

**CABENS
2011**

**Curso de Caracterização
de Bens Culturais**

Datação

Nemitala Added

GFAA - IFUSP

Métodos de datação

Datação Relativa

Estratigrafia de solo

Paleomagnetismo

Influência do campo magnético terrestre

Datação Absoluta

Análises físicas

métodos de datação baseados em quantidade de isótopos radioativos e seus derivados ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, K/Ar, U/Pb, Rb/Sr, Sm/Nd, Re/Os, $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, Séries do U, ^{14}C)

métodos baseados em danos de radiação cumulativos causados no material geológico (Traços de Fissão, TL/OSR, ESR)

Datação Relativa

Estratigrafia

Análise de camadas (Princípios)

Horizontalidade original

Formação de camadas homogêneas

Continuidade lateral

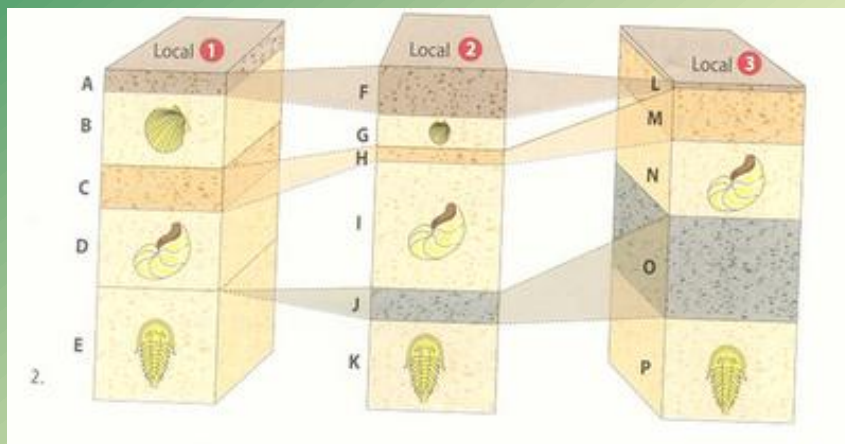
Espessura da camada varia lentamente

Superposição

Camadas mais profundas são mais antigas

Sucessão da fauna

Fósseis de uma era mantem sua posição em relação a camadas geológicas



**Esquema ilustrativo
para os princípios**



**Parque do
Varvito
(Itu – SP)**



Paleomagnetismo

Variação do campo magnético da Terra

Movimento (rotação) do núcleo rico em ferro

Norte magnético varia continuamente

Norte geométrico diferente do norte magnético

Polaridade mudou 171 vezes (76 milhões de anos)

Agulha da bússola inverte sua posição

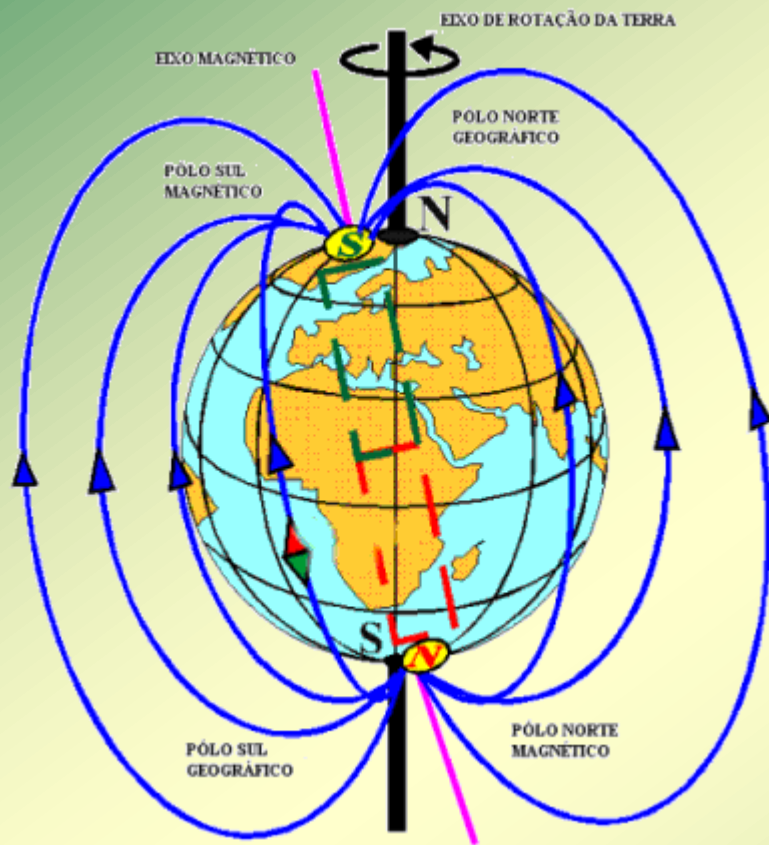
Análise da orientação dos átomos de ferro

Magma rico em ferro mantém orientação quando resfriado

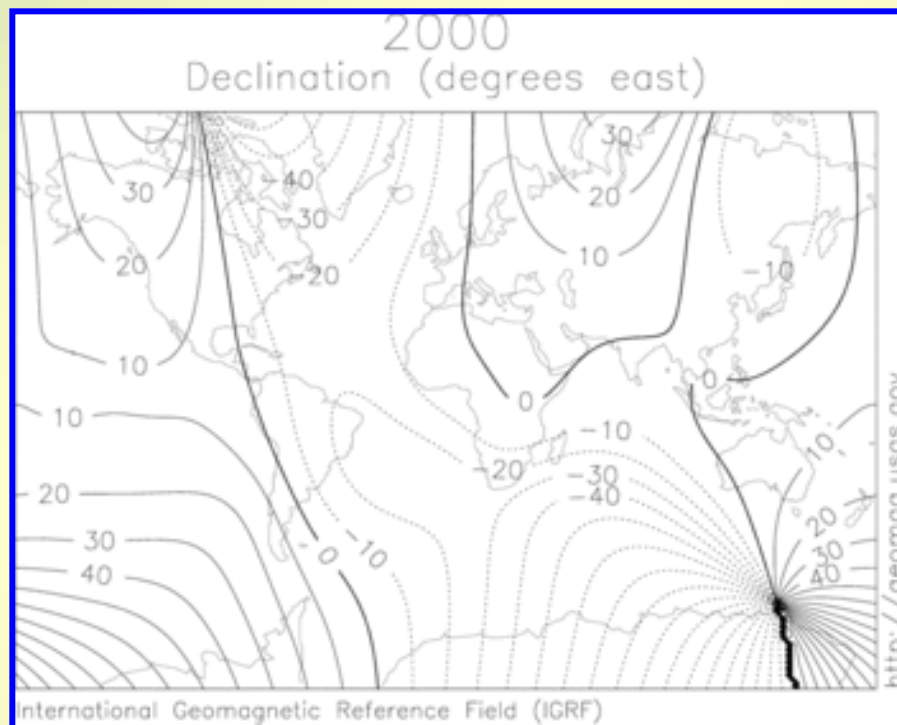
Sedimentos com cristais de ferro mantém orientação quando agregados em rocha

Análise de movimentação de continentes

Figura – Diferenças entre “nortes”



Mapas de declinação magnética



Correção na leitura da bussóla

Datação Absoluta

Métodos com danos de radiação cumulativos

Maior tempo de exposição » acúmulo de átomos ou estruturas modificadas

Traços de Fissão

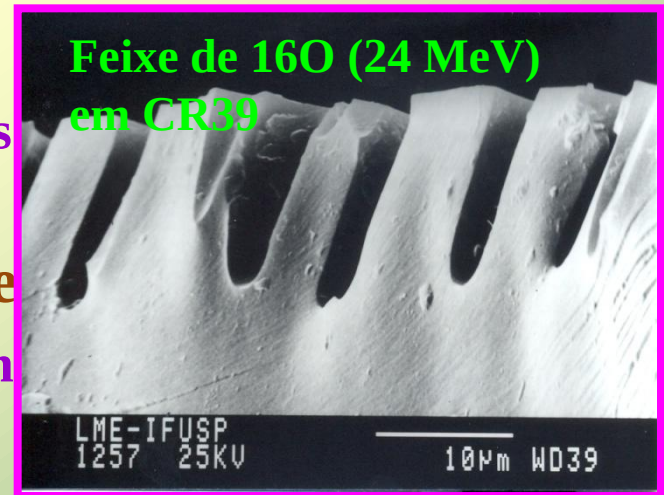
Núcleos radioativos decaem provocando danos no material

Termoluminescência (OSL)

Radiação absorvida excita níveis defeitos na estrutura

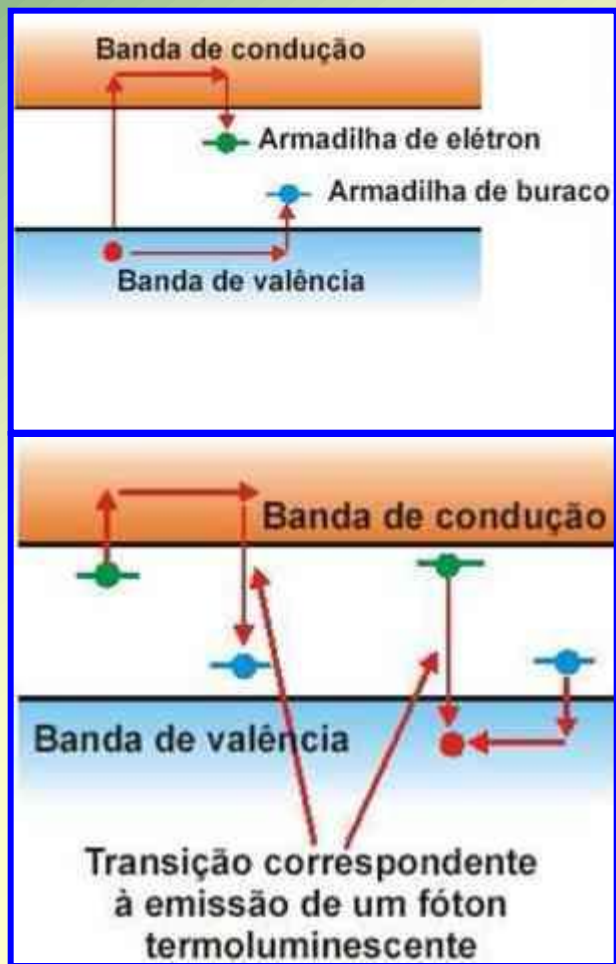
ESR (Electron Spin Resonance)

Radiação absorvida muda o spin

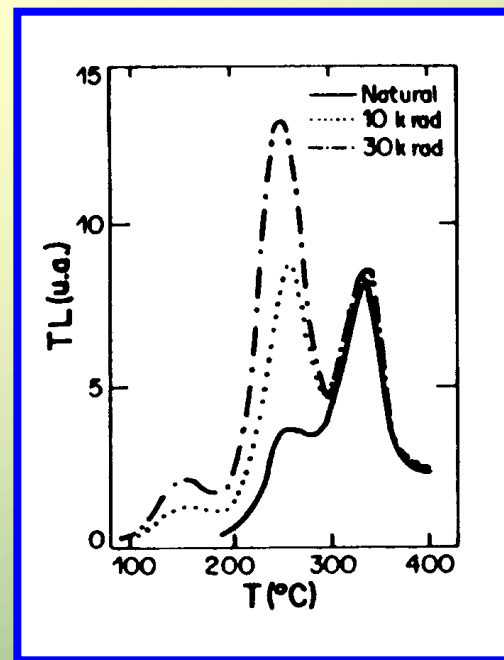
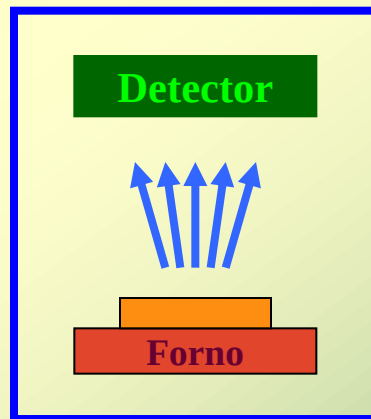


Termoluminescência

Processo de absorção



Aquecimento em forno controlando temperatura



Datação Absoluta

Isótopos radioativos e seus derivados

Identificação/relação entre diferentes isótopos

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, K/Ar

U/Pb, Séries do U

Rb/Sr

Sm/Nd

Re/Os

$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$

^{14}C

Rever alguns conceitos

Os atomistas gregos

Átomo = “a-tomos” = indivisível (Leucipo de Mileto).

Matéria constituída de partículas em movimento perpétuo.

Demócrito de Abdera (~460-370 AC)

AS PARTÍCULAS ATÔMICAS

- **invisíveis** (muito pequenas)
- **indivisíveis**
- **sólidas** (sem espaço vazio interno)
- **cercadas de espaço vazio** (para se movimentar)
- **com infinitas formas** (explica a multitude da Natureza)



A tabela periódica no tempo (1500AC - 2000)

11 elementos conhecidos em 1500 AC

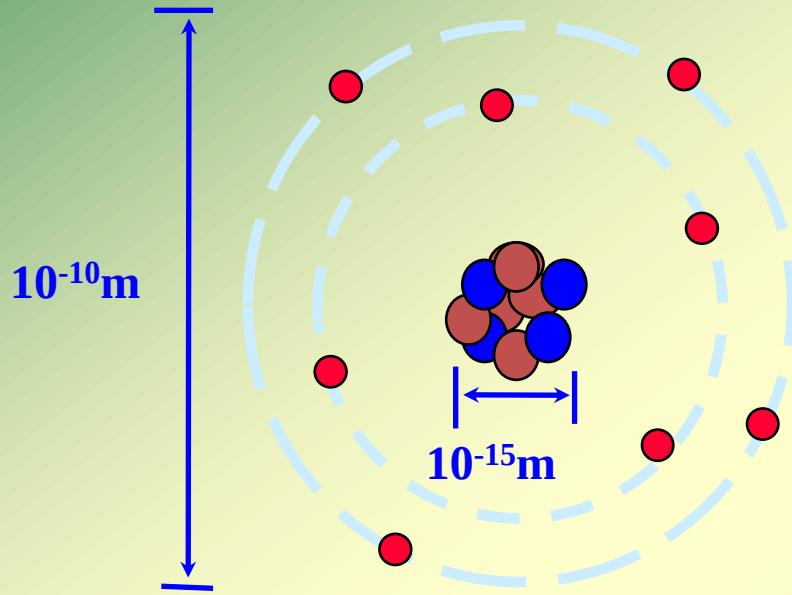
15 elementos no final do Século 17

34 elementos no final do Século 18

82 elementos final do Século 19

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba		Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra		Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	...	...	...						
		La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	
		Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	

Átomo de Bohr



Átomo = núcleo + elétrons

↙
positivo

Núcleo com carga positiva

Eletrosfera com carga negativa

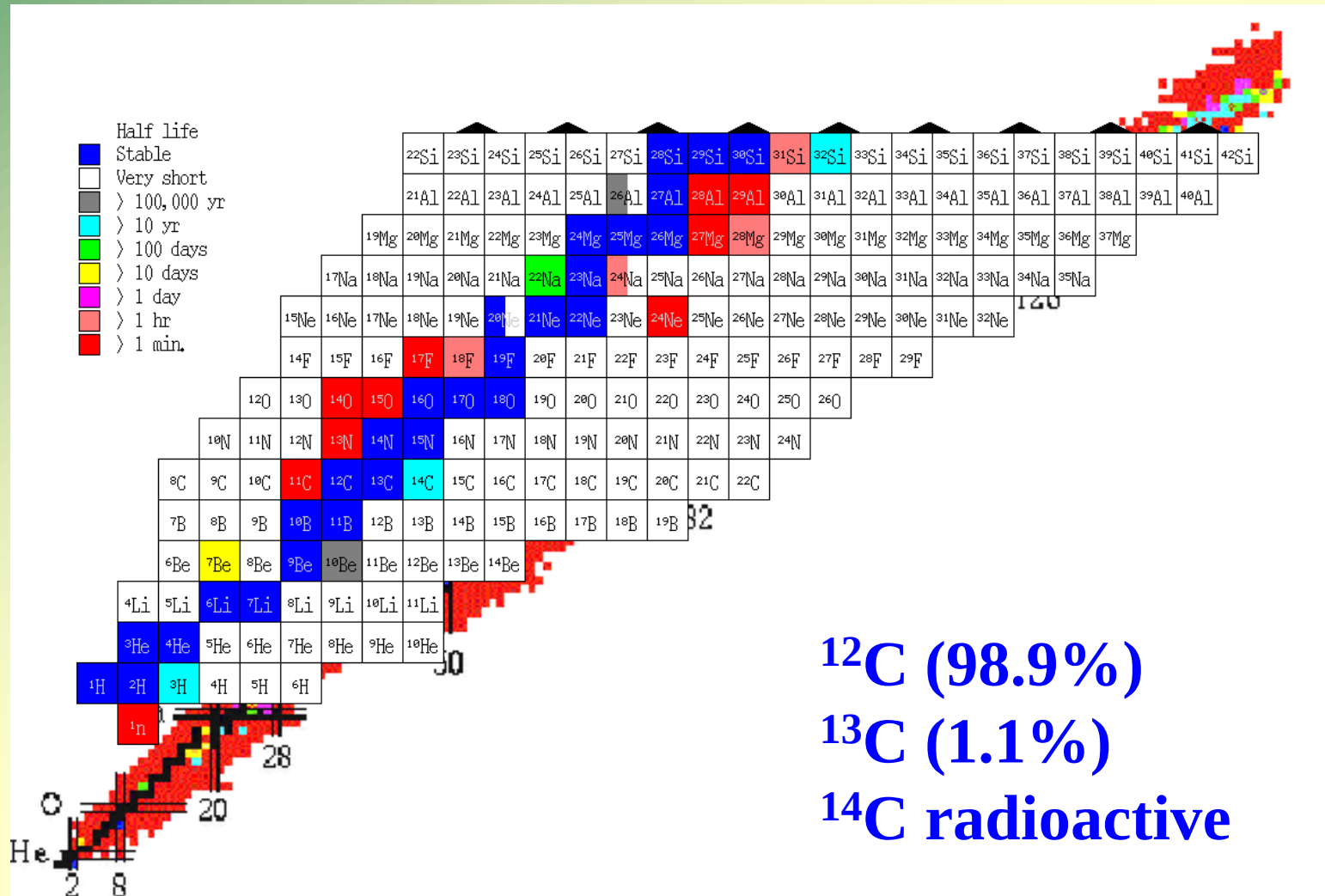
Massa próton $\gg$ massa elétron

Concentração da massa

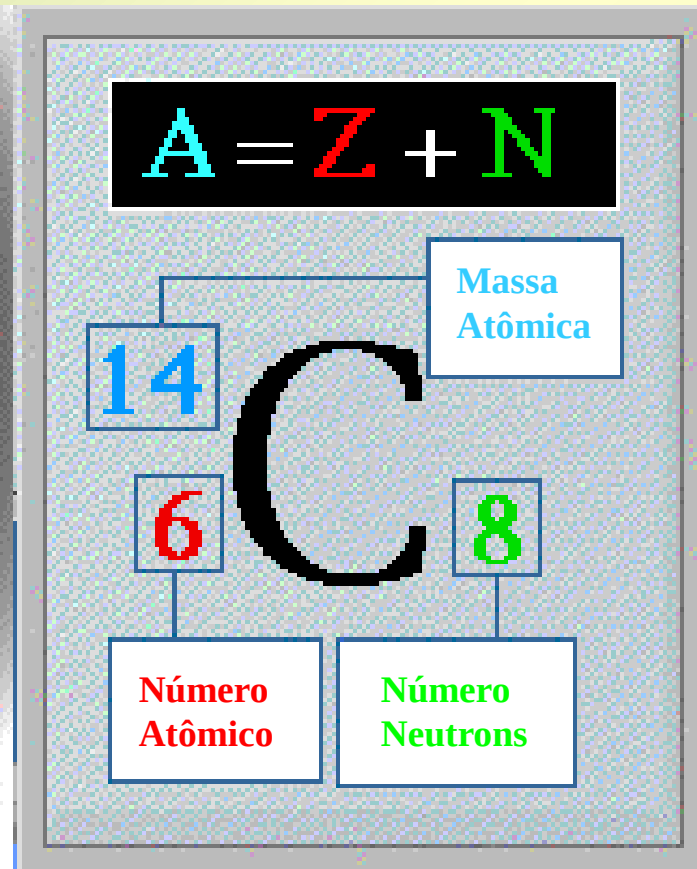
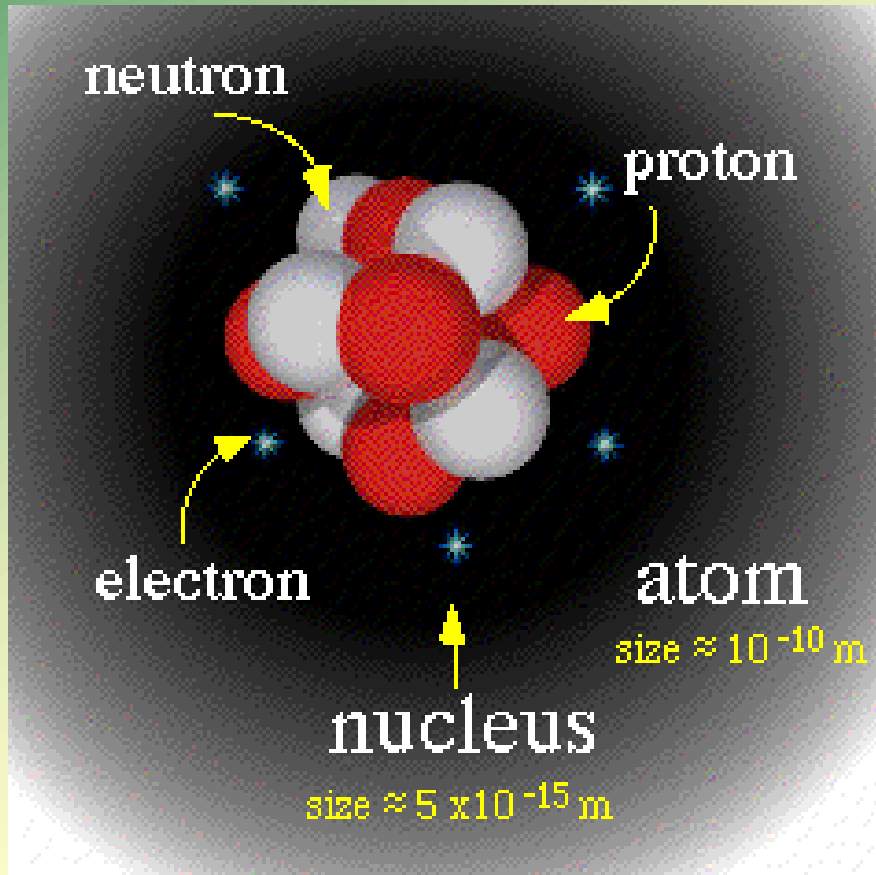
Tamanho do núcleo $\ll$ tamanho do átomo

Densidade muito maior

Tabela de nuclídeos



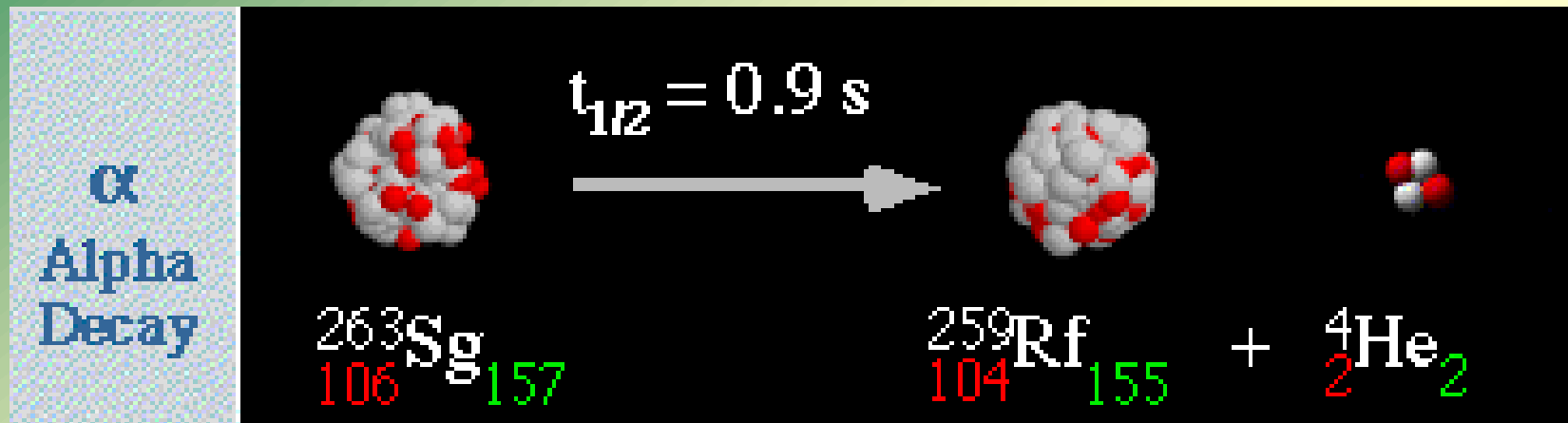
O Núcleo Atômico



Isótopos - mesmo elemento

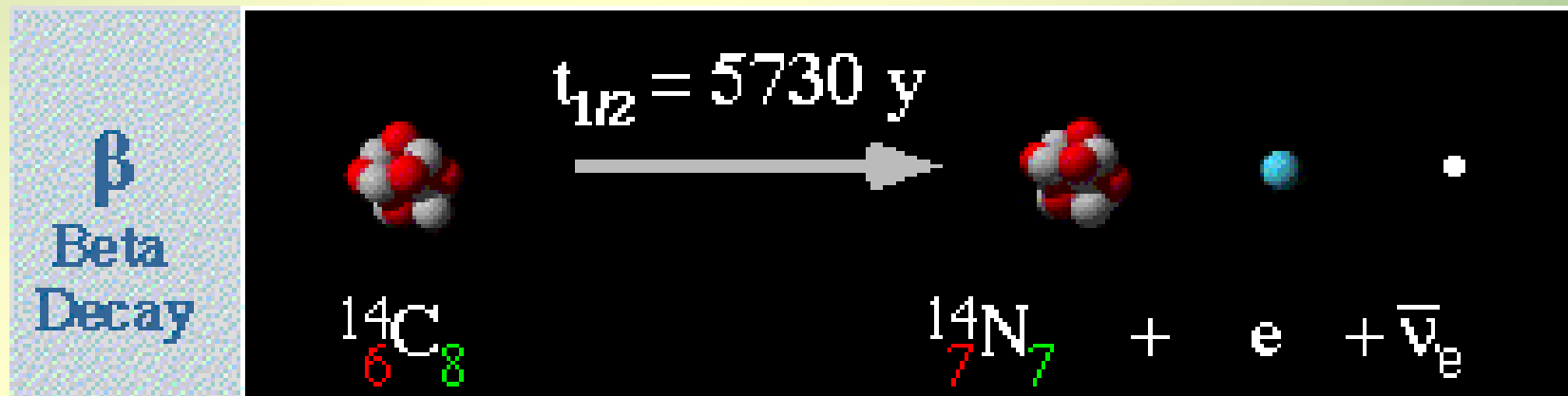
Isóbaros - mesma massa

Decaimento Radioativo



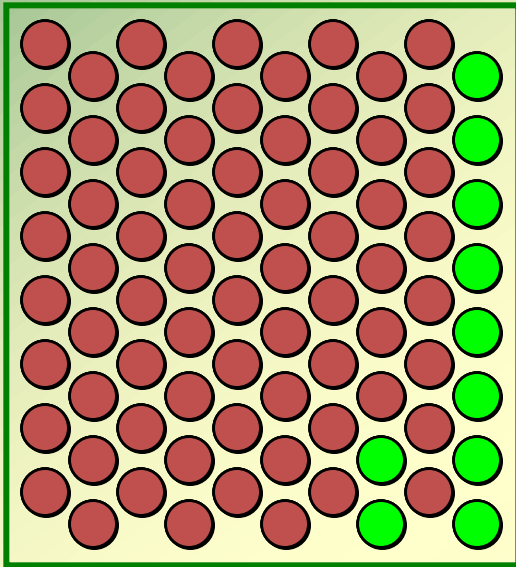
Seaborgium – Elemento super pesado (1974)

Rutherfordium – Elemento super pesado (1964)



Decaimento Radioativo

Núcleo instável decai em outro núcleo (estável ou não)



Tempo de meia vida – 50% dos núcleos radioativos de uma amostra decaem

1 meia vida

2 meia vida

3 meia vida

Não se pode saber quando um determinado núcleo vai decair...

Datação Absoluta

Isótopos radioativos e seus derivados

Isótopo Pai	Meia Vida	Filho Estável
Urânio-235	704 Milhões de anos	Chumbo-207
Potássio-40	1.25 Bilhões de anos	Argônio-40
Urânio-238	4.5 Bilhões de anos	Chumbo-206
Tório-232	14.0 Bilhões de anos	Chumbo-208
Lutécio-176	35.9 Bilhões de anos	Háfnio-176
Rubídio-87	48.8 Bilhões de anos	Estrôncio-87
Samário-147	106 Bilhões de anos	Neodímio-143

Espectrometria de massa

Convencional

Aceleradores (AMS)

Dcaimento Radioativo

Vantagens do AMS

1) Comparação com outros métodos:

Espectrometria de massa convencional

Maior sensibilidade - menor quantidade

Identificação isobárica - fonte de íons negativa e técnicas de física nuclear

Medidas de decaimento

Maior sensibilidade - menor quantidade

Ex: ^{14}C $T_{1/2} = 5730$ a, Eficiência = 10^{-7}

AMS:

Ef f. íons = 1%, Tr = 20 a 50%, Ef = $2 - 5 \cdot 10^{-3}$

2) Quantidade pequena para traçadores

Dose aplicada muito abaixo do limite permitido

Ex: ^{26}Al como traçador em medidas biomédicas

Dose típica: 50 ng (10^{15} átomos)

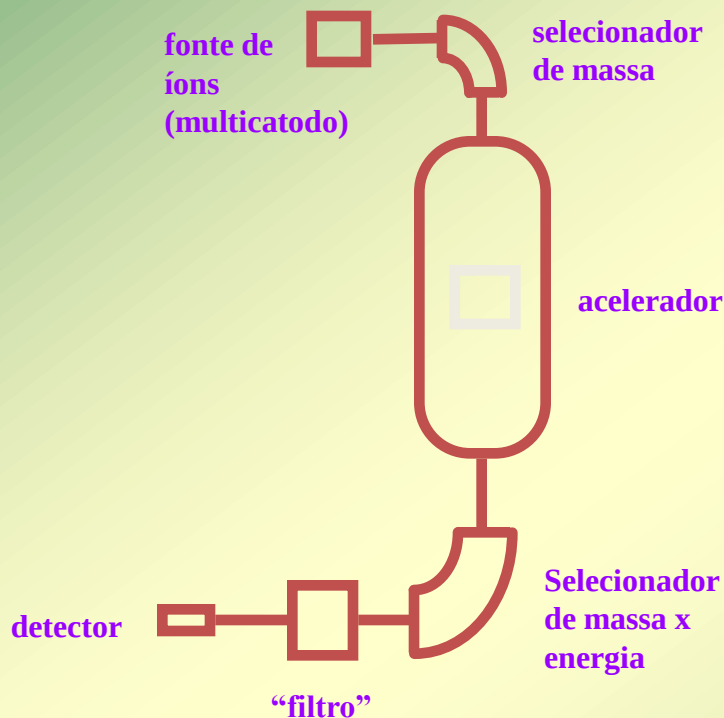
Limite do AMS permite detetar 10^6 átomos

3) Atrativo extra

Caráter multidisciplinar da pesquisa

Acelerador – Instrumento de medida

AMS - Accelerator Mass Spectroscopy



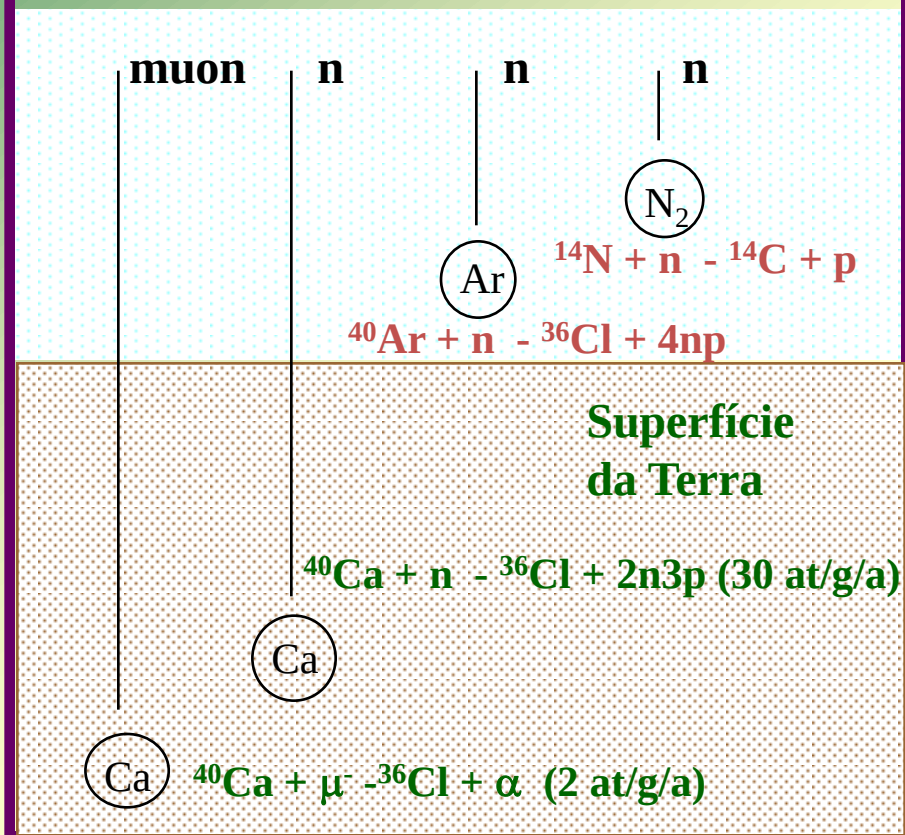
ISÓTOPOS E APLICAÇÕES:

^{14}C ($6 \cdot 10^3$ a)	Arqueologia, Geologia, Medicina
^{36}Cl ($3 \cdot 10^5$ a)	Geologia, Oceanografia, Climatologia, Arqueologia
^{10}Be ($2 \cdot 10^5$ a)	Hidrologia
^{26}Al ($7 \cdot 10^5$ a)	Medicina
^{41}Ca , ^{59}Ni , ^{60}Fe , ^{129}I , ^{238}U	

Concentrações relativas e medidas absolutas
1 em 10^{15} átomos 10^6 átomos



Raios Cósmicos Primários



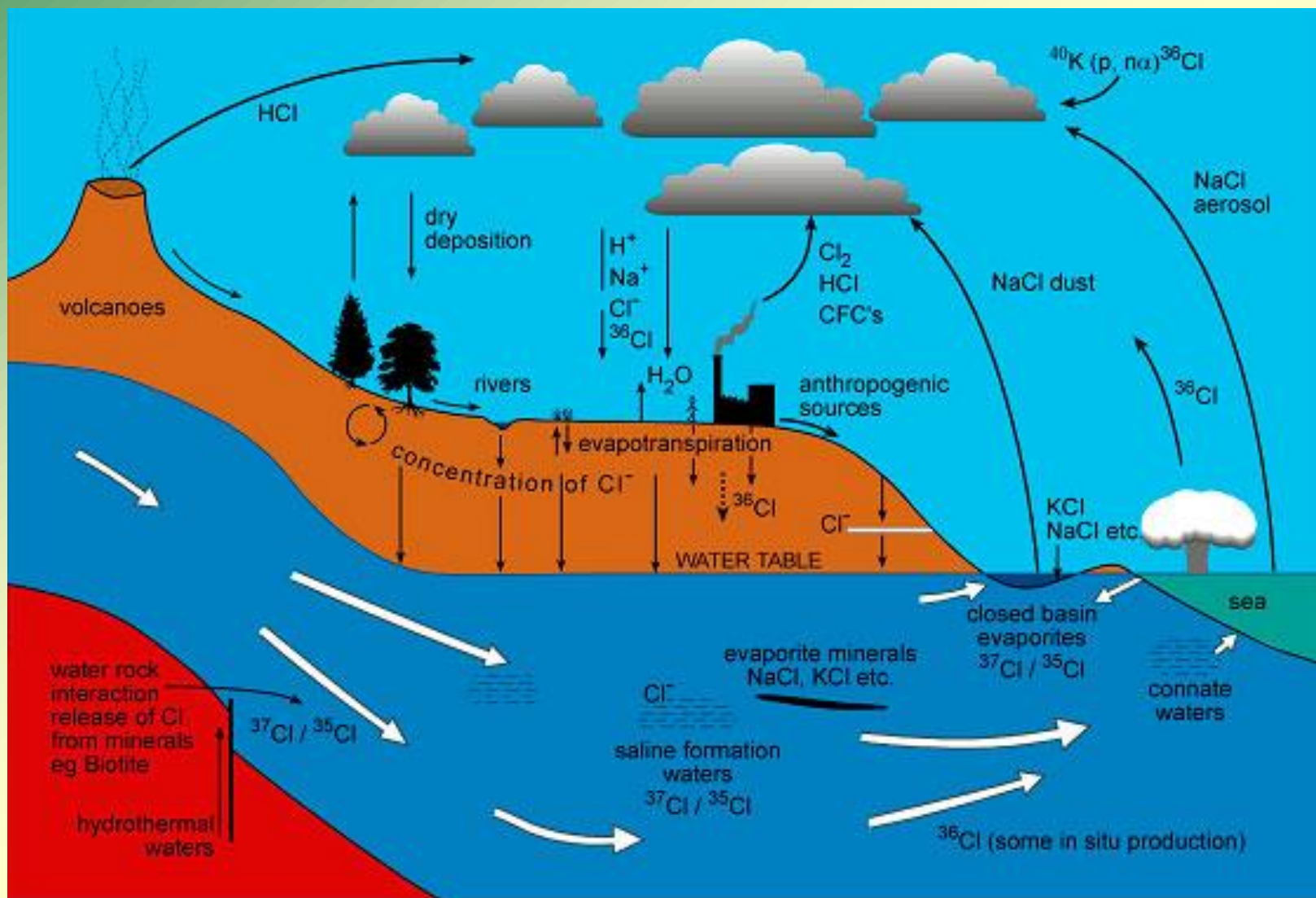
Produção de isótopos

Cosmogênicos

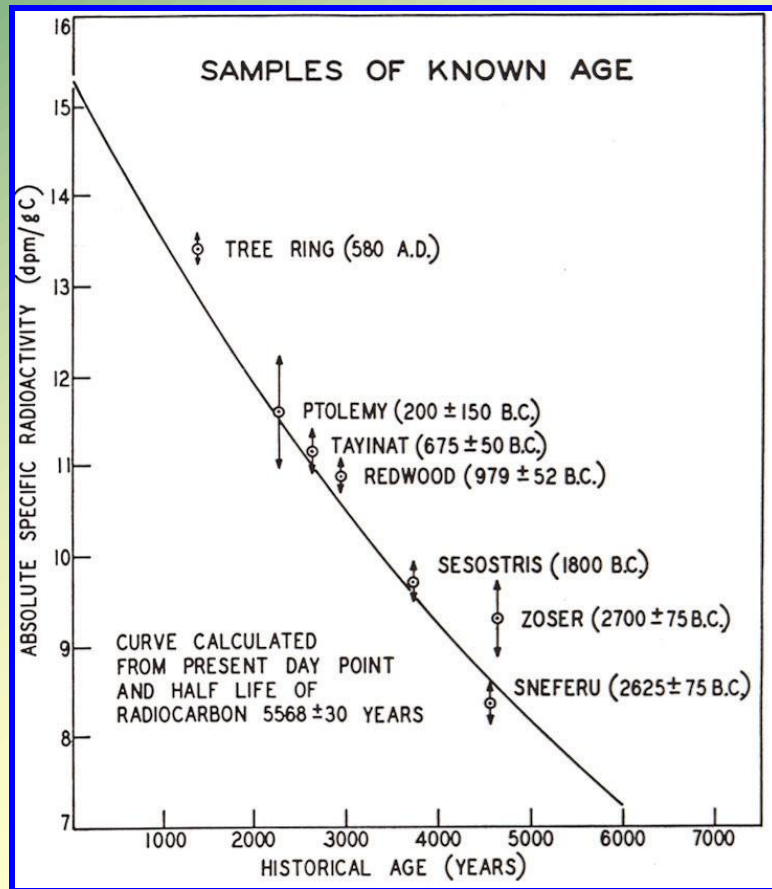
Interação de raios cósmicos na atmosfera e rochas na superfície terrestre

Antropogênicos

Reatores e artefatos nucleares



Datação por ^{14}C



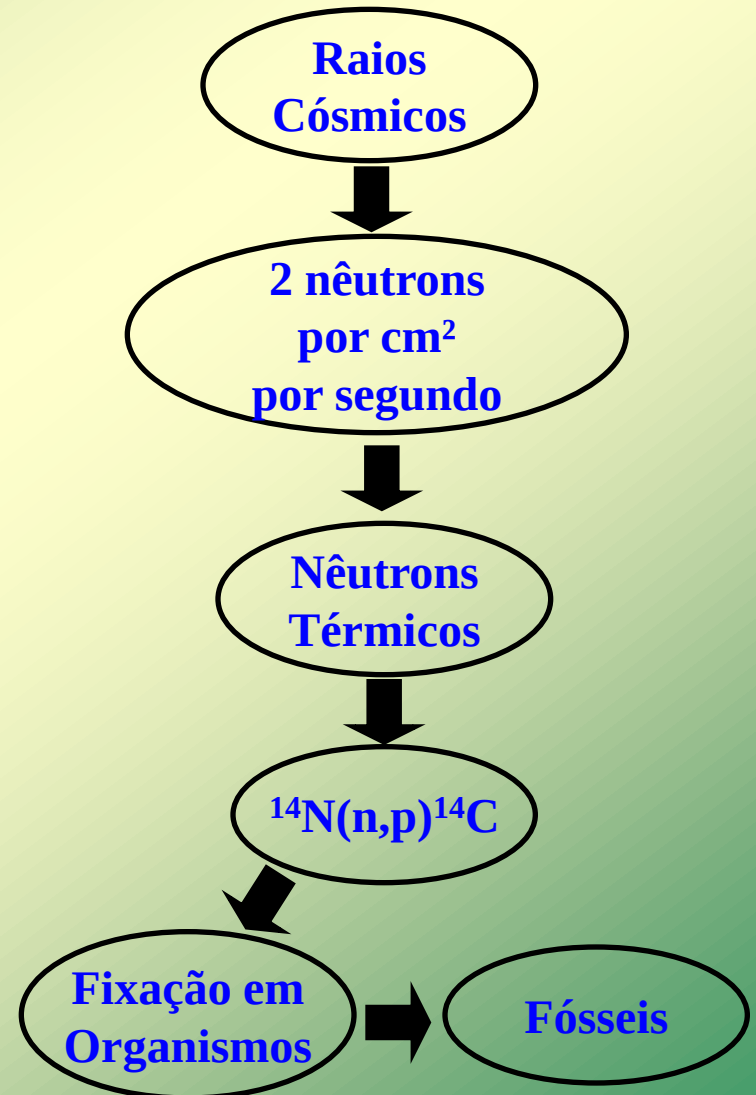
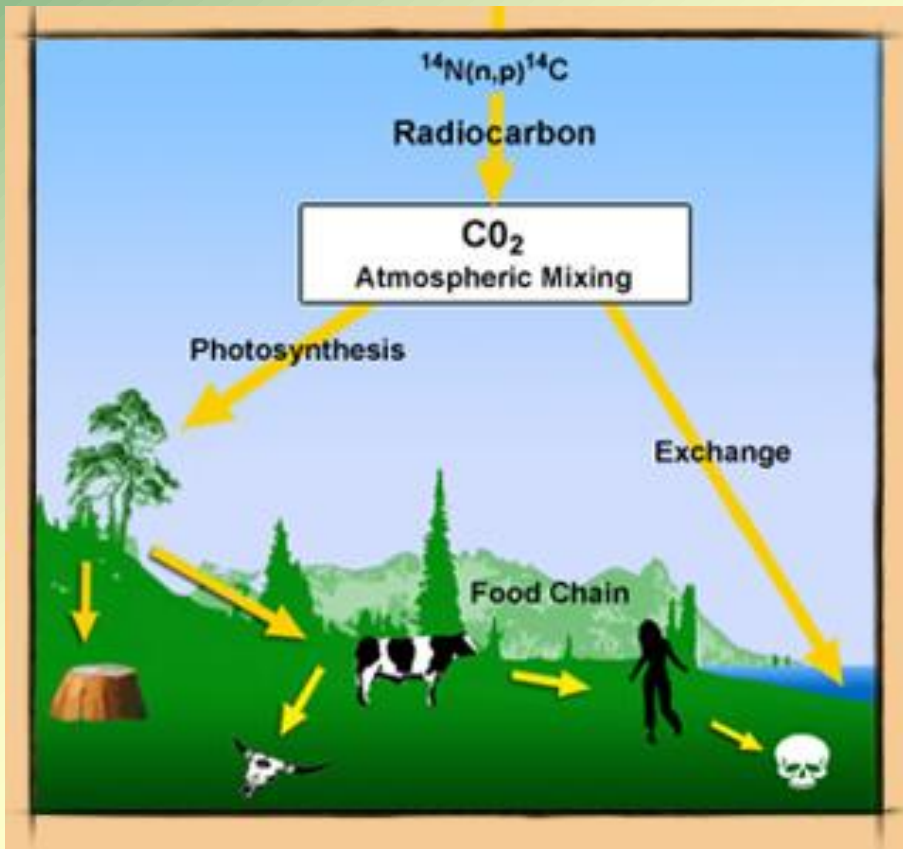
Primeiro teste do modelo, medindo árvores, por Libby (1952)

Contabilizar o número de átomos de ^{14}C

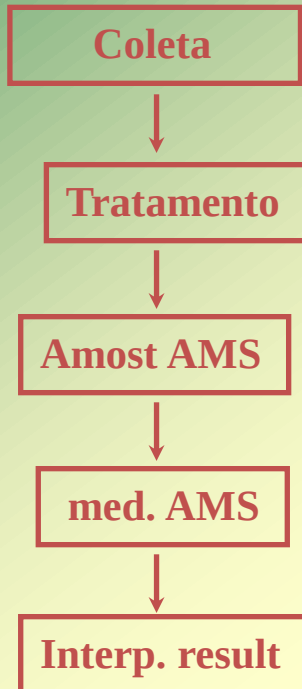
Métodos:

**Decaimento Radioativo
AMS – Contagem direta de átomos**

O processo de fixação do ^{14}C



Trabalho completo - AMS



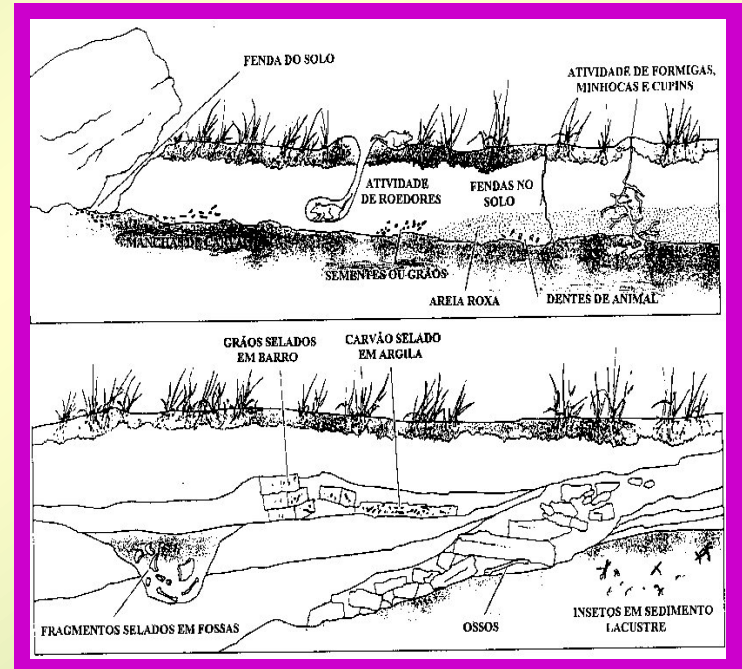
Local - Contamin. - Método

Físico e Químico

Físico e Químico

Acelerador

Colaboração com grupo
não ligado a Física Nuclear



Tratamento amostras (sólidas)

Remoção de material extra a amostra e redução a carbono elementar

Pré-tratamento físico e químico

- AAA (remoção de carbonatos)

- Extração de colágeno gelatinoso (osso)

- Hidrólise de carbonatos com H_3PO_4

Oxidação para CO_2

- Combustão com CuO a $900\text{ }^\circ\text{C}$

- Combustão em forno com analisadores elementares

Grafitização

- Redução por H_2 (catalizados por Fe ou Co) (processo lento)

- Redução (Zn) com TiH

Contaminação

Contaminação durante a coleta

Incorporação de material orgânico antigo

Incorporação de material orgânico novo

Efeito de reservatório

Contaminação devido ao sítio

Infiltração de umidade

Penetração de raízes

Mistura com material espúrio

Contaminação durante a preparação

Subtração de fundo (Branco)

• **AM** **ara** ^{14}C
 $q, m, \vec{v}$ $\vec{B}$

Troca de carga do feixe

Quebra Molecular

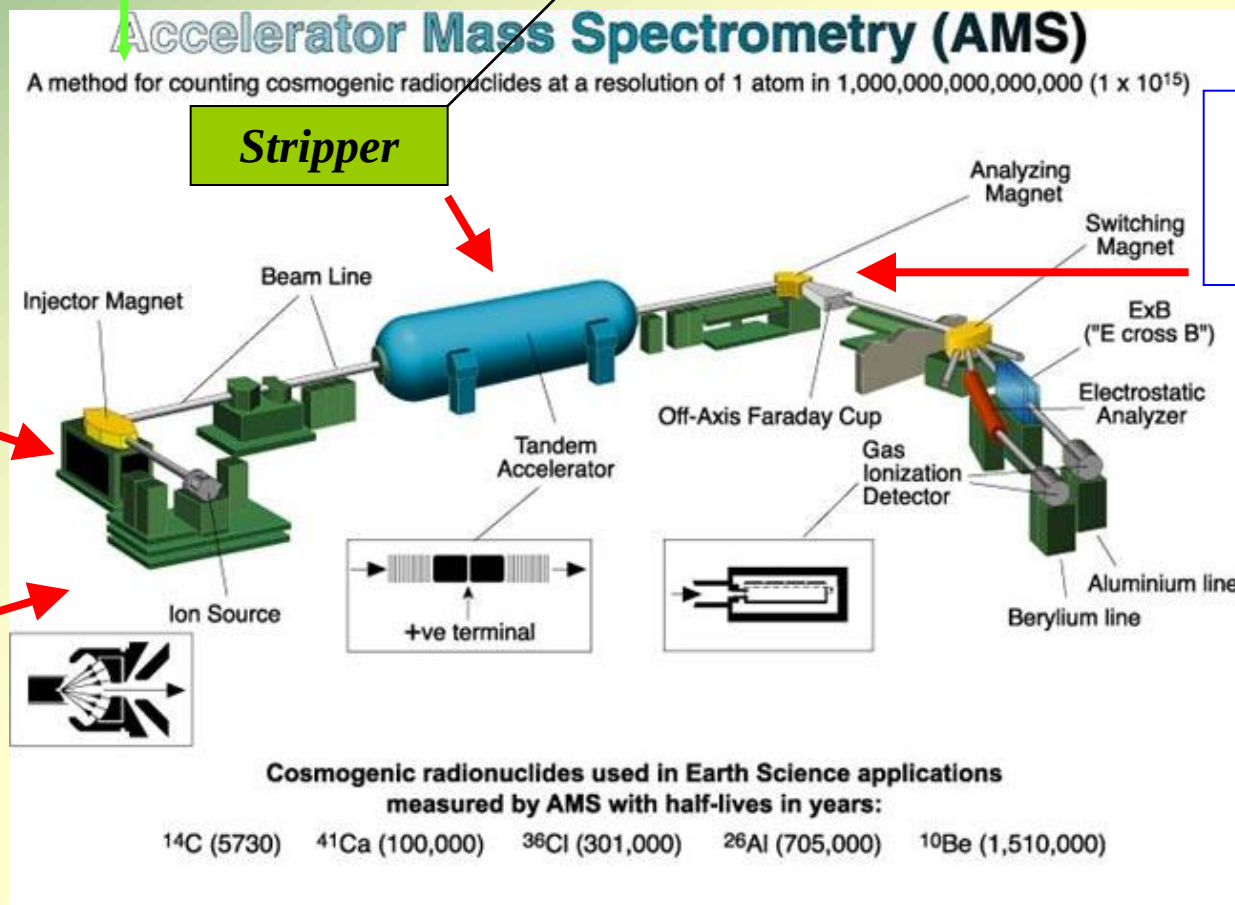
$^{12}\text{CH}_2$

^{13}CH

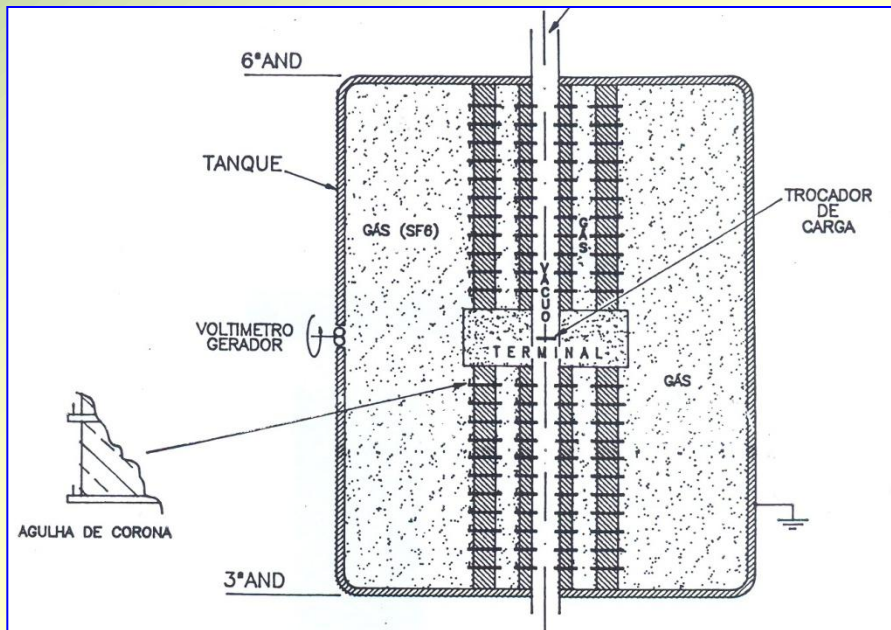
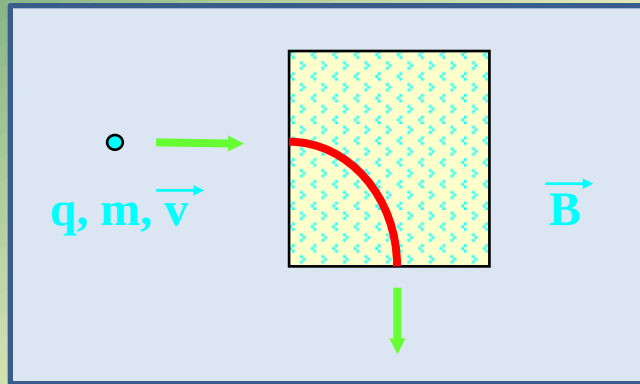
Seletor
Massa 14

Fonte de
Íons
Negativos

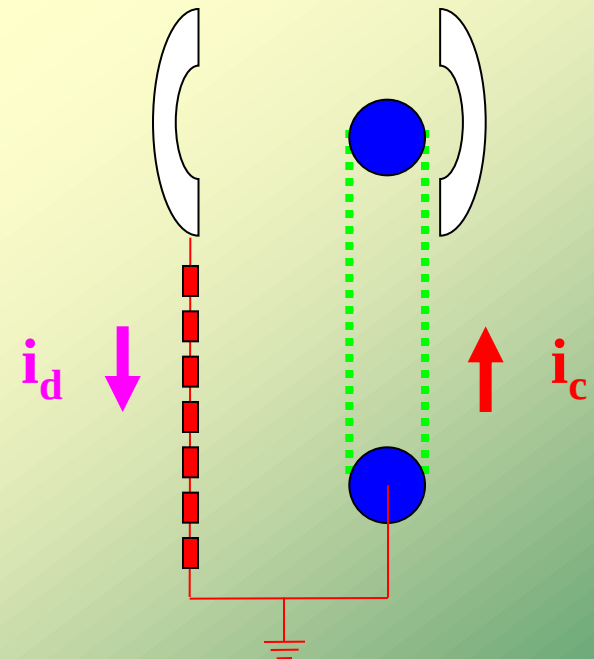
Seletor de
Massa e
Energia



Detalhes do acelerador



Tensão de carga
Pressão do gás



Calibrações de AMS

Variações do Modelo

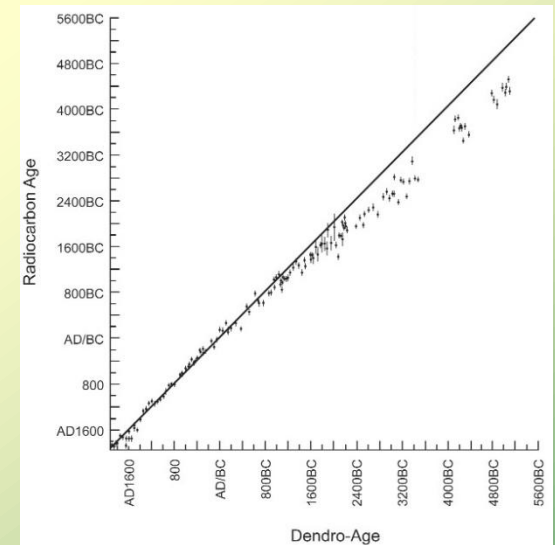
Taxa de produção de ^{14}C (mudanças campo magnético da Terra)

Flutuações da atividade solar

Mudanças nos reservatórios geoquímicos

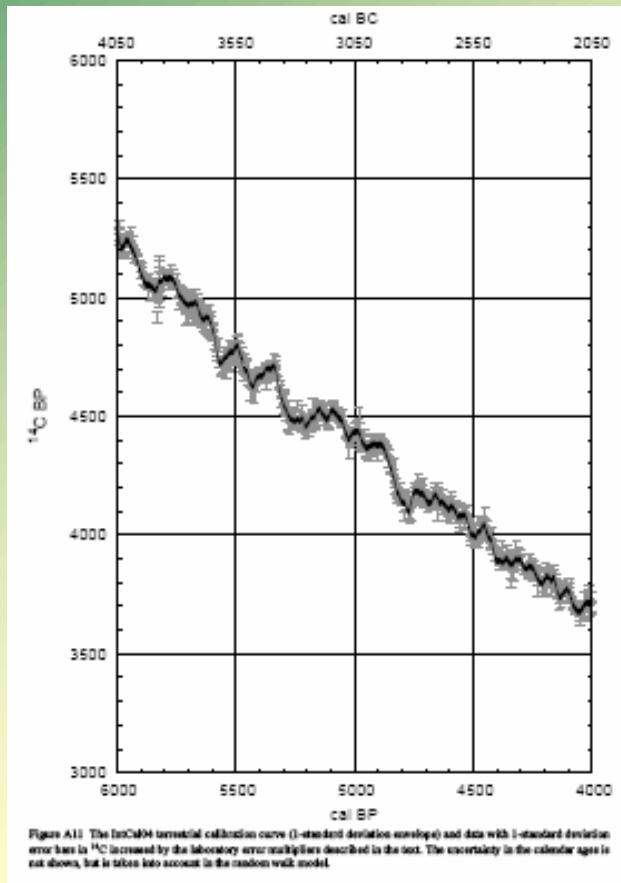


Conhecimento de idade de árvores através da contagem de anéis (árvores de até 5000 anos)

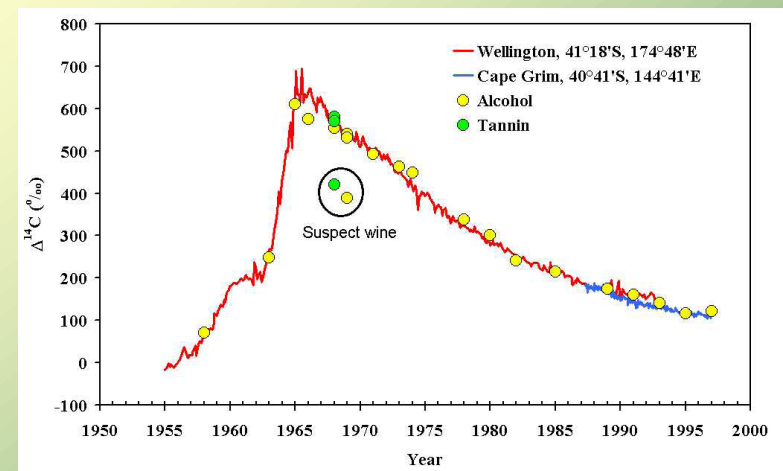
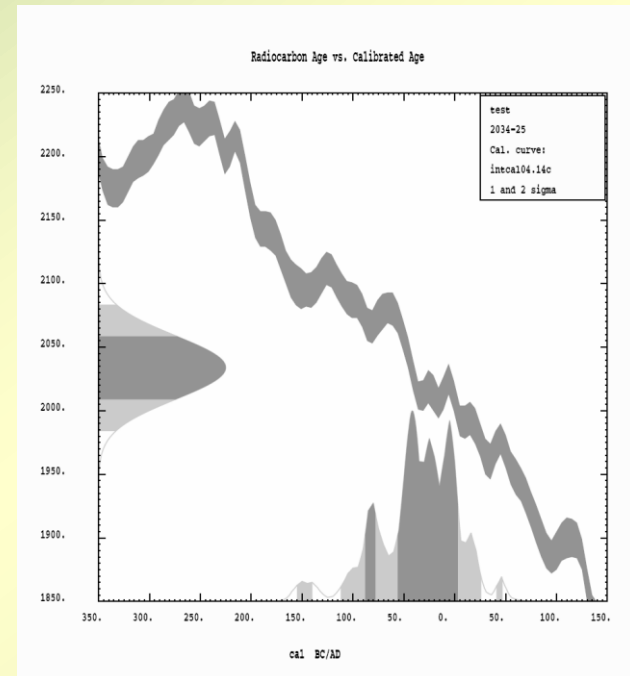


Calibrações atuais,
comparando-se ao método
AMS com Dendrocronologia

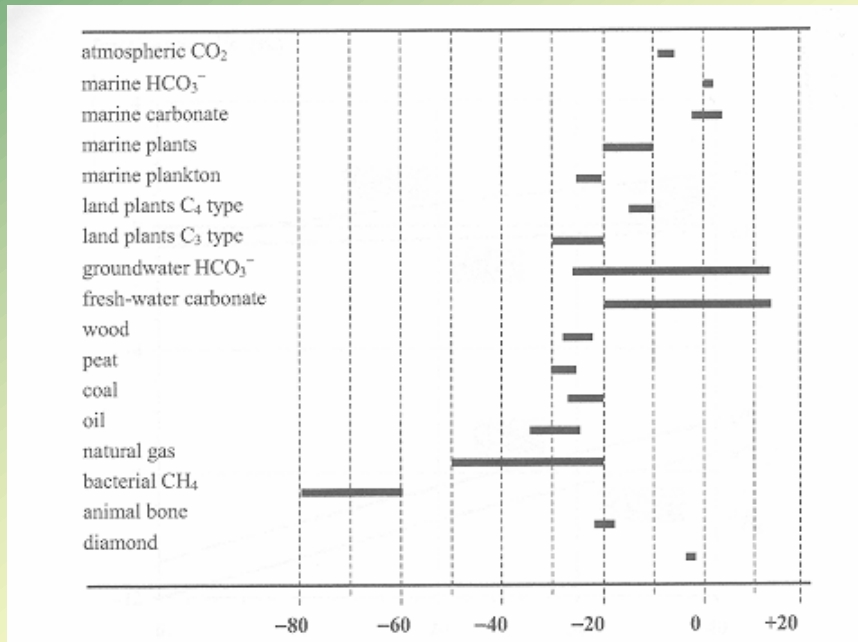
Cálculo



BC - before Christ (antes Cristo)
BP - before present (antes do presente)



Correções



Devido à dependência em massa de mobilidade molecular e energia de ligação, processos físico-químicos alteram a composição isotópica de diferentes fases ou compostos

$$\frac{\left(\frac{^{14}\text{C}}{^{12}\text{C}}\right)_V}{\left(\frac{^{14}\text{C}}{^{12}\text{C}}\right)_A} = \left[\frac{\left(\frac{^{13}\text{C}}{^{12}\text{C}}\right)_V}{\left(\frac{^{13}\text{C}}{^{12}\text{C}}\right)_A} \right]^2$$

AMS - Accelerator Mass Spectroscopy

Medidas relativas

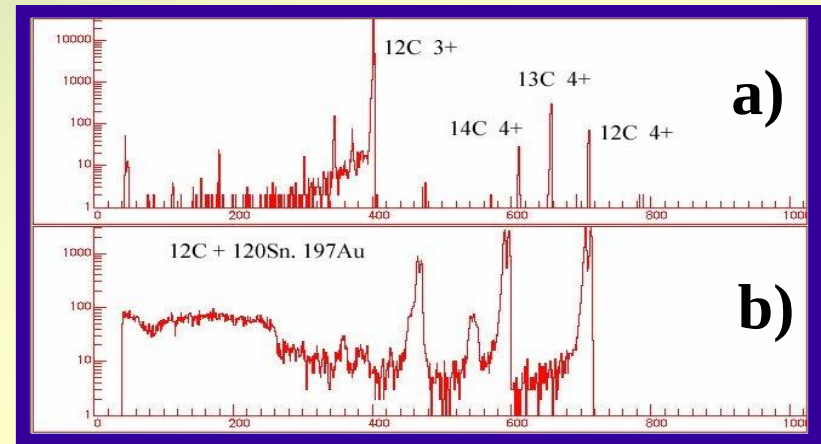
Simultâneas: uma medida para obter informações sobre dois (ou +) isótopos (Copo Far + Detector)

Sequenciais: uma medida para cada isótopo (ou copo Far ou Detector)

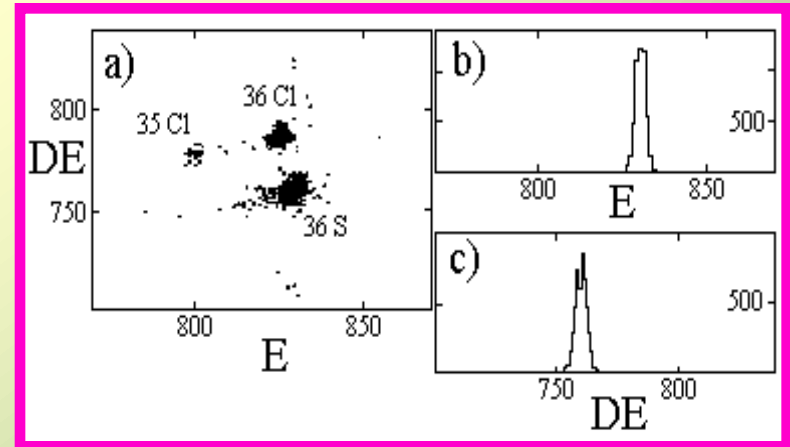
Ajuste das condições – relação das massas

Medidas absolutas

Feixe piloto para achar condições ópticas para transmissão



Detector (Si) Análise de espectro de E



Identificação de isóbaros
Análise de espectro $\Delta E \times E$

“Incêndios na Floresta Amazônica”

Motivação

Estudar o Ecosistema da Floresta Amazônica
(Programa de pesquisa de mudança global)

Incêndios antigos

mudanças no ambiente do planeta
durante o Holoceno (10,000 anos)

Incêndios atuais -

quantidade significativa de CO₂ e
poeira na atmosfera

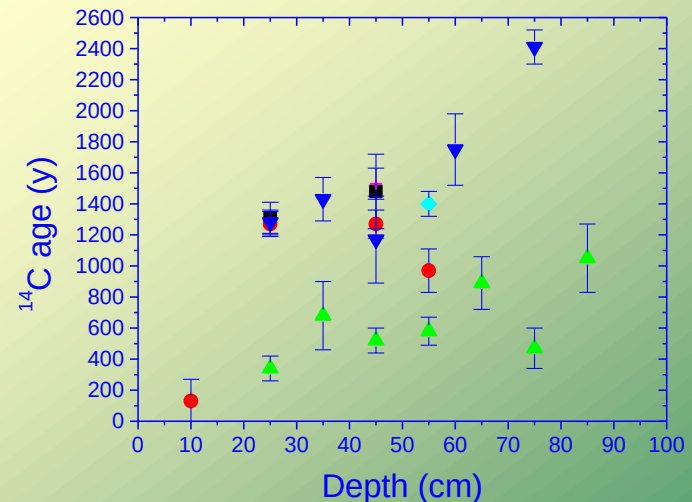
Relacionar incêndios na floresta -
mudanças climáticas

Resultados

Datação por ¹⁴C 130 to 2400 AP

Concentração 1200 to 1400 AP

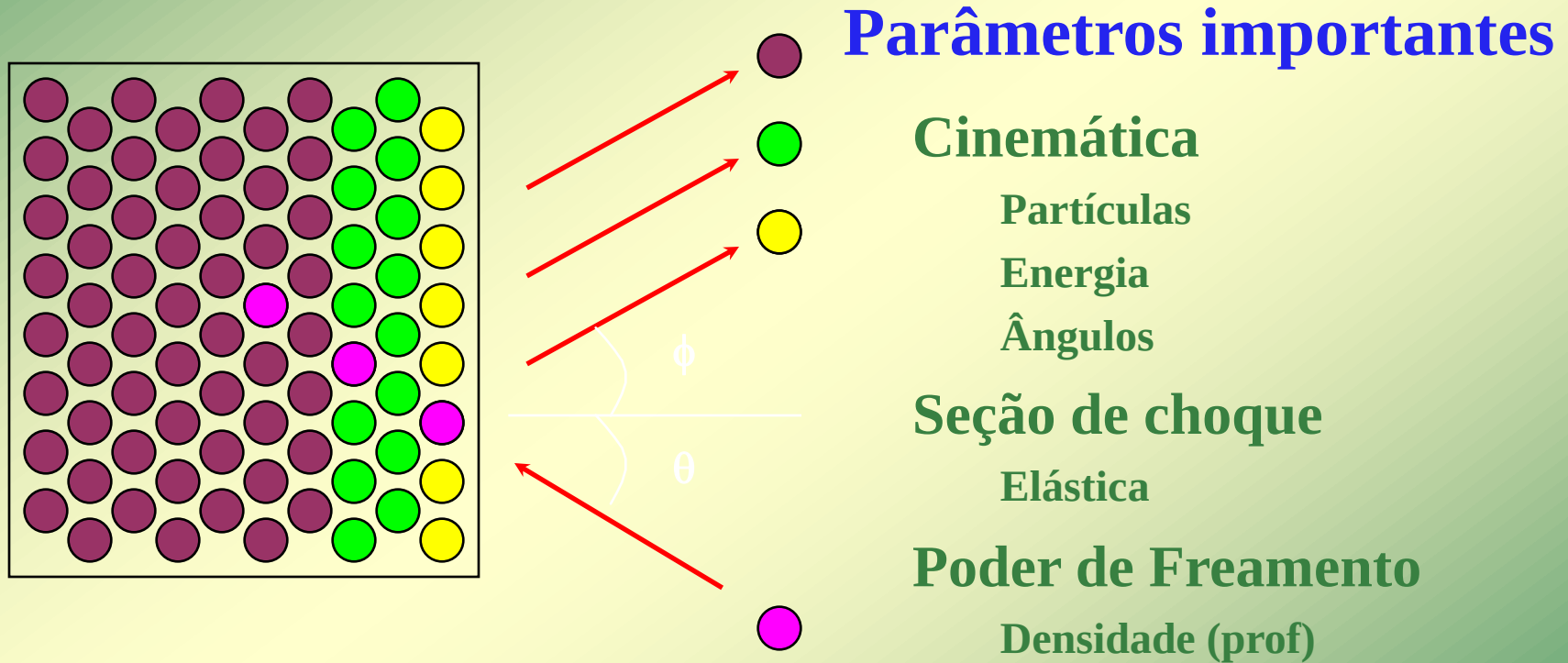
Período Seco Holoceno



N.Added, J.C. Acquadro, R. Liguori Neto, M.A. Rizzutto (IFUSP) P.R.S. Gomes, R.M. dos Anjos (UFF), C.R. Appoloni, M.M. Coimbra (UEL), G.M.Santos, K. Fifield (ANU).

Acelerador – Injetor de partículas

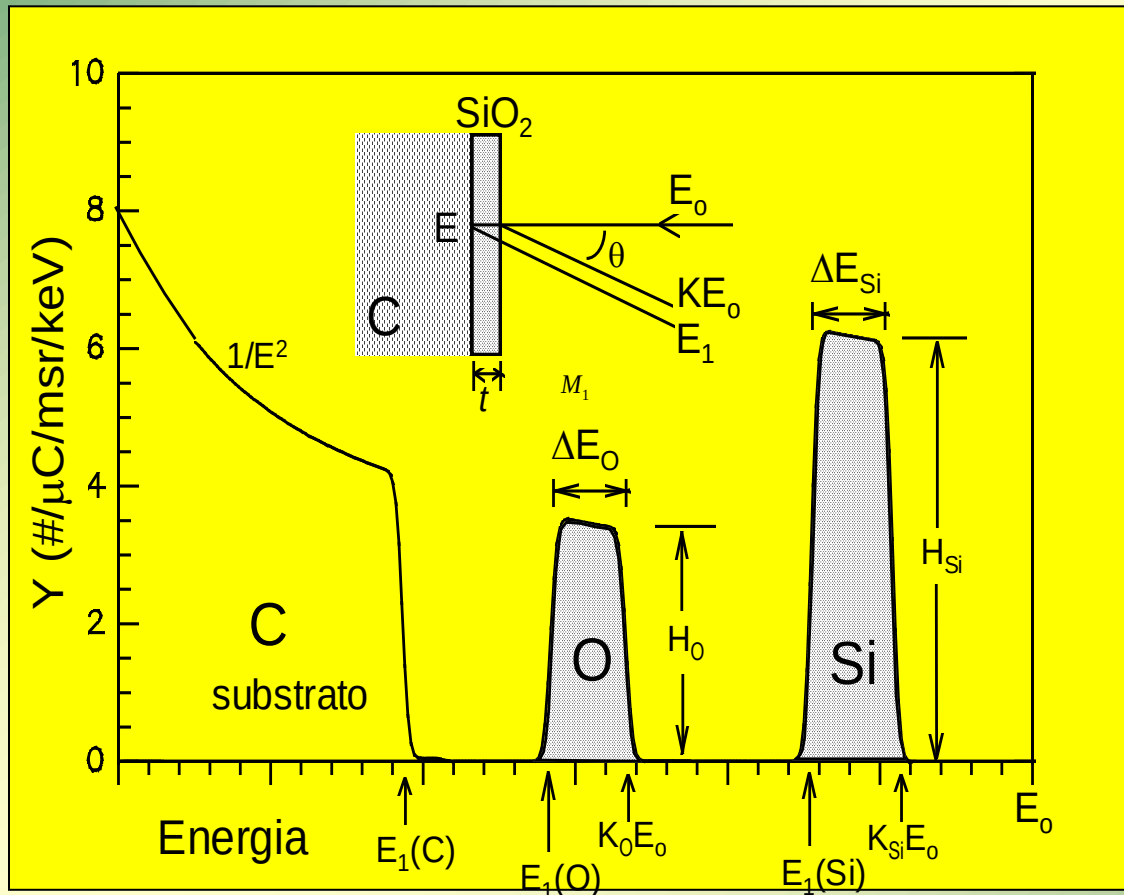
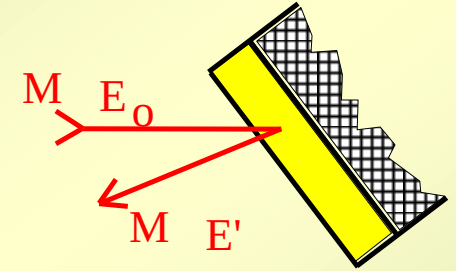
Análise de materiais (IBA - Ion Beam Analysis)



Análise do espectro de energia

RBS - Retroespalhamento Rutherford

Um espectro RBS didático



Mede (mas não identifica) qualquer elemento da tabela periódica.

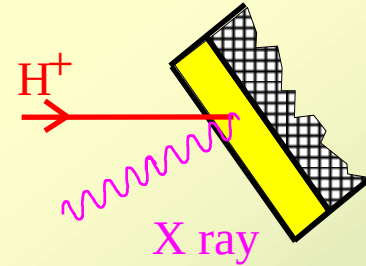
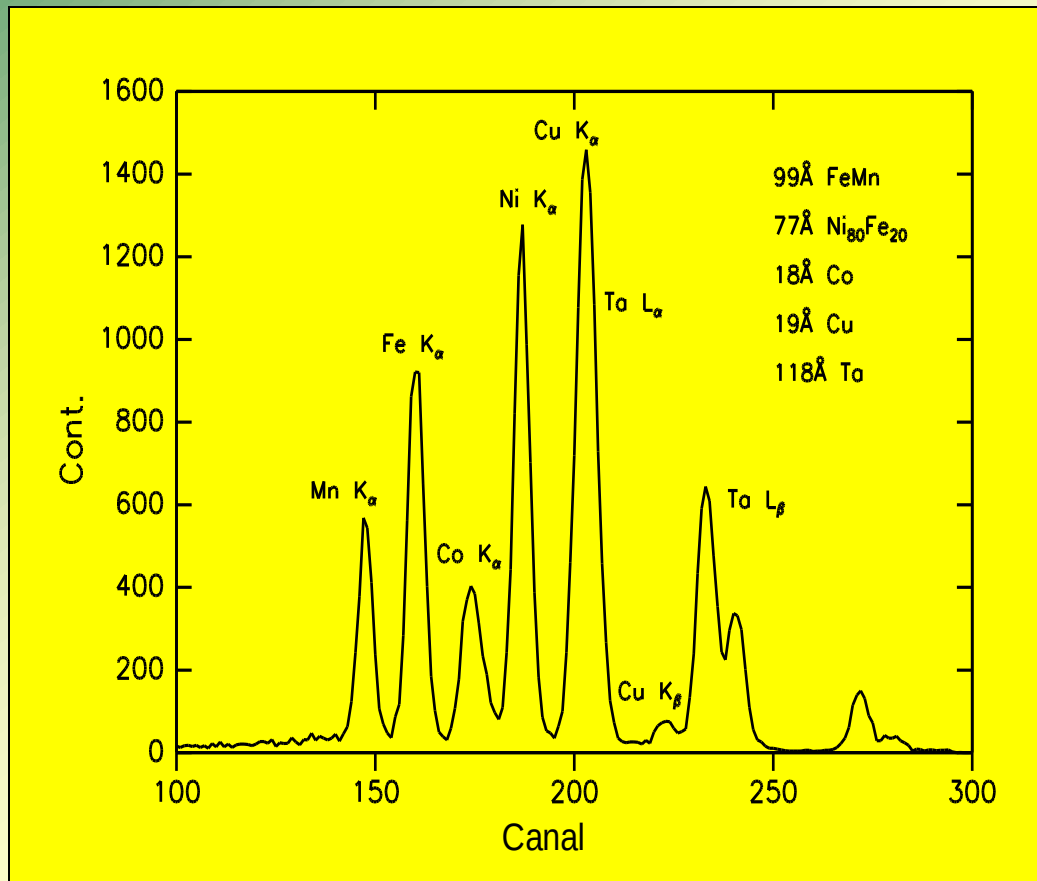
Sensibilidade mínima da ordem de ppm (depende da amostra)

Área do pico proporcional a massa do elemento.

Perfil em profundidade ($\sim \mu\text{m}$)

Análise ocorre em cerca de 10 minutos

PIXE - Particle Induced X-Ray Emission



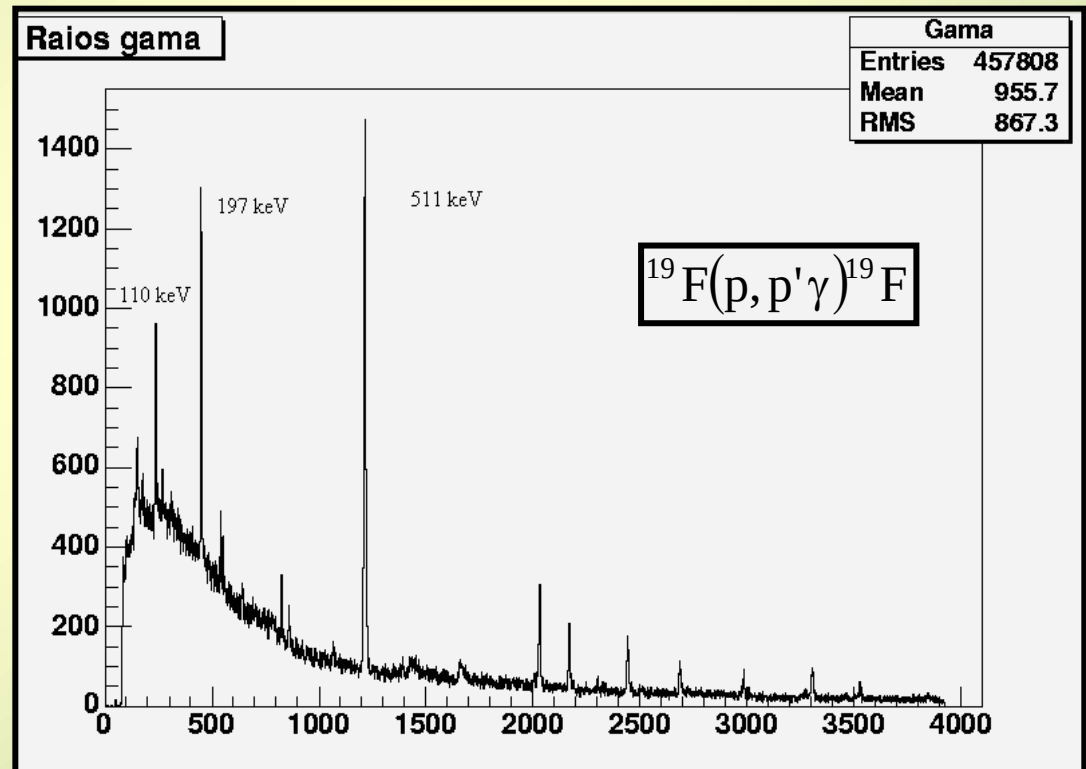
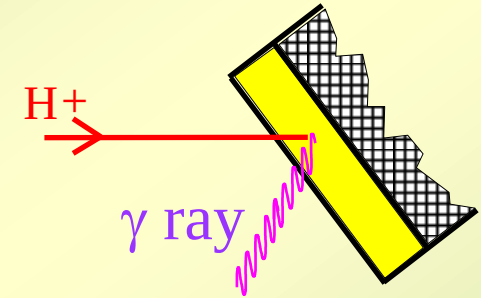
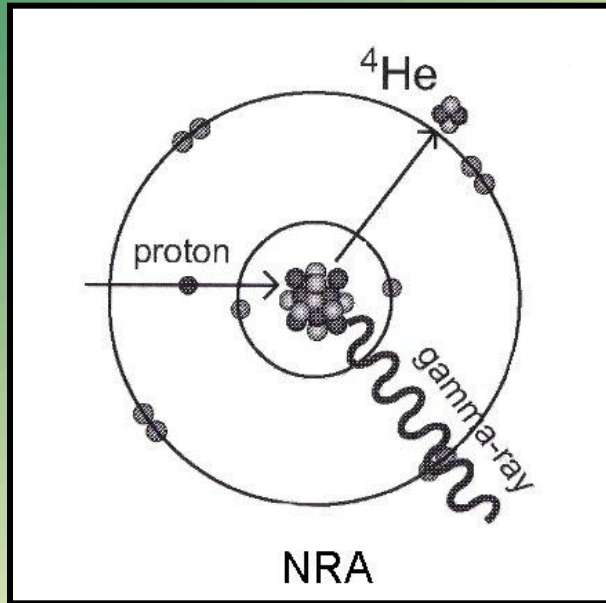
Identifica qualquer elemento da tabela periódica, acima do Ne ($Z=10$)

Sensibilidade mínima da ordem de ppm (depende da amostra)

Área do pico proporcional a massa do elemento.

Análise ocorre em cerca de 10 minutos

PIGE - Particle Induced Gamma-ray Emission



Análise por feixes iônicos em no estudo da herança cultural (1)

Arqueometria

Identificação de materiais

Análise PIXE de elementos majoritários

Procedência (fonte dos materiais brutos e rotas de comércio)

Análise PIXE de elementos traçadores

Técnicas artísticas ou de fabricação

Distribuição espacial: μ PIXE lateral, perfil com RBS

Análise por feixes iônicos em no estudo da herança cultural (2)

Conservação

Definição do estado de conservação dos artefatos

Estudo de mecanismos de alteração em materiais submetidos a decomposição acelerada

Perfil em profundidade por RBS e NRA

Conservação preventiva

Monitoração do ambiente do museu

Análise PIXE da poeira coletada

Análise RBS de monitores



Instituto de Física da USP

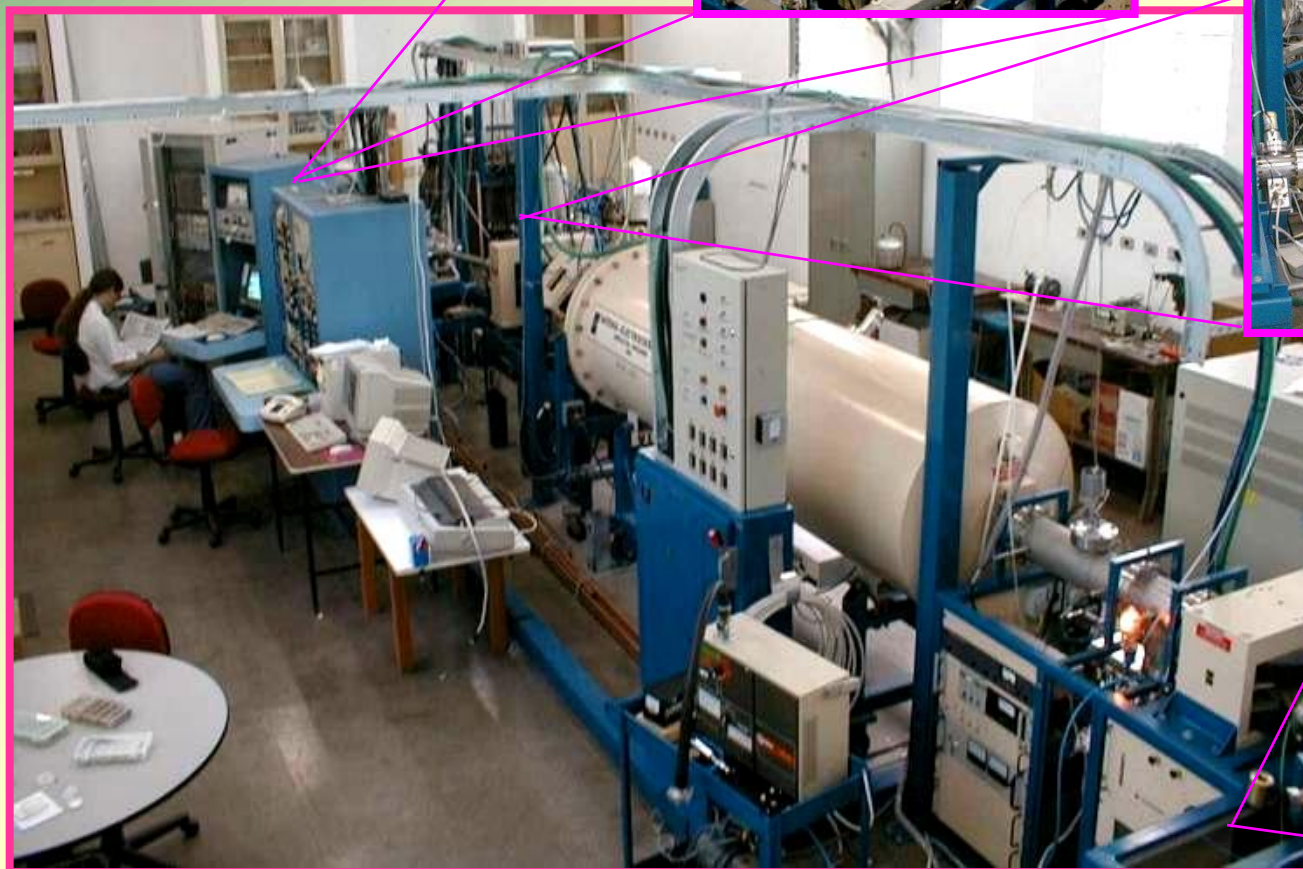
Laboratório de Análises de Materiais por Feixes Iônicos - LAMFI

**LAMFI: Acelerador Pelletron
tandem NEC-5SDH
1,7MV com stripper gasoso**



**Câmara Multiuso
RBS, PIXE, ERDA**

**Câmara PIXE para
análises ambientais**



**Fontes de íons negativos
Alphatross e SNICS**



Feixe externo: Arranjo experimental mais adequado

Medidas in-situ – (sem coleta de amostra)

Objetos grandes ou de forma complexa

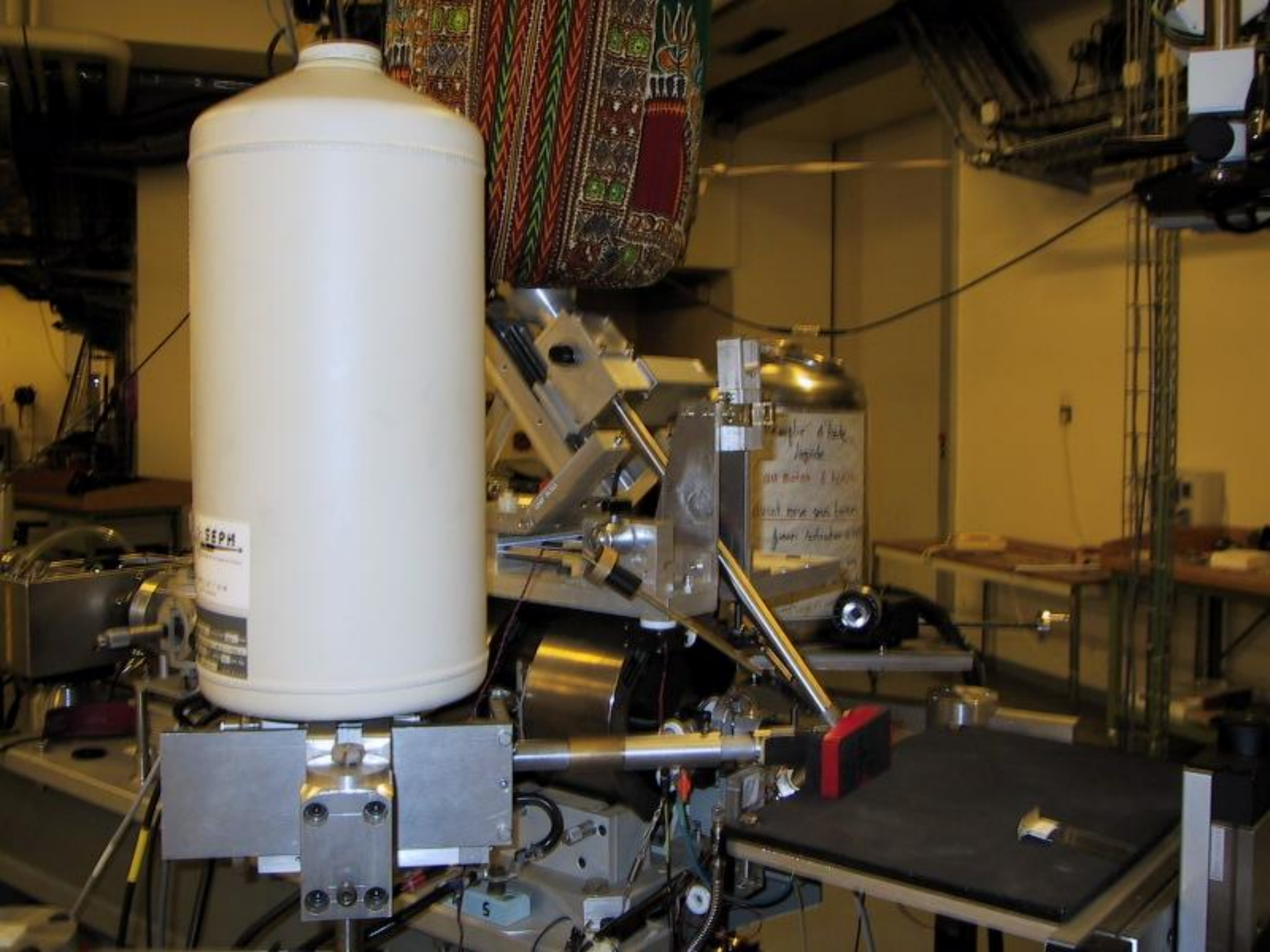
Facilidade no manuseio e movimentação dos objetos

Sem problemas carregando eletricamente a superfície

Redução de efeitos térmicos – sem danos

Não desidrata a amostras

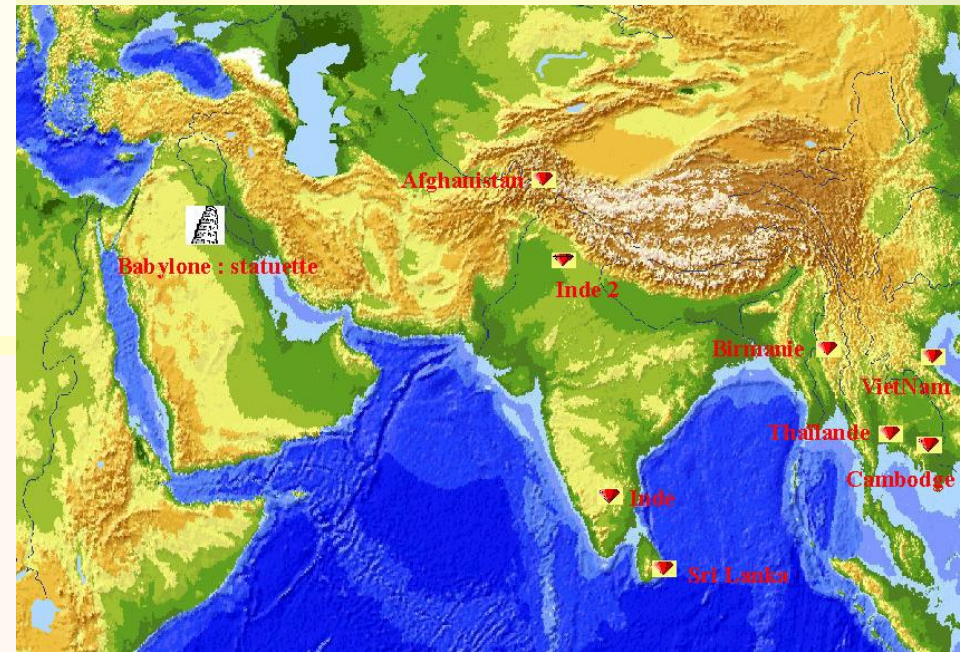
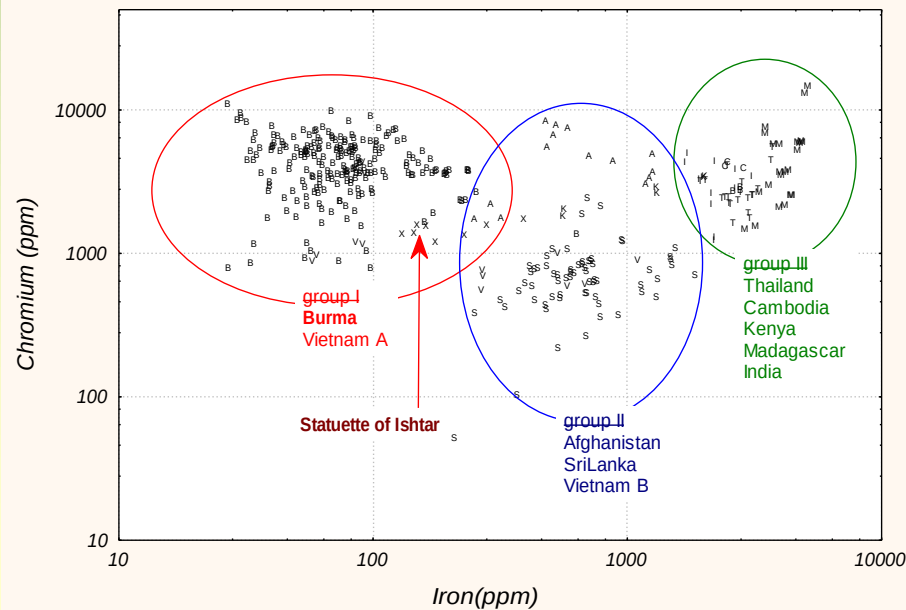
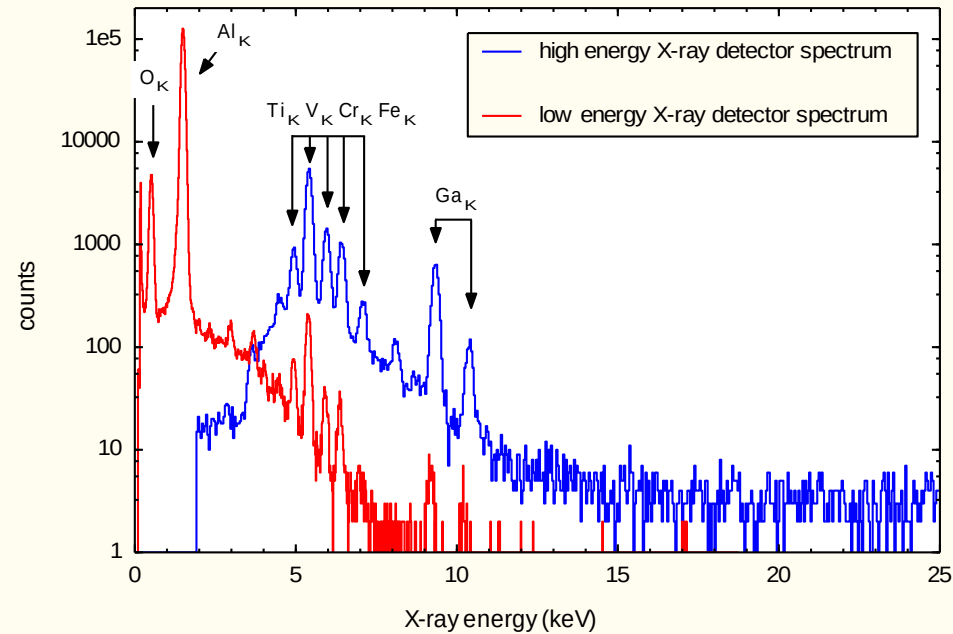
Possibilidade de um feixe de pequenas dimensões <0.1 mm



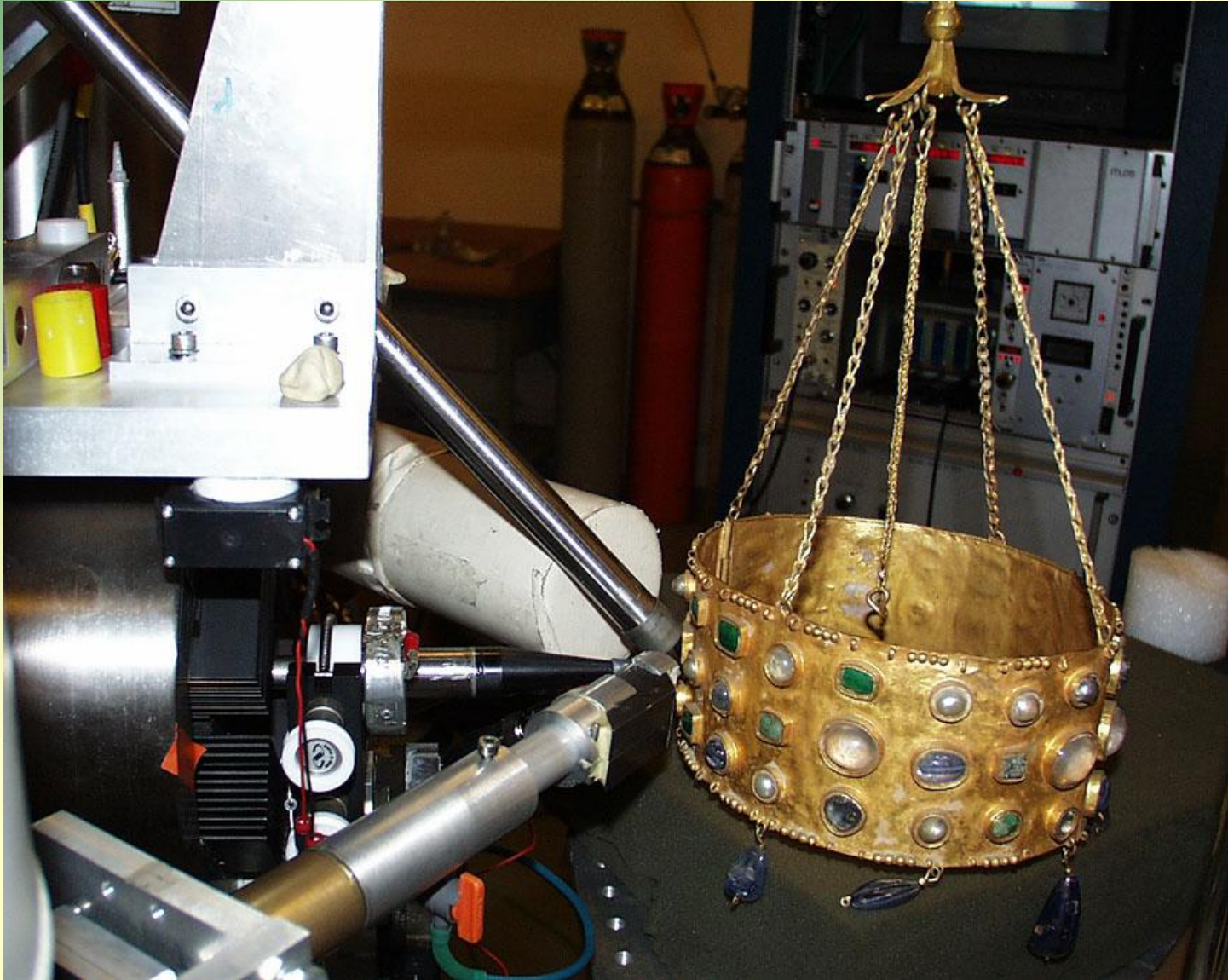
Estátua de Ishtar e colar



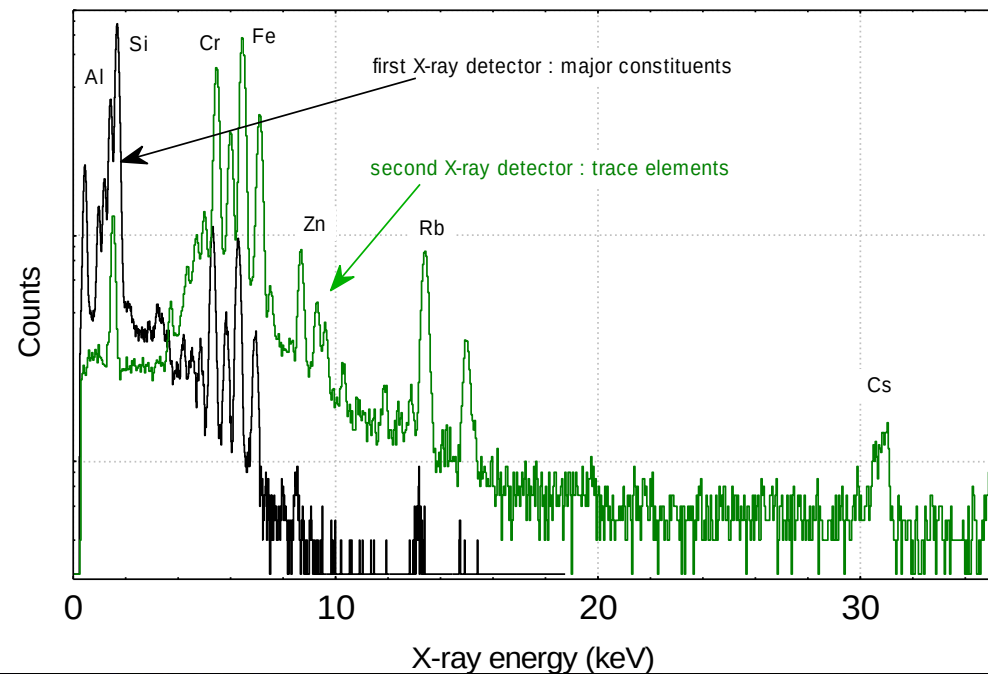
Procedência dos rubis da estátua



Coroa de Guarrazar



Esmeralda Merovingiana



Statistical processing : Sunray plot of trace elements

