

晚更新世化石等效剂量标准生长曲线构建

黄曼琛¹ 韩非¹ 肖萍² 李梦琪¹ 高峰³

1(云南大学 云南省地球系统科学重点实验室 昆明 650500)

2(玉溪师范学院 教师教育学院 玉溪 653100)

3(云南省文物考古研究所 昆明 650500)

摘要 通过分析牙釉质化石自然样品的电子自旋共振(Electron Spin Resonance, ESR)信号强度,可以构建牙釉质标准生长曲线(Standardised Growth Curve, SGC),用以直接获得样品等效剂量(D_e)值。但由于不同时段的化石样品石化程度不同,其剂量响应特征也不尽相同,很难建立统一的化石标准生长曲线。本研究通过对 32 个中晚更新世阶段牙釉质样品 ESR 信号分析发现,这一时段的样品具有近似的剂量响应,因此在前期工作的基础上尝试采用三种不同方法构建晚更新世化石样品的标准生长曲线,并将获得的化石样品等效剂量与附加剂量法的结果进行了比较,最小偏差在 26% 内。本文还探讨了建立化石样品标准生长曲线的潜在优势。

关键词 电子自旋共振测年, 等效剂量, 标准生长曲线, 化石, 晚更新世

中图分类号 P534.63, P597+.3

DOI: 10.11889/j.0253-3219.2024.hjs.47.010001

Establishing the standardised growth curves of Late Pleistocene fossil teeth for electron spin resonance dating

HUANG Manchen¹ HAN Fei¹ XIAO Ping² LI Mengqi¹ GAO Feng³

1(Yunnan Key Laboratory of Earth System Science, Yunnan University, Kunming 650500, China)

2(College of Teacher Education, Yuxi Normal University, Yuxi 653100, China)

3(Yunnan Institute of Cultural Relics & Archaeology, Kunming 650500, China)

Abstract [Background] Gamma source irradiation is the most commonly used way at present for the equivalent dose (D_e) determination of fossil samples in electron spin resonance (ESR) dating. However, it is facility-limited and time-consuming in many cases. [Purpose] This study aims to establish the standardised growth curves (SGCs) of fossil enamel samples for determining the D_e by ESR without gamma irradiation. [Methods] First of all, we analyzed 20 tooth samples from the Late Pleistocene sites, and they exhibited similar dose response characteristics. Then, based on our preliminary work, we attempted to establish the SGCs of these Late Pleistocene fossil teeth using three different methods: (1) a simple method (fitting the natural dose points of fossil samples from Middle to Upper Pleistocene sites with exponential functions), (2) an average method (fitting the dose points with averaged ESR signal intensities), and (3) a representative sample method (establishing a SGC by using a representative sample). Finally,

国家自然科学基金(No.42172022, No.41772174)、国家自然科学基金国际合作项目(No.41911530235)和云南省高层次人才引进计划"青年人才"专项(No.202201AT070211)资助

第一作者: 黄曼琛, 女, 1998 年出生, 2021 年毕业于广东财经大学, 现为硕士研究生, 研究领域为地质年代学

通信作者: 韩非, E-mail: hanfei@ynu.edu.cn

收稿日期: 2023-08-28, 修回日期: 2023-10-29

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.42172022, No.41772174), NSFC-CNRS Sino-French Cooperation Project (No.41911530235), Yunnan Fundamental Research Project (No.202201AT070211)

First author: HUANG Manchen, female, born in 1998, graduated from Guangdong University of Finance & Economics in 2021, master student, focusing on quaternary geochronology

Corresponding author: HAN Fei, E-mail: hanfei@ynu.edu.cn

Received date: 2023-08-28, revised date: 2023-10-29

dose values obtained by each method were compared with those determined by the additive dose method (ADM).

[Results] The results of D_e determined by the simple and average methods are close, with a deviation of less than 32% from the ADM results. The dose values obtained by SGC using the representative sample method generally agree with those of the ADM, with a deviation within 26%, which is the smallest among the three methods.

[Conclusion] Although the uncertainties of the dose values obtained for the SGCs are not very close to those obtained using the ADM, it indicates the potential to quickly determine a more reasonable D_{max} for irradiation, identify the possible intrusion of fossil samples, and analyze small or precious fossil samples.

Key words Electron spin resonance dating, Equivalent dose, Standardised growth curves, Fossil, Late Pleistocene

电子自旋共振(Electron Spin Resonance, ESR) 测年法是一种基于天然放射性辐射损伤原理的测年方法, 其测年对象包括哺乳动物骨化石、石英矿物和洞穴碳酸盐堆积等多种不同类型的地质和考古样品, 测年范围约为千年至百万年尺度, 被广泛用于第四纪地质与史前考古年代学研究^[1-2]。其中, 牙化石的 ESR 测年是考古遗址中常用的测年手段之一。相较于¹⁴C、铀系(U-Th)、释光方法, ESR 方法的优势在于其可对遗址化石进行直接测年, 得到的年代指示意义更明确。

在牙化石 ESR 测年研究中, 化石样品扮演了剂量计的角色, 其记录了埋藏过程中所积累的来自其本身和周围环境中放射性核素(U、Th、K)衰变产生的 α 、 β 、 γ 射线及宇宙射线辐射贡献的剂量之和。为了获得化石样品累积的总天然辐射剂量, 目前通常采用的方法为附加剂量法, 即通过人工 γ 辐照源(⁶⁰Co 或 ¹³⁷Cs)对同一样品的多个子样品进行不同剂量的辐照, 然后对各剂量点的 ESR 信号强度拟合外推求得等效剂量(D_e)。在实际应用中, 由于 γ 辐照源对人体和环境存在安全隐患, 加之对测年样品的实际辐照剂量需要根据其在辐照过程中放置的具体位置, 采用其他标准剂量计(如丙氨酸剂量片)进行准确校正, 因此, 目前国内外只有为数不多的专业机构可以开展此类定量辐照工作, 且辐照周期一般都较长; 此外, 由于一些用于考古遗址测年的牙化石样品的实际情况(如样品大小和完整性等)无法满足制备多个牙釉质样品(通常为 10 个)进行辐照的样品量, 也在很大程度上限制了牙化石 ESR 测年在考古遗址研究中的广泛应用。

为此, 我们借鉴了目前释光测年中使用的标准生长曲线(Standardised Growth Curve, SGC)方法^[3-10], 对曾经开展过 ESR 测年工作的多个考古遗址化石样品自然信号进行了再分析, 并尝试建立了化石样品的 SGC^[11]。初步结果显示, 对不同牙釉质自然样品归一化后的 ESR 信号强度与附加剂量法得到的 D_e 值之间存在对应关系, 有可能用来构建化石 SGC。这一方法可以通过非辐照的方式来获得化

石样品的 D_e 值, 大大简化了获得等效剂量的实验过程。但同时也注意到, 对于部分早更新世化石样品($D_e > 2$ kGy), 通过 SGC 获得的 D_e^* 值(为了便于区分, 由标准生长曲线计算得到的剂量值均用 D_e^* 表示)与采用传统附加剂量法(Additive Dose Method, ADM)拟合外推得到的 D_e 值之间存在较大偏差^[11], 这可能是由于化石在埋藏过程中牙釉质的剂量响应特征会随样品的石化程度发生改变。研究显示, 现代牙齿与牙齿化石在 ESR 剂量响应上存在显著差异^[12-13]。因此需要尝试对不同时间段的化石样品分别建立 SGC。本文在先前工作的基础上, 对已通过附加剂量法获得 D_e 值的晚更新世化石样品自然信号及其对辐照剂量响应特征的变化进行了深入分析, 尝试建立晚更新世化石样品的 SGC。

1 样品的采集与研究方法

1.1 样品的采集与分析

本研究建立 SGC 的 32 颗化石样品来自我们曾开展过测年工作的 9 处考古遗址(部分数据未发表)^[14-16](表 1)。其中晚更新世化石样品来自云南的景洪娜咪因和沧源农克硝洞遗址。为了保证 SGC 的精度, 所有参与建立 SGC 的化石样品的 D_e 拟合校正决定系数(Adjusted R^2)均大于 0.995。

1.2 等效剂量的测定

1.2.1 ESR 测量

本研究中的化石样品 ESR 测量分析在云南大学地球系统科学省重点实验室电子自旋共振(ESR)测年实验室完成。分析采用德国 Bruker 公司的 ESR5000 型 X 波段 ESR 谱仪, 该仪器还同时配备了自动进样和转角系统, 可以减少在人工换样过程中由于样品在共振腔中的位置变化对信号测量造成的影响, 提高了测量结果的可重复性和测试精度。ESR 信号强度通过测量牙釉质中由 CO_2^- 基辐照产生的信号($g=2.0018$)的 T1-B2 峰差获得^[17](图 1), 为减小测量环境变化和仪器稳定性对信号测量的影响, 每个样品的 ESR 信号重复测量了 4 次, 并根据样品

表1 本文建立标准生长曲线所用化石样品遗址信息
Table 1 Locality information of the fossil samples used to establish the SGCs in this study

遗址编号 Number	遗址名称 Sites	遗址时代 Period	化石样品数量 Number of fossil samples	参考文献 Reference
1	景洪娜咪因 Naminan	晚更新世 Upper Pleistocene	11	未发表 Unpublished
2	农克硝洞 Xiaodong	晚更新世 Upper Pleistocene	9	未发表 Unpublished
3	临沧大岩脚洞 Dayanjiaodong	中更新世 Middle Pleistocene	1	未发表 Unpublished
4	开远架吉 Jiaji	中更新世 Middle Pleistocene	1	未发表 Unpublished
5	江川甘棠菁 Gantangqing	中更新世 Middle Pleistocene	1	未发表 Unpublished
6	郧县梅铺 Meipu	中更新世 Middle Pleistocene	3	[14]
7	沂源骑子鞍山 Anshan	中更新世 Middle Pleistocene	3	[15]
8	阳原后沟 Hougou	中更新世 Middle Pleistocene	2	[16]
9	张家口尚义 Shangyi	中更新世 Middle Pleistocene	1	未发表 Unpublished

质量对信号强度进行了归一化处理。

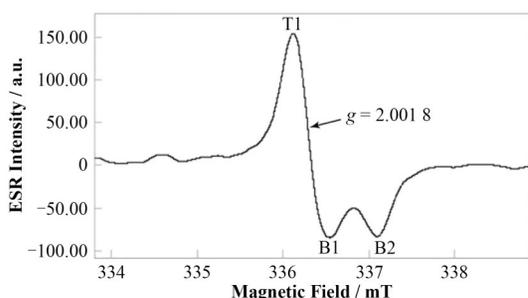


图1 牙釉质样品 ESR 信号谱图
Fig.1 ESR signal spectrogram of tooth enamel

1.2.2 等效剂量拟合函数的选取

目前, ESR 化石测年最常用的数学拟合方程为单饱和指数 (Single Saturation Exponential, SSE) 函数, 该方程对低辐照剂量区间化石样品的剂量点拟合效果较好, 适合 D_E 值相对较小的化石样品的剂量点拟合^[18]。SSE 拟合方程是基于被测样品内陷阱数量一定时, 陷阱捕获电子的概率随未成对电子数量增加而减少的物理机制提出的^[19], 公式如下:

$$I = I_m \left(1 - e^{-\frac{(D + D_E)}{D_0}} \right) \quad (1)$$

式中: I 为 ESR 测量信号强度; I_m 为 ESR 饱和信号强度; D 为人工辐照剂量; D_E 为样品等效剂量; D_0 为特征饱和剂量。

考虑到样品测年信号可能由不同顺磁中心产生, 其剂量响应特征可能不同, 有学者提出了双饱和指数 (Double Saturation Exponential, DSE) 拟合和单指数加线性拟合 (Exponential Plus Linear, EPL) 等拟合方式^[20-21]。近年来, 有研究探讨了 SSE、DSE、EPL 三种拟合方法在化石 ESR 测年中的应用, 结果表明, 对于较老的化石样品 ($D_E > 2$ kGy), DSE 函数的拟合效果系统性优于 SSE 和 EPL 函数, 而 SSE 函数在

应用于较老的化石样品 D_E 拟合时, 可能会导致样品年龄的高估^[22]。但本研究的晚更新世化石样品, D_E 一般小于 100 Gy, 由于对 10 个剂量点进行拟合时, 采用 SSE 函数获得的 D_E 拟合精度要高于其他两种拟合函数, 因此, 本文中讨论的化石样品的 D_E 值均采用 SSE 函数在 Origin 2021 软件中拟合计算得出。

样品的剂量响应特征可由式(1)中提到的 I_m 与 D_0 描述, 这两个值也反映了样品间剂量响应的差异。我们总结了景洪娜咪因遗址 11 个样品的结果, 如图 2 所示, 这些样品的 I_m 和 D_0 之间存在较好的相关关系, $I_m = (0.02 \pm 0.01) D_0 + (106.67 \pm 60.56)$, 该趋势表明样品的剂量响应特征具有相似性, 这也为标准曲线的构建提供了可能。

2 结果与讨论

2.1 简单法标准生长曲线

首先尝试通过化石的 D_E 与其自然样 ESR 信号强度 (归一化后) 的关系构建晚更新世标准生长曲线, 称为简单法标准生长曲线 (以下简称简单法 SGC)。简单法 SGC 基于景洪娜咪因遗址的 11 个晚更新世化石样品和表 1 中的 12 个中更新世化石样品, 对中晚更新世共计 23 个样品的自然剂量点分别采取了线性拟合和指数拟合两种方式尝试构建 SGC。其中线性拟合采用了 Origin 软件中的 York 拟合函数, 其与常规线性拟合不同之处在于在拟合过程中同时考虑了横纵坐标的误差^[23], 通过 York 线性拟合给出的方程为 $y = (0.367 \pm 0.001)x + (0.096 \pm 0.047)$; 而指数方程参考了 ESR 测年中的 SSE 拟合函数, 但自然样品的信号强度始于零点, 所以式(1)被简化为:

$$y = I_m \left(1 - e^{-\frac{x}{D_0}} \right) \quad (2)$$

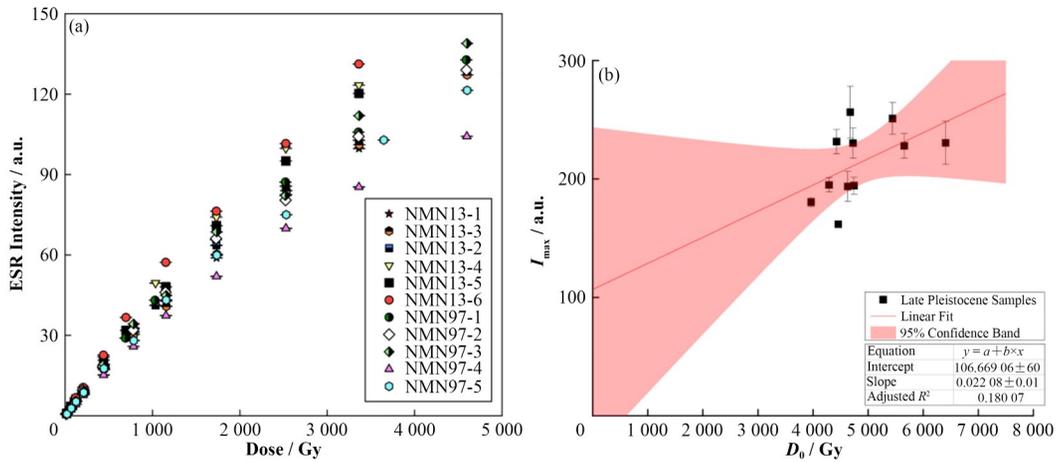


图2 景洪娜咪因遗址化石样品剂量响应特征图 (a) 娜咪因样品剂量响应示意图, (b) 娜咪因样品 D_0 与 I_m 关系图
Fig.2 Dose response curves of fossil samples from the Late Pleistocene site Jinhong Naminan
 (a) Schematic of the dose response, (b) Correlation diagram between D_0 and I_m

通过式(2)得到指数拟合的SGC方程为 $y = 169.07 \times (1 - e^{-(x/3910.04)})$, 图3中横坐标为通过拟合外推法得到的牙釉质样品 D_E 值, 纵坐标为自然样品经过归一化的ESR信号强度, 蓝色和红色条带分别代表线性和指数标准曲线方程拟合的95%置信区间。由图3可以看出, 通过比较两种拟合方程的拟合优度 R^2 , 发现指数方程的拟合效果 ($R^2=0.971$) 优于线性方程 ($R^2=0.960$)。

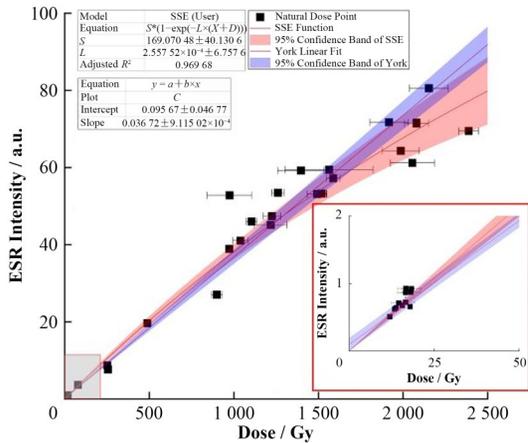


图3 牙釉质样品ESR信号强度与 D_E 值线性及指数关系图 (彩图见网络版)

Fig.3 Linear and exponential correlations between the ESR signal intensities of the fossil samples and D_E values (color online)

本研究选取了上文提到的农克硝洞9个已知 D_E 值, 但未参与建立SGC的晚更新世化石样品, 与 D_E^* 进行了对比。从图4对比结果可以看出, 线性方程的 D_E^* 计算结果与指数方程相比明显偏离1:1对角线, 且线性方程结果总体分布在对角线的上方, 说明线性SGC的 D_E^* 系统性高于ADM的 D_E 结果。表2数据显示, 线性SGC计算的 D_E^* 与ADM的 D_E 结果整

体偏差值在0%~48%之间; 指数SGC的 D_E^* 与ADM的 D_E 结果整体偏差值在6%~32%之间。由此可见, 指数拟合SGC计算结果在一致性和整体偏差程度上都优于线性拟合, 下文中数据关于简单法SGC与其他SGC方法的对比与讨论也是基于指数SGC的结果。

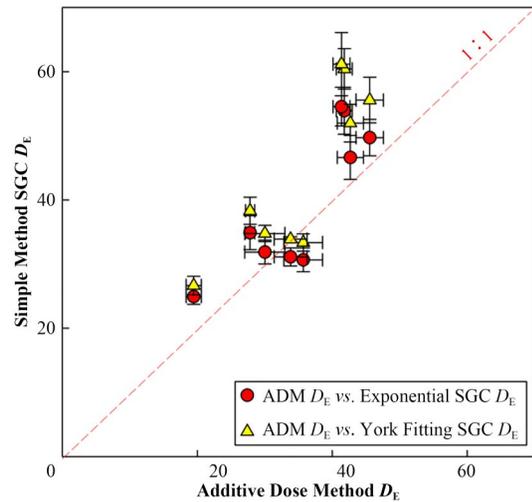


图4 线性方程及指数方程标准生长曲线 D_E^* 与附加剂量法 D_E 值对比

Fig.4 Comparison of D_E values obtained using the ADM and linear (triangles) and exponential SGCs (dots)

2.2 平均法标准生长曲线

上述简单法中有部分中更新世化石样品参与了SGC的构建, 由于中更新世与晚更新世化石样品石化程度不同, 在剂量响应特征上可能存在一定差异, 同时考虑到现有的已开展过ESR测年的晚更新世遗址样本数量有限, 因此我们尝试了另一种方法-平均法标准生长曲线(简称平均法SGC)对娜咪因遗址11个保存条件较好的晚更新世化石样品展开了进

表2 线性方程及指数方程标准生长曲线计算剂量值与附加剂量法 D_E 值对比
Table 2 Comparison of D_E values obtained using the ADM and linear and exponential SGCs

样品编号 Sample No.	ADM- D_E / Gy	误差 Error / Gy	York 线性方程 York fitting			指数方程 Exponential fitting		
			SGC- D_E^* / Gy	误差 Error / Gy	偏差 Discrepancy / %	SGC- D_E^* / Gy	误差 Error / Gy	偏差 Discrepancy / %
NKXD-1	35.70	2.87	33.37	1.36	-6.5	30.67	1.86	-14.1
NKXD-2	30.00	3.00	34.78	1.26	15.9	31.88	1.85	6.3
NKXD-3	19.45	1.12	26.66	1.43	37.1	24.94	1.22	28.2
NKXD-7	41.79	1.19	60.43	3.15	44.6	53.91	3.65	29.0
NKXD-8	33.82	2.44	33.90	0.35	0.2	31.13	1.41	-8.0
NKXD-9	27.80	0.69	38.32	2.11	37.8	34.91	2.63	25.6
NKXD-12	41.36	1.26	61.17	4.93	47.9	54.54	3.02	31.9
NKXD-13	42.68	1.95	51.98	2.94	21.8	46.63	3.42	9.3
NKXD-15	45.56	2.03	55.57	3.56	22.0	49.72	2.83	9.1

一步分析：首先将每个样品的等效剂量拟合曲线统一平移至零点，然后读取每个样品在特征剂量点 (20 Gy、50 Gy、100 Gy、150 Gy、200 Gy、300 Gy、400 Gy、500 Gy、1 000 Gy、1 500 Gy、2 000 Gy、3 000 Gy、4 000 Gy、5 000 Gy) 对应的信号强度值，对同一剂量点的信号加权平均后重新拟合得到一条 SGC。标准方程为 $y = 226.61 \times (1 - e^{-(x/5291.01)})$ ，拟合结果 Adjusted R^2 为 0.996 (图 5)。

为了验证采用上述加权平均方法 (以下简称平均法) 建立的 SGC 结果，我们同样对硝洞遗址 9 个独立样品进行了剂量结果对比，从图 6 可以看出，平均法和简单法的结果几乎全部重叠，说明两种方法的结果比较一致。表 3 显示，平均法 SGC 的 D_E^* 与 ADM 得到的 D_E 值整体偏差为 6%~31%，而简单法 SGC 的 D_E^* 整体偏差为 6%~32% (表 2)。平均法 SGC 与简单法 SGC 结果偏差也基本一致，说明可以通过上述两种方法建立的标准曲线快速获得晚更新世化石样品 D_E 的近似值。

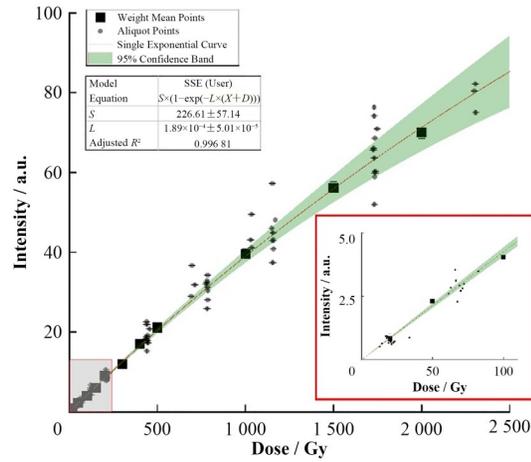


图5 晚更新世牙釉质样品剂量响应曲线加权平均结果
Fig.5 SGC obtained using the average method for Late Pleistocene enamel samples

2.3 代表样品法标准生长曲线

考虑到同一个遗址中石化程度相近的化石样品具有相似的剂量响应特征 (图 2)，本研究还尝试了在遗址中进行 SGC 的构建，旨在快速获得同一遗址

表3 平均法标准生长曲线 D_E^* 剂量值与附加剂量法 D_E 值对比
Table 3 Comparison of D_E values obtained using the ADM and SGC produced by the average method

样品编号 Sample No.	ADM- D_E / Gy	误差 Error / Gy	平均法 SGC- D_E^* Average method SGC- D_E^* / Gy	误差 Error / Gy	偏差 Discrepancy / %
NKXD-1	35.70	2.87	30.47	0.88	-14.6
NKXD-2	30.00	3.00	31.67	0.78	5.6
NKXD-3	19.45	1.12	24.77	1.13	27.4
NKXD-7	41.79	1.19	53.57	1.16	28.2
NKXD-8	33.82	2.44	30.93	1.12	-8.5
NKXD-9	27.80	0.69	34.69	1.20	24.8
NKXD-12	41.36	1.26	54.20	1.80	31.0
NKXD-13	42.68	1.95	46.34	1.25	8.6
NKXD-15	45.56	2.03	49.41	1.43	8.5

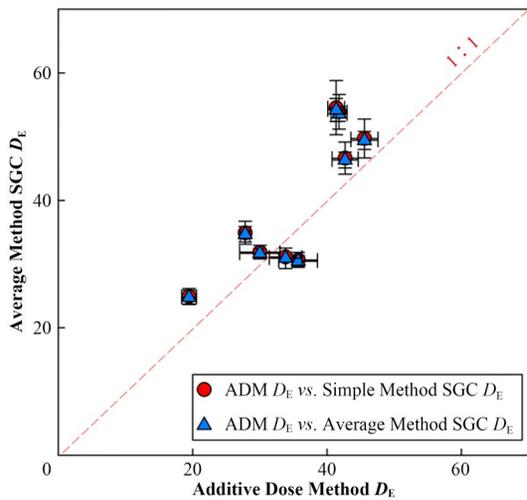


图6 平均法标准生长曲线 D_E^* 与附加剂量法 D_E 值对比
Fig.6 Comparison of D_E values obtained using the ADM and SGC produced by the average method

中其他样品的 D_E 近似值,简化实验流程与工作量,也为一些样品量较少及稀有化石的分析提供了可能。本研究采用娜咪因遗址中样品的进行代表样品法标准生长曲线(简称代表样品法SGC)构建尝试,选择了保存较好且样品量较为充足的NMN13-2牙化石作为代表样品(图7),将该样品剂量响应曲线平移至零点后作为代表样品法SGC,得到SGC方程 $y = 178.64 \times (1 - e^{-(x/3.921.57)})$,校正决定系数Adjusted R^2 为0.999(图8)。



图7 娜咪因遗址代表样品NMN13-2示意图
(a) 咬合面, (b) 舌面, (c) 唇面

Fig.7 Photographs of the NMN13-2 sample used to produce the SGC using the representative sample method
(a) Occlusal surface, (b) Lingual surface, (c) Labial surface

将娜咪因遗址没有参与SGC构建的自然样品ESR信号强度投至由代表样品建立的标准曲线,并将获得的 D_E^* 与ADM- D_E 结果对比(图9和表4),偏差值0%~26%。本实验中通过代表样品建立标准曲线得到的结果偏差值小于上述简单法和平均法。这种方法适用于年代相近且处于同一沉积环境中的化石样品,对于出土化石较多的遗址,常规的样品制备和测试可能需要数月甚至数年才能完成。而使用代表样品法SGC,则仅需要对代表样品开展常规将样品制备时间缩短至数天,样品的测试效率也大大提

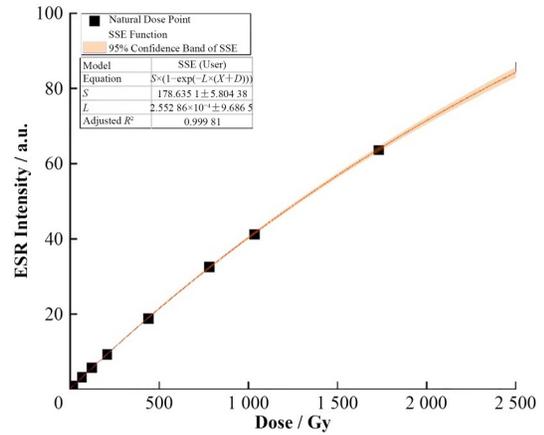


图8 标准样品NMN13-2剂量响应曲线
Fig.8 Dose response curve of the standard sample NMN13-2

高,可以快速估算批量化石测年样品的 D_E 值。其局限性在于仍需要对代表样品开展常规的样品制备并通过辐照的方式建立其剂量响应曲线。

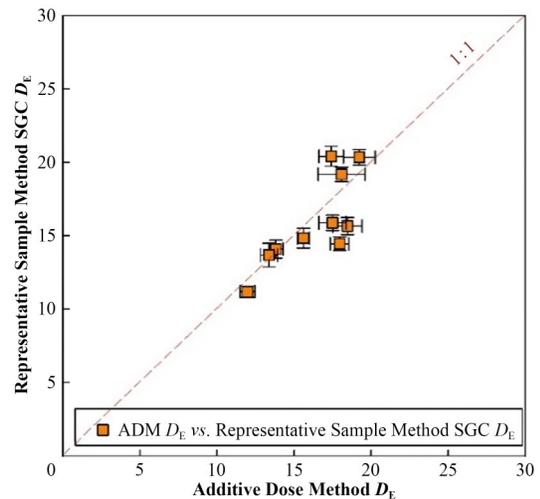


图9 代表样品法标准生长曲线剂量值 D_E^* 与附加剂量法 D_E 值对比

Fig.9 Comparison of D_E values obtained using the ADM and SGC produced by the representative sample method

本研究对分时段建立化石样品等效剂量SGC进行了尝试和探讨。晚更新世化石样品的特点在于石化程度较轻,ESR剂量响应特征相对比较一致,但样品ESR信号测量会受仪器运行情况、参数设置及测试外部环境的影响,需要通过标样对不同地点的化石样品ESR信号强度进行归一化才能构建精度更高的标准曲线。本研究中对样品的测量参数及测样位置都作了统一,但在信号强度的归一化上,除了已开展的质量归一化及每组样品测定标样进行归一化外,未来可以尝试在测定每个剂量点前后重复测定标样,以进一步地消除环境和仪器运行状态对信号测量的影响。

表4 代表样品法标准生长曲线剂量值 D_E^* 与附加剂量法 D_E 值对比
 Table 4 Comparison of D_E values obtained using the ADM and SGC produced by the representative sample method

样品编号 Sample No.	ADM- D_E / Gy	误差 Error / Gy	代表样品法 SGC- D_E^* Representative method SGC- D_E^* / Gy	误差 Error / Gy	偏差 Discrepancy / %
NMN13-1	18.46	0.96	14.55	0.58	-21.2
NMN13-3	17.49	0.88	14.77	0.52	-15.6
NMN13-4	19.23	1.03	19.24	0.53	0.1
NMN13-5	18.08	1.52	18.07	0.49	-0.1
NMN13-6	17.41	0.80	19.30	0.68	10.9
NMN97-1	11.97	0.48	10.09	0.39	-15.7
NMN97-2	13.82	0.48	12.98	0.61	-6.1
NMN97-3	13.37	0.56	12.58	0.79	-5.9
NMN97-4	17.95	0.60	13.35	0.46	-25.6
NMN97-5	15.61	0.38	13.73	0.67	-12.0

3 结语

本研究通过对晚更新世遗址化石自然样品分析, 尝试建立晚更新世化石样品的等效剂量SGC。分别采用不同拟合函数构建SGC, 通过对样品的剂量点信号强度加权平均得到SGC, 以及选取一个样品量充足的且保存良好的代表样品建立SGC, 比较上述方法得到了三点主要结论: 1) 由指数函数建立简单法SGC得到的样品 D_E^* 比线性函数获得的 D_E^* 结果更接近附加剂量法 D_E 值; 2) 简单法SGC的 D_E^* 和平均法SGC的 D_E^* 接近, 与附加剂量法 D_E 值结果偏差在32%内; 3) 由同一遗址化石构建的代表样品法SGC得到的 D_E^* 与附加剂量法获得的 D_E 值偏差在26%内, 在三个方法中最小。本研究显示, 采用SGC的方法可以快速获得晚更新世化石样品 D_E 的近似值 D_E^* , 其与附加剂量法的 D_E 结果偏差一般在30%以内。

本研究对构建晚更新世时期化石样品的SGC进行了探索和尝试。尽管通过SGC方法获得的 D_E^* 结果目前尚无法达到传统附加剂量法的精度, 但其潜在优势主要体现在: 1) 可以为最大辐照剂量提供参考; 2) 甄别可能存在层位扰动的样品; 3) 同时也为小型哺乳动物化石与珍贵化石样品的分析提供了可能。本研究受样本量所限, 建立的标准曲线精度尚有待提高。今后通过对更多晚更新世牙齿化石样品的分析, 将进一步完善并检验我们的等效剂量SGC。

作者贡献声明 黄曼琛负责实验方案的设计、数据分析、数据处理和稿件撰写; 韩非提供理论指导和论文的完善意见; 肖萍提供论文理论指导及数据分析指导; 李梦琪参与了实验样品的制备和数据分析; 高峰参与实验样品的采集及野外实测工作。

参考文献

- Grün R. Electron spin resonance (ESR) dating[J]. *Quaternary International*, 1989, **1**: 65 - 109. DOI: [10.1016/1040-6182\(89\)90010-4](https://doi.org/10.1016/1040-6182(89)90010-4).
 - Rink W J. Electron spin resonance (ESR) dating and ESR applications in quaternary science and archaeometry[J]. *Radiation Measurements*, 1997, **27**(5 - 6): 975 - 1025. DOI: [10.1016/S1350-4487\(97\)00219-9](https://doi.org/10.1016/S1350-4487(97)00219-9).
 - Roberts H M, Duller G A T. Standardised growth curves for optical dating of sediment using multiple-grain aliquots[J]. *Radiation Measurements*, 2004, **38**(2): 241 - 252. DOI: [10.1016/j.radmeas.2003.10.001](https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2003.10.001).
 - Li B, Jacobs Z, Roberts R G. Investigation of the applicability of standardised growth curves for OSL dating of quartz from Haua Fteah cave, Libya[J]. *Quaternary Geochronology*, 2016, **35**: 1 - 15. DOI: [10.1016/j.quageo.2016.05.001](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2016.05.001).
 - Li B, Roberts R G, Jacobs Z, *et al.* Potential of establishing a 'global standardised growth curve' (gSGC) for optical dating of quartz from sediments[J]. *Quaternary Geochronology*, 2015, **27**: 94 - 104. DOI: [10.1016/j.quageo.2015.02.011](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.02.011).
 - Li B, Roberts R G, Jacobs Z, *et al.* Construction of a 'global standardised growth curve' (gSGC) for infrared stimulated luminescence dating of K-feldspar[J]. *Quaternary Geochronology*, 2015, **27**: 119 - 130. DOI: [10.1016/j.quageo.2015.02.010](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.02.010).
 - 刘瑞元, 赖忠平, 刘向军. OSL测年中标准生长曲线法(SGC)求单个测片 D_E 误差的数学分析[J]. *核技术*, 2013, **36**(3): 030205. DOI: [10.11889/j.0253-3219.2013.hjs.36.030205](https://doi.org/10.11889/j.0253-3219.2013.hjs.36.030205).
- LIU Ruiyuan, LAI Zhongping, LIU Xiangjun. The

- mathematical analysis for D_e error calculation in the standardized growth curve (SGC) method in OSL dating [J]. Nuclear Techniques, 2013, **36**(3): 030205. DOI: [10.11889/j.0253-3219.2013.hjs.36.030205](https://doi.org/10.11889/j.0253-3219.2013.hjs.36.030205).
- 8 Wang X M, Qiu F Y, Nian X M, *et al.* Testing the applicability of standardised growth curves (SGCs) for OSL signals of quartz grains from the Yangtze Delta, China[J]. Quaternary Geochronology, 2022, **72**: 101348. DOI: [10.1016/j.quageo.2022.101348](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2022.101348).
- 9 李冬雪, 刘楠楠, 杨胜利, 等. 石英标准生长曲线在青藏高原东缘黄土光释光测年中的应用[J]. 第四纪研究, 2021, **41**(1): 111 - 122. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2021.01.10](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2021.01.10).
LI Dongxue, LIU Nannan, YANG Shengli, *et al.* Application of quartz osl standardized growth curve for de determination in loess on the eastern Tibetan Plateau [J]. Quaternary Sciences, 2021, **41**(1): 111 - 122. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2021.01.10](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2021.01.10).
- 10 张博譔, 陈杰, 覃金堂, 等. 帕米尔高原瓦恰盆地黄土的石英光释光测年[J]. 第四纪研究, 2018, **38**(3): 636 - 645. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2018.03.08](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2018.03.08).
ZHANG Boxuan, CHEN Jie, QIN Jintang, *et al.* Quartz optically stimulated luminescence dating of loess from waqia basin in the Pamir Plateau[J]. Quaternary Sciences, 2018, **38**(3): 636 - 645. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2018.03.08](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2018.03.08).
- 11 韩非, 肖萍, 李梦琪, 等. 化石电子自旋共振(ESR)测年等效剂量标准生长曲线的构建[J]. 第四纪研究, 2022, **42**(5): 1401 - 1409. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2022.05.13](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2022.05.13).
HAN Fei, XIAO Ping, LI Mengqi, *et al.* Construction of standard growth curve of equivalent dose for ESR dating of fossils[J]. Quaternary Sciences, 2022, **42**(5): 1401 - 1409. DOI: [10.11928/j.issn.1001-7410.2022.05.13](https://doi.org/10.11928/j.issn.1001-7410.2022.05.13).
- 12 Rink W J, Schwarcz H P. Tests for diagenesis in tooth enamel: ESR dating signals and carbonate contents[J]. Journal of Archaeological Science, 1995, **22**(2): 251 - 255. DOI: [10.1006/jasc.1995.0026](https://doi.org/10.1006/jasc.1995.0026).
- 13 Lee H K, Jack Rink W, Schwarcz H P. Comparison of ESR signal dose-responses in modern and fossil tooth enamels[J]. Radiation Measurements, 1997, **27**(2): 405 - 411. DOI: [10.1016/S1350-4487\(96\)00112-6](https://doi.org/10.1016/S1350-4487(96)00112-6).
- 14 Han F, Bahain J J, Voinchet P, *et al.* Radiometric dating of Meipu hominin site in China by coupled ESR/U-series and cosmogenic $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ burial dating methods[J]. Quaternary Geochronology, 2022, **70**: 101295. DOI: [10.1016/j.quageo.2022.101295](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2022.101295).
- 15 Han F, Sun C K, Bahain J J, *et al.* Coupled ESR and U-series dating of fossil teeth from Yiyuan hominin site, Northern China[J]. Quaternary International, 2016, **400**: 195 - 201. DOI: [10.1016/j.quaint.2015.05.052](https://doi.org/10.1016/j.quaint.2015.05.052).
- 16 Han F, Bahain J J, Liu C R, *et al.* Testing mathematical uranium migration models in combined ESR/U-series dating of fossil teeth from open-air sites[J]. Quaternary Geochronology, 2015, **30**: 519 - 523. DOI: [10.1016/j.quageo.2015.05.009](https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.05.009).
- 17 Grün R. Methods of dose determination using ESR spectra of tooth enamel[J]. Radiation Measurements, 2000, **32**(5 - 6): 767 - 772. DOI: [10.1016/S1350-4487\(99\)00281-4](https://doi.org/10.1016/S1350-4487(99)00281-4).
- 18 Duval M, Grün R, Falguères C, *et al.* ESR dating of Lower Pleistocene fossil teeth: limits of the single saturating exponential (SSE) function for the equivalent dose determination[J]. Radiation Measurements, 2009, **44**(5 - 6): 477 - 482. DOI: [10.1016/j.radmeas.2009.03.017](https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2009.03.017).
- 19 Apers D, Debuyst R, DeCanniere P. A criticism of the dating by electron paramagnetic resonance (ESR) of the stalagmitic floors of the Caune de l' Arago at Tautavel[A]. Lumleyde H, Labeyriede J, Eds. Datations et Analyses Isotopiques en Préhistoire: Méthodes et Limites, Paris. 1981: 533 - 550.
- 20 Berger G W. Regression and error analysis for a saturating -exponential-plus-linear model[J]. Ancient TL, 1990, **8**(3): 23 - 25.
- 21 Grün R. Dose response of the paramagnetic centre at $g = 2.0007$ in corals[J]. Ancient TL, 1990, **3**(8): 20 - 22.
- 22 韩非, 尹功明, Jean-Jacques Bahain, 等. ESR 牙齿珐琅质测年中不同拟合函数对古剂量测定的影响[J]. 核技术, 2011, **34**(2): 116 - 120.
HAN Fei, YIN Gongming, BAHAIN J J, *et al.* The influence of different fitting functions on paleodose determination in ESR dating of tooth enamel - taking Longgupo tooth fossils as an example[J]. Nuclear Techniques, 2011, **34**(2): 116 - 120.
- 23 York D. Least squares fitting of a straight line with correlated errors[J]. Earth and Planetary Science Letters, 1968, **5**: 320 - 324. DOI: [10.1016/S0012-821X\(68\)80059-7](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(68)80059-7).