

T.  
539.7  
E 745  
1978  
F. I. y ARG.

091314

UES BIBLIOTECA CENTRAL



INVENTARIO: 10117792

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA  
DEPARTAMENTO DE FISICA

TRABAJO DE GRADUACION:

"SINTESIS DEL BENCENO Y DETERMINACION  
DE FECHAS DE RADIOCARBONO POR EL METODO  
DE LA CENTILACION LIQUIDA".

MARZO DE 1978.

SAN SALVADOR

EL SALVADOR

CENTRO AMERICA.



TRABAJO DESARROLLADO POR:

JORGE ALBERTO ESCALANTE GOCHEZ.

PREVIO A LA OPCION DEL

TITULO DE:

LICENCIADO EN FISICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

CONSEJO DE ADMINISTRACION PROVISIONAL

SECRETARIO

DR. RAFAEL CUBIÑO VILLATORO

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO

ARQ. MANUEL ENRIQUE ALFARO

SECRETARIO

ING. JUAN CARAJAL VALDEZ

DEPARTAMENTO DE FISICA

JEFE DEL DEPTO.

ING. JOSE FRANCISCO AGUIRRE (M.S.)

SEMINARIO DE GRADUACION

ASESORES:

Ph.D. MILTON F. de SOUZA

ING. JOSE FRANCISCO AGUIRRE (M.S.)

M.S. EURELVINA MORENO DE ESCOBAR

## AGRADECIMIENTOS.

A mis Asesores Ph.D Milton F. de Souza, M.S. José Francisco Aguirre y M.S. Ethelvina Morillo de Escobar por sus valiosas sugerencias.

A los Dres. Salvatore Valastro Jr. , Mebus A. Geyh y Carlo Azzi por su contribución en la formación de mis conocimientos sobre radiocarbono.

A mis compañeros Oscar René Grijalva y Jorge Alberto Lozano por su colaboración en los trabajos de síntesis del benceno.

A todas las personas que en una u otra forma hicieron posible la ejecución de este trabajo.

## PROLOGO

El presente trabajo, además de ser un requisito para graduación tiene como propósito contribuir al desarrollo y optimización del Laboratorio de Carbono - 14 (C-14) ya existente en el Departamento de Física de la Universidad de El Salvador.

Se discute todo el proceso para determinación de edades de muestras orgánicas, midiendo el contenido de radiocarbono (C-14), por el método de la centilación líquida<sup>1</sup>- Algunos de los resultados obtenidos son comparados con los de otros laboratorios a efecto de determinar la confiabilidad de los mismos.

La contribución de este trabajo, es que puede ser utilizado como guía para que cualquier persona interesada en el campo pueda efectuar fechados, ampliando de esta manera la infraestructura científica de esta Universidad.

---

<sup>1</sup> M.A. Tamers, Routine C-14 Dating Using Liquid Scintillation Techniques, Sixth International Conference on Radiocarbon and Tritium Dating.

## CONTENIDO

CAPITULOS	PAGINA
I INTRODUCCION	1
Bases del método	3
II SINTESIS DEL BENCENO	5
Tipos de muestras que pueden ser procesadas	5
Cantidad de muestra requerida para ser procesada	5
Pretratamiento	6
Descripción del proceso de síntesis del benceno	14
Obtención del dióxido de carbono	
Obtención y trimerización del acetileno	17
La hidrólisis	19
Extracción del benceno	20
Preparación de la referencia estandar contemporanea	23
III ESTADISTICA APLICADA AL ANALISIS DE LOS DATOS	25
Distribución Binomial	25
Velocidad promedio de desintegración	26
Desviación estandar	28
Propagación del error	29
Desviación estandar	30

IV	EL CONTADOR DE RADIACIONES	32
	Calibración	37
	Discusión sobre criterios de selección de condiciones de operación.	47
V	DETERMINACION DE LA EDAD	49
	Preparación de la muestra para el contómetro	50
	Recomendaciones	64
	Conclusiones	65

## CAPITULO No. 1.

### INTRODUCCION.

El fechado, es el proceso por medio del cual se determina el tiempo transcurrido desde que la muestra orgánica murió, midiendo su contenido de radiocarbono (C-14), isótopo radiactivo del carbono, cuya variación con el tiempo está dada por la ley del decaimiento radiactivo.

El decaimiento radiactivo, es un proceso inmutable que es independiente de las condiciones externas. La ecuación que representa la va-riación con el tiempo del número de átomos de una sustancia radiactiva que se desintegra de modo sencillo es

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (1.1)$$

donde  $N_0$  representa el número inicial de átomos radiactivos,  $N$  el número de átomos que sobreviven el tiempo  $t$ , y  $\lambda$  es la constante de desintegración.

Si después de transcurrido un tiempo  $t = T_{1/2}$  el número de átomos radiactivos que sobreviven es  $N = \frac{N_0}{2}$ , entonces a  $T_{1/2}$  se le denomina período de semidesintegración o vida media de ese radionucleído.

Utilizando la ecuación (1-1) se demuestra fácilmente que:

$$\text{vida media} = T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} \quad (1-2)$$

Para efecto de determinar el tiempo que se ha estado desintegrando una muestra radiactiva que inicialmente haya sido depositada, resulta aplicable cualquiera de esas dos magnitudes ( $T_{1/2}$  ó  $\lambda$ ).- Por lo tanto la edad de esa muestra radiactiva puede ser expresada por las siguientes relaciones

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left( \frac{N_0}{N} \right) \quad \text{ó} \quad (1-3a)$$

$$t = \frac{T_{1/2}}{\ln 2} \ln \left( \frac{N_0}{N} \right) \quad (1-3b)$$

Si definimos  $\bar{T}$  como el tiempo de vida promedio de todos los átomos de una especie radiactiva y tomamos en consideración que el proceso de desintegración es de naturaleza estadística<sup>1</sup>, se encuentra fácilmente con ayuda de la ecuación (1-1) que:

$$\begin{aligned} \bar{T} &= - \frac{\int_0^{\infty} t \cdot dN}{N_0} \\ &= \frac{T_{1/2}}{\ln 2} = \frac{1}{\lambda} \end{aligned} \quad (1-4)$$

sustituyendo la ecuación (1-4) en (1-3b) se obtiene una expresión más para el cálculo de la edad, la cual es

$$t = \bar{T} \ln \left( \frac{N_0}{N} \right) \quad (1-5)$$

---

<sup>1</sup> I. Kaplan. Física Nuclear, 1961, Aguilar. Pag. 214.

En nuestro trabajo, utilizaremos la ley del decaimiento radiactivo como un reloj natural para establecer la edad del carbono-14 (C-14) contenido en muestras orgánicas asociadas a muestras arqueológicas. Es decir, utilizaremos el C-14 como una herramienta para que el arqueólogo pueda establecer el orden cronológico de ciertos desarrollos técnicos o culturales de nuestros antepasados, identificando así zonas arqueológicas.

### BASES DE METODO

I.- El carbono catorce es formado continuamente en la parte mas alta de la atmósfera por acción de neutrones térmicos sobre el nitrógeno atmosférico<sup>2</sup> esto es:



el C-14 se combina con el oxígeno y forma dióxido de carbono (C<sup>14</sup>O<sub>2</sub>) es te se mezcla con el C<sup>12</sup>O<sub>2</sub> atmosférico y por lo tanto, todo el dióxido de carbono atmosférico es vuelto radiactivo. Dado que las plantas necesitan del CO<sub>2</sub> para vivir\* y dado que los animales necesitan de las

---

<sup>2</sup>.- W.F. Libby, Radiocarbon Dating, The University of Chicago Press. - Pag. 2-8.

\* Absorbiendo la energía de los rayos solares, la clorofila hace que el CO<sub>2</sub> y el agua reaccionen, de lo que resulta la formación de la glucosa, del almidón y del tejido fibroso vegetal. (H. Wilking, Introducción a la Química, UTHEA Pag. 41).

plantas para vivir, entonces animales y plantas son radiactivos.

Cuando el organismo muere el intercambio termina y el C-14 decae -  
 $(C^{14} \rightarrow N^{14} + \beta^-)$  con una velocidad tal que su concentración es reducida  
 a la mitad en  $\{5570 \pm 30\}$  años.

II.- La velocidad de producción del C-14 esta balanceada por la veloci-  
 dad de decaimiento radiactivo y una concentración de equilibrio\* ha si  
 do mantenida por muchos cientos de años.

---

\* Supongamos que la velocidad de producción de una especie radiactiva  
 dada es constante e igual a Q, entonces si N es el número de estos  
 átomos radiactivos presentes después de un tiempo t, la velocidad neta  
 de crecimiento será.

$$\frac{dN}{dt} = Q - \lambda N$$

Si resolvemos esta ecuación diferencial y para simplificar suponemos --  
 que para  $t = 0$ ,  $N = 0$ ; para  $t = t$ ,  $N = N$  obtenemos

$$\lambda N = Q (1 - e^{-\lambda t})$$

Esta ecuación nos dice que para tiempos grandes comparados con la vida  
 media, la velocidad con que se producen esos átomos radiactivos es --  
 igual a la velocidad con que desaparecen.- Esto es

$$\lambda N = Q$$

## CAPITULO II

### SINTESIS DEL BENCENO

#### Tipos de muestras que pueden ser procesadas...

a.- Muestras orgánicas. (Maderas, textiles, cueros, etc.), de estos tipos de muestras el más comunmente tratado es la madera quemada, material que es preferido porque se conserva indefinidamente en la tierra y no intercambia carbón con el ambiente que lo rodea.

b.- Muestras inorgánicas. (Conchas, cáscaras de huevo, huesos etc.), estas muestras deben de contener cualquier forma de carbonato de calcio el cual haya sido precipitado o formado por organismos durante su proceso de vida.

#### Cantidad de muestra requerida para ser procesada.

La cantidad apropiada de muestra difiere de uno a otro tipo de material dependiendo de la cantidad de carbón que cada uno de estos contenga como también del estado de la muestra.

En nuestro caso fué necesario obtener de la muestra 0.20 moles de carbono, habiendo sido suficiente para ello las siguientes cantidades.

Madera no quemada.....	(10-12) gms
Madera quemada.....	(6 - 8) gms
Carbonatos en general.....	(35-40) gms.

### Pretratamiento.

Como paso previo a la síntesis del benceno es necesario realizar un pretratamiento, el cual tiene como objeto remover las posibles fuentes de contaminación de la muestra.

Ante la dificultad de aplicar un pretratamiento específico a cada una de las muestras que es tratada, en los laboratorios se adoptan pretratamientos estandar tendientes a eliminar impurezas tales como raices, insectos, ácido húmico, carbonatos, tierras, etc. etc.

El pretratamiento aplicado a las muestras que fueron procesadas en nuestro laboratorio fueron las siguientes:

#### 1.- Pretratamiento para madera (quemada y no quemada).

- 1.1 Dejarla en agua para soltar tierras o similares durante el tiempo que sea necesario.
- 1.2 Hervirla en ácido clorhídrico (HCL)-6% durante 2 horas y dejar la muestra en la solución durante 24 horas más.
- 1.3 Hervirla en agua destilada hasta eliminar de ella el ión cloro ( $CL^{-1}$ )
- 1.4 Hervirla en Hidróxido de sodio (NaOH)-0.1N durante 2 horas
- 1.5 Hervirla en agua destilada hasta eliminar el ión sodio ( $Na^{+}$ ).
- 1.6 Hervirla en HCL-6% durante 2 horas para eliminar cualquier compuesto de carbonato formado durante el tratamiento con NaOH.

- 1.7 Hervir la muestra en agua destilada hasta la completa eliminación del ión cloro.
- 1.8 Secarla en un horno a 120°C durante 24 horas.
- 1.9 Eliminar mecánicamente impurezas (raíces, insectos, etc.) haciendo uso de una lente si fuese necesario.
- 1.10 Pesarla.

## 2.- Pretratamiento de muestras inorgánicas. (carbonatos).

- 2.1 Dejarlos en agua para ablandar y soltar cualquier tipo de impureza superficial.
- 2.2 Limpiar mecánicamente su superficie mediante un raspado.
- 2.3 Introducir la muestra en HCL 10% hasta eliminar la mitad de su peso.
- 2.4 Hervirlos en agua destilada para eliminar el ión cloro.
- 2.5 Secarlos en un horno a temperatura 120°C
- 2.6 Quebrar la muestra hasta obtener tamaños adecuados (aproximadamente 3 cm<sup>2</sup>)
- 2.7 Pesar.

Seguidamente estas muestras son procesadas en la línea química -- (vease Ilustraciones 1, 2, 3 y 4) donde es realizado el proceso de síntesis del benceno.

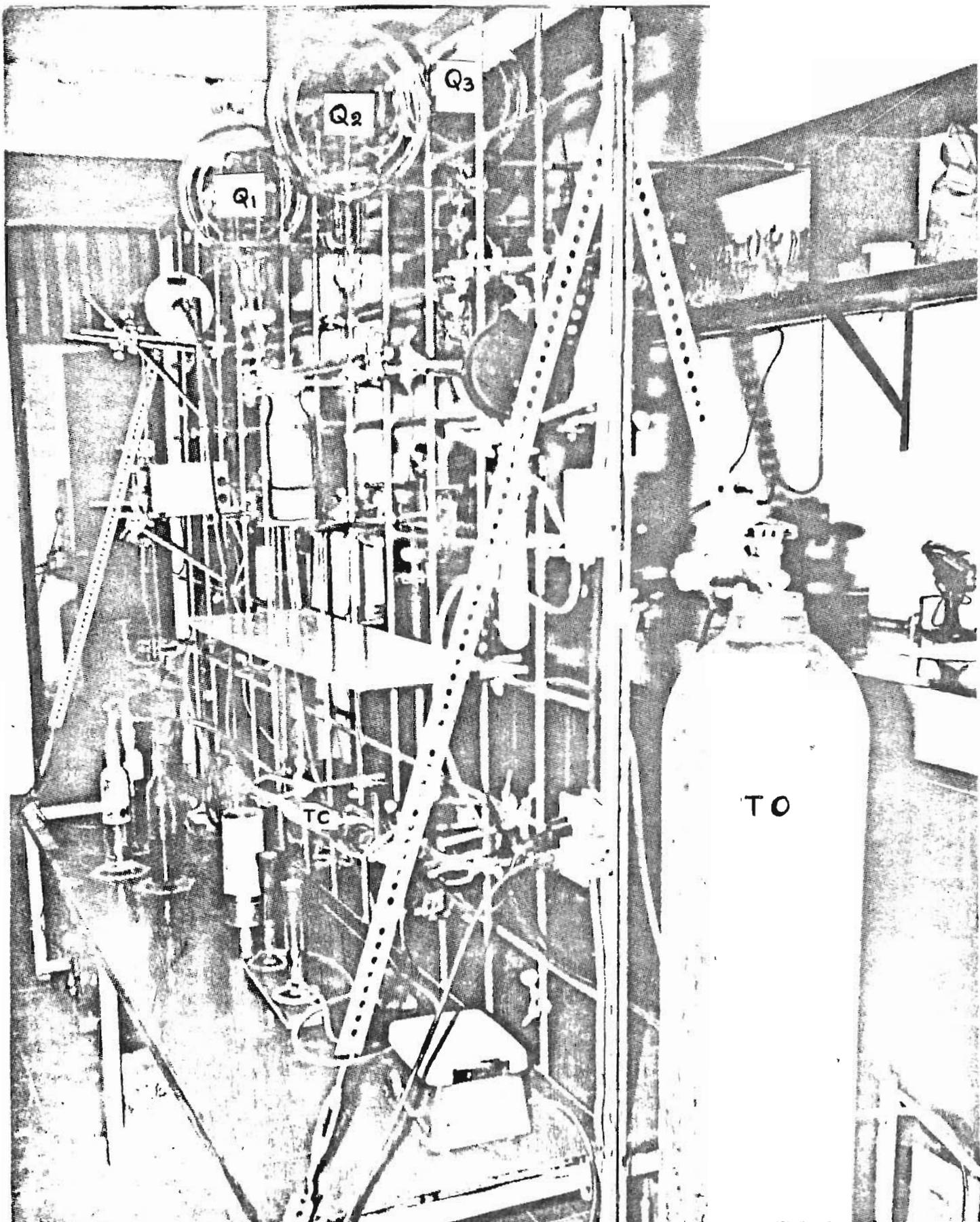


Ilustración 1. Vista anterior de la línea química para síntesis del benceno.

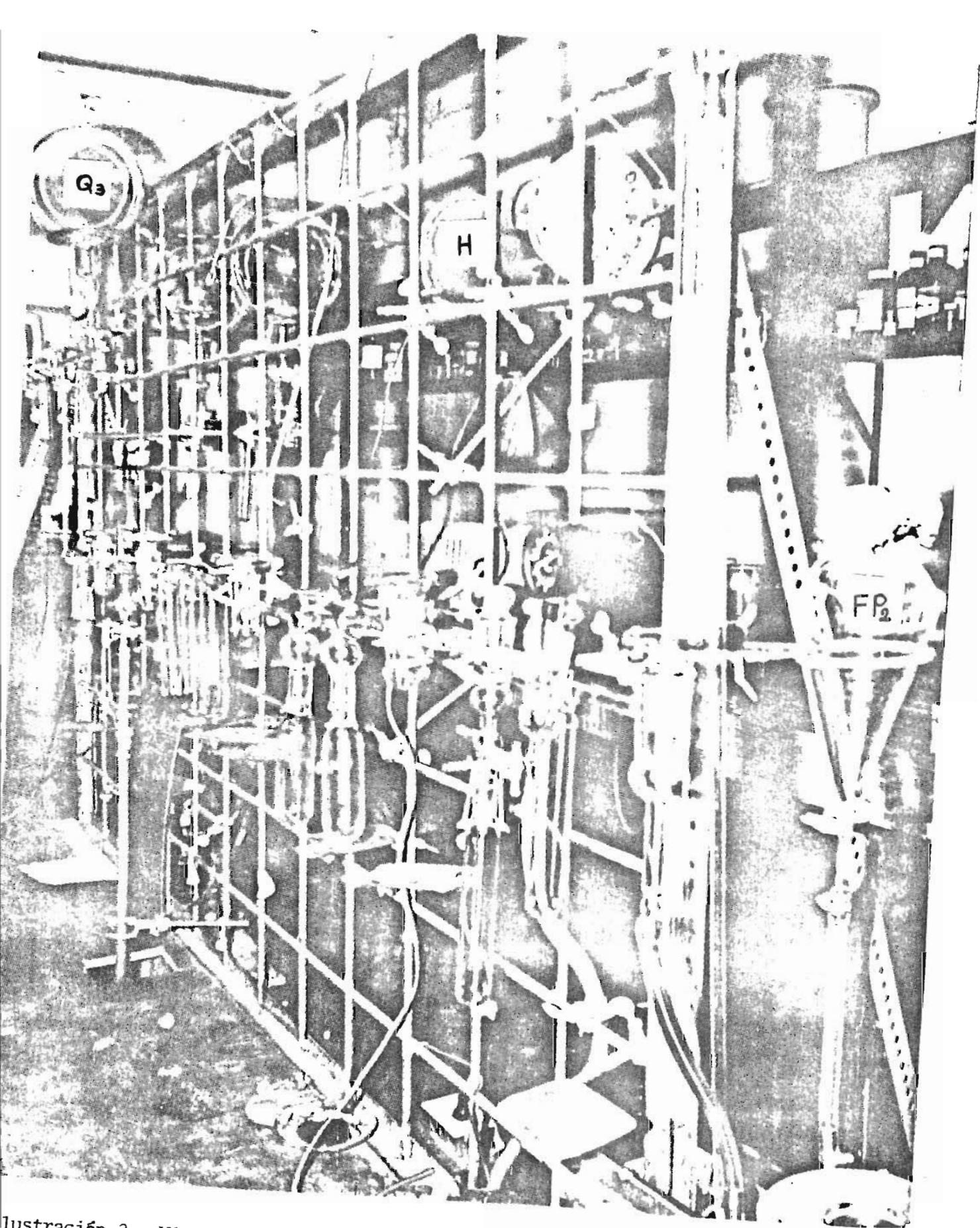


Ilustración 2. Vista posterior de la línea química para síntesis del benceno.

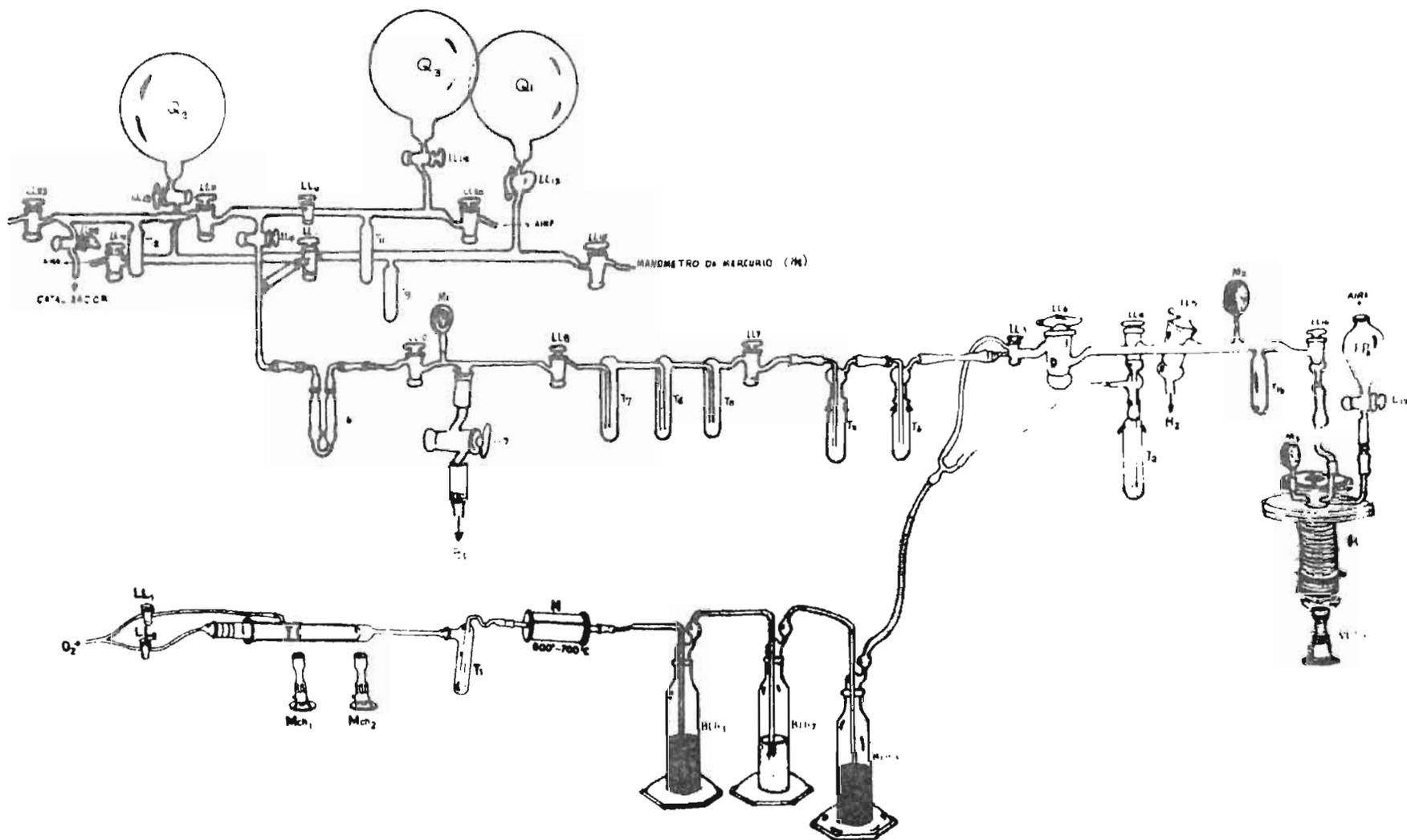


Ilustración 3. Esquema general de la línea para síntesis del benceno a partir, de la combustión de muestras orgánicas.

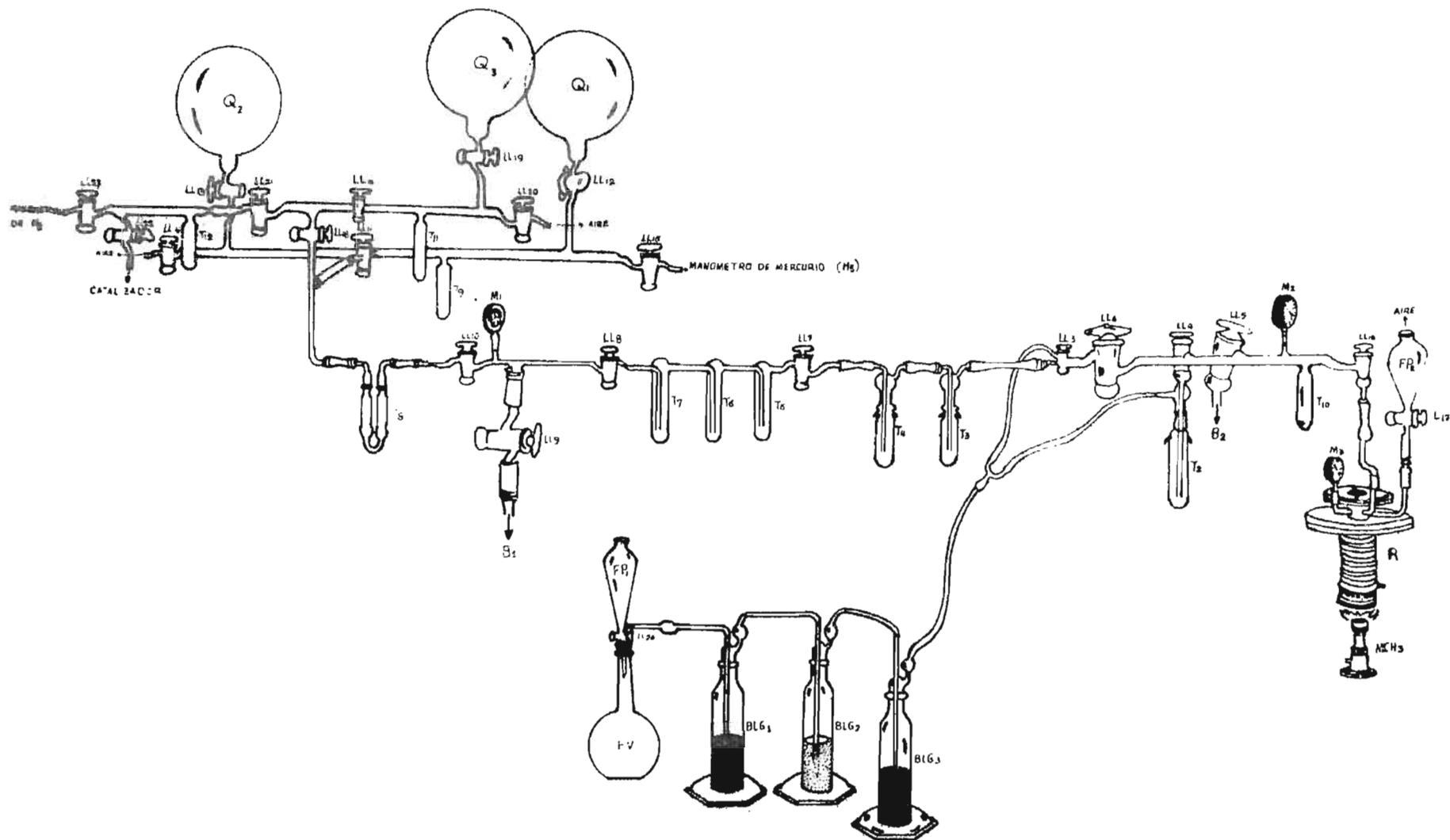


Ilustración 4. Esquema general de la línea para síntesis del benceno a partir de ataque ácido de carbonatos.

Identificación de los símbolos utilizados en las ilustraciones 3 -4 y

8.

BLG <sub>1</sub>	Frasco con solución de Permanga de potasio (KMnO <sub>4</sub> )
BLG <sub>2</sub>	Frasco con Nitrato de Plata (NO <sub>3</sub> Ag)
BLG <sub>3</sub>	Frasco con solución sulfocrómica. (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )
FP <sub>1</sub>	Frasco separador en el cual es de- positado ácido clorhídrico (HCL) - para ataque ácido de carbonatos.
FP <sub>2</sub>	Frasco separador para depositar -- agua destilada que se utilizará en la hidrólisis del carburo de litio (C <sub>2</sub> Li <sub>2</sub> ).
F V	Frasco volumétrico para depositar carbonatos.
H	Horno en cuyo interior se encuentra un tubo con óxido de cobre en forma de viruta y a una temperatura de - 600°C.
LL <sub>0</sub> , LL <sub>1</sub> , LL <sub>2</sub> .....LL <sub>26</sub>	Llaves para permitir o impedir el paso de gases.
m <sub>1</sub> , m <sub>2</sub> , m <sub>3</sub>	Manómetros
MCH <sub>1</sub> , MCH <sub>2</sub> , MCH <sub>3</sub>	Mecheros Bunsen.

$Q_1, Q_2$	Tanques para almacenar $CO_2$
$Q_3$	Tanques para almacenar $C_2H_2$
R	Reactor
$T_1, T_3, T_4$	Trampas enfriadas con una mezcla de alcohol isopropílico y hielo seco para capturar humedad.
$T_2$	Trampa enfriada con nitrógeno ( $N_2$ ) líquido para capturar humedad.
$T_5, T_6, T_7$	Trampas enfriadas con $N_2$ líquido - para capturar dióxido de carbono - ( $CO_2$ ) y Acetileno ( $C_2H_2$ ).
$T_8$	Trampa con sílica gel para absorber humedad.
$T_9, T_{10}$	Trampa enfriada con $N_2$ líquido para capturar $CO_2$
$T_{11}, T_{12}$	Trampas enfriadas con $N_2$ líquido para capturar $C_2H_2$
$TB_1, TB_2$	Trampas enfriadas con $N_2$ líquido - para capturar benceno ( $C_6H_6$ )
TC	Tubo de Combustión
TO	Tanque de oxígeno gaseoso

Descripción del proceso de síntesis del benceno (véase ilustración 3).

### Obtención del CO<sub>2</sub>

Después que la muestra ha sido colocada en el tubo de combustión - (ilustración 5) manteniendo cerradas LL<sub>1</sub>, LL<sub>2</sub>, LL<sub>4</sub>, LL<sub>6</sub>, LL<sub>10</sub> y abiertas LL<sub>3</sub>, LL<sub>7</sub>, LL<sub>8</sub> y LL<sub>9</sub> se hace el vacío por medio de la bomba B<sub>1</sub>. Cuando ninguna fuga es detectada, se enfrían T<sub>1</sub>, T<sub>3</sub> y T<sub>4</sub> con una mezcla de alcohol isopropílico y hielo seco (se espera que en estas trampas que den capturados los productos de destilación que puedan producirse durante la combustión de la muestra). Seguidamente se enfrían T<sub>5</sub>, T<sub>6</sub> y T<sub>7</sub> con nitrógeno líquido para capturar el dióxido de carbono, a continuación se abren LL<sub>1</sub> y LL<sub>2</sub> y se permite entrar el oxígeno en la línea durante 30 segundos (Esta corriente de oxígeno servirá para arrastrar partículas extrañas y para determinar que la sección de trabajo está completamente abierta).

Pasados 30 segundos se cierran LL<sub>1</sub> y LL<sub>2</sub> y cuando el vacío es nuevamente reestablecido, se abre LL<sub>1</sub>, se disminuye la velocidad con que se hace el vacío casi cerrando LL<sub>9</sub> y se encienden los mecheros MCH<sub>1</sub> y MCH<sub>2</sub>.- Puede observarse que estando LL<sub>2</sub> cerrado no habrá combustión de la muestra, por lo tanto esta expulsará solamente gases, los cuales al salir del tubo interno arderán por encontrarse en una atmósfera de oxígeno caliente (700-800)°C.

Cuando se observa total ausencia de gases, se cierra LL<sub>1</sub> y se abre LL<sub>2</sub> iniciándose así la combustión de la muestra.

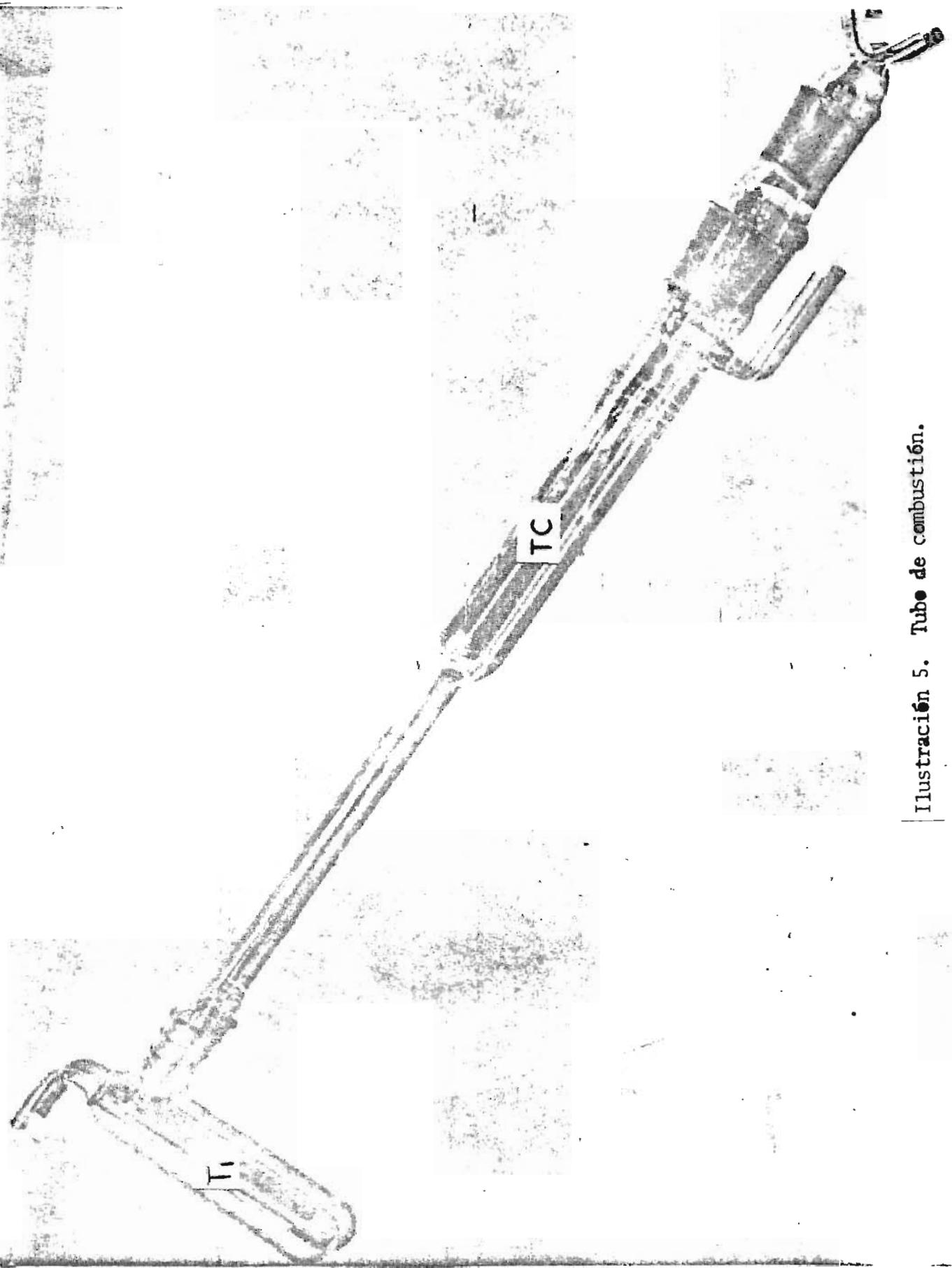
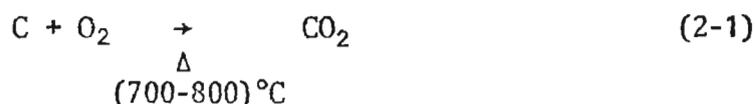


Ilustración 5. Tubo de combustión.

La mencionada reacción se expresa:



Cuando la cantidad de oxígeno que entra al tubo de combustión es insuficiente, se formará también monóxido de carbono (CO), pero cuando este gas atraviesa el horno (H) tendrá lugar la reacción:



lo cual asegura que la formación de  $\text{CO}_2$  sea completa.

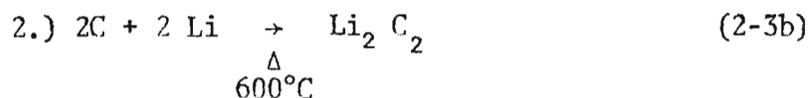
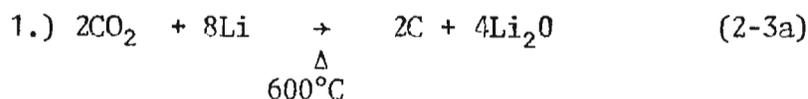
Cuando todo el  $\text{CO}_2$  ha sido capturado, se cierran  $\text{LL}_2$ ,  $\text{LL}_3$ ,  $\text{LL}_7$ , y  $\text{LL}_8$ , se abren  $\text{LL}_0$ ,  $\text{LL}_9$ ,  $\text{LL}_{10}$ ,  $\text{LL}_{11}$ ,  $\text{LL}_{12}$ ,  $\text{LL}_{13}$ ,  $\text{LL}_{15}$ ,  $\text{LL}_{18}$ ,  $\text{LL}_{19}$ ,  $\text{LL}_{21}$ ,  $\text{LL}_{22}$ ,  $\text{LL}_{23}$ ,  $\text{LL}_{24}$  y se hace vacío en esa zona. Cuando el vacío ha alcanzado el grado apropiado (aproximadamente  $10^{-2}$  mm Hg) se cierran  $\text{LL}_9$ ,  $\text{LL}_{18}$ ,  $\text{LL}_{22}$ , se abre  $\text{LL}_8$  y se quita el baño de nitrógeno líquido de  $\text{T}_5$ ,  $\text{T}_6$ ,  $\text{T}_7$  para permitir al  $\text{CO}_2$  gasificar. Cuando todo el  $\text{CO}_2$  ha gasificado se calcula el volumen de gas ( $\text{CO}_2$ ) obtenido.

Enfriando  $\text{T}_9$  con nitrógeno líquido, el  $\text{CO}_2$ , es capturado allí quedando almacenado en  $\text{O}_1$  y  $\text{O}_2$ , seguidamente se cierra  $\text{LL}_{11}$  y se calcula la cantidad estequiométrica de litio más el 25% por peso (el 25% de exceso de litio es agregado para garantizar que todo el  $\text{CO}_2$  participe en el proceso de carburación).

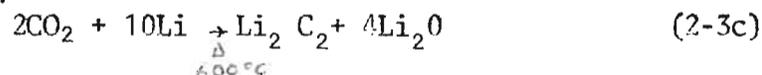
### Obtención y trimerización del acetileno (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)

Se coloca en el fondo del reactor (véase ilustración 6) la cantidad estequiométrica de litio más el 25% por peso, se cierra LL<sub>17</sub>, se abre LL<sub>5</sub> y LL<sub>16</sub> e inmediatamente se inicia el vacío por la bomba B<sub>2</sub>. Si después de haber logrado el vacío deseado (10<sup>-2</sup> mm Hg) se controla que no hay fugas, se enciende el mechero MCH<sub>3</sub> y se calibra la llama para obtener una temperatura de 600°C con la cual se alcanzará el punto de fusión del litio. (El enfriamiento del reactor (R) es efectuado mediante refrigeración con agua).

Cuando el litio está completamente fundido (puede observarse a través de la ventanilla del reactor) se encierran LL<sub>5</sub>, LL<sub>16</sub>, se abren LL<sub>6</sub>, LL<sub>7</sub> y LL<sub>11</sub> y enfriando T<sub>10</sub> con N<sub>2</sub> líquido el CO<sub>2</sub> es capturado allí. Seguidamente, cerramos LL<sub>6</sub>, quitamos el baño de N<sub>2</sub> líquido de T<sub>10</sub> y abriendo LL<sub>16</sub> permitimos que el CO<sub>2</sub> que gasifique vaya en contacto con el litio\* produciéndose la siguiente reacción:



De 1.) y 2.) tenemos:




---

\* Este proceso puede ser acelerado calentando T<sub>10</sub> con agua a 70°C.

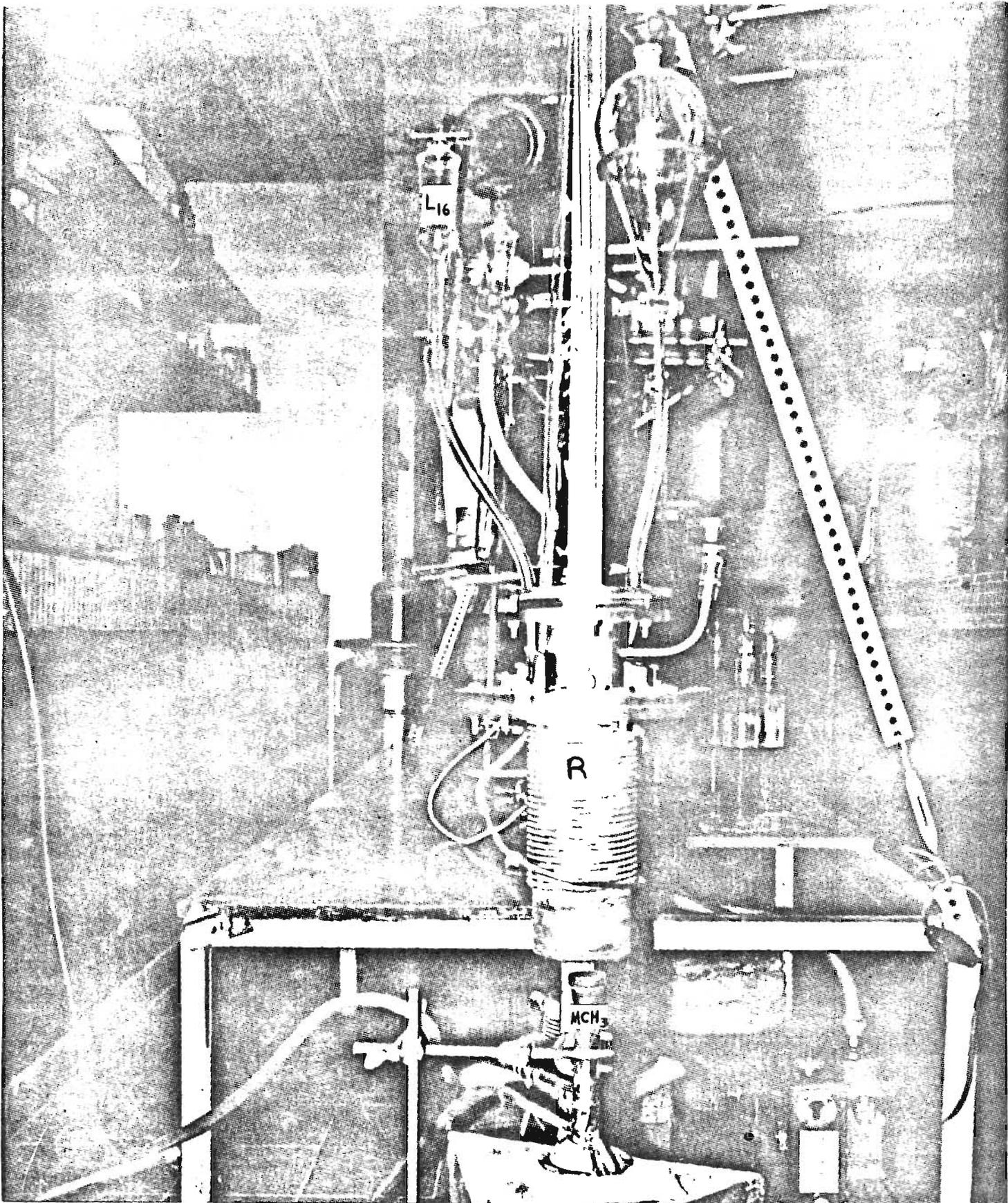
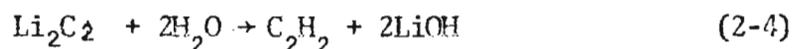


Ilustración 6. Vista de la línea química para síntesis del benceno mostrando la cámara de reacción. (R)

Después de la total desaparición del  $\text{CO}_2$ , abrimos  $\text{LL}_5$  para hacer vacío por un período de 30 minutos con el propósito de eliminar trazas extrañas que puedan estar presentes. Terminando este período se interrumpe la calefacción permitiendo que el reactor enfíe hasta alcanzar la temperatura ambiente.

### La Hidrólisis

Se enfrían  $\text{T}_5$ ,  $\text{T}_6$ ,  $\text{T}_7$  con nitrógeno líquido, seguidamente se cierran  $\text{LL}_5$ ,  $\text{LL}_{10}$ ,  $\text{LL}_{11}$  y se abren  $\text{LL}_6$ ,  $\text{LL}_9$ ,  $\text{LL}_{17}$  para iniciar la hidrólisis (la velocidad de entrada de agua debe ser controlada para evitar que la reacción sea violenta) teniendo lugar la siguiente reacción.



El acetileno que sale de la cámara de reacción es acompañado por agua y por hidrógeno (el hidrógeno es formado debido a que se utiliza exceso de litio). Cuando la mezcla pasa por  $\text{T}_3$  y  $\text{T}_4$  le son absorbidos los productos de destilación, mientras que en  $\text{T}_5$ ,  $\text{T}_6$ ,  $\text{T}_7$  es capturado el acetileno, yéndose pasando únicamente el hidrógeno el cual es eliminado por la bomba  $\text{B}_1$ .

Concluida la hidrólisis, cerramos  $\text{LL}_7$ ,  $\text{LL}_{16}$ ,  $\text{LL}_{17}$  y abrimos completamente  $\text{LL}_9$  para eliminar las últimas trazas de hidrógeno. Cuando ese proceso está concluido, cerramos  $\text{LL}_9$ , abrimos  $\text{LL}_{10}$ ,  $\text{LL}_{18}$  y quitamos los baños de nitrógeno líquido de  $\text{T}_5$ ,  $\text{T}_6$ ,  $\text{T}_7$  para permitir que el acetileno gasifique y sea almacenado en  $\text{Q}_3$  (Para que esto sea logrado -

T<sub>11</sub> debe ser enfriado con N<sub>2</sub> líquido). Cuando todo el acetileno está almacenado en Q<sub>3</sub> se cierra LL<sub>18</sub>, se quita el baño de N<sub>2</sub> líquido de T<sub>11</sub> y se abre LL<sub>22</sub> permitiendo así que el acetileno vaya en contacto con el catalizador\* para ser trimerizado, esto es:



### Extracción del Benceno (véase ilustraciones 7 y 8)

Cuando la trimerización ha finalizado, se cierra LL<sub>22</sub> y LL<sub>24</sub> y se retira el sistema de ciclización para armar la línea de extracción del benceno.

Previo a proceder a extraer el benceno, manteniendo cerrada LL<sub>24</sub> y abierta LL<sub>25</sub> se hace vacío en TB<sub>1</sub> y TB<sub>2</sub> por medio de la Bomba B<sub>3</sub>. -- Cuando esto ha sido logrado se cierra LL<sub>25</sub> y se enfrían TB<sub>1</sub> y TB<sub>2</sub> con N<sub>2</sub> líquido. Se abre LL<sub>24</sub> y se lleva el sistema de ciclización a temperatura de 100°C. A esta temperatura el benceno gasificará para ser capturado en TB<sub>1</sub> y TB<sub>2</sub>. El benceno allí capturado es inmediatamente transferido a frascos especiales donde debe permanecer congelado antes de ser llevado al contómetro.

---

\*El catalizador, antes de ser utilizado debe deshidratarse manteniéndolo a una temperatura de 300°C durante tres horas y con continua aplicación de vacío.

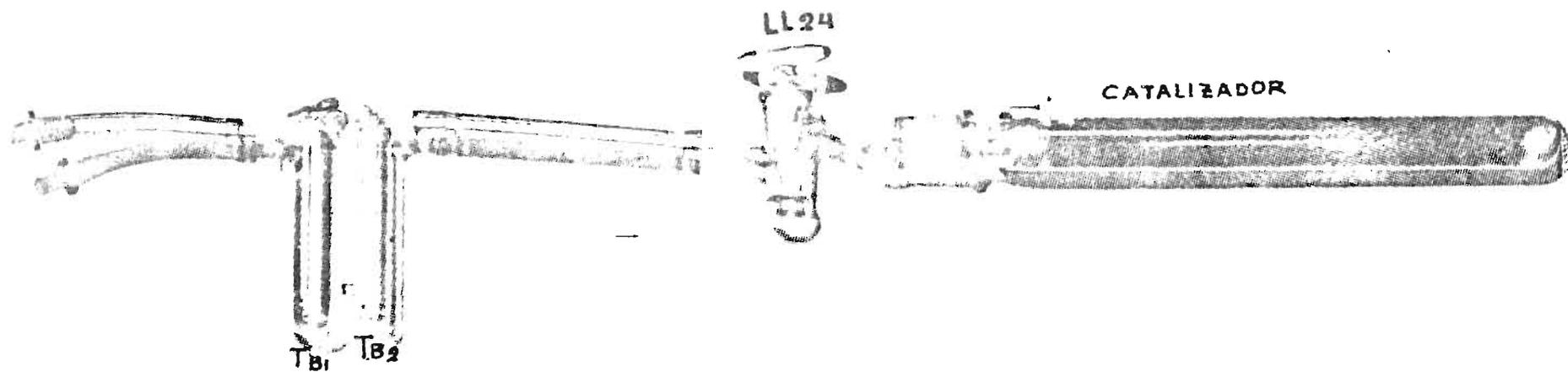


Ilustración 7. Esquema mostrando el montaje del equipo previo a la extracción del benceno.

# ESQUEMA DE LINEA PARA EXTRAER BENCENO

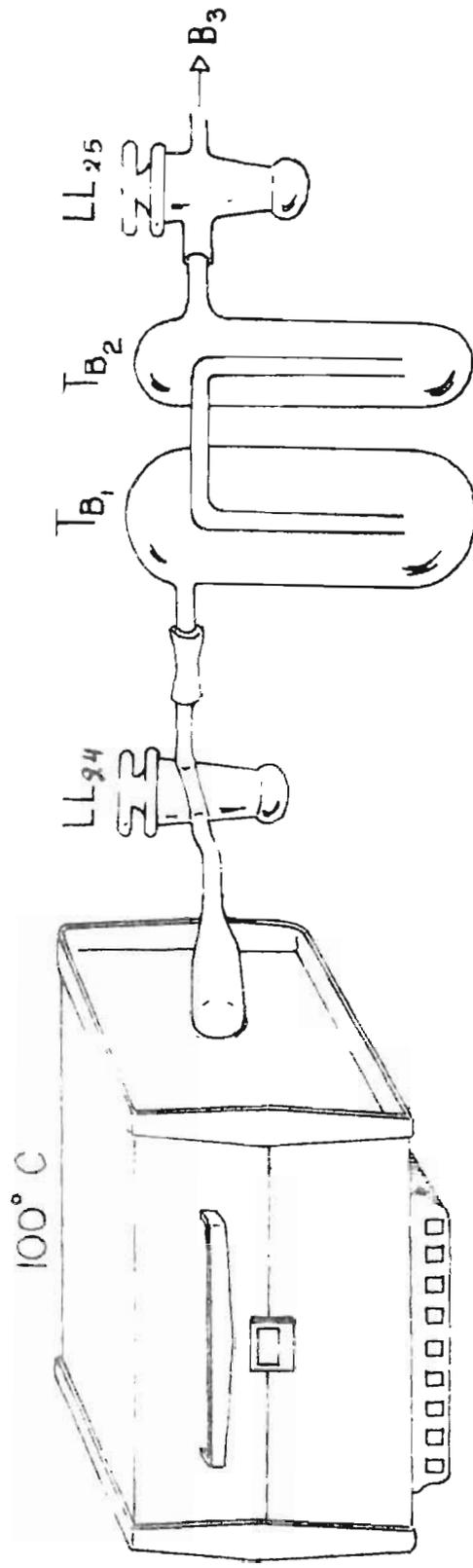


Ilustración 8.

Preparación de la referencia estándar contemporánea. (Véase Ilustración 4).

El estándar contemporáneo utilizado por los Laboratorios de Radiocarbono, es preparado del ácido oxálico que es vendido solamente a los laboratorios de Radiocarbono por la "U. S. Department of Commerce, National Bureau of Standards Washington, D.C".

Descripción.-

1.- Prepare la siguiente solución:

250 ml de agua destilada

40 ml de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado

15 gm de permanganato de potasio ( $MnO_4$ )

2.- Coloque 17.35 gms de ácido oxálico + 50 ml de agua destilada en F V.

3.- Enfríe  $T_2$  con  $N_2$  líquido y manteniendo cerradas  $LL_3$ ,  $LL_6$ ,  $LL_{10}$ ,  $LL_{16}$  y abiertas  $LL_4$ ,  $LL_5$ ,  $LL_7$ ,  $LL_8$ ,  $LL_9$  hagase vacío en esas zonas por medio de las bombas para vacío  $B_1$  y  $B_2$ .- Cuando es to haya sido logrado, enfríe  $T_3$  y  $T_4$  con una mezcla de alcohol isopropílico y hielo seco y enfríe  $T_5$ ,  $T_6$ , y  $T_7$  con  $N_2$  líquido.

Deposite la solución preparada en  $FP_1$ , cierre  $LL_4$ ,  $LL_5$  y  $LL_9$ , abra  $LL_3$  y vierta goteando la solución depositada en  $FP_1$  sobre el ácido oxálico, e interrumpa el paso del gas hacia  $T_2$  por medio de una prensa.

4.- Colecte el CO<sub>2</sub>

5.- Prosiga tal como es descrito en las páginas 16, 17, 19 y 20.

## CAPITULO III.

### ESTADISTICA APLICADA AL ANALISIS DE LOS DATOS.

Presumiblemente sabemos que las fechas de radiocarbono son derivadas de un estimado del valor verdadero de la velocidad de emisión de electrones del carbon radiactivo.

$$C^{14} = N^{14} + \beta^-.$$

Si fuera posible contar la muestra durante un tiempo infinitamente largo, o si la emisión de electrones ocurrieran con regularidad, no hablaríamos de estimados de velocidad de desintegración, pero desafortunadamente las emisiones no ocurren en intervalos regulares ni tampoco podemos mantener una muestra en el contómetro durante un tiempo indefinido.

Sin embargo, se ha demostrado que la serie matemática conocida como distribución Binomial describe aproximadamente la forma de cómo se suceden los eventos de azar, de tal modo que podemos hacer uso de ella para suministrar al valor estimado, un informe de la magnitud del error a ser esperado debido a que la muestra es contada durante un tiempo finito.

#### Distribución Binomial

Dado un conjunto de objetos en los cuales la probabilidad de ocurrencia de un objeto de una clase particular  $\omega$  es  $P$ , si  $n$  objetos son retirados del conjunto, la probabilidad  $W_{(r)}$  de que exactamente  $r$  de

los objetos son de la clase  $\omega$  es dado por

$$W(r) = \frac{n!}{(n-r)!r!} p^r q^{n-r} \quad (3-1)$$

donde  $q = 1-p$

Si pensamos en  $N_0$  como el número  $n$  de objetos elegidos por observación y pensamos en  $m$  como el número  $r$  que tienen una cierta propiedad (esto es la de desintegrarse en un tiempo  $t$ ), podemos escribir la Ley Binomial como:

$$W(m) = \frac{N_0!}{(N_0-m)!m!} p^m q^{N_0-m} \quad (3-2)$$

#### VELOCIDAD PROMEDIO DE DESINTEGRACION $\bar{V}$

Por definición sabemos que el valor promedio  $\bar{X}$  de un conjunto de cantidades  $X_i$  es dado por

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (3-3)$$

También, tomando en consideración la posibilidad de que cualquier valor particular pueda aparecer varias veces ( $f_i$  veces) entonces.

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n f_i X_i = \sum_{i=1}^n P_i X_i \quad (3-4)$$

donde:  $P_i$  representa la probabilidad de que una cantidad específica pertenezca a una determinada clase.

Generalizando (3-4) tenemos que el valor promedio de una función de  $x$  es

$$\bar{F}(x) = \sum_i P_i F(x_i) \quad (3-5)$$

de (3-2) y (3-5) tenemos que:

$$\begin{aligned} \bar{m} &= \sum_{m=0}^{m=N_0} m W(m) \\ &= N_0 P \cdot 1 \\ &= N_0 (1 - e^{-\lambda t}) \quad \text{véase Apéndice 1.} \end{aligned}$$

para  $t \gg T_{1/2}$  tenemos que

$$\bar{m} = N_0 \lambda t \quad (3-6)$$

$$\frac{\bar{m}}{t} = \bar{V} = N_0 \lambda^* \quad (3-7)$$

---

<sup>1</sup>.-Friendlander, Kennedy and Miller, Nuclear and Radiochemistry.

\*.- Obsérvese que este resultado es el mismo que se obtiene derivando la ecuación (1-1) que expresa la Ley del decaimiento radiactivo.

### Desviación Estandar $\sigma_m$

El Segundo momento de distribución (el recolor del valor promedio por definición está dado por

$$\sigma_m^2 = \sum_{m=0}^N (m - \bar{m})^2 W(m)$$

haciendo uso de las siguientes relaciones

$$\sigma_m^2 = \bar{m}^2 - \bar{m}^2 \quad \text{vease Apéndice 2.}$$

$$X^2 = X(X-1) + X$$

se demuestra facilmente que:

$$\begin{aligned} \sigma_m &= \sqrt{N_0 Pq} \\ &= \sqrt{\bar{m} e^{-\lambda t}} \end{aligned}$$

Para tiempos de observación cortos comparados con la vida media

$$\sigma_m \propto \bar{m} \quad (3-8)$$

$$\therefore \sigma_v = \frac{\sqrt{\bar{m}}}{t} = \sqrt{\frac{v}{t}} \quad (3-9)$$

## Propagación del error.

Debido al frecuente uso de datos experimentales al cálculo de magnitudes derivadas, es necesario el conocimiento de la relación entre la precisión de los valores calculados y la precisión de la información obtenida. Por ejemplo, sustraer la velocidad de conteo de fondo de una velocidad de conteo observada, la razón de las velocidades de conteo de dos muestras, etc.

Para la deducción de estas relaciones haremos uso del siguiente teorema: "Si la probabilidad de un evento  $i$  es  $P_i$  y si después de que  $i$  ha sucedido la probabilidad de otro evento  $j$  es  $P_j$ , entonces la probabilidad de que suceda primero  $i$  y luego  $j$  es dado por " $P_i \times P_j$ ".-

Refiriéndonos al teorema anterior tenemos que si dos medidas de dos cantidades " $x$ " y " $y$ " son independientes entonces la probabilidad de tener un resultado con " $x$ " entre " $x$ " y " $x + dx$ " mientras que de " $y$ " sea entre " $y$ " y " $y + dy$ " vendrá dado por

$$P_{(x, y)} dx dy = X_{(x)} Y_{(y)} dx dy.$$

Recordando que  $\bar{F}_{(x)} = \sum P_i F_{(xi)}$

$$\text{entonces } \bar{f}_{(x, y)} = \iint X_{(x)} Y_{(y)} f_{(x, y)} dx dy \quad (3-10)$$

haciendo un expansión de Taylor de la función  $f_{(x,y)}$  alrededor  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  y sustituyendo en (3-10) tenemos que:

$$\bar{F}_{(x,y)} \approx f(\bar{x}, \bar{y}) \quad (3-11)$$

de donde obtenemos las importantes relaciones.

$$\overline{x + y} = \bar{x} + \bar{y} \quad (3-12a)$$

$$\overline{x - y} = \bar{x} - \bar{y} \quad (3-12b)$$

$$\overline{xy} = \bar{x}\bar{y} \quad (3-12c)$$

### Desviación Estandar $\sigma_f$

Obviamente, el estimado de la variancia es dado por

$$\sigma_f^2 = \overline{|f_{(x,y)} - \bar{F}_{(x,y)}|^2} = \iint X(x) Y(y) |f_{(x,y)} - \bar{F}_{(x,y)}|^2 dx dy \quad (3-13)$$

y nuevamente sustituyendo\* la expansión de Taylor de  $f_{(x,y)}$  alrededor de  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  en 3-13 obtenemos que

$$\sigma_f^2 = \left( \frac{\partial f}{\partial x} \right)^2 \bigg|_{(\bar{x}, \bar{y})} \sigma_x^2 + \left( \frac{\partial f}{\partial y} \right)^2 \bigg|_{(\bar{x}, \bar{y})} \sigma_y^2 + \left( \frac{\partial^2 f}{\partial x \partial y} \right) \bigg|_{(\bar{x}, \bar{y})} \sigma_x \sigma_y$$

---

\*Al hacer la sustitución, considere que  $f_{(x,y)}$  varía suficientemente -- suave alrededor de  $\bar{x}, \bar{y}$  de tal modo que las segundas y mayores derivadas de  $f_{(x,y)}$  con respecto a cualquiera de las variables pueden ser despreciadas.

$$\sigma_{\bar{f}} = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \Big|_{(\bar{x}, \bar{y})} \sigma_{\bar{x}}^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \Big|_{(\bar{x}, \bar{y})} \sigma_{\bar{y}}^2 + \dots} \quad (3-13)$$

Utilizando la expresión 3-13 se obtiene fácilmente que:

$$\sigma_{\frac{x}{y}} = \sqrt{\sigma_{\bar{x}}^2 + \sigma_{\bar{y}}^2} \quad (3-14a)$$

$$\sigma_{\frac{x}{-y}} = \sqrt{\sigma_{\bar{x}}^2 + \sigma_{\bar{y}}^2} \quad (3-14b)$$

$$\sigma_{\bar{x}\bar{y}} = \bar{x}\bar{y} \sqrt{\frac{\sigma_{\bar{x}}^2}{\bar{x}^2} + \frac{\sigma_{\bar{y}}^2}{\bar{y}^2} + \frac{\sigma_{\bar{x}}^2}{\bar{x}^2} \frac{\sigma_{\bar{y}}^2}{\bar{y}^2}} \quad (3-14c)$$

$$\sigma_{\ln\left(\frac{x}{y}\right)} = \sqrt{\frac{\sigma_{\bar{x}}^2}{\bar{x}^2} + \frac{\sigma_{\bar{y}}^2}{\bar{y}^2}} \quad (3-14d)$$

## CAPITULO IV

### EL CONTADOR DE RADIACIONES.

Los contadores de radiaciones son los dispositivos que indican y miden la cantidad de radiación emitida por los radionucleídos.

Como contador puede usarse una cámara de ionización, un contador proporcional, un contador de centelleo o un detector de estado sólido<sup>1</sup>. La elección del contador a utilizarse depende del tipo de radiación a medirse y de la disponibilidad de los detectores.

El contador utilizado en este experimento fué un Espectrómetro de Centelleo Líquido Packard modelo 3320 (Véase ilustración 4-1).

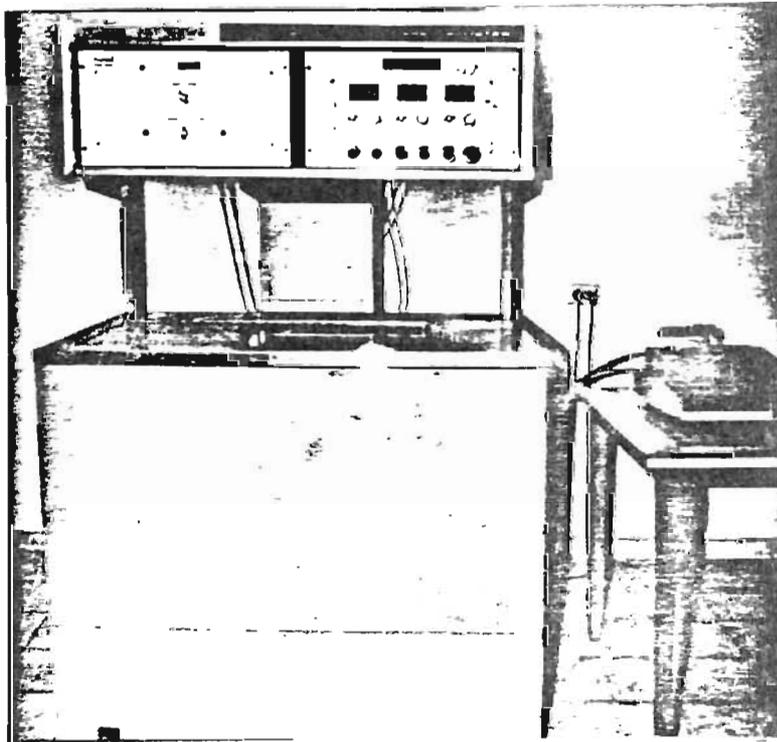


ilustración 4-1

<sup>1</sup> Lombardi M.H y Akers L.K, Radioisótopos en invetigación básica, USAEC, E.U. de A. Pag. (63-108).

Este equipo posee las siguientes funciones básicas:

- 1.- Detección. Esta consiste en la conversión de un evento de decaimiento radiactivo en un pulso eléctrico.
- 2.- Conteo. Que consiste en la conversión en pulsos de salida del detector en pulsos estándar los cuales son contados y mostrados en la pantalla
- 3.- Control.- El equipo proporciona varios tipos de límites de tal modo que pueden ser seleccionadas las condiciones de conteo.

El esquema generalizado de los circuitos eléctricos de operación puede ser representado por la siguiente figura:

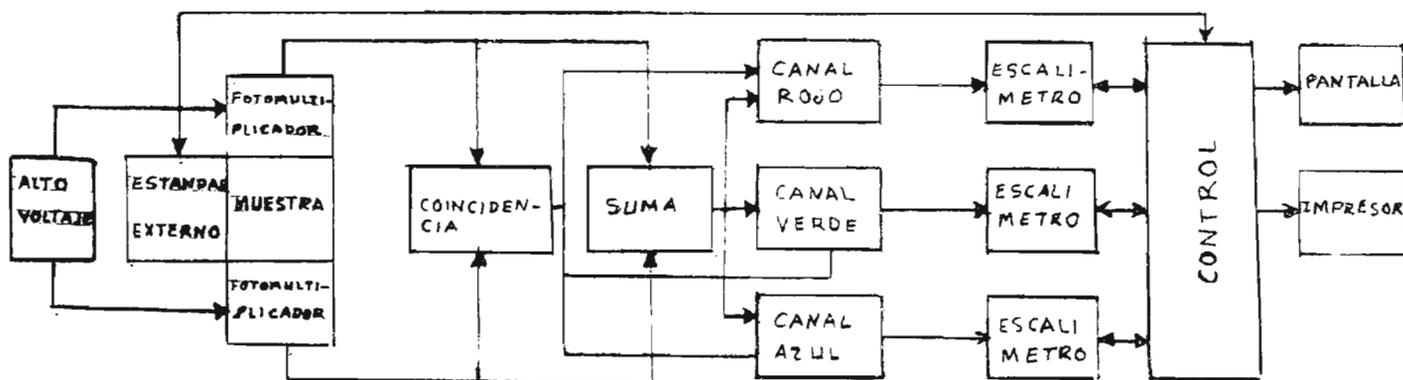


Diagrama tomado del Manual de instrucciones No. 2080 del Automatic Tri-Carb Liquid Scintillation Spectrometer.

Descripción (véase ilustración 4-2)

Las partes principales del espectrómetro son:

- a) Los Fotomultiplicadores
- b) La fuente de alto voltaje
- c) El circuito de coincidencia
- d) El circuito de suma
- e) El circuito analizador de pulsos
- f) El escalímetro

- a) Un fotomultiplicador<sup>2</sup> consta de fotocátodo, dínodos y ánodo, un esquema del mismo puede representarse por la siguiente figura:

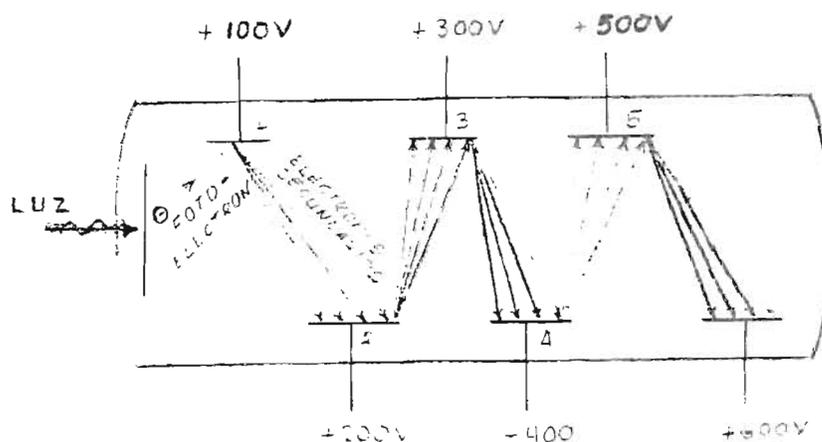


Ilustración 4-3 (tomado de Semat H., Física Atómica y Nuclear, P. 141) Diagrama esquemático que muestra el funcionamiento de un tubo Fotomultiplicador. Se supone que cada electrón que incide en un dínodo libera 4 electrones secundarios.

<sup>2</sup> Semat H., Física Atómica y Nuclear, Aguilar, Pag. 140-144.

Básicamente funcionan de la siguiente manera:

Cuando los fotones emitidos por el centelleador golpean el fotocátodo se origina la emisión de electrones, estos son acelerados hacia el primer dínodo por medio de un potencial acelerador. Dichos electrones al incidir sobre él, pueden originar la emisión de dos o más electrones secundarios, los cuales son acelerados hacia el segundo dínodo dando lugar a más emisiones y así sucesivamente hasta que son colectados en el ánodo originando un pulso eléctrico.

b) Fuente de alto voltaje (H.V.)

Esta es la que proporciona el voltaje acelerador entre el fotocátodo y los dínodos sucesivos. Este voltaje puede ser variado hasta obtener un factor de multiplicación de electrones deseado.

c) Circuito de coincidencia<sup>3</sup>

Este elimina los pulsos que no son producidos simultáneamente por los fotomultiplicadores, situación que pudo ser observada cuando el circuito de coincidencia fué desconectado, pues el número de conteo de fondo se multiplicó por un factor de  $10^2$

---

<sup>3</sup> David Halliday, Introducción a la Física Nuclear, Aguilar, Pag. 175.

d) Circuito de Suma.

Este corresponde al circuito en el cual los pulsos de los dos fototubos son sumados para obtener un pulso total que representa una de sintegración radiactiva.

e) Circuito Analizador de pulsos.

Este es un dispositivo electrónico en el cual los pulsos son clasificados por su altura, y una vez escogidos son transmitidos al escalímetro para su registro.

f) Escalímetro<sup>4</sup>.

Este, corresponde al circuito electrónico que cuenta los pulsos seleccionados por el analizador y su condición más importante es que sea lo suficientemente rápido para registrar todos los eventos.

---

<sup>4</sup>.- Ibid 1 , capítulo IV pags. 68 y 69

## Calibración

En general, todo instrumento de medición para usarlo eficientemente precisa ser calibrado con el fin de optimizar sus diferentes funciones y los límites de error.

En nuestro caso, este proceso se realizó haciendo uso de la sección de control (véase ilustración 4-4) y consistió de los siguientes etapas.

- 1) Selección de alto voltaje (H.V.)
- 2) Selección de ganancia (Gain)
- 3) Selección de la ventana discriminadora (Window)

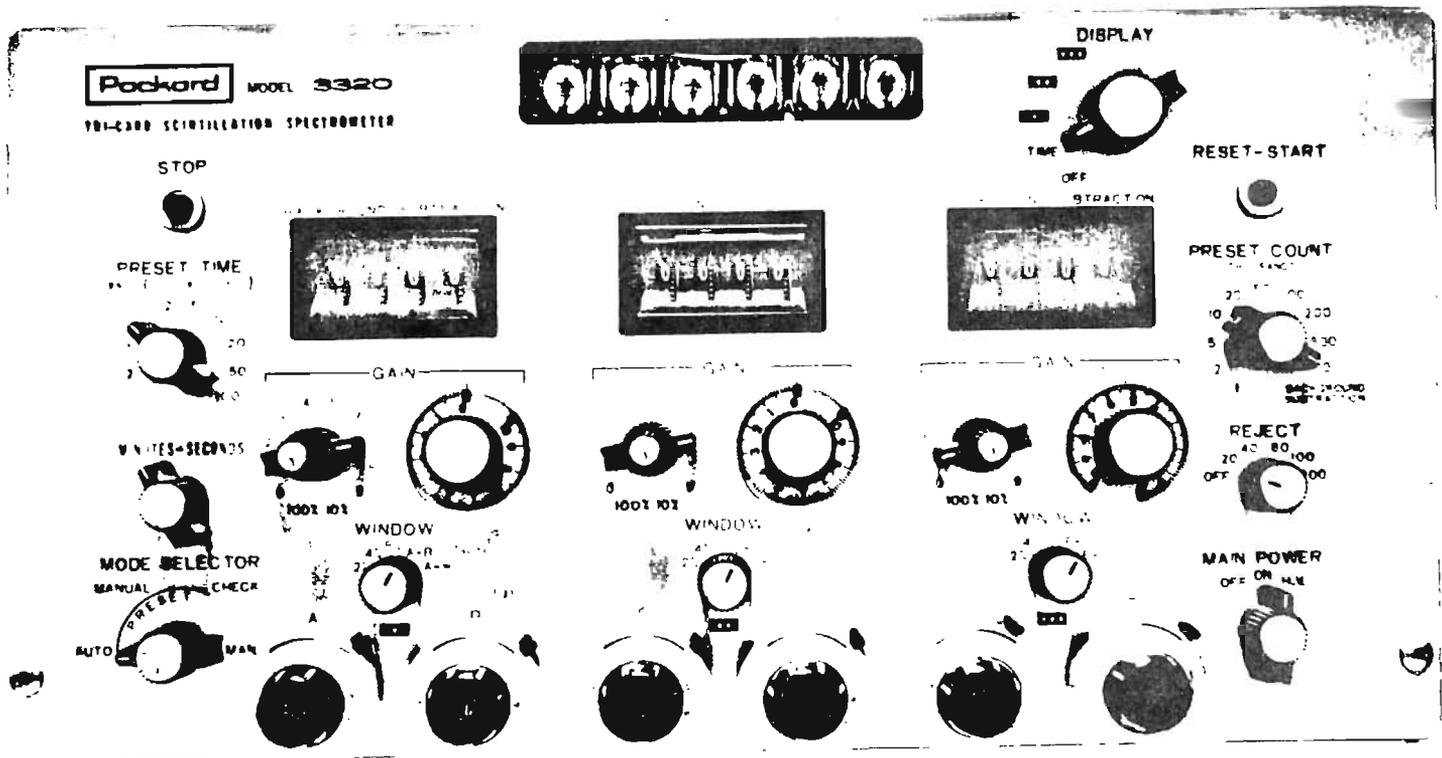


ilustración 4-4

## 1.- Selección de posición para alto voltaje.

Manteniendo fijas las posiciones 5.0% para la ganancia (GAIN), --  
 "A = 50 B = 1000" para las ventanas discriminadoras y utilizando una  
 muestra de referencia moderna, se procedió a incrementar el voltaje -  
 aplicado entre el fotocátodo y los ánodos, utilizando un switch por --  
 medio del cual puede variarse el potencial acelerador. Habiéndose ele-  
 gido como voltaje de operación el que corresponde al máximo de un grá-  
 fico de :

$$\frac{\Delta E}{\Delta P} \text{ vrs } \frac{P_{s-i} + P_s}{2} \quad (\text{véase tabla 4-1 y gráficas 4-1 \text{ \textasciitilde} 4-2})$$

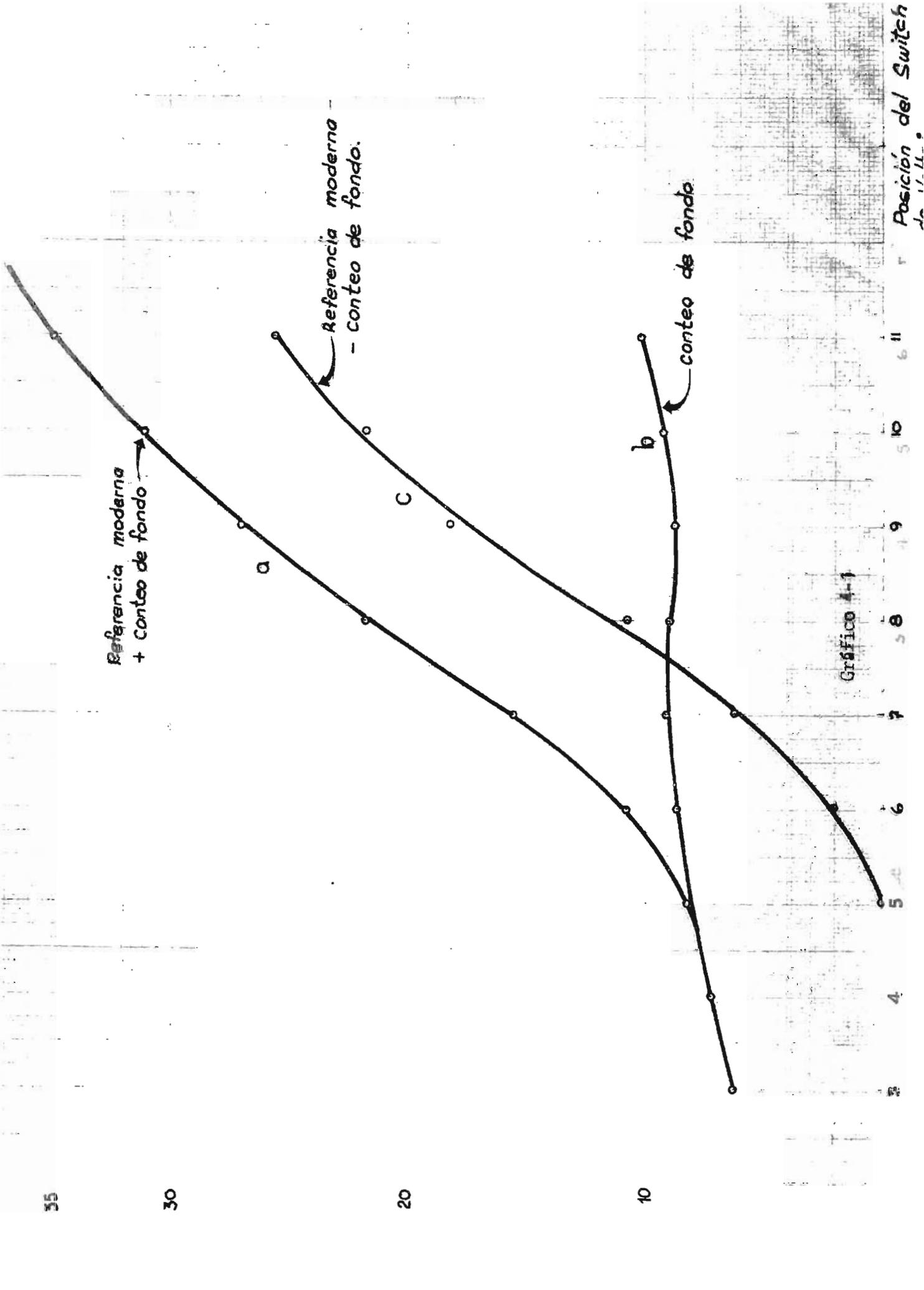
TABLA No. 4-1

posicion del switch( $P_s$ )	C P M registra- das con la muestra de Ref. moderna	C P M que corresponden al fondo* del contómetro	C P M(Ref. moderna)-CPM (fond. ( $E_i$ ))	$\frac{P_{s-i} + P_s}{2}$	$\frac{\Delta E}{P_s - P_{s-i}}$
3.0	6.36± 0.13	6.27± 0.11	0.09 ± 0.17	3.5	- 0.05
4.0	7.26± 0.16	7.22± 0.12	0.04 ± 0.20	4.5	0.10
5.0	8.33± 0.17	8.19± 0.13	0.14 ± 0.21	5.5	1.92
6.0	10.77± 0.19	8.71± 0.13	2.06 ± 0.23	6.5	4.30
7.0	15.62± 0.23	9.26± 0.14	6.36 ± 0.27	7.5	6.43
8.0	21.85± 0.30	9.06± 0.13	12.79 ± 0.33	8.5	5.38
9.0	26.95± 0.30	8.78± 0.13	18.17 ± 0.33	9.5	3.58
10.0	31.08± 0.32	9.33± 0.14	21.75 ± 0.35	10.5	3.85
11.0	35.03± 0.40	9.43± 0.14	25.60 ± 0.42		

donde C P M: cuentas por minuto

$$\Delta E : E_i - E_{i-1}$$

\* El conteo de fondo del Espectrómetro fué determinado utilizando una -  
 muestra libre de C-14 pero con la misma cantidad y composición química  
 que la muestra de referencia moderna



Referencia moderna  
+ conteo de fondo

Referencia moderna  
- conteo de fondo.

conteo de fondo.

Gráfico 4-1

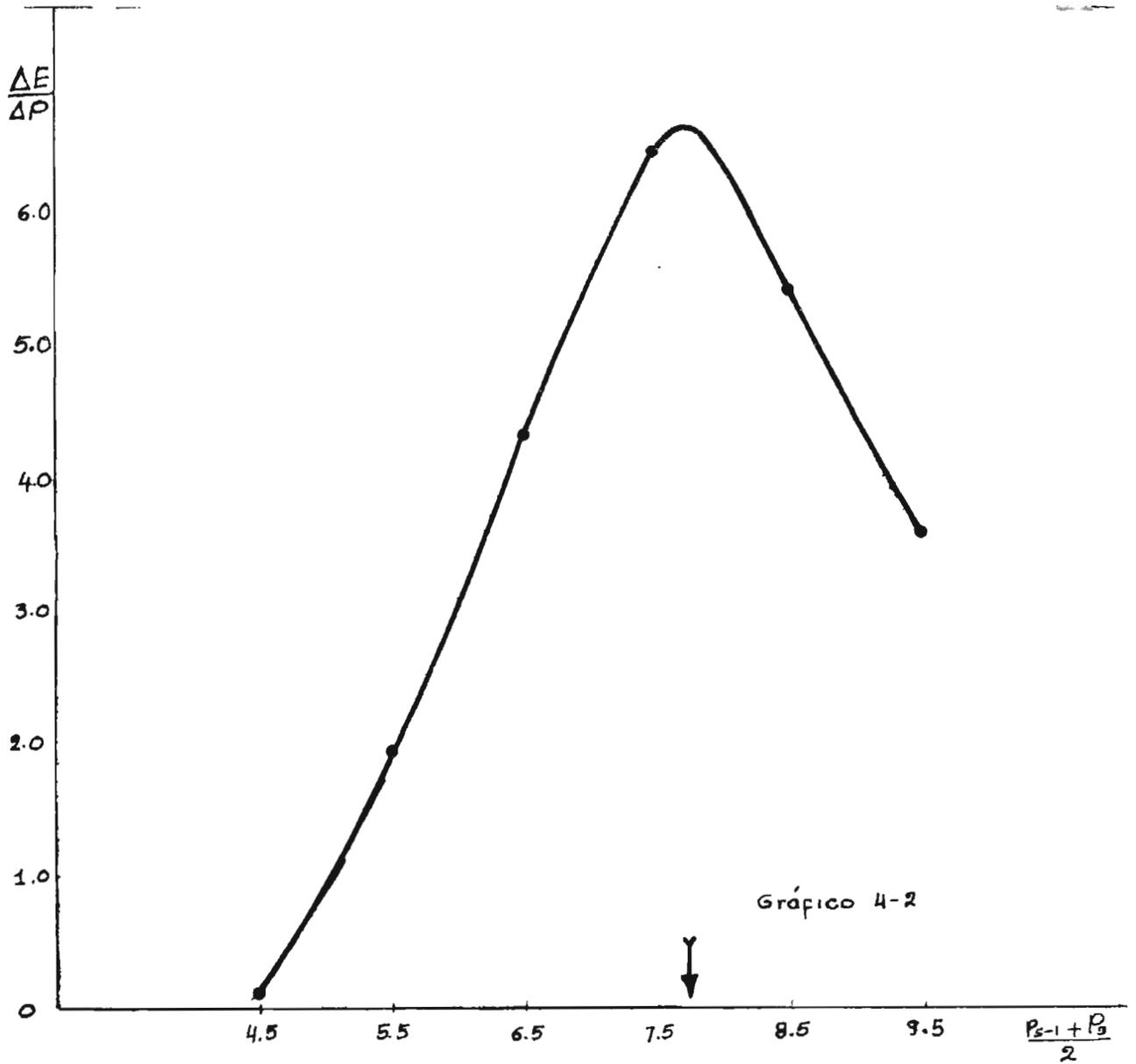


Gráfico 4-2. Selección de posición del switch (variable que controla el alto voltaje).

2.- Selección de la posición del switch de control de ganancia.

Manteniendo constante la posición seleccionada (7.75) del switch de control de H.V. y las posiciones A=50 A B = 1000 de las ventanas descriminadoras y utilizando una muestra de C-14 cuya actividad es de 103500 desintegraciones por minuto (D P M ), procedimos a variar el switch de control de ganancia desde la posición 4% a la posición 33%. y registrando para cada posición un valor de C P M., seleccionamos como posición de operación, el máximo de la gráfica C P M vs posición.

Estos resultados pueden observarse en la tabla 4-2 y la gráfica --

4-3

TABLA 4-2

POSICION	C.P.M.
4.0 %	70531 ± 84
5.0	76630 ± 88
6.0	80280 ± 90
7.0	83340 ± 91
8.0	85637 ± 93
9.0	87450 ± 94
10.0	89014 ± 94
11.0	90974 ± 96
12.0	91821 ± 96
13.0	92586 ± 96
14.0	93191 ± 97
15.0	93674 ± 97
16.0	94589 ± 97
17.0	94703 ± 97
18.0	94578 ± 97
19.0	94839 ± 97
20.0	94837 ± 97
21.0	94342 ± 97
22.0	94088 ± 97
23.0	93378 ± 97
25.0	91820 ± 96
27.0	89280 ± 94
30.0	86106 ± 93
33.0	82127 ± 91

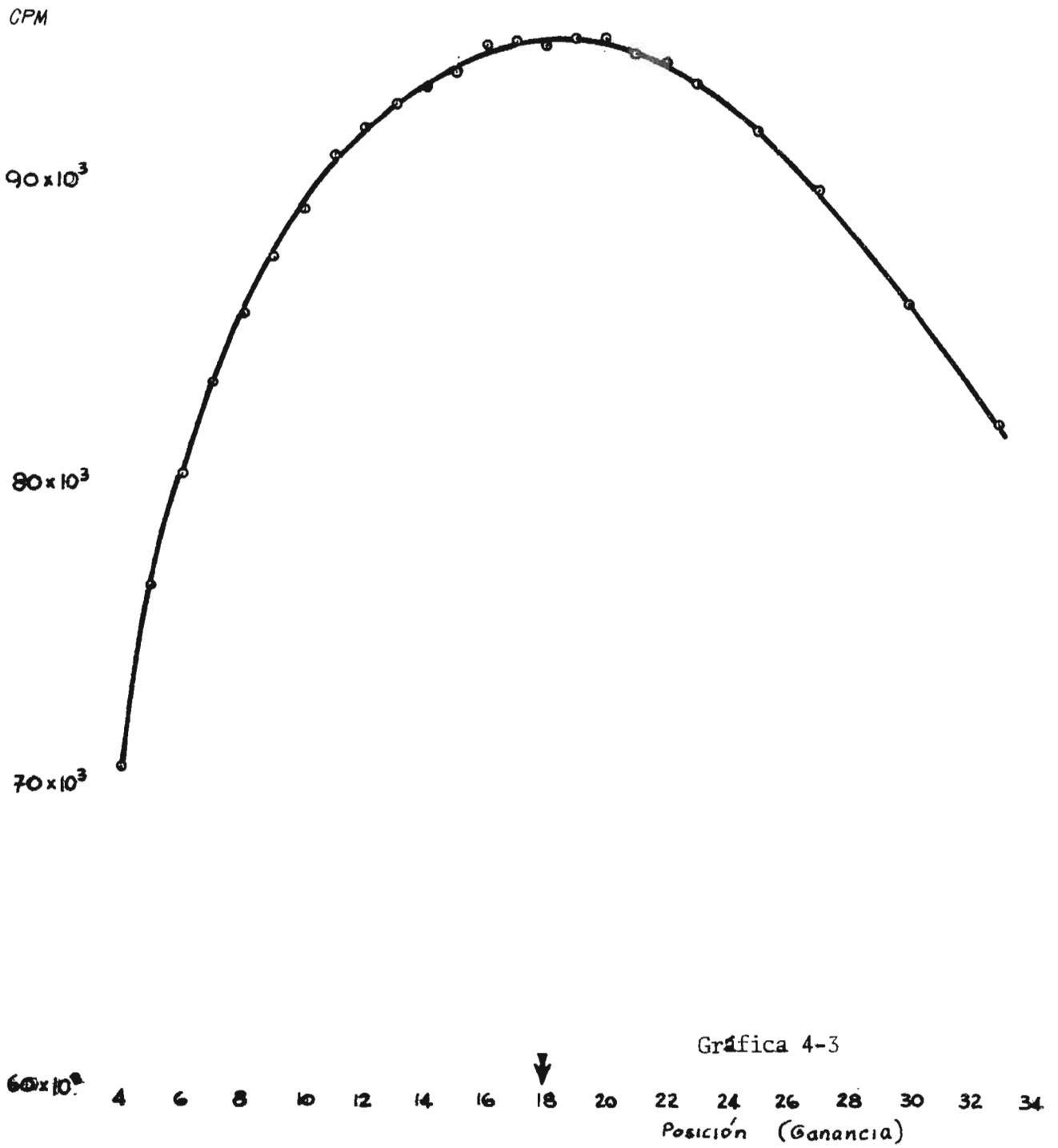


Gráfico 4-3.- Selección de posición del switch (variable) que controla la ganancia.

### 3.- Selección de la ventana discriminadora.

Debido a que la actividad específica de la muestra a ser analizada es del mismo orden de magnitud que la del conteo de fondo del espectrometro, es muy importante seleccionar una posición para las ventanas tal que la velocidad de conteo de fondo sea mínima.

Esto es logrado tomando como posición de trabajo el determinado -- por el máximo del gráfico (Figura de Mérito<sup>5</sup>)  $\frac{E^2}{B_a}$  vs. Posición de la ventana discriminadora\*.

#### Descripción:

Manteniendo constante las posiciones 7.75 del switch de control de alto voltaje, la posición 18% del switch de control de ganancia (previamente seleccionadas) y utilizando una muestra de referencia moderna cuya actividad esperada fué de 30.1 D.P.M., se seleccionó la posición de las ventanas discriminadoras de la siguiente manera:

- 1) Determinamos la posición A del gráfico  $\frac{E^2}{B_a}$  vs. Posición de A, variando A y manteniendo fija la posición B (véase tabla 4-3 y gráfica 4-4)

---

5.- R.A. Sharp, J.G. Ellis, System Design in Low Background Internal - Gas Sample counting of C-14 and H-3, Sixth International Conference on Radiocarbon and Tritium Dating.

\* Manual 2080 de Instrucciones del Tricarb Liquid Scintillation Spectrometer, sec 5.

- 2) Determinamos la posición D del gráfico  $\frac{E^2}{B_a}$  vrs. posición de B, variando B y manteniendo fija la posición de A previamente seleccionada. (véase tabla 4-4 y gráfica 4-5).

VENTANA	15-1000	30-1000	40-1000	50-1000	70-1000
Ref.moderna(N.B.S.) $\frac{CPM}{CPM}$	5.46 ± 0.13	38.45 ± 0.36	36.20 ± 0.35	33.26 ± 0.33	28.18±0.38
conteos de fondo (B) $\frac{CPM}{CPM}$	3.31 ± 0.13	9.79 ± 0.18	8.80 ± 0.17	7.74 ± 0.18	6.62±0.15
$\frac{E^2}{B_a}$	2x10 <sup>-3</sup>	92.6x10 <sup>-3</sup>	94.2x10 <sup>-3</sup>	92.8x10 <sup>-3</sup>	77.5x10 <sup>-3</sup>

TABLA 4-3

VENTANA	40-200	40-300	40-400	40-500	40-600
Ref.moderna(N.B.S.) $\frac{CPM}{CPM}$	27.02 ± .30	32.04 ± .36	33.51 ± 0.33	33.34 ± 0.33	34.60±0.42
conteo de fondo (B) $\frac{CPM}{CPM}$	4.89 ± 0.13	5.98 ± 0.14	6.58 ± 0.15	6.79 ± 0.15	7.74 ± 0.16
$\frac{E^2}{B_a}$	111x10 <sup>-3</sup>	125x10 <sup>-3</sup>	122x10 <sup>-3</sup>	115.10 <sup>-3</sup>	103x10 <sup>-3</sup>

TABLA 4-4

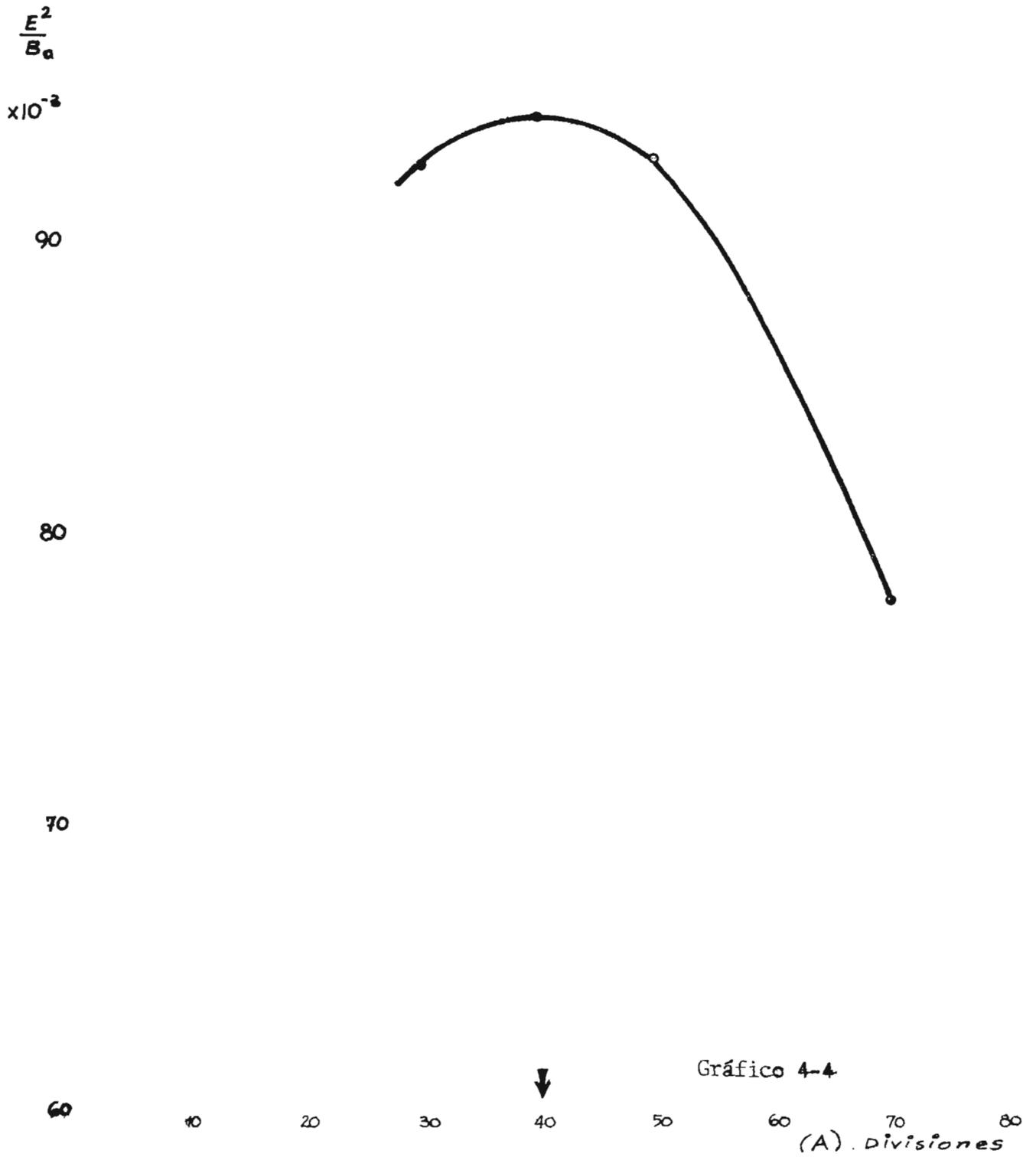


Gráfico 4-4.- Selección de la posición del nivel inferior de la ventana -- discriminadora.

$$\frac{E^2}{D_a}$$

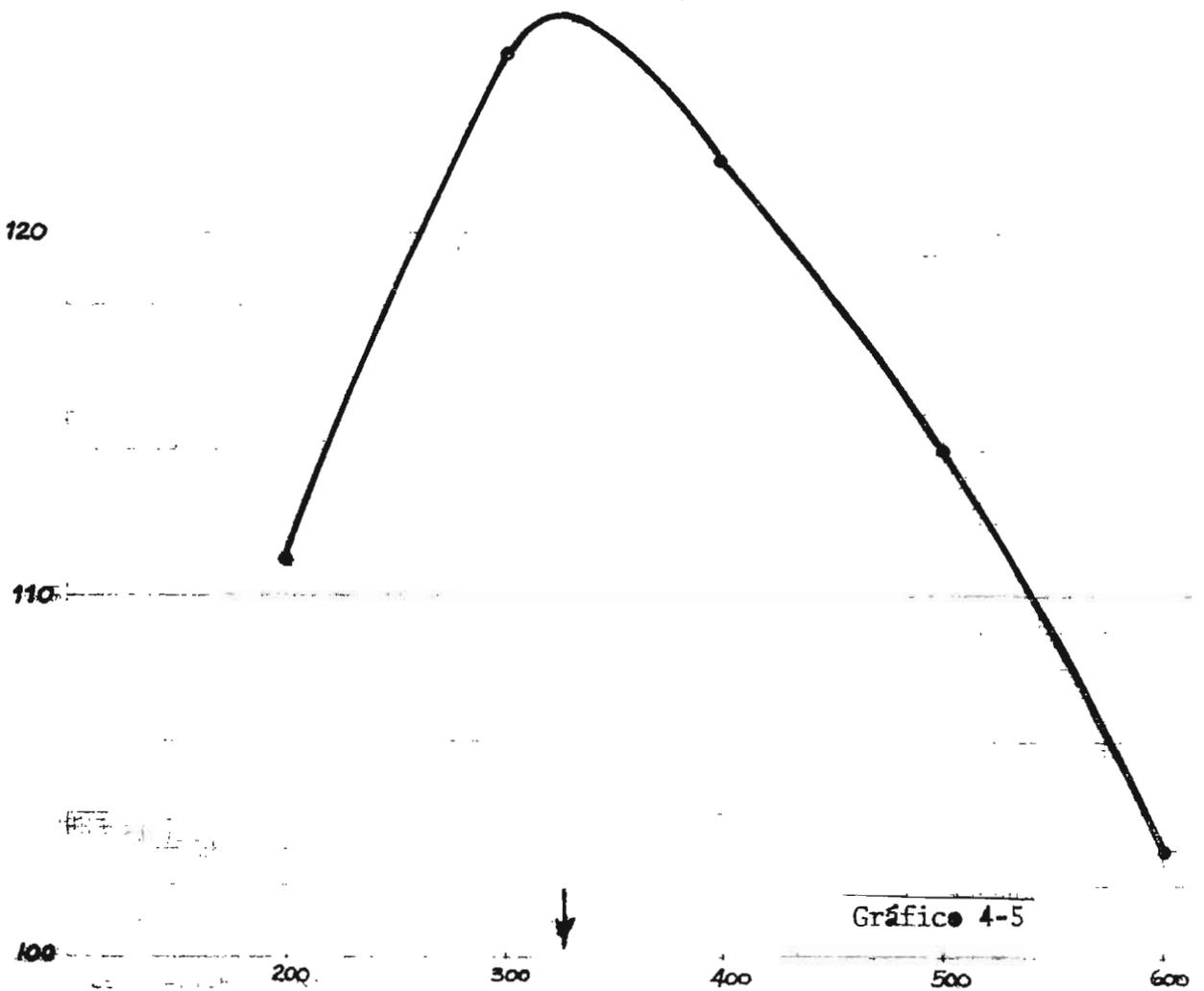


Gráfico 4-5.- Selección de la posición del nivel superior de la ventana -- discriminadora.

### Discusión sobre criterios de selección de condiciones de operación.

Indudablemente, el voltaje acelerador funciona como un amplificador de pulsos al incrementar el factor de multiplicación de electrones, y puesto que el espectro de energías de las partículas  $\beta$  es continuo, es fácil darse cuenta que todos los pulsos no tienen la misma amplitud y por lo tanto si incrementamos el voltaje, se incrementará el número de CPM, debido que ciertos pulsos que para un voltaje menor fueron discriminados por su altura, han sido suficientemente amplificados de tal modo que poseen una amplitud que está dentro de rango de la ventana fijada.

Si siguiésemos incrementando el voltaje es muy probable que cubriríamos el espectro del C-14 (con las condiciones de ganancia y ventanas prefijadas), sin embargo es obvio pensar, que un voltaje excesivo ocasionará daños a los fotomultiplicadores, y que también incrementará el ruido ocasionado por los mismos y por lo tanto aumentará el conteo de fondo del equipo.- Para evitar ello, decidimos utilizar como voltaje de operación el correspondiente al punto de inflexión de la gráfica 4-1C, cubriendo aproximadamente solo el 30% del espectro, pero con miras a cubrirlo totalmente por medio del circuito amplificador (controlable por la perilla GAIN). Este resultado puede ser observado en la gráfica 4-3, el cual puede ser interpretado siempre sobre consideraciones de la naturaleza continua del espectro del C-14, pues, como el voltaje es mantenido cte, entonces en esta ocasión si incrementamos la ganancia, el número de CPM aumentará solo si la altura de los pulsos que

corresponden a las partículas  $\beta$  más energéticas, están dentro del rango de amplitudes seleccionadas por la ventana discriminadora. Cuando al incrementarse la ganancia dichos pulsos son sobreamplificados, estos serán discriminados y por lo tanto el número de C.P.M. comienza a disminuir, observándose por ello un máximo en la gráfica, el cual obviamente representa la posición de la perilla de control de ganancia con la cual se ha cubierto totalmente el espectro.

## CAPITULO V

### DETERMINACION DE LA EDAD.

Obtenida la muestra de benceno por el procedimiento que se detalla en el capítulo II se procede a determinar su actividad con el propósito de fechar. Para ello fué necesario:

- a.- Medir la actividad de una muestra que se toma de referencia moderna ( $A_M$ )

$$A_M = 0.95 \times \left( \begin{array}{l} \text{Actividad de 1 gm de carbono del benceno} \\ \text{obtenido del ácido oxálico} \end{array} \right)$$

- b.- Medir la actividad de fondo (B) del contómetro.

Esto consiste en el registro de los conteos de una muestra que tiene la misma composición química que la muestra que va a ser analizada y contada.

- c.- Cálculo del factor de corrección ( $F_c$ )<sup>1</sup>

$$F_c = \frac{A_M}{A_R}$$

donde  $A_R$  es la actividad de una muestra de referencia, la cual debe ser relativamente alta.

La importancia de determinar el valor de este factor es por que -  
sirve para monitorear la eficiencia del contómetro utilizado, de -

---

<sup>1</sup> J.E. Noakes; S.M. Kim, J.J. Stipp . Chemical and Counting Advances in Liquid Scintillation Age Dating. (Sixth International conference on C-14 and H-3), USAEC.

tal modo que es posible establecer el valor  $A_M$  para cada día.

Preparación de la muestra para el contómetro.

La muestra típica está compuesta de:

- 1.- El material radiactivo ( $C_6^H_6$ )
- 2.- El centilador (PPO y POPOP)
- 3.- Solvente para el centilador y material radiactivo ( $C_6^H_5CH_3$ )
- 4.- Frasco que contiene al material radiactivo al centilador y al solvente.

En nuestro trabajo, las cantidades utilizadas para la muestra del contómetro fueron las siguientes:

3 ml de  $C_6^H_6$  + 1 ml de una mezcla preparada según el siguiente detalle:

98.36 %	Tolueno
1.60 %	PPO (2.5 Diphenyloxazole)
0.04 %	POPOP   1.4-bis {2-(5 Phenyloxazoly1)}

A continuación presentamos los datos de algunas muestras que fueron procesadas y cuyas edades son referidas al año de 1950.

1.- Muestra traída del laboratorio de Radiocarbono de la Universidad de Texas, U.S.A. -

Tipo de Muestra procesada	Madera.
Identificación de la muestra.....	T <sub>x</sub> - 44
Cantidad suministrada.....	20 gms.
Cantidad pretratada.....	20 gms.
Cantidad quemada.....	6 gms.
Benceno obtenido.....	3.21 gms.
Cantidad de carbono a ser contada.....	2.426 gms.
A <sub>R</sub> .....	91.266 x 10 <sup>3</sup> CPM.
F <sub>c</sub> .....	1.006 x 10 <sup>-4</sup>
A <sub>M</sub> ± σ <sub>A<sub>M</sub></sub> .....	9.18 ± 0.04 CPM
B ± σ <sub>B</sub> .....	7.63 ± 0.08 CPM

Los resultados registrados en el contómetro se anotan en la tabla

No. 1.-

Tabla No. 1.

	CONTEOS REGISTRADOS	TIEMPO DE CONTEO (min)
	1269	100
	1332	"
	1354	"
	1325	"
	1320	"
	1332	"
	1339	"
	1319	"
	1322	"
	1309	"
	1378	"
	1259	"
	1379	"
Total =	<hr/> 17237	<hr/> 1300

A modo de ejemplo, se detallará todo el proceso que se sigue con - la información que se tiene para determinar la edad.

De la ecuación (3-8) inferimos que

$$m \pm \sigma_m = (17237 \pm \sqrt{17237})$$

De las ecuaciones (3-7) y (3-9) tenemos que

$$V \pm \sigma_V = \frac{17237}{1300} \pm \frac{\sqrt{17237}}{1300}$$

$$= (13.26 \pm 0.10) \text{ CPM}$$

A este resultado hay que restar los conteos de fondo (B).

De las ecuaciones (3-12b) y (3-14b) tenemos que

$$|A \pm \sigma_A| = |(V \pm \sigma_V) - (B \pm \sigma_B)| = (13.26 - 7.63) \pm \sqrt{(0.10)^2 + (0.08)^2}$$

$$= (5.63 \pm 0.13) \text{ CPM}$$

Definiendo  $A_x$  como la actividad por gramo de carbón tenemos:

$$A_x \pm \sigma_{A_x} = \frac{5.63}{2.426} \pm \frac{0.13}{2.426} \text{ CPM.}$$

$$= |2.32 \pm 0.05| \text{ CPM}$$

Recordando que la vida media del C-14 es 5570 años y utilizando - las ecuaciones (1-4), (1-5) y (3-14d) obtenemos finalmente que la edad de la muestra está dada por la siguiente expresión.

$$\begin{aligned}
 \text{Edad} = t \pm \sigma_t &= \bar{T} \ln \left( \frac{A_m}{A_x} \right) \pm \bar{T} \left[ \left( \frac{\sigma_{A_M}}{A_M} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_{A_X}}{A_X} \right)^2 \right]^{1/2} \\
 &= 8035 \ln \left( \frac{9.18}{2.32} \right) \pm 8035 \left[ \left( \frac{0.04}{9.18} \right)^2 + \left( \frac{0.05}{2.32} \right)^2 \right]^{1/2} \\
 &= (11050 \pm 180) \text{ años.}
 \end{aligned}$$

Esta muestra también fué fechada en el Laboratorio de Radiocarbono de la Universidad de Austin, Texas, U. S. A., habiéndose obtenido el siguiente resultado.

Edad (11140 ± 220) años.

## 2.- Muestra recógida en Urbanización San Mateo, Depto. de San Salvador.

Tipo de muestra procesada	Carbón
Identificación de la muestra.....	X - 8
Cantidad suministrada.....	10 gms.
Cantidad pretratada.....	10 gms.
Cantidad quemada.....	6 gms.
Benceno obtenido.....	2.82 gms.
Cantidad de carbono a ser contado....	2.428 gms.
$A_R$ .....	$91.245 \times 10^3$ CPM
$F_c$ .....	$1.006 \times 10^{-4}$
$A_M \pm \sigma_{A_M}$ .....	$9.17 \pm 0.04$ CPM.
$B \pm \sigma_B$ .....	$7.63 \pm 0.08$ CPM

Los resultados registrados en el contómetro se anotan en la tabla

No. 2.

Tabla No. 2

CONTEOS REGISTRADOS	TIEMPO
2499	100 min.
2495	"
2507	"
2534	"
2604	"
2576	"
2486	"
2537	"
2549	"
2571	"
2537	"
2515	"
2677	"

Edad = (1800  $\pm$  80) años.

## 3.- Muestra recogida en Aguilares, Depto. de San Salvador

Tipo de muestra procesada	Carbón
Identificación de la muestra.....	X - 12
Cantidad suministrada.....	12 gms.
Cantidad pretratada.....	12 gms.
Cantidad quemada.....	7 gms.
Benceno obtenido.....	3.7 gms.
Cantidad de carbono a ser contado.....	2.4186 gms.
$A_R$ .....	$44.878 \times 10^3$ CPM.
$F_c$ .....	$0.2069 \times 10^{-3}$
$A_M \pm \sigma_{AM}$ .....	$9.285 \pm 0.035$ CPM.
$B \pm \sigma_B$ .....	$5.173 \pm 0.029$ CPM.

Los resultados registrados en el contómetro se anotan en la tabla

No. 3.

Tabla No. 3.

CONTEOS REGISTRADOS	TIEMPO.
2442	100 min
2610	"
2518	"
2475	"
2468	"
2438	"
2449	"
2424	"
2495	"
2418	"
2407	"
2446	"

Edad =  $(1140 \pm 70)$  años.

## 4.- Muestra recogida en Apaneca, Depto. de Ahuachapán.

Tipo de muestra procesada	Carbón.
Identificación de la muestra.....	X - 14
Cantidad suministrada.....	2 gms.
Cantidad pretratada.....	2 gms.
Cantidad quemada.....	1.7 gms.
Benceno obtenido.....	0.9596 gms.
Cantidad de carbono a ser contado.....	0.8857 gms.
$A_R$ .....	$45.160 \times 10^3$ CPM.
$F_c$ .....	$0.2069 \times 10^{-3}$
$A_M \pm \sigma_{A_M}$ .....	$9.344 \pm 0.035$ CPM.
$B \pm \sigma_B$ .....	$5.173 \pm 0.029$

Los resultados registrados en el contómetro se anotan en la tabla No. 4.-

Tabla No. 4.

11.400	$\pm$	0.097	CPM
11.446	$\pm$	0.098	"
11.210	$\pm$	0.101	"
11.320	$\pm$	0.102	"
11.405	$\pm$	0.102	"
11.150	$\pm$	0.101	"
11.229	$\pm$	0.097	"

Edad. (2400  $\pm$  140) años.

## 5.- Muestra recogida en Hda. Santa Bárbara, Depto. de Chalatenango.

- Tipo de muestra procesada	Carbón.
Identificación de la muestra.....	X - 15
Cantidad suministrada.....	10 gms.
Cantidad pretratada.....	10 gms.
Cantidad quemada.....	6 gms.
Benceno obtenido.....	3.24 gms.
Cantidad de carbono a ser contada.....	2.348 gms.
$A_R$ .....	$44.982 \times 10^3$
$F_c$ .....	$0.2069 \times 10^{-3}$
$A_M \pm \sigma_{A_M}$ .....	$9.307 \pm 0.035$
$B \pm \sigma_B$ .....	$5.173 \pm 0.029$

Los resultados registrados en el contómetro se anotan en la tabla

No. 5.-

Tabla No. 5.

CONTEOS REGISTRADOS	TIEMPO.
2387	100 min
2398	"
2430	"
2290	"
2370	"
2420	"
2442	"
2442	"
2498	"
2402	"
2301	"
2307	"

Edad (1240 ± 70) años.

## REFERENCIAS.

Muestra X-8.- Esta muestra fué recogida en la Urbanización San Mateo, al norte de la autopista Sur (antiguamente Finca Monserrat) San Salvador. De acuerdo con los datos suministrados por el arqueólogo corresponden a un posible basurero precolombino.

Muestra X-12.- Fué recogida en el sitio arqueológico Cihuatán, Jurisdicción de Aguilares. Depto. de San Salvador. En la determinación de la fecha de radiocarbono se espera la datación de dicho sitio arqueológico,

Muestra X-14.- Fué recogida en la Finca Santa Leticia, área de Apaneca Depto. de Ahuachapán. El propósito del fechado es el de confirmar la edad de restos culturales encontrados allí.

Muestra X-15.- Fué recogida en el sitio Arqueológico la Cienaga, Hacienda Santa Bárbara, área el Paraiso, Depto. de Chalatenango. La fecha de radiocarbono obtenida podrá ayudar a datar el principio de la construcción de ese centro habitacional.

## RECOMENDACIONES

Considerando la importancia del desarrollo del proyecto de Radio - carbono, tanto para el país, por poder contribuir al conocimiento de su riqueza Arqueológica, como para el Departamento de Física, por poder -- contribuir a la formación integral de sus estudiantes. Se recomienda:

- 1.- Participar en conferencias nacionales e internacionales relacionada con el tema.
- 2.- Enviar a una persona a especializarse en esta disciplina.
- 3.- Velar por que los trabajos en el laboratorio, se realicen en forma continua.
- 4.- Comprar en el tiempo mínimo posible un contómetro de centilación - líquida.
- 6.- Mantener un chequeo periódico de los trabajos del laboratorio en - tal forma que garanticen los fechados realizados (esto puede ser - hecho procesando periódicamente muestras de edad conocida, o, man- teniendo una relación de intercambio de fechado con otras laboratorios).

## CONCLUSIONES.

- 1.- Por consideración a la teoría del capítulo I, el C-14 es un isótopo por medio del cual es posible establecer el orden cronológico - de cómo, cuándo y porqué ciertos desarrollos (técnicos o culturales) tomaron lugar.
- 2.- Como en todo laboratorio de radiocarbono, hemos tratado de medir, con la mayor precisión posible, el contenido de C-14. Sin embargo, como es inferido de los datos presentados en las tablas 1, 2, 3, 4, 5, el número de átomos de C-14 que se desintegran en una unidad de tiempo cualquiera, fluctúa alrededor de un valor promedio. Debido a ello, puesto que muestras medidas fueron confinadas a tiempo finitos, los resultados obtenidos son solo estimados de la edad verdadera de las muestras que fueron fechadas.
- 3.- Puesto que las fechas de sitios e implementos arqueológicos, etc. son inferidos de fechas de radiocarbono asociadas con las mismas, entonces la datación de ellas será afectada por:
  - a) La contaminación de las muestras.
  - b) Los Errores en el laboratorio
  - c) La edad del material
  - d) Las variaciones en la concentración de radiocarbono
  - e) Los conteos de fondo del espectrómetro
  - f) etc.

- 4.- Puesto que los resultados de datación de la muestra  $T_x - 44$  son estadísticamente idénticos (para  $1\sigma$ ) en los dos laboratorios, y dada la satisfacción que nos manifestaron los arqueólogos con los resultados obtenidos al corresponderse con los que ellos esperaban, consideramos que éstos, son buenas referencias para garantizar posteriores fechados.
  
- 5.- Podemos por lo tanto esperar que nuestros resultados sean precisos dentro de  $1\sigma$ .

## BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Acosta V., Cowan C.L., Graham B. J., Curso de Física Moderna, Har-  
la S. A. 1975.
- 2.- Aitken M.J., Physics and Archaeology, Interscience Publishers, Inc.  
1961.
- 3.- Cuninghame J.B., Introducción al Núcleo Atómico, Alhambra, S. A. -  
1966.
- 4.- Friedlander G., Kennedy J.W., Miller J.M., Nuclear and Radioche -  
mistry, John Wiley & Sons, Inc. 1964.
- 5.- Halliday D. Física Nuclear, Reverté, S. A. 1961.
- 6.- Hogg R.V., Craig A.T, Introduction to Mathematical Statistics, the  
Mac Millan Company. 1964.,
- 7.- Kaplan I. Física Nuclear, Aguilar, S. A. 1961.
- 8.- Libby W.F. Radiocarbon Dating, International Copyright Unión 1969.
- 9.- Lombardi M.H., Radioisótopos en Investigación Básica, USAEC.
- 10.- Melissinos A.C., Experiment in Modern Physics, Academic Press, --  
Inc. 1966.
- 11.- Mckown R., Isótopos Fabulosos, Limusa-Wiley, S.A. 1965.
- 12.- Noakes J.E, Kim S.M., Stipp J.J., Chemical and counting advances  
in Liquid scintillation Age Dating (sixth International conferen-

ce on C-14 and H-3), USAEC (1965)

- 13.- Olsson I.U, Radiocarbon Variations and Absolute Chronology, Almqvist & Wiksell Förlag A.B. 1970.
- 14.- Price W.J., Nuclear Radiation Detection, McGraw-Hill. 1958.
- 15.- Sharp R.A, Ellis J.G. System Design in low Background International Gas sample counting of C-14 and H-3, sixth International conference on C-14 and H-3, USAEC (1965)
- 16.- Semat H. Física Atómica y Nuclear, Aguilar, 1971
- 17.- Tomers M.A. Routine C-14 Dating using liquid scintillation Techniques, (sixth International conference on C-14 and H-3) USAEC 1965.
- 18.- Watt D.E. and Ramsden D., High Sensitivity counting techniques, -- Pergamon Press Ltd. (1964).
- 19.- Wilkins H. Introducción a la Química, Uthea. 1965.

## APENDICES

## Apéndice 1.

E. Von Schweidler en (1905) dedujo la Ley de Decaimiento exponencial de consideraciones de probabilidad, habiendo obtenido como resultado que, la probabilidad de que un átomo radiactivo no sufra modificación alguna después de un tiempo  $t$  es igual a:

$$\lim_{l \rightarrow \infty} \left(1 - \frac{\lambda t}{l}\right)^l = e^{-\lambda t} .$$

Este resultado es interpretado estadísticamente como sigue: Si hay inicialmente un gran número  $N_0$  de átomos radiactivos, la fracción que queda inalterada al cabo de un tiempo  $t$  es:

$$N/N_0 = e^{-\lambda t} .$$

es obvio ahora, que podemos identificar los términos  $P$  y  $q$  de la ecuación 3-2 como sigue:

$$P = 1 - e^{-\lambda t} .$$

$$q = e^{-\lambda t} .$$

Apéndice 2.

$$\sigma_m^2 = \sum P_i (m_i - \bar{m})^2$$

$$\sigma_m^2 = \sum P_i m_i^2 - 2 \sum \bar{m} P_i m_i + \sum P_i \bar{m}^2$$

Recordando que:  $\bar{f}(x) = \sum P_i f(x_i)$

$$\therefore \sigma_m^2 = \bar{m}^2 - 2\bar{m}^2 + \bar{m}^2$$

$$\sigma_m^2 = \bar{m}^2 - \bar{m}^2$$