

Luminescentiedateringsrapport NCL-7720

Herzien

Project titel:	Koolkerke-Zagersweg
Project locatie:	Koolkerke – België
Project nummer:	NCL-7720
Onderzoeker(s):	F. Verbruggen
Auteur(s):	Jakob Wallinga & Alice J. Versendaal
Datum:	12 Nov 2021

Ownership of results & Disclaimer

The generating party owns data and results presented in this report (following the 'Overeenkomst tot samenwerking inzake het Nederlands Centrum voor Luminescentiedatering'). When results lead to publication, members of the institutes involved in the collaboration will be included as authors. The investment grant (#834.03.003) supplied by the Netherlands organization for scientific research (NWO-ALW) should be acknowledged in all publications resulting from this collaborative project.

If methodological aspects of the optical dating of samples from this project are to be published, researchers from the NCL laboratory in Wageningen will ask permission from the initiating party. Co-authorship of the initiating party is a matter of course if the geological / archaeological context of the samples is of importance to the publication.

We took utmost care in the analyses detailed in this report, as well as in preparing the report itself. Nevertheless we cannot take responsibility for any harm or costs arising from the use of results presented in this report.

1 Achtergrond

In het kader van archeologisch onderzoek door BIAX consult zijn door F. Verbruggen twee monsters ingediend voor luminescentiedatering. De dateringen zijn verricht bij het Nederlands Centrum voor Luminescentiedatering, bij Wageningen University & Research. Doel van het onderzoek is om beter inzicht te krijgen in de ouderdom van zand- en siltafzettingen en daarmee ook de ouderdom van een tussenliggend veenpakket. Het onderste monster is genomen van dekzand met een verwachte ouderdom groter dan 10 ka, terwijl het bovenste monster van siltige mariene afzettingen is genomen, met een verwachte leeftijd rond 1.5 ka (zie Tabel 1). Figuur 1 toont de locatie van de opgraving, en figuur 2 detailopnames van de ontsluiting.



Figuur 1. Monsterlocatie en positie (Google Earth via www.lumid.nl).

Tabel 1 Overzicht van monsters ingediend voor datering

NCL	Client	Lat	Lon	Depositional	Lithologie	Methode	Diepte (m)	Verwachte
Nummer	Nummer			Environment				leeftijd (ka)
NCL-7720100	KOOLZA V20	3_14_34.29	51_13_43.2	marine	silt	trench	0.855	1,5 ka
NCL-7720101	KOOLZA V21	3_14_34.29	51_13_43.2	aeolian	sand	trench	1.365	>10 ka



Figuur 1. Foto's van profiel 1.4 overgenomen uit het verslag BAAC Vlaanderen Rapport (Verhaeghe, 2019). De OSL monsters zijn afkomstig uit lagen H11 (NCL-7720101) en H7 (NCL-7720100).

Optisch gestimuleerde luminescentie (OSL) datering bepaalt het moment van afzetting en begraving van zandkorrels. De methode maakt gebruik van een klein lichtsignaaltje dat kwarts- of veldspaatkorrels kunnen uitzenden. Dit luminescentiesignaal wordt op nul gesteld (gebleekt) door zonlicht, en bouwt na afzetting en begraving van de korrels op doordat de korrels natuurlijke achtergrondstraling absorberen uit hun directe omgeving. Deze achtergrondstraling komt van het radioactief verval van met name Kalium-40, en de Uranium en Thorium vervalreeksen, met een kleine bijdrage van kosmische straling. De methode is toepasbaar voor sedimenten van enkele jaren oud tot ongeveer 150.000 jaar (kwarts) of 500.000 jaar (veldspaat). Met luminescentiemethoden kan de ouderdom met een relatieve nauwkeurigheid van maximaal 5% worden bepaald (1 sigma). Voor luminescentiedatering worden twee grootheden bepaald. Door metingen van het Optisch geStimuleerde Luminescentie (OSL-) signaal op de kwartsfractie wordt bepaald hoeveel achtergrondstraling het monsters heeft ontvangen sinds afzetting en begraving, ofwel sinds de laatste blootstelling aan zonlicht. Daarnaast wordt gemeten en berekend hoeveel achtergrondstraling de kwartskorrels per jaar hebben ontvangen in hun natuurlijke omgeving. Door de totale hoeveelheid ontvangen straling (paleodosis) te delen door de jaarlijkse dosis wordt de ouderdom verkregen:

Ouderdom (jaar) = Paleodosis (Gy) / jaarlijkse dosis (mGy/jaar).

Meer informatie over de methode is te vinden in (Wallinga, 2006) en verder in (Aitken, 1998; Wallinga et al., 2007; 2019; Wintle, 2008).

2 Methoden & resultaten

2.1 Dosistempo

Voor bepaling van het dosistempo is met een gammaspectrometer de activiteitsconcentraties van Kalium-40 en verschillende nucliden uit de Uranium en Thorium reeksen gemeten. Gecombineerd met informatie over de begravingsdiepte (i.v.m. bijdrage kosmische straling) en het watergehalte is hieruit de jaarlijkse stralingsdosis berekend.

We zijn uitgegaan van geleidelijke begraving van de monsters, en watergehaltes van 17±3 en 14±3 gewichtsprocent gebaseerd op metingen op de monsters. Er waren geen aanwijzingen voor disequilibrium in de Uranium vervalreeks. Resulterende waarden waren 1.94±0.07 en 1.43±0.05 Gy per 1000 jaar, wat goed overeenkomt met andere monsters uit soortgelijke afzettingen.

2.2 Paleodosis

Voor bepaling van de paleodosis is voor monster NCL-7720100 de kwartsfractie van 90-180 μ m en voor monster NCL-7720101 de kwartsfractie van 212-250 μ m geselecteerd door zeven en bewerking met chemicaliën (HCl, H₂O₂ en HF). Er is een dichtheidscheiding uitgevoerd op p=2.58 kg/dm³ om kalium veldspaat te verwijderen; de kwartskorrels voor de OSL metingen zijn uit de zware fractie na bewerking met HF om overgebleven veldspaten op te lossen.

Op grond van een aantal tests worden geschikte meetparameters gekozen voor gebruik in de SAR procedure (Murray and Wintle (2003); zie tabel A 1 in bijlage A. In de SAR procedure wordt eerst het natuurlijke luminescentiesignaal van kwartskorrels gemeten, en vervolgens wordt bepaald welke stralingsdosis nodig is om een even sterk signaal op te wekken. Dit is de equivalente dosis (D_e), uitgedrukt in Gray (Gy). Tests wezen uit dat de bereide fractie niet verontreinigd was met veldspaat, en geschikt voor luminescentiedatering.

Het meest lichtgevoelige OSL signaal van de kwartskorrels is geselecteerd met behulp van een 'Early Background' methode (Cunningham & Wallinga, 2010). Voor een goede bepaling van de paleodosis is de D_e gemeten op een groot aantal submonsters (\geq 30), voor NCL-7720100 bestond deze uit gemiddeld 135 korrels en voor NCL-772101 bestond deze uit gemiddeld 49 korrels (2-mm doorsnede monster op een diskje). Als test van de methode en gebruikte meetparameters is een in het laboratorium gegeven dosis bepaald met de methode; de gemeten dosis kwam goed overeen met de gegeven dosis (ratio 0.96 ± 0.04, n=11, zie figuur A 1). Aanvullende informatie over monsterkarakterisatie en paleodosis bepaling is te vinden in Appendix A. Single aliquot D_e waardes gemeten op de submonsters van beide monsters toonden een spreiding zoals verwacht voor goed gebleekte monsters en de gekozen aliquot grootte (overdispersie rond 15%). Om beïnvloeding van resultaten door uitbijters te voorkomen, is gekozen voor een iteratief proces waarbij D_e bepalingen die meer dan twee standaarddeviaties van het gemiddelde afwijken worden verworpen. Dat proces herhalen we enkele malen waarbij we telkens opnieuw gemiddelde en standaarddeviatie uitrekenen op de geschoonde dataset totdat er geen extra punten meer buiten twee standaarddeviaties vallen. De resulterende paleodosis waarde is gebruikt voor de ouderdomsberekening en wordt weergegeven met de grijze band in de radial plots (Galbraith, 1990) in Appendix B.

2.3 Datering

Voor elk van de monsters is de ouderdom berekend door de paleodosis te delen door de jaarlijkse dosis (tabel 2). De gegeven onzekerheid is de 1-sigma betrouwbaarheidsinterval (68%), waarbij alle systematische en toevallige onzekerheden in dosistempo en paleodosis bepalingen doorberekend zijn. Voor elk van de monsters zijn resultaten ook weergegeven in een 'radial plot' (Appendix B), waarin de spreiding in leeftijd verkregen op submonsters wordt weergegeven. De betrouwbaarheidsindicatie in tabel 2 is gebaseerd op de spreiding in resultaten tussen submonsters in combinatie met de luminescentie-eigenschappen van het materiaal, en moeilijk kwantificeerbare onzekerheden in het dosistempo. Aanvullende informatie is voor de opdrachtgever beschikbaar via onze database: www.LumiD.nl.

Tabel 2 Samenvatting van luminescentiedateringsresultaten

NCL Code	Client Code	Lat.	Lon.	Diepte (m)	Palaeodosi s (Gy)	Dosistemp o (Gy/ka)	Ouderdom (ka)	Betrouw- baarheid	Comments
NCL-7720100	KOOLZA V20	51_13_43.2	3_14_34.29	0.855	3.7 ± 0.1	1.92 ± 0.07	1.92 ± 0.09	Likely OK	Iterated mean, CAM OD 13%
NCL-7720101	KOOLZA V21	51 13 43.2	3 14 34.29	1.365	15.2 ± 0.5	1.41 ± 0.05	10.8 ± 0.5	Likely OK	Iterated mean, CAM OD 18%

3 Synthese

Luminescentiedateringen zijn verkregen door OSL metingen op de kwarts fractie. Resultaten geven aan dat de eolische dekzand afzetting is gevormd rond 10.8 ± 0.5 ka, en de mariene afzettingen rond 1.92 ± 0.09 . Deze dateringen bieden een betrouwbare bepaling van de begravingsouderdom van de sedimenten. Resultaten zijn consistent en in overeenstemming met de verwachte ouderdom.

Referenties

- Aitken, J. (1998). Introduction to Optical Dating : The Dating of Quaternary Sediments by the Use of *Photon-stimulated Luminescence*. Clarendon Press.
- Cunningham, A. C., & Wallinga, J. (2010). Selection of integration time intervals for quartz OSL decay curves. *Quaternary Geochronology*, *5*(6), 657-666. doi:<u>http://dx.doi.org/10.1016/j.quageo.2010.08.004</u>
- Cunningham, A.C., & Wallinga, J. (2012). Realizing the potential of fluvial archives using robust OSL chronologies. Quaternary Geochronology 12, 98-106. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2012.05.007
- Galbraith, R. F. (1990). The radial plot: Graphical assessment of spread in ages. *International Journal* of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 17(3), 207-214. doi:<u>http://dx.doi.org/10.1016/1359-0189(90)90036-W</u>
- 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 I, Experimental Design and Statistical Models. *Archaeometry*, *41*(2), 339-364. doi:<u>https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.1999.tb00987.x</u>
- Murray, A. S., & Wintle, A. G. (2003). The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements*, *37*(4–5), 377-381. doi:<u>http://dx.doi.org/10.1016/S1350-4487(03)00053-2</u>
- Verhaeghe, C. (2019). Archeologierapport Koolkerke Zagersweg. BAAC Vlaanderen Archeologierapport, ISSN 2033-6896.
- Wallinga, J. (2006). Luminescentiedatering. *Nationale Onderzoeksagenda Archeologie*, 1-16. Retrieved from <u>www.noaa.nl</u>
- Wallinga, J., Davids, F., & Dijkmans, J. W. A. (2007). Luminescence dating of Netherlands' sediments. Netherlands Journal of Geosciences — Geologie en Mijnbouw, 86, 179-196. doi:<u>https://doi.org/10.1017/S0016774600077799</u>
- Wallinga, J., Hobo, N., Cunningham, A.C., Versendaal, A.J., Makaske, B., Middelkoop, H., 2010.
 Sedimentation rates on embanked floodplains determined through quartz optical dating. *Quat Geochronol 5*, 170-175. doi:https://doi.org/10.1016/j.quageo.2009.01.002
- Wallinga, J., Sevink, J., van Mourik, J.M., Reimann, T. 2019. Luminescence dating of soil archives. Developments in Quaternary Sciences 18, 115-162. doi:https://doi.org/10.1016/B978-0-444-64108-3.00004-5
- Wintle, A. G. (2008). Fifty years of luminescence dating. *Archaeometry*, *50*(2), 276-312. doi:<u>https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.2008.00392.x</u>
- 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*(4), 369-391. doi:<u>http://dx.doi.org/10.1016/j.radmeas.2005.11.001</u>

Quartz OSL methods and tests

Table A 1. SAR procedure adopted for quartz in this project. Extra step 1 serves to check whether the sample is free of feldspar contamination. (Wintle & Murray, 2006)

Step	Action	Measured
1	Beta dose (or Natural dose)	
2	10s preheat to 200 °C	
3	20s blue stimulation at 125 °C	Ln, Li
4	Beta test dose	
5	Cutheat to 180 °C	
6	20s blue stimulation at 125 °C	T _n , T _i
7	40s blue bleach at 210 °C	
8	Repeat step 1-7 for a range of doses (incl. zero and repeat dose)	
Extra 1	Repeat step 1-7 with added infrared bleach at 30 °C prior to step 3	

Dose-recovery test







Luminescentiedateringsrapport NCL-7720 (herzien) Appendix A OSL methods and tests

Thermal Transfer test

To obtain more insight in thermal transfer and appropriate preheat settings to avoid this unwanted effect, we conducted a thermal transfer test similar to (Wallinga et al., 2010), but with slightly modified parameters (see Table A2). By comparison of the cumulative OSL signal induced by preheating (L_{tt}) for different preheat temperatures compared to the OSL response to the 5 Gy dose (L_{Beta}), we obtained a measure of the apparent dose due to thermal transfer (Fig. A2).

Table A 1 Measurement procedure for thermal transfer test

Step	Action	Measured
1	300s blue stimulation at 20°C	
2	10s preheat to 180°C	
3	20s blue stimulation at 125°C	Ltt
4-13	Repeat step 2&3 for increasing preheat up to 280°C in steps of 20 °C	
14	40s blue bleach at 290°C	
15	5 Gy Beta Dose	
16	10s preheat to 200°C	
17	20s blue stimulation at 125°C	L _{Beta}
18	40s blue bleach at 290°C	
Extra 1	Repeat step 15-17 with added infrared bleach at 30°C prior to step 16	



Figure A 2 TT-test results of NCL-7720, preheat of 200 °C is selected for equivalent dose measurements.

Age distributions for OSL dating

The radial plots (Galbraith, 1990) shown for each sample below indicate single-aliquot luminescence ages (open and filled dots) and the sample age obtained through the iterative procedure (shading; Galbraith et al., 1999). The curved y-axis indicates the age estimate, whereas the x-axis reflects the precision of the individual estimates (most well-known points plot on the right-hand side). To construct these graphs, single-aliquot equivalent dose estimates were divided by the sample dose rate. Uncertainties in dose rate and systematic uncertainties in equivalent dose estimation are not included in the graph. Solid data points fall within the shaded area and agree with the final age estimate. The robustness of the age obtained is reflected by the percentage of single-aliquot ages within the shaded band, and by the overdispersion percentage (OD; indicated in legend).

Figure B 1 Radial plot of single-aliquot ages for sample NCL-7720100

Luminescentiedateringsrapport NCL-7720 (herzien) Appendix B Age distribution

D_e distribution

NCL-7720101 (quartz)

Figure B 2 Radial plot of single-aliquot ages for sample NCL-7720101