黄土中石英粉砂的热发光及黄土地层年龄测定的初步研究*

李继亮　裴静娴　王在中
（中国科学院地质研究所）

卢演俦
（中国科学院贵阳地球化学所）

热发光是晶体被加热到红热温度之前发射的光．它主要是由晶格缺陷以捕获电子的形式贮存起来的电离辐射能，在加热过程中又以光的形式释放出来．热发光的机制目前尚未完全清楚，但大量实验证明，若不受其他因素干扰，晶体的热发光强度与晶体中所积累的辐射剂量之间呈线性关系．这就为热发光技术用于考古、地质样品的年龄测定提供了可能性．近十年来，热发光技术已成功地用来测定古陶瓷的年龄[1,2]，还被用来测定第四纪火山岩的年龄．焙烧和烘烤过的石器的年龄[3]等等．

为了探索热发光技术用于黄土地层年龄测定，我们对陕西省洛川县黑木沟黄土剖面中不同时期的黄土和古土壤样品，以及阿拉善沙漠中不同地貌部位的现代风砂样品**，进行了试验．

一、石英粉砂测样的天然热发光

利用静水沉降和电磁选方法从黄土、古土壤及现代风砂样品中分离出石英粉砂测样．测样的矿物组成主要为石英（一般占75—85%），长石其次（一般占10—25%），其他矿物含量一般都不超过1—2%（表1）．测

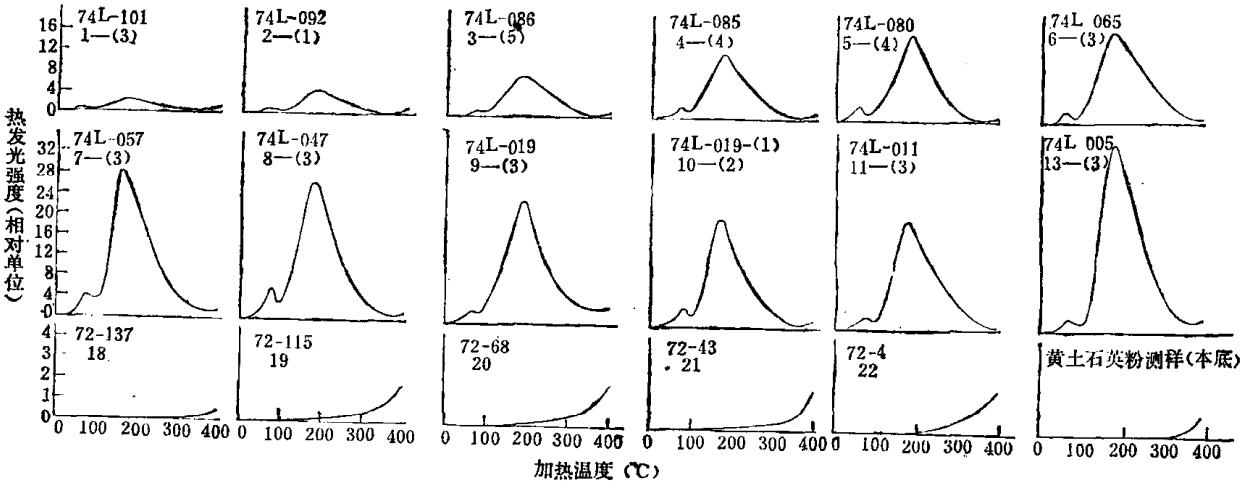

图1　黄土、古土壤和现代风砂中石英粉砂测样的天然热发光曲线

样的粒径为10—100μm．从黄土、古土壤中分离出的测样粒径约20—40μm，从风砂中分离出的测样稍粗，粒径多为40—60μm．电磁选电流较大时分选出的测样稍粗些，石英含量较高，同时颗粒表面较干净、附着物少，呈纯正的黄白色，具有光泽．

用样品注入器控制体积，使每次约15毫克测样在哈肖2000型热发光分析仪中测量．

本文1977年5月4日收到．

* 本工作得到刘东生同志的关怀和指导．文启忠和安芷生同志参加了野外工作．王克鲁和魏兰英同志协助完成测样矿物鉴定．生物物理研究所帮助进行钴源照射．卢伟、王锦文同志协助完成铀、钍和钾的分析．工作中还得到朱海之、陈承惠、郑洪汉、韩家懋、李秀云、胡碧茹、蔡灵锋等同志的帮助．于此一并致谢．

** 风砂样品系中国科学院兰州冰川冻土沙漠研究所沙漠研究室提供的．

表1　洛川黄土剖面中黄土、古土壤样品天然热发光测量汇总表

样品号	层位与岩性	取样深度(米)	测样号	电磁选电流(安培)	矿物组成(%)			天然热发光			
					石英	长石	其他	中温峰峰温(℃)	中温峰峰值(相对单位)	总发光量(相对单位)	"本底"*总发光量(相对单位)
74L-101	马兰黄土顶部	1.0	1-(1)	2.0	74.2	25.8	—	176	2.40	19.9	2.81
	黑垆土下黄土		1-(3)	2.5	65.5	34.0	0.5	180	1.70	22.3	
74L-092	马兰黄土中部黄土	4.5	2-(1)	2.5	73.0	26.1	0.9	179	4.30	30.9	
74L-086	马兰黄土底部	8.2	3-(1)	2.0	84.1	13.6	2.3	183	9.75	53.8	2.16
	I古土壤层上黄土		3-(5)	3.0	80.2	19.6	0.2	176	7.75	61.8	3.30
74L-085	I古土壤层中	9.0	4-(1)	2.0	72.2	26.0	1.8	180	11.30	60.4	2.25
	上部粘土层(AB)		4-(3)	2.5	81.4	18.6	—	155	11.80	78.0	
			4-(4)	3.0	85.4	13.9	0.7	168	12.50	93.5	9.48
74L-080	I古土壤层下伏	11.0	5-(1)	2.0	75.5	23.3	1.2	175	21.00	112.0	2.49
	离石黄土上部黄土		5-(4)	2.5	64.5	35.2	0.2	178	17.00	115.0	5.96
74L-065	V古土壤层顶部	35.0	6-(1)	1.5	82.4	16.3	1.3	180	15.10	94.6	2.7
	(A层?)		6-(2)	<1.5	75.5	23.4	1.1	176	7.70	68.1	4.0
			6-(3)	2.5	91.9	7.9	0.2	174	17.25	114.4	5.96
74L-057	V古土壤母质层	39.5	7-(1)	2.0				180	27.50	138.0	
	离石黄土下部黄土		7-(2)		81.1	18.7	0.2	183	18.15	106.2	4.80
			7-(3)	3.0	83.0	16.4	0.3	170	28.50	159.0	5.19
74L-047	离石黄土下部	54.3	8-(1)	2.0				190	25.00	119.0	2.46
	第1粉砂层顶部黄土		8-(3)	3.0	91.0	7.8	1.2	175	26.00	148.0	5.90
74L-019	午城黄土顶部	76.0	9-(1)	1.5	79.5	20.0	0.5	178	16.00	96.0	2.45
	第2粉砂层上部黄土		9-(3)	3.0	85.9	12.4	1.8	183	23.75	141.5	5.74
74L-019-(1)	第2粉砂层下伏古土壤	81.0	10-(2)	2.5	88.5	11.4	0.2	175	20.25	122.0	4.86
74L-011	午城黄土中部	120.0	11-(1)	2.0	84.0	15.7	0.3	182	17.75	108.5	2.66
	埋藏风化层		11-(3)	2.5	81.0	19.0	—	180	20.50	127.5	4.31
74L-005	午城黄土底部	134.0	13-(1)	2.0	89.1	10.0	0.9	193	17.00	100.8	2.51
	三趾马红土上覆黄土		13-(3)	3.0	70.7	28.4	0.9	179	34.00	190.0	4.88

* "本底"总发光量——测样作一次天然热发光(0°—400℃)测量后,再次测量所得的总发光量(0°—400℃).

表2　阿拉善沙漠中现代风砂样品的天然热发光测量结果

样品号	取样地点	测样号	电磁选电流(安培)	矿物组成(%)			天然热发光	
				石英	长石	其他	总发光量(相对单位)	"本底"总发光量(相对单位)
72-137	北中西部低新月型沙丘链顶部	18	3.0	89.8	8.0	2.2	11.20	3.08
72-115	咱布苏罗斯石质残丘上新月型沙丘顶部	19	3.0				8.91	2.99
72-68	那林哈根西北低矮不规则沙丘顶部	20	3.0				9.68	4.95
72-43	阿拉古山顶单个沙丘顶部	21	3.0				8.39	2.73
72-4	马王庙湖西沙丘迎风坡	22	3.0				6.74	2.33

测样在氮气气氛中被加热，加热温度为0—400℃，线性升温，升温率为15℃/秒．每次测量都在同样条件下进行，直接获得各次测量的热发光曲线和发光曲线下面积的积分值即总发光量．各个测样的天然热发光测量结果列于表1、2和图1，从中可以看出：

1. 黄土和古土壤的测样的天然热发光曲线形态基本一致，都具有显著的中温发光峰，峰温一般为170—185℃左右；从约350℃起发光量又有所增加，但在400℃以内未能测出这个高温发光峰的峰温和峰值．峰温在170—185℃左右的中温峰峰值大小与400℃以内的总发光量之间有良好的线性正相关关系（图2），相关系数为 +0.92．

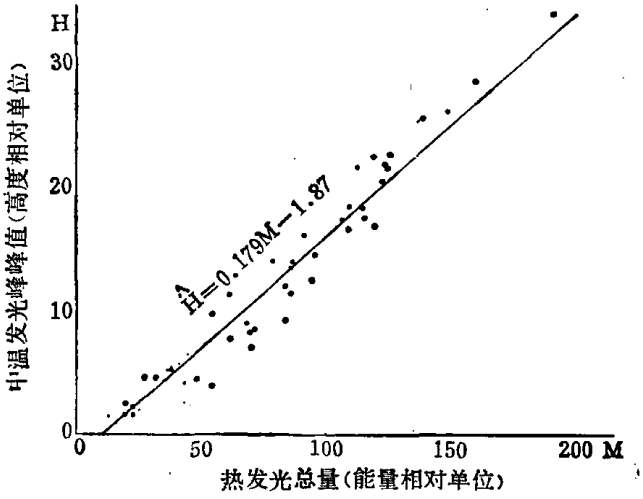

图2　黄土粉砂石英的热发光总量与中温峰峰值相关关系图

2. 同一块样品分离的几种测样，发光曲线形态一致，而发光强度有显著差异（表1）．电磁选电流大时分选的测样一般具有较高的中温峰峰值和较大的总发光量，并且在接受同等大小的人工照射剂量后具有较强的诱发热发光，亦即具有较高的热发光感量．这可能与测样的矿物组成、颗粒粗细及表面附着物有关．

3. 在同样条件下，从黄土和古土壤中分离出来的测样的天然热发光强度，在剖面中自上而下递增，随地层年龄增长而增长．这一现象在马兰黄土和离石黄土中甚明显，而在午城黄土中不太清楚，但从午城黄土底部分离出的13-(3)号测样的天然热发光强度比其他测样的强度都大．

4. 从阿拉善沙漠中处于不同地貌部位的五个现代风砂样品分离出的石英粉砂测样，都具有一致的天然热发光曲线形态，显著特征是没有中温发光峰，在约350℃以后发光量有明显增加．这种发光曲线与黄土、古土壤的石英粉砂测样被迅速加热至400℃冷却后重测所得的“本底”发光曲线相似（图1）．现代风砂的石英粉砂测样的总发光量都很小，变化于6.74—11.20相对单位，平均为8.98相对单位，比最年轻的马兰黄土顶部的石英粉砂测样的总发光量（约20相对单位）还低一倍多，而与黄土的石英粉砂测样的“本底”总发光量（变化于1.81—11.34相对单位，平均为4.43相对单位）处于同一水平（表1、2）．由此可见，热沙漠环境对于石英粉砂有深刻的退火作用，使石英粉砂先前积累的电离辐射能，特别是低、中温峰能级的，遭到强烈的释放，以致基本上被释放干净．

综上所述，可以得到如下初步认识：黄土中石英粉砂颗粒具有大致相同的受热历史．它们在参与黄土堆积之前可能曾相当长时期地暴露于地表或处于热沙漠环境，遭受到强烈退火，使其先前累积的电离辐射能，尤其低中温峰能级的，被释放掉；在它们参与黄土堆积之后，受到黄土中微量放射性物质蜕变而产生的电离辐射，又重新积累电离辐射能，获得次生的天然热发光，并以中温发光峰的生长为其主要特征．这样，黄土中石英粉砂的中温发光峰峰值的增长率可作为黄土地层年龄的一种度量．

二、黄土样品年龄试测

利用热发光技术进行样品的年龄测定时，样品的年龄A为：

$$A=\frac{N_{TL}}{D\cdot S},$$

表 3　黄土和古土壤样品的放射性元素含量及平均年剂量率

样品号	放射性元素含量 (ppm)			放射性比强 (10^{-13} 居里/克)			平均年剂量率 (拉德/年)			
	U	Th	K^{40}	U	Th	K^{40}	有效 α	β	γ	合 计
74L-101	2.45	22.40	2.12	8.12	24.26	143.50	0.24	0.20	0.19	0.63
74L-086	3.05	4.20	2.16	10.12	4.62	145.90	0.12	0.17	0.11	0.39
74L-085	3.10	78.90	2.66	10.28	86.71	180.00	0.33	0.36	0.51	1.20
74L-080	2.30	12.60	2.50	7.63	13.85	168.60	0.15	0.20	0.15	0.50
74L-065	2.85	6.80	2.98	9.45	7.47	201.50	0.07	0.22	0.13	0.42
74L-057	3.00	4.70	2.32	9.95	5.16	156.40	0.06	0.18	0.10	0.34
74L-047	2.65	6.70	2.18	8.79	7.63	147.50	0.07	0.17	0.11	0.35
74L-019	2.15	18.80	1.98	7.13	20.66	133.80	0.10	0.17	0.16	0.43

注：各个样品的 K^{40} 含量系各个样品的K含量乘以 1.119×10^{-4} (K^{40}/K 比值)而得.

式中 N_{TL} 为天然热发光强度(相对单位)，D 为平均年剂量率(拉德/年)，S 为热发光感量*(相对单位/拉德) 即单位剂量诱发的热发光强度. 当以中温峰的增长率来估计样品的年龄时，N_{TL} 以中温峰峰值表示，S 系指中温峰的感量.

1. 样品的平均年剂量率：黄土中石英颗粒所接受的辐射剂量主要来自介质中 U、Th 和 K^{40} 放射性同位素的放射性辐射；宇宙射线提供的剂量是极小的，当样品埋藏于 2 米深以下的土层时可以忽略不计. 黄土比较均质，石英颗粒分布均匀. 如果黄土中 U、Th、K^{40} 处于封闭体系，U、Th 及它们的子系产物处于放射性平衡. 那么，通过测定黄土中 U、Th、K 的含量，计算出样品中 U、Th、K^{40} 的放射性比强，然后可按放射源均匀分布的无限介质中剂量计算的方法[4]，分别估算得各个样品所接受的平均年剂量率 (表 3).

U、Th 蜕变产生的 α 粒子射程短，在石英中约 16—50μm[2]，穿透性差，对于产生热发光并不那么有效. 有关研究表明[1,5]，对于古陶瓷中粒径大于 100μm 的石英颗测样，可以不考虑 α 辐射提供的剂量；对于粒径小于 5μm 的测样，α 辐射产生热发光的效率也只有 β、γ 辐射的 0.05—0.3 倍与测样粒径有函数关系. 考虑到黄土的石英粉砂测样的平均粒径约 30μm，在计算 α 辐射提供的剂量时，取有效率为 0.05.

2. 中温峰感量：经退火后的各个测样分成三份，以 $Co^{60}\gamma$ 源照射，使之分别接受 10^6、10^5、5×10^4 物理伦 (1 物理伦 = 0.84 拉德) 的剂量，然后分别测量其诱发热发光 (方法、条件同天然热发光测量). 石英粉砂测样的诱发热发光曲线 (图 3) 不同于天然热发光曲线. 在 115—135℃ 左右有一个巨大的发光峰，在 155—170℃ 左右有一个明显的拐点，表示出另一个发光峰峰值. 我们的实验表明，用 $Co^{60}\gamma$ 源照射后测样的发光峰峰温会向前移约 10—15℃. 因此，在诱发热发光曲线中 155—170℃左右的拐点可作为诱发的中温峰峰值，从而求得各个测样的中温峰感量 (表 4).

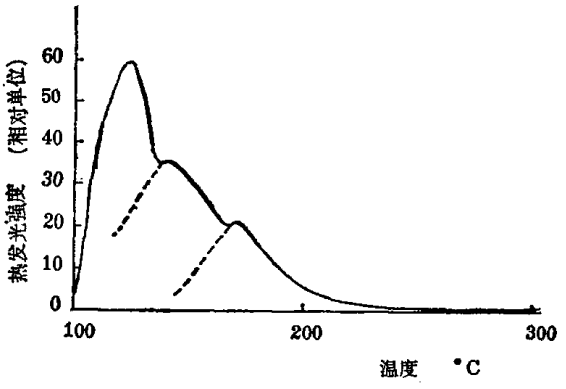

图 3　典型的人工热发光曲线
照射剂量为 10^6伦. 曲线低于100℃的部分省略了. 虚线表示发光峰被掩盖的部分

* 热发光感量又称热发光的剂量响应.

表 4　洛川黄土剖面中黄土和古土壤样品年龄测定结果

样品号	层位	测样号	天然热发光中温峰峰值（相对单位）	中温峰峰值热发光感量（相对单位/10^4拉德）	平均年剂量率（拉德/年）	年龄（距今，年）
74L-101	马兰黄土顶部	1-(1)	2.40±0.10	4.76±0.05	0.63	8000±400
74L-086	马兰黄土底部	3-(2)	4.65±0.35	3.57±0.05	0.39	34000±3030
		3-(5)	7.55±0.15	5.36±0.05	0.39	36000±1080
74L-085	I 古土壤层上部	4-(3)	11.80±1.00	2.83±0.05	1.20	41000±4800
74L-080	I 古土壤层下伏离石黄土上部	5-(4)	17.00±1.00	4.76±0.05	0.50	71000±5300
74L-065	V 古土壤层顶部	6-(1)	15.10±1.60	2.02±0.05	0.42	178000±24000
		6-(2)	7.70±0.30	1.01±0.05	0.42	181000±15800
74L-057	V 古土壤母质离石黄土下部	7-(2)	18.00±1.00	2.50±0.05	0.34	212000±15800
74L-047	离石黄土下部第 1 粉砂层顶部	8-(1)	25.00±0.30	2.26±0.05	0.35	316000±10300
74L-019	午城黄土上部第 2 粉砂层顶部	9-(3)	23.75±0.25	0.83±0.05	0.43	666000±47000

3. 样品年龄：洛川剖面中 8 个黄土和古土壤样品的年龄试测结果见表 4. 各个年龄值的误差是根据天然热发光和热发光感量的测量误差给出的. 平均年剂量率的误差尚难确定，在年龄值的误差中未予考虑.

从初测结果来看，马兰黄土形成于距今约 35,000年至8,000 年前. 第 I 层褐土型埋藏古土壤发育于距今约 71,000 年至 41,000 年前或35,000年前. 第V层褐土型埋藏古土壤发育于距今约 210,000 年至 180,000 年前. 74L-019 号样品处于离石黄土与午城黄土分界线上，也是布伦赫斯正极性世与松山倒转极性世的界线上[6]，其年龄为距今 666,000±47,000 年.

三、小结与存在问题

黄土中石英粉砂在 400℃ 以前的天然热发光是次生的，是在黄土堆积后累积起来的，并以峰温约 170—185℃ 的中温峰的生长为其特征. 中温峰峰值生长率是累积有效剂量和热发光感量的函数，因而也是黄土堆积以来所经历的时间的函数. 利用热发光技术测定黄土地层年龄是可能的，有希望的.

所测定的样品的年龄值是初步的. 这一工作尚属初试，有些问题还待进一步研究. 这些问题主要有：1. 黄土中石英粉砂约 170—185℃ 的中温峰的热稳定性即中温峰的平均寿命；2. 在平均年剂量率计算中，假定 U、Th、K^{40} 处于封闭体系及 U、Th 与其子系产物处于放射性平衡，这个假定还需验证；3. 我们只作了 γ 辐射对测样的热发光感量，进一步工作应分别作 γ、β 辐射和 α 辐射对测样的热发光感量.

参考资料

[1] Aitken, M. J., *et al.*, *Nature*, **219** (1968), 442—445.

[2] Winter, J., in *Dating Techniques for the Achaeologist*, Pennsylvania, 1971, 118—151.

[3] Göksu, H. Y., *et al.*, *Science*, **183** (1974), 651—653.

[4] K. K.，阿格林采夫，场致电离辐射剂量学（潘自强等译），科学出版社，1963, 285—286, 365.

[5] Aitken, M. J. *et al.*, in *Radiocarbon Variations and Absolute Chronology*, Stockholm, 1970, 129—140.

[6] 安芷生等，洛川剖面黄土古地磁研究，待发表.