

谢冰晶. 单颗粒释光测年技术及其在地质考古中的应用研究进展[J]. 岩矿测试, 2020, 39(4): 493 - 504.

XIE Bing - jing. A Review of Single - grain Optically Stimulated Luminescence Technology and Its Application in Geological Archaeology[J]. Rock and Mineral Analysis, 2020, 39(4): 493 - 504.

【DOI: 10. 15898/j. cnki. 11 - 2131/td. 202002030013】

单颗粒释光测年技术及其在地质考古中的应用研究进展

谢冰晶

(中国地质大学(北京), 北京 100083)

摘要:近年来光释光测年在单颗粒技术上的研究取得了一系列重要进展,极大地提高了测年精度,为地质考古测年提供了更大的空间,研究者们对全球重要考古遗址点进行了详细的单颗粒测年,取得诸多考古新发现。单颗粒释光技术是在光释光单片技术上发展而来,对样品的单个石英或长石颗粒进行独立测试,基于单个颗粒测量结果,结合误差理论、统计学分析和样品地质沉积特征分析获得样品的准确年龄。本文结合大量地质考古样品的单颗粒测年数据,重点阐述了单颗粒释光测年技术的原理、发展历程、实验流程、筛选条件和年龄模型。单颗粒释光技术为地质考古的精确定年提供了可能性,尤其是对由于晒退不充分等原因导致的等效剂量分散的样品,如过度分散值(OD)高达20%甚至超过50%的地质考古样品,提供了新的方法和及时支持。通过开展释光测年信号分析,选择不同的单颗粒样品年龄模型分析,可以得到较为可靠的年龄,为诸多地质考古遗迹建立年代学框架。

关键词: 光释光测年; 单颗粒技术; 地质考古; 等效剂量值; 筛选条件; 年龄模型

要点:

- (1) 探讨了单颗粒释光测年的技术优势,提出地质考古年代学研究新方法。
- (2) 分析了单颗粒释光测年的筛选条件和年龄模型,提出精确定年控制方法。
- (3) 总结了单颗粒释光技术的发展历程、实验流程与研究难点。

中图分类号: P597.3

文献标识码: A

释光测年技术最早可追溯至20世纪60年代, Daniels等首次提出天然矿物对电离辐射的发光响应可应用在加热(温度高于500℃)的古代陶器测年中,称为热释光测年(thermoluminescence dating)^[1-2];70年代, Aitken等发现热释光的电子信号还可以被光激发^[3],由此将热释光测年应用在非受热的沉积物中^[4]。1985年 Huntley等^[5]提出释光技术应用在沉积物测年领域,使用绿光照射矿物颗粒激发冷光,并将此命名为“optical dating”。随后近十年发展为光释光测年(optically stimulated luminescence dating, OSL),对沉积物最后一次曝光(或受热)事件的年代测定,测年矿物主要为石英和钾长石,而锆石、方解石、燧石虽有释光特征却并不常用。石英释光信号晒退快但饱和剂量低,目前比

较成熟的石英释光测年可用于100~200ka以来第四纪沉积物的年龄测定;钾长石晒退慢,但红外释光(IRSL)信号饱和剂量更高,目前比较成熟的钾长石释光测年可用于250~300ka以来全球不同区域沉积物的年龄测定。这些都远远大于常用的放射性碳-14测年40~50ka的测年上限,因此被广泛应用在考古学、人类学、地质考古学、地貌学、第四纪地质环境等方面。

传统石英及钾长石测年主要使用每个测片上均为几百至上千颗粒的单片测年技术^[6-7],后来随着释光测年技术进步,发展了可以开展测试每个矿物颗粒释光信号的单颗粒释光测年技术^[8]。早期, Lamothe等^[8]对¹⁴C年龄为9.5~10ka的海沙进行长石单颗粒释光测试,认为样品不完全晒退和长石

收稿日期: 2020-02-03; 修回日期: 2020-03-08; 接受日期: 2020-04-16

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目(DD20160055); 中央高校基本科研业务费专项资金项目(2652015200)

作者简介: 谢冰晶, 博士, 讲师, 主要从事第四纪地质学、新生代年代学研究。E-mail: xiebj@cugb.edu.cn。

的异常衰退很大程度上影响了等效剂量 (equivalent dose, D_e) 的可靠测量,首次证明了单颗粒释光测年的可行性。Murray 等^[9]对澳大利亚六条河流的漫滩相沉积物进行释光测年时发现一小部分晒退不好的石英颗粒最终污染了整个样品,残余剂量约 0.02Gy 导致年龄被高估几百年,认为应该对样品的每个颗粒单独测试来筛除被污染样品。Murray 和 Roberts^[10]将澳大利亚南部风成沉积物石英颗粒每一粒单独制成单片进行单颗粒测年,所得结果与多颗粒单片再生剂量法、多颗粒单片附加剂量法、 ^{14}C 和热释光年龄吻合,并系统分析了单颗粒结果离散的原因。Roberts 等^[11]对澳大利亚 Jimmum 岩画遗址的样品进行单颗粒研究,区分出未晒退或晒退不完全的样品,认为是由于岩石风化后颗粒进入新的地层中导致。Olley 等^[12]对深海沉积物样品进行单颗粒测年,与 ^{14}C 进行比较,结果显示光释光测年在 1.5 ~ 50ka 范围内与 ^{14}C 结果符合,提出单颗粒方法可以有效地应用于晒退不均匀的样品。随后二十年,单颗粒释光测年技术不断发展^[9-10,13],极大程度上提高了光释光测年的准确度。释光测年最后结果取自 95% 置信区间即中间值的 2 倍标准差 (2σ) 之内,对于地质考古样品单颗粒 D_e 测量结果通常较为分散,主要可能是由于以下原因导致:①样品本身的不均一性,包括样品热稳定性不同^[14-15],颗粒之间被晒退能力不同^[16-17],导致最终 D_e 值分散。②在样品埋藏时期受到不同程度的周边环境辐射,尤其是 β 辐射变化较大,如硅质骨料和周边长石颗粒中含有的 ^{40}K 可能会导致石英颗粒成为高辐射的热点,而土壤中的碳酸盐和贝壳则可能会导致石英低辐射区,辐照的不同导致矿物颗粒最后储存的能量不同,最后 D_e 值表现分散。③沉积后的干扰,如沉积地层中埋藏的碎石、风化的基岩崩塌掉的颗粒、生物活动、人类活动导致地层扰动,最终导致年轻颗粒进入较老的沉积物中,或较老的颗粒进入年轻沉积物中。④沉积物最后一次埋藏前为不完全晒退或者晒退不均一,不同沉积类型的沉积物(风成沉积物、河流相与湖相沉积物、重力堆积物与洪积物、洞穴堆积物)晒退程度相差较大^[18-19]。这些扰动、侵入,不同材料的辐射等原因,最终都会传递到 D_e 上,导致在地质考古点中光释光样品的 D_e 值更为分散且分散特征多样化^[20]。对于这些 D_e 值比较分散的样品进行光释光年代测定时,单颗粒技术尤为必要。目前单颗粒释光测年方法被国际同行应用在地质考古领域取得大量高水平成果^[11,13,21-26]。

在我国,石英测年及钾长石 pIRIR 测年已广泛应用于西北干旱区及青藏高原地区沉积物的可靠年龄测量,石英释光测年可用于 50 ~ 60ka 以来沉积物样品年龄测定,钾长石 pIRIR 测年已成功用于我国西北干旱区沙漠、黄土、湖泊沉积 250ka 以来样品可靠年龄的测定^[27-29]。但是在我国多为使用多颗粒的释光测年,目前单颗粒释光测年应用较少,未来应用前景广泛。

1 光释光测年主要原理

光释光测年理论基础是能级理论 (energy - level),自然界中一些矿物(石英、长石等)普遍存在一种现象,当它们暴露在 α 、 β 、 γ 辐射下时,可以在晶体结构内储存一小部分辐射传递过来的能量,这个能量在见光或者受热后归零并释放出冷光,当再次被埋藏时又可以继续储存能量,矿物的这种储存能力像充电电池一样可以反复储存—释放—储存。被储存的能量表示为公式(1),释光测年应用中通常默认 $\dot{D}(t)$ 为常量,则年龄 A 函数可简化为公式(2),通过测定矿物储存的能量和能量吸收速度来确定沉积物最后一次曝光(或受热)时的年代(图1)^[30]。

$$D_e = \int_0^A \dot{D}(t) dt \quad (1)$$

式中: $\dot{D}(t)$ 指环境剂量率,是时间 t 的函数。如果 $\dot{D}(t)$ 是常量,则年龄 A 函数可简化为 $D_e / \dot{D}(t)$ 。

$$A = D_e / \dot{D}(t) \quad (2)$$

式中: D_e 指等效剂量,是电子陷阱自上一次见光归零之后埋藏至今储存的能量总和,单位是 Gy (1Gy = 1J/kg); $\dot{D}(t)$ 指环境剂量率,又称年剂量率,单位是 Gy/a。

如图1所示,光释光测年原理可分为以下四个步骤理解。

(a) 电离:自然界中矿物被埋藏时,受到周围环境中的放射性物质(主要是 U、Th、K)衰变释放产生的能量和宇宙射线作用,价带中的晶体电子发生电离,产生自由电子—空穴对,自由电子被晶格缺陷产生的电子陷阱捕获,空穴则位于能量较低的释光中心。

(b) 储存:随着埋藏时间增加,被捕获的电子越来越多,但是导带下被捕获电子的寿命取决于捕获位置深度,对于测年而言,要求捕获电子足够深(寿命足够长),以至于在测年范围内的泄露数可忽略。

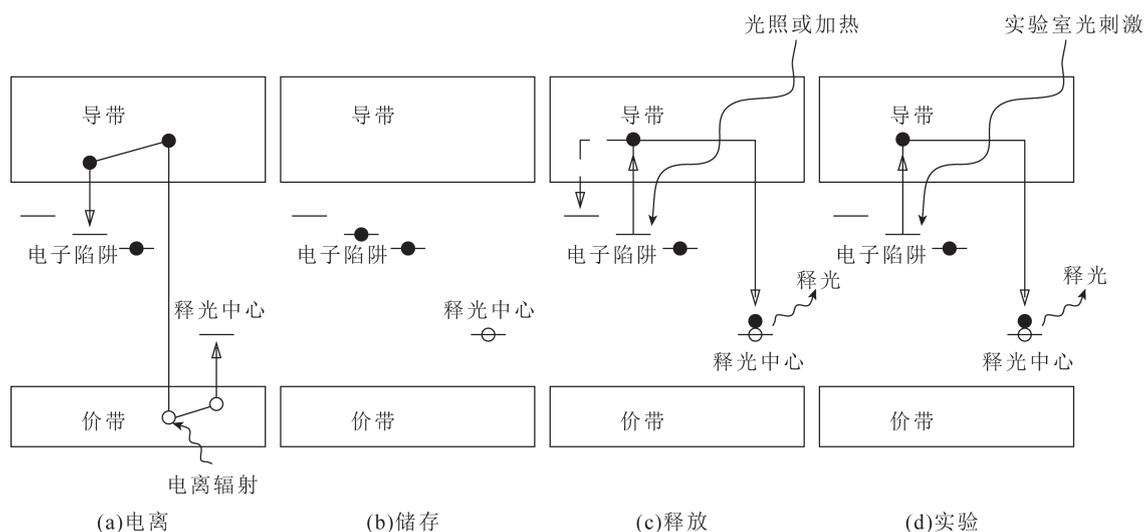


图1 光释光测年原理(据文献[30]修改)

Fig. 1 Principle of optically stimulated luminescence dating (modified from Reference[30])

(c) 释放:在接受阳光照射或受热后,在光敏陷阱中的电子进入导带,随后被其他陷阱捕获或者与释光中心结合,并释放出冷光,照射一段时间后,光敏陷阱清空。

(d) 实验:样品采集到实验室时,使用激光照射样品,将地质历史埋藏时期被捕获的电子释放,再对其加载不同剂量的 β 剂量,分别测试每种剂量下的电子释放数,建立样品生长曲线,再将自然信号对应生长在生长曲线上得到相应的 β 剂量数,最后除以年剂量率得到年代。

前人对如何计算年剂量率已有详细研究^[30-35],单颗粒释光测年主要是对等效剂量的一种测量方式,因此本文对年剂量率仅作简要阐述。 $\dot{D}(t)$ 是指每个颗粒每年吸收的 α 、 β 、 γ 剂量和宇宙射线剂量的总和。年剂量率主要来自于样品本身和周围的放射性元素(主要是 ^{238}U 、 ^{235}U 、 ^{232}Th 以及衰变链中子体, ^{40}K)衰变产生;年剂量率少量由宇宙射线贡献,由样品的海拔、纬度、经度和埋藏深度决定^[31]。 α 射线射程短,仅百分之几毫米($\sim 25\mu\text{m}$),仅作用在矿物颗粒外表面,对样品进行前处理时使用氢氟酸将受到 α 射线影响的外表面去除,因此计算年剂量率时主要计算 β 、 γ 剂量率和宇宙射线的微量影响,但是对于长石颗粒还需要考虑颗粒本身内部 ^{40}K 和 ^{87}Rb 的辐射影响。

D_e 的测量目前主要使用单片再生剂量法(single aliquot regenerative-dose method, SAR)^[36-37]和简单多片再生法(simplified multiple aliquot regenerative-dose protocol, MAR)^[7]。但是,这些方法的 D_e 测试

结果是几百至上千颗粒的平均状态,无法对样品单个颗粒^[8-9,38-39]进行分析。单颗粒释光测年技术通过测量单个石英或长石颗粒,分析不同颗粒之间的差异性,基于数理统计分析获得样品可靠的 D_e 结果^[10-11,40-43]。

2 单颗粒释光测年技术实验流程

2.1 单颗粒释光测年样品前处理

一般地质考古的光释光样品在采集时选择不透明钢管,或者在弱红光灯(波长约630nm)^[44]的条件下采集黑色塑料袋袋装样品。样品运至实验室之后,整个实验在弱红光灯条件下进行操作,将样品进行湿筛或者干筛得到180~250 μm 样品,加入10%盐酸去除碳酸盐部分、30%双氧水去除有机质^[45],清洗样品以后进行二筛得到180~212 μm 或180~250 μm 样品,烘干之后用重液(多钨酸钠或多钨酸锂)进行矿物分离。分离石英的重液组合为2.75、2.62g/cm³,分离钾长石的重液组合为2.75、2.62、2.58g/cm³^[32]。对分离出来的石英、钾长石进行氢氟酸溶蚀,溶蚀的目的主要是为了溶蚀样品外层,去除外部 α 射线对样品年剂量率的影响,同时由于长石更容易被溶蚀,对于石英样品用氢氟酸溶蚀可以除去掺杂的长石。溶蚀石英选择40%氢氟酸反应45min或45%氢氟酸反应40min;溶蚀长石选择10%氢氟酸反应40min(少量长石则为10min)。之后加入足量10%盐酸,去除反应产生的氟化物。最后用蒸馏水洗净之后烘干,再次干筛出180~212 μm 或180~250 μm 石英或钾长石矿物,完成样品前处理。

2.2 D_e 测量程序

Murray 等^[10]开始进行单颗粒尝试时是将每个粗颗粒单独粘在一个不锈钢测片上,每个测片独立测试。这种方法非常耗时,并且之前的多颗粒仪器使用的是卤钨灯或发光二极管,发射 $40\text{mW}/\text{cm}^2$ 的绿光或蓝光照射石英颗粒,这种强度下只有非常亮的颗粒才能发出可探测到的冷光,因此极大地限制了单颗粒测试。随着技术的进步,目前 Automated Riso luminescence reader 这款设备可以开展单颗粒样品的全自动批量测量,使用 10mW 绿光激光(波长 532nm)照射石英,使用 150mW 红外激光(波长 830nm)照射长石,可以准确地对每一个颗粒进行激发。绿光激光照射在样品上能量可达 $40\text{mW}/\text{cm}^2$,聚焦 $20\mu\text{m}$ 的直径范围内,红外激光照射到样品上最强可达到 $400\text{mW}/\text{cm}^2$,考虑到稳定性使用时一般选择最高不超过 $200\text{mW}/\text{cm}^2$ ^[46]。单颗粒测片为镀金铝片,每个片子有 10×10 个空洞,每个空洞直径为 $300\mu\text{m}$,深度 $300\mu\text{m}$,测试的单颗粒最佳粒径为 $180 \sim 250\mu\text{m}$,每个样片可装载 100 颗样品。另外,在一个测片上的所有颗粒可以同时进行⁹⁰Sr β 源辐照或 X 射线辐照,极大地提高了测量效率。

石英单颗粒释光测试流程主要由 SAR 发展而来,利用 IRSL 信号检测长石污染,石英 110°C TL 峰校正信号,小剂量的实验剂量进行灵敏度校正,采用绿光刺激下 125°C 时释放出来的信号,测试最接近石英 OSL 信号的 325°C TL 峰值信号^[6,47-50]。钾长石单颗粒释光测试考虑到长石存在由电子-空穴对之间的隧道复合而引起的异常衰退^[30,51-53],目前常用两步加热法^[54-56]和多步加热法^[57]。

2.3 样品纯度筛选

对于石英单颗粒测年,为了检验提纯获得的石英颗粒是否受到发光信号更强的长石信号的影响,最常用的方法是开展 OSL IR depletion ratio 检测,在 D_e 测试程序最后使用红外光刺激,计算 IR 刺激之后的 OSL 信号/IR 刺激之前的 OSL 信号比值,如果这个比值近似 1 则表示为纯净石英^[58]。此外,还可以用不同温度下的 OSL 信号衰减曲线(decay curve)。对于石英,随着温度的增加衰减更快,但是要考虑高温下的热淬灭(thermal quenching);而长石的衰减曲线则没有明显的区别^[58]。后一种方法比较耗时耗样品,前一种方法可以直接加在 D_e 测量的最后一步,并不需要准备额外的样品,测试时间更短,因此被广泛应用。

2.4 D_e 测量可靠性分析主要标准

单颗粒释光测年中,为了获得准确的 D_e ,对每个颗粒进行测试后需要通过严格的条件筛选出合适的样品颗粒来计算 D_e ^[6,59-60]。目前 D_e 测量可靠性分析主要有以下 5 条标准。

(1) 单颗粒测年需要选择足够亮的颗粒,筛去不发光的杂质颗粒、亮度不够或不发光的石英或钾长石,利用自然剂量下加实验剂量的实验信号(T_n)将不亮的颗粒筛去,条件如下:① T_n 是否大于背景值的 3 倍标准偏差(3σ),舍去 T_n 小于 3σ 的颗粒^[59];② T_n 的相对标准差,一般筛去 T_n 大于 20% ~ 30% 的颗粒。

(2) 利用 T_n 选择出快组分多的颗粒。样品受到光刺激之后释放出来的信号可以分为快组分、中组分、慢组分^[30],释光测年主要采用快组分^[61],因为快组分信号在百万年尺度范围内更稳定^[14],同时在自然界中也最容易晒退^[62],这里主要是指石英颗粒,长石颗粒多考虑异常衰退问题。快组分的贡献程度将很大程度上决定等效剂量计算的精度^[50]。Ballarini 等^[63]在对小于 300 年的年轻沉积物进行单颗粒测试时提出使用前背景法(EBG)计算快组分,即背景信号采用紧邻初始信号积分区间之后的那部分,这一方法相比传统的背景信号选择方法(选择信号积分区间的最后一段的信号平均值),最终将中组分的贡献减少 83%,慢组分的贡献减少 99%。这一方法虽然更大程度减弱了中、慢组分的影响,但是同时也减少了用于计算等效剂量的净信号,降低了 D_e 分析的精度。Cunningham 等^[64]对 4 个年轻样品进行了单片法测试,进一步发展了 EBG 方法,得出结论是对于假定由快速分量控制的信号,采用大约是初始信号长度 2.5 倍的前背景值计算,不会影响等效剂量的精度。另外,也可以使用快组分比例(fast ratio),即快组分减去背景值除以中组分减去背景值^[61,65]。在等效剂量计算的筛选中可以用 fast ratio 值来区分快速和非快速主导的 CW-OSL 信号^[65]。

(3) Recycling Ratio。测试程序最后一步为重复测量一次相同的实验剂量,前后两次结果的比值为 recycling ratio。样品受到反复加热、反复给实验剂量后灵敏度发生变化,通过 recycling ratio 来选择灵敏度变化不大的样品。Murray 等^[6]认为 recycling ratio 在 1.0 ± 0.1 范围内可接受。也有学者如 Jacobs 等^[60]认为 recycling ratio 必须要在 1.0 ± 0.1 范围内且大于 1.0 才可接受。

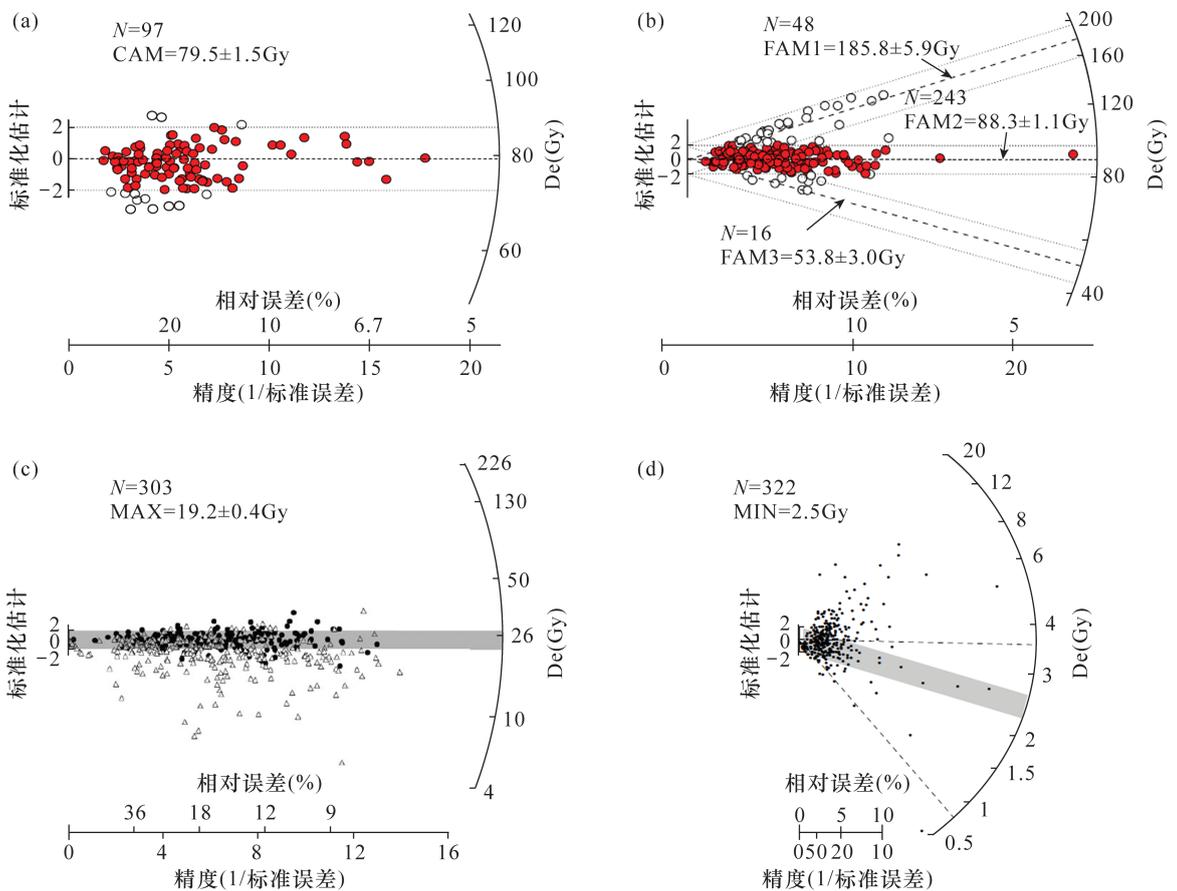
(4) Recuperation。测试程序中多次给实验剂量之后还需要测一个实验剂量为 0 的信号, 将这一步的校正后结果与自然信号或者给定的最大的实验剂量的灵敏度校正后结果的比值为 recuperation。Murray 等^[6]建议这个比值选择不应超过 5%。

(5) 曲线拟合程度。单颗粒测试之后每个颗粒可以采用不同的曲线拟合, 通常在单指数饱和、指数加线性、双指数饱和曲线中选择最佳的曲线, 剔除曲线拟合度较低或者通过外延得到自然信号值的颗粒。

3 单颗粒 D_e 测量结果的主要分析模型

技术和方法的发展极大地提高了大量单颗粒数据的计算效率。对于一个理想样品, 单颗粒之间的 D_e 值所观察到的离散, 应该与仪器测量误差一致。

如本文引言所述, 地质考古样品 D_e 值分布的离散程度通常大于仅从统计学角度考虑的结果, 这些过度分散 (over dispersion, OD) 是指不能仅用测量不确定性来解释, 而是由于实验的其他原因或者颗粒之间自然信号的变化引起^[60], 如仪器测量的重现性^[66-71]。已有研究表明, 信号较好的亮颗粒 OD 值可能低于 1%, 而地质考古样品由于其特殊性, OD 值经常高达 20%, 甚至有些暗颗粒 OD 值可能超过 50%^[60,72-73]。面对大量分散的 D_e 数据, 目前最常用的方法是使用 Radio plot 图解来提取有效信息, 它可以显示每个颗粒的 D_e 值及其测量不确定性^[74-76]。Radio plot 图 (图 2) 从左侧 (标准化估计值) 轴的原点经过数据点直线延伸到右侧的 Y 轴, 交点为 D_e 值, 数据点垂直延伸到底部 X 轴为该数值的测量不确定性, 通常上列用百分数表示相对误差,



(a) 南非 Blombos 洞穴考古遗址中晒退较好的样品, 使用中心年龄模式得到等效剂量值^[77]。
 (b) 南非 Blombos 洞穴考古遗址中晒退不均匀的样品, 使用有限混合模式得到等效剂量值^[77]。
 (c) 澳大利亚最早的人类遗址点 Lake Mungo 中二次晒退样品, 使用最大年龄模式得到等效剂量值^[78]。
 (d) 澳大利亚 Jinmium 岩画遗址点不完全晒退样品, 使用最小年龄模式得到等效剂量值^[11]。

图 2 从考古遗址提取的单一石英颗粒 D_e 值 Radio plot 图解

Fig. 2 Radio plots of the D_e values obtained from single grains of quartz extracted from archeological sites

下列用其倒数表示精度。Radio plot 图解借鉴裂变径迹的统计方法,可以统计传统的加权直方图(概率密度函数)无法统计的一些精度较低、跨越多个分区的 D_e 值^[79]。

单颗粒实验获得的所有颗粒 D_e 信息,通常使用以下5种模式开展 D_e 的分析及可靠年龄的计算。

(1)普通年龄模式(common age model)。这一模式主要用于在沉积前样品晒退好,并且在埋藏过程中受到均一的外界(和内部)辐照,后期也没有受到任何干扰的这一类样品。该模式应用于非对数化的 D_e 值估计,因此使用这一模式计算时,随着单个颗粒的样本数量增加, D_e 的标准误差不会发生明显变化,这也表明普通年龄模式适用于样品离散度非常低的情况,然而自然界中这类样品极少,因此普通年龄模式适用范围很窄^[76,80]。

(2)中心年龄模式(central age model)。如普通年龄模式中所述,自然界中几乎所有样品的单颗粒数据之间都会有离散度(OD),不适合普通年龄模式,这时就需要选择中心年龄模式。这一模式会将每一个颗粒的数据都放入最终 D_e 值的计算中,当中心年龄模式的标准偏差为0时,则和普通年龄模式得到的 D_e 值相同^[76,78]。对于晒退较好的地质考古样品,OD值一般小于20%^[12,17,72], D_e 值相对集中分布在一个组分中,通常使用中心年龄模式计算结果。

Jacobs等^[59,77]对南非Blombos洞穴进行了详细的释光测年,中石器M1期地层ZB4样品大部分 D_e 值落在 2σ 之内,单颗粒中心年龄模式得到 D_e 值为 $79.5 \pm 1.5\text{Gy}$ (图2a),离散值为13.5%,与5mm大测片SAR和2mm小测片SAR得到的 D_e 值 $83.0 \pm 1.8\text{Gy}$ 、 $79.3 \pm 1.0\text{Gy}$ 相吻合。Olley等^[78]对澳大利亚最早的人类遗址点Lake Mungo进行单颗粒测年,中心年龄模式得到 D_e 离散值为19%,最终年龄为 $37.0 \pm 1.6\text{ka}$,与之前使用澳大利亚滑移法得到的 $38.2 \pm 1.3\text{ka}$ 、 $37.8 \pm 1.9\text{ka}$ ^[21]匹配。

(3)最大年龄模式(maximum age model)。这一模式主要适用于最后一次沉积前已经彻底晒退并且在随后的沉积过程中有年轻颗粒混入,或者沉积前晒退很好而沉积后有部分样品又再次被晒退的样品。在这些情况下,在最后一次沉积前晒退很好并且之后一直被埋藏的颗粒是可得正确 D_e 值的颗粒。最大年龄模式应用较窄,如应用在澳大利亚裸露岩石上的岩画测年,现代阳光的照射能将岩石表面几毫米处的颗粒完全或部分晒退,因此我们计算岩画年龄使用最大年龄模式^[81-82];再如Olley等^[78]

对澳大利亚最早的人类遗址点Lake Mungo样品进行了单颗粒释光测年,由于该样品是用半透明树脂保存30年的沙丘砂,利用LM-OSL信号排除了保存过程中再次晒退的颗粒,使用最大年龄模式计算得到年龄值为 $41 \pm 4\text{ka}$ (图2c)。与Bowler等^[21]对同一沉积单元获得的OSL年龄结果一致,证明了最大年龄模式的可靠性。

(4)最小年龄模式(minimum age model)。这一模式与最大年龄模式相反,主要适用于样品在最后一次埋藏前有不完整晒退^[76],或发生了沉积后的混合,尤其是含水沉积物、土壤和考古沉积物等可能是由混合年代沉积物组成^[11,13,17-18,40,77,83-88]。不完整晒退沉积物的 D_e 值因为残余信号,因此系数 γ 比晒退完全的沉积物的 D_e 值大,因此该年龄模式通过 γ 来确定最后计算的 D_e 值被截取的那一段正态分布。当然,除了测量误差和不均匀晒退、沉积混合等造成 D_e 值的扩散,对于完全晒退的样品颗粒同样可能存在过度分散,因此该模式还需要每一个 D_e 值的相对标准误差上增加一个 σ_b 值(OD)。通常可以从同一剖面的相同矿物中晒退较好的样品中获得 σ_b 值,理想情况下是从同等年龄样品中获得,这样能更好地考虑时间等相关因素^[89]。但是,如果缺乏此样品,单颗粒石英样品 σ_b 值可以使用20%、30%来进行敏感性实验^[90]。

Roberts等^[11,13,76]对澳大利亚Jinmium岩画遗址点进行了详细的单颗粒释光测年,认为成岩地层中存在大量不完整晒退颗粒,而之前的TL年龄未排除这部分颗粒,得到的116~176ka人类最早的岩石艺术时代和50~75ka人类最早走出非洲的时代不准确,光释光单颗粒测年使用最小年龄模式,排除掉不完整晒退的颗粒,得到这些岩石雕刻的年龄不早于10ka(图2d)^[11],与¹⁴C年龄吻合,而使用光释光多颗粒方法以及单颗粒的中心年龄模式得到的结果都偏老。

(5)有限混合模式(finite mixture model)。这一模式主要适用于不适合前几种模式的其他样品,比如与最小年龄模式相关的样品中混入了更年轻的样品或有些颗粒受到低于平均水平的辐射(图2b)^[77],再如与最大年龄模式相关的样品中有些颗粒并未完全晒退,尤其是地质考古样品,人类活动、动植物的干扰可能导致不同年龄单元的颗粒混合,采样时样品的污染,地层倾斜导致采样时样品跨越多个沉积单元,样品本身的不均匀晒退等情况^[77,86,88,91-94],这些情况可以考虑使用有限混合模式^[77,95-96]。

Roberts 等对澳大利亚 Jinnium 岩画考古点^[11,13]和 Malakunanja 考古点^[97]样品进行了详细的单颗粒测年,随后 Roberts 等对澳大利亚 Cooloola 地区风成砂进行完全晒退后分别辐照 5、10、20Gy,测试之后利用有限混合模式能很好地将这三类颗粒分开,验证了有限混合模式的合理性^[95]。Roberts 等^[81]和 Galbraith^[96]进一步发展优化了有限混合模式。Jacobs 等^[77,98]将有限混合模式运用于南非 Blombos 洞穴考古遗址中,将之前得到的中石器时代最老沙丘年龄 70ka 提早到 143.2 ± 5.5 ka。

该模式可以将各个独立单元区分开来,应用有限混合模式时需要确定好几个组分,然后根据拟合得到的最大似然估计来确定结果是否合适,OD 值确定方法同最小年龄模式。

4 单颗粒测试所需样品数量

到底单颗粒测年需要测量多少样品才能得到满意结果?这主要取决于样品充分晒退的数量、真实 D_e 值的分散情况,以及年代要求的精确度等等。无论使用哪种模型,样本量越大越好,这样可以包含来自各个混合成分足够多的颗粒,尤其是当完全晒退比例较少时,或者 OD 值过大时,则可能需要相当大的样本量。Rodnight^[99]提出对于部分晒退完全的样品,至少需要 50 个独立的 D_e 值。而对于只有少量完全晒退、高度分散的样品而言,则需要更多的颗粒;对于晒退完全且后期没有被污染的样品,则只需要少量 D_e 值。

5 问题与展望

光释光测年是一种重要的第四纪测年手段,而单颗粒技术的发展进一步提高了测年精度,尤其是对于晒退不充分等原因造成 D_e 分散的样品,提供了新的测年方法。然而单颗粒技术仍然存在很多有待进一步开展深入研究的方面,比如等效剂量值超分散的原因,实验表明一些完全晒退后辐照相同实验剂量的样品,也存在等效剂量值分散的现象^[13,72,77,95],过度分散将会导致最终单颗粒释光测年结果精度下降。可针对同一样品单个颗粒释光行为的根本区别开展进一步研究,改良测量和分析程序,更好地理解等效剂量值的含义、随机不确定性的来源。针对具有不同物源和沉积过程的地质考古样品,改进测量程序,发展新的数据分析方法,更好地理解测量获得的 D_e 值的含义,对于单颗粒释光测年的广泛应用具有重要意义。

此外,单颗粒释光测年结果尽可能与石英及钾长石释光单片法、多片法,以及其他可靠的独立年龄进行对比分析,以及多种测年方法交叉验证依然是建立第四纪地质考古样品可靠年龄标尺的主要途径。

6 参考文献

- [1] Daniels F, Boyd C A, Saunders D F. Thermoluminescence as a research tool[J]. *Science*, 1953, 117: 343 - 349.
- [2] Aitken M J, Tite M S, Reid J. Thermoluminescent dating of ancient ceramics[J]. *Nature*, 1964, 202: 1032 - 1033.
- [3] Aitken M J, Tite M S, Reid J. Thermoluminescent dating: Progress report[J]. *Archaeometry*, 1963, 6: 65 - 75.
- [4] Shelkopyas V N, Morozov G V. Some results of an investigation of Quaternary deposits by the thermoluminescence method[R]//Materials on the Quaternary Period of the Ukraine. Kiev: 7th International Quaternary Association Congress, 1965: 83 - 90.
- [5] Huntley D J, Godfrey - Smith D I, Thewalt M L W. Optical dating of sediments [J]. *Nature*, 1985, 313: 105 - 107.
- [6] 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.
- [7] 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 - 623.
Wang X L, Lu Y C, Li X N. Luminescence dating of fine - grained quartz in Chinese loess—Simplified multiple aliquot regenerative - dose (Mar) protocol [J]. *Seismology and Geology*, 2005, 27(4): 615 - 623.
- [8] Lamothe M, Balescu S, Auclair M. Natural IRSL intensities and apparent luminescence ages of single feldspar grains extracted from partially bleached sediments [J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 555 - 562.
- [9] Murray A S, Olley J M, Caitcheon G C. Measurement of equivalent doses in quartz from contemporary water - lain sediments using optically stimulated luminescence [J]. *Quaternary Science Reviews*, 1995, 14: 365 - 371.
- [10] Murray A S, Roberts R G. Determining the burial time of single grains of quartz using optically stimulated luminescence [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 1997, 152: 163 - 180.
- [11] Roberts R G, Bird M, Olley J M, et al. Optical and radiocarbon dating at Jinnium rock shelter in northern Australia [J]. *Nature*, 1998, 393: 358 - 362.

- [12] Olley J M, De Deckker P, Roberts R G, et al. Optical dating of deep - sea sediments using single grains of quartz: A comparison with radiocarbon [J]. *Sedimentary Geology*, 2004, 169: 175 - 189.
- [13] Roberts R G, Galbraith R F, Olley J M, et al. Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinnium rock shelter, northern Australia: Part II. Results and implications [J]. *Archaeometry*, 1999, 41: 365 - 395.
- [14] 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.
- [15] Rui X, Li B, Guo Y J, et al. Variability in the thermal stability of OSL signal of single - grain quartz from the Nihewan Basin, North China [J]. *Quaternary Geochronology*, 2019, 49: 25 - 30.
- [16] Murray A S, Olley J M. Determining sedimentation rates using luminescence dating [M] // Bruns P, Hass H C. Determination of sediment accumulation rates. Switzerland: GeoResearch Forum, 1999: 121 - 144.
- [17] Olley J M, Pietsch T, Roberts R G. Optical dating of Holocene sediments from a variety of geomorphic setting using single grains of quartz [J]. *Geomorphology*, 2004, 60: 337 - 358.
- [18] Duller G A T. Single - grain optical dating of Quaternary sediments: Why aliquot size matters in luminescence dating [J]. *Boreas*, 2008, 37: 589 - 612.
- [19] 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 H, Lu Y C, Wang C M, et al. A review of OSL dating for water - laid deposits: Progress and prospect [J]. *Nuclear Techniques*, 2011, 34(2): 82 - 86.
- [20] Jacobs Z, Roberts R G. Advances in optically stimulated luminescence dating of individual grains of quartz from archeological deposits [J]. *Evolutionary Anthropology*, 2007, 16: 210 - 223.
- [21] Bowler J M, Johnston H, Olley J M, et al. New ages for human occupation and climatic change at Lake Mungo, Australia [J]. *Nature*, 2003, 421: 837 - 840.
- [22] Morwood M J, Brown P, Jatmiko, et al. Further evidence for small - bodied hominins from the Late Pleistocene of Flores, Indonesia [J]. *Nature*, 2005, 437: 1012 - 1017.
- [23] Marean C W, Bar - Matthews M, Bernatchez J, et al. Early human use of marine resources and pigment in South Africa during the Middle Pleistocene [J]. *Nature*, 2007, 449: 905 - 908.
- [24] Brown K S, Marean C W, Jacobs Z, et al. An early and enduring advanced technology originating 71,000 years ago in South Africa [J]. *Nature*, 2012, 491: 590 - 593.
- [25] Hu Y, Marwick B, Zhang J F, et al. Late Middle Pleistocene Levallois stone - tool technology in southwest China [J]. *Nature*, 2019, 565: 82 - 85.
- [26] Jacobs Z, Li B, Shunkov M V, et al. Timing of archaic hominin occupation of Denisova Cave in southern Siberia [J]. *Nature*, 2019, 565: 594 - 599.
- [27] Li G Q, Jin M, Chen X M, et al. Environmental changes in the Ulan Buh Desert, southern Inner Mongolia, China since the Middle Pleistocene based on sedimentology, chronology and proxy indexes [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2015, 128: 69 - 80.
- [28] Li G Q, Duan Y W, Huang X Z, et al. The luminescence dating chronology of a deep core from Bosten Lake (NW China) in arid Central Asia reveals lake evolution over the last 220ka [J]. *Boreas*, 2017, 464: 264 - 281.
- [29] Li G Q, Yang H, Stevens T, et al. Differential ice volume and orbital modulation of Quaternary moisture patterns between Central and East Asia [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2020, 530, 115901.
- [30] Aitken M J. Thermoluminescence dating [M]. London: Academic Press, 1985.
- [31] 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.
- [32] Aitken M J. An introduction to optical dating: The dating of quaternary sediments by the use of photon - stimulated luminescence [M]. Oxford: Oxford University Press, 1998.
- [33] Aitken M J. Science - based dating in archaeology [M]. London: Longman, 1990.
- [34] Duller G A T. Luminescence dating: Guidelines on using luminescence dating in archaeology [M]. Swindon: English Heritage, 2008.
- [35] Adamiec G, Aitken M. Dose - rate conversion factors: Update [J]. *Ancient TL*, 1998, 16(2): 37 - 50.
- [36] 赖忠平, 欧先交. 光释光测年基本流程 [J]. *地理科学进展*, 2013, 32(5): 683 - 693.
Lai Z P, Ou X J. Basic procedures of optically stimulated luminescence (OSL) dating [J]. *Progress in Geography*, 2013, 32(5): 683 - 693.
- [37] 张克旗, 吴中海, 吕同艳, 等. 光释光测年法——综述及进展 [J]. *地质通报*, 2015, 34(1): 183 - 203.
Zhang K Q, Wu Z H, Lü T Y, et al. Review and progress of OSL dating [J]. *Geological Bulletin of China*, 2015, 34(1): 183 - 203.

- [38] Li S H. Optical dating: Insufficiently bleached sediments [J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 563 – 567.
- [39] Rhodes E J, Pownall L. Zeroing of the OSL signal in quartz from young glaciofluvial sediments [J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23: 581 – 585.
- [40] Olley J M, Caitcheon G G, Roberts R G. The origin of dose distributions in fluvial sediments, and the prospect of dating single grains from fluvial deposits using optically stimulated luminescence [J]. *Radiation Measurements*, 1999, 30: 207 – 217.
- [41] Bøtter – Jensen L, Bulur E, Duller G A T, et al. Advances in luminescence instrument systems [J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32: 523 – 528.
- [42] Thomsen K J, Bøtter – Jensen L, Murray A S, et al. Retrospective dosimetry using unheated quartz: A feasibility study [J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 2002, 101(1 – 4): 345 – 348.
- [43] Jain M, Bøtter – Jensen L, Murray A S, et al. Retrospective dosimetry: Dose evaluation using unheated and heated quartz from a radioactive waste storage building [J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 2002, 101(1 – 4): 525 – 530.
- [44] Sohbaty R, Murray A, Lindvold L, et al. Optimization of laboratory illumination in optical dating [J]. *Quaternary Geochronology*, 2017, 39: 105 – 111.
- [45] Wintle A G. Luminescence dating: Laboratory procedures and protocols [J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27: 769 – 817.
- [46] 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: 535 – 541.
- [47] Wintle A G, Murray A S. The relationship between quartz thermoluminescence, phototransferred luminescence, and optically stimulated luminescence [J]. *Radiation Measurements*, 1997, 27(4): 611 – 624.
- [48] 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.
- [49] Murray A S, Wintle A G. The single aliquot regenerative dose protocol: Potential for improvements in reliability [J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 377 – 381.
- [50] 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.
- [51] Visocekas R. Tunneling radiative recombination in labradorite: Its association with anomalous fading of thermoluminescence [J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1985, 10(4 – 6): 521 – 529.
- [52] Visocekas R, Spooner N A, Zink A, et al. Tunnel after glow, fading and infrared – emission in thermoluminescence of feldspars [J]. *Radiation Measurements*, 1994, 23(2 – 3): 377 – 385.
- [53] 李国强, 赵晖, 文星, 等. 钾长石矿物在全新世样品光释光测年中的应用与校正问题 [J]. *第四纪研究*, 2010, 30(1): 54 – 61.
- Li G Q, Zhao H, Wen X, et al. IRSL dating and correction for Holocene samples with K – feldspar [J]. *Quaternary Sciences*, 2010, 30(1): 54 – 61.
- [54] Thomsen K J, Murray A S, Jain M, et al. Laboratory fading rates of various luminescence signals from feldspar – rich sediment extracts [J]. *Radiation Measurements*, 2008, 43(9 – 10): 1474 – 1486.
- [55] 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(5 – 6): 560 – 565.
- [56] Thiel C, Buylaert J P, Murray A, et al. Luminescence dating of the stratizing loess profile (Austria) – Testing the potential of an elevated temperature post – IR IRSL protocol [J]. *Quaternary International*, 2011, 234(1 – 2): 23 – 31.
- [57] Li B, Jacobs Z, Roberts R G, et al. Review and assessment of the potential of post – IR IRSL dating methods to circumvent the problem of anomalous fading in feldspar luminescence [J]. *Geochronometria*, 2014, 41(3): 178 – 201.
- [58] Duller G A T. Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements [J]. *Radiation Measurements*, 2003, 37: 161 – 165.
- [59] Jacobs Z, Duller G A T, Wintle A G. Optical dating of dune sand from Blombos Cave, South Africa: II – Single grain data [J]. *Journal of Human Evolution*, 2003, 44: 613 – 625.
- [60] Jacobs Z, Duller G A T, Wintle A G. Interpretation of single grain D_e distributions and calculation of D_e [J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 264 – 277.
- [61] Durcan J A, Duller G A T. The fast ratio: A rapid measure for testing the dominance of the fast component in the initial OSL signal from quartz [J]. *Radiation Measurements*, 2011, 46: 1065 – 1072.
- [62] Li B, Li S H. Comparison of D_e estimates using the fast component and the medium component of quartz OSL [J]. *Radiation Measurements*, 2006, 41: 125 – 136.

- [63] 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.
- [64] Cunningham A C, Wallinga J. Selection of integration time – intervals for quartz OSL decay curves [J]. *Quaternary Geochronology*, 2010, 5:657 – 666.
- [65] Madsen A T, Duller G A T, Donnelly J P, et al. A chronology of hurricane landfalls at Little Sippewissett Marsh, Massachusetts, USA, using optical dating [J]. *Geomorphology*, 2009, 109:36 – 45.
- [66] Truscott A J, Duller G A T, Bøtter – Jensen L, et al. Reproducibility of optically stimulated luminescence measurements from single grains of $Al_2O_3:C$ and annealed quartz [J]. *Radiation Measurements*, 2000, 32:447 – 451.
- [67] Li B. A note on estimating the error when subtracting background counts from weak OSL signals [J]. *Ancient TL*, 2007, 25(1):9 – 14.
- [68] Duller G A T. Assessing the error on equivalent dose estimates derived from single aliquot regenerative dose measurements [J]. *Ancient TL*, 2007, 25(1):15 – 24.
- [69] Adamiec G, Heer A J, Bluszcz A. Statistics of count numbers from a photomultiplier tube and its implications for error estimation [J]. *Radiation Measurements*, 2012, 47:746 – 751.
- [70] Galbraith R F. A further note on the variance of a background – corrected OSL count [J]. *Ancient TL*, 2014, 32(1):1 – 4.
- [71] Li B, Jacobs Z, Roberts R G, et al. Variability in quartz OSL signals caused by measurement uncertainties: Problems and solutions [J]. *Quaternary Geochronology*, 2017, 41:11 – 25.
- [72] Galbraith R F, Roberts R G, Yoshida H. Error variation in OSL palaeodose estimates from single aliquots of quartz: A factorial experiment [J]. *Radiation Measurements*, 2005, 39:289 – 307.
- [73] Lian O B, Roberts R G. Dating the Quaternary: Progress in luminescence dating of sediments [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2006, 25:2449 – 2468.
- [74] Galbraith R F. Graphical display of estimates having differing standard errors [J]. *Technometrics*, 1988, 30:271 – 281.
- [75] Galbraith R F. The radial plot: Graphical assessment of spread in ages [J]. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 1990, 17:207 – 214.
- [76] Galbraith R F, Roberts R G, Laslett G M, et al. Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium rock shelter, northern Australia: Part I, experimental design and statistical models [J]. *Archaeometry*, 1999, 41:339 – 364.
- [77] Jacobs Z, Duller G A T, Wintle A G, et al. Extending the chronology of deposits at Blombos Cave, South Africa, back to 140ka using optical dating of single and multiple grains of quartz [J]. *Journal of Human Evolution*, 2006, 51:255 – 273.
- [78] Olley J M, Roberts R G, Yoshida H, et al. Single – grain optical dating of grave – infill associated with human burials at Lake Mungo, Australia [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2006, 25:2469 – 2474.
- [79] Galbraith R F. The trouble with “probability density” plots of fission track ages [J]. *Radiation Measurements*, 1998, 29:125 – 131.
- [80] Galbraith R F, Roberts R G. Statistical aspects of equivalent dose and error calculation and display in OSL dating: An overview and some recommendations [J]. *Quaternary Geochronology*, 2012, 11:1 – 27.
- [81] Roberts R G, Walsh G, Murray A S, et al. Luminescence dating of rock art and past environments using mud – wasp nests in northern Australia [J]. *Nature*, 1997, 387:696 – 699.
- [82] Yoshida H, Roberts R G, Olley J M. Progress towards single – grain optical dating of fossil mud – wasp nests and associated rock art in northern Australia [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2003, 22:1273 – 1278.
- [83] Feathers J K, Holliday V T, Meltzer D J. Optically stimulated luminescence dating of southern high plains archaeological sites [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2006, 33:1651 – 1665.
- [84] Bateman M D, Boulter C H, Carr A S, et al. Detecting post – depositional sediment disturbance in sandy deposits using optical luminescence [J]. *Quaternary Geochronology*, 2007, 2:57 – 64.
- [85] Rittenour T M. Luminescence dating of fluvial deposits: Applications to geomorphic, palaeoseismic and archaeological research [J]. *Boreas*, 2008, 37:613 – 635.
- [86] Jacobs Z, Roberts R G, Galbraith R F, et al. Ages for the Middle Stone Age of southern Africa: Implications for human behavior and dispersal [J]. *Science*, 2008, 322:733 – 735.
- [87] Arnold L J, Roberts R G, Galbraith R F, et al. A revised burial dose estimation procedure for optical dating of young and modern – age sediments [J]. *Quaternary Geochronology*, 2009, 4:306 – 325.
- [88] Lombard M, Wadley L, Jacobs Z, et al. Still bay and serrated points from Umhlatuzana rock shelter, Kwazulu – Natal, South Africa [J]. *Journal of Archaeological*

- Science,2010,37:1773 – 1784.
- [89] Anderson A,Roberts R,Dickinson W,et al. Times of sand: Sedimentary history and archaeology at the Sigatoka Dunes, Fiji[J]. *Geoarchaeology*,2006,21:131 – 154.
- [90] Arnold L J,Roberts R G. Stochastic modelling of multi – grain equivalent dose (D_e) distributions: Implications for OSL dating of sediment mixtures [J]. *Quaternary Geochronology*,2009,4:204 – 230.
- [91] David B,Roberts R G,Magee J, et al. Sediment mixing at Nonda rock: Investigations of stratigraphic integrity at an early archaeological site in northern Australia, and implications for the human colonisation of the continent [J]. *Journal of Quaternary Science*,2007,22:449 – 479.
- [92] Jacobs Z,Wintle A G,Duller G A T, et al. New ages for the Post – Howiesons Poort, late and final Middle Stone Age at Sibudu, South Africa [J]. *Journal of Archaeological Science*,2008,35:1790 – 1807.
- [93] Feathers J, Kipnis R, Piló L, et al. How old is Luzia? Luminescence dating and stratigraphic integrity at Lapa Vermelha, Lagoa Santa, Brazil [J]. *Geoarchaeology*, 2010,25:395 – 436.
- [94] Armitage S J, Jasim S A, Marks A E, et al. The southern route “out of Africa”: Evidence for an early expansion of modern humans into Arabia [J]. *Science*, 2011, 331: 453 – 456.
- [95] Roberts R G, Galbraith R F, Yoshida H, et al. Distinguishing dose populations in sediment mixtures: A test of single – grain optical dating procedures using mixtures of laboratory – dosed quartz [J]. *Radiation Measurements*, 2000,32:459 – 465.
- [96] Galbraith R F. *Statistics for fission track analysis* [M]. Boca Raton: Chapman & Hall/CRC Press, 2005.
- [97] Roberts R G, Yoshida H, Galbraith R, et al. Single – aliquot and single – grain optical dating confirm thermoluminescence age estimates at Malakunanja II rock shelter in northern Australia [J]. *Ancient TL*, 1998, 16:19 – 24.
- [98] Jacobs Z. Testing and demonstrating the stratigraphic integrity of artefacts from MSA deposits at Blombos Cave, South Africa [M] // d’Errico F, Backwell L. *From tools to symbols. From early hominids to modern humans* [M]. Johannesburg: Wits University Press, 2005: 459 – 474.
- [99] Rodnight H. How many equivalent dose values are needed to obtain a reproducible distribution? [J]. *Ancient TL*, 2008,26:3 – 9.

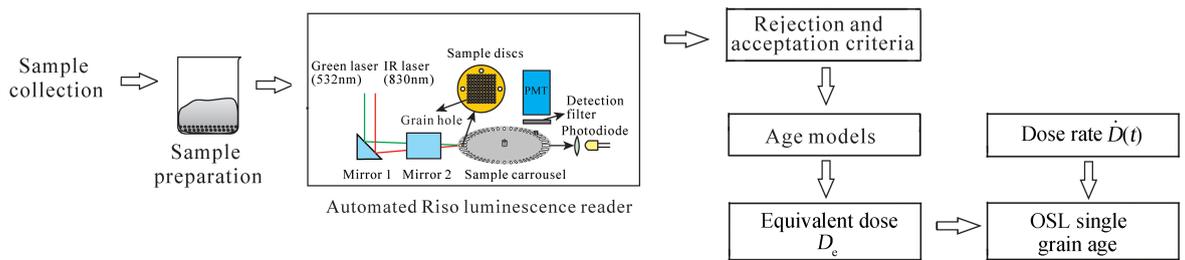
A Review of Single – grain Optically Stimulated Luminescence Technology and Its Application in Geological Archaeology

XIE Bing – jing

(China University of Geosciences (Beijing), Beijing 100083, China)

HIGHLIGHTS

- (1) The advantages of single – grain OSL technology were discussed and the new dating method for Quaternary archaeological sediments was proposed.
- (2) The rejection and acceptance criteria and age models of single – grain OSL technology were investigated, and the method of precise dating was advocated.
- (3) The development process, experimental process and research difficulties of single – grain OSL technology were reviewed.



ABSTRACT

BACKGROUND: In recent years, a series of important progressions has been made in the study of single-grain technology in optical stimulated luminescence (OSL) dating, which greatly improves the accuracy of dating and provides more space for geological and archaeological dating. A detailed single-grain dating has been carried out in globally important archaeological sites and many new archaeological discoveries have been made. The single-grain OSL technology is developed on the basis of photoluminescence monolithic technology. The single quartz or feldspar grains of the sample are independently tested, and the precise age of the sample is obtained based on the measurement results of a large number of grains, combined with error theory, statistical analysis and geological sedimentation characteristics.

OBJECTIVES: To understand the development process, experimental process and research difficulties of single-grain OSL technology.

METHODS: Equivalent dose (D_e) data were obtained by single-grain OSL dating protocol. Error theory and statistical principle were used for D_e value analyzing.

RESULTS: Single-grain OSL dating gets each grain's signal for a sample to determine the D_e value for a sample, rather than the more conventional single-aliquot approach, which each aliquot consists of several 10–1000s of grains. This method was especially beneficial in archaeological contexts where: (1) An individual grain was the smallest fundamental unit for optical dating, providing detailed information on each grain for sample of interest. (2) Individual grains may respond differently even using the same machine under the same measurement conditions, while multi-grain aliquot cannot distinguish the grains suited to SAR procedure and the grains not, resulting that aliquots can be compromised by these ill-suited grains especially when they dominate the OSL signal. (3) Concerning about post-depositional disturbances, beta microdosimetry, possibility of roof spall contamination and non-homogeneous bleaching, these contaminant grains can be recognized by the distribution pattern of single-grain D_e values and be removed prior to age calculation. In order to get the exact D_e , there were 5 rejection and acceptance criteria and 4 age models. Some geological and archaeological samples had over dispersion value (OD) up to 20% or even more than 50% for dark samples. It is important to choose the right rejection and acceptance criteria and age model. This technology can provide new method and necessary support.

CONCLUSIONS: Single-grain OSL technology provided the possibility of precise geological archaeology, especially for samples with D_e dispersion due to insufficient bleaching. By carrying out single-grain OSL dating, choosing the right rejection and acceptance criteria and selecting different age models, a more reliable age can be obtained, avoiding wrong D_e . This method is suitable to establish a chronological framework for many geological and archaeological sites.

KEY WORDS: optically stimulated luminescence (OSL); single-grain technology; geological archaeology; equivalent dose (D_e); rejection and acceptance criteria; age models