# 光释光测年单个黄土样品测片个数 选取问题的统计学研究

刘瑞元<sup>12</sup> 刘向军<sup>1</sup> 赖忠平<sup>1</sup>

(1. 中国科学院青海盐湖研究所,青海 西宁 810008;2. 中国科学院大学,北京 100049)

摘 要: 光释光测年多颗粒实验中单个样品的测片个数选取没有一定标准,从几十到一百多个不等。通过 分析7个黄土中颗粒(38~63 μm)样品,分别进行了不同测片个数的等效剂量的实验及统计分析研究。每 个样品的等效剂量由 SAR 法和 SGC 法得到,每个样品不同测片数的等效剂量结果进行了多种统计分析和 检验。认为在风成沉积物的光释光测年实验中,当一个样品进行实验的测片数达到 20~30 个测片时 样品 的等效剂量分布形态就趋于稳定;即此测片数较合理——既能较准确反映统计意义上的样品的古剂量,又 不至于进行大量重复性工作;这对于水成沉积物光释光测年中单个样品的测片个数选取也有一定的参考价 值。

关键词:光释光测年;测片个数;数理统计

中图分类号: P533 文献标识码: A

文章编号:1008-858X(2013)03-0025-05

## 1 引 言

光释光(OSL)测年技术在古环境和考古研 究等方面有广泛应用,优势在于其可以测定沉 积物的沉积年龄,样品易采集,测年范围从一百 年左右到数十万年<sup>[1-2]</sup>,适合于考古和第四纪 定年研究。近年来 OSL 测年方法在第四纪沉 积物测年研究中已取得较为可靠的年代结 果<sup>[3-4]</sup>,为第四纪地质科学的发展提供了极大 的动力<sup>[5-6]</sup>,黄土测年方面的成果尤为显 著<sup>[7-11]</sup>。

长期以来光释光实验中单个样品的测片个 数没有一定的选取标准,一般认为样品应制作 足够多的测片进行等效剂量的测量<sup>[9-11]</sup>。如 Wintle 和 Murray 在 2006 年对单片再生剂量法 (SAR)的综述中<sup>[12]</sup>采用了一百多个测片; Thomsen 等人在 2012 年对石英颗粒较为分散 的 OSL 信号对应的样品剂量分布研究中,单个 样品进行了几十到一千多个不等的单颗粒测试 实验<sup>[13]</sup>。而这些文献中单个样品进行的多个 测片实验工作只是为测得样品的等效剂量,并 未对单个样品的测片个数的选取问题进行专门 讨论。本文对光释光测年多颗粒实验的单个黄 土样品测片个数的合理选取进行了实验和统计 学上的多种分析方法的研究,提出以等效剂量 分布形态的稳定性来判定所用测片个数得到结 果的可靠性,并得出了单个样品较为合理的实



收稿日期: 2012 - 12 - 03;修回日期: 2013 - 04 - 22 基金项目:国家自然科学基金青年基金(41201014)资助。

作者简介: 刘瑞元(1986 -) , , , 硕士, 主要从事测年数据的分析研究。Email: lry201105@163. com。

验测片个数。

#### 2 实验与数据分析

本文共进行了7个黄土中颗粒样品的光释 光实验,黄土光释光实验具有较可靠的测年结 果。本文在采样、实验前处理、上机测试等过程 中均按照相应规范完成,样品等效剂量的测试 在中国科学院青海盐湖研究所完成。其中样品 460的生长曲线如图1所示,可以看出所测样 品的生长曲线基本重合。

7 个黄土样品的光释光实验所测量的等效 剂量结果如表1 所示。

表1 7个黄土样品的测试结果

Table 1         The test results of seven loess sediments samples										
序 号	1	2	3	4	5	6	7			
样品编号	460	461	01	02	03	04	05			
测片个数	$10^{a} + 42^{b}$	$8^{a} + 42^{b}$	$6^{a} + 40^{b}$							
$D_{e}$ 算术平均估计	26.27	29.81	95.65	98.65	221.60	99.60	106.99			
$D_{e}$ 算术平均误差	0.50	1.27	2.78	3.56	5.84	4.51	3.63			
$D_{e}$ 极大似然估计	22.96	26.32	83.95	94.47	179.88	98.37	97.84			
D。极大似然误差	0.49	1.28	2.86	2.93	6.39	4.40	3.39			

其中"测片个数"一栏中的"a,b"分别表示 采用单片再生剂量法(SAR)和标准生长曲线法 (SGC)。等效剂量(*D*<sub>e</sub>)的单位为 Gy,其中计算 *D*<sub>e</sub>的极大似然估计值所采用的极大似然估计 法是英国统计学家 Fisher 在 1922 提出的<sup>[14]</sup>, 目前仍应用广泛并在很多情况下被认为是最优 的参数估计法<sup>[15]</sup>,它是建立在极大似然原理的 基础上的一种统计方法。对于样品中存在的 *D*<sub>e</sub>分布,解似然方程可得 *D*<sub>e</sub>的极大似然估计

为,

$$\hat{D}_{e} = \frac{\sum De_{i} / (\Delta D_{ei})^{2}}{\sum 1 / (\Delta D_{ei})^{2}}$$

由上式知 *D*。极大似然估计考虑了单个测 片的 *D*。误差 ,而 *D*。算术平均估计极易受极端 值的影响。故本文认为极大似然估计法是更优 的 *D*。估计法。

为了解所测样品的 D<sub>e</sub>分布情况,本文先对 样品 460 进行数理统计分析,结果如图 2。



图 2 样品 460 不同测片个数的数理统计分析 Fig. 2 The mathematical statistics for different aliquots of sample 460 图 2 – 1 至图 2 – 3 是不同测片数的  $D_e$ 分 布的正态概率检验,可见,1) 从 10 到 52 个测片  $D_e$ 的分布形态未有大的变化;2) 样品  $D_e$ 的分布 不是标准正态分布,故需选用更优的极大似然 估计法来计算  $D_e$ 。

图 2 -4 至图 2 -6 为  $D_e$ 分布的 1/4 -3/4 分位图检验,从中可以看出  $D_e$ 的分布较集中分 布于所在区间的中部,即  $D_e$ 值不是很分散。 图 2 – 7 至图 2 – 9 是 *D*。分布的核密度估计 及正态分布估计 从图中可知 ,当测片在 20 ~ 30 个左右时 样品的 *D*。分布形态就趋于稳定 ,即再 进行更多测片的实验 ,其分布形态不变。

为进一步证实以上的实验和统计分析结 果,对其余6个样品的*D*。数据分别进行了正态 概率检验和*D*。分布的数理统计分析,结果如 图 3、图 4。



图 3 3 个样品的正态概率检验 Fig. 3 Plot of three samples' normal probability test

图 3 反映,1) 样品的等效剂量分布通常不 是标准正态分布的,为此需选用更优的参数估 计的数理统计方法;2) 当样品所做实验的测片 数在 20~30 个左右时,其概率分布的形态也趋 于稳定了。



#### 图 4 两种估计法计算 3 个样品的 D<sub>e</sub>分布的结果

Fig. 4 The results of two parameter estimation method for three samples'  $D_{\rm e}$  distribution

图 4 表明,当样品测片数达到使等效剂量 分布形态稳定时,两种估计法的结果比较一致。 说明此时的实验结果能较好地逼近古剂量值, 进一步证实了前面的结论。

### 3 讨论

以上工作得出了较理想的光释光实验所需 的单个样品的测片数,但所测的样品D。存在分 布。除了一些不确定的分布因素,如环境辐照 剂量的稳定性、样品位置在地质历史时期不受 扰动、采样或制样等过程的避光问题、储能势阱 在受激后发光的概率波动、仪器的测量误差等 较难定量计算外,如何选择更优的 *D*。参数估计 法以更好地逼近样品真实的古剂量成为计算样 品 *D*。必需解决的问题。本文第二部分简述了 极大似然估计法,为了进一步证明其优越性,在 此对 7 个样品分不同的测片进行极大似然估计 的计算,结果如表 2。

表 2 不同测片数的 D。值采用两种估计法的计算结果之比较分析

**Table 2** The comparative analysis for the results of two parameter estimation method to different aliquots' D<sub>r</sub> values

序号	1	2	3	4	5	6	7
笛卡	26.50(10)	32.73(8)	97.34(6)	94.31(6)	193.26(6)	103.25(6)	100.14(6)
异小	26.86(20)	29.84(20)	92.33(20)	96.37(20)	222.53(20)	103.07(20)	111.34(20)
平均	26.63(30)	28.81(30)	92.48(30)	101.18(30)	224.75(30)	101.03(30)	110.08(30)
估计	26.22(42)	29.26(42)	95.41(42)	99.27(42)	225.65(42)	99.08(42)	108.01(40)
极大 似然 估计	23.58(10)	30.69(8)	87.67(6)	89.94(6)	188.43(6)	100.15(6)	97.47(6)
	23.03(20)	28.20(20)	78.91(20)	95.33(20)	168.45(20)	102.22(20)	104.72(20)
	22.67(30)	25.59(30)	80.77(30)	96.40(30)	175.20(30)	100.16(30)	101.26(30)
	22.84(42)	25.51(42)	83.18(42)	95.19(42)	177.32(42)	98.06(42)	97.91(40)

注: 括号里的数字表示测片个数; 以上 D<sub>e</sub>值的单位为 Gy。

由表 2 可知,采用极大似然估计进行的等 效剂量估计,在测片数增加的情况下样品的等 效剂量值的波动幅度减小,将趋于在某个较小 的区间内变化;而算术平均则受极端值影响很 大,因而波动幅度较大。本文认为对样品存在 的 *D*。分布,以采用极大似然估计为优;此外也 说明,当一个样品的测片个数达到一定值时,其 等效剂量的分布形态也趋于稳定了,故此时的 测片个数为较合理值。

此外,对于不同粒径的黄土样品、其他风成 沉积样品及水成沉积样品,除了同样的导致 D<sub>e</sub> 分布的因素目前仍难于定量计算外,D<sub>e</sub>分布的 统计问题及其计算却具有普遍性,可参考本文 的研究结果。

#### 4 结 论

本文通过数理统计分析 得出了光释光测

年多颗粒实验中单个黄土中颗粒样品所需测片 数的一个比较理想值为 20~30 个左右。为了 提高光释光测年的准确性,除了改进或创新实 验流程以减少实验误差外,样品等效剂量存在 一个分布形态,需用更优的统计方法进行样品 等效剂量的参数估计。通过以上分析,得出以 下结论。

1)通过实验和统计分析,找出了光释光实验中单个黄土样品所需测片数的理想值为20~
 30个左右,即此测片个数能反映统计意义上的趋于稳定的样品等效剂量分布形态。

2) 提出以 D<sub>e</sub>分布形态趋于稳定作为样品 光释光选取测片个数合理性的一种判定标准。

3)极大似然估计是计算存在样品等效剂 量分布的更优的参数估计法。

 4) 其他粒径样品或水成沉积物等的光释 光测年中单个样品的测片数选取也可参考本 文。

#### 参考文献:

第3期

- Rhodes E J. Optical dating of quartz from sediments [D]. Oxford: Oxford University ,1990.
- [2] Stokes S, Thomas D S, Washington R. Multiple episodes of aridity in southern Africa since the last interglacial period
   [J]. Nature ,1997 388(6638):154 - 158.
- [3] Clarke M L , Rendell H M , Wintle A. Quality assurance in luminescence dating [J]. Geomorphology G ,1999 , 29(1 – 2): 173 – 185.
- [4] Murray A S , Olley J M. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review [J]. Geochronometria , 2002(21):1-16.
- [5] Wintle A G , Murray A S. Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review [J]. Radiation Measurements , 2006 , 41(4): 369 – 391.
- [6] Lai Z P , Wintle A G. Locating the boundary between the Pleistocene and the Holocene in Chinese loess using luminescence [J]. The Holocene , 2006 ,16(6): 893 – 899.
- [7] Telfer M W, Thomas D S G, Parker A G, et al. Optically Stimulated Luminescence (OSL) dating and palaeoenvironmental studies of pan (playa) sediment from Witpan, South Africa [J]. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 2009, 273(1-2):50-60.

- [8] Wang X L , Miao X D. Weathering history indicated by the luminescence emissions in Chinese loess and paleosol [J]. Quaternary Science Reviews ,2006 ,25(13-14):1719-1726.
- [9] Aitken M J. An introduction to optical dating [M]. Oxford: Oxford University Press, 1998.
- [10] Roberts H M. The development and application of luminescence dating to loess deposits: a perspective on the past, present and future [J]. Boreas, 2008, 37(4):483-507.
- [11] Wintle A G. Fifty years of luminescence dating [J]. Archaeometry ,2008 ,50(2): 276-312.
- [12] 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 A1(4): 369 – 391.
- [13] Thomsen K J , Murray A , Jain M. The dose dependency of the over-dispersion of quartz OSL single grain dose distributions[J]. Radiation Measurements , 2012 , 47 (9) : 732 – 739.
- [14] Fisher R A. On the Mathematical Foundations of Theoretical Statistics [J]. Philosophical Transactions of the Royal Society, 1922, 222: 309 – 368.
- [15] 黄玉洁 陶凤梅 刘娅. 极大似然估计及其应用[J]. 鞍 山师范学院学报 2011,4:1-6.

## The Sample's Aliquots Number for Loess SAR OSL Dating Using Statistic Analyses

LIU Rui-yuan<sup>1,2</sup>, LIU Xiang-jun<sup>1</sup>, LAI Zhong-ping<sup>1</sup>

(1. Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008, China;
2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: On single aliquot OSL dating , there is not a criterion for one sample's aliquot number. Published papers contain aliquots from dozens to more than one hundred. This paper using seven loess samples with medium grain ( $38 - 63 \mu m$ ) analyzing D<sub>e</sub> distributions with varying numbers of aliquots for each sample , and also analyzing with statistic model. Each sample's D<sub>e</sub> was acquired by SAR and SGC. The results shown that when the number of one sample's aliquot reach  $20 \sim 30$ , the sample's equivalent dose distribution pattern will approximately stable , namely there exist the ideal number of aliquots for each sample to reach the statistical significance. Our results also has important reference value for the OSL dating of waterlain sediments.

Key words: OSL dating; Aliquots number; Mathematical statistics