

光释光测年法——综述及进展

张克旗, 吴中海, 吕同艳, 冯 卉

ZHANG Keqi, WU Zhonghai, LÜ Tongyan, FENG Hui

中国地质科学院地质力学研究所, 北京 100081

Institute of Geomechanics, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100081, China

摘要: 光释光(OSL)测年是对沉积物最后一次曝光(或热)事件年代的测定,其测试对象主要为石英和长石。自20世纪80年代该方法提出以来,在国内外得到了广泛的应用。但国内不少地学工作者对该技术的原理与测年方式了解十分有限,为了使应用者能更好、更全面地了解和使用这一方法,对OSL测年法及其近年来的国内外主要研究进展进行了回顾,重点对OSL测年法的基本原理、样品采集及实验室前处理过程、等效剂量(D_e)值的测定方式、环境剂量率的计算,以及影响测年结果可靠性的重要因素等进行了全面介绍、分析和探讨。同时,对近年来国内外关于 D_e 值测定方法与技术上的进展及已经获得较可信年龄的相关方法等进行了总结分析,并对OSL可能测年的范围和影响结果可靠性的一些潜在因素,以及对获得100ka~1Ma间的年龄新的释光信号研究方法等进行了介绍和探讨。

关键词: 光释光测年;等效剂量测量;石英;长石;采样与实验室流程

中图分类号: P597.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1671-2552(2015)01-0183-21

Zhang K Q, Wu Z H, Lü T Y, Feng H. Review and progress of OSL dating. *Geological Bulletin of China*, 2015, 34(1):183-203

Abstract: Optically Stimulated Luminescence (OSL) method dates the last bleached or thermal event of the sediments. Since its development in the 1980s, OSL dating has been improved significantly. Quartz and feldspar are mainly applied to conduct such dating. This paper aims to provide an overview of the OSL dating method for geoscientists who intend to use OSL dating for chronological control in which the sampling in the field can satisfy OSL chronologists. The general principles of the method are described, and the procedures of OSL dating from the field sampling to the age interpretation in the luminescence dating laboratory are recounted, which include sampling, pretreatment, equivalent dose (D_e) and dose rate determination. Recent methodical and technological progress and the development of new laboratory measurement procedures for obtaining the D_e have resulted in more widespread and more confident use of OSL for dating, and new luminescence signals are being investigated in order to extend the age range back by an order of magnitude from 100ka to 1Ma.

Key words: optical dating; D_e determination; quartz; feldspar; sampling and laboratory procedures

光释光 (Optically stimulated luminescence, OSL)测年法于1985年被提出^[1],1990年由卢演铸^[2]引入中国。国内第一家OSL测年实验室于1992年在国家地震局(现中国地震局)地质研究所建立,此后OSL测年实验室开始逐渐在国内的各研究所、大学等建立。进入21世纪后,国内的光释光测年实验室建设进入快车道,原有的一些实验室进

行改造并更新设备,更多的新实验室建成并投入运行。

经过近30年的发展,尤其是进入21世纪后,OSL测年法在测试技术和方法上有了长足的发展,使得其测试的准确性和精度不断提高,成为一种广泛用于第四纪地质与环境、考古、活动构造、古地震等研究中的重要手段。

收稿日期:2013-11-07;修订日期:2014-02-21

资助项目:中国地质调查局项目(编号:1212011120163、12120114002101)、中国地质科学院地质力学研究所基本科研业务费项目(编号:DZLXJK201410)和国家自然科学基金项目(批准号:41171009)

作者简介:张克旗(1973-),男,博士,助理研究员,从事第四纪地质及释光年代学研究。E-mail:zhkeqi@163.com

与此同时,关于OSL测年实验方法学的研究,也在国内外众多实验室研究者的努力下,不断得到拓展,这些巨大的进步使得越来越多的研究者对该测年法产生兴趣,对OSL年代数据的需求也越来越大。

虽然OSL测年法应用已非常广泛,但不少地学工作者对该技术的原理和测年方式的了解十分有限,对于采样、测试范围、方法等知之甚少,极大地限制了该方法的应用。鉴于笔者从事OSL测年工作多年,本文主要目的在于向有兴趣的非OSL测年实验人员介绍该方法的基本原理、采样、实验室处理及测试技术和方法进行,包括近年来一些进展的简述,抛砖引玉,希望对需要进一步了解OSL测年法的地学同行有所裨益。

1 OSL测年基本原理

沉积物中的矿物颗粒(对OSL测年有意义的主要是石英或长石)被掩埋之后不再见光,同时不断接受来自周围环境中的U、Th、K等放射性物质的衰变所产生的 α 、 β 、 γ 宇宙射线等的辐射,导致晶体的电子发生电离而脱离晶体形成自由电子,之后被晶格中参杂的杂质原子或者其他因素所导致的晶格缺陷所形成的“电子”陷阱所俘,变成“俘获电子”而储存,长期的埋藏辐射过程使得矿物晶格中的“俘获电子”越来越多,即矿物颗粒随时间的增长不断累积辐射能。这些矿物颗粒在天然环境受热或者光照及实验室用加热或光束照射时,可以使累积的辐射能以光的形式激发出来,即释光信号^[3-4]。通过加热而激发出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(OSL)。

自然环境中的曝光、热事件等使积累辐射能的矿物颗粒的释光信号被清空或降低到可忽略的水平,释光信号归零(释光“时钟”归零),之后在埋藏过程中不断积累释光信号。这些释光信号的强度与样品所接收到的辐射剂量成函数关系,可以用于检验样品所接收到的辐射剂量,此时所测的释光信号为样品最后一次曝光后至今所累积的。图1是一个简单的释光计时原理示意图^[5]。

实验室中的OSL测年就是将天然辐射所产生的OSL信号强度测量出,并与人工辐射所产生的OSL信号强度进行比较,然后计算出与天然OSL信

号强度对应的已知人工辐射剂量。因此,OSL测量设备本质上是一个光子计数器,光子计数即OSL信号强度。而OSL信号强度随光激发时间而变化的曲线则被称为衰减曲线,图2是笔者所测的一个来自新疆昆仑山北坡黄土细颗粒长石中的红外释光(IRSL)信号衰减曲线及相应的细颗粒石英OSL信号衰减曲线^[6]。由图2可知,石英的OSL信号衰减速率比长石的IRSL信号快得多,并且同一个样品近似剂量下,长石的IRSL信号要比石英的OSL信号强数倍。

OSL测年法的年龄计算公式:

$$A = D_e / D \quad (1)$$

式中, A 为年龄,单位ka; D_e 为等效剂量,又被称为古剂量,单位Gy; D 为环境剂量率,单位Gy/ka。

其中,等效剂量(D_e)是指石英、长石等碎屑矿物受到最后一次光照晒退后沉积埋藏至今所吸收的环境电离辐射剂量。在实验室中, D_e 就是矿物产生与天然释光信号相同强度所需的实验辐照剂量,可通过建立OSL信号强度与辐照剂量的关系函数,即OSL信号随辐照剂量的生长曲线来测定。对于环境剂量率 D ,大部分实验室通过测量沉积样品中的U、Th、K等元素含量或 α 、 β 、 γ 射线的计数,在考虑各影响因素并进行综合校正后得到^[3-4,7]。

需要指出的是,OSL测年法是在TL测年的基础上发展起来的,与TL测年有相似的测年原理,二

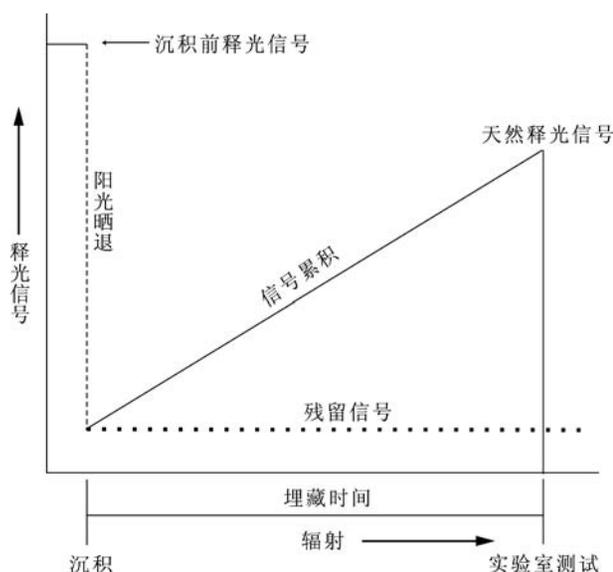


图1 光释光的计时原理^[5]

Fig. 1 Principle of OSL dating

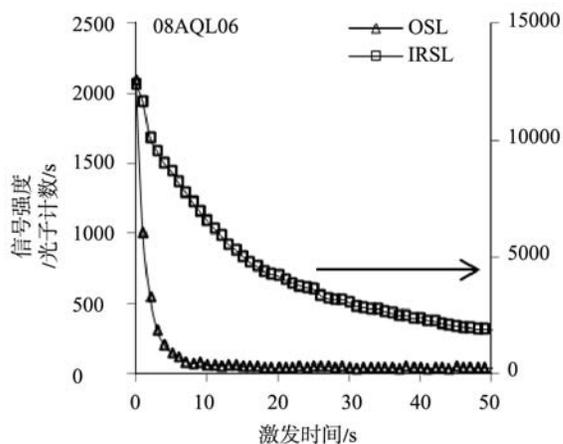


图2 石英的OSL衰减曲线和长石的IRSL衰减曲线

Fig. 2 OSL delay curve of quartz and IRSL delay curve of feldspar

者统称为释光测年(Luminescence dating),OSL测年也常在英文中写为Optical dating。

沉积物OSL测年在以下几个方面优于TL测年:①沉积物中TL信号晒退速度远远低于OSL信号的晒退速率^[8],对于一些快速沉积物如洪积、崩积物、泥石流、冰川沉积等,高残留TL信号将会给结果带来巨大的误差;②TL测试需要将样品加热到高温(通常400~500℃),样品测过后就不能再用来测试,而OSL测年对样品是非破坏性的,可以反复对样品进行测试;③OSL测年可以有多种测试方法和技术选择,如多片和单片技术、可视光与红外光、预热及测量温度、激发时间、感量校正方式、数据统计方法等,TL测年无法做到这些^[9]。由于TL测年法的以上不足,已经淡出沉积物年代学研究,而主要用于陶、瓷器等经高温烘烤过的物品的年代鉴别、释光信号特征研究等方面。

2 OSL测年的测试矿物

OSL测年中的主要测试物质是长石和石英类矿物,这两类矿物和二者天然释光信号的一些基本特征如下。

2.1 石英

石英是自然界中最常见的一种矿物,普遍存在于各类沉积物中。石英坚硬、耐磨、化学性能稳定,其主要矿物成分为SiO₂,比重为2.65。石英晶体属三方晶系的氧化物矿物,大多数石英为α-石英(低

温石英),在石英族矿物中分布最广。

自然界中存在的石英不纯净,杂质的存在是产生和影响释光信号特征的重要因素。这涉及到其他多种学科的研究,与测年的关系不大,本文不做详述。

在以往对石英的TL研究中,石英在300℃以上存在2个TL峰,分别位于325℃和375℃^[3,10]。动力学研究表明,325℃峰至少在10⁶年的测年尺度范围内是稳定的^[3-4]。另外一个与测年有关的重要的石英TL峰是由实验室辐照所诱发的,位于110℃,该峰的寿命仅为数小时^[3],因此在自然界中很难保存下来,并且饱和剂量非常小(几Gy)。但是该峰却是考古中“前剂量测年法”的基础^[2,7,11-12],该峰的另外一个用途是在一些方法学研究中,对样品因为测试过程中的预热、辐照、光晒退等导致的感量变化(sensitivity change)进行监测。图3是经过实验室人工辐照后的石英样品TL发光曲线示意图,可明显见到110℃峰,但是325℃和375℃的峰实际上成为了一个大的峰,从这张图中不能明显区分。

石英的325℃TL峰很容易被光晒退,表明石英的OSL信号与其325℃TL峰可能有共同的电荷陷阱及动力学参数。石英的OSL信号对于激发光源的依赖性很高,激发光源的光子能量越高,产生的OSL信号强度越大,当激发光源的波长大于650nm时,在较低温度下石英所产生的OSL信号几乎可以忽略^[4]。当然,测试时应当选择合适的滤光片放置于光源与光子接收装置之间,以保证激发光不能通过而OSL信号能够通过。

2.2 长石

长石是长石族矿物的总称,包括正长石、透长石、微斜长石、歪长石、各种斜长石、钡长石等,它是一类常见的含Ca、Na和K的铝硅酸盐类造岩矿物,在地壳中比例高达60%。基本结构单位是四面体,单斜或者三斜晶系。大多数长石包含在钾长石(Or)、钠长石(Ab)、钙长石(An)的三成分系中。

长石的种类繁多,很难获得单一而纯净的长石。在释光测年中,天然形成的长石按照化学成分分为斜长石(钙钠长石)和碱性长石(钾钠长石)2种,这两类长石密度不同,因而可以用比重2.58g/cm³的重液浮选的方式进行分离,富钾长石较轻,可以漂浮在重液上,而斜长石较重,易沉淀^[14]。因此,富钾长石是长石类矿物OSL研究中的主要研究对象^[13-24]。

需指出的是,钾长石内的放射性核素 ^{40}K 也同样会对矿物颗粒辐射并诱发释光信号,采用钾长石颗粒进行OSL测年需要计算来自颗粒内部辐射所累积的剂量(内剂量)^[3-4,7]。

长石的释光测年发展相对石英较晚。Wintle^[25]在1973年基于火山灰开展了广泛的长石测年工作,发现长石的释光信号存在异常的衰退问题,即长石在接受辐射能(天然或者人工)后,储存期间在未受到外界光或者热的影响下,其释光信号强度发生明显的衰减,这对于测年非常不利,阻碍了长石的测年应用。

在OSL测年提出时,采用514.5nm的绿光激光作为激发光源,对长石类矿物的OSL信号进行初步研究^[1,8]。在可见光下,长石类矿物能够产生OSL信号,可称为GLSL。进一步研究表明,对长石使用红外光激发也可产生光释光信号,称为红外释光(IRSL)信号,且比可见光激发更容易获得^[26]。IRSL与GLSL信号均可用于测年,并没有明显的差异^[27]。但是,实验发现,GLSL与IRSL信号具有不同的热稳定性,表明二者可能来自于不同的陷阱^[28-29]。

由于红外发光二极管(LED)价格便宜、体积小、寿命长,并且可以将多个红外LED组合起来获得更强的红外光,因此当前的OSL测试仪器均采用红外LED组作为激发光源。

对长石类矿物TL信号的光晒退实验表明,长石的TL信号光晒退非常缓慢^[8,30-32],而OSL信号晒退速率要快得多。图4是石英和长石矿物的OSL及TL信号晒退速率图^[8]。图4中石英的OSL信号在经

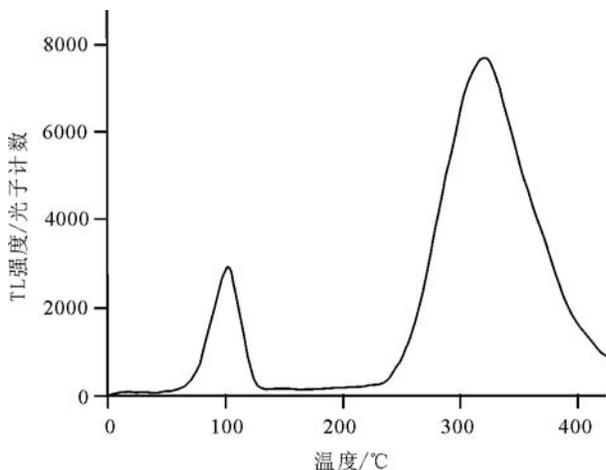


图3 石英的TL发光曲线

Fig. 3 TL glow curve of quartz

过20s的阳光晒退后降低到最初值的1%左右。在同样条件下,长石的OSL信号晒退相对较慢,需要6min才可能达到这个水平。对于一些快速堆积的沉积物类型如崩积物、泥石流、洪积、冰水沉积等的测年尤为不利,因为这些类型沉积物矿物颗粒中的一部分虽然可能曝光,但是曝光的时间并不一定能完全将长石的光释光信号晒退,但对于石英颗粒却有可能做到这一点。

长石OSL测年优于石英的地方:①长石的OSL信号感量要远高于石英,甚至可达到数量级的差异,这对于年轻样品及信号弱的样品极为有利;②长石释光信号的饱和剂量远远高于石英,意味着长石可以对更老的样品进行测年。然而,长石的两大缺点却导致其在释光测年中很少被使用,一是长石释光信号的异常衰减,会导致长石年龄偏年轻;二是长石释光信号被光晒退的速率要慢于石英,这导致其在对快速堆积物测年时,残留信号会过高,年龄误差会很大。

3 样品要求和采集

3.1 样品要求

释光测年的可靠性极大地取决于对 D_e 值和环剂量率 D 的准确测定。理论上,释光测年的矿物必须满足以下基本条件:①被测矿物在沉积埋藏时

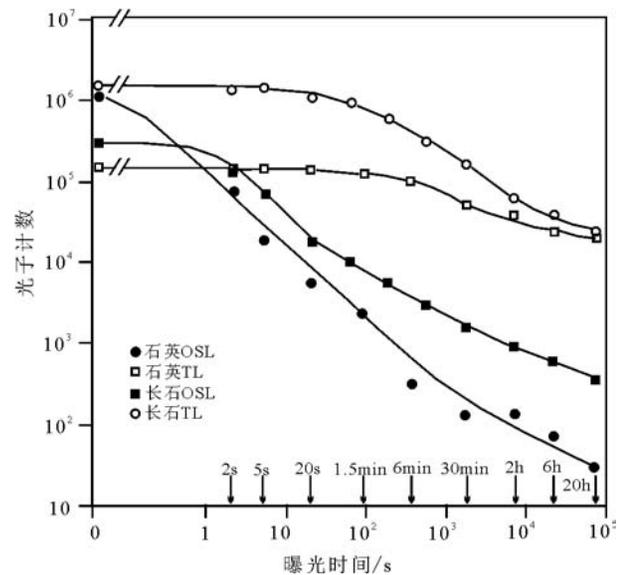


图4 石英与长石的光释光及热释光信号曝光效果^[8]

Fig. 4 The effect of sunlight exposure on the optical and TL signals of quartz and feldspar

矿物的释光时钟已经回“零”;②被测矿物的释光信号具有很好的热稳定性,即在常温下不发生衰减;③被测矿物被埋藏后处于恒定或基本恒定的环境辐射场中,接受的环境剂量率为常数。

虽然自然界中长石和石英几乎在各种沉积物中都可以找到,但不是所有含长石和石英的物质都适合于OSL测年,通常可用于OSL测年的样品如下。

(1)最适宜的样品

风积物,如沙丘砂、黄土等大气粉尘堆积物,以及经过高温烘烤后的砂土等。这些类型的沉积物在沉积前经过充分的曝光或高温将释光信号倒空,释光“时钟”为零。这些沉积物的OSL测年结果可靠性很高,是实验方法学研究中重要的实验对象。

(2)可作测年样品

河、湖相粉—细砂、粘土质粉—细砂(层理清晰、分选良好)沉积物,以及滨海相粉—细砂、粘土质粉—细砂(层理清晰、分选良好)沉积物。这些类型的沉积物经过较长时间的搬运和沉积,释光信号光晒退程度较好,信号残留低。其OSL测年能够提供—个参考年龄,使用时若有相应的地层地貌或独立年龄等进行补充,可靠性较好。

(3)可作试验性测年的样品

较缓慢沉积过程的坡积物,具有清晰沉积层理的粉—细砂或含粉细砂沉积,崩积楔上部坡积物、泥石流堆积体中层理清晰的冲积物,冰水相沉积物中层理清晰的冲积物等。这些类型的沉积物在沉积前堆积速率往往较快,曝光时间短且不均匀,信号残留高且颗粒间分布不均—。这类沉积物在OSL测试时应—非常注意数据的测量及统计计算方式,对其年龄结果应当谨慎使用,并且需要有较多的其他方面的证据来佐证,单独使用容易造成较大误差。

3.2 样品采集

OSL测年样品在取样时应避免样品曝光,对于松散沉积物更是如此。笔者在野外采样时,通常采用16cm长、直径5cm的厚壁不锈钢管,—端用厚超过1.5cm的泡沫板塞满,然后将有泡沫板端垂直砸入采样部位新鲜面(通常挖掉表层0.3m),待样品充分装满管后将管取出,两端用铝箔纸及胶带密封,在管上将样品编号写好即可。如果样品很重要,最

好采集2管或更多。有些样品比较坚硬,也可采集块状样品,然后用铝箔纸及胶带密封。

—应注意的是,在取样时采样人应对取样部位进行照相,包括远、中、近及特写照片,然后提供给测试者。这样有助于实验室更详细地了解样品岩性、上下地层、所处的部位等特征,在测试时能更有针对性,若存在问题,也便于查找可能的原因。

选择OSL测年时取样部位应注意几个要点:①所采样的部位或地层必须能够直接或间接反映/约束想得到地层或事件的时代,这需要在野外加以明确;②快速堆积物中采样尽可能选择颗粒分选较好、岩性较均匀、层理发育的部位采样;③对于纵向上岩相变化较迅速的地方,尽可能选择层比较厚(如大于0.3m)、分选较好、岩性均匀的层采样;④绝大多数类型的沉积物,OSL测年还无法达到分米(0.1m)级别的分辨率,在上、下地层特征变化很大的地层界线附近采样,可不必紧贴界线,离开—段距离(如0.1m)不会有太大问题;⑤对于不适合采样的层位,通常在其上覆和下伏地层中采样,用这2层的年代限定中间层的时代,这种方法应注意上、下地层不能有太大的沉积间断,而且为了保证结果的可靠性,每个采样地层应在界线附近纵向小间距(如0.1~0.2m)取样不少于2个,重要地层还应在横向上至少再取1个样品;⑥在经费较为充裕而又想获得比较可信的地层时代时,建议最好使用较高的采样密度,每一层位横向上应采3个以上的样品,纵向上则根据地层的厚度酌情选择采样间距,这应根据研究目的并和有较丰富野外经验的实验室测试人员商定,如果地层比较厚且确认具有比较缓慢的沉积速率,靠近界线附近应至少有小间距(如0.1~0.2m)的2个样品,以互相验证。

—一些样品来自于岩心。这些样品的采集与在露头剖面上有所不同,送样人在岩心剖开前,在需要定年的层位锯出约10cm的—段岩心,两端用锡箔纸及胶带封好,编号后用不透光的黑塑料袋包好送到实验室。但也有一些研究者希望能保证岩心的完整性,则可以用直径4cm的短不锈钢管(如小于10cm)直接锤入岩心中,然后取出,将钢管两端用锡箔纸及胶带封好并编号,送往实验室。如—管不够可多取几管,同时应对取样部位的岩心进行照相并提供给实验室。

样品采集后,在运输、储存到实验室前处理之

前,都应该确保样品不会被意外曝光(指除实验室安全光源以外的自然光、非自然光、红外光、紫外光等),而且此过程应当避免样品被意外辐射。机场或火车站安检射线非常微弱,不会对样品造成不良影响。还要注意的,样品的包装应能确保水分不会逸失。

4 激发光源及激发方式

4.1 激发光源

OSL 测年法最早以 Ar^+ 激光器产生的波长为 514.5nm 的绿色光作为激发光源^[1]。由于当时的激光设备体积大、价格昂贵,难以推广。随后加装了滤光片的卤素灯被设计用来产生绿光用于石英的测年^[33]。此后,中心波长为 470nm 的蓝光 LED 组被用作激发光源^[34]。

1988 年 Hütt 等^[26]发现,红外光对于长石的测年更加有效,提出了长石的红外释光(Infra-red stimulated luminescence, IRSL)测年技术。但石英在较低的加热温度下被红外光激发时,并不产生明显的 IRSL 信号。

目前,国内外各释光测年实验室的 OSL 测试仪器主要由 2 家生产商提供,分别是丹麦 Risø National Laboratory 生产的 Risø TL/OSL-DA 系列(目前常用的是 Risø TL/OSL-DA-15 和 Risø TL/OSL-DA-20 型,后者为最新型号)和美国 Daybreak Nuclear and Medical Systems 公司生产的 Daybreak 系列自动化测量系统(当前主要型号是 Daybreak 2200 型)。这 2 家生产商的设备所使用的蓝光光源为中心波长 470nm 的 LED 组,红外光源则略有差异,Daybreak 2200 型释光测试仪采用中心波长为 880nm 的红外 LED 组^[35-37],Risø TL-DA 系列释光测试仪采用的是中心波长为 875nm 的红外 LED 组^[38-39]。

随着单颗粒技术的发展,上述 LED 组光源不适用于测试单颗粒,因此 Risø National Laboratory 为 Risø TL-DA 型系列设备增加了适用于测试单颗粒的附加件及相应的激光光源,分别为中心波长 532nm 的绿光激光和 830nm 的红外激光^[38-39]。

4.2 光激发方式

OSL 测年提出时所用的激发光源功率在对样品激发过程中保持不变,所获得的衰减曲线被称为恒定功率光释光曲线(CW-OSL)(图 2),这种激发方式最常见。

1996 年 Bulur^[40]提出了功率线性调谐(linear modulation, 简写 LM)激发方式,即激发过程中激发光源功率随激发时间呈线性增强,石英的 OSL 信号量随激发时间变化,形成具有类似于 TL 峰的释光曲线(LM-OSL),表明 OSL 信号由多个不同的组分所组成^[41-45]。这些峰通常可被分离出快速、中速和慢速组分^[41,46]。每一种组分有不同的感量、热稳定性和剂量响应特征^[46],快速组分占主导地位,热稳定性好,光晒退速度非常快^[47];后两者热稳定性较差或对光不很敏感,不容易获得一个稳定的 D_e 值。因此,常规测年要得到可靠的结果,应使用快速组分进行测年^[48-50]。图 5-a 为来自不同地区的几个石英样品的 LM-OSL 曲线,激发光源为 470nm 蓝光。图 5-b 为样品 SL203 的 LM-OSL 曲线,数据被分解拟合成 5 个组分,S1、S2 和 S3 均为慢速组分^[46]。

5 样品前处理

OSL 样品在测试前需要进行前处理,目的是去除杂质,提取纯净的矿物颗粒(石英、长石、多矿物等)。

5.1 化学处理

国内外各释光测年实验室的前处理方式大同小异,以中国地质科学院地质力学研究所释光测年实验室处理过程为例:在实验室弱红光下去除不锈钢管两端表面可能曝光的样品部分,一般 1~2cm,将样品的未曝光部分放置于烧杯中,加少许蒸馏水,用适量浓度为 30% H_2O_2 处理以去除有机质,再用浓度为 37% 的 HCl 处理以清除碳酸盐类(也有实验室先采用 10% 的稀 HCl 去除碳酸盐类矿物等,再用 30% 的 H_2O_2 处理以去除有机质^[5]),待反应充分后,使用去离子水将样品反复冲洗至中性。

5.2 样品要求

自然界沉积物的类型多种多样,不同的沉积类型或沉积环境下,沉积物中石英及长石类矿物颗粒的粒径也往往相差悬殊,不是所有粒径的颗粒都用于测年。在 OSL 测年中通常采用 2 种粒径组进行测试:细颗粒,通常粒径为 4~11 μm ;粗颗粒,粒径在 90~300 μm 之间^[2],通常采用的粒径在 90~125 μm 及 150~180 μm 之间,各实验室不完全相同。但是对于缺乏大于 90 μm 的颗粒(例如中国黄土、一些湖相沉积等)的样品,还发展出一种中颗粒,粒径介于 38~63 μm 之间,例如 38~63 μm 、46~63 μm 等^[5,51-53]。

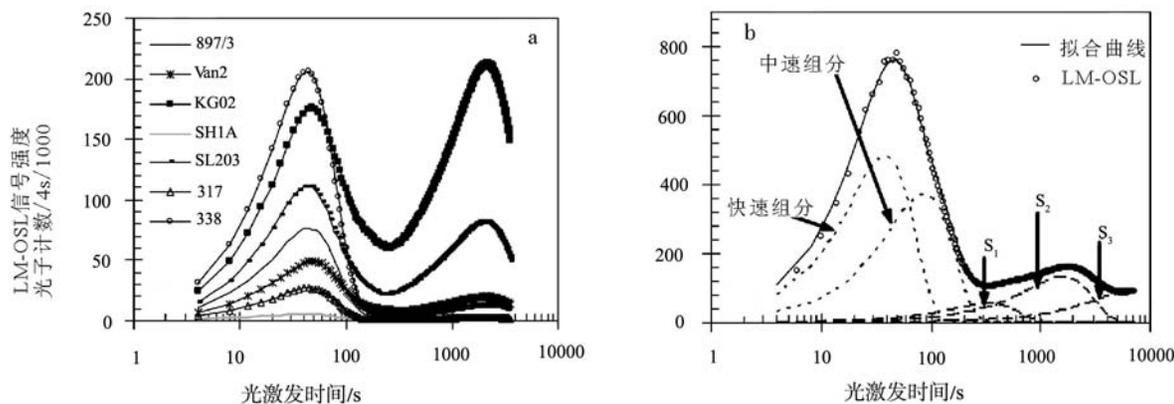


图5 来自不同地区石英样品7个的LM-OSL曲线(a)
与样品SL203的LM-OSL曲线(b)^[46](SL203样品为斯里兰卡沙丘沉积,约3.6ka)
Fig. 5 LM-OSL at 470nm from seven sedimentary quartz samples (a)
and LM-OSL from sample SL203 (b)

上述经过化学处理然后冲洗至中性的悬浊液在稳定并不出现絮凝后,用静水沉降法分离出粒径4~11 μm 的粒组,即利用不同粒径颗粒在静水中沉降速率的差异分别去除小于4 μm 和大于11 μm 的粒组,然后溶液中保留下来的就是4~11 μm 粒组,经沉淀烘干后即可获得,主要为石英、长石及一些粘土矿物的混合物。

上述分离过4~11 μm 粒组剩下的大于11 μm 组分,在低温(低于60 $^{\circ}\text{C}$)下烘干后,根据样品的颗粒粒径特征,用不同直径筛眼的分样筛分成所需要的粒径,可以得到相应的中颗粒或粗颗粒粒组,这些粒组主要为石英、长石及一些其他矿物的混合。

测试所需要的纯矿物样品量,对于常规测年,一个样品能够分离出1~2g的纯石英或长石样品即可,本实验室采用的16cm \times 5cm的不锈钢管内的样品量在绝大多数情况下足够,但一些以砾石为主的沉积物为保证可测粒组含量,采样量需酌情加大,可以考虑平行采2管或更多管样品,如样品很重要,更应如此。

5.3 矿物提取

石英OSL信号热稳定性极好,常规OSL测年均利用石英进行。上述化学处理过程后的样品为石英、长石及其他矿物的混合物,为了获得纯净石英,必须进行提取。

(1) 细颗粒石英的提取

将4~11 μm 粒组移到聚氯乙烯烧杯用 H_2SiF_6

(氟硅酸)溶液浸泡,利用长石类与石英矿物在氟硅酸中化学反应溶解速率的差异(前者更快),将长石类矿物去除,不同区域的样品需要的反应时间不尽相同^[54-55]。终止反应后,将剩余样品洗净烘干,再取少量用红外光(IR)在室温下激发检验^[56-58]。石英矿物在低温下用IR激发并不产生OSL信号,而长石相反。如果IRSL信号非常微弱或者几乎等于仪器本底,表明样品中的石英纯度达到测年要求,反之重复上述的氟硅酸浸泡—清洗—检验石英纯度的过程。

(2) 中颗粒石英的提取

中颗粒石英提取方式见参考文献[5],过程与上面的4~11 μm 细颗粒石英提取过程较相近,均采用氟硅酸溶蚀长石的方式进行。将经过HCl及 H_2O_2 处理后的样品用清水清洗干净,低温(60 $^{\circ}\text{C}$)烘干后,筛取38~63 μm 的粒组,然后浸泡于氟硅酸1~2周去除长石,终止反应后清洗并低温烘干(60 $^{\circ}\text{C}$),再用强力磁铁将样品的磁性矿物去掉,装袋留用。

(3) 粗颗粒石英及长石的提取

将粗颗粒组取适量置于聚氯乙烯的烧杯中,用密度2.66g/cm³多钨酸钠重液将样品中密度大于2.66g/cm³的其他矿物分离去除。余下密度小于2.66g/cm³的石英及长石混合物,用密度为2.62g/cm³的多钨酸钠重液将石英矿物分离出来(密度大于2.62g/cm³为石英),经过冲洗和低温烘干,即可获得纯度较高的石英。如果还需要(富)钾长石,则将剩

余的密度小于 $2.62\text{g}/\text{cm}^3$ 的部分用密度为 $2.58\text{g}/\text{cm}^3$ 的重液再次分离,密度大于 $2.58\text{g}/\text{cm}^3$ 的部分为以钾长石为主的长石类矿物。

天然辐射中的 α 粒子在硅酸盐矿物内最大穿透距离 $20\ \mu\text{m}$,因此细颗粒矿物能够被 α 粒子完全穿透,而中、粗颗粒则不能。样品前处理过程中需要去除中、粗颗粒受到 α 粒子影响的表层,通常采用HF(氢氟酸)腐蚀的方法。在计算环境剂量率 D 时,中、粗颗粒可以不考虑 α 粒子辐射累积的剂量(即为零),细颗粒则需要考虑^[3]。

对分离出来的粗颗粒石英,在通风橱内注入40%(v/v)氢氟酸(HF)进行反应,期间用塑料搅拌棒不断搅拌。HF具有强腐蚀性及剧毒性,此操作必须全程戴厚长橡胶手套,面部远离烧杯并戴口罩,通风橱必须保持良好的通风状态。通常经30~60min终止反应后清洗,低温($\leq 60^\circ\text{C}$)烘干后经磁选,再经纯度检验。

使用HF对粗颗粒石英进行处理除了能消除颗粒表面 $10\sim 20\ \mu\text{m}$ 厚受 α 粒子影响的部分,还能将依然可能残留的长石颗粒溶解去除,但是对于石英颗粒内的长石包体则无能为力。

5.4 U、Th和K元素含量测定的样品处理

将前文所述可能曝光的部分取出约50g,测含水量后,对于颗粒较粗及含砾的,可用小型粉碎机彻底粉碎(同时使颗粒充分混合),然后再从中取2~3g放入玛瑙研钵中手工研磨,直至全部通过直径为 $63\ \mu\text{m}$ (250目)的分样筛。测定该粉末中U、Th和K的含量,代表整个样品的含量。根据实验测量方法的不同,这些样品中的U、Th和K含量或在自己实验室测试,或送往外部实验室进行测试,操作均在正常光线下进行。因此,一个释光测年实验室既需要进行前处理和实验测试的红光暗室,也需要至少一间正常光线下的操作间。

6 制备测片

上述过程所获得的细颗粒和中、粗颗粒是不能直接进入仪器中进行测试的,需要将这些颗粒粘附在直径为9.8mm的小钢片上,然后放入仪器中测试,这个粘附有样品矿物颗粒的小钢片被称为测片。

(1)细颗粒测片制备

根据制片数量,准备相应的高约4cm、直径10mm的清洁平底玻璃试管,每个试管内放入一片

9.8mm不锈钢片。以一个测片1mg样品量计算需要的 $4\sim 11\ \mu\text{m}$ 细颗粒组分(石英或混合矿物),用精密天平称量后倒入比色管或三角瓶中,加入无水乙醇或丙酮(每个测片1mL),用定量移液管从比色管或三角瓶内摇匀的悬浊液吸出1mL,注入小玻璃试管,低温($\leq 60^\circ\text{C}$)烘干后取出试管内的小圆钢片,其上有一层很薄的 $4\sim 11\ \mu\text{m}$ 的颗粒,即为细颗粒测片,理论上测片间测样的重量误差可以控制在5%以内。

(2)中、粗颗粒测片制备

将石英颗粒用硅胶粘在干净的9.8mm钢片上,夹起并轻弹钢片,去掉粘不牢固的颗粒,使得钢片上均匀的粘上一薄层石英或长石颗粒,即制成了中、粗颗粒测片。可以用硅胶的面积控制每个测片上的矿物颗粒数在几十到几百之间。如果控制到每个测片上仅有十几个至几十个矿物颗粒,被称为小测片技术,这种技术对颗粒间晒退不均匀的样品测试有较好的效果,该技术的前提是石英颗粒的OSL信号量很强,否则微弱的信号强度将导致数据质量不高。

7 等效剂量(D_e)测试

准确获得样品的 D_e 值是获取高可靠性年龄结果的前提。自OSL测年技术被提出以来, D_e 值测量技术就一直一直是各实验室和研究者们重点研究改进的内容,这些研究的目的主要有两点:①提高 D_e 值测试结果的精度和准确性;②拓展OSL测年的范围,尤其是上限。

在这些研究成果和进展中,单片技术的提出与完善是其中最突出的成果之一。在探索单片技术实用化过程中,使用试验剂量(test dose)校正测片测量过程中产生的OSL信号感量变化,是非常重要的实验技术,由此衍生出来的许多其他 D_e 值测试方式均采用这项技术。下面对近年来 D_e 值测试技术和方法的一些主要进展进行介绍。

7.1 多片技术和单片技术

OSL测年法是在TL测年法的基础上发展起来的。在发展的初期,主要采用与TL测年类似的 D_e 值测量技术和数据分析方法。在对一个样品测年时,获得一个 D_e 值需要几十个至上百个测片,称为多片技术。在此技术上发展起来的 D_e 值测试方法

主要有2种:多片附加法和多片再生法(MAR)。在这2种方法中,天然测片中的一部分被用于测量天然释光信号的强度(N),另外一部分在附加法中直接在人工辐射源下辐照 β 剂量($N+\beta$),在再生法中一部分天然测片先被光晒退后再辐照 β 剂量($N+SL+\beta$);此外,还有综合附加法和再生法数据计算 D_e 值的滑移法也在一些实验室被使用。Aitken^[2-3]和Wintle^[58]对这些方法进行了综述和回顾,对于这些传统的多测片技术获得 D_e 值的方式,国内也有过对比研究可供参阅^[9,59-60]。

多片法在使用粗颗粒测年时,由于测片间矿物颗粒数量不同,质量不均匀,需要对测片进行质量归一化,但是这种归一化经常无法很好地校正测片间释光信号强度的差异。样品的质量差异对 D_e 值存在较大影响。采用细颗粒技术,则可不用进行这种归一化处理,相对而言要好一些。采用多片技术耗费的仪器测量时间太多,多片再生法受到测量过程中产生的感量变化(即单位剂量下产生的释光信号强度发生了变化)的影响^[3,58],用该法确定的 D_e 值受到生长曲线拟合过程中不确定性因素的影响,因此利用多片技术研究测年在技术细节和确定实验参数时还存在一定的困难。但是不可否认的是,多片技术对释光应用于晚第四纪沉积物的测年方法学发展中有着重要的贡献,几乎大多数关于释光测年的理论都是基于多片技术发展和完善的。

单测片技术的一个重要问题是如何校正因测片晒退、辐照和预热导致的样品释光信号感量变化,自OSL测年法被提出后就不断有学者进行尝试。Duller等^[32,61]和Galloway等^[62]初步实现了长石的单测片 D_e 值测试。Murray等^[63-66]建立并完善了粗颗粒石英单片再生法(Single-aliquot Regenerative-dose protocol, SAR)测年技术,即所有的测试程序如晒退、辐照、预热等均在同一个测片上完成并获得该测片的 D_e 值,期间在每次辐照、预热和测量(晒退)后再对该测片辐照一个小的试验剂量(test dose),并用这个试验剂量的OSL信号强度(为与天然或再生OSL信号区别,在中英文文献中称为试验剂量的OSL信号响应)来校正其中的OSL信号感量变化,很好地解决了这个问题。

单片技术相对于多片技术具有以下优点:①精度高,样片之间不需要归一化处理,不存在制备样片的质量控制问题,这对粗颗粒石英来说尤其重

要;②用时少,使研究测量参数对等效剂量值的影响成为可能;③可以研究单一样品的等效剂量值分布,从而推测样品的晒退特征等;④准确性高,单片再生法中等效剂量确定与拟合方式无关,消除了拟合方式不同带来的不确定性;⑤所有过程都在一个测片上进行,可在同一个自动化系统中完成,减少了人为干扰,提高了效率;⑥降低了样品需求量,对一些珍贵的样品而言非常重要。

7.2 单片再生法(SAR)测量 D_e 值

标准的SAR法测试流程参见表1。其中,步骤4~6为感量校正设立,这是单测片技术中非常重要的一个组成部分。由于其有效性和广适性,该步骤也被广泛用于其他的OSL测年方法学研究中。

根据表1中步骤1不同的剂量产生不同的OSL信号强度,经过test dose对其感量变化进行校正,使用各辐照剂量校正后OSL信号强度建立起一条剂量生长曲线,然后将校正后的天然OSL信号强度投影到该生长曲线上,经过反推计算出相应的等效剂量,图6是来自海原断裂带上一个经过烘烤的次生黄土样细颗粒石英SAR法各再生剂量的OSL信号衰减曲线和再生剂量生长曲线^[67]。SAR法极大地提高了释光测年准确度和精度,目前广泛应用于常规年龄测试中,可用于各种沉积环境和各种粒径的石英OSL测年,在当前几乎成为标准的常规OSL测年方法。Wintle等^[68]在2006年系统地回顾了这一方法。

SAR法是目前解决年轻样品(小于10ka)矿物颗粒沉积前晒退不充分问题的最好方法之一,因为与活动构造、古地震等有关的沉积物大多存在晒退不充分的问题,并且越年轻的样品受此问题影响越严重。如果这些沉积物颗粒中,有部分经过了较充分的曝光,并且这些曝光较为充分的颗粒集中在一个测片上,那么理论上这个测片的SAR法年龄非常接近或即是该地质事件的发生年代。如果这些沉积颗粒的释光信号非常“明亮”,那么进一步减少每个测片上的颗粒数,制成小测片甚至单颗粒进行测年,即小测片及单颗粒技术,更有可能获得一个高可靠性的年龄。但在实际应用中,要获得一个样品的SAR法年龄,至少要测量十几个以上甚至几十个测片以建立 D_e 值的分布。图7是2种不同类型的沉积物—河流沉积和风成沉积,采用SAR法对这2个样品各100个测片进行 D_e 值测量后,得出所有测片

表1 SAR法测量流程^[65,67]

Table 1 Protocol of SAR method

步骤	操作	说明
1	辐照剂量 D_i ($i=0,1,2,3\dots$)	i 为循环数,当 $i=0$ 时为天然剂量(不辐照)
2	预热 (PH1) 160~300°C,时间 10s	去除热不稳定信号
3	蓝光激发,激发温度为 125°C	获得光释光信号 L_x
4	辐照试验剂量 (test dose)	用以校正释光感量变化
5	预热 (PH2) 160°C,时间 0s	去除热不稳定信号
6	蓝光激发 s ,激发温度为 125°C	获得实验剂量的光释光响应 T_x
	重复 1~6 步	开始下一个测量循环

D_e 值的分布直方图^[49]。由图7-a可见,对于晒退不是非常理想的河流沉积,各测片的 D_e 值分布比较散,计算最终 D_e 值时,需要合理选择统计方式,剔除不合理的数据以获得较可靠的结果(如何剔除不合理数据需要实验测试人员根据数据统计结果及经验综合判断取舍)。图7-b中晒退非常好的风成沉积各测片 D_e 值分布非常集中,其算术平均值即可代表最终 D_e 值。快速堆积物中的矿物颗粒晒退程度更糟糕,采用SAR法进行测量时,各测片的 D_e 值分布与图7-a类似甚至更差,因此数据计算时所选用的统计方式就显得非常重要。此外,大量测片的 D_e 值测试会非常消耗仪器测量机时,繁杂的数据计算也耗用实验人员的许多工作时间,这对于机时紧张的实验室不利。

SAR法的不足是在同一测片反复辐照、加热和测量产生信号积累^[66],使 D_e 值出现系统性偏小,对较“老”样品尤为不利。

SAR法适用于石英OSL的快速组分^[68],因为这种组分晒退速度快,热稳定性也非常好,而中、慢速组分则不适宜SAR法。

对于采用SAR法获得的一个测片 D_e 值,可靠的实验室内部检测,目前主要通过以下几个方面来进行判断:①预热“坪”实验;②循环比率;③回授比率;④剂量恢复试验(Dose recovery test),具体描述可见参考文献[65-69]。

事实上,实验室并不能够对每个样品在进行SAR法测试时都采用上述的预热“坪”和剂量恢复试验进行内检,因为会耗费大量的仪器测量时间。通常是针对某地区的一批样品,挑选1~2个样品进行这2个方面的测试,然后确定这批样品的预热温度。一般都选择260°C预热温度,该温度在大多数情况下都是适用的。此外,剂量恢复实验不仅限于SAR法中使用,对其他 D_e 值测试方法和技术的可靠性进行检验时,这种手段也被使用。

7.3 标准生长曲线法测定 D_e 值

标准化OSL信号(standardised luminescence signal)“ I ”的定义^[70]:

$$I = (L_x / T_x) \times T_d \quad (2)$$

其中, L_x 为天然或实验室辐照OSL信号, T_x 为试验剂量的OSL信号, T_d 为试验剂量。不同的 L_x 产生的 I 值可以建立一条SGC(Standardised growth curves, SGC),然后只测试不同样品的天然剂量(L_N)和实验剂量(T_N)的释光信号,将校正后的天

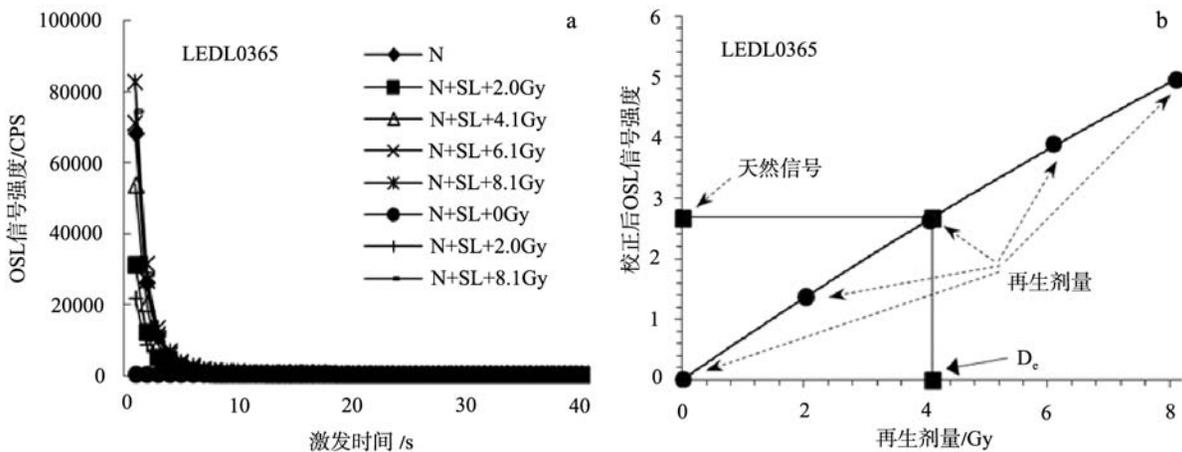


图6 石英的OSL衰减曲线(a)和SAR再生剂量生长曲线(b)^[67]

Fig. 6 OS� signal decay curves (a) and SAR regenerated dose growth curve (b)

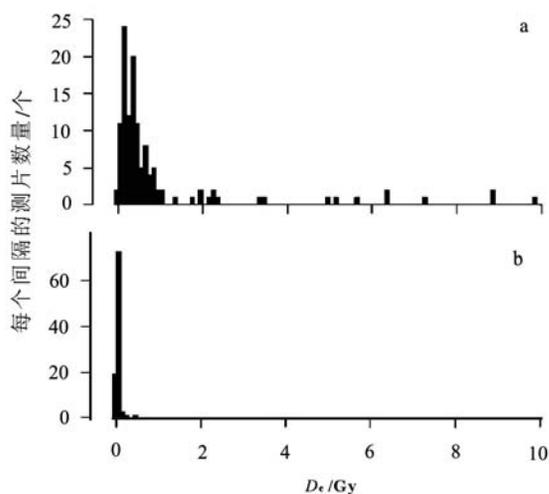


图7 河流沉积(a)与风成沉积(b)SAR法石英 D_e 值测量^[49]

Fig. 7 Measurements of the equivalent dose in aliquots of quartz from (a) fluvial and (b) aeolian samples that SAR protocol applied

然 OSL 信号(L_N/T_N)插入 SGC 中求得 D_e 值。

SGC 法有可能将不同样品或不同测片的生长曲线进行比较,并建立起对不同地区、不同样品均通用的 SGC,无疑加快了测试进程,节省了实验时间。对于测试大量样品的情况,这种方法值得尝试^[70-74]。

也有研究认为,不同的样品未必能建立统一的 SGC,SGC 能够给出一个未知样品的大致 D_e 值范围,却无法给出一个精确误差很小的结果^[75-77]。

虽然采用 SGC 方法单独进行样品 D_e 值测试尚存争议,但是其在确定未知样品 D_e 值范围方面的确有极大的优势。笔者在对未知 D_e 值的样品进行测试时,均先采用此方法大致确定其 D_e 值范围,很好地提高了测试时对样品辐照时长选择的准确性。

7.4 单片再生法与标准生长曲线法结合测定 D_e 值

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)结合常规 SAR 方法进行释光样品测试,并命名为 SAR-SGC 法。该方法成功应用于包括黄土、沙漠、湖泊、海洋、冰积物、地震、考古点等各种类型沉积物,这种方法的重大优势在于极大地节省了仪器测量时间,提高了测试效率^[5]。

该方法先用常规 SAR 法测试 6~12 测片,然后用这些测片的 SAR 数据对每个样品分别建立一条

SGC。每个样品再制 12~24 个测片,在同样的测试参数下,测试 L_N 和 T_N ,将校正后的天然光释光信号(L_N/T_N)插入该样品的 SGC 曲线中就可求得该测片的 D_e 值。绝大多数样品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^[5]。

研究发现,有些因素可能会影响该方法的应用,例如重矿物污染^[73]、石英的热历史^[78]、长石污染^[79]、接受的自然剂量的差异^[71]等,在应用中应引起注意。

7.5 简单多测片再生法测量 D_e 值

SAR 法在反复的测量循环中产生释光信号积累会导致样品 D_e 值系统偏小^[65,80-82]。为解决该问题,王旭龙等^[80]在对中国洛川黄土中提取出的细颗粒(4~11 μm)组分进行释光测年实验研究中,提出了一种新的 D_e 值测量方法,称为感量校正多测片再生法(Sensitivity-corrected multiple aliquot Regenerative-dose (MAR) protocol,简称为 SMAR)或者简单多测片再生法。该法以传统多片再生释光法为基础,引入 SAR 法中的 test dose 对所有测片的 OSL 信号感量变化进行校正,以校正后的再生剂量 OSL 信号强度建立再生剂量生长曲线,从而获得高精度测年结果。该法避免了 SAR 法中反复循环所产生的释光信号积累,对测“老”年龄更具有优越性。使用该法对洛川黄土样品中提取出的细颗粒纯石英样品测年结果表明,至 130ka 都与已知年龄有很好的 consistency^[82]。

笔者认为,该方法较适用于沉积埋藏前各矿物颗粒晒退程度基本相同的情况:①所有颗粒都充分曝光;②所有颗粒都曝光不充分但曝光程度近似。因此,该方法对于风成沉积或者部分晒退良好的水下沉积物测试比较成功,结果在误差范围内可以与 SAR 法一致,而且精度并不比后者差多少,比 SAR 法节省仪器测量时间,数据计算量少,测得的年龄更“老”,但是该法只能用于细颗粒(4~11 μm)物质的测试。

由于细颗粒中存在大量无释光信号的粘土矿物,对测试并无益处;而 α 粒子的穿透力约 20 μm ,导致细颗粒组分的环境剂量率受土壤结构影响较大。在计算环境剂量率时, α 粒子辐射的影响程度是必须要考虑的因素,而中、粗颗粒则不需要,多一个因素,也就多出一些不确定性而影响结果的可靠性。Lai^[83]认为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。

大多数释光测年实验室使用中、粗颗粒进行测年及其他研究,因此使用该方法的实验室事实上相对SAR法要少得多。

应注意的是,该法与SAR一样,适宜测量石英OSL信号中的快速组分。因此,测量范围虽然能够比SAR法更大一些,但并不意味着能远超出SAR法的测年范围。

7.6 单颗粒技术

Murray等^[64]于1997年已论证使用进行单颗粒测量的可行性,但即使对同一个样品中的不同石英颗粒,相同实验室剂量的OSL信号强度也可以相差甚至4个数量级,因为大部分的释光信号是由极少量的颗粒贡献的^[84-85]。

单颗粒测量需要对测量系统进行特殊的设计,以便对大量的颗粒进行释光测量并寻找到“亮”的颗粒^[86-88]。丹麦Risø National Laboratory^[38-39]研制的附带有固态聚焦激光LED的测量系统使单颗粒技术运用在释光测年实验中。颗粒粒径一般在200 μm左右为宜^[89]。

每个颗粒的 D_e 值均使用SAR法测量^[85]。获得若干颗粒的 D_e 值,对其分布进行统计分析,然后计算结果。Duller^[90]对Tasmania东北海岸的海岸砂进行了“大”测片(每个测片上包含约1000个颗粒)、“小”测片(每个测片含颗粒数约200个)和单颗粒的对比试验,47个“大”测片测量得到的加权平均 $D_e = 27 \pm 6$ Gy,表观 D_e 值分布范围也比较宽;对48个“小”测片和183个单颗粒进行了实验分析,小测片组和单颗粒组的加权平均 D_e 值分别为20 Gy和8.5 Gy。显然,对于晒退不充分的样品,单颗粒技术有着巨大的优势。

用单颗粒技术进行测试时,一个样品至少要对几百乃至上千个颗粒进行测试,耗时多,数据计算和分析量也比较大,对仪器和人员的要求比较高。

7.7 热转移光释光法测量 D_e 值

如何准确有效地拓展OSL测年范围至0.1~1 Ma级是一个重要的命题,因为这一时间范围内的地质事件的年代确定具有非常重要的科学意义。

石英颗粒的OSL信号被晒退至很低的水平,但是经过热作用后,又可以检测到OSL信号,这种现象称为回授,而石英颗粒OSL信号被晒退后,经过一段时间的储藏,再测量OSL信号时,发现此时的OSL信号量较上次晒退结束时要高,通常也认为这

是回授作用的结果^[91-92]。事实上,热作用引起的热转移释光信号可分为2类:基本转移和回授^[4]。

Wang等^[93-94]在对洛川黄土的OSL测年技术和方法研究的基础上,提出一种新的细颗粒石英的OSL测年技术——热转移光释光(TT-OSL)测年法,并成功地获得了洛川黄土B/M界线附近样品的TT-OSL年龄。在该方法中,TT-OSL信号中有2种信号,一种是回授光释光(ReOSL)信号,与剂量有关;另一种是基本转移光释光(BT-OSL)信号,与剂量无关。ReOSL信号即使在数千Gy的剂量下也不饱和,被认为具有测量到1 Ma年龄的潜力^[95]。图8-a是一个洛川黄土的细颗粒石英经蓝光晒退200s后,加热260℃,10s,所观察到的热转移光释光信号,嵌图为放大的减去慢速组分后的TT-OSL衰减曲线^[93];图8-b为洛川黄土B/M界线附近的一个黄土样品,细颗粒石英的感量校正后的TT-OSL和BT-OSL信号^[94],可见前者随剂量增大而增加,后者随剂量增大基本没有变化;图8-c为同一个样品校正后ReOSL信号强度及 D_e 值测定^[94]。

此后,研究者们对TT-OSL法的物理机制^[96-97]、测试程序^[98-101]等进行了探讨和改进,并尝试用该方法对黄土^[102-106]、海岸沉积^[107-108]、考古^[109-110]、河流沉积^[102,111]进行测年。2012年Duller^[95]等对该方法进行了细致的回顾。

一些研究者^[92,104]指出,TT-OSL测年法同样存在着因沉积前信号晒退不充分而导致结果可靠性差的不足,用于晒退充分的风成沉积(如黄土与沙丘),或者能够证明曝光充分的样品,并且对于这一方法的应用,最好是有独立年龄或间接年龄的控制。采用SOL2型太阳模拟灯对中国黄土和南非的海岸砂7天的晒退后ReOSL信号降到初始值的10%~18%^[99];模拟太阳灯下对美国密西西比河谷的黄土再生ReOSL信号晒退1h后依然有大部分信号(76%~91%)保留,95h的晒退后依然有相当比例(27%~50%)的信号残留^[112]。但是,来自希腊南部的海岸阶地样品在阳光下1.5h的晒退,即可降到一个很低的程度^[108]。

一些研究者^[95,113-114]认为,TT-OSL陷阱的寿命相当短,从几十万年到几百万年,这可能意味着其应用年龄范围有限。

笔者也进行过一些TT-OSL法测试,认为TT-OSL的信号强度是常规OSL信号强度的1%~3%,如

果某区域的样品常规 OSL 信号强度太低, 则无法用该法进行测年。笔者对新疆昆仑山北坡黄土的 TT-OSL 进行测年, 就是因为样品的信号太弱而无法获得结果^[105], 但是对甘孜黄土的测试并不存在信号太弱的问题^[106]。

TT-OSL 法可以测试细、中和粗颗粒石英, 对细颗粒石英可使用单片或多片技术, 而中、粗颗粒石英只适于单片技术, 前提是样品的 TT-OSL 信号强度应足够强。另一个要考虑的因素是沉积前 Re-OSL 信号的晒退情况, 快速堆积物可能无法得到较好的结果。

7.8 多步升温 post-IR IRSL (MET-pIRIR) 法

长石的 IRSL 信号灵敏度高, 饱和剂量远超出石英, 这意味着可以比石英有更大的测年范围, 但是

长石释光信号的异常衰减现象阻碍了其测年应用。

异常衰减是一种对数衰减, 衰减率 (anomalous fading rates, 被称为 g 值 (g-values)) 每 10 个单位时间衰减 0~20% 不等^[115]。Huntley 等^[116] 建议使用衰减率对一些样品 (晚于 40~50ka) 的年龄偏低进行校正。但是对于不同地区、不同来源的样品, 衰减率可能是不同的^[117], 这限制了采用衰减率校正年龄的使用。

近年来, 不少研究者对从长石的 IRSL 信号中提取出不受衰减影响的成分进行测年做了许多的工作^[118-123]。Li 等^[20,124] 在前人的基础上进行了大量研究后发现, 在对长石进行多次 IR 激发的同时增加样品的测量温度, 可以将没有异常衰减的 IRSL 信号分离出来, 提出了针对富钾长石的多步升温 post-

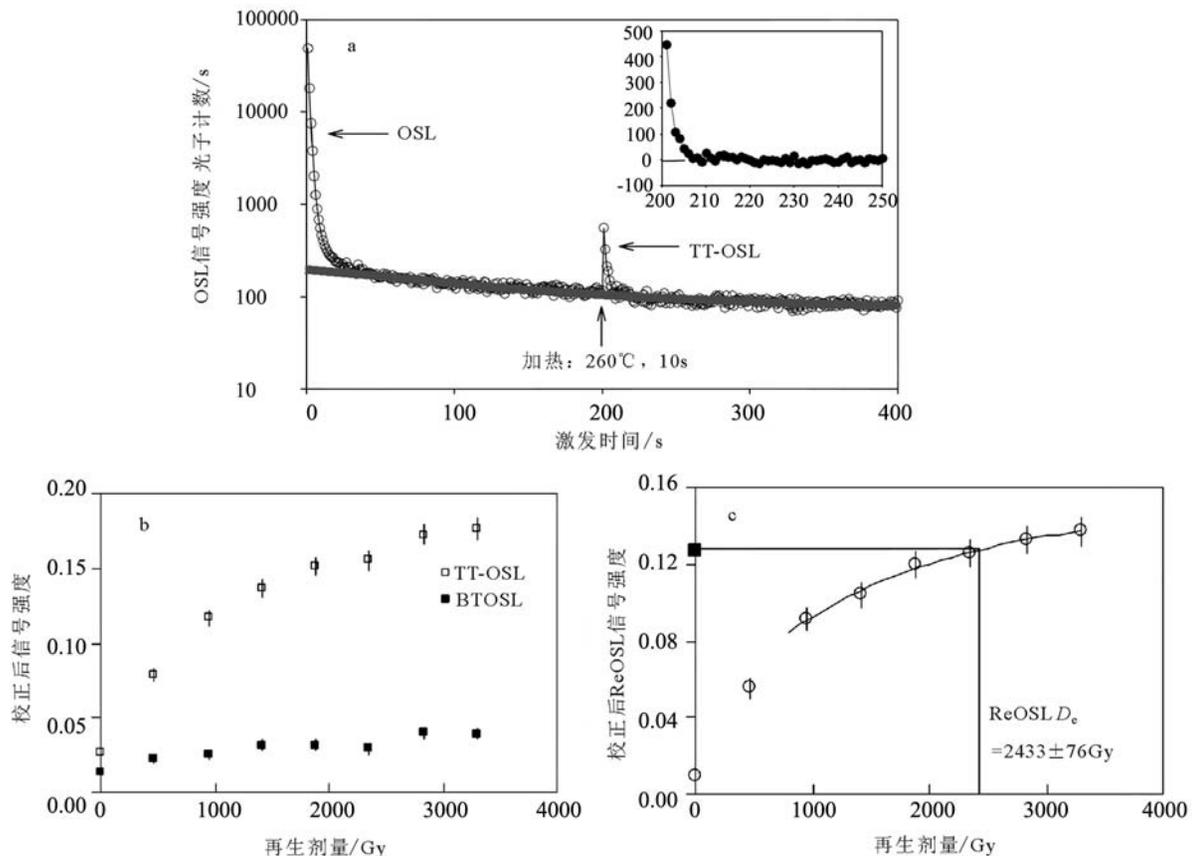


图 8 蓝光晒退 200s 后加热 260°C、10s 所观察到的热转移光释光信号(a)^[93] (嵌图为放大的减去慢速组分后的 TT-OSL 衰减曲线)、感量校正后的热转移光释光信号和基本转移光释光信号(b)^[94]和校正后回授光释光信号强度及 D_e 值测定(c)^[94]

Fig. 8 The natural OSL signal after bleaching using blue LEDs for 200s, the TT-OSL signal observed for another 200°C after heating to 260°C for 10s (a), sensitivity-corrected thermally transferred and basic-transferred OSL (b), and the corrected recuperated OSL intensities and D_e determination (c)

IRIRSL法(multi-elevated-temperature post-IRIRSL, MET-pIRIR)。在该方法中,富钾长石在50~250℃之间的样品测量温度区间内,以50℃为间隔顺次进行IR激发测量,每一个测量温度下产生的IRSL信号可以获得一个 D_e 值和年龄。当激发温度为200℃和250℃时,实验室对长石进行的衰减测试表明异常衰减率可忽略,不需要进行校正。故此,Li等^[20]对于130ka内的中国各种类型沉积物进行了测试,认为在200~250℃区间内所获得的MET-pIRIR年龄与独立年龄或石英OSL年龄一致(图9)。随后,Fu等^[125]使用该法对中国黄土进行了实验测试,而Li等^[23]使用该法进一步对洛川黄土中L1-S3(相当于MIS2~9)之间的14个样品进行了测试,获得2~300ka之间的年龄,与地层年代符合很好(图10)。Thiel等^[126]将这种方法与TT-OSL法共同用于突尼斯Cap Bon半岛的滨海阶地沉积物的测年研究中,发现250ka以下的年龄2种方法非常一致,更老的年龄则TT-OSL法的相对偏低。笔者认为,这是由于TT-OSL信号陷阱寿命偏低导致,因而TT-OSL法不太可能提供更高的年龄范围。

MET-pIRIR法对于沉积前所有颗粒都晒退充分的沉积物应较为有效,而对于快速堆积物的测试,目前还缺乏足够的实验数据来说明可靠性,毕竟这种方法还处于实验室探索过程,未进入大规模应用阶段。

8 OSL测年法测年的范围

8.1 下限

Ballarini等^[127]对荷兰海岸沙丘样品的OSL测年获得了与历史记录相吻合的10~260a的释光年龄。对这种非常年轻的样品,要求所测试的沉积颗粒沉积前OSL信号完全晒退、信号强度非常好、灵敏度高,另外,对测试流程需要专门进行优化以降低热转移信号的影响,同时不影响测试精度^[128]。Banerjee等^[129]对1755年Lisbon地震海啸相关沉积物进行OSL测年获得了较可靠的结果。OSL测年在对过去300a内沉积物的年代学研究要优于¹⁴C测年。因为在这个年龄范围内,¹⁴C测年的不确定性非常大^[130]。一些对几十到几百年范围内测年成功的实例见参考文献[131-135]。

对于百年级别及以下样品的OSL测年,最大的制约来自于年轻样品的OSL信号可能太弱。而当前对

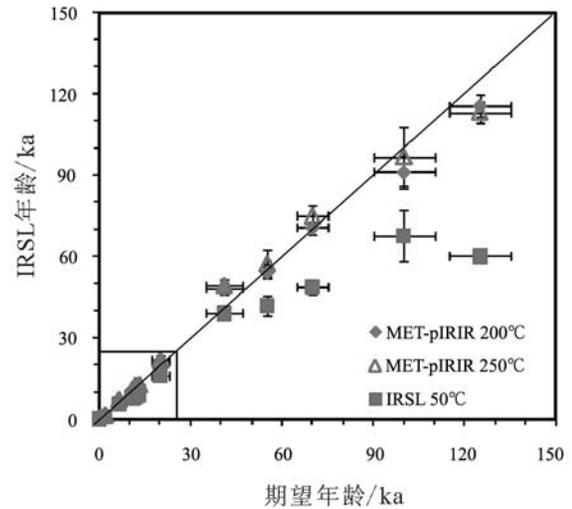


图9 长石在50℃测量的IRSL年龄和使用METpIRIR法得到的200℃和250℃下IRSL年龄与根据石英OSL所获得的期望年龄或期望年龄比较^[20]

Fig. 9 Comparison of the K-feldspar ages obtained using IRSL at 50℃ and the METpIRIR signals measured at 200℃ and 250℃ with expected ages based on quartz OSL or expected ages

富钾长石释光信号的异常衰减问题已经有所解决,高灵敏度的长石IRSL信号可望能够对几十到几百年尺度进行测年,并且获得优于石英测年的可靠性^[20,136]。

8.2 上限

对于大多数地学OSL测年,研究者们非常期望的年代范围主要集中在 $n \times 10^4 \sim n \times 10^5$ 之间,但是常规OSL测年中,影响测年上限的一个重要因素是石英OSL信号饱和,在靠近饱和区间的天然OSL信号在实验室中获得的对应 D_e 值在精度和准确性方面都问题重重。对于目前最常用的SAR法而言,其最适宜于对石英OSL信号中的快速组分进行测试,而快速组分的生长曲线可以用一个单饱和和指数方程进行拟合^[68]:

$$I = I_0(1 - e^{-D/D_0}) \quad (3)$$

式中: D 为获得信号 I 时的剂量,单位Gy, D_0 为生长曲线开始进入饱和时的特征值, I_0 为无限大 D 值时的信号值。已有报道指出, D_0 的典型范围在55~100Gy之间^[70,137],在对 D_e 值超过 D_0 值两倍的样品进行测年时应非常谨慎^[68],因为此后的剂量响应曲线的斜率已经非常小,任何测量误差都将导致 D_e 值的极大误差(图11)^[136]。一些测试研究已经表明,对

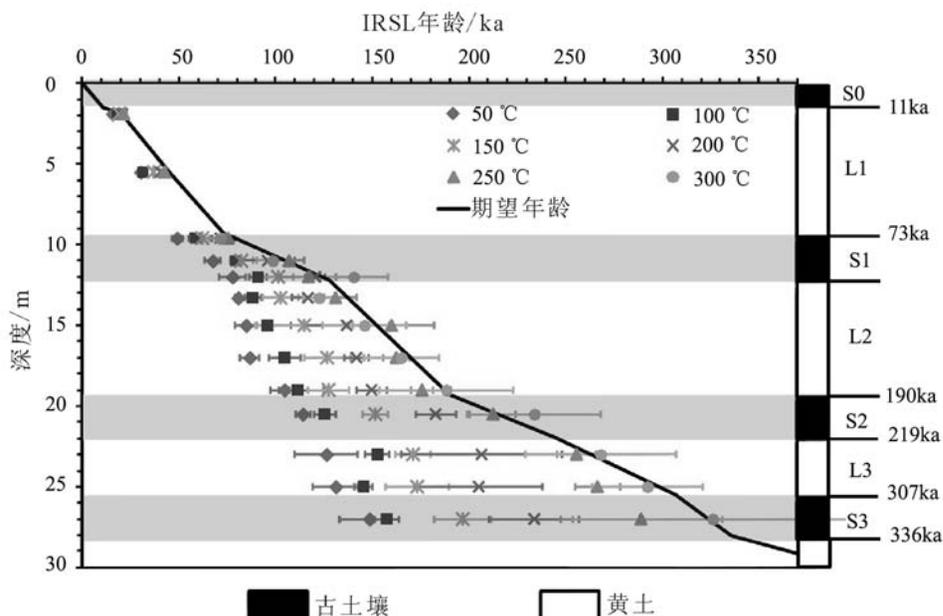
图10 MET-pIRIR 年龄与期望年龄及采样深度对比^[126]

Fig. 10 The MET-pIRIR ages and expected ages plotted against sampling depth

MIS5e (116~132ka) 区间内的样品进行测年, 石英的 OSL 年龄偏低, 约 10%^[136], 但是在样品的环境剂量率很低的情况下 (如小于 1.5Gy/ka), 也可以获得更老的年龄 (大于 20ka)^[136]。考虑到大部分样品的环境剂量率在 2~3Gy/ka 之间 (粗颗粒石英), 笔者认为 SAR 法即使测到 100ka 以上的年龄, 也应有足够的地质或其他方面的佐证, 否则须谨慎。

而对于 SMAR 法, 在对洛川黄土释光测年的研究中, 测定的 OSL 年龄一直到 130ka 左右仍与已知气候地层年龄良好对应^[80,82], 但该方法同样使用石英 OSL 信号中快速组分, 虽然克服了 SAR 法测量循环中信号积累的问题, 在对更老的样品测试时表现得比 SAR 法更好, 但是测得的范围也超出有限。

对于更老的样品的 OSL 测年, 要获得更可信的测试结果, 目前看来只有在测试的信号、方法和技术方面有所发展和改进, 以有效地提高 D_e 值的测量范围。从当前的发展看, 前文介绍的 TT-OSL 法及 MET-pIRIR 法可算是非常好的进展, 但是 TT-OSL 法的一些不利因素也严重制约其测年的可靠性, 而 MET-pIRIR 法才推出, 可靠性如何依然难有更多可信的独立年龄及地质证据的验证, 这也制约了其大规模的应用, 还需有更多的验证工作要做。

9 环境剂量率(D)的测量

自然界中的辐射来自于颗粒周围的放射性核素 ^{40}K 、 ^{238}U 、 ^{232}Th 的 α 、 β 和 γ 衰变及宇宙射线产生的放射性剂量。此外 ^{87}Rb 也有一定的放射性, 但是其天然含量极少, 对 D 值的贡献很小, 通常计算中忽略不计。其中, α 粒子在土壤中的影响范围最大为核素周围约 0.03mm, β 粒子穿透距离约为 3mm, γ 射线在土壤中穿透距离通常不超过 0.3m^[3-4]。

放射性核素 ^{40}K 、 ^{238}U 、 ^{232}Th 的半衰期极长 (分别为 $1.277 \times 10^9\text{a}$ 、 $4.468 \times 10^9\text{a}$ 和 $1.405 \times 10^{10}\text{a}$), 因此相对于释光测年法最大不超过 1Ma 的测年范围, 其辐射强度 (环境剂量率) 几乎可视为恒定不变。

D 值计算公式如下^[3-4,7]:

$$D = aD_a + bD_b + D_g + D_c \quad (4)$$

式中: D_a 、 D_b 、 D_g 、 D_c 分别为环境中 a 、 b 、 g 辐射和宇宙射线提供给样品的剂量率 (Gy/ka)。

a 、 b 分别为 a 和 b 辐射相对于 g 辐射产生释光的效率, 与被测物质的粒径和密度有关, 也与 a 、 b 辐射的平均射程或能量有关。

下面几个因素都会对 D 值产生影响: ①宇宙射线, ②含水量, ③ a 值变化, ④氦逃逸, 所以必须要考虑进行校正, 有关理论探讨见参考文献 [3-4, 7, 138]。

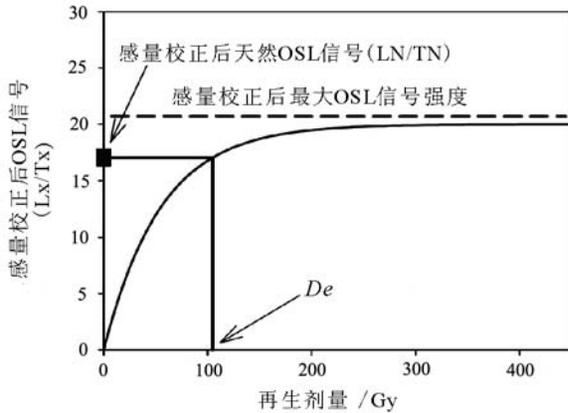


图 11 感量校正后的剂量响应曲线及 L_N/T_N 计算出的 D_e 值^[136]

Fig. 11 Sensitivity-corrected dose-response curves with L_N/T_N used to calculate D_e .

笔者撰文对环境剂量率(D)的计算、各影响因素的影响程度等进行了定量探讨,详见参考文献[139]。根据笔者的定量讨论,认为对 D 值影响最大的是含水量,最大甚至可以有50%以上的影响。其次是宇宙射线剂量率,最大可有15%的影响。 a 值的影响虽然看起来不小,但实际上不同样品的细颗粒石英的 a 值较为接近,一般计算中采用0.04或0.035^[9],差别并不大。氦逃逸虽然有一定影响,但理论计算不超过8%。

上述4个方面是影响 D 值的主要因素,但是这并不意味着没有其他方面的影响。要使 D 值在整个样品埋藏沉积过程中稳定,其周围0.3m范围内的沉积物分选应较好,成分较均匀,典型的如黄土、沙漠砂、均匀且厚度大的河漫滩沉积等,而含砾石、粗砂甚至膏盐等粒度偏粗、分选差的样品,其 D 值不容易较准确地估计,此外在整个沉积期间颗粒周围半径0.3m范围内的U、Th和K元素不应该有迁移、富集等事件发生。

根据笔者多年的经验,中国黄土细颗粒矿物的 D 值通常在3~5Gy/ka之间,粗颗粒石英的 D 值则为2~3Gy/ka,其他沉积类型(如河流、湖泊等)的样品范围会略微宽一些,但超出也并不多,需注意的是,盐湖沉积样品 D 值变化范围可能会非常大,应特别注意。如果一个样品的 D 值与上述数据偏离较大,而计算过程中参数取值较为合理,则要考虑样品中

U、Th和K含量是否有异常,如有异常则需要采样或送样人员能提供样品沉积环境、结构构造特征、构造地貌部位等信息具体分析。

10 影响测年结果可靠性的潜在因素

测年结果的可靠性包括精度和准确性2个方面,影响可靠性的因素较多较复杂,笔者根据多年实验室及野外地质工作的经验,对一些潜在因素初步归纳如下。

(1)OSL信号本身的特征(如信号的感量、快速组分的比例、残留信号的影响程度等)。

(2)样品矿物颗粒的特征(分选程度、长石和石英矿物的含量)。

(3)矿物颗粒沉积前的晒退程度(晒退程度越高,颗粒间晒退程度一致为宜)。

(4)样品所处的沉积部位及沉积速率(因沉积环境和沉积相而异,实地考察确定)。

(5)测试的方法和技术(细/中/粗颗粒、石英/长石、SAR/SMAR/TT-OSL/MET-pIRIR等)。

(6)结果与地层层序的相关性(应符合沉积律,否则须考虑是否完全理解了地质现象)。

(7)是否有独立年龄或者其他相对年龄证据的控制(佐证或验证结果)。

(8)采用OSL信号衰减曲线上的哪些数据计算(采用不同的信号可能会带来差异)。

(9) D_e 值的统计分析计算方法(不同的统计方式的结果有一定差异)。

(10)环境剂量率(D)的可靠性(分选好、层厚大的地层 D 值可靠性较好)。

(11)实验室测试人员的操作熟练程度。

上述因素对实验人员、采样人有较高的要求。但是由于地质过程的复杂性及地质体的多样性、偶然性,上述因素不一定能完全涵盖所有情况。野外实际工作中,采样人往往非OSL测年研究人员,因此野外采样中最好地质专家与OSL实验人员相结合,才能提高样品的质量和测试结果的可靠性。

11 讨论与结论

11.1 讨论

OSL测年中新方法和新技术的不断提出,旨在提高OSL测年结果的可靠性(精度和准确性),拓展其测试范围,尤其是上限。限于篇幅,本文仅介绍

这些进展中的一部分。而正是这些进展,使得 OSL 测年法已经逐渐成为第四纪年代学研究中非常重要的工具,并成为一种可以独立使用、解决许多复杂地质问题的测年手段。

作为一种与野外工作紧密结合的测年手段,OSL 测年也需要很强的实践性,实验室的测试固然重要,野外的详细观察也同样具有重要意义。因为能够为提高样品测试结果的可靠性、分析、查找问题等提供非常有价值的信息。

一些地质同行采样时,只在需要知道年代的某个层位中取一个样,最多在顶、底附近各取一个样。笔者多年实验室测试和野外工作的经验表明,由于地质情况的多样性和偶然性、采样合理性、实验误差等影响,单一样品测年不确定性较大,而对一个层位采用纵向及横向样品序列(比如同一个剖面自下而上在不同层位采样及同层位不同部位采样)的高密度或较高密度可以较好地降低测年风险。当然,随之而来的是测年成本的增加,但相对于一个可靠的年代数据或序列,增加的成本相对于结论的可靠性而言,后者更重要。

另外,若有条件,采用多种测年手段,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充分表明,年代学可完全脱离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。

近 10 年来,释光测年尤其是 OSL 测年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,也与地质研究中年代学益发凸显的重要性有关,而且发表文章时评委对年代数据的可靠性要求越来越高,也显示出测年工作越来越重要。因此,若条件允许,地学工作者应尽量与年代学研究者合作,进行年代学方面的专项研究,而不是简单地采样后委托实验室常规测试得到数据,再去讨论地学问题,这样更有助于提高测年结果的可信度和权威性。

11.2 结 论

常规 OSL 测年能够完成 $n \times 10^1 \sim n \times 10^5$ ka 间沉积物的定年,但是超过 100ka 难以定年,这是因为大多数情况下,石英 OSL 信号的快速组分在靠近 100ka

时便接近饱和所致。新的测年法如 TT-OSL、MET-pIRIR 等能够较好地克服 100ka 障碍,因为这 2 种方法使用的 OSL 信号有更大的饱和剂量,虽然这 2 种方法目前看可能更适用于沉积前充分光晒退的样品,如黄土、风成砂等。

测试仪器方面的进展使得现在能够对单个矿物颗粒进行 OSL 测年,这对于快速堆积物如冰水沉积、崩积物等沉积前晒退不充分的样品的测年更加有益。

SAR 法的提出已经使得其成为一种事实上的标准测试方法,被所有释光测年实验室所采用,也为推动 OSL 测年成为第四纪地质与环境等领域中的一个工具和手段,而国内外的研究者们不断提出的各种令人激动的新方法,也更加强化了 OSL 测年在第四纪科研中的地位,其未来的发展将愈加精彩。

参考文献

- [1]Huntley D J, Godfrey-Smith D I, Thewalt M L W. Optical dating of sediments[J]. *Nature*, 1985, 313: 105-107.
- [2]卢演涛. 沉积物的光释光测年简介[J]. *地质地球化学*, 1990, (1): 36-40.
- [3]Aitken M J. Thermoluminescence Dating [M]. London: Academic Press, 1985.
- [4]Aitken M J. An Introduction to Optical Dating[M]. London: Oxford University Press, 1998.
- [5]赖忠平, 欧先交. 光释光测年基本流程. *地理科学进展*, 2013, 32 (5): 683-693.
- [6]张克旗. 新疆昆仑山北坡黄土细颗粒混合矿物 IRSL、[post-IR] OSL 和细颗粒石英 OSL 测年初步研究[J]. *第四纪研究*, 2012, 32 (3): 527-534.
- [7]王维达, 金嗣焰, 高钧成. 中国热释光与电子自旋共振:测年年代研究[M]. 北京:中国计量出版社, 1997.
- [8]Godfrey-Smith D I, Huntley D J, Chen W H. Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts[J]. *Quaternary Science Reviews*, 1988, 7: 373-380.
- [9]卢演涛, 张景昭, 赵华. 第四纪沉积物热释光测年中古剂量的测定方法[J]. *核技术*, 1991, 14(2):109-133.
- [10]Fleming S J. Thermoluminescence dating: refinement of the quartz inclusion technique[J]. *Archaeometry*, 1970, 12: 133-145.
- [11]Yang X H, Mckeever S W S. The pre-dose effect in crystalline quartz[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1990, 23: 237-244.
- [12]Fleming S J. The pre-dose technique: a new thermoluminescence dating method[J]. *Archaeometry*, 1973, 15: 13-30.
- [13]Bailiff I K, Barnett S M. Characteristics of infrared stimulated luminescence from a feldspar at low temperatures[J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 541-545.
- [14]Duller G A T. A new method for the analysis of infrared stimulated

- luminescence data from potassium feldspars[J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 281–285.
- [15] Tso M Y W, Wong N W L, Li S H. Determination of lifetime of infrared stimulated signals from potassium and sodium feldspars[J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 1996, 66: 387–389.
- [16] Botter-Jensen L, McKeever S W S, Wintle A G. *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*[M]. Elsevier, Amsterdam, 2003.
- [17] Arnold L, Stokes S, Bailey R, et al. Optical dating of potassium feldspar using far-red (>665nm) IRSL emissions: a comparative study using fluvial sediments from the Loire River, France[J]. *Quaternary Science Reviews*, 2003, 22: 1093–1098.
- [18] Li B, Li S H, Wintle A G, et al. Isochron measurements of naturally irradiated K-feldspar grains[J]. *Radiation Measurements*, 2007, 42: 1315–1327.
- [19] Buylaert J P, Murray A S, Thomsen K J, et al. Testing the potential of an elevated temperature IRSL signal from K-feldspar[J]. *Radiation Measurements*, 2009, 44: 560–565.
- [20] Li B, Li S H. Luminescence dating of K-feldspar from sediments: a protocol without anomalous fading correction[J]. *Quaternary Geochronology*, 2011, 6: 468–479.
- [21] Nian X M, Bailey R M, Zhou L P. Investigations of the post-IR IRSL protocol applied to single K-feldspar grains from fluvial sediment samples[J]. *Radiation Measurements*, 2012, 47: 703–709.
- [22] Buylaert J P, Jain M, Murray A S, et al. A robust method for increasing the age range of feldspar IRSL dating[J]. *Boreas*, 2012, 41: 435–451.
- [23] Li B, Li S H. Luminescence dating of Chinese Loess beyond 130ka using the non-fading signal from K-feldspar[J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, 10: 24–31.
- [24] Li B, Li S H. The effect of band-tail states on the thermal stability of the infrared stimulated luminescence from K-feldspar[J]. *Journal of Luminescence*, 2013, 136(N/A): 5–10.
- [25] Wintle A G. Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples[J]. *Nature*, 1973, 245: 143–144.
- [26] Hütt G, Jaek I, Tchonka J. Optical Dating: K-feldspars optical response stimulation spectra[J]. *Quaternary Science Reviews*, 1988, 7: 381–386.
- [27] Questiaux D G. Optical dating of loess: comparison between different grain size fractions for infrared and green excitation wavelengths[J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1991, 18: 133–139.
- [28] Duller G A T, Botter-Jensen L. Luminescence from potassium feldspars stimulated by infrared and green light[J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 1993, 47: 683–688.
- [29] Li S H, Tso M Y. Lifetime determination of OSL signals from potassium feldspar[J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 119–121.
- [30] Robertson G B, Prescott J R, Hutton J T. Bleaching of the thermoluminescence of feldspars by sunlight[J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1991, 18: 101–110.
- [31] Prescott J R, Fox P J, Robertson G B, et al. Three-dimensional spectral studies of the bleaching of the thermoluminescence of feldspars[J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 367–375.
- [32] Duller G A T. Luminescence dating using single aliquot: methods and applications[J]. *Radiation Measurements*, 1995, 24: 217–226.
- [33] Botter-Jensen L, Duller G A T. A new system for measuring optically stimulated luminescence from quartz samples[J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1992, 20: 549–553.
- [34] Botter-Jensen L, Duller G A T, Murray A S, et al. Blue light emitting diodes for optical stimulation of quartz and aluminium oxide in retrospective dosimetry and dating[J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 1999, 84: 335–340.
- [35] Bortolot V J. A new modular high capacity OSL reader system[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 751–757.
- [36] Bortolot V, Bluszcz A. Strategies for exibility in luminescence dating: procedure-oriented measurement and hardware modularity[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 37: 551–555.
- [37] 张克旗, 陈杰, 卢演涛, 等. Daybreak 2200 型自动化光释光测量仪的初步定量评估[J]. *核技术*, 2007, 30(11): 905–910
- [38] Botter-Jensen L, Bulur E, Duller G A T, et al. Advances in luminescence instrument systems[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 523–528.
- [39] Botter-Jensen L, Andersen C E, Duller G A T, et al. Developments in radiation, stimulation and observation facilities in luminescence measurements[J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 535–541.
- [40] Bulur E. An alternative technique for optically stimulated luminescence (OSL) experiment[J]. *Radiation Measurements*, 1996, 26: 701–709.
- [41] Bulur E, Botter-Jensen L, Murray A S. Optically stimulated luminescence from quartz measured using the linear modulation technique[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 407–411.
- [42] Bailey R M, Smith B W, Rhodes E J. Partial bleaching and the decay form characteristics of quartz OSL[J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 123–136.
- [43] Jain M, Murray A S, Botter-Jensen L. Characterisation of blue-light stimulated luminescence components in different quartz samples: implications for dose measurement[J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 441–449.
- [44] Steffen D, Preusser F, Schlunegger F. OSL quartz age underestimation due to unstable signal components[J]. *Quaternary Geochronology*, 2009, 4: 353–362.
- [45] Pawley S M, Toms P, Armitage S J, et al. Quartz luminescence dating of Anglian Stage (MIS 12) fluvial sediments: comparison of SAR age estimates to the terrace chronology of the Middle Thames valley, UK[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5: 569–582.
- [46] Singarayer J S, Bailey R M. Further investigations of the quartz optically stimulated luminescence components using linear modulation[J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 451–458.
- [47] Wintle A G, Murray A S. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 369–391.
- [48] Murray A S, Olley J M. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review[J]. *Geochronometria*, 2002, 21: 1–16.

- [49]Duller G A T. Luminescence dating of Quaternary sediments: recent advances[J]. *Journal of Quaternary Science*, 2004, 19: 183–192.
- [50]Madsen A T, Murray A S. Optically stimulated luminescence dating of young sediments: a review[J]. *Geomorphology*, 2009, 109: 3–16.
- [51]Lai Z P, Wintle A G. Locating the boundary between the Pleistocene and the Holocene in Chinese loess using luminescence[J]. *The Holocene*, 2006, 16: 893–899.
- [52]Stevens T, Armitage S J, Lu H Y, et al. Sedimentation and diagenesis of Chinese loess: Implications for the preservation of continuous, high-resolution climate records[J]. *Geology*, 2006, 34(10): 849–852.
- [53]覃金堂, 周力平. 沙漠边缘厚层黄土上部光释光测年的初步研究[J]. *第四纪研究*, 2007, 27(4): 546–552.
- [54]张克旗. 新疆昆仑山北坡一带风成沉积物 TT-OSL 测年可行性初探[J]. *地质力学学报*, 2012, 18(4): 425–432.
- [55]王旭龙, 卢演涛, 李晓妮. 黄土细颗粒单测片再生法光释光测年的进展[J]. *核技术*, 2005, 28(5): 383–387.
- [56]Smith B W, Rhodes E J, Stokes S, et al. The optical dating of sediments using quartz[J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 1990, 34: 75–78.
- [57]Stokes S. Optical dating of young sediments using quartz[J]. *Quaternary Science Reviews (Quaternary Geochronology)*, 1992, 11: 153–159.
- [58]Wintle A G. Luminescence dating: laboratory procedures and protocols[J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 769–817.
- [59]陈杰, 卢演涛, 魏兰英, 等. 第四纪沉积物光释光测年中等效剂量测定方法的对比研究[J]. *地球化学*, 1999, 28(5): 443–452.
- [60]张克旗. 海原活动断裂带刺儿沟剖面古地震的释光测年研究[D]. 中国地震局地质研究所硕士学位论文, 2003.
- [61]Duller G A T. Equivalent dose determination using single aliquots[J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1991, 18: 371–378.
- [62]Galloway R B. Equivalent dose determination using only one sample: alternative analysis of data obtained from infrared stimulation of feldspars[J]. *Radiation Measurements*, 1996, 26: 103–106.
- [63]Murray A S, Roberts R G. Measurement of the equivalent dose in quartz using a regenerative-dose single-aliquot protocol[J]. *Radiation Measurements*, 1998, 29: 503–515.
- [64]Murray A S, Roberts R G, Wintle A G. Equivalent dose measurement using a single aliquot protocol[J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 171–184.
- [65]Murray A S, Wintle A G. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 57–73.
- [66]Murray A S, Wintle A G. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability[J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 377–381.
- [67]张克旗, 陈杰, 刘进峰, 等. 海原断裂带刺儿沟剖面烘烤次生黄土的光释光测年及其地质意义[J]. *地震地质*, 2007, 29(2): 390–401.
- [68]Wintle A G, Murray A S. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 369–391.
- [69]张克旗. 青藏高原北缘若干断裂(带)古地震事件释光测年及年代学研究[D]. 中国地震局地质研究所博士学位论文, 2007.
- [70]Roberts H M, Duller G A T. Standardised growth curves for optical dating of sediment using multiple-grain aliquots[J]. *Radiation Measurements*, 2004, 38: 241–252.
- [71]Lai Z P. Testing the use of an OSL standardised growth curve (SGC) for De determination on quartz from the Chinese Loess Plateau[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 9–16.
- [72]Burbidge C I, Duller G A T, Roberts H M. De determination for young samples using the standardised OSL response of coarse-grain quartz[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 278–288.
- [73]Lai Z P, Brückner H, Zöller L, et al. Existence of a common growth curve for silt-sized quartz OSL of loess from different continents[J]. *Radiation Measurements*, 2007, 42: 1432–1440.
- [74]赖忠平. 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[J]. *第四纪研究*, 2008, 25: 883–891.
- [75]Telfer M W, Bateman M D, Carr A S, et al. Testing the applicability of a standardized growth curve (SGC) for quartz OSL dating: Kalahari dunes, South African coastal dunes and Florida dune cordons[J]. *Quaternary Geochronology*, 2008, 3(1/2): 137–142.
- [76]Stevens T, Armitage S J, Lu H Y, et al. Examining the potential of high sampling resolution OSL dating of Chinese loess[J]. *Quaternary Geochronology*, 2007, 2(1/4): 15–22.
- [77]杨传成, 陈杰, 张克旗, 等. 水成相沉积物细颗粒石英光释光综合生长曲线的建立与应用[J]. *地震地质*, 2007, 29(2): 402–411.
- [78]Lai Z P, Bruckner H, Fulling A, et al. Effects of thermal treatment on the growth curve shape for OSL of quartz extracted from Chinese loess[J]. *Radiation Measurements*, 2008, 43(2/6): 763–766.
- [79]Lai Z P, Bruckner H. Effects of feldspar contamination on equivalent dose and the shape of growth curve for OSL of silt-sized quartz extracted from Chinese loess[J]. *Geochronometria*, 2008, 30: 49–53.
- [80]王旭龙, 卢演涛, 李晓妮. 细颗粒石英光释光测年: 简单多片再生法[J]. *地震地质*, 2005, 27(4): 615–622.
- [81]Wang X L, Lu Y C, Zhao H. On the performances of the single-aliquot regenerative-dose (SAR) protocol for Chinese loess: fine quartz and polymineral grains[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41(1): 1–8.
- [82]Lu Y C, Wang X L, Wintle A G. A new OSL chronology for dust accumulation in the last 130,000yr for the Chinese Loess Plateau[J]. *Quaternary Research*, 2007, 67(2): 152–160.
- [83]Lai Z P. Chronology and the upper dating limit for loess samples from Luochuan section in the Chinese Loess Plateau using quartz OSL SAR protocol[J]. *Journal of Asian Earth Sciences*, 2010, 37(2): 176–185.
- [84]Jacobs Z, Duller G A T, Wintle A G. Optical dating of dune sand from Blombos Cave, South Africa: II – single grain data[J]. *The Journal of Human Evolution*, 2003, 44: 613–625.
- [85]Duller G A T, Botter Jensen L, Murray A S. Optical dating of single sand-sized grains of quartz: sources of variability[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 453–457.

- [86]Duller G A T. Behavioural studies of stimulated luminescence from feldspars[J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 663–694.
- [87]McCoy D G, Prescott J R, Nation R J. Some aspects of single-grain luminescence dating[J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 859–864.
- [89]Armitage S J, King G E. Optically stimulated luminescence dating of hearths from the Fazzan Basin, Libya: A tool for determining the timing and pattern of Holocene occupation of the Sahara[J]. *Quaternary Geochronology*, 2013, 15: 88–97.
- [90]Duller G A T. Luminescence dating of Quaternary sediments: recent advances[J]. *Journal of quaternary science*, 2004, 19:183–192.
- [91]Aitken M J, Smith B W. Optical dating: recuperation after bleaching[J]. *Quaternary Science Reviews*, 1988, 7: 387–394.
- [92]Smith B W, Rhodes E J. Charge movements in quartz and their relevance to optical dating[J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 329–334.
- [93]Wang X L, Wintle A G, Lu Y C. Thermally transferred luminescence in fine-grained quartz from Chinese loess: basic observations [J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 649–658.
- [94]Wang X L, Lu Y C, Wintle A G. Recuperated OSL dating of fine grained quartz in Chinese loess[J]. *Quaternary Geomorphology*, 2006, (1): 89–100.
- [95]Duller G A T, Wintle A G. A review of the thermally transferred optically stimulated luminescence signal from quartz for dating sediments[J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, 7: 6–20
- [96]Pagonis V, Wintle A G, Chen R, et al. A theoretical model for a new dating protocol for quartz based on thermally transferred OSL (TT-OSL)[J]. *Radiation Measurements*, 2008, 43: 704–708.
- [97]Adamiec G, Bailey R M, Wang X L, et al. The mechanism of thermally transferred optically stimulated luminescence in quartz[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2008: 411–414.
- [98]Wang X L, Wintle A G, Lu Y C. Testing a single-aliquot protocol for recuperated OSL dating[J]. *Radiation Measurements*, 2007, 42: 380–391.
- [99]Tsukamoto S, Duller G A T, Wintle A G. Characteristics of thermally transferred optically stimulated luminescence (TT-OSL) in quartz and its potential for dating sediments[J]. *Radiation Measurements*, 2008, 43: 1204–1218.
- [100]Porat N, Duller G A T, Roberts H M, et al. A simplified SAR protocol for TT-OSL[J]. *Radiation Measurements*, 2009, 44: 538–542.
- [101]Stevens T, Buylaert J P, Murray A S. Towards development of a broadly applicable SAR TT-OSL dating protocol for quartz[J]. *Radiation Measurements*, 2009, 44: 639–645.
- [102]Zhao H, Lu Y C, Wang C M, et al. ReOSL dating of aeolian and fluvial sediments from Nihewan Basin, northern China and its environmental application[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5: 159–163.
- [103]Kang S, Lu Y, Wang X L. Closely-spaced recuperated OSL dating of the last interglacial paleosol in the southeastern margin of the Chinese Loess Plateau[J]. *Quaternary Geochronology*, 2011, 6: 480–490.
- [104]Schmidt E D, Frechen M, Murray A S, et al. Luminescence chronology of the loess record from the Tönchesberg section: a comparison of using quartz and feldspar as dosimeter to extend the age range beyond the Eemian[J]. *Quaternary International*, 2011, 234: 10–22.
- [105]张克旗. 新疆昆仑山北坡一带风成沉积物 TT-OSL 测年可行性初探[J]. *地质力学学报*, 2012, 18(4): 425–432.
- [106]张克旗. 甘孜黄土细颗粒石英热转移光释光(TT-OSL)测年可行性初步研究[J]. *地质力学学报*, 2013, 19(3): 287–294.
- [107]Jacobs Z, Roberts R G, Lachlan T J, et al. Development of the SAR TT-OSL procedure for dating Middle Pleistocene dune and shallow marine deposits along the southern Cape coast of South Africa[J]. *Quaternary Geochronology*, 2011, 6: 491–513.
- [108]Athanasas C, Zacharias N. Recuperated-OSL dating of quartz from Aegean (South Greece) raised Pleistocene marine sediments: current results[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5: 65–75.
- [109]Kim J C, Duller G A T, Roberts H M, et al. Re-evaluation of the chronology of the palaeolithic site at Jeongokri, Korea, using OSL and TT-OSL signals from quartz[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5: 365–370.
- [110]Sun X, Mercier N, Falgueres C, et al. Recuperated optically stimulated luminescence dating of middle-size quartz grains from the Palaeolithic site of Bonneval (Eure-et-Loir, France)[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5: 342–347.
- [111]纪洪磊, 赵华, 王成敏, 等. 水成沉积物回授光释光测年可行性初探[J]. *地震地质*, 2010, 32(2): 320–326.
- [112]Brown N D, Forman S L. Evaluating a SAR TT-OSL protocol for dating fine-grained quartz within Late Pleistocene loess deposits in the Missouri and Mississippi river valleys, United States[J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, (12): 87–97.
- [113]Li B, Li S H. Studies of thermal stability of charges associated with thermal transfer of OSL from quartz[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2006, 39: 2941–2949.
- [114]Shen Z, Mauz B, Lang A. Source trap characterisation of thermally transferred OSL in quartz[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2011, 44: 295405.
- [115]Visocekas R. Comparison between tunnelling afterglows following alpha and beta irradiation[J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1988, 14: 163–166.
- [116]Huntley D J, Lamothe M. Ubiquity of anomalous fading in K-feldspars and the measurement and correct[J]. *Canadian Journal of Earth Science*, 2001, 38(7): 1093–1106.
- [117]Preusser F. IRSL dating of K-rich feldspars using the SAR protocol: Comparison with independent age control[J]. *Ancient TL*, 2003, 21: 17–23.
- [118]Li B, Li S H. Investigations of the dose-dependent anomalous fading rate of feldspar from sediments[J]. *Journal of Physics D—Applied Physics*, 2008, 41: 225502.
- [119]Tsukamoto S, Denby P M, Murray A S, et al. Time-resolved luminescence from feldspars: new insight into fading[J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 790–795.
- [120]Thomsen K J, Murray A S, Jain M, et al. Laboratory fading rates of various luminescence signals from feldspar-rich sediment extracts

- [11] Radiation Measurements, 2008, 43: 1474–1486.
- [121] Buylaert J P, Murray A S, Thomsen K, et al. Testing the potential of an elevated temperature IRSL signal from K-feldspar[J]. Radiation Measurements, 2009, 44: 560–565.
- [122] Thiel C, Buylaert J P, Murray A S, et al. Luminescence dating of the Stratzing loess profile (Austria) e testing the potential of an elevated temperature post-IR IRSL protocol[J]. Quaternary International, 2011, 234: 23–31.
- [123] Li B, Li S H. Thermal stability of infrared stimulated luminescence of sedimentary K-feldspar[J]. Radiation Measurements, 2011, 46: 29–36.
- [124] Li B, Li S H. A reply to the comments by Thomsen et al. On "Luminescence dating of K-feldspar from sediments: a protocol without anomalous fading correction"[J]. Quaternary Geochronology, 2012, (8): 49–51.
- [125] Fu X, Li B, Li S H. Testing a multi-step post-IR IRSL dating method using polymineral fine grains from Chinese loess[J]. Quaternary Geochronology, 2012, (10): 8–15.
- [126] Thiel C, Buylaert J P, Murray A S, et al. A comparison of TT-OSL and post-IR IRSL dating of coastal deposits on Cap Bon peninsula, north-eastern Tunisia[J]. Quaternary Geochronology, 2012, 10: 209–217.
- [127] Ballarini M, Wallinga J, Murray A S, et al. Optical dating of young coastal dunes on a decadal time scale[J]. Quaternary Science Reviews, 2003, 22: 1011–1017.
- [128] Ballarini M, Wallinga J, Wintle A G, et al. A modified SAR protocol for optical dating of individual grains from young quartz samples [J]. Radiation Measurements, 2007, 42: 360–369.
- [129] Banerjee D, Murray A S, Foster I D L. Scilly Isles, UK: optical dating of a possible tsunami deposit from the 1755 Lisbon earthquake[J]. Quaternary Science Reviews, 2001, 20: 715–718.
- [130] Duller G A T. Luminescence dating of Quaternary sediments: recent advances[J]. Journal of Quaternary Science, 2004, 19: 183–192.
- [131] Ollerhead J, Huntley D J, Nelson A R, et al. Optical dating of tsunami-laid sand from an Oregon coastal lake[J]. Quaternary Science Reviews, 2001, 20: 1915–1926.
- [132] Murray A S, Olley J M. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review[J]. Geochronometria, 2002, 21: 1–16.
- [133] Clemmensen L B, Murray A. The termination of the last major phase of aeolian sand movement, coastal dunefields, Denmark[J]. Earth Surface Processes and Landforms, 2006, 31, 795–808.
- [134] Nielsen A, Murray A S, Pejrup M, et al. Optically stimulated luminescence dating of a Holocene beach ridge plain in Northern Jutland, Denmark[J]. Quaternary Geochronology, 2006, (1): 305–312.
- [135] Roberts H M, Plater A J. Reconstruction of Holocene foreland progradation using optically stimulated luminescence (OSL) dating: An example from Dungeness, UK[J]. The Holocene, 2007, 17: 495–505.
- [136] Wintle A G. Luminescence dating: where it has been and where it is going[J]. Boreas, 2008, 37(11): 471–482.
- [137] Jain M, Murray A S, Bøtter Jensen L, et al. A single-aliquot regenerative-dose method based on IR (1.49eV) bleaching of the fast OSL component in quartz[J]. Radiation Measurements, 2005, 39: 309–318.
- [138] Prescott J R, Hutton J T. Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: Large depths and long-term time variations[J]. Radiation Measurements, 1994, 23: 497–500.
- [139] 张克旗. 释光测年中环境剂量率影响因素研究[J]. 地质力学学报, 2012, 18(1): 62–71.