

石英 E'_1 心 ESR 信号强度的影响因子分析

陈洪云^{1,3}, 林敏², 孙有斌¹, 赵剑波^{1,3}

(1. 中国科学院地球环境研究所 黄土与第四纪地质国家重点实验室, 西安 710075;

2. 中国原子能科学研究院, 北京 102413; 3. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要:本文讨论了影响沙漠表土样品风成石英 E'_1 心 ESR (电子自旋共振) 信号强度的诸因子, 包括人工辐照、热退火、ESR 测量位置旋转及人工研磨等, 以探讨不同粒径石英颗粒中的 E'_1 心 ESR 信号强度差异的原因。结果表明: (1) 人工辐照和热退火对石英 E'_1 心 ESR 信号强度的影响明显, 使得 ESR 信号强度明显提高, 且各粒径的 ESR 信号强度增幅一致; (2) ESR 测量位置旋转可影响 $>63\ \mu\text{m}$ 粒径组分的测定结果, 表明粗颗粒样品的混合度较差, 建议测量前对样品进行适当的研磨; (3) 人工研磨对于 $<63\ \mu\text{m}$ 粒径组分的石英 ESR 信号强度影响不明显, 但可以有效增强 $>63\ \mu\text{m}$ 粒径组分的信号强度。

关键词: 石英; E'_1 心; ESR 信号强度

中图分类号: P53 **文献标志码:** A **文章编号:** 1674-9901(2011)04-0497-06

Factors influencing the ESR signal intensity of E'_1 center of quartz

Chen Hong-yun^{1,3}, Lin Min², Sun You-bin¹, Zhao Jian-bo^{1,3}

(1. State Key Laboratory of Loess and Quaternary Geology, Institute of Earth Environment, Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710075, China; 2. Chinese Institute of Atomic Energy, Beijing 102413, China; 3. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: Influences of different factors such as irradiation, annealing, grinding, and position shift on the Electron Spin Resonance (ESR) signal intensity of the E'_1 center of eolian quartz from Asian deserts were investigated to address the origin of different ESR signal intensity of quartz with various grain size classes. The results indicate that: (1) irradiation and annealing have clear impacts on the increase of the ESR signal intensity and their influences are similar among different grain size classes; (2) position shift during the ESR measurements might only influence the ESR signal intensity of the sandy-sized quartz ($>63\ \mu\text{m}$) because of the weak mixing of coarse grained particles, suggesting that a moderate grinding is necessary before the ESR analysis; (3) grinding has little effects on the ESR signal intensity of clay to silt fractions but can lead to increase of the ESR signal intensity of sandy grained quartz.

Key words: quartz; E'_1 center; ESR signal intensity

在第四纪的黄土-古土壤中, 石英的含量占到 48% ~ 65%, 是构成黄土-古土壤物质的最主要矿物(刘东生, 1985; Xiao et al, 1995)。石英在表生过程中物理化学性质非常稳定, 不易受到风化成壤作用的改造。 E'_1 心是石英 ESR 测试时具有特性谱峰的捕获电子心, 是由一个氧空位捕获一个电子而形成的顺磁中心(Jani et al, 1983; Rink and Odom,

1991; Toyoda and Ikeya, 1994)。风成石英由于出露地表, 经过风化作用破碎和分解, 再经过水、风等外营力的搬运、传输与沉积, 内部的石英混合比较均一, 可以认为含有几乎相同的初始剂量, 故石英的 E'_1 心是非常稳定的。因此, 风成石英 E'_1 心的 ESR 信号强度研究, 在追踪石英的来源研究中有非常重要的意义(Ono et al, 1998;

收稿日期: 2011-06-15

基金项目: 国家自然科学基金项目(40772117, 41072272)和百人计划项目

通讯作者: 孙有斌, E-mail: sunyb@ieecas.cn

Sun et al, 2007, 2008)。

电子自旋共振的测量对象广泛(如石英、碳酸盐等)、样品用量少、测试条件简单且不会破坏样品,因而被广泛应用于第四纪测年、新构造断代、环境变动及物源示踪等方面(Ono et al, 1998; Li et al, 1999; Toyoda and Naruse, 2002; 张强等, 2002; Zhou et al, 2002; 吴中海等, 2003; 许刘兵等, 2003; Nagashima et al, 2007)。石英 E'_1 心的电子自旋共振(ESR)信号强度,与石英母岩的形成时代相关(Ikeya, 1993),即母岩的年龄越老,其 ESR 信号强度越高,反之则越低(Ono et al, 1998; Toyoda and Hattori, 2000)。因此石英 E'_1 心的 ESR 信号强度能真实地反映风成物质的来源信息和原始粉尘的来源变化,故作为一个示踪指标被广泛地应用到物质源区辨别,用于进一步解释沉积环境和古气候意义(Ono et al, 1998; Toyoda and Naruse, 2002; Nagashima et al, 2007; Sun et al, 2007, 2008)。

但是在石英 E'_1 心的 ESR 信号强度测定和解释时,都会面临如何对样品进行前处理才能获得真实的 ESR 信号强度的问题,且对于不同粒径颗粒的石英在前处理过程中是否具有一致的 ESR 信号强度变化特征尚未有报道。因此,本文通过采集具有相似风成地质特征的戈壁及沙漠表土样品,分析评价人工辐照、热退火、样品石英测试管位置旋转及人工研磨等不同的前处理方法对不同粒径石英颗粒 ESR 信号强度的影响,探讨粒度效应影响 E'_1 心 ESR 信号强度的可能机制。

1 实验方法

1.1 分粒级

选取腾格里沙漠(TG-06)、毛乌素沙漠(MU-06)与塔克拉玛干沙漠(TK-103)三个表土样,用筛洗法和 Stokes 静水沉积法将样品分为 $<4\ \mu\text{m}$ 、 $4\sim8\ \mu\text{m}$ 、 $8\sim16\ \mu\text{m}$ 、 $16\sim32\ \mu\text{m}$ 、 $32\sim63\ \mu\text{m}$ 与 $>63\ \mu\text{m}$ 六个粒级。样品中的粗颗粒,由于其沉降速度快,Stokes 沉降法不易操作,故首先采用筛洗法提取粗颗粒($32\sim63\ \mu\text{m}$ 与 $>63\ \mu\text{m}$)。 $<16\ \mu\text{m}$ 的 3 个粒级($<4\ \mu\text{m}$ 、 $4\sim8\ \mu\text{m}$ 与 $8\sim16\ \mu\text{m}$),则采用 Stokes 静水沉降法提取。

1.2 预处理

为了确保石英颗粒 E'_1 心的 ESR 信号强度的准确性,在进行仪器测量前,对所有测试样品进行化学

预处理,分别除去样品中的碳酸盐、有机质、铁锰化合物等杂质(Rea and Janecek, 1981)。

具体流程如下:

(1)除碳酸盐:25%的醋酸 30~35 mL,分多次缓慢加入,观察反应冒泡剧烈程度,防止溢出,每半个小时搅拌一次,待反应平缓后放置 12 小时,反应充分后离心清洗 2 次(3000 转/分,30 分钟)。

(2)除有机质:20%的双氧水 20 mL,缓慢加入,观察反应程度,防止溢出;待反应变缓后置于 80℃ 的水浴锅中,恒温反应 3 个小时(放入水浴锅中后每半小时搅拌 1 次,确保反应充分),而后离心清洗 2 次(3500 转/分,30 分钟)。

(3)除铁-锰氧化物:首先加 $0.3\ \text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的柠檬酸钠溶液 40 ml 和 $1\ \text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的碳酸氢钠溶液 5 ml,放于 80℃ 的水浴锅中反应,再放入 1.0 g 连二亚硫酸钠,并不断搅拌,防止溢出,反应 20 分钟,取出离心清洗 2~3 次(3500 转/分,30 分钟)。

(4)烘干:离心后所有样品在烘箱内 40℃ 恒温烘干。

预处理后的烘干样品用 X-射线衍射仪定量测定其纯度,确定石英含量,以便对所测 ESR 信号强度进行归一化处理。

1.3 人工辐照

将前处理后的不同粒级样品分成两等份,其中一份用 ^{60}Co 源 γ 射线以 $2.5\ \text{kGy}$ 的辐照剂量进行人工辐照,剂量率约 $120\ \text{Gy}\cdot\text{min}^{-1}$,以经过硫酸亚铁剂量计校准过的丙氨酸剂量计跟踪石英样品的辐照过程,并利用 ESR 谱仪测量照后的丙氨酸剂量计,以确定人工辐照的吸收剂量,人工辐照在中国原子能科学研究院钴源辐照中心完成。另一份不进行任何人工辐照,维持样品天然的 ESR 信号特征。

1.4 人工退火

为了评估不同粒度等级组分的石英在等温且等时的退火条件下是否具有一致的增幅效应,三组不同粒级沙漠表土样品,在未辐照条件和相同辐照剂量的条件下分别分为 2 等份,一份在 300℃ 的恒温条件下,保持持续退火 15 min,退火实验利用热释光退火炉(FJ-411)完成;另一份保持未退火状态。

1.5 ESR 信号强度测量

石英 E'_1 的 ESR 信号强度测量在中国原子能科学研究院计量测试部,在德国 Bruker 公司生产的 EMX 型 ESR 谱仪上完成 ESR 谱测定。测定条件为:室温、

X 波段、微波功率 0.01 mW、调制频率 100 kHz、磁场中心 3497 mT、扫宽 50 mT、转换时间 20.48 mT、时间常数 655.36 ms,其典型 E'_1 心的图谱如图 1 所示。石英 ESR 信号强度的估算公式: $ESR = K_e \times I_{E'_1} / W_{Sample} / QC_{Sample}$, 即 $ESR = K_e \times I_{E'_1} / W_{qtz}$ 。式中, $I_{E'_1}$ 与 W_{Sample} 表示测定样品石英的 E'_1 心图谱峰高值和重量, QC_{Sample} 表示样品中石英含量; W_{qtz} 表示该样品中的纯石英重量; K_e 为仪器测试的常量,此处取值为 1.88。每个样品测量三次,取其平均值, E'_1 的信号强度测量的重复性为 $\pm 2\%$ 。

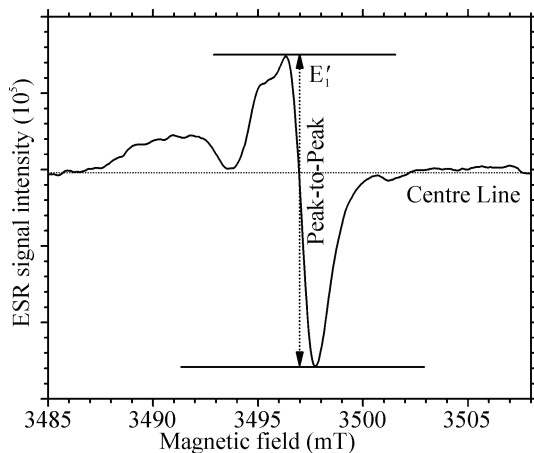


图 1 石英样品 E'_1 心的 ESR 波谱图

Fig. 1 ESR spectrum of the E'_1 center in quartz

2 ESR 信号强度的影响因素分析

2.1 辐照效应

因为第四纪粉尘物质(如戈壁及沙漠表土样品)在沉积以前,曾经历了长距离的传输与搬运,在各种地质营力主导下的长距离迁移过程中,经历过阳光的暴晒和物质之间的摩擦作用,沙漠及戈壁表土样中包含的石英质粉砂晶体原来积存的顺磁中心消失为零。由于样品已经过光晒退,为了提高 ESR 信号强度,便于观察,需对预处理样品进行人工辐照。

不同粒级石英颗粒样品的 ESR 信号强度在辐照后显著提高,大约是辐照前天然石英颗粒信号强度的 1.13 倍(图 2),表明高能 γ 射线辐照石英晶体,可以产生新的氧空位,使得石英中低能级电子转移至氧空位时形成 E'_1 心,而使辐照后样品的 E'_1 心 ESR 信号强度大于未受 γ 射线辐照样品(天然样品)中石英 E'_1 心的 ESR 信号强度(业渝光等, 1995)。不同粒级石英颗粒的 ESR 信号强度在辐照前后的相关性很高($R^2 = 0.96$),说明人工辐照对不

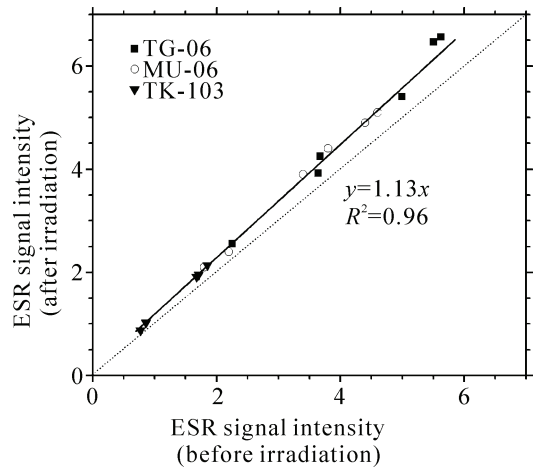


图 2 不同粒级石英颗粒的 E'_1 心辐照前后 ESR 信号强度对比

Fig. 2 Correlation of the ESR signal intensity between before irradiation and after irradiation for the E'_1 center in different grain-size quartz

同粒级颗粒的影响差异性不明显,各个粒级具有一致的增幅强度,没有异常的辐照灵敏度。

2.2 热退火效应

人工热退火可以使石英的氧空位捕获受热激发的自由电子而形成稳定的 E'_1 (Toyoda et al, 1992), 且热退火温度及加热时间的差异可以改变石英 E'_1 心的电子自旋共振(ESR)信号强度。如风成沉积物中石英在 300℃ 时加热 15 ~ 30 min, E'_1 心的 ESR 信号强度会出现不同程度的增大(Toyoda and Ikeya, 1991),但也有文献报道对塔里木盆地深层沉积物石英进行了退火试验,在 300℃ 高温加热 30 min,信号没有明显变化(业渝光等, 2001),两种观点的差异可能是研究样品的不一致性造成。对于表生的风成沉积环境,不同粒度等级组分的石英在相同的退火温度及时间的情况下, E'_1 心的电子自旋共振(ESR)信号强度是否具有一致的变化结果尚不清楚。

退火试验结果表明(图 3): (1) 退火能有效提高风成石英的 E'_1 心的 ESR 信号强度,是天然石英颗粒的 2.54 倍,不同样品间的增加幅度基本一致; (2) 辐照后样品再经过人工退火过程,石英的 E'_1 心的 ESR 信号强度得到持续增强,增大到天然石英的 2.91 倍,且不同样品间没有明显差异; (3) 人工退火前后不同粒度等级的石英颗粒的 ESR 信号强度具有很好的相关性(R^2 高达 0.99 或 0.97),说明热退火过程造成的各粒级 ESR 信号强度增幅一致,与粒径大小没有直接关系。

2.3 旋转角度的影响

我们选用了来自腾格里沙漠的表土样品

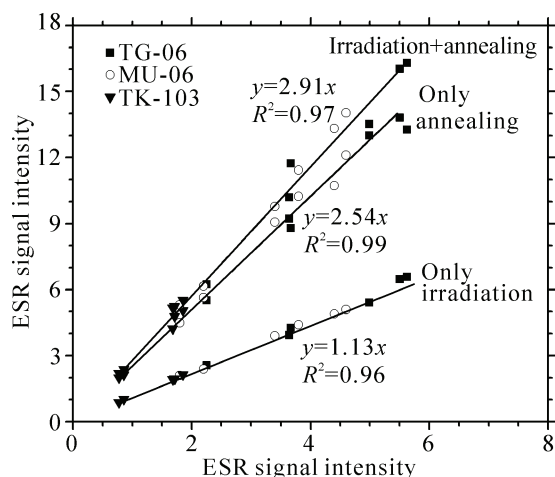


图3 不同粒级石英颗粒的 E_1' 心退火前后 ESR 信号强度对比
Fig.3 Correlation of the ESR signal intensity between before annealing and after annealing for the E_1' center in different grain-size quartz

(TG-06)将其分离为 $<4\ \mu\text{m}$ 、 $4\sim8\ \mu\text{m}$ 、 $8\sim16\ \mu\text{m}$ 、 $16\sim32\ \mu\text{m}$ 、 $32\sim63\ \mu\text{m}$ 及 $>63\ \mu\text{m}$ 六个粒级样品,以初次放置的石英测试管的位置为 0° ,依次按顺时针方向旋转 30° (记录位置)分别测定了 12 个 ESR 信号强度,来评估位置旋转对不同粒级石英的 E_1' 心的 ESR 信号强度的影响大小。

测量结果(图4)表明,随着粒级的增大,位置的旋转效应也随之增大,即 $>63\ \mu\text{m}$ 粒度等级 12 次位置变换时单次测量的相对标准偏差为最大(5%), $<4\ \mu\text{m}$ 组分为最小(0.3%)。对于 $>63\ \mu\text{m}$ 粗颗粒组分,由于其在测试管中堆积的紧实度和空隙度不如细颗粒均匀,因而测量角度的变换会影响测定 ESR 信号强度。为了消除位置效应影响,尽可能保证石英测试管的垂直与固定,并且间隔 120° 测量三个数据并取平均值作为最终的测量结果。通过重复测量细颗粒组分($<16\ \mu\text{m}$)和粗颗粒组分($16\sim63\ \mu\text{m}$)石英 E_1' 心的 ESR 信号强度,结果表明旋转角度不同引起的 ESR 信号强度的相对标准偏差不超过 $\pm 2\%$ 。

2.4 研磨效应

不同粒度等级组分石英在 E_1' 心 ESR 信号强度测定过程中存在位置旋转效应,特别对于 $>63\ \mu\text{m}$ 粗颗粒组分,影响尤为明显。因此,为了得到稳定、有效的 E_1' 心 ESR 信号强度,需要对测定样品进行研磨,但是研磨粉碎会改变粒度的等级,是否会导致 ESR 信号强度结果的变化?为此,本研究首先将分粒级所得的粗颗粒组分($>63\ \mu\text{m}$)样品在玛瑙研钵

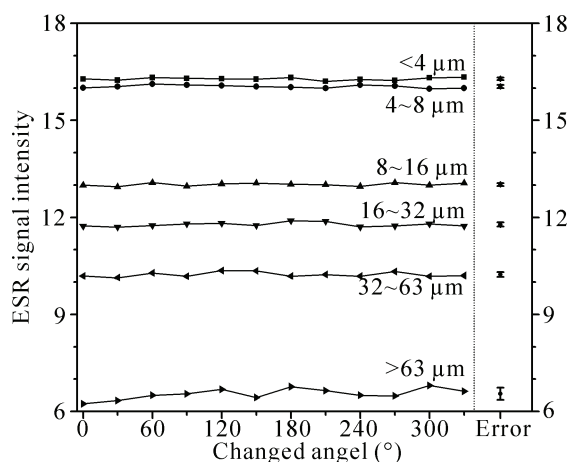


图4 不同粒级石英 E_1' 心的 ESR 信号强度的位置效应
Fig.4 Angle effect on the ESR signal intensity for the E_1' center in different grain-size quartz

中研磨粉碎,消除位置旋转效应的影响;同时对细颗粒组分($<4\ \mu\text{m}$ 、 $4\sim8\ \mu\text{m}$ 与 $8\sim16\ \mu\text{m}$ 、 $16\sim32\ \mu\text{m}$ 及 $32\sim63\ \mu\text{m}$)也进行了一定的细化研磨,用于研究人工研磨对石英 ESR 信号强度的影响效应。

由表1的对比结果可知:石英 E_1' 心的 ESR 信号强度的粒度效应明显,总体表现为细颗粒的 ESR 信号强度高,随着粒径变大,信号强度随之减弱,这与以前的研究结论相一致(Sun et al, 2007)。对于细颗粒组分($<16\ \mu\text{m}$),研磨效应造成的变化范围在 $\pm 2.6\%$ 左右,考虑到 ESR 测定的相对标准偏差为 $\pm 2\%$,故其基本不影响 ESR 测定结果; $16\sim32\ \mu\text{m}$ 与 $32\sim63\ \mu\text{m}$ 两个组分平均增幅扩大到 $\pm 6\%$ 左右,但是 ESR 信号强度的绝对误差小于 1,也对测定结果没有明显的影响;而对于 $>63\ \mu\text{m}$ 粒度等级,研磨已经明显影响样品的原始测定结果,增幅达 16% 左右,最终测定结果明显增大(表1)。同时比较研磨前后不同粒径石英颗粒的 ESR (图5),可看出:经过研磨处理后的样品不同粒径颗粒 ESR 信号强度增幅不明显(为研磨前的 1.04 倍),但 $>63\ \mu\text{m}$ 粒径颗粒在研磨后超出了测定的误差范围,表现出人工研磨的影响效应。造成上述结果的原因可能是:如果粒径大,同等样品质量下因其孔隙率大堆积高度较高,而 ESR 谱仪共振腔中中心信号强度最强,强度沿中心向上、下端逐渐减弱;相反,研磨后粒径变小,趋向于向中心聚集,导致信号强度增加;还有可能本文人工研磨

采用的是干研磨,样品内部局部过热会产生 $g = 2.001$ 的信号(E'_1 心信号)(Toyoda and Ikeya, 1994)。因此,对样品进行前处理过程中,尽可能不进行任何机械研磨,保持样品的原始粒度级

别。而对 $>63 \mu\text{m}$ 粗颗粒石英在消除位置转换效应的影响进行研磨粉碎时,应该进行适度研磨,避免局部过热改变石英 E'_1 心的信号强度,造成测试结果失真。

表1 不同粒度石英 E'_1 心的 ESR 信号强度研磨前后数值变化

Table 1 Change of the ESR signal intensity between before and after grinding for the E'_1 center in different grain-size quartz

粒度 (μm)	TG-06			MU-06			TK-103			均值 (%)
	未研磨	研磨	变化(%)	未研磨	研磨	变化(%)	未研磨	研磨	变化(%)	
<4	16.3	16.5	+1.6	14.0	14.4	+3.1	5.5	5.7	+2.3	2.6
4~8	16.0	16.1	+0.7	13.3	13.4	+0.9	5.2	5.4	+3.0	
8~16	13.0	13.2	+1.7	11.4	11.8	+3.6	5.2	5.5	+6.7	
16~32	11.7	12.2	+3.6	9.8	10.5	+7.5	2.4	2.5	+5.8	6.1
32~63	10.2	10.9	+6.8	6.2	6.5	+4.7	2.2	2.4	+7.9	
>63	6.2	7.1	+13.7	5.1	6.0	+18.7	—	—	—	16.2

3 讨论与结论

(1)人工辐照后石英颗粒的 ESR 信号强度得到了显著提高,大约是辐照前天然石英颗粒信号强度的 1.13 倍。不同粒度石英颗粒的 ESR 信号强度在辐照前后的相关性很高($R^2 = 0.96$),说明人工辐照对不同粒度颗粒的影响没有明显差异,各个粒度具有一致的增幅强度,没有异常的辐照灵敏度。

(2)300℃ 恒温持续 15 分钟的人工热退火可以使石英 E'_1 心的 ESR 信号强度得到明显提高,是天然石英颗粒的 2.54 倍。人工退火前后不同粒度等级的石英颗粒具有很好的相关性,相关系数高达 0.99,说明热退火过程造成的各粒度 ESR 信号增幅一致。

(3)测量角度对 ESR 信号强度的影响仅对 $>63 \mu\text{m}$ 粒度显著,但相对标准偏差较小(5%),不影响石英 E'_1 心的 ESR 信号强度的测定结果。为了消除测量角度的影响(尤其是 $>63 \mu\text{m}$ 粒度),尽可能保证石英测试管的垂直与固定,并且间隔 120° 测量三个数据并取平均值作为最终的测量结果。

(4)人工研磨对于 $<63 \mu\text{m}$ 粒度组分影响效应不明显,却使石英 E'_1 心的 ESR 信号强度有较小程度的增大(1.04 倍),其中 $>63 \mu\text{m}$ 粒度的信号强度得到大幅度提高,可能是研磨过程中局部过热所致。建议在测定石英 E'_1 心的 ESR 信号强度时,尽可能不进行任何机械研磨,保持样品的原始粒度级别。

参考文献

- 刘东生. 1985. 黄土与环境[M]. 北京: 科学出版社, 1-481.
- 吴中海, 赵希涛, 江 万, 等. 2003. 念青唐古拉山东南麓更新世冰川沉积物年龄测定[J]. 冰川冻土, 25(3): 272-274.
- 许刘兵, 周尚哲, 李爱昌, 等. 2003. 甘孜绒坝岔古冰川演化与黄土古土壤对比研究[J]. 冰川冻土, 25(5): 504-509.
- 业渝光, 刁少波, 和 杰, 等. 1995. 石英 E'_1 心的异常辐照剂量响应[J]. 核技术, 18(8): 504-506.
- 业渝光, 刁少波, 邹象隆, 等. 2001. 塔里木盆地深层沉积物石英 E'_1 心热力学特性[J]. 石油勘探与开发, 28(5): 23-24.
- 张 强, 朱 诚, 房迎三. 2002. 宁镇地区中更新世环境演变的沉积学研究[J]. 沉积学报, 20(2): 307-313.
- Ikeya M. 1993. New application of Electron Spin Resonance, Dating, Dosimetry, and Microscopy[M]. Singapore: World Scientific, 500.
- Jani M G, Bossoli R B, Halliburton L E. 1983. Further characterization of the E'_1 center in crystalline SiO_2 [J]. Physical Review B, 27(4): 2285-2293.
- Li P, Wang Y, Liu Z. 1999. Chronostratigraphy and deposition rates in the Okinawa Trough region[J]. Science in China (Series D), 42(4): 408-415.
- Nagashima K, Tada R, Tani A, et al. 2007. Contribution of aeolian dust in Japan Sea sediments estimated from ESR signal intensity and crystallinity of quartz[J]. Geochemistry

- Geophysics Geosystems*, 8(2): Q02Q04, doi:10.1029/2006GC001364.
- Ono Y, Naruse T, Ikeya M, et al. 1998. Origin and derived course of eolian dust quartz deposited during marine isotope stage 2 in East Asia, suggested by ESR signal intensity[J]. *Global and Planetary Change*, 18(3-4): 129-135.
- Rea D K, Janecek T R. 1981. Mass accumulation rates of the non-authigenic inorganic crystalline (eolian) components from the western Mid-Pacific Mountains, Deep Sea Drilling Project Site 463 [C]// Thiede et al. Proceedings of the Initial Report of Deep Sea Drill Project, 62: 653-659.
- Rink W J, Odom A L. 1991. Natural alpha recoil particle radiation and ionizing sensitivities in quartz detected with EPR: implications for geochronometry[J]. *International Journal of Radiation and Instrumentation (Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements)*, 18(1-2): 163-173.
- Sun Y B, Tada R, Chen J, et al. 2007. Distinguishing the sources of Asian dust based on electron spin resonance signal intensity and crystallinity of quartz[J]. *Atmospheric Environment*, 41(38): 8537-8548.
- Sun Y B, Tada R, Chen J, et al. 2008. Tracing the provenance of fine-grained dust deposited on the central Chinese Loess Plateau[J]. *Geophysical Research Letters*, 35(1): L01804, doi: 10.1029/2007GL031672.
- Toyoda S, Ikeya M. 1991. Thermal stabilities of paramagnetic defect and impurity centers in quartz: Basis for ESR dating of thermal history [J]. *Geochemical Journal*, 25(6): 437-445.
- Toyoda S, Ikeya M, Morikawa J, et al. 1992. Enhancement of oxygen vacancies in quartz by natural external β and γ ray dose: a possible ESR Geochronometer of Ma-Ga range[J]. *Geochemical Journal*, 26(3): 111.
- Toyoda S, Ikeya M. 1994. Formation of vacancies in quartz and its application to dating[J]. *Quaternary Science Reviews*, 13(5-7): 607-609.
- Toyoda S, Hattori M. 2000. Formation and decay of the E'_1 center and of its precursor[J]. *Applied Radiation Isotopes*, 52(5): 1351-1356.
- Toyoda S, Naruse T. 2002. Eolian dust from the Asian deserts to the Japanese islands since the last glacial maximum: the basis for the ESR method[J]. *Japanese Geomorphology*, 23(5): 811-820.
- Xiao J L, Porter S C, An Z S, et al. 1995. Grain size of quartz as an indicator of winter monsoon strength on the Loess Plateau of central China during the last 130,000 yr[J]. *Quaternary Research*, 43(1): 22-29.
- Zhou S Z, Li J J, Zhang S Q. 2002. Quaternary glaciation of the Bailang river valley, Qilian shan [J]. *Quaternary International*, 97-98: 103-110.