

用改进的单片再生剂量法 测定多矿物细粒黄土的等效剂量

陈淑娥^{1,2}, 黄春长¹, 庞奖励¹

(1. 陕西师范大学 旅游与环境学院, 陕西 西安 710062; 2. 长安大学 地球科学系, 陕西 西安 710054)

摘要:应用单片再生剂量法对陕西关中的全新世黄土进行细颗粒蓝光释光、红外释光和红外之后的蓝光释光的等效剂量 D_e 测定, 在实验中用一固定的实验剂量 (D_t (10% ~ 20%) D_e) 的释光信号来校正灵敏度的变化。在这 3 种释光信号中, 红外之后的蓝光释光信号较为稳定, 其 D_e 值较接近预测值。说明预先红外暴露去除了低能量的陷阱电子, 剩下了稳定的高能量陷阱电子。

关键词:单片再生剂量法; 细黄土颗粒; 释光; 等效剂量; 灵敏度

中图分类号: P594 文献标识码: A 文章编号: 1000-6931(2003)02-0169-05

Equivalent Dose Estimation of Polymineral Fine Grains Using Improved Single-aliquot Regenerative-dose Protocol

CHEN Shu-e^{1,2}, HUANG Chur-chang¹, PANG Jiang-li¹

(1. Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China;

2. Chang'an University, Xi'an 710054, China)

Abstract: A new single-aliquot regenerative-dose protocol is used to estimate the equivalent dose (D_e) in polymineral fine grains extracted from Holocene loess in Guanzhong, Shaanxi, in which three signals, blue-stimulated, post-IR blue stimulated and IR stimulated luminescence, are measured. In this approach, each natural or regenerated dose OSL is corrected for changes in sensitivity using the OSL response to a constant test dose (10% ~ 20% of D_e). Among these three luminescence signals, post-IR blue stimulated luminescence provides reliable estimates of D_e . It is concluded that prior-IR exposure may dispel the trapped electrons with lower energy, and post-IR blue simulated luminescence is mainly generated by the trapped electrons with higher energy.

Key words: single-aliquot regenerative-dose protocol; fine loess grains; luminescence; equivalent dose; sensitivity

1971年, Zimmerman^[1]提出了用细颗粒技术测定陶器年龄, 该项技术被 Wintle 和 Hunt-

ley^[2]于 1979 年首次应用于测定沉积物。随后, 细 x 颗粒技术又被用来测定黄土、崩积物、

收稿日期: 2002-06-03; 修回日期: 2002-09-13

作者简介: 陈淑娥(1964—), 女, 陕西三原人, 在读博士研究生, 自然地理学专业

水成物等的年龄^[3-10],取得了满意的结果。

以往,测定细颗粒的等效剂量 D_e 主要是采用多片再生剂量法、附加剂量法和部分晒退法。1985年, Huntley 等^[11]提出可通过一片样品来获得等效剂量 D_e 值。1991年, Duller^[12]提出了单片技术。这种单片测年技术建立在光释光对一个样品的非破坏性和多次测量的基础上,采用附加剂量法。与多片技术相比,单片技术具有用量少、不需考虑归一化、工作效率高等特点。单片技术提出后,最先应用于长石和石英^[12-15],并对年轻样品的 D_e 值测定取得了较为满意的结果^[16,17]。但单片再生剂量法的发展却受困于测试中出现的灵敏度的变化。1998年, Murray 和 Roberts^[18]首次提出了石英的单片再生剂量法,并用石英的 110 峰来校正光释光(OSL)信号。后来, Murray 和 Mejdahl^[19]又提出用一固定的实验剂量的 OSL 信号来校正自然或再生的 OSL 信号。由于不用 110 峰来校正 OSL 信号,该法可应用于任何磷光体,包括长石和石英。最近, Murray 和 Wintle^[20]又对其进行改进,提出单片再生剂量的再循环比(recycling ratio),即重复一次第 1 次的再生剂量,并比较两次的 OSL 信号值,依此来判断其灵敏度的变化。Banerjee 等^[21]将其应用于多矿物细颗粒样品中,并与多片附加剂量法测得的 D_e 值比较,认为红外之后的蓝光释光测定的 D_e 值更为理想。

本工作应用 Murray 和 Wintle 改进的单片再生剂量法,即用一固定的实验剂量的 OSL 来校正自然或再生剂量的 OSL,并重复一次第 1 次的再生剂量,来测定陕西关中全新世多矿物细颗粒黄土的等效剂量 D_e 值。测量的释光信号有蓝光释光、红外之后的蓝光释光和红外释光。

1 样品制备

样品采自陕西关中地区的全新世黄土。在暗室中红灯下,用刀刮去样品 5 mm 左右的表层,用研钵轻轻研碎,过 200 目筛。用 30% H_2O_2 去除有机质,30% HCl 去除碳酸盐类,用

蒸馏水清洗至中性,烘干待用。

取洗好的样品均 1~2 g,放入 15 cm 高的试管中,加入蒸馏水至试管高度的 10 cm 处。摇匀后静置 15 min,将悬浮液缓慢倒入另一试管中,再将盛有悬浮液的试管静置 2 h,倒掉悬浮液,剩下的即为 4~11 μm 的颗粒。如此反复,选出 30 mg 左右的细粒黄土样品。

取直径为 60 cm 的平底漏斗(其出口处有控制水流的开关),加入适量蒸馏水,在漏斗底部平铺承托细颗粒样品的不锈钢样碟($d=9.7$ mm, $h=0.5$ mm)约 10~15 个。在盛有 4~11 μm 细粒样品的试管中加入适量的蒸馏水,摇匀,沿玻璃棒缓慢倒入漏斗中。当细粒全部沉积到样碟上后,漏斗开始放水,直到把水滴干。牢固粘着在样碟上的细粒样品即为测试用样品。

实验测量使用陕西师范大学旅游与环境学院热释光断代室的 RIS TL/OSL-DA-15 仪器,释光信号通过 9235QB15 光电倍增管检测,滤光片为 U340。

2 实验方法

每个样品取样片 6 个,分成 2 组,一组测蓝光释光,一组测红外释光及红外之后的蓝光释光。

2.1 蓝光释光

蓝光释光测量步骤列于表 1。对自然样品, $D_0=0$ Gy。 D_1 (10%~20%) D_e ,再生剂量 D_i 以递增方式附加,其中, D_1 D_e , D_2 $2D_1$, D_3 $3D_1$, D_4 0 Gy, D_5 D_1 。主要测量长石和石英的释光信号^[21]。

2.2 红外和红外之后的蓝光释光

测试方法与蓝光释光类似,只是在每次测量蓝光释光信号之前,先测红外光释光(IRSL),测量温度为 60 ,激发时间为 100 s。在研究预先的红外暴露对长石的蓝光和绿光释光的影响实验中, Duller 和 Botter-Jensen^[22]观察到当样品暴露于红外光(IR)下 10 s, OSL 信号损失了 24%; 6 000 s 后, OSL 信号只有原来的 13%。他们认为蓝光和绿光激发的 OSL 和

表 1 单片再生剂量法的一般步骤

Table 1 Generalised single-aliquot regeneration sequence

测量步骤	处理方法	OSL
1	附加再生剂量 $D_i (i = 1, 2, \dots, 5)$	
2	预热, 预热温度 200 , 时间 10 s	
3	测量释光信号, 测量温度 125 , 激发时间 40 s	自然和再生剂量释光信号 L_i
4	附加固定的实验剂量 D_i	
5	加热至 160 , 同时测量热释光 (TL)	
6	测量释光信号, 测量温度 125 , 激发时间 40 s	实验剂量释光信号 T_i
7	从 1 开始重复	

IR 激发的 OSL 来自同一陷阱。Banerjee 等^[21] 实验研究了对多矿物细颗粒进行红外暴露对蓝光释光的影响, 认为蓝光释光可能来自长石和石英的混合物^[21]。故 IR 测量的主要是长石的释光信号, 红外之后的蓝光测量的主要是长石和石英的释光信号。

3 实验结果及讨论

3.1 灵敏度变化的校正

单片再生剂量法的基本前提是磷光体的自然和再生释光信号 L_i 的灵敏度变化与实验剂量释光信号 T_i 的灵敏度变化成线性正比。本工作对每一样品进行了蓝光释光、红外释光及红外之后的蓝光释光测试, 在每个实验循环中, 释光感量均发生了明显的变化, 且 L_i 与相应

的 T_i 呈线性正比(图 1), 所以, L_i 可以通过除以 T_i 来校正。校正的自然释光信号 $N = L_0 / T_0$, 校正的再生剂量释光信号 $R_i = L_i / T_i (i = 1, \dots, n)$ 。用 R_5 / R_1 表征校正后释光感量的变化(表 2)。从表 2 可以看出: 除样品 G20205 的 IR 外, 所有样品的 R_5 / R_1 均为 1 左右, 说明这种方法对实验中出现的灵敏度变化起到了很好的校正作用。 R_4 / N 的平均值均小于 4%, 说明回复信号可忽略不计。

3.2 等效剂量 D_e 的计算

用附加再生剂量 D_i 和校正过的再生剂量释光信号 ($R_i = L_i / T_i, i = 1, \dots, n$) 生成释光曲线, 用校正的自然释光信号 ($N = L_0 / T_0$) 以内插法从曲线上获得 D_e 值(图 2)。

当 $N < R_1$ 时, $D_e = N / R_1 \cdot D_1$;

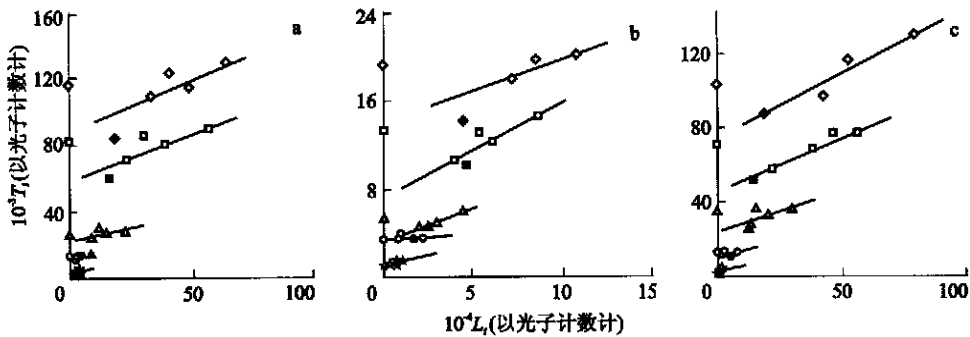


图 1 自然和再生释光信号与实验剂量释光信号的关系

Fig. 1 Dependence of test dose OSL on natural or regenerated OSL signals

a——蓝光释光; b——红外之后的蓝光释光; c——红外光释光

— G20201; — G20202; — G20203; — G20204; — G20205

空心符号为再生释光信号, 实心符号为自然释光信号

当 $R_1 < N < R_2$ 时, $D_e = (N - R_1) / (R_2 - R_1) \cdot (D_2 - D_1) + D_1$;

当 $R_2 < N < R_3$ 或 $N > R_3$ 时, $D_e = (N - R_2) / (R_3 - R_2) \cdot (D_3 - D_2) + D_2$ 。

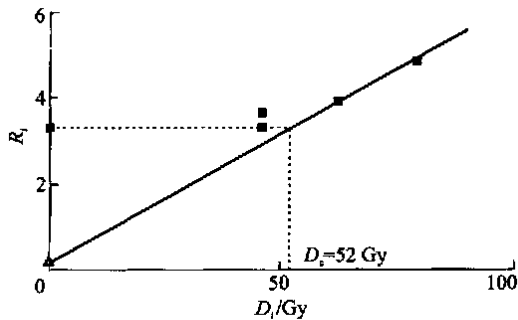


图2 释光生长曲线

Fig. 2 Representative growth curve
样品编号: G20202

表2列出了用单片再生剂量法得出的等效剂量 D_e 值。根据激发光类型不同分成3组。其中,红外之后的蓝光释光组的 D_e 值与预测值较为接近,除 G20204 外,两者偏差为 0.2 ~ 0.69。G20201 和 G20205 的蓝光释光的 D_e 值比预测值高,说明该样品沉积时未完全晒退。除 G20205 外,IR 的 D_e 值普遍比预测值低,这可能是预热造成的。Wallinga 等^[23]认为,连续

表2 不同释光信号的等效剂量 D_e

Table 1 Equivalent dose (D_e) estimates derived from various luminescence signals

样品编号	蓝光释光			红光之后的蓝光释光			红外释光			预测值
	D_e /Gy	$R_4 \cdot N^{-1}$ / %	R_5 / R_1	D_e /Gy	$R_4 \cdot N^{-1}$ / %	R_5 / R_1	D_e /Gy	$R_4 \cdot N^{-1}$ / %	R_5 / R_1	
G20201	22.14 ±0.56	1.5	1.00	21.21 ±0.45	0.6	0.98	14.43 ±0.31	3.0	0.97	20
G20202	47.97 ±3.52	1.9	1.00	57.68 ±0.20	2.0	1.05	40.0 ±0.1	3.2	0.98	59
G20203	27.87 ±0.21	3.3	1.05	45.58 ±0.69	1.7	1.06	33.31 ±0.15	3.0	1.00	45
G20204	37.61 ±1.52	3.9	1.03	58.14 ±1.50	1.5	1.08	41.4 ±0.68	3.0	1.00	57
G20205	13.09 ±0.46	2.2	1.00	12.81 ±0.20	1.9	0.92	13.12 ±0.58	6.3	1.21	12

注:1) D_e 预测值是根据预测的全新世黄土年龄乘以年剂量率得出,年剂量率由中子活化分析测得 U、Th、K 的含量计算求出

的预热可造成释放的陷阱电子增加。所以,用单片方法测定的长石的 D_e 值可能比预测的 D_e 值低。由此可见,黄土细颗粒的蓝光释光、红外释光和红外之后的蓝光释光对晒退有不同的响应。Banerjee 等^[21]的实验结果证实红外之后的蓝光释光热稳定性比 IRSL 和蓝光释光好。说明蓝光之前的红外暴露可能去掉了低能量的陷阱电子,留下了稳定的高能量的陷阱电子。所以,用单片再生剂量法测定细颗粒沉积物 D_e 值时,红外之后的蓝光释光更为可靠和精确。

4 结论

1) 采用单片再生剂量法测定了全新世细颗粒黄土的3种释光信号,即蓝光释光、红外释光和红外之后的蓝光释光,并用固定的实验剂量信号进行释光信号灵敏度变化的校正。校正后的 R_5 / R_1 均为1左右,说明这种方法对实验中出现的释光信号灵敏度变化起到了很好的校正作用。

2) 蓝光之前的红外暴露可能去掉了低能量的陷阱电子,留下了稳定的高能量陷阱电子。所以,红外之后的蓝光释光的 D_e 值与预测值较为接近,其结果更为可靠和精确。

参考文献:

- [1] Zimmerman DW. Thermoluminescence Dating Using Fine Grains From Pottery [J]. *Archaeometry*, 1971, 13:23~52.
- [2] Wintle AG, Huntley DG. Thermoluminescence Dating of a Deep-sea Sediment Core [J]. *Nature*, 1979, 279:710~712.
- [3] 李虎侯. 热释光断代——细粒技术纪要[J]. *考古*, 1981, 6:539~550.
- [4] 李虎侯. 马兰黄土的热释光年龄[J]. *中国科学 D*, 1986, 12:1309~1316.
- [5] Aitken MJ. *Thermoluminescence Dating* [M]. London: Academic Press, 1985. 1~239.
- [6] Aitken MJ. *An Introduction to Optical Dating* [M]. New York: Oxford University Press, 1998. 1~263.
- [7] Porat N, Wintle AG, Amit R. Late Quaternary Earthquake Chronology From Luminescence Dating of Colluvial and Alluvial Deposits of the Arva Valley, Israel [J]. *Quaternary Research*, 1996, 46:107~117.
- [8] Richardson CA, McDonald EV, Busacca AJ. Luminescence Dating of Loess From the North West United State [J]. *Quaternary Science Reviews*, 1997, 16:403~415.
- [9] Lang A, Wagner GA. Infrared Stimulated Luminescence Dating of Holocene Colluvial Sediments Using the 410 nm Emission [J]. *Quaternary Science Reviews*, 1997, 16:393~396.
- [10] Prescott JR, Robertson GB. Sediment Dating by Luminescence: a Review [J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27:893~922.
- [11] Huntley DJ, Godfrey-Smith DI, Thewall MLW. Optical Dating of Sediments [J]. *Nature*, 1985, 313:105~107.
- [12] Duller GAT. Equivalent Dose Determination Using Single Aliquots [J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1991, 8:371~378.
- [13] Duller GAT. Luminescence Dating Using a Single Aliquot: Methods and Applications [J]. *Radiation Measurements*, 1995, 24:217~226.
- [14] Galloway RB. Equivalent Dose Determination Using Only One Sample: Alternative Analysis of Data Obtained From Infrared Stimulation of Feldspars [J]. *Radiation Measurements*, 1996, 26:103~106.
- [15] Murray AS, Roberts RG, Wintle AG. Equivalent Dose Measurement Using a Single Aliquot of Quartz [J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27:171~184.
- [16] Murray AS. Incomplete Stimulation of Luminescence in Young Quartz Sediments and Its Effect on the Regenerated Signal [J]. *Radiation Measurements*, 1996, 26:221~231.
- [17] Mejdahl V, Botter-Jensen L. Luminescence Dating of Archaeological Material Using a New Technique Based on Single Aliquot Measurements [J]. *Quaternary Geochronology*, 1994, 13:551~554.
- [18] Murray AS, Roberts RG. Measurement of the Equivalent Dose in Quartz Using a Regenerative-dose Single-aliquot Protocol [J]. *Radiation Measurements*, 1998, 29:503~515.
- [19] Murray AS, Mejdahl V. Comparison of Regenerative-dose Single-aliquot and Multiple-aliquot (SASA) Protocols Using Heated Quartz From Archaeological Sites [J]. *Quaternary Science Reviews*, 1999, 18:223~229.
- [20] Murray AS, Wintle AG. Luminescence Dating of Quartz Using an Improved Single-aliquot Regenerative Dose Protocol [J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32:57~73.
- [21] Banerjee D, Murray AS, Botter-Jensen L, et al. Equivalent Dose Estimation Using a Single Aliquot of Polymineral Fine Grains [J]. *Radiation Measurements*, 2001, 33:73~94.
- [22] Duller GAT, Botter-Jensen L. Luminescence From Potassium Feldspars Stimulated by Infrared and Green Light [J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 1993, 47:683~688.
- [23] Wallinga J, Murray AS, Duller G. Underestimation of Equivalent Dose in Single-aliquot Optical Dating of Feldspars Caused by Preheating [J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32:691~695.