



报告编号:XXXXXXXX

地质与考古年代学实验室

Geochronology & Archaeology Laboratory

释光测试分析报告

Luminescence Detecting and Analyzing Report

委托单位: _____

联 系 人: _____

测试项目: XX 项目释光测试分析

测 试 人: _____

审 核 人: _____

签 发 人: _____

签发日期: XXXX 年 XX 月 XX 日

报告说明

1. 报告只对送检样品测试数据负责，与数据使用解释无关。
2. 报告未加盖公章无效。
3. 测试结果原数据在实验室保存 5 年；如有剩余原样，在实验室保存 1 年。
4. 如对报告有异议，请于收到报告 30 日内与本实验室联系。
5. 本报告正文和附录共 X 页。

兰溪释光检测有限公司(盖章)

地址:浙江省金华市兰溪市上华街道行知路 296 号

联系人:胡亦潘

电话:18072737272

邮箱:info@osllab.cn

一. 释光原理

晶体矿物(例如石英或长石)中的释光信号来自埋藏环境中的电离辐射 (α 、 β 、 γ 和宇宙射线)。放射性核素, 例如 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{40}K 的放射性衰变, 会在矿物晶格中产生自由电子, 其中一些会被固定在晶格结构的缺陷中。光照或高温的激发会释放这些被捕获的电子, 其中一些电子被激发后, 以光子的形式释放其中能量的现象被称为释光。沉积物的释光年代一般是指晶体矿物自上一次曝光或热事件后稳定埋藏至今所经历的时间, 沉积物释光年代测试一般有以下几个条件:

1. 沉积物中的晶体矿物在埋藏前释光信号晒退归零;
2. 晶体矿物的晶格陷阱稳定, 埋藏过程中不发生衰减;
3. 埋藏后所处的地质环境稳定, 没有二次曝光现象;
4. 埋藏环境具有稳定的电离辐射场, 没有放射性污染。

在实验室中, 首先通过蓝光激发晶体矿物样品测量天然释光信号, 并根据实验剂量校准该信号 (等效剂量, De); 其次通过测试放射性核素浓度计算环境剂量率 (Dr)。然后根据以下公式计算年龄:

$$\text{释光年代}(A) = \frac{\text{等效剂量}(De)}{\text{环境剂量率}(Dr)}$$

二. 样品前处理

在实验室暗室中 (环境照明为弱红光, 中心波长 660 nm), 去除表层 2-3 cm 可能在取样、运输过程中曝光或污染的部分, 然后从中间取出 50 g 左右样品用于含水率和放射性核素浓度测试。

另外从中间未曝光样品中取 100 g 左右用于等效剂量测试。在暗室中用 HCl 和 H_2O_2 分别去除样品中的碳酸盐和有机质; 用纯净水洗净后, 提取特定粒径的颗粒, 磁选后用重液分离出目标矿物; 然后用 HF 或者 H_2SiF_6 刻蚀目标矿物, 洗净后烘干待测。

三. 设备指标

丹麦 RISØ TL/OSL-DA-20C/D 型释光仪。该套设备的光源系统为 LED 光源, 发射波长 850 ± 10 nm 的红光 (滤光片: RG780), 激发功率 360 mW/cm^2 以及波长 470 ± 20 nm 的蓝光 (滤光片: GG420), 激发功率 88 mW/cm^2 , 加热系统的最大加热温度为 700°C , 加热速度为 $0.1\text{--}10 \text{ K/s}$, 真空系统的最大真空度为 20 微米汞柱, 光子计数系统增益 5×10^7 、频率范围 $0\sim 10 \text{ MHz}$ 、鉴别阈范围 $0.1\sim 1.1 \text{ V}$, 剂量辐照系统放射源为 $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$, 活度 $2.96\times 10^9 \text{ Bq}$ 。

四. 等效剂量测试

放射源剂量率利用标样 (Riso Batch 200), 于 XXXX 年 XX 月 XX 日进行标定, 剂量率为 XXXXXXXX Gy/s。

石英等效剂量利用单片再生剂量法进行测定, 具体步骤如下表所示:

步骤	操作	说明
1	辐照再生剂量 D_i ($i=0,1,2,3\dots$)	$i=0$ 时为天然剂量
2	预热 10 s	去除不稳定信号
3	蓝光激发 40 s, 测量温度 125 °C	获得释光信号 L_x
4	辐照实验剂量 D_t	用以校正释光灵敏度变化
5	预热 10 s	去除实验剂量的不稳定信号
6	蓝光激发 40 s, 测量温度 125 °C	获得实验剂量释光信号 T_x
7	返回步骤 1	重复步骤 1-6, 建立样品剂量响应曲线

长石等效剂量利用两步法进行测定, 具体步骤如下表所示:

步骤	操作	说明
1	辐照再生剂量 D_i ($i=0,1,2,3\dots$)	$i=0$ 时为天然剂量
2	预热 60 s	去除不稳定信号
3	红外激发 100 s, 激发温度 50 °C	获得释光信号 L_{x_50}
4	红外激发 100 s, 激发温度 190 °C	获得释光信号 L_{x_190}
5	辐照实验剂量 D_t	用以校正释光灵敏度变化
6	预热 60 s	去除实验剂量的不稳定信号
7	红外激发 100 s, 激发温度 50 °C	获得实验剂量释光信号 T_{x_50}
8	红外激发 100 s, 激发温度 190 °C	获得实验剂量释光信号 T_{x_190}
9	返回步骤 1	重复步骤 1-8, 建立样品剂量响应曲线

五. 环境剂量率测试

利用 ICP-MS/OES 测定 U、Th、K 质量浓度。

含水率为样品中水与干样的质量百分比。

利用样品含水率、宇宙射线贡献率、测试矿物类型和颗粒大小等参数进行校正, 获得样品的环境剂量率。

参考文献

- Aitken M.J., 1998. An Introduction to Optical Dating: The dating of Quaternary sediments by the use of Photon-stimulated Luminescence[M]. Oxford: Oxford University Press Inc.
- Bøtter-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(4-5):535–541.
- Duller G.A.T., Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements[J]. Radiation Measurements, 2003, 37(2):161–165.
- Duller G.A.T., The Analyst software package for luminescence data: overview and recent improvements[J]. Ancient TL, 2015, 33(1):35–42.
- Lian O.B., Roberts R.G., Dating the Quaternary: progress in luminescence dating of sediments[J]. Quaternary Science Reviews, 2006, 25(19–20):2449–2468.
- Liang P., Forman S.L., LDAC: An Excel-based program for luminescence equivalent dose and burial age calculations[J]. Ancient TL, 2019, 37(2):21–40.
- Mahan S.A., Rittenour T.M., Nelson M.S., et al., Guide for interpreting and reporting luminescence dating results[J]. GSA Bulletin, 2022, 135(5-6):1480-1502.
- Murray A.S., Arnold L.J., Buylaert J.P., et al., Optically stimulated luminescence dating using quartz[J]. Nature Reviews Methods Primers, 2021, 1(1):1–31.
- 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.
- Murray A.S., Environmental radioactivity studies relevant to thermoluminescence dating[D]. University of Oxford, 1981.
- Wintle A.G., Luminescence dating: laboratory procedures and protocols[J]. Radiation Measurements, 1997, 27(5-6):769–817.

释光年代结果*

(示例数据展示)

实验编号	样品号	埋深 (m)	粒径 (μm)	测片数 (n/N)	OD (%)	等效剂量 (Gy)	含水率 (%)	环境剂量率 (Gy/ka)	年代(CAM) (Ka)
L23001	1H-11	5.42	4-11	26/31	15 $\pm$ 2	133.58 $\pm$ 5.01	34.8 $\pm$ 1.7	2.41 $\pm$ 0.14	55.4 $\pm$ 3.9
L23002	AJ01	0.52	90-125	20/40	14 $\pm$ 3	22.71 $\pm$ 0.90	8.1 $\pm$ 5.1	1.50 $\pm$ 0.05	15.1 $\pm$ 0.8
L23003	ZK4-O2	19.42	180-250	18/20	6 $\pm$ 1	16.70 $\pm$ 0.44	17.7 $\pm$ 2.0	3.17 $\pm$ 0.05	5.27 $\pm$ 0.16

*测试流程及参数详见附件

附：环境剂量率测试结果

(示例数据展示)

ICP-MS/OES 测试结果：					
	样品编号		U(mg/kg)	Th(mg/kg)	K ₂ O (%)
标样	GBW07314	测试值	2.76	13.5	2.40
		标准值	2.7	10.2	2.48±0.14
	GBW07315	测试值	1.76	11.1	2.30
		标准值	1.9±0.5	11±1	2.32±0.11
	GBW07316	测试值	1.11	6.95	1.71
		标准值	1.1±0.3	7.0±0.6	1.61±0.12
	BHVO-2	测试值	0.431	1.24	0.517
		标准值		1.2±0.3	0.52±0.01
	BCR-2	测试值	1.70	5.89	1.78
		标准值	1.69±0.19	6.2±0.7	1.79±0.05
空白样	blank		-0.002	0.000	0.000
	blank		-0.002	-0.001	0.000
	1H-11	L23001	2.06±0.08	10.7±0.3	1.44±0.05
	AJ01	L23002	1.43±0.03	5.54±0.31	0.67±0.01
	ZK4-O2	L23003	4.16	15.4	1.78