

从热释光到光释光

李虎侯 曹王敏贤

(香港大学放射同位素研究所 香港)

摘要 扼要地评述了以晶体的辐射效应为基础的热释光测年和光释光测年两种测年技术方法的进展、关系以及问题。

关键词 热释光, 光释光, 年龄测定

1 基础与沿革

利用辐射与物质的作用在结晶固体中遗留下的痕迹作为核辐射的记录设备, 最早发现於1945年广岛试验的废墟瓦砾之中。人们很容易就想到了测量核辐射用的剂量计, 它首先取代了以前测定辐射用的大套固定设备; 测定点的大面积铺设, 有力地提高了工作效率; 适用的范围(地点、环境条件)广为扩展。从而实现了大量实际测定数据的集积, 提高了对核辐射效应以及辐射场分布形成规律的认识。

60年代, 牛津大学全面研究了热释光测定年代的方法, 这是从50年代以 ^{14}C 测年为代表的天然放射性衰变测年之后又为利用天然放射性测年开辟的一条新路, 它代表着辐射效应测年的应用方向。70年代的热释光测年技术, 就方法学角度来看, 针对陶器年代测定已经基本成熟, 因而在应用上得以拓宽。目标很自然地移到地质学领域。分支学科之间的结合也是相互的, 一方是为了发展方法, 另一方则急需年龄数据, 因而彼此互为补充, 关系密切, 导致发展迅速。由於地质样品大部分没有明显的高温受热事件的经历, 如何确定计算年龄的起点就成了一切问题的关键。热释光的阳光晒退效应很快就进入了实验室的范畴, 但问题还未得到圆满的解决, 光释光测年已应运而生。

光释光测年的出现, 打破了热释光测年十年徘徊的沉闷局面, 它是一种技术革新, 但并不是消除徘徊根源的治本良药。更不能取热释光而代之。这是技术科学发展的规律。

2 问题与进展

测定年代所需的两项基本参数是样品中的累积辐射量和年辐射量。因为年代要靠这两个参数求得, 所以两个参数应当在完全相同的条件下获得。然而, 实验工作很难做到, 於是想出了许多折中的方案, 以期过渡到理想的条件。所作的这类折中也好、过渡也好, 都受到自身方法的限制, 多种校正的校正, 修订的修订, 问题愈来愈多。而每一个出现的问题都有一个对策去克服, 随着对策的出现, 问题的解决, 这就是研究领域的发展, 学术水平的提高。

2.1 两个参数数值的统一和标定

测定年代的公式: $\text{Age} = ED/D_a$ 。其主要参数为累积剂量 ED 和年剂量 D_a 。测量两个参数系统的灵敏度差别随样品年龄增大而增加(见表1)。

表1 ED和 D_a 与样品年龄的关系
Table 1 Relation of ED and D_a with age of samples

年龄 Age/a	ED/Gy	D_a /mGy	ED: D_a
10^3	1	1	10^3
10^4	10	1	10^4
10^6	1000	1	10^6

从 D_a 的灵敏度要求出发,如果探测器的灵敏度是 $129\text{pC/kg}\cdot\text{h}$,仪器至少在一年的测定中稳定,同时能保持1%的测量精度。那么,要测一个千年的陶片样品,则仪器的量程必须覆盖5个数量级,而使用的磷光体还不是同一种。更大的年龄范围,那就更难说了。目前,还不可能实现同一种磷光体在同一套热释光测量装置上取得同样测量精度而光强度差别在5个数量级的两个试样的测量。在这种情况下,磷光体之间的比对和归一,测量设备之间的校正,都是测定年龄之前的准备工作。在年龄测定实验室里,往往是把它们统一在一个属于国家一级标准的放射源上,或者由国家一级标准传递,建立实验室的二级标准源,由标准源来标定辐照系统和核查记录辐射剂量的磷光体。

标定是从事辐射应用的人经常要做的一件事,而且必须定期地去做。通常的办法有两种,一是由国家一级标准局过渡,或传递;二是建立自己实验室标准系统,或者通过比对建立同行业的标准站,以便使自己常用的辐照系统工作正常。

2.2 不正常衰退

样品经人工辐照后,热释光峰发生的重叠,造成高温峰的快速衰退。解决的办法有二:一是放置三个月以上,这是预冷却;二是加热预处理,这是预先加热的方法。预冷却的方法费时也费事,很难在实际中应用,故常用的还是预热法。图1是天然长石的预热处理曲线,不同的预热温度对于不同波长激发光源所产生的OSL信号效果不一样,GISL曲线是用绿光激发的,IRSL则是以红外光激发的,但同样都有自己的特征温度。如图2所示,图中实心圆点是实验值,空心圆圈是从实验曲线上取几点微分,求得最佳预热温度。根据这类预热效果的实验测定,为我们针对不同的样品选择预热条件提供了可靠的依据。对于不同的测定对象,都应该先作预热条件的选择,而作这类选择时,又必须在固定的测量设备上来进行。

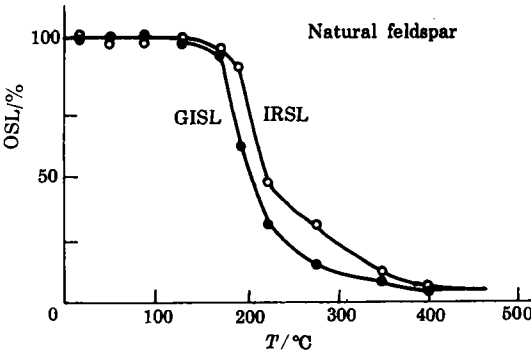


图1 天然长石的预热曲线
Fig.1 Preheating curve of natural feldspar

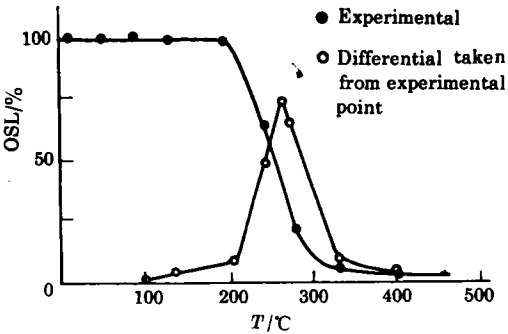


图2 最佳预热温度的选择
Fig.2 Selection of optimum temperature for preheating

预热有多种多样的做法:统一预热,把全部经过辐照后待测量热释光的铝碟放在恒温箱

中加热至某一温度,恒定一段时间;单片预热,则是在测定TL或OSL之前,在某一温度下恒定一段时间。使用过的温度从100℃—250℃都有,时间从30s到几分钟都有,在恒温箱中更可延长放置时间到十几小时。还有一种预热方法叫做脉冲退火,即把样品放在炉片上快速升温到250℃,然后再恒定在50℃下测OSL信号。

预热操作的执行者认为数据稳定,增加了结果的可信度。不承认预热效果的人则认为:光激释光,只是光敏电子在起作用,与热无关,特别是对钾长石的IRSL信号完全没有影响。

2.3 归一化

所谓“归一”就是制定一把尺子,统一在它的度量之下。质量归一是最容易为人们想到的,而从微观结构来分析,在1mg试样中,陷阱电子的数目都在 10^{10} 左右,其中有多少是热敏或光敏,这与矿物的种类、晶格中杂质的含量、形成原因及年代、风化过程和所处环境等因素都有关系。最根本的东西是辐射产生的陷阱电子数目。因此,我们采用剂量归一。剂量归一的方法就是利用一个固定的辐射剂量去辐照各种不同的样品碟,记录它们的释光响应。另一种是按自然积存光归一。

归一化作为一种实验技术,应用得很普遍,所得的数据更反映客观的真实。

2.4 释放出光子的能量

在光晒退中,有一个实验的结果是灯光波长愈短,光讯号衰减愈快,或者说是在这种波长下被每mJ能量激发出的光子释放机会愈大。所以,用氪离子激光器的413nm波长的光就可以激发出320nm的紫外光;用它的红光(753nm)射向老的石英砂时,释光讯号则很弱,而红外光激发时则无法获得石英中的释光讯号。这一技术现已被用作石英样品纯度的检查手段。

发射光子能谱测定是由一个曲面全息光栅光谱仪来完成。探测器输出一对脉冲,经脉冲高度分析以显示谱型,放大后为X轴,Y轴则是入射光子的数目。有了这套设备使我们了解释光特征更深入了一步。图3是钾长石的发射光谱,图中我们看到了在390nm出现了光子计数的峰值。图4是石英的发射峰,峰值在375nm而谱形亦有明显的特征。

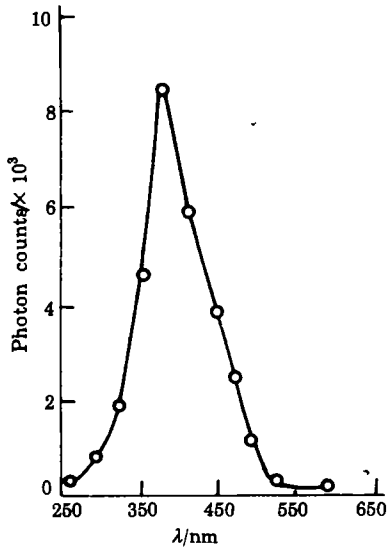


图3 钾长石的发射光谱

Fig.3 Emission spectrum of potassium feldspar

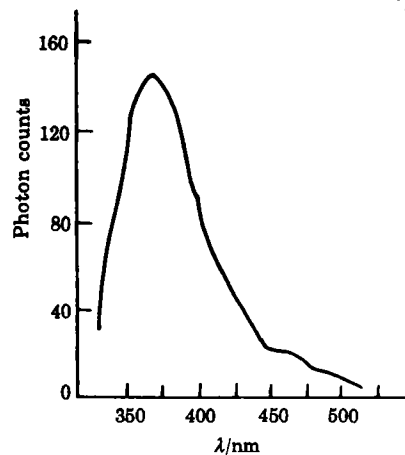


图4 石英的发射光谱

Fig.4 Emission spectrum of quartz

2.5 等效剂量依据

热释光(或光释光)测定年代是利用结晶固体对辐射的热释光(或光释光)的响应,在响应的正比区内用释光强度求得晶体所接受的辐射剂量即等效剂量(ED)。图5是利用递增剂量技术所获得的 ED ,它依据了几何学中的相似形原理,那么要求这条对辐射剂量的热释光(或光释光)响应曲线必须是在直线范围内使用。因此,从方法学的角度,它要求我们去找具有线性响应区的磷光体,它的直线区才是合适于年龄测定的范围。但通常的磷光体所具有的直线响应区并不很宽,而非线性区和饱和区所占比例很大,因此由直线区刚进入饱和区一段往往也成了人们期望的测定范围。加上现代计算机技术的发展,出现了多种软件对实验中的曲线进行“拟合”。必须注意的是用这种手段所获得的 ED 值主观性、随意性较大,不一定完全反映客观真实的 ED 值。

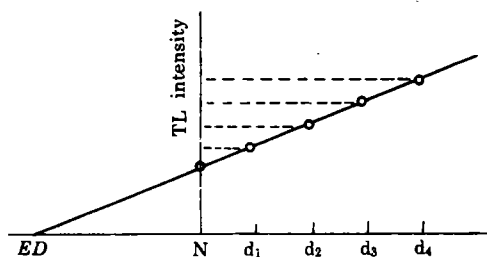


图5 等效剂量的求得

Fig.5 Determination of equivalent dose

From thermoluminescence to optically stimulated luminescence

Li Huhou Tso Wong Manyin

(Radioisotope Unit, The University of Hong Kong, Hong Kong)

Abstract

Thermoluminescence and optically stimulated luminescence are dating techniques based on the radiation effect of crystals. The progress, relationship and problems of both methods are reviewed.

Key words Thermoluminescence, Optically stimulated luminescence, Dating