

DATAÇÃO POR LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA: PRINCÍPIOS E APLICABILIDADE NOS DEPÓSITOS SEDIMENTARES BRASILEIROS

Carlos C.F. Guedes¹, André O. Sawakuchi¹, Paulo C.F. Giannini¹, Regina DeWitt², Vitor A.P. Aguiar³

ccfguedes@yahoo.com.br

**¹- Departamento de Geologia Sedimentar e Ambiental, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo; ²- Radiation Dosimetry Laboratory, Department of Physics, Oklahoma State University; ³- Instituto de Física, Universidade de São Paulo
Rua do Lago, 562, São Paulo-SP, Brasil - 05508-080**

Palavras-chave: Datação por luminescência, Protocolo LOE-SAR, Ilha Comprida-SP, Nordeste Maranhense

1. INTRODUÇÃO

A datação por luminescência é um dos métodos de geocronologia absoluta que, juntamente com o ^{14}C , mais vem sendo aplicado em estudos do Quaternário, tanto na geologia como na arqueologia. Na geologia, o método tem sido utilizado na determinação de idades de depósitos eólicos, praias e fluviais, no Brasil (Suguio *et al.*, 2003; Sallun *et al.*, 2007; Sawakuchi *et al.*, 2008). Por basear-se na luminescência de minerais comuns em sedimentos detríticos, como quartzo ou feldspato, ele pode ser empregado na grande maioria dos depósitos sedimentares, principalmente os arenosos. Dessa forma, é aplicável em sedimentos onde normalmente não se encontra matéria orgânica, sendo, sob esse aspecto, método complementar ao do ^{14}C . Além disso, diferencia-se da datação ^{14}C por sempre fornecer idades de deposição de sedimentos e pela sua maior amplitude temporal.

Apesar de largamente utilizada nas últimas décadas, a datação por luminescência continua em franco desenvolvimento, principalmente após o advento do protocolo SAR (*Single-Aliquot Regenerative-Dose*), proposto por Murray & Wintle (2000) e revisto por Wintle & Murray (2006). Entretanto, como em qualquer método analítico, existem limitações, relacionadas sejam aos procedimentos laboratoriais sejam às próprias características do sedimento. Dentro deste contexto, esse trabalho pretende discutir o método de datação por luminescência opticamente estimulada (LOE) de sedimentos, suas principais características e limitações, tendo por base exemplos de diferentes regiões costeiras do Brasil.

2. PRINCÍPIOS DA DATAÇÃO POR LUMINESCÊNCIA

A luminescência é o fenômeno de emissão de luz por certos materiais que foram previamente expostos à radiação ionizante e posteriormente submetidos a um agente excitante. O agente excitante é a luz na LOE e o calor na termoluminescência (TL). Em ambos os fenômenos a intensidade da emissão de luz é em geral proporcional à quantidade ou dose absorvida de radiação ionizante a que o material foi previamente exposto. Os sedimentos, quando transportados, sofrem fotoesvaziamento pela luz solar, sobrando somente o nível de LOE residual. Uma vez soterrado, o sedimento fica protegido da exposição ao Sol e a energia da

radiação ionizante ambiental começa a acumular-se nos minerais. Desta maneira, a idade de sedimentação pode ser determinada dividindo-se a dose acumulada desde o soterramento do sedimento pela dose anual (taxa de dose) de radiação natural. Para o quartzo, os limites inferior e superior do método variam em geral de poucos anos até centenas de milhares de anos. Estes limites dependem das características dos sedimentos, limite de detecção do sinal LOE pelo equipamento e nível de saturação do sinal de luminescência do mineral.

A taxa de dose de radiação natural é resultado da soma da radiação ionizante originada principalmente pelo decaimento radioativo dos elementos ^{232}Th , ^{238}U e ^{40}K presentes nos minerais com a radiação cósmica no local da amostra. Como a meia-vida destes radionuclídeos é muito longa em termos da escala temporal da datação por luminescência, a sua contribuição para a taxa de dose é considerada relativamente constante se mantidas as características químicas e físicas do sedimento. O mesmo pressuposto é assumido para a radiação cósmica. A taxa de dose pode ser estimada medindo-se a concentração dos radionuclídeos no sedimento e pelo cálculo da radiação cósmica pelo modelo de Prescott & Stephan (1982). As principais variações da dose anual de radiação estão relacionadas às características físicas e químicas do sedimento, tais como umidade (que absorve parte da radiação), alterações da mineralogia do sedimento provocadas por processos deposicionais ou pós-deposicionais (modificação das concentrações de radionuclídeos durante o soterramento) e profundidade de soterramento (que atenua a radiação cósmica).

A dose acumulada pode ser medida tanto por TL quanto por LOE. A LOE tem sido preferida para estimativa de dose acumulada para datação pela sua maior semelhança com os processos naturais (fotoesvaziamento por exposição solar) e maior rapidez da aquisição e análise de dados. Quartzo e feldspato são os minerais usualmente utilizados. No entanto, o uso de feldspato é complicado pela frequente perda espontânea da luminescência natural. Para a LOE, a dose acumulada pode ser medida pela estimulação, com luz de um determinado comprimento de onda, de um mineral específico da amostra e pelo monitoramento da luminescência resultante, em outro comprimento de onda. Entretanto, a intensidade de luz emitida, para uma dose fixa de radiação, varia entre grãos de uma mesma amostra. Essa diferença de sensibilidade entre grãos é determinada por variações no tipo e quantidade dos defeitos cristalinos, os quais estão ligados à origem e história deposicional do mineral (Sawakuchi et al., 2011). Desse modo, não existe uma curva de calibração fixa e genérica entre intensidade de luminescência e dose de radiação recebida. Uma curva de calibração, ou curva dose-resposta, precisa ser construída para cada amostra. Inicialmente, as estimativas de dose acumulada para datação de sedimentos eram realizadas com uso de múltiplas alíquotas (em inglês *multiple aliquot regenerative-dose* = MAR). No procedimento MAR, diferentes alíquotas são expostas à luz solar, de forma a eliminar a luminescência natural, e nelas são aplicadas doses conhecidas de radiação para aquisição de sinais artificiais de luminescência. O sinal de cada alíquota é utilizado para construir uma curva de dose-resposta. O sinal natural então é comparado com essa curva de calibração, para a determinação da dose natural absorvida pela amostra. Como as alíquotas podem apresentar sensibilidades LOE diferentes entre si, alguns procedimentos podem ser utilizados para normalizar o sinal das alíquotas (Jain

et al., 2003). Apesar dessa normalização da sensibilidade LOE, o MAR não corrige variações na sensibilidade na alíquota que possam ocorrer durante os processos de fotoesvaziamento, irradiação e aquecimento da amostra no laboratório. Estas variações são muito significativas para materiais naturais como o quartzo e feldspato, o que limita o uso do procedimento MAR para a datação. Esta barreira foi superada pelo desenvolvimento de protocolo baseado em alíquota única (em inglês *single aliquot regenerative-dose* = SAR, Murray & Wintle, 2000; Wintle & Murray, 2006). No protocolo SAR, a curva de calibração, bem como a medida da luminescência natural, são realizadas em uma única alíquota. Com isso, evita-se o uso de alíquotas com diferentes variações de sensibilidade LOE para estimativa da dose acumulada. Além disso, a variação da sensibilidade durante os procedimentos de medida é monitorada pela administração de pequena dose de radiação após cada ciclo de irradiação-aquecimento-iluminação. De modo a avaliar a qualidade da alíquota como dosímetro natural da radiação natural, os seguintes testes são realizados para o quartzo: de capacidade de dose (*dose recovery test*), de variação de sensibilidade (*recycling ratio test*), de presença de feldspato e de recuperação (*recuperation test*). A dose acumulada de uma amostra é determinada pela média das doses acumuladas de diversas alíquotas (pelo menos 15) que tenham passado em todos estes testes. Isto minimiza variações intrínsecas às características de luminescência da amostra e torna o protocolo SAR mais robusto do ponto de vista estatístico.

5. CONTROLES GEOLÓGICOS SOBRE AS ESTIMATIVAS DE DOSE ACUMULADA E EXEMPLOS DE SEDIMENTOS BRASILEIROS

Neste estudo, foram utilizadas amostras de sedimentos quaternários da Ilha Comprida, Estado de São Paulo (Guedes, 2009) e do nordeste maranhense (municípios de Barreirinhas, Tutóia e Humberto de Campos). Em ambas as localidades, predominam areias finas de constituição essencialmente quartzosa, depositadas em sistemas deposicionais marinho raso e eólico, no litoral sul paulista, e eólico, no nordeste maranhense. As medidas de luminescência para estimativa de dose acumulada foram realizadas no *Radiation Dosimetry Laboratory (Department of Physics, Oklahoma State University, EUA)*, em sistema automático Risø DA-15 TL/OSL. As taxas de dose foram determinadas por espectrometria gama no Laboratório Aberto de Física Nuclear do Instituto de Física da Universidade de São Paulo (IF-USP), em detector de germânio hiperpuro (HPGe), com blindagem de chumbo de 15cm de espessura.

A sensibilidade LOE do quartzo das areias do nordeste maranhense e da Ilha Comprida é bastante alta, com curva de decaimento exponencial bem definida e dominada pelo componente rápido (utilizada nos protocolos de datação), o que indica elevada susceptibilidade ao fotoesvaziamento. Notam-se, porém, grandes variações entre as duas regiões. O quartzo do litoral paulista é, em média, 20 vezes mais sensível que o do litoral maranhense. Isso torna os seus sedimentos comparativamente mais apropriados para datar depósitos recentes. Entretanto, mesmo sendo menos sensível, o quartzo do nordeste maranhense apresentou sinal bastante adequado para a realização de datações LOE.

Medidas realizadas em 24 alíquotas de aproximadamente 400 grãos de uma mesma amostra da região dos Lençóis Maranhenses demonstraram grande dispersão dos valores medidos de sensibilidade LOE. Essa dispersão é fruto da heterogeneidade da sensibilidade LOE nos grãos

individuais, também observada por Sawakuchi *et al.* (2011) em sedimentos do litoral sul paulista. Esta heterogeneidade resulta da mistura de grãos de quartzo com diferentes origens e histórias deposicionais. Como efeito disso, o sinal de uma alíquota é o resultado da luminescência de poucos grãos. O protocolo SAR, por realizar todas as medidas em alíquota única, não é afetado por essa variação de sensibilidade. Já o protocolo MAR utiliza medidas em diferentes alíquotas para a construção da curva de calibração. Essa variação de sensibilidade LOE entre alíquotas exercerá forte impacto na curva de dose-resposta e na sua utilização para estimativa da dose acumulada. Variações na sensibilidade LOE do quartzo provocadas por procedimentos laboratoriais (aquecimento, irradiação e fotoesvaziamento) têm sido demonstradas e discutidas como forma de desenvolvimento dos protocolos de datação. A variação de sensibilidade de uma alíquota pode ser monitorada comparando-se os valores de dose teste durante a aplicação do protocolo SAR. Já na datação pelo MAR, essas variações na sensibilidade LOE não são corrigidas, o que pode embutir grande erro na estimativa da dose acumulada. No caso de sedimentos costeiros do sul do Estado de São Paulo, o monitoramento da variação de sensibilidade de 24 alíquotas de uma mesma amostra não demonstrou comportamento padrão. Enquanto algumas alíquotas terminaram o protocolo com 70% da sensibilidade LOE inicial, outras ficaram de 20 a 30% mais sensíveis já no primeiro ciclo de irradiação-aquecimento-iluminação. Nos sedimentos da costa maranhense, o único padrão de variação de sensibilidade LOE observado foi o de maiores incrementos após a aplicação de grandes doses de radiação (>100 Gy). Incrementos de sensibilidade LOE em datações por alíquotas múltiplas (MAR) tendem a gerar curvas de calibração que superestimam as idades, enquanto diminuições de sensibilidade induzem efeito contrário. Quando a correção de sensibilidade LOE pelo teste de dose no protocolo SAR não é suficiente, isto é detectado pelo teste de variação de sensibilidade (*recycling ratio test*). Problemas nesse teste foram relatados por Tsoar *et al.* (2009) para sedimentos da costa cearense. Essa característica também foi observada em algumas amostras do nordeste maranhense, onde somente 50% das alíquotas passaram no mesmo teste. Nesses casos, uma quantidade maior de alíquotas deve ser medida como modo de obter resultados estatisticamente mais robustos. Como os sedimentos datados no litoral sul paulista não apresentam esse problema, o comportamento das amostras do Ceará e do Maranhão deve estar relacionado à história deposicional mais curta dos grãos de quartzo provenientes desta área. Estudos futuros na Região Nordeste devem atentar para esse problema.

6. CONCLUSÕES

Os métodos de datação por luminescência são aplicados de modo crescente em estudos do Quaternário. Os recentes avanços no método, como o protocolo SAR, solucionaram erros inerentes aos procedimentos de medida da luminescência e aumentaram sua confiabilidade. As características de luminescência do quartzo presente nos sedimentos brasileiros analisados são adequadas à datação por luminescência mediante uso do protocolo SAR. Entretanto, variações das características geológicas da amostra durante o período de soterramento podem provocar mudanças da taxa de dose (Quadro 1). Estas mudanças são difíceis de serem

avaliadas por métodos laboratoriais. No entanto, a análise crítica do resultado de cada amostra deve levar em conta a possível variação destas características.

Quadro 1: Influências mais comuns nos resultados de datação por luminescência.

Fator	Razão	Influência no resultado final de idade	Observações
Estimativa imprecisa do teor de umidade da amostra	Atenuação da radiação ambiental (dose anual) pela água	Umidade estimada maior que a média -> superestimação Umidade estimada menor que a média -> subestimação	Atenção com a estação do ano (seca ou chuvosa) e com o período específico da amostragem (por ex., logo após dias chuvosos)
Lixiviação ou precipitação de minerais com elementos radioativos ao longo do tempo de soterramento	Subestimação ou subestimação na dose anual de radiação	Superestimação ou subestimação	Evitar zonas com pedogênese intensa ou com quantidade significativa de minerais neoformados
Fotoesvaziamento incompleto antes do soterramento	Alta dose residual	Superestimação	Mais comum em sedimentos subaquosos e depósitos com pouco transporte sedimentar. Avaliar tempo de fotoesvaziamento e usar alíquotas de tamanho reduzido ou grãos individuais
Mudanças na sensibilidade LOE das alíquotas	Mudanças na curva de dose-resposta	Incremento na sensibilidade LOE -> subestimação Diminuição da sensibilidade LOE -> superestimação	Correção do efeito incluída no protocolo SAR

REFERÊNCIAS

- GUEDES, C.C.F. 2009. Evolução Sedimentar Quaternária da Ilha Comprida, Estado de São Paulo. São Paulo, Dissertação de Mestrado. Instituto de Geociências da Universidade São Paulo.
- 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: 67-80.
- MURRAY, A., WINTLE, A.G., 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32: 57-73.
- PRESCOTT, J.R., STEPHAN, L.G. 1982. The contribution of cosmic radiation to the environmental dose for thermoluminescence dating. In: *Proceedings of the Second Specialist Seminar on Thermoluminescence Dating* 6, Council of Europe, Strasbourg, pp. 17-25.
- SALLUN, A.E.M.; SUGUIO, K.; TATUMI, S.H; YEE. M.; SANTOS, J.; BARRETO, A.M.F. 2007. Datação absoluta de depósitos quaternários brasileiros por luminescência. *Revis. Bras. de Geociências*, 37(2): 402-413.
- SAWAKUCHI, A.O.; KALCHGRUBER, R.; GIANNINI, P.C.F.; NASCIMENTO JR, D.R.; GUEDES, C.C.F.; UMISEDO, N. 2008. The development of blowouts and foredunes in the Ilha Comprida barrier (Southeastern Brazil): the influence of Late Holocene climate changes on coastal sedimentation. *Quaternary Science Reviews*, 27: 2076-2090.
- SAWAKUCHI, A.O.; BLAIR, M.W.; DEWITT, R; FALEIROS, F.M.; HYPOLITO, T.; GUEDES, C.C.F. 2011. Thermal history versus sedimentary history: OSL sensitivity of quartz grains extracted from rocks and sediments. *Quaternary Geochronology*, 6: 262-272.
- SUGUIO, K.; TATUMI, S. H.; KOWATA, E. A.; MUNITA, C. S. AND PAIVA, R. P. 2003. Upper Pleistocene deposits of the Comprida Island (São Paulo State) dated by thermoluminescence method. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 75(1): 91-96
- TSOAR, H., LEVIN, N., PORAT, N., MAIA, L.P., HERRMANN, H.J., TATUMI, S.H., CLAUDINO-SALES, V. 2009. The effect of climate change on the mobility and stability of coastal sand dunes in Ceará State (NE Brazil). *Quaternary Research*, 71: 217-226.
- WINTLE, A.G., MURRAY, A.S., 2006. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. *Radiation Measurements* 41, 369-391.