

光释光测年基本流程

赖忠平¹, 欧先交^{2,1}

(1. 中国科学院青海盐湖研究所释光测年实验室, 西宁 810008;

2. 嘉应学院地理科学与旅游学院, 梅州 514015)

摘 要:光释光测年是对沉积物上一次曝光事件年代的测定。自20世纪80年代该方法提出以来,得到了越来越广泛的应用。相对于¹⁴C测年,光释光测年虽存在误差偏大的不足(一般5%~10%),但是具有以下明显优势:①其测年年限范围比前者大得多;②测年物质(石英或长石)丰富,这在干旱半干旱区的沙漠和湖泊中尤其重要,因为在这些地区很难找到可用于¹⁴C测年的有机质;③是对沉积物的直接定年;④测年事件包括曝光、受热(400℃以上)、火山、地震和晶体(方解石等)形成等。本文介绍了光释光测年的整个实验过程,包括采样、前处理、等效剂量测定、年剂量测定等,以期让有需要的地学同行了解这一方法,尤其是了解从地层或岩芯等取样的过程中应注意的事项。重点介绍单片再生剂量法(SAR)与标准生长曲线法(SGC)相结合测定等效剂量的实验方法(我们命名为SAR-SGC法)。该方法能大大提高仪器的使用效率,可节省仪器时间60%以上。通过氟硅酸溶蚀长石来提取石英的中颗粒(38~63 μm)的前处理过程简便易行,获得的石英纯度高,且可以避免使用危险的氢氟酸。中国科学院青海盐湖研究所释光测年实验室近几年应用SAR-SGC法对黄土、沙漠、湖泊、海洋、冰川、考古点等各种类型沉积物进行光释光测年,都获得了很好的结果。

关 键 词:光释光测年技术;采样与实验室流程;石英中颗粒法;等效剂量测定的SAR-SGC法

doi: 10.11820/dlkxjz.2013.05.001

1 引言

光释光(optically stimulated luminescence, OSL)测年技术是目前第四纪研究中应用最普遍也是最受认可的测年技术之一,测年范围可从几十年(Liu et al, 2011)到十几万年(Lai et al, 2013),甚至达到70多万年(视样品而定)(Huntley et al, 2001)。因其测年物质是石英或长石,在绝大多数沉积物中含量丰富,所以可广泛应用;并且是对沉积物的直接测年。相比¹⁴C测年,光释光测年在干旱半干旱区的应用具有独特优势,Lai等(2013)对此有初步总结,认为在这些地区¹⁴C测年对全新世样品可靠性很好并与光释光测年有很好的一致性(Long et al, 2012a; Yi et al, 2012),但年代超过2.5万年的¹⁴C测年结果都可能因为低估需要重新评价,而光释光测年结果(年代可超过10万年)与地层、气候记录等有更好的一致性。在碳库效应显著的地区,光释光与¹⁴C测年相比更具有明显优越性,并可用来衡量碳

库效应的程度及对碳库效应进行校正(Liu K et al, 2012; Long et al, 2012b)。Lai等(2013)系统总结光释光测年结果发现,在中国西北干旱半干旱区原来基于¹⁴C测年认为是“氧同位素三阶段晚期代表高湖面的沉积”年代应是氧同位素五阶段。

近年来,地学研究对光释光测年的需求越来越大。但是,不少地学同行对该技术的测年过程(包括采样方法、测试流程等)了解还不够充分,这可能导致采样不规范、测年准确性无法保证等问题,限制了该方法更广泛的应用。国内目前光释光实验室很多,各实验室测试方法各不相同,但其基本原理是相同的。中国科学院青海盐湖研究所释光测年实验室从2008年初开始运行以来,尝试把单片再生剂量法(single aliquot regenerative-dose, SAR)(Murray et al, 2000)与标准生长曲线法(standardised growth curve, SGC)(Lai, 2006; Lai et al, 2007a; Roberts et al, 2004)相结合,形成SAR-SGC法进行等效剂量(equivalent dose, De)的测定。大量测试实践证

收稿日期:2013-05; 修订日期:2013-05.

基金项目:国家自然科学基金项目(40901011, 41172168)。

作者简介:赖忠平(1968-),男,博士,研究员,博士生导师,主要从事第四纪地质和释光年代学研究。E-mail: zplai@isl.ac.cn

明了该方法的可行性。本文拟以该方法为主线,介绍光释光测年流程,并提出采样及实验过程中应注意的问题,供地学同行参考。

2 光释光基本原理

不少测年方法都基于一个相近的基本原理:总量、速率与时间之间有某种函数关系。如果已知总量和速率,则可根据这种函数关系求出时间(年代)。中国古代利用沙漏计时,正是利用了总量与速率成正比这种简单的线性关系(已知漏沙的总量和速率,可求时间)。自然界中存在着多种多样的计时器,不同的测年方法其实就是利用了自然界中不同种类的计时器。光释光测年的计时原理与沙漏的计时原理相似。简单而言,就是将经历最后一次曝光的沉积物重新埋藏之后接收的辐射总量除以接收的速率,即得出埋藏时间(沉积年代)。

沉积物中的矿物颗粒(主要是石英或长石)被掩埋之后不再见光,不断接受来自周围环境的辐射,包括沉积物中的U、Th和K等放射性物质的衰变所产生的射线,以及宇宙射线等的辐射能(图1)。这会导致矿物颗粒随时间的增长不断累积辐射能。这些累积的辐射能经过加热或者光照射激发之后会被清空或者降低到可以忽略的水平(释光信号被晒退归零)(图2),埋藏之后又会重新累积。在实验

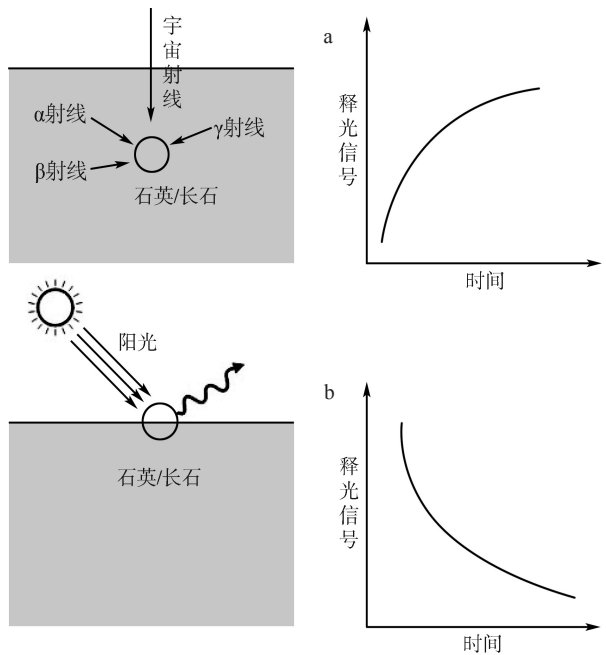


图1 释光信号的累积(a)与释放(b)

Fig. 1 Accumulation(a) and release(b) of luminescence signals

室中,用加热或用光束照射矿物颗粒也能使累积的辐射能以光的形式被激发出来,这就是释光信号。通过加热激发的释光信号叫热释光(thermoluminescence, TL),通过光束激发的释光信号叫光释光。

被激发的光释光信号是样品最后一次曝光之后所累积的(图2)。在通常条件下,矿物埋藏的时间越长,接受辐射的时间越长,其释光信号也就越强。因此,用已知剂量的人工辐照产生的释光信号与自然释光信号对比,就可以计算出矿物颗粒自埋藏以来接收并累积的总辐射能,用等效剂量(D_e)表示。而通过分析样品中的U、Th和K的含量,综合采样深度、海拔高度及样品含水量等,可计算出矿物颗粒单位时间内接受的剂量,即累积信号的速率,用年剂量率表示。累积的等效剂量除以年剂量率,即是矿物颗粒最后一次曝光之后接受辐照的时间长度,也即埋藏至今的年代(图2)。公式如下:

埋藏年代=等效剂量/年剂量率 (1)

3 采样与前处理

3.1 采样

光释光测年样品在采集、运输、储存以及实验室前处理和测试过程中,都必须确保样品没有曝光(实验室红光除外)。此外,存放场所应尽可能远离辐射场,但机场或火车站安检的射线不会对样品造成不良影响。采样时可根据剖面的坚硬程度,选择用钢管或是不透光的塑料管(一般内径2~6 cm,长

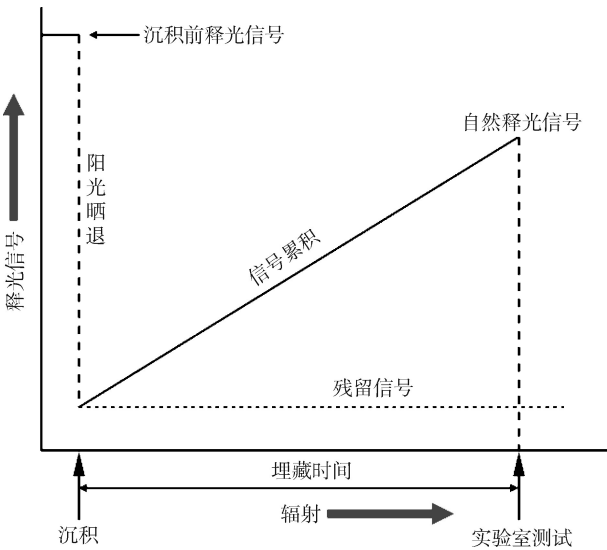


图2 光释光的计时原理

Fig. 2 Principle of OSL dating

度12~22 cm)砸入剖面取样。年代较新的或较松散的沉积,例如风沙、部分湖相沉积等可用塑料管(用钢管效果更好,但成本较高)。年代较老、胶结较好、较坚硬的剖面,比如冰川沉积、年代较老的黄土等,需用钢管。

关于样品量,实验室最后只需提取1~2 g的纯石英或长石样品(一般粒径是38~63 μm 、90~120 μm 或120~150 μm ;也有用4~11 μm ,如深湖相样品)。因此,可根据沉积物中所含以上有效测试粒组的多少选择采样管的规格。比如黄土中可测试的粒组含量高,一个15 cm(长) \times 3 cm(内径)的管样就足够了。但冰川沉积以砾石为主,可测试粒组含量较少,采样量需酌情加大,一般需22 cm \times 6 cm的管样,甚至需要平行采两管样品。

采样前先剥去剖面表层至少30 cm厚度的物质,以避免采集到表层曝光的样品。然后将采样管接触剖面一端塞上避光材料(黑布、黑色塑料袋、棉花等),从另一端将管用锤垂直砸入新鲜剖面中,取出管时用相同材料塞紧里端,并用胶带束紧两头,写上样品编号。在采样管周围采集200~300 g左右的散样,用于U、Th和K含量及含水量等年剂量的相关测量。同样,每个样品需标明对应的样品号。采集的年剂量样品是否具有代表性对测年的影响很大,最能代表地质时期辐照率的样品为最佳的年剂量样品。尤其在沉积物不均一的层位或层间采样时,管样周围30 cm范围内各种沉积都需兼顾,尽量使测得的年剂量接近实际值。这部分样品不需避光,但要密封于自封袋中,以防水分散失。

钻孔岩芯的采样:在岩芯剖开前在需要定年的层位锯出约10 cm的一段岩芯,用不透光的黑塑料包好送到释光测年实验室。尽量选取含粉砂多的层位取样,避免粘土层,因粘土前处理很困难。在释光实验室里锯开管子,整块取出岩芯,岩芯表层的曝光部分可继续取环境指标样品,留下岩芯中心未暴露日光的物质进行光释光测年。含水量测量很重要,在截取的岩芯部位留下的岩芯中取样,测含水量后,再测量饱和含水量,将数据连同样品一起发给释光测年实验室。取样前最好咨询准备接受样品的实验室,以获取更完整的取样要求。

3.2 前处理

前处理的目的是去除杂质,提取纯净的测试用的矿物颗粒(石英、长石、多矿物等)。所有实验步骤都在暗室红光(中心波长约为655 nm \pm 30 nm)条件下完成。在暗室内将样品从采样管中取出,并去除

两侧有可能曝光的样品(一般削去2~3 cm),剩余样品用于前处理。加清水搅拌,待澄清后倒掉上层清水,以去掉部分杂质。

3.2.1 测年材料及粒径的选择与中颗粒的优点

测年的材料主要有石英和长石。石英相对长石更容易晒退(Aitken, 1998),避免较高的残余剂量和年代高估,且石英不存在长石测试中常见的异常衰减问题(Aitken, 1998)。至于 α 粒子的贡献,可通过加入 α 系数来进行校正(详见后文)。

粒径一般可分为粗、中、细颗粒。相对于粗颗粒和细颗粒石英,提取38~63 μm 的中颗粒石英来进行等效剂量测试优势明显。细颗粒存在的问题较多,比如:沉积之后有可能存在淋溶、迁移和成土等过程,导致细颗粒组分的年代不能代表最后一次曝光事件;细颗粒含很大部分没有释光信号的粘土矿物;细颗粒组分很难去除长石,而长石信号有异常衰减的问题;由于 α 粒子的穿透力为25 μm 左右,细颗粒组分的剂量率受土壤结构影响较大;细颗粒样品很难保证单层粘附在样片上,易导致实验室辐照的不均匀(Lai, 2010)。粗颗粒石英的提取过程较复杂,且需使用危险性很大的氢氟酸,并且氢氟酸对石英的溶蚀并不均匀,主要沿解理面进行溶蚀;而中颗粒石英不存在上述问题。对于采自西北干旱区同一个风成样品不同粒径(38~63 μm 、90~150 μm 、150~200 μm 、200~250 μm 、250~300 μm)进行测年结果的比较表明,其年代在误差范围内有很好的-致性,表明应用中颗粒石英测年是可靠的(Cao et al, 2012)。

对于黄土样品,考虑到大于70 μm 粒径的很少,所以石英中颗粒方法是测定黄土最理想的方法。图3的照片是黄土样品CH02/3/9(年代为(21.4 \pm 1.7) ka, Lai et al, 2007b)用硅油均匀粘在钢片上的氟硅酸处理前和处理后的中颗粒。氟硅酸处理前,样品颗粒上粘附着更小的(包括4~11 μm)颗粒(图3c),氟硅酸处理后,石英纯度很高,暗色矿物很少见,颗粒表面也很干净(图3b和3d)。

3.2.2 中颗粒石英(38~63 μm)提取

中颗粒石英前处理具体流程见图4。样品先浸泡10%稀盐酸去除碳酸钙,每隔5~10分钟可加一次。这一步一般半天、至多一天能完成。碳酸盐含量高的样品,应注意不要一次加盐酸过多或搅拌太剧烈,以避免产生大量的泡沫溢出。样品没有发应时,静置让样品沉淀,倒掉液体后再加清水清洗一次,然后加30%的双氧水处理样品。加入30%双氧

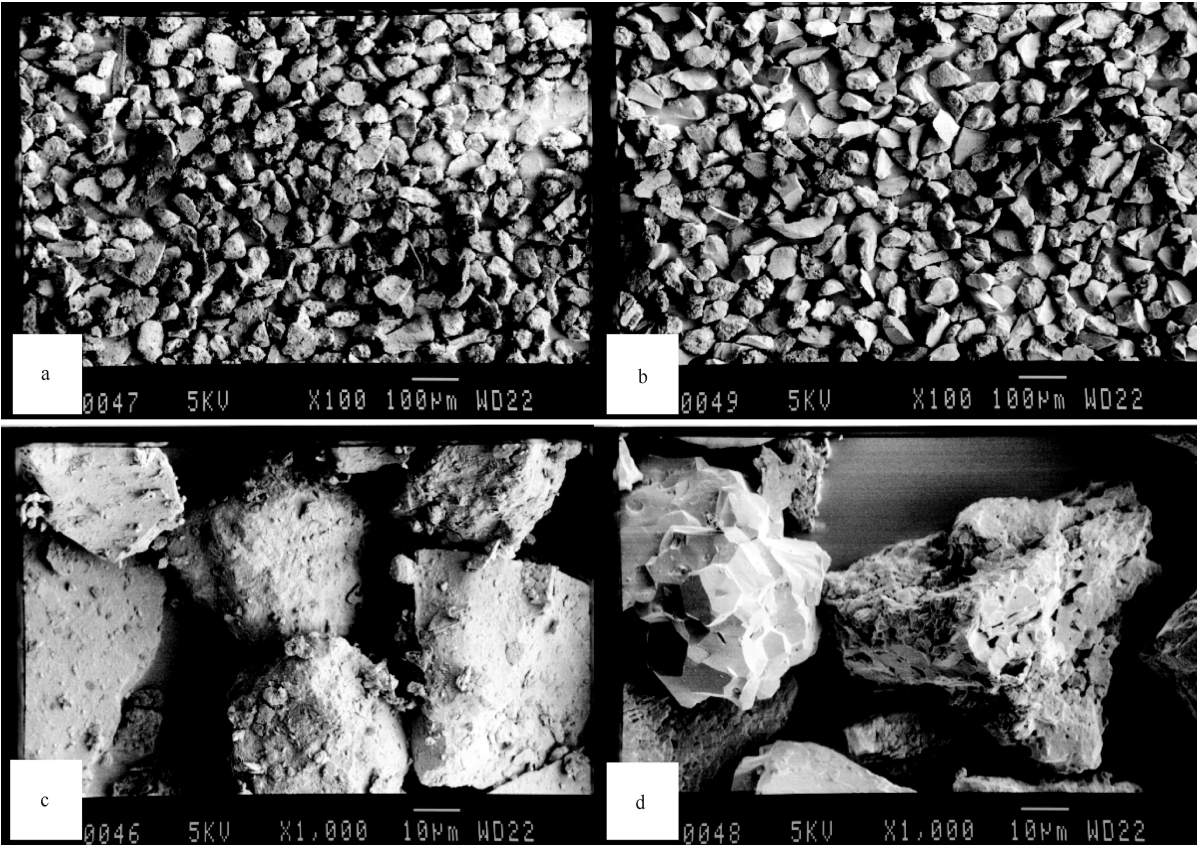


图 3 黄土样品 CH02/3/9(年代为 21.4 ka±1.7 ka)用硅油均匀粘在钢片上的中颗粒(38~63 μm)(a. 氟硅酸处理前放大 100 倍拍照; b. 氟硅酸处理后放大 100 倍拍照; c. 氟硅酸处理前放大 1000 倍拍照; d. 氟硅酸处理后放大 1000 倍拍照)

Fig. 3 Photos of middle grains (38~63μm) of a loess sample(CH02/3/9, OSL age of 21.4 ka±1.7 ka) mounted evenly on the stainless-steel disc using silicone oil (a. Before hydrofluorosilicic acid treatment manified by 100 times; b. After hydrofluorosilicic acid treatment manified by 100 times; c. Before hydrofluorosilicic acid treatment manified by 1000 times; d. After hydrofluorosilicic acid treatment manified by 1000 times)

水时,遵循少量多次的原则(但是一天一般不超过 3 次,一般每天早晚各加一次,每次加 30 ml 左右)。在开始的 2~3 天,每加完一次双氧水隔 2 小时左右搅拌以免泡沫溢出。泡沫洒出一方面会带出一部分样品,另一方面,有可能污染周围的样品。双氧水反应会延迟,有机质丰富的样品,刚加入双氧水可能没反应,但半小时后可能会沸腾。这一步一般需处理 5~15 天,有机质含量越丰富,时间越长。

将双氧水处理后的样品用清水清洗 3~5 次(每次清洗至少要静置 2~3 小时),放入烘箱(60 ℃)烘干。然后再干筛或湿筛(若湿筛就不用烘干)提取 38~63 μm 的粒组。将该粒组样品浸泡 35%氟硅酸(1~1.5 g 样品加 50~70 ml 的氟硅酸)1~2 周,去除长石。最后滴入少量 10%稀盐酸去除样品与氟硅酸反应过程中产生的氟化物沉淀。低温烘干(60 ℃, 1~2 天),装入小自封袋。将小块磁铁放入样品袋

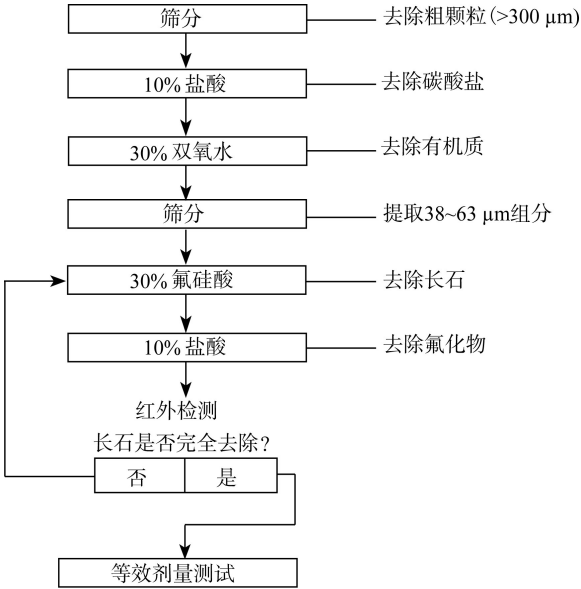


图 4 提取中颗粒石英前处理流程

Fig. 4 Flow chart of pretreatment to abstract the 38~63μm quartz

中,将样品的磁性矿物去掉。注意每处理一个样品后应将磁铁擦干净,以防污染下一个样品。

3.2.3 粗颗粒石英(90~120 μm)提取

样品依次浸泡 10%稀盐酸和 30%双氧水去除碳酸盐和有机质。然后再过干筛提取 90~120 μm 粒组,若样品量有限可用 90~150 μm 。配制密度为 2.62 g/cm^3 和 2.66 g/cm^3 的多钨酸钠重液,通过重液分离法去除密度小于 2.62 g/cm^3 的长石和密度大于 2.66 g/cm^3 的重矿物。将密度在 2.62~2.66 g/cm^3 之间的颗粒用 40%的氢氟酸处理约 1 小时,去除长石颗粒及石英颗粒表面受到 α 射线影响的部分。再用 35%的氟硅酸浸泡约 2~5 天。最后滴入少量 10%稀盐酸去除样品与氟硅酸反应过程中产生的氟化物沉淀。低温烘干,装袋备用。

3.2.4 细颗粒石英(4~11 μm)提取

样品依次浸泡 10%稀盐酸和 30%双氧水去除碳酸盐和有机质。用静水沉降法分离出 4~11 μm 的混合矿物。浸泡 35%的氟硅酸去除长石。然后滴入少量 10%稀盐酸去除样品与氟硅酸反应过程中产生的氟化物沉淀。用滴管将均匀的溶液滴在测片上,低温烘干,即可上机测试。

3.2.5 长石污染检测

所得石英的纯度可以用红外检测的方法鉴别。红外信号较高的样品表明还有长石存在,须重新用氟硅酸浸泡,直至红外信号消失或达到较低(IRSL/OSL<10%)的水平。这样就可得到纯度足够的石英样品。

3.2.6 含水量分析

将含水量样品倒入烧杯中称湿重,然后在烘箱中低温烘干,再称干重和烧杯重,计算含水量。水分子可吸收一部分来自周围环境的辐射能量,从而减少样品对辐射能量的吸收。而地质时期沉积物含水量是变化的,样品年剂量也因此会随之变化(张家富等, 2007)。实验室测得的含水量仅代表样品现在的含水量,并不能代表样品在长期埋藏过程中的平均含水量。因此,沉积物尤其是水成沉积物,在计算样品的含水量时,除了要考虑实测含水量和当地降水量等,还要考虑历史时期含水量的可能变化。

3.2.7 年剂量分析

样品的年剂量与样品中 U, Th 和 K 的含量、样品含水量及宇宙射线等有关。U, Th 和 K 的含量可用电感耦合等离子体质谱法(Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS)、中子活化法

(neutron activation analysis, NAA)、 γ 谱仪法等方法测量。相对于其他方法,质谱法的优势比较突出,比如所用样品量少、测试精度非常高等(Bailey et al, 2003),但前处理难度较高。

对于用来进行中子活化分析的样品,在计算完全含水量的干样中随机选取 20~30 g,用研钵和球磨机磨成“面粉状”(粒径<30 μm)。砂样可直接放入球磨机研磨,胶结的粘土需先用研钵磨散再放入球磨机。颗粒太粗的样品(含较多砾石)需先用研钵研磨一下再用球磨机研磨。从磨好的样品中随机选取 2 g 左右装入小自封袋,写上编号,用于中子活化分析。需要引起注意的是,测量年剂量的样品必须是全样。

由于地质历史时期以及不同季节样品的含水量不一样,所以含水量数值应综合采集时的含水量、当地降水量等来估计。据样品的海拔高度、地理位置及采样深度等计算出宇宙射线对年剂量的贡献(Prescott et al, 1994)。此外,中颗粒石英样品还考虑了 α 粒子的贡献,系数为 0.035 ± 0.003 (Lai et al, 2008c)。多矿物中的长石的 α 系数取 0.1。根据 Aitken(1998)提供的公式和参数可计算出年剂量。

4 等效剂量(D_e)测试

4.1 单片再生剂量法(SAR)

(1) 测试参数

国内多数实验室使用的是丹麦 Risø 实验室生产的光释光测量仪,也有一些实验室使用美国生产的 Daybreak 2200 型释光测量仪。本文仅以 Risø 生产的 Risø TL/OSL-DA-20 热释光/光释光两用仪为例作介绍。

在直径为 0.97 cm 的不锈钢片上均匀涂一层硅油,将样品均匀粘附在测片上,即可上机测试(注意:硅油不能太多,否则很难保证样品颗粒单层粘附)。为减小光激发和辐照对相邻样片的影响,测片可间隔放置,即样品盘上有 48 个位置,但只间隔放置 24 个测片。光释光仪的测试由计算机设定的 sequence(程序)控制。每个样品的测试包括预热、辐照和激发等步骤(图 5)。预热温度(preheat)选择 200~260 $^{\circ}\text{C}$, 时间 10 s, 实验剂量的预热温度(cut-heat)为 160~220 $^{\circ}\text{C}$, 10 s。具体须视样品而定,一般年代越老,选择的温度越高。辐照源为($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$) β 源。激发光源选择强度为 90%的蓝光发光二极管($\lambda=470 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$)。样品在 130 $^{\circ}\text{C}$ 温度条件下

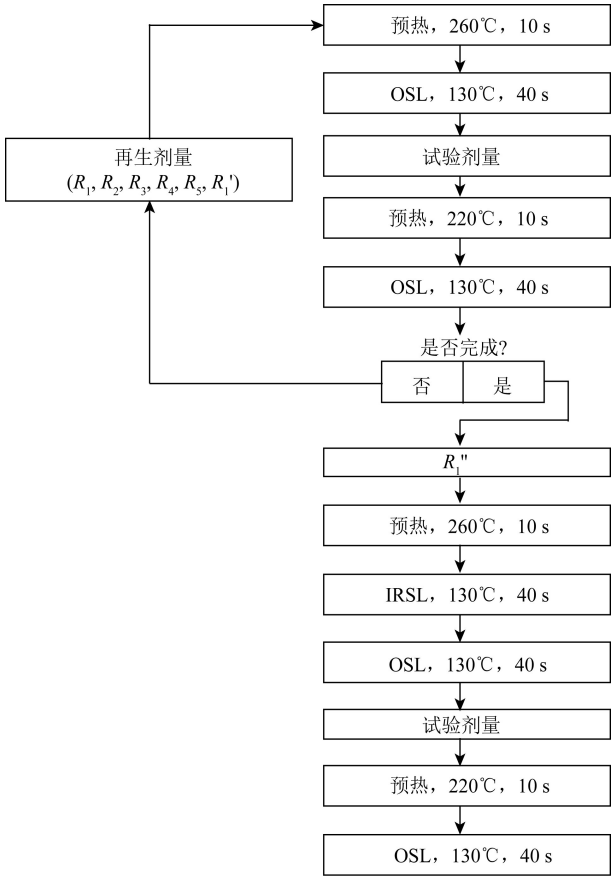


图 5 单片再生法技术流程

Fig. 5 SAR procedure

用蓝光激发 40~100 s, 激发后的光信号经由厚 7.5 mm 的 Hoya U-340 滤光片进入 9235QA 光电倍增管进行记录。

(2) 测试流程

SAR 方法是 Murray 和 Wintle(2000)改进的一种方法, 其测试流程见图 5。对每个样品, 制备 6~12 个测片, 用 SAR 法测试等效剂量。对同一个测片, 首先测其天然释光信号强度(L_N), 然后对其辐照若干个已知的剂量(即再生剂量, 见图 5 中的 $R_1, R_2, R_3, R_4, R_5(=0 \text{ Gy}), R'_1(=R_1)$ 和 $R'_1(=R_1)$), 并且分别测出它们对应的释光信号强度($L_1, L_2, L_3, L_4, L_5, L'_1$ 和 L'_1)。注意自然剂量应在前 4 个再生剂量范围之内, 最好在 R_2 和 R_3 之间($R_1 < R_2 < N < R_3 < R_4$)(图 6)。另外, 在每一个天然或再生剂量之后, 都给一个较小的固定的辐照, 即实验剂量(test dose, TD), 并测出它们对应的释光信号强度($T_N, T_1, T_2, T_3, T_4, T_5$ 和 T'_1)。将 L_N/T_N 插入这条曲线中, 即可计算出相当于天然释光信号强度对应的剂量值, 即为等效剂量(D_e)。如图 6(b)中等效剂量值为 128 Gy(Ou et al,

2010)。需要注意, TD 不能太小, 一般应使 TD 的净信号累积大于 5000 个计数, 或者其衰减初始信号一般不低于 1000 个计数(图 6a), 否则会给 D_e 带来很大误差。对于信号暗淡的样品, 比如来自青藏高原的有些冰川和湖相的样品(Ou et al, 2012), 尤其应引起注意。

4.2 单片再生法(SAR)与标准生长曲线法(SGC)结合测定等效剂量(SAR-SGC 法)

Roberts 和 Duller(2004)最早提出 SGC 测试等效剂量的方法。他们在 SAR 程序的基础上, 对塔斯马尼亚东北的粗颗粒石英(180~212 μm)和中国黄土高原的细颗粒多矿物样品(4~11 μm)分别建立 SGC 生长曲线。然后只测试自然剂量(L_N)和实验剂量(T_N)的释光信号, 将经过实验剂量释光信号校正后的自然光释光信号(L_N/T_N)插入 SGC 曲线中求得等效剂量值。他们将 SGC 法和常规 SAR 法的等效剂量测试结果(年代主要是全新世的样品)进行了对比, 结果表明, 仅测试 L_N 和 T_N 也可准确测定等效剂量值。SGC 法无疑大大加快了测试进程, 节省了实验时间。对于需要测试大量样品的情况, 这种方法值得尝试。

Lai(2006)对中国黄土高原样品进行了测试, 结果表明不同地点、不同剖面的样品同样存在相似的生长曲线, 可以建立 SGC。并且, 在高达 200 Gy 的剂量之内(年代约为 60~70 ka 内), SGC 法和常规 SAR 法测试的等效剂量值非常一致, 由此认为, SGC 法在中国黄土高原区是一种可行的、大大节约时间的方法。在需要建立高分辨率年代框架的同一个剖面或地区, 这种方法的优势尤其突出。

不仅如此, 随后的研究(Lai et al, 2007a; 赖忠平, 2008)表明, 全球不同大陆的黄土有可能可以建立统一的 SGC(图 7a)。除南美智利的样品外(可能与存在重矿物的污染有关), 来自亚洲、北美、非洲和欧洲的黄土样品在 200 Gy 之内的生长曲线相似, 可以建立统一的 SGC。在 10~170 Gy 的范围内, SGC 法和常规 SAR 法测得的等效剂量一致(图 7b)。

不过, 也有研究认为, 不同的样品未必能建立统一的 SGC。例如 Telfer 等(2008)研究了南非地区及美国佛罗里达多种沉积样品的 SGC 曲线, 结果表明 SGC 方法在测试南非地区 <50 Gy 的样品非常理想, 但用该地区的 SGC 曲线去测试佛罗里达的样品则问题较多, SGC 结果与 SAR 测试结果相差较大。由此他们认为, SGC 可能只适用于同一地区的

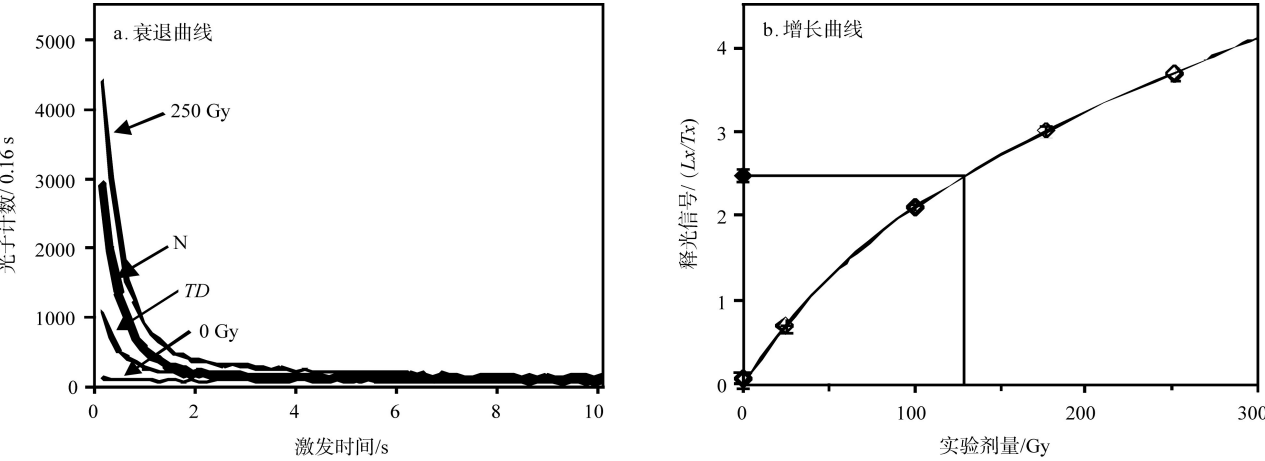


图 6 单片再生法测试的衰减曲线(a)和生长曲线(b)(Ou et al, 2010)
Fig. 6 OSL decay curves(a) and growth curve(b)(Ou et al, 2010)

样品。Stevens等(2007)甚至认为,SGC法可能仅适用于同一个剖面。他们在黄土高原的研究表明,同一地区的两个剖面,即使相距仅有几km,生长曲线也是不同的。

近年来,中国科学院青海盐湖研究所释光测年实验室运用的是单个样品SGC(对每一个样品建立一条SGC曲线)结合常规SAR的方法进行释光样品测试,我们命名为SAR-SGC法。该方法成功应用于包括黄土(E et al, 2012; Jia et al, 2012; Lai et al, 2010; Liu X J et al, 2012)、沙漠(Cao et al, 2012; He et al, 2010; Liu K et al, 2012; Liu X J et al, 2012; Yang et al, 2010, 2012; Yu et al, 2012)、湖泊(Fan et

al, 2010; Kaiser et al, 2010; Lai et al, 2013; Liu et al, 2010, 2011; Long et al, 2012a, 2012b; Madsen et al, 2013; Zhang et al, 2011; Zhang J R, 2012)、海洋(Yi et al, 2012)、冰积物(Ou et al, 2010, 2012; Zhang B et al, 2012; Zhao et al, 2012; Liu K et al, 2012)、地震(Seong et al, 2011)以及考古点(Hou et al, 2012; Sun et al, 2010, 2012)等各种类型沉积物。其程序是先常规SAR法测试6~12测片(风成样品一般测6个测片即可),然后用这些测片的SAR数据对每个样品分别建立一条SGC曲线。每个样品再制12~24测片,在同样的测试参数下,只测试它们的自然剂量和实验剂量的光释光信号,即 L_N 和 T_N 。将经过实

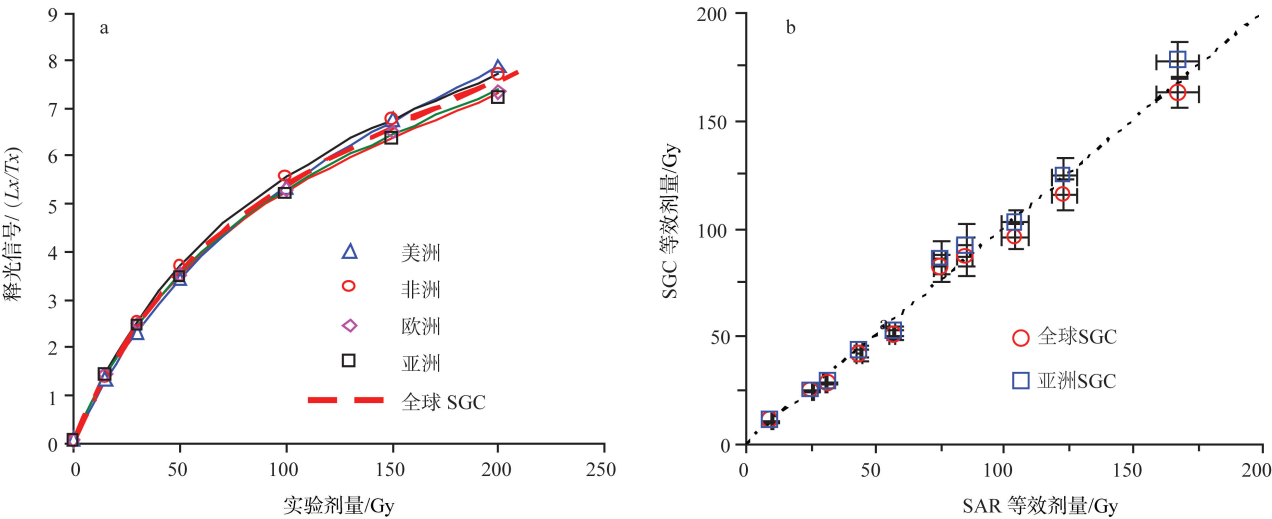


图 7 不同大陆的标准生长曲线(SGC)(a)以及SGC和SAR法测试的等效剂量值对比(b)(Lai et al, 2007b)
Fig. 7 SGC curves from different continents(a) and comparison of D_s obtained using SAR protocol against those by SGC approach(b)(Lai et al, 2007b)

验剂量释光信号校正后的天然光释光信号(L_N/T_N)插入该样品的SGC曲线中就可求得该样片的等效剂量值(图6)。绝大多数样品的不同样片的生长曲线是相似的,可以建立单个样品的SGC曲线,且绝大多数样品的SGC曲线都能够下面的指数加线性公式很好地拟合出来:

$$y=k[1-\exp(-x/D_0)]+cx+d \quad (2)$$

式中: x 是再生剂量; k 为SGC曲线指数生长部分饱和和水平的校正后的光释光信号强度; D_0 是指数生长部分的斜率等于初始值的 $1/e$ 的点的特征剂量; c 为表示线性生长部分的斜率; d 为零剂量点的释光信号强度。

我们近年来对SAR-SGC法的研究证明,不同样品(包括湖泊、风成和海洋沉积等样品)的SGC法与SAR法的等效剂量结果有很好的一致性(Chen et al, 2013; Long et al, 2010; Yang et al, 2011),表明SGC法确实是一种省时可行的方法。但我们的研究也发现,有些因素可能会影响该方法的应用,例如重矿物污染(Lai et al, 2007a)、石英的热历史(Lai et al, 2008b)、长石污染(Lai et al, 2008a)以及接受的自然剂量的差异(Lai, 2006)等,应在应用中引起注意。

对于一个晒退很好的风成样品,以测定24个等效剂量来计算,我们一般测6个SAR和18个SGC。与单纯测24个SAR相比,运用SAR-SGC法节省的仪器时间至少在60%以上。对于河流相、洪积相尤其是冰川沉积的样品,测定的等效剂量会更多,节省的仪器时间也就会更多。我们实验室在Excel上设计了软件,专门用于SAR-SGC法的等效剂量计算,也很愿意与大家共享。

4.3 内部检测

4.3.1 预热坪(preheat plateau)和剂量恢复(dose recovery)

为了保证样品在实验室测试过程中测试条件的适宜性,在测试样品 D_e 值前,应该对实验室SAR方法中的测试条件进行检验。预热坪实验是检验SAR程序预热温度条件适宜性的可靠方法之一。具体操作为:在不同的预热温度下测试同一个样品,对比不同条件下所得的等效剂量值,判断并选择最合适的预热温度。预热是SAR程序中每一个测试循环之前的重要环节,其主要作用是消除实验室人工辐照产生的不稳定OSL信号。通常状况下等效剂量在160~300℃的温度范围内变化不明显(Murray et al, 2000)。而剂量恢复实验是检验SAR

方法是否适于等效剂量测试的有效方法(Murray et al, 2003)。理想的剂量恢复实验(测试结果与所给剂量相近)证明对任意给定剂量的样品,SAR程序内部都能给出一致的结果,从而提高了测试接受自然剂量的物质的可信度(Wintle et al, 2006)。

4.3.2 循环比(recycling ratio)和热转移效应(recuperation)

在SAR程序中,实验剂量用于校正实验过程中的感量变化。为验证感量变化校正的效果,在SAR程序最后一个剂量循环对样品重复给第一个再生剂量(R_1)的辐照(即 R_1' ,见图5)。两次循环校正后的释光信号比($(L_1'/T_1')/(L_1/T_1)$)也叫循环比,如果感量变化校正是成功的,则这个比值应当接近于1。比值在0.9~1.1之外的测片应当排除。

为了检测热转移对等效剂量测试的影响的大小,在SAR程序中加入一个零剂量的循环。热转移效应用校正后的零剂量和自然剂量循环的释光信号比($(L_0/T_0)/(L_N/T_N)$)表示。比值越高,代表热转移的影响越大;比值在5%以内是可接受的范围(Wintle et al, 2006)。

5 结论与讨论

5.1 结论

本文介绍了中国科学院青海盐湖研究所释光测年实验室的测年流程,据理论和经验叙述了野外采样中应注意的问题,以期让想应用该方法的地学同行在野外采集到合适的样品。我们的经验表明,石英中颗粒的前处理过程简便易行,提取的石英纯度很高,且可以避免使用危险的氢氟酸。我们使用的SAR-SGC法是一种有效、省时的等效剂量测定方法,在此特别向同行推荐。对于一个晒退很好的风成样品,以测定24个等效剂量为标准,节省的仪器时间至少在60%以上。对于河流相、洪积相尤其是冰川沉积的样品,测定的等效剂量会更多,节省的仪器时间也就会更多。近几年来在我们实验室使用SAR-SGC法在不同沉积物的测年中都得到了很好的结果。

5.2 讨论

地学研究者很多时候往往只需知道某个层位的年代,所以只在该层位取一个样。但从测年的角度,由于偶然性、采样合理性和实验误差等影响测年的不可控制因素很多,单一样品测年不确定性较大,而样品序列(比如同一个剖面自下而上在不

同层位采样)可以降低测年风险;年代随深度递增的序列,可大大增强研究者对年代可靠性的信心。若采用多种测年手段,则在同一位置采集不同测年样品进行对比很有必要,这对不同测年方法的交叉检验和改进也很有帮助。

地学研究者在发表文章时常规的做法是把年代学作为环境指标的“附庸”。而近几年来释光测年研究领域的工作(见Lai et al, 2013的总结)充分表明,年代学可完全独立于环境指标而独立发表。当然其关键是要提炼出以年代学为主线的科学问题,再加上测年方法的充分讨论。释光测年这几年来在国内得到蓬勃发展,新建了很多实验室,除与项目和经费的快速增长有关外,与年代学重要性的加强以及发表时显示出来的越来越大的独立性等有关。现在的国际主流SCI刊物对年代学的要求越来越高,若条件允许,地学工作者可与年代学研究者合作,进行年代学研究并单独发表测年结果,而讨论地学问题时引用已发表的年代学数据即可。

参考文献(References)

- Aitken M J. 1998. An introduction to optical dating. Oxford: Oxford University Press.
- Bailey R M, Sokes S, Bray H. 2003. Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry(ICP-MS) for dose rate determination: some guidelines for sample preparation and analysis. *Ancient TL*, 21(1): 11-15.
- Cao G C, Long H, Zhang J, et al. 2012. Quartz OSL dating of last glacial sand dunes near Lanzhou on the western Chinese Loess Plateau: A comparison between different granulometric fractions. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 32-36.
- Chen G Q, Yi L, Xu X Y, et al. 2013. Practical testing to the standardized growth curve(SGC) in quartz optically stimulated luminescence dating for marine sediments from the south Bohai Sea, China. *Geochronometria*, 40: 101-112.
- E C Y, Lai Z P, Sun Y J, et al. 2012. A luminescence dating study of loess deposits from the Yili River Basin in western China. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 50-55.
- Fan Q S, Lai Z P, Long H, et al. 2010. OSL chronology for lacustrine sediments recording high stands of Gahai Lake in Qaidam Basin, northeastern Qinghai-Tibetan Plateau. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 223-227.
- He Z, Zhou J, Lai Z P, et al. 2010. Quartz OSL dating of sand dunes of Late Pleistocene in the Mu Us Desert in northern China. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 102-106.
- Hou G L, Lai Z P, Sun Y J, et al. 2012. Luminescence and radiocarbon chronologies for the Xindian Culture site of Lamafeng in the Guanting Basin on the NE edge of the Tibetan Plateau. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 394-398.
- Huntley D J, Prescott J R. 2001. Improved methodology and new thermoluminescence ages for the dune sequence in south-east South Australia. *Quaternary Science Reviews*, 20(5-9): 687-699.
- Jia Y L, Lai Z P, Zhang J R, et al. 2012. Chronology and provenance of aeolian sediments from Poyang Lake area in the middle reaches of the Yangtze River in China. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 44-49.
- Kaiser K, Lai Z P, Schneider B, et al. 2010. Late Pleistocene genesis of the middle Yarlung Zangbo Valley, southern Tibet(China), as deduced by sedimentological and luminescence data. *Quaternary Geochronology*, 5(2): 200-204.
- Lai Z P. 2006. Testing the use of an OSL Standardised Growth Curve(SGC) for De determination on quartz from the Chinese Loess Plateau. *Radiation Measurements*, 41(1): 9-16.
- Lai Z P, Bruckner H, Zoller L, et al. 2007a. Existence of a common growth curve for silt-sized quartz OSL of loess from different continents. *Radiation Measurements*, 42(9): 1432-1440.
- Lai Z P, Wintle A G, Thomas D S G. 2007b. Rates of dust deposition between 50 ka and 20 ka revealed by OSL dating at Yuanbao on the Chinese Loess Plateau. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 248(3-4): 431-439.
- Lai Z P. 2008. Locating and dating the boundaries of MIS 2/1 and 3/2 in Chinese loess using luminescence technique. *Quaternary Sciences*, 28(5): 883-891. [赖忠平. 2008. 基于光释光测年的中国黄土中氧同位素阶段2/1和3/2界限位置及年代的确定. *第四纪研究*, 28(5): 883-891.]
- Lai Z P, Bruckner H. 2008a. Effects of feldspar contamination on equivalent dose and the shape of growth curve for OSL of silt-sized quartz extracted from Chinese loess. *Geochronometria*, 30: 49-53.
- Lai Z P, Bruckner H, Fulling A, et al. 2008b. Effects of thermal treatment on the growth curve shape for OSL of quartz extracted from Chinese loess. *Radiation Measurements*, 43(2-6): 763-766.
- Lai Z P, Zoller L, Fuchs M, et al. 2008c. Alpha efficiency determination for OSL of quartz extracted from Chinese loess. *Radiation Measurements*, 43(2-6): 767-770.
- Lai Z P. 2010. Chronology and the upper dating limit for loess samples from Luochuan section in the Chinese Loess Plateau using quartz OSL SAR protocol. *Journal of Asian Earth Sciences*, 37(2): 176-185.

- Lai Z P, Zhang W G, Chen X, et al. 2010. OSL chronology of loess deposits in East China and its implications for East Asian monsoon history. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 154-158.
- Lai Z P, Mischke S, Madsen D. 2013. Palaeoenvironmental implications of new OSL dates on the formation of the "Shell Bar" in the Qaidam Basin, northeastern Qinghai-Tibetan Plateau. *Journal of Paleolimnology*(inpress). doi: 10.1007/s10933-013-9710-1.
- Liu K, Lai Z P. 2012. Chronology of Holocene sediments from the archaeological Salawusu site in the Mu Us Desert in China and its palaeoenvironmental implications. *Journal of Asian Earth Sciences*, 45: 247-255.
- Liu X J, Lai Z P, Fan Q S, et al. 2010. Timing for high lake levels of Qinghai Lake in the Qinghai-Tibetan Plateau since the Last Interglaciation based on quartz OSL dating. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 218-222.
- Liu X J, Lai Z P, Madsen D, et al. 2011. Lake level variations of Qinghai Lake in northeastern Qinghai-Tibetan Plateau since 3.7 ka based on OSL dating. *Quaternary International*, 236: 57-64.
- Liu X J, Lai Z P, Yu L P, et al. 2012. Luminescence chronology of aeolian deposits from the Qinghai Lake area in the Northeastern Qinghai-Tibetan Plateau and its palaeoenvironmental implications. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 37-43.
- Long H, Lai Z P, Fan Q S, et al. 2010. Applicability of a quartz OSL standardised growth curve for De determination up to 400 Gy for lacustrine sediments from the Qaidam Basin of the Qinghai-Tibetan Plateau. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 212-217.
- Long H, Lai Z P, Fuchs M, et al. 2012a. Timing of Late Quaternary palaeolake evolution in Tengger Desert of northern China and its possible forcing mechanisms. *Global and Planetary Change*, 92-93: 119-129.
- Long H, Lai Z P, Frenzel P, et al. 2012b. Holocene moist period recorded by the chronostratigraphy of a lake sedimentary sequence from Lake Tangra Yumco on the south Tibetan Plateau. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 136-142.
- Madsen D, Lai Z P, Sun Y J, et al. 2013. Late Quaternary Qaidam lake histories and implications for an MIS 3 "Great Lakes" period in northwest China. *Journal of Paleolimnology*(inpress). doi:10.1007/s10933-012-9662-x.
- Murray A S, Wintle A G. 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*, 32(1): 57-73.
- 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.
- Ou X J, Xu L B, Lai Z P, et al. 2010. Potential of quartz OSL dating on moraine deposits from eastern Tibetan Plateau using SAR protocol. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 257-262.
- Ou X J, Lai Z P, Zeng L H, et al. 2012. OSL dating of glacial sediments from the Qinghai-Tibetan Plateau and its bordering mountains: A review and methodological suggestions. *Journal of Earth Environment*, 3(2): 829-842.
- Prescott J, Hutton J. 1994. Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: Large depths and long-term time variations. *Radiation Measurements*, 23(2-3): 497-500.
- Roberts H, Duller G A T. 2004. Standardised growth curves for optical dating of sediment using multiple-grain aliquots. *Radiation Measurements*, 38(2): 241-252.
- Seong Y B, Kang H C, Ree J H, et al. 2011. Geomorphic constraints on active mountain growth by the lateral propagation of fault-related folding: A case study on Yumu Shan, NE Tibet. *Journal of Asian Earth Sciences*, 41(2): 184-194.
- Stevens T, Armitage S J, Lu H Y, et al. 2007. Examining the potential of high sampling resolution OSL dating of Chinese loess. *Quaternary Geochronology*, 2(1-4): 15-22.
- Sun Y J, Lai Z P, Long H, et al. 2010. Quartz OSL dating of archaeological sites in Xiao Qaidam Lake of the NE Qinghai-Tibetan Plateau and its implication for palaeoenvironmental changes. *Quaternary Geochronology*, 5(2-3): 360-364.
- Sun Y J, Lai Z P, Madsen D, et al. 2012. Luminescence dating of a hearth from the archaeological site of Jiangxigou in the Qinghai Lake area of the northeastern Qinghai-Tibetan Plateau. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 107-110.
- Telfer M W, Bateman M D, Carr A S, et al. 2008. Testing the applicability of a standardized growth curve(SGC) for quartz OSL dating: Kalahari dunes, South African coastal dunes and Florida dune cordons. *Quaternary Geochronology*, 3(1-2): 137-142.
- 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.
- Yang L H, Zhou J, Lai Z P, et al. 2010. Lateglacial and Holocene dune evolution in the Horqin dunefield of northeastern China based on luminescence dating. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 296(1-2): 44-51.
- Yang L H, Lai Z P, Long H, et al. 2011. Construction of a quartz OSL standardised growth curve (SGC) for aeolian samples from the Horqin dunefield in Northeastern China. *Geochronometria*, 38(4): 391-396.
- Yang L H, Wang T, Zhou J, et al. 2012. OSL chronology and

- possible forcing mechanisms of dune evolution in the Horqin dunefield in northern China since the Last Glacial Maximum. *Quaternary Research*, 78(2): 185-196.
- Yi L, Lai Z P, Yu H J, et al. 2012. Chronologies of sedimentary changes in the south Bohai Sea, China: Constraints from luminescence and radiocarbon dating. *Boreas*, 42(2): 267-284.
- Yu L P, Lai Z P. 2012. OSL chronology and palaeoclimatic implications of aeolian sediments in the eastern Qaidam Basin of the northeastern Qinghai-Tibetan Plateau. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 337-338: 120-129.
- Zhang B, Ou X J, Lai Z P. 2012. OSL ages revealing the glacier retreat in the Dangzi valley in the eastern Tibetan Plateau during the Last Glacial Maximum. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 244-249.
- Zhang J F, Zhou L P, Yao S C, et al. 2007. Radiocarbon and optical dating of lacustrine sediments: A case study in Lake Gucheng. [张家富, 周力平, 姚书春, 等. 2007. 湖泊沉积物的 ^{14}C 和光释光测年: 以固城湖为例. *第四纪研究*, 27(4): 522-528.]
- Zhang J R, Jia Y L, Lai Z P, et al. 2011. Holocene evolution of Huangqihai Lake in semi-arid northern China based on sedimentology and luminescence dating. *The Holocene*, 21: 1261-1268.
- Zhang J R, Lai Z P, Jia Y L, et al. 2012. Luminescence chronology for late Quaternary lake levels of enclosed Huangqihai Lake in East Asian monsoon marginal area in northern China. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 123-128.
- Zhao J D, Lai Z P, Liu S Y, et al. 2012. OSL and ESR dating of glacial deposits and its implications for glacial landform evolution in the Bogeda Peak area, Tianshan range, China. *Quaternary Geochronology*, 10(3): 237-243.

Basic procedures of optically stimulated luminescence (OSL) dating

LAI Zhongping¹, OU Xianjiao^{2,1}

(1. Luminescence Dating Laboratory, Qinghai Institute of Salt Lakes, CAS, Xining 810008, China;

2. School of Geography and Tourism, Jiaying University, Meizhou 514015, China)

Abstract: Since its development in the 1980s, optically stimulated luminescence(OSL) dating has been improved significantly. Even though the error is larger(normally 5%~10%), it has obvious advantageous over radiocarbon dating: larger dating range from decadal up to ~700 ka, abundant dating materials(quartz or feldspars), dating directly the sediment, etc. The purpose of the paper is to introduce the method to those geoscientists who intend to use OSL dating for chronological control so that the sampling in the field will satisfy OSL chronologists. We describe the procedures of OSL dating in the luminescence dating laboratory of Qinghai Institute of Salt Lakes, CAS, including sampling, pretreatment, equivalent dose (D_e) and dose rate determination. We make some suggestions for OSL sampling from strata or drilling cores. In our laboratory we combine the single aliquot regenerative-dose(SAR) and standardised growth curve(SGC) techniques together for D_e determination, which we call SAR-SGC method with the advantage of reducing machine occupation time for at least 60% compared to that of the SAR method. The abstract of pure quartz of middle grains (38~63 μm) using fluorocilicic acid (H_2SiF_6) could be much easier and simpler compared to that of coarse grains(90~120 μm) and fine grains(4~11 μm), without the use of dangerous hydrofluoric acid(HF). Our systematic investigations on the use of SAR-SGC method for different sediments(aeolian, lacustrine, marine, and glacial, etc.) have shown that the method is valid, even though some factors may result in complexity, e.g. the contamination of heavy minerals and feldspars, the thermal history of quartz grains, etc. Since 2008, we have been applying, with success, the SAR-SGC method to dating loess, desert, lacustrine, ocean, glacial, earthquake, and archaeological site sediments, etc.

Key words: optically stimulated luminescence dating; sampling and laboratory procedures; middle grain quartz; D_e determination using SAR-SGC method