosis de radiación ambiental en aplicaciones de datación por

luminiscencia. El programa permite realizar cálculos de tasas de dosis precisos y reproducibles.

### 2.6. Estimación de la edad

El cálculo de la edad pasa por hacer previamente una estimación de la dosis equivalente a partir de la distribución de dosis. Ese valor, junto con la tasa de dosis calculada (sección 2.5), darán la edad a partir de la relación presentada al principio de la sección 2. Existen diversos métodos para estimar la D<sub>a</sub> a partir de la población de dosis medida; lo más común es hacer una media ponderada dando mayor peso a los valores de dosis con menor incertidumbre asociada. El modelo de edad central, CAM (Central Age Model) propuesto en Galbraith et al., 1999 es el más utilizado. Junto con el valor de dosis, este modelo proporciona también el valor sobredispersión. Las edades se expresarán en años o kiloaños (ka del latín annum) contados desde el momento en que se toma la muestra y deja de recibir radiación ionizante de su entorno (Nota: en condiciones normales, una vez tomadas las muestras, éstas no estarán expuestas a ninguna fuente de radiación ionizante y la radiación cósmica recibida hasta el momento de la medida será despreciable). Las edades con esta técnica se calculan con 1-sigma (salvo que se especifique lo contrario). El término BP (Before Present) no se debe utilizar nunca para dar edades de luminiscencia ya que este término tiene un significado específico relevante únicamente para dataciones por radiocarbono.

### 3. Límites de la técnica

### 3.1. Blanqueamiento parcial

Valores de OD por encima del 30 % indican que hay algún factor extrínseco, como el blanqueamiento parcial o la heterogeneidad en la radiación beta en el entorno, que causa variaciones en la dosis recibida. El blanqueamiento parcial o incompleto se da cuando los granos minerales no han estado expuestos a la luz solar suficiente tiempo durante su transporte como para eliminar la luminiscencia latente antes de quedar enterrados y ocultos a la luz. Eso supone que algunos granos llevarán una población residual de electrones atrapados (ver sección 2.1) sobre la que se acumulará el resto de electrones a consecuencia de la dosis recibida a partir de ese momento (Li, 1994). El blangueamiento parcial se da, por ejemplo, cuando el transporte ocurre en condiciones de turbidez o densidad alta como es el caso de los abanicos aluviales (Porat et al., 1997) o de forma rápida como en las crecidas relámpago (Medialdea et al., 2014). En el material cerámico, el blangueamiento parcial se puede dar si la temperatura de cocción no ha sido suficiente alta o el tiempo de cocción ha sido demasiado breve. Cuando hay indicios de blangueamiento parcial en la distribución de dosis, será necesario aplicar un modelo de edad mínima que permita seleccionar aquella población de dosis con mayor probabilidad de corresponder a granos bien blanqueados. El test de recuperación de dosis permite, además de confirmar la adecuación del método, generar una distribución de dosis "ideal" en la que se han eliminado factores extrínsecos. La parte de la distribución de dosis natural que los modelos de edad mínima seleccionaran para la estimación de la dosis equivalente será aquella que tenga las mismas características que la distribución de dosis "ideal", descartando del cálculo los valores de dosis más altos. Los modelos más utilizados son el MAM (*Minimum Age Model*; Galbraith y Roberts, 2012) y el IEU (*Internal-External Uncertainty Criterion*; Thomsen *et al.*, 2007).

Para poder aplicar estos análisis y discernir poblaciones de dosis es necesario reducir el tamaño de alícuota para que contenga pocos granos o incluso medir granos individuales. Las alícuotas con muchos granos (> 30) emiten una señal que corresponde a la media de todos ellos y estará dominada por la señal correspondiente a las dosis más altas, no permitiendo identificar las dosis más bajas, con más probabilidad de ser las bien blanqueadas. La medida de granos individuales permite aumentar la resolución en dosis, pero añade error en la medida debido a las diferencias de unos granos a otros (Adamiec, 2000; Thomsen et al., 2005). Por otro lado, no todos los granos emiten señal por lo que es necesario medir muchos para obtener una distribución representativa. Su uso debe estar, por tanto, justificado, ya que en muchos casos, será más conveniente disminuir el tamaño de una alícuota con varios granos pero que permita obtener suficiente resolución en dosis en vez de medir granos individuales que reducirán la precisión. La medida de la fracción de grano fino (4-11 µm) que disminuye significativamente la variabilidad observada entre alícuotas, tiene la desventaja de no permitir identificar diferencias entre granos causadas por blangueamiento parcial. En ese caso, la medida sobre la fracción fina sobreestimaría la dosis recibida al proporcionar una media entre los granos completamente blangueados durante su transporte y aquellos parcialmente blanqueados.

### 3.2. Límite de saturación y rango de edad

La curva de respuesta luminiscente presenta inicialmente una relación prácticamente li-

neal con la dosis, pero a medida que aumenta la dosis, el crecimiento de la señal disminuye (Fig. 3b) alcanzando un nivel en el que la señal no aumenta, aunque se siga recibiendo dosis. Ese será el nivel de saturación de la señal luminiscente. La dosis a la que se satura la curva varía de unas muestras a otras y será necesario medirlo en cada caso. Cuando la respuesta luminiscente está por encima del nivel de saturación de la curva, no será posible estimar una dosis equivalente ni la edad correspondiente. En ese caso, se podrá tomar el valor de dosis a la que se produce la saturación y afirmar que la dosis recibida ha sido mayor. La edad correspondiente a esa dosis de saturación será, por tanto, la edad mínima de la muestra analizada. El rango de edad que se puede alcanzar con esta técnica se encuentra establecido por la dosis de saturación, pero será dependiente de la tasa de dosis. Para una misma dosis de saturación, se podrá establecer una edad mayor cuando menor sea la tasa de dosis según la relación:

$$Edad_{minima} (anos) = \frac{Dosis_{Saturación} (Gy)}{Tasa \ de \ dosis \ \binom{Gy}{ano}}$$

## 3.3. Aumento del rango de edad

El cuarzo es el mineral preferido en datación por luminiscencia, principalmente por su abundancia en la naturaleza, la estabilidad de su respuesta luminiscente y la ausencia de radiación interna. Tiene, sin embargo, la desventaja de alcanzar la saturación de la OSL a dosis más bajas que la IRSL de los granos de feldespato potásico. La IRSL del feldespato permite alcanzar dosis ligeramente más altas permitiendo datar material más antiguo, aunque como se vio en la sección 2.3, las medidas sobre feldespato tienen la complicación derivada del decaimiento anómalo, más significativo cuanto más antiguas sean las muestras.

En la última década se han presentado varias alternativas a los procedimientos estándar con el fin de extender el rango de edad que se puede abarcar. La que ofrece mayor potencial es el uso de estimulación a una energía mayor que la del verde o azul usados convencionalmente, en concreto, estimulación violeta (405 nm), dando lugar a la señal denominada VSL (del inglés *Violet Stimulated Luminescence*). Además de haberse confirmado su potencial para extender el rango de edad (Ankjærgaard *et al.*, 2016; Medialdea *et al.*, 2021), el uso de esta estimulación ha permitido obtener una respuesta luminiscente fiable de cuarzos cuya OSL no se podía utilizar para datación (Medialdea *et al.*, 2022).

Con el fin de extender el rango de edad se han propuesto otros procedimientos como el TT-OSL (*thermally transferred*-OSL), sin embargo, las observaciones de varios autores (Li and Li, 2006; Adamiec *et al.*, 2010, entre otros) indican que el tiempo de vida medio es corto (cientos de miles a pocos millones de años), reduciendo significativamente el rango de edad en que se puede aplicar (Duller y Wintle, 2012) además de estar afectada por inestabilidad térmica que da lugar a subestimaciones de la edad (Faershtein *et al.*, 2018).

## 4. Ejemplos en nuestro territorio

Existen numerosos ejemplos en nuestro territorio donde se ha aplicado la datación por luminiscencia para establecer la cronología de eventos geológicos, así como yacimientos arqueológicos. Se ha empleado para datar grandes sitios megalíticos como los Dólmenes de Antequera (Málaga) o el Cromlech de La Torre-La Janera (Huelva) así como para establecer la fecha de construcción de edificaciones emblemáticas como la Casa del Turuñuelo (Badajoz). Ha tenido un papel clave en los registros cronológicos establecidos en el referente yacimiento arqueológico de Atapuerca (Burgos) y sigue siendo, a día de hoy, uno de los pilares de la investigación en este yacimiento. Como ya se ha descrito en este artículo, la OSL permite estimar el último momento en que a los granos minerales les dio la luz por última vez, pudiendo relacionarlo directamente con el transporte de sedimento por lo que es una técnica especialmente útil

para datar eventos geomorfológicos. Las cronologías definidas a partir de OSL han permitido establecer patrones de acaecimiento de paleoinundaciones en la cuenca mediterránea (Machado et al., 2017; Medialdea, 2013), tasas de deslizamiento y actividad sísmica en las Béticas Orientales (Silva et al., 2020; Sohbati et al., 2012) así como en la cuenca de Teruel (Simón et al., 2019), evolución glaciar en los Pirineos (Bartolomé et al. 2021) y evolución de terrazas fluviales del margen cantábrico (del Val et al., 2019). Estos son solo unos pocos ejemplos de los muchos casos en los que la datación por luminiscencia ha aportado una información fundamental en diversas investigaciones en nuestro territorio en los últimos años.

### 5. Resumen y Conclusiones

Este artículo pretende dar una visión global de la datación por luminiscencia (OSL, IRSL y TL). Se presentan los aspectos generales de la técnica, pero es necesario tener en mente que cada lugar a estudio tiene sus particularidades y tanto la forma de tratar o tomar las muestras como las medidas y análisis sobre ellas deberán adaptarse en cada caso de cara a obtener los mejores resultados. Los desarrollos de la técnica implementados en los últimos años, como el protocolo SAR o los test empleados como control de calidad, han permitido mejorar significativamente tanto la precisión como la fiabilidad de los resultados. A pesar de ello, es necesario ser conscientes de las limitaciones de la técnica que pueden comprometer las estimaciones de edad. Efectos como el blangueamiento parcial, la perturbación post-deposicional o una respuesta luminiscente no reproducible pueden, en algunos casos, complicar o incluso, imposibilitar la datación de un emplazamiento concreto, pero igualmente, su análisis e identificación mediante luminiscencia aportará información relevante sobre el material a estudio. Incluso teniendo en cuenta las complejidades intrínsecas de la datación por luminiscencia, esta técnica tiene un papel clave en estudios del Cuaternario y es de esperar que su aplicación

continue aumentando en un futuro cercano.

### Agradecimientos

A Samuel Morquillas Trascasa (Centro Regional de Servicios Avanzados, S.A.) por la edición de la Figura 1 y Carla García Iglesias (UCC+i, CENIEH) por la edición de la Figura 2. A Francisco M. Varela Feria (Servicio de Microscopía, Centro de Investigación, Tecnología e Innovación, CITIUS, Universidad de Sevilla) por las imágenes de SEM capturadas para este trabajo.

# Bibliografía

- Adamiec, G. (2000). Variations in luminescence properties of single quartz grains and their consequences for equivalent dose estimation. Radiation Measurements, 32, 427-432. https:// doi.org/10.1016/S1350-4487(00)00043-3
- Adamiec, G., Duller, G.A.T., Roberts, H.M., Wintle, A.G. (2010). Improving the TT-OSL SAR protocol through source trap characterisation. Radiation Measurements 45, 768-777. https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2010.03.009
- Aitken, M.J. (1985). Thermoluminescence dating. Academic Press.
- Aitken, M.J. (1998). An Introduction to Optical Dating. Oxford University Press, Oxford.
- Ankjærgaard, C., Guralnik, B., Buylaert, J.-P., Reimann, T., Yi, S.W., Wallinga, J. (2016). Violet stimulated luminescence dating of quartz from Luochuan (Chinese loess plateau): agreement with independent chronology up to ~600 ka. Quaternary Geochronology, 34, 33-46. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2016.03.001
- Bartolomé, M., Sancho, C., Benito, G., Medialdea, A., Calle, M., Moreno, A., Leunda, M., Luetscher, M., Muñoz, A., Bastida, J., Cheng, H., Edwards, R. L. (2021). Effects of glaciation on karst hydrology and sedimentology during the Last Glacial Cycle: The case of Granito cave, Central Pyrenees (Spain). Catena 206, 105252. https://doi.org/10.1016/j.catena.2021.105252.
- Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S., and Wintle, A.G. (2003). Optically stimulated luminescence dosimetry. Elservier. https://doi. org/10.1016/B978-044450684-9/50091-X

- Duller, G.A.T. (2003). Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements. Radiation Measurements 37, 161-165. https://doi.org/10.1016/S1350-4487(02)00170-1
- Duller, G.A.T. (2008). Single-grain optical dating of Quaternary sediments: why aliquot size matters in luminescence dating. Boreas, 37: 589-612. https://doi.org/10.1111/j.1502-3885.2008.00051.x
- Duller G.A.T. y Wintle, A.G. (2012). A review of the thermally transferred optically stimulated luminescence signal from quartz for dating sediments. Quaternary Geochronology, 7, 6-20. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2011.09.003
- Durcan, J.A., King, G E., Duller, G.A.T. (2015). DRAC: Dose Rate and Age Calculator for trapped charge dating. Quat. Geochronology 28, 54-61. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.03.012
- Durcan, J.A. (2021). Luminescence Dating. En: Encyclopedia of Geology, 2nd Edition. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409548-9.12105-0
- Faershtein, G., Guralnik, B., Lambert, R., Matmon, A., Porat, N. (2018). Investigating the thermal stability of TT-OSL main source trap. Radiation Measurements, 119, 102-111. https://doi. org/10.1016/j.radmeas.2018.09.010
- Galbraith, R.F., Roberts, R.G., Laslett, G.M., Yoshida, H., Olley, J.M. (1999). Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium rock shelter, Northern Australia: part 1, experimental design and statistical models. Archaeometry 41, 339-364. https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.1999.tb00987.x
- Galbraith, R.F. y Roberts, R.G. (2012). Statistical aspects of equivalent dose and error calculation and display in OSL dating: an overview and some recommendations. Quaternary Geochronology 11, 1-27. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2012.04.020
- Guérin, G., Mercier, N., Adamiec, G. (2011). Doserate conversion factors: update. Ancient TL 29, 5-8.
- IAEA, International Atomic Energy Agency (2011). Analytical Methodology for the Determination of Radium Isotopes in Environmental Samples. IAEA Analytical Quality in Nuclear Applications Series, Issue 19, 2.
- Li, S.H. (1994). Optical dating: Insufficient bleached sediments. Radiation Measurements 23, 563-567. https://doi.org/10.1016/1350-4487(94)90100-7

- Li, B., Li, S.H. (2006). Studies of thermal stability of charges associated with thermal transfer of OSL from quartz. Journal of Physics D-Applied Physics 39, 2941-2949. https://doi. org/10.1088/0022-3727/39/14/011
- Liritzis, I., Stamoulis, K., Papachristodoulou, C., Ioannides, K. (2013). A re-evaluation of radiation dose-rate conversion factors. Mediterranean Archaeology and Archaeometry 13, 1-15.
- Machado, M.J., Medialdea, A., Calle, M., Rico, M.T., Sánchez-Moya, Y., Sopeña, A., Benito, G. (2017). Historical palaeohydrology and landscape resilience of a Mediterranean rambla (Castellón, NE Spain): Floods and people. Quaternary Science Reviews, 171, 182-198. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2017.07.014
- Medialdea, A. (2013). Towards the reconstruction of flood histories: luminescence dating of palaeoflood deposits. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, 194 pp.
- Medialdea, A., Thomsen, K.J., Murray, A.S., Benito, G. (2014). Reliability of equivalent-dose determination and age-models in the OSL dating of historical and modern palaeoflood sediments. Quaternary Geochronology, 22, 11-24. doi. org/10.1016/j.quageo.2014.01.004
- Medialdea, A., Insua-Arévalo, J.M., García-Mayordomo, J. (2021). Cronología extendida en depósitos aluviales mediante luminiscencia estimulada por luz violeta (VSL) en el SE de la Península Ibérica. Actas X Congreso Geológico de España, Vitoria (España).
- Medialdea, A., Brill, D., King, G.E., Zander, A., Lopez-Ramirez, M.R., Bartz, M., Brückner, H. (2022). Violet stimulated luminescence as an alternative for dating complex colluvial sediments in the Atacama Desert. Quaternary Geochronology 71, 101337. doi. org/10.1016/j.quageo.2022.101337
- Murray, A.S. y Wintle, A.G. (2000). Luminescence dating of quartz using an improved singlealiquot regenerative-dose protocol. Radiation Measurements 32, 57-73. https://doi. org/10.1016/S1350-4487(99)00253-X
- Porat, N., Amit, R., Zilberman, E., Enzel, Y. (1997). Luminescence dating of fault-related alluvial fan sediments in the southern Arava Valley, Israel. Quaternary Science Reviews, 16, 3-5, 397-402, https://doi.org/10.1016/S0277-3791(96)00101-1.
- Prescott J. R. y Hutton J. T. (1994). Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long term

time variations. Radiation Measurements 23, 497-500. https://doi.org/10.1016/1350-4487(94)90086-8

- Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Medialdea, A. (2020). Fases Pleistocenas y Holocenas de sedimentación aluvial y formación de suelos en el SE semiárido de España (Cordilleras Béticas Orientales). Cuaternario y Geomorfología 34, 41-61. https://doi.org/10.17735/cyg.v34i1-2.78815.
- Simon, J.L., Ezquerro, L., Arlegui, L.E., Liesa, C.L., Luzon, A., Medialdea, A., Garcia, A., Zarazaga, D. (2019). Role of transverse structures in paleoseismicity and drainage rearrangement in rift systems: the case of the Valdecebro fault zone (Teruel graben, eastern Spain). Journal of Earth Sciences 108, 5, 1429-1449. doi. org/10.1007/s00531-019-01707-9
- Sohbati, R., Murray, A.S., Buylaert, J-P., Ortuño, M., Cunha, PP., Masana, E. (2012). Luminescence dating of Pleistocene alluvial sediments affected by the Alhama de Murcia fault (eastern Betics, Spain) - a comparison between OSL, IRSL and post-IR IRSL ages. Boreas, 41, 2, 250-262. https://doi.org/10.1111/j.1502-3885.2011.00230.x
- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L. (2005). Sources of variability in OSL dose measurements using single grains of quartz. Radiation Measurements, 39, 1, 47-61, https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2004.01.039.

- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L. (2007). Determination of burial dose in incompletely bleached fluvial samples using single grains of quartz. Radiation Measurements, 42, 370-379. https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2007.01.041
- Tukey, J.W. (1977). Exploratory Data Analysis. Addison Wesley, Reading, Mass.
- UNSCEAR, United Nations Scientific Committee on the Effects of Atomic Radiation (2010). UNSCEAR 2008 Sources and Effects of Ionizing Radiation, Report to the General Assembly with Scientific, Vol. 1, 339. https://doi. org/10.18356/9b8f628f-en
- del Val, Duval, M., Medialdea, A., Bateman, M.D., Moreno, D., Arriolabengoa, M., Aranburu, A., Iriarte, E. (2019). First chronostratigraphic framework of fluvial terrace systems in the eastern Cantabrian margin (Bay of Biscay, Spain). Quaternary Geochronology, 49, 108-114. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2018.07.001
- Wintle, A.G. (1973). Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples. Nature 245, 107-118. https://doi.org/10.1038/245143a0
- Wintle, A.G. (1997). Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. Radiation Measurements, 27, 769-817. https://doi. org/10.1016/S1350-4487(97)00220-5

*Recibido el 22 de septiembre de 2022 Aceptado el 28 de noviembre de 2022*