

EL LABORATORIO DE DATAACION POR CARBONO-14 DE LA UNIVERSIDAD DE GRANADA

C. GONZALEZ GOMEZ y M. DOMINGO GARCIA¹

El laboratorio de dataación por Carbono-14 de la Universidad de Granada dependiente de la Comisión de Servicios Técnicos de dicha Universidad, fue promovido por la Sección de Radioquímica del Departamento de Química Inorgánica de la Facultad de Ciencias. Su instalación quedó concluida en 1976 gracias a la colaboración de ambos (Departamento de Química Inorgánica y Comisión de Servicios Técnicos), comenzando en dicho año los trabajos de puesta a punto y en 1977 se inició la dataación de muestras tanto arqueológicas como geológicas, habiéndole asignado las siglas internacionales de identificación para sus fechas UGRA (University of Granada).

Nos parece innecesario insistir sobre el fundamento de este método de dataación puesto que ya es sobradamente conocido por quienes están relacionados con el campo de la Prehistoria, creemos de mayor interés describir en esta primera publicación la técnica que empleamos para la dataación de las muestras.

En primer lugar las muestras son examinadas cuidadosamente mediante una lupa binocular de gran poder de amplificación, con objeto de eliminar físicamente los contaminantes tales como raicillas y materiales extraños; posteriormente son tratadas químicamente, tratamiento que consiste por lo general en lavar con ácido clorhídrico para eliminar carbonatos y posteriormente con hidróxido sódico para eliminar los ácidos húmicos, lavados con agua destilada hasta neutralizar y finalmente secado a 100°C y al aire.

Una vez convenientemente tratada la muestra se quema en una cámara de combustion PHONOM, Modelo 400 (Figura 1) en la cual se introduce oxígeno hasta una presión de 6 Kg/cm², con objeto de que la materia orgánica al quemarse en este medio se trans-

¹ Departamento de Química Inorgánica de la Facultad de Ciencias (Sección de Radioquímica) y Comisión de Servicios Técnicos de la Universidad de Granada.

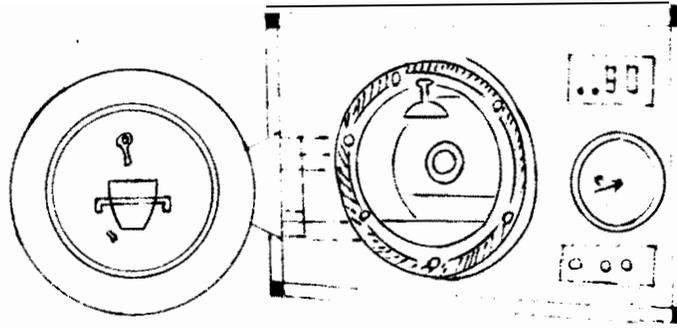


FIG.1 Camara de combustion PHONON 400

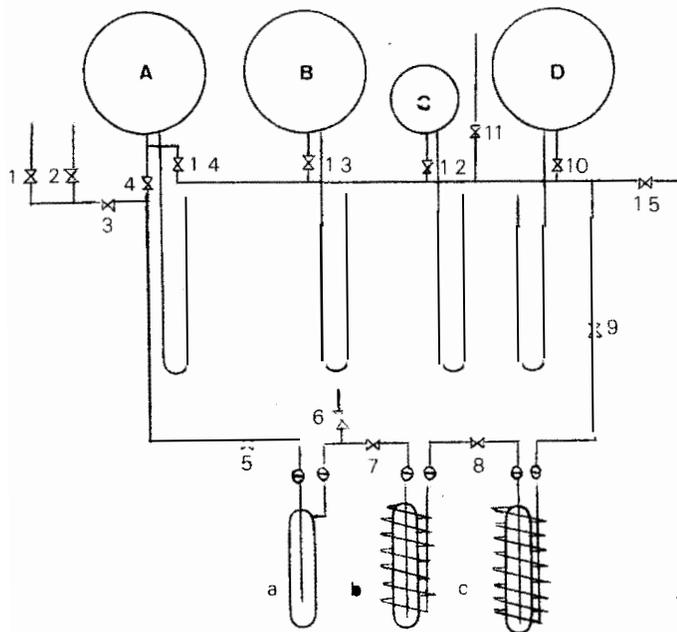


FIG.2 Sistema de purificacion y almacenaje de anhídrido carbonico

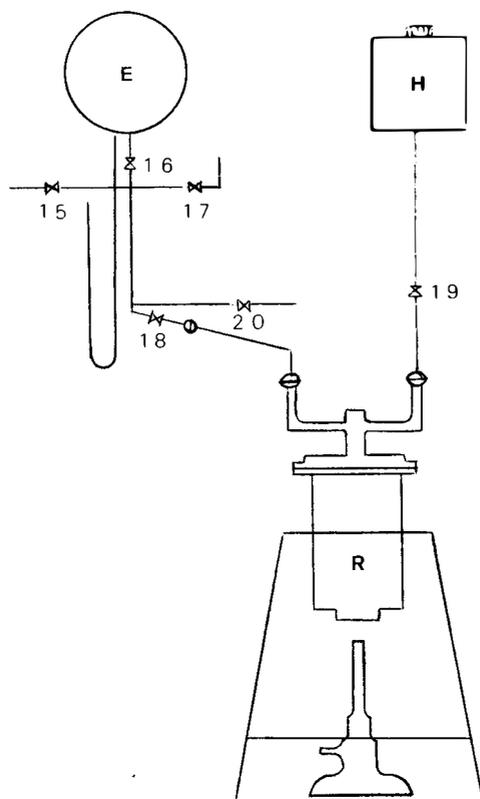


FIG.3 Sistema para sintetizar acetileno

forma en anhídrido carbónico (CO_2); este gas acompañado del resto de los productos de la combustión se pasa a un sistema de purificación cuyo esquema se expone en la Figura 2, los gases se secan al pasar por la trampa "a" enfriada con nieve carbónica disuelta en acetona a 78°C bajo cero, eliminada el agua, el anhídrido carbónico se retiene en las trampas "b" y "c" enfriadas con nitrógeno líquido a $195,5^\circ\text{C}$ bajo cero y el resto de los productos de la combustión se expulsan a vacío a través de una bomba de vacío conectada al sistema por la llave 11. El anhídrido carbónico así purificado se deja sublimar en cualquiera de los recipientes de almacenamiento A, B, C o D, con objeto de medir la cantidad de gas producida.

En la Figura 3 tenemos el esquema del sistema utilizado para la síntesis de carburo de litio (C_2Li_2) a partir del cual se obtiene posteriormente acetileno (C_2H_2). Sintetizado y purificado el anhídrido carbónico este se va a transformar en carburo de litio¹, para

ello se hace llegar el anhídrido carbónico sobre litio metal fundido hirviendo situado en el horno "R". Una vez que ha reaccionado todo el anhídrido carbónico se deja enfriar el horno en el que ha tenido lugar la reacción a una temperatura de 700°C aproximada y una vez frío se agrega lentamente una cantidad adecuada de agua destilada procedente del depósito "H" sobre el carburo de litio obtenido, con lo que se produce acetileno²; el modo de purificar este producto es similar al que se ha descrito antes para la purificación del anhídrido carbónico y el esquema del sistema de purificación se encuentra en la Figura 4; en la trampa "d" enfriada con nieve carbónica disuelta en acetona se secan los gases, en las trampas "e" y "f" enfriadas con nitrógeno líquido se retiene el acetileno y el resto de los productos de la reacción del carburo de litio con el agua destilada son expulsadas a través de la bomba de vacío conectada al sistema mediante la llave 24, este sistema de purificación se completa con dos columnas C_a y C_b a través de las cuales se pasa el acetileno a medida que se va sublimando y previamente a su almacenamiento, estas columnas van rellenas de anillos impregnados los de la C_a en hidróxido sódico (NaOH) y los de la C_b en ácido fosfórico (PO₄H₃), su misión es retener respectivamente los restos de anhídrido carbónico y agua que puedan quedar en el acetileno.

El acetileno una vez purificado se recoge en el recipiente "G" con objeto de medir la cantidad producida y posteriormente se hace llegar sobre un catalizador activado³ (KCPelkator suministrado por Kalichemie, Hannover, West Germany) situado en el reactor "R" con objeto de trimerizarlo a benceno (C₆H₆). El benceno producido se recoge en el recipiente "I" que se encuentra enfriado con nitrógeno líquido. El rendimiento total de la transformación de anhídrido carbónico en benceno es, en nuestro caso, superior al 70%.

Para medir su actividad se vierte el benceno obtenido en un vial de contaje para centelleo líquido de vidrio con bajo contenido en potasio y se pesa; si la cantidad de benceno obtenida es inferior a 5 ml se completa la diferencia hasta 5 ml con benceno, Reactivo Puro de Carlo Erba, si la cantidad obtenida es superior a 5 ml se toman solo 5 ml, al calcular la edad se hace una corrección para la diferencia de volumen, por otro lado la edad calculada es independiente de la cantidad de benceno cuya radiactividad se mide⁴. El volumen total de la disolución se completa añadiendo al benceno 10 ml de líquido de centelleo (4g de PPO/litro de tolueno).

El benceno para el patrón contemporáneo se sintetizó a partir de Acido Oxálico suministrado por el U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards, Washington. Utilizamos como radiactividad correspondiente a la materia viva el 95% de la radiactividad de este patrón.

Para la medida de la radiactividad de las muestras y los patrones utilizamos un equipo de centelleo líquido Nuclear Chicago, Isocap 300. Las muestras incluido el fondo se miden durante 3.000 minutos cada una a intervalos de 100 minutos.

La edad de la muestra considerando el periodo de semidesintegración del carbono-14 de 5570 años⁵ se calcula mediante la expresión⁶:

$$T = -8033 \ln \frac{A_{sn}}{A_{on}}$$

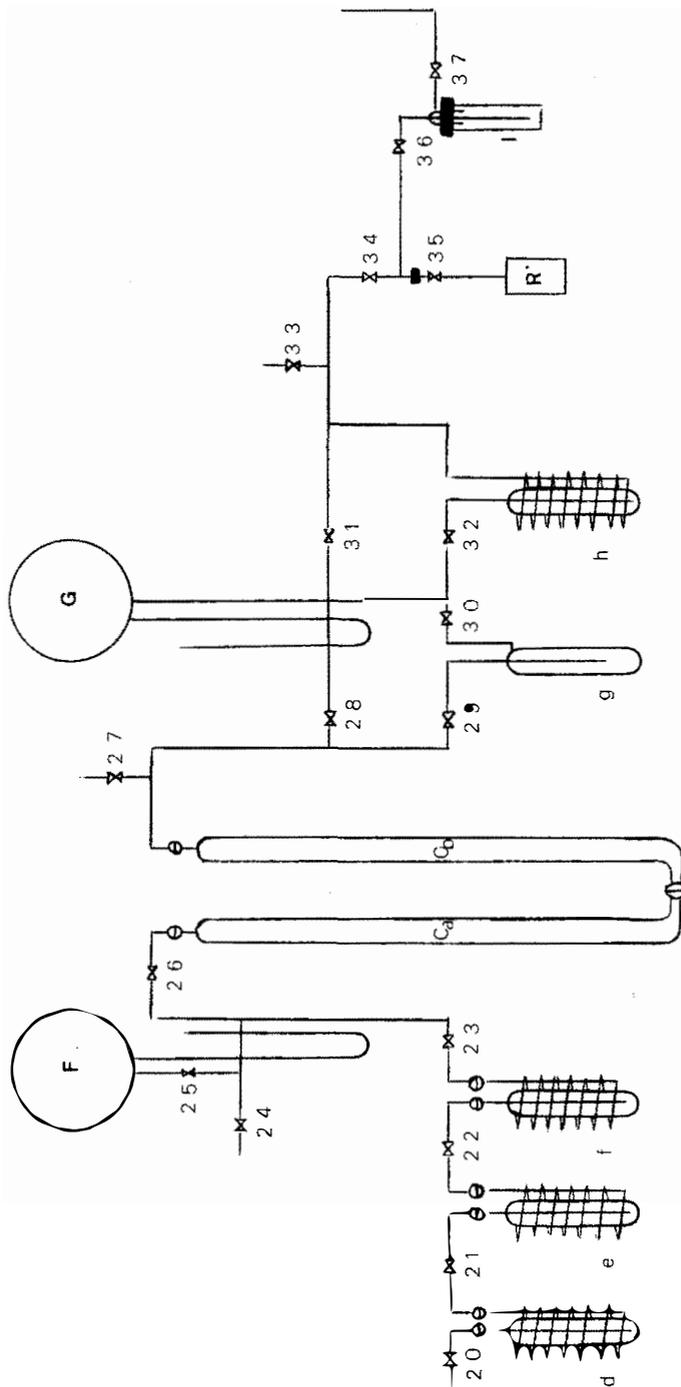


FIG.4 Sistema de purificación ; almacenaje de acetileno y síntesis de benceno

siendo: T = edad de la muestra en años B.P.

Asn = actividad de la muestra, normalizada para el fraccionamiento de los isótopos del carbono, por grano de carbono.

Aon = 95% de la actividad del Acido Oxálico NBS por gramo de carbono.

Debido a las características de nuestro equipo de centelleo líquido la edad máxima que podemos fechar es de unos 40.000 años.

A continuación exponemos algunas de las dataciones realizadas hasta hoy por este Laboratorio:

1.- Muestras geológicas:

Serie de la Turbera de Padul.

Turba del sondeo GR 37 en la Turbera de Padul (Padul, Granada, 37°00' N y 0°55' E, respecto al meridiano de Madrid). Las muestras fueron tomadas por M. Domingo en 1978. Tratadas con ácido clorhídrico solo.

Comentario general: Los resultados no coinciden con los datos publicados en 1964 por Menendez Amor, pero parece ser que se está realizando nuevamente el estudio palinológico de esta zona.

UGRA-9 Muestra 37-2 6075±150 B.P.
Esta muestra procede de una profundidad de 3,5 m. es muy arcillosa y tiene un elevado contenido en carbonatos.

UGRA-8 Muestra 37-4 9970±160 B.P.
Procede de 4 m. de profundidad.

UGRA-6 Muestra 37-5 24380±375 B.P.
Procedente de 5 m. de profundidad. Elevado contenido en carbonatos.

UGRA-5 Muestra 37-6 31100±1070 B.P.
Procedente de 5,5 m. de profundidad. Es muy arcillosa.

UGRA-4 Muestra 37-7 39030±2570 B.P.
Procedente de 6 m. de profundidad.

2.- Muestras arqueológicas:

Las siguientes son las primeras muestras arqueológicas fechadas por este Laboratorio, todas ellas fueron tomadas por A. Arribas y F. Molina, habiendo sido remitidas al Laboratorio por A. Arribas en 1977.

UGRA-10 LB-5032 3665±130 B.P.
1715±130 B.C.

Carbon procedente del Cerro de los Castellones (Laborcillas, Granada). Comentario: Edad esperada aproximadamente 2000 a.C.

UGRA-11 A-2106

3580 ± 150 B.P.

1630 ± 150 B.C.

Carbon procedente de Motilla de los Palacios (Almagro, Ciudad Real). Comentario: Edad esperada 1400-1300 a.C.

Actualmente se pueden realizar dataciones de muestras como carbón, madera, turba, huesos (fracción orgánica), etc. que se quemem en atmósfera de oxígeno; pero se tiene prevista la instalación en breve plazo, de un sistema que permita trabajar adecuadamente con conchas, carbonatos, y demas muestras que han de someterse a oxidación por vía húmeda.

Para facilitar el fechado de las muestras en este laboratorio cada una deberá acompañarse de un cuestionario que se facilitará a quienes lo soliciten, este cuestionario incide sobre cuestiones de gran interés como son la situación (localización geográfica y profundidad) en la que se encontró la muestra, presencia de raices, humus o materia orgánica junto a la muestra, problemas a cuya resolución contribuye la datación de la muestra, referencias bibliográficas, conservación de la muestra desde su hallazgo, etc.

Creemos conveniente insistir aqui sobre las precauciones que deben tenerse en la conservación de las muestras; el mejor modo de conservarlas es en bolsas de plástico evitando su contacto con papel u otro material que pueda originar contaminación por materia orgánica más moderna, las muestras deberán conservarse en ambiente seco y a ser posible en la oscuridad.

Pese al poco tiempo que lleva funcionando este laboratorio son ya muy numerosos los encargos de datación que se han recibido. No obstante se tratará de atender cuantos se reciban siguiendo un orden de prelación basado en la fecha en que se recibió la muestra y el interés de la misma. Hay que considerar que los largos tiempos de medida de cada muestra nos limitan el número de dataciones mensuales que se pueden llevar a efecto.

NOTAS

- 1.- Noakes, J., Kim, S.M. and Stipp, J.J.: 1965 Chemical and counting advances in liquid scintillation age dating: proceedings of the sixth international conference Radiocarbon and Tritium Dating, p. 68-75.
- 2.- Williams, E. T.: 1977, Brooklyn College Radiocarbon Dates I: Radiocarbon, V 19, p. 1-11.
- 3.- Pietig, Von F. and Scharpenseel, H. W.: 1966, Altersbestimmung mit den Flüssigkeits-Szintillations-Spektrometer.- Ein neuer katalisator zur Benzolsynthese: Atompraxis, V. 12, p. 95-97.
- 4.- Proceedings 8th conference on Radiocarbon Dating, Wellington, New Zealand, 1972.
- 5.- Fifth Radiocarbon Dating Conference. Cambridge, 1962.
- 6.- Stuiver, M. and Polach, M.A.: 1977, Discussion Reporting of ^{14}C data: Radiocarbon, V. 19. p. 355-363.