

不同释光方法测试冰川沉积物等效剂量的尝试

欧先交^{1,2} 赖忠平² 曾兰华¹

1 (嘉应学院地理科学与旅游学院 梅州 514015)

2 (中国科学院寒区旱区环境与工程研究所冰冻圈科学国家重点实验室 兰州 730000)

摘要 在青藏高原东部硬普沟采集 6 个冰川沉积光释光测年样品(2 个现代样、3 个新冰期和 1 个末次冰期样品), 运用 SAR 结合 SGC 技术, 采用石英大测片、小测片 BSL 以及多矿物 IRSL 等 3 种方法进行了等效剂量(D_e)的测试, SAR 和 SGC 技术测得的 D_e 值相近。3 种方法的测试结果表明, D_e 值 $IRSL > 大测片 BSL > 小测片 BSL$ 。多矿物 IRSL 测得的 D_e 值比石英 BSL 偏高, 表明长石比石英较难晒退, 不适于该地冰川沉积测年。石英大测片适于晒退较好的样品。该地石英的释光敏感性较低, 小测片的测试情况不理想, 且不能完全区分不同晒退程度的颗粒。对于年代较老的、较明亮的冰川沉积样品, 石英小测片甚至单颗粒技术可能是可行的。今后需要更多研究如何应对释光敏感性低的样品的测试问题。

关键词 光释光, 等效剂量, 单片再生剂量法, 标准生长曲线法, 小测片, 冰川沉积物

中图分类号 P533, P597+.3

近十余年来, 光释光(OSL)技术已被应用于冰川沉积物测年, 取得了一定的进展^[1-11]。但也有不少问题, 比如不完全晒退^[2,3,7,8,12-15]、释光敏感性低^[3,13-16]和热转移效应^[16-18]等。传统的大测片(直径 ≥ 6 mm)石英 SAR 法不能检测出不完全晒退的颗粒^[12], 而冰川沉积物中的石英颗粒释光信号过弱也可能会影响小测片(直径 1-3 mm)或单颗粒法的测试。长石颗粒比石英颗粒信号强得多^[19], 但存在异常衰减^[19]、更难晒退^[19,20]等问题, 因此, 各种释光方法至今都很难解决冰川沉积物等效剂量(D_e)的测试问题。本研究运用单片再生剂量法(SAR)^[21]结合标准生长曲线(SGC)^[22]技术, 尝试石英大测片和小测片蓝光释光(BSL)、多矿物(长石)红外释光(IRSL)等不同方法对青藏高原东部冰川沉积物进行 D_e 测试, 并对几种方法测试的结果进行初步讨论。

1 样品采集与前处理

样品采自青藏高原东部横断山脉西北部雀儿山北麓的竹庆盆地南侧的硬普沟。雀儿山是沙鲁里山的北支, 平均海拔超过 5000 m, 呈西北-东南走向。山脉的主体在川西甘孜藏族自治州德格县和甘孜县境内, 是川藏交通要塞。川藏线(G318)从山脉中部穿过。构造上, 雀儿山是义敦岛弧造山带的北段, 发育印支-喜马拉雅期各类型花岗岩。如今仍发育有

冰斗山谷冰川和山谷冰川。山顶面上及周围的河谷和断陷盆地中, 保留有大量形态清晰的第四纪冰川地貌。硬普沟位于雀儿山北段主峰的北侧, 其上游仍发育现代冰川, 冰川前方分布有现代冰川沉积、小冰期冰碛垄、新冰期冰碛垄和冰水阶地。硬普沟 U 形谷口堆积了几套末次冰期以及时代更老的冰碛垄, 冰碛垄末端抵达竹庆乡附近。在现代冰川沉积、新冰期和末次冰期冰碛垄上共采集 6 个光释光测年样品。采样时将不锈钢管砸入新鲜剖面, 取出钢管时用黑色塑料袋快速密封两端。在暗室内将钢管两侧有可能曝光的部分样品去除, 剩余样品用于实验。

前处理在暗室微弱红光条件下完成, 其流程见图 1。首先过 300 μm 干筛去除过粗的颗粒, 其余部分依次浸泡 10%稀盐酸和 30%双氧水, 以去除碳酸盐和有机质。然后再过干筛提取 38-63 μm 粒组, 一部分直接用于多矿物 IRSL 测试, 另一部分浸泡 30%氟硅酸约 3 周, 去除长石, 获取纯石英样品。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。所得石英的纯度可用红外检测的方法鉴别, 若红外信号偏高则继续浸泡氟硅酸, 直至红外信号消失或达到较低($IRSL/BSL < 10\%$)的水平, 该部分样品用于石英 BSL 测试。在直径为 0.97 cm 的不锈钢测片上均匀涂一层硅胶, 将样品均匀粘附在直径约 6 mm 或 2/3 mm 的范围内。

国家自然科学基金(40901011, 41172168)及梅州市科技局、嘉应学院联合自然科学基金项目(2009KJ20)资助

第一作者: 欧先交, 男, 1981 年出生, 2011 年于华南师范大学获博士学位, 讲师, 主要研究方向: 冰川地貌与释光年代学

收稿日期: 2012-10-09, 修回日期: 2012-11-16

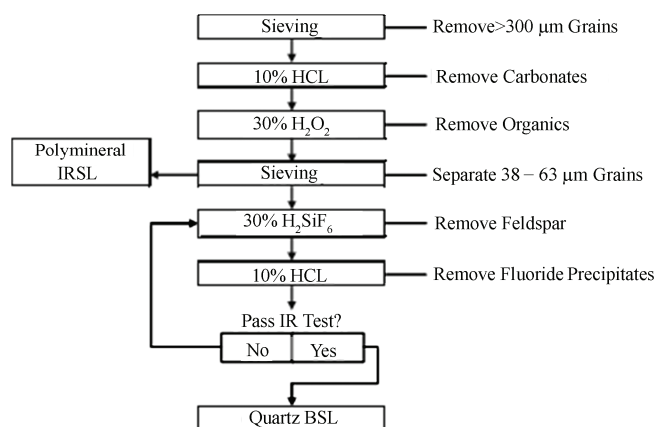


图 1 前处理流程图
Fig.1 Flow chart of pretreatment.

2 实验方法

采用 SAR 结合 SGC 的程序测试 D_e 。首先, 对每个样品, 制备 6 个样片用于 SAR 法测试 D_e , 石英 BSL 测试流程见图 2。对同一个样片, 首先测其自然释光信号强度(L_N), 然后对其辐照 5 或 6 个已知的剂量(即再生剂量 R), 并且分别测出它们对应的释光信号强度(L)。在每一个自然或再生剂量之后, 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), 用于校正实验过程中的感量变化, 校正后的释光信号强度(L_x/T_x)与再生剂量呈线性关系。将 L_N/T_N 插入这条曲线中可计算出相当于自然释光信号强度对应的剂量值即为 D_e 。此外, 在 SAR 程序最后还进行红外检测(图 2 中的下半部分), 多矿物 IRSL 的测试流程与石英 BSL 类似, 不同之处是将 40 s 蓝光激发换成 100 s 红外激发, 并且多矿物 IRSL 测试最后不需进行红外检测。

用 SAR 测试的结果对每个样品分别建立一条标准生长曲线。在同样的测试参数下再多测 18 个测片, 但仅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 。将经过实验剂量释光信号校正后的自然光释光信号(L_N/T_N)插入标准生长曲线中即可求得该样片的 D_e 值。

实验在丹麦 Risø 实验室生产的 Risø TL/OSL-DA-20 热释光/光释光仪上进行。为减小预热对相邻样片的影响, 圆片间隔放置在释光仪的转盘上。预热温度选择 260°C, 10 s, 而实验剂量的预热温度为 220°C, 10 s, 辐照源为($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$) β 源。石英样品的激发光源选择强度为 90% 的蓝光发光二极管($\lambda=470\pm 20$ nm), 在 130°C 温度条件下用蓝光激发 50 s。多矿物样品的激发光源为红外光($\lambda=870\pm 40$ nm),

激发后的光信号经 7.5 mm 的 Hoya U-340 滤镜进入 9235QA 光电倍增管内被探测并记录。

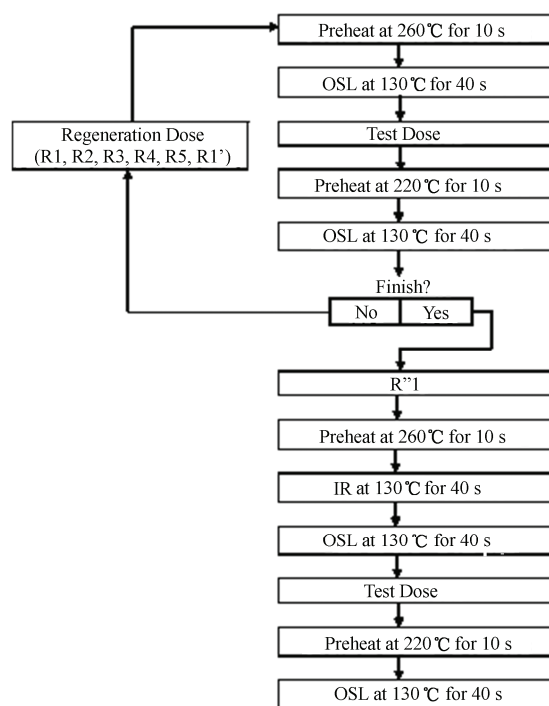


图 2 单片再生剂量法测试流程
Fig.2 SAR procedure.

3 实验结果及讨论

3.1 石英大测片 BSL 释光特征

图 3 中的石英 6 mm 大测片 BSL 释光特征曲线显示, 样品的光释光信号在蓝光激发下的最初几秒衰减很快(图 3C), 表明光释光信号主要为石英快组分的贡献。除 YP001 的感量变化为 0.82 外, 其余样品的感量变化均在可接受范围(0.9–1.1)。剂量恢

复实验表明, SAR 测试的 D_e 与实验室所给已知剂量一致(比值在 0.90–0.98 之间, 平均值为 0.94)。YP001 的热转移效应稍高(12.8%), 其余样品均较

小, 平均约为 4.6%。样品的生长曲线显示, 同一个样品不同样片的生长曲线很相似, 可以建立一条 SGC 曲线(图 3A、B)。

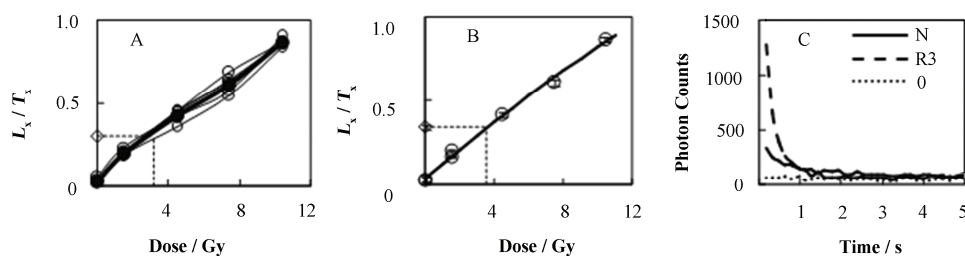


图3 样品 YP001 的石英大测片 BSL 测试
Fig.3 Quartz large aliquot BSL measurement of sample YP001.

3.2 石英小测片 BSL 释光特征

近年来小测片和单颗粒技术在冰川沉积物上应用越来越多, 是解决冰川沉积物较难晒退归零的一种好方法^[12]。我们尝试用 2 或 3 mm 的小测片进行了 D_e 测试, 同样运用石英 SAR 结合 SGC 的方法。从衰退曲线(图 4C、图 5C)可以看出, 小测片的释光信号偏低。YP002、YP101 和 YP102 的感量变化平均值较低, 分别为 0.88、0.63 和 0.79, 其余样品在可接受范围之内。YP001 和 YP102 的热转移效应分

别为 41.3%和 11.1%, 其余样品热转移效应较小, 平均值为 5.6%。并且各样片的生长曲线非常分散, 不利于建立 SGC 曲线(图 4A、B)。在此情况下测得的 D_e 误差较大。但对于较老的样品(YP301, 图 5A、B), 不同样片的生长曲线相对较为集中, 可以建立一条 SGC 曲线。可能是由于老冰川沉积搬运距离较长, 曝光的机会增多, 矿物颗粒晒退较为均匀的缘故。相反, 年轻沉积搬运距离较短, 曝光的几率低, 矿物颗粒晒退不均, 生长曲线较分散。

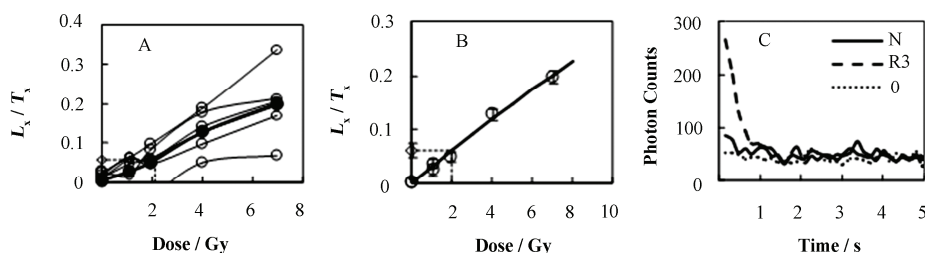


图4 样品 YP001 的石英小测片 BSL 测试
Fig.4 Quartz small aliquot BSL measurement of sample YP001.

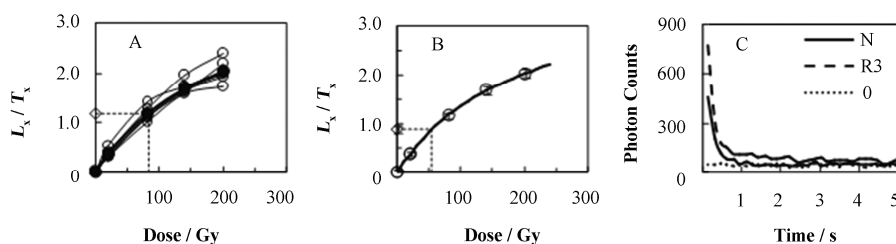


图5 样品 YP301 的石英小测片 BSL 测试
Fig.5 Quartz small aliquot BSL measurement of sample YP301.

3.3 多矿物 IRSL 释光特征

由于研究区石英的释光信号较低, 我们试图探索多矿物(长石为主)作为测年材料的可行性。选择 3 个年轻样品(YP001, YP101 和 YP201), 提取中颗粒多矿物, 运用 SAR 结合 SGC 技术, 采用大测片 IRSL

方法测试 D_e 。由图 6 可见, 衰减曲线显示光信号衰退的速度较慢(图 6C), 是典型的长石信号。3 个样品的感量变化为 0.97–1.02, 热转移效应在 2.2%–3.1%之间, 均在可接受范围。不同样片的生长曲线非常集中, 可建立非常理想的 SGC 曲线(图 6A、B)。

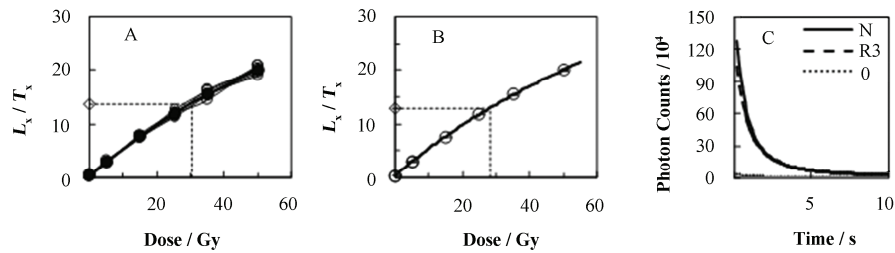


图 6 样品 YP001 的多矿物 IRSL 测试
Fig.6 Polymineral IRSL measurement of sample YP001.

3.4 讨论

不同方法 D_e 测试结果见表 1, 本文讨论的 D_e 采用 SAR 和 SGC 两种结果的平均值。从表 1 中可

以看出, 除 YP002 石英大测片 BSL 测试外, SAR 和 SGC 两种技术测得的 D_e 值相近。 D_e 值无一例外地呈现一个规律: IRSL>大测片 BSL>小测片 BSL。

表 1 不同方法测试的 D_e 值
Table 1 D_e values determined by different methods.

样品号 Sample ID	估计年代 Expected age	样片直径 Aliquot diameter/mm	测试材料 Material	测试方法 Method	SAR D_e / Gy	SGC D_e / Gy	Average D_e / Gy
YP001	现代	6	石英 Quartz	BSL	3.22±0.43	2.93±0.21	3.08±0.19
	Modern	2	石英 Quartz	BSL	2.07±0.83	2.17±0.41	2.12±0.36
		6	多矿物 Polymineral	IRSL	30.2±1.6	29.8±0.7	30.0±0.6
YP002	现代	6	石英 Quartz	BSL	138.3±18.5	88.1±5.9	113.2±7.7
	Modern	2	石英 Quartz	BSL	52.3±3.8	46.6±5.0	49.5±3.8
YP101	新冰期	6	石英 Quartz	BSL	16.3±3.4	12.9±1.0	14.6±1.1
	Neoglaciatio	2	石英 Quartz	BSL	9.28±2.05	10.6±1.5	9.94±1.19
		6	多矿物 Polymineral	IRSL	61.5±2.9	61.6±1.1	61.6±1.0
YP102	新冰期	6	石英 Quartz	BSL	143.6±16.4	112.6±9.8	128.1±8.7
	Neoglaciatio	3	石英 Quartz	BSL	63.9±13.4	69.5±6.5	66.7±5.7
YP201	新冰期	6	石英 Quartz	BSL	17.2±1.2	15.9±0.4	16.5±0.5
	Neoglaciatio	2	石英 Quartz	BSL	11.4±0.8	8.03±0.64	9.73±0.60
		6	多矿物 Polymineral	IRSL	23.4±0.6	22.2±0.3	22.8±0.27
YP301	末次盛冰期	6	石英 Quartz	BSL	143.3±7.7	140.8±5.2	142.0±4.3
	LGM	2	石英 Quartz	BSL	83.6±7.5	76.5±5.5	80.0±4.5

大测片 BSL 的结果显示, YP002、YP102 分别为现代冰碛和新冰期(1–4 ka)冰碛, 但测得的 D_e 分别为 113 Gy 和 128 Gy, 显然严重高估, 应属不完全晒退的结果。相反, YP001(现代冰水沉积)、YP101(新冰期冰碛)和 YP201(新冰期冰水沉积)的 D_e 分别为 3、15 和 17 Gy, 对应的年代与地貌的年龄相当(该地冰川沉积年剂量非常高, 为 6–9 Gy/ka), 晒退情况明显较好。

对比大测片和小测片 BSL 的结果可知, 前者的 D_e 值普遍高于后者, 差值在 1–64 Gy 之间。仔细观察不难发现, 上述晒退情况较好的样品(YP001、YP101 和 YP201), 大小测片 BSL 测试的结果相差

较小, 在 0.96–6.77 Gy 之间。而晒退较差的样品(YP002 和 YP102), 两者相差较大, 在 60 Gy 以上。而年代较老的 YP301, 差值也高达 62 Gy。

对比 IRSL 与 BSL 的 D_e 结果表明, IRSL 法 D_e 值分别比大测片 BSL 法偏高 6–47 Gy 和 13–52 Gy。表明冰川沉积物中的长石比石英更难晒退归零, 这与其它类型沉积物相似^[19,20,23]。

4 结语

无论是现代样品还是老样品, 多矿物 IRSL 都比 BSL 法的 D_e 值偏高, 表明长石比石英更难晒退, 而冰川沉积又是较难曝光的沉积类型, 长石不完全

晒退的问题可能更突出。此外，老样品中的长石还面临异常衰减的问题^[19]。因此，对冰川沉积物释光测年，目前条件下石英比长石更理想。

从测试结果看，本研究中现代样品和年轻样品小测片测试的 D_e 值比大测片较小，似乎更接近样品的真实埋藏剂量。但从测试过程看，不同大测片测得的 D_e 值和生长曲线都较为集中，可以建立较好的 SGC 曲线。而小测片测得的 D_e 值差别很大，非常分散，感量变化的校正不太理想，生长曲线也显得很分散，很难建立令人信服的 SGC 曲线。在此测试条件下，小测片测得的 D_e 值误差较大，此种情况下尚不能断定小测片的优势。大、小测片所测 D_e 值产生差别的机制和原因目前仍不清楚，本文对这两种测片的 D_e 值进行了算术平均值的比较。因为测试的样片数量有限，不排除统计误差造成了两者的差别。

由于一个大测片中含有数万个中颗粒^[12]，对于区分样品中不同程度晒退的颗粒，大测片测试显然无能为力。从样品 YP002 和 YP102 的测试看，小测片似乎也未能完全解决晒退不良样品的 D_e 测试问题。究其原因，2/3 mm 的样片上毕竟仍有数以千计的中颗粒^[12]，很难避免均一化。因此，对于晒退程度非常不均匀的样品，小测片能在一定程度上减少均一化的影响。但只有把测片做到仅很少颗粒，甚至单颗粒技术，才能较好区分不同晒退程度的颗粒。不过，对于该地非常暗淡的年轻冰川沉积样品，显然很难再继续减少颗粒数量。

从初步的测试结果看，传统的石英大测片测试曝光程度较好的冰川沉积是可行的。但由于不能区分不同曝光程度的颗粒，因此，对不均匀曝光样品的测试仍有问题。石英小测片法以及单颗粒法可以区分不完全晒退的颗粒，但面临的问题是冰川沉积样品的释光敏感性低，数量太少的矿物颗粒激发的释光信号很弱，可能会导致测试误差较大。此问题在测试年轻样品的时候尤其突出，如能解决此问题，则小测片和单颗粒法将是目前最理想的方法。对于年代较老(数千年以上)的第四纪冰川沉积样品，由于搬运距离较长，经历了多次埋藏-曝光旋回，样品的敏感性及其释光信号强度可能是足够的，小测片或单颗粒法应用于第四纪冰川测年还是可行的。对于冰川沉积样品来说，不均匀晒退是最突出的问题，因此，小测片和单颗粒技术的应用应该是大势所趋。如何解决释光敏感性低和释光信号弱带来的测试问题，今后需要更多研究。

参考文献

- 1 Alexanderson H, Murray A S. Luminescence signals from modern sediments in a glaciated bay, NW Svalbard[J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, **10**: 250–256
- 2 Klasen N, Fiebig M, Preusser F, *et al.* Luminescence dating of proglacial sediments from the Eastern Alps[J]. *Quaternary International*, 2007, **164–165**: 21–32
- 3 Lukas S, Spencer J Q G, Robinson R A J, *et al.* Problems associated with luminescence dating of Late Quaternary glacial sediments in the NW Scottish highlands[J]. *Quaternary Geochronology*, 2007, **2**(1–4): 243–248
- 4 Ou X J, Xu L B, Lai Z P, *et al.* Potential of quartz OSL dating on moraine deposits from eastern Tibetan Plateau using SAR protocol[J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, **5**(2–3): 257–262
- 5 Richards B W M, Owen L A, Rhodes E J. Timing of Late Quaternary glaciations in the Himalayas of northern Pakistan[J]. *Journal of Quaternary Science*, 2000, **15**(3): 283–297
- 6 Richards B W M, Benn D I, Owen L A, *et al.* Timing of late Quaternary glaciations south of Mount Everest in the Khumbu Himal, Nepal[J]. *Geological Society of America Bulletin*, 2000, **112**(10): 1621–1632
- 7 Spencer J Q, Owen L A. Optically stimulated luminescence dating of Late Quaternary glaciogenic sediments in the upper Hunza valley: validating the timing of glaciation and assessing dating methods[J]. *Quaternary Science Reviews*, 2004, **23**(1–2): 175–191
- 8 Tsukamoto S, Asahi K, Watanabe T, *et al.* Timing of past glaciations in Kanchenjunga Himal, Nepal by optically stimulated luminescence dating of tills[J]. *Quaternary International*, 2002, **97–98**: 57–67
- 9 Xu X, Yang J, Dong G, *et al.* OSL dating of glacier extent during the Last Glacial and the Kanas Lake basin formation in Kanas River valley, Altai Mountains, China [J]. *Geomorphology*, 2009, **112**(3–4): 306–317
- 10 Zhao J, Lai Z, Liu S, *et al.* OSL and ESR dating of glacial deposits and its implications for glacial landform evolution in the Bogeda Peak area, Tianshan range, China [J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, **10**: 237–243
- 11 Zhang W, Niu Y B, Yan L, *et al.* Late Pleistocene glaciation of the Changbai Mountains in northeastern China[J]. *Chinese Science Bulletin*, 2008, **53**(17): 2672–2684
- 12 Duller G A T. Single-grain optical dating of Quaternary sediments: why aliquot size matters in luminescence dating[J]. *Boreas*, 2008, **37**(4): 589–612
- 13 Fuchs M, Owen L A. Luminescence dating of glacial and

- associated sediments: review, recommendations and future directions[J]. *Boreas*, 2008, **37**(4): 636–659
- 14 Richards B W M. Luminescence dating of Quaternary sediments in the Himalaya and High Asia: a practical guide to its use and limitations for constraining the timing of glaciation[J]. *Quaternary International*, 2000, **65–66**: 49–61
 - 15 Thrasher I M, Mauz B, Chiverrell R C, *et al.* Luminescence dating of glaciofluvial deposits: A review [J]. *Earth-Science Reviews*, 2009, **97**(1–4): 133–146
 - 16 Preusser F, Ramseyer K, Schluchter C. Characterisation of low OSL intensity quartz from the New Zealand Alps[J]. *Radiation Measurements*, 2006, **41**(7–8): 871–877
 - 17 Rhodes E J, Bailey R M. The effect of thermal transfer on the zeroing of the luminescence of quartz from recent glaciofluvial sediments[J]. *Quaternary Science Reviews*, 1997, **16**(3–5): 291–298
 - 18 Rhodes E J. Observations of thermal transfer OSL signals in glaciogenic quartz[J]. *Radiation Measurements*, 2000, **32**(5–6): 595–602
 - 19 Aitken M J. An introduction to optical dating[M]. Oxford: Oxford University Press, 1998
 - 20 Godfrey-Smith D, Huntley D J, Chen W H. Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts[J]. *Quaternary Science Reviews*, 1988, **7**: 373–380
 - 21 Murray A S, Wintle A G. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol[J]. *Radiation Measurements*, 2000, **32**(1): 57–73
 - 22 Roberts H, Duller G A T. Standardised growth curves for optical dating of sediment using multiple-grain aliquots[J]. *Radiation Measurements*, 2004, **38**(2): 241–252
 - 23 赵华, 卢演涛, 王成敏, 等. 水成沉积物释光测年研究进展与展望[J]. *核技术*, 2011, **34**(2): 82–86
ZHAO Hua, LU Yanchou, WANG Chengmin, *et al.* A review of OSL dating for water-laid deposits: progress and prospect[J]. *Nuclear Techniques*, 2011, **34**(2): 82–86

An attempt at determining D_e s of glacial sediments using different luminescence methods

OU Xianjiao^{1,2} LAI Zhongping² ZENG Lanhua¹

¹ (School of Geography and Tourism, Jiaying University, Meizhou 514015, China)

² (State Key Laboratory of Cryosphere Sciences, Cold and Arid Regions Environment and Engineering Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China)

Abstract Background: Absolute dating is the key technical issue of Quaternary glacial research. Optically stimulated luminescence (OSL) has been increasingly applied to Quaternary glacial dating in recent years. However, problems such as insufficient bleaching, low luminescence sensitivity, high thermal transfer effect, etc, still remain.

Purpose: In order to investigate the applicability of equivalent dose (D_e) determination of glacial sediments by different OSL methods, six samples were collected from the Yingpu Valley of eastern Qinghai-Tibetan Plateau (two samples from modern glacial sediments, three from moraines and glacial terrace attributed to Neoglacial and one from a moraine attributed to the last glaciation). **Methods:** The D_e s were determined by SAR combined SGC technique, using three methods: quartz large aliquot (6 mm) BSL, small aliquot (2/3 mm) BSL and polymineral IRSL. **Results:** D_e s determined by SGC are consistent with D_e s determined by SAR protocol. Comparison of three methods shows that IRSL D_e > large aliquot BSL D_e > small aliquot BSL D_e . D_e s of polymineral IRSL are obviously higher than quartz BSL. **Conclusions:** It is obviously that feldspar is more difficult to reset than quartz, thus is not suitable for dating glacial sediments in this region. Quartz large aliquot method is suitable for well bleached glacial samples. Due to the low luminescence sensitivity of quartz, small aliquot method showed poor luminescence characteristics. Moreover, this method cannot distinguish the poor bleached grains in this measurement. However, it is possible that quartz small aliquot, even single grain method could be used to date older or brighter glacial samples. More works are required to solve the problems we have encountered in dating low sensitivity glacial sediments.

Key words Optically stimulated luminescence, Equivalent dose, Single-aliquot regenerative-dose, Standardized growth curve, Small aliquot, Glacial sediments

CLC P533, P597+.3