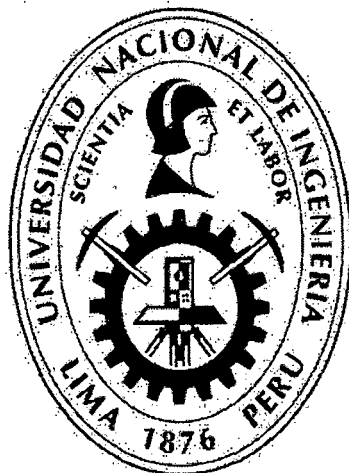


UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

Facultad de Ciencias

Escuela Profesional de Física



Tesis para optar el Título Profesional de:

Licenciado en Física

Titulada:

**REVISIÓN DE ALGUNOS PROCEDIMIENTOS
PARA DATACIÓN POR DOSIMETRÍA OSL**

Presentada por:

MARÍA DEL CARMEN OTERO ROMERO

Asesor:

Dra. SUSANA PETRICK

LIMA- PERU

2012

Digitalizado por:

**Consortio Digital del
Conocimiento MebLatam,
Hemisferio y Dalse**

AGRADECIMIENTO

Son muchas las personas especiales a las que me gustaría agradecer su amistad, apoyo, ánimo y compañía en las diferentes etapas de mi vida. Algunas están aquí conmigo y otras en mis recuerdos y en el corazón.

Primeramente doy infinitamente gracias a Dios, por haberme dado fuerza y valor, por ser fuente de inspiración en mis momentos de angustias, esmero, dedicación, aciertos y reveses, alegrías y tristezas que caracterizaron el transitar por este camino que hoy veo realizado.

Agradezco también la confianza y el apoyo de mis padres y amigos, porque han contribuido positivamente para llevar a cabo esta difícil jornada.

A mi asesor de tesis, profesora Susana Petrick, a quien le debo el hecho de que esta tesis tenga los menos errores posibles. Gracias por ser tan estricta.

ÍNDICE

	Páginas
Lista de Figuras	v
Lista de Tablas	xi
Resumen	xiv
Introducción	1
CAPITULO 1 LUMINISCENCIA OPTICA Y TERMICAMENTE ESTIMULADA	
1.1. Concepto de Luminiscencia	3
1.2. Luminiscencia Ópticamente Estimulada	5
1.3. Fenómeno de Termoluminiscencia	7
1.3.1 Generación de Portadores, Ionización	9
1.3.2 Centros Luminiscentes	10
1.3.3 Trampas	10
1.4 Comparación entre luminiscencia ópticamente estimulada y térmicamente estimulada	11
1.4.1 Sensibilidad y estabilidad de la OSL	14
1.5 Tipos de estimulación óptica	15
1.5.1 Estimulación de onda continua	15
1.5.2 Estimulación por pulsos	16
1.6 Proceso de blanqueamiento: puesta a cero del dosímetro	17
1.7 El modelo más simple: una trampa / un centro de Recombinación	17
1.8 Características de la OSL de cuarzo	18
1.9 Forma del decaimiento de la curva de OSL obtenido bajo Estimulación continua CW-OSL	19
1.9.1 Efecto de la trampa a 110°C	19
1.10 Protocolos de preparación de muestra	23
1.10.1 Método de inclusiones	24
1.10.2 Grano fino	25

1.11	Protocolos de medida	26
1.11.1	Protocolo SAR	26
1.11.2	Protocolo SARA	29
1.11.3	Alícuotas múltiples	31
1.12	Lectora TL-DA-15	32
1.12.1	Sistema de detección de la luz	33
1.12.2	Sistema de estimulación térmica	35
1.12.3	Sistema de estimulación óptica	35
CAPITULO 2: DESARROLLO EXPERIMENTAL		36
2.1.	Preparación de las muestras para los procedimientos de ataque químico, exposición a la luz y registro OSL a temperaturas distintas	36
2.1.1	Annealing de los granos de cuarzo	37
2.2.	Determinación de la velocidad de ataque químico	37
2.3.	Dependencia de la velocidad de grabado ,o desbastado, con la concentración del acido	45
2.4.	Efecto del grabado químico sobre las medidas dosimétricas – irradiación beta	47
2.5.	Efecto del grabado químico sobre las medidas dosimétricas – irradiación alfa	50
2.6.	Efecto blanqueador de la luz incandescente – bleaching	55
2.7.	Efecto blanqueador de la luz solar	56
2.8.	Efecto de la luz ultravioleta	57
2.9.	Efecto de la temperatura de registro OSL sobre la intensidad de la señal	59
CAPITULO 3 APLICACIÓN: DATACION DE ARENAS EÓLICAS		61
3.1.	Método de dosis regenerativa en una sola alícuota – SAR	63
3.1.1	Secuencia de medida	63
3.2.	Método aditivo regenerativo en una sola alícuota- SARA	67

3.2.1	Secuencia de medida	67
3.3.	Medidas de dosis anual y calculo de la edad de las muestras de arena eólica	71
3.4.	Datación del fogón	72
3.4.1	Dosimetría sobre granos gruesos	73
3.4.2	Dosimetría sobre granos finos	
CAPITULO 4 RECOMENDACIONES Y/O OBSERVACIONES		82
CAPITULO 5 DISCUSIONES Y CONCLUSIONES		83
BIBLIOGRAFIA		88

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Etapas del proceso de luminiscencia: (i) ionización debida a la exposición del cristal a la radiación ionizante; (ii) almacenamiento de energía en la red y (iii) estimulación seguida de recombinación radiativa 4
- Figura 2 (a) Diagrama simple de un sistema de OSL, con fuente de estimulación de luz, tubo fotomultiplicador y lector electrónico. (b) Típica curva de decaimiento de OSL obtenida mediante estimulación de luz verde en una muestra de cuarzo de sedimento 6
- Figura 3. Esquema del fenómeno físico en el proceso de TL 9
- Figura 4. Curva de brillo característica para un material termoluminiscente (LiF) 11
- Figura 5 Diagramas fenomenológico de energía que describen los procesos de TL y OSL. (1) Trampa de poca profundidad, (2) trampa TL/OSL, (3) trampa profunda y (4) centro de recombinación radiativa. 14
- Figura 6 Diagramas esquemáticos de energía para (a) TL, (b) luminiscencia estimulada con luz verde y (c) luminiscencia estimulada con infrarrojo 16
- Figura 7 Curvas de decaimiento de la señal OSL de sedimentos de cuarzo, obtenidas a altas temperaturas para la estimulación con una lámpara halógena filtrada. 21
- Figura 8 Curvas de decaimiento de OSL de alícuotas de cuarzo de sedimentos que fueron sometidas a un proceso de annealing.

Las alícuotas fueron estimuladas por 20 s, con luz verde de una lámpara halógena filtrada, mientras que se mantuvieron a temperaturas diferentes de temperatura ambiente, hasta 250° C. 21

- Figura 9 Decaimiento isotérmico de las curvas obtenidas usando una fuente de estimulación de 514,5 nm., sobre la muestra calentada a las temperaturas mostradas (° C). 22
- Figura 10 Grafica de la intensidad lumínica en función de la dosis de laboratorio, utilizada por el método SAR para el cálculo de la dosis equivalente a través de la interpolación. 28
- Figura 11 Dosis determinadas por SAR (D_i) graficadas en función de las dosis añadidas (B_i), para el cálculo de la dosis equivalente por el método SARA, que no es otro que el intercepto de la línea de ajuste con el eje x. 30
- Figura 12 Diagrama esquemático del lector Risø TL /OSL 33
- Figura 13: Efecto de los filtros sobre la señal luminiscente obtenidas de las muestras analizadas. 34
- Figura 14: Efecto de la combinación de los filtros sobre la señal luminiscente obtenidas de las muestras analizadas. 34
- Figura 15 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 12 minutos y la escala utilizada para su medida 38
- Figura 16 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 24 minutos y la escala utilizada para su medida 38

- Figura 17 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 36 minutos y la escala utilizada para su medida 38
- Figura 18 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 48 minutos y la escala utilizada para su medida 38
- Figura 19 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 60 minutos y la escala utilizada para su medida 39
- Figura 20. Gráfica de diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían inicialmente entre 150 y 250 micrones (cuarzo lechoso) 40
- Figura 21. Grafica de Diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían inicialmente entre 100 y 150 micrones. (cuarzo lechoso) 41
- Figura 22. Grafica de Diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían entre 100 y 150 micrones (cuarzo ahumado) 42
- Figura 23 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 60 minutos y la escala utilizada para su medida 43
- Figura 24 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 90 minutos y la escala utilizada para su medida 43

- Figura 25 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 120 minutos y la escala utilizada para su medida 43
- Figura 26 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 150 minutos y la escala utilizada para su medida 43
- Figura 27 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 180 minutos y la escala utilizada para su medida 44
- Figura 28. Grafica de Diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían entre 150 y 250 micrones (cuarzo ahumado) 45
- Figura 29 Esta figura muestra, la relación entre la concentración y el diámetro de la muestra; la cual presenta una dependencia lineal 46
- Figura 30 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 100 y 150 micrones 48
- Figura 31 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones 49
- Figura 32 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo ahumado entre 150 y 250 micrones 50

- Figura 33 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones usando los soportes largos 51
- Figura 34 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones usando los soportes cortos. 52
- Figura 35 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo ahumado entre 150 y 250 micrones usando los soportes cortos 53
- Figura 36 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo entre 150 y 250 micrones usando los soportes largos 54
- Figura 37 Grafica del porcentaje de intensidad en función del tiempo de exposición a luz incandescente 56
- Figura 38 La grafica muestra la relación entre el porcentaje de intensidad remanente y el tiempo de exposición a la luz solar; curva de decaimiento exponencial 57
- Figura 39 La grafica muestra la relación entre el porcentaje de intensidad remanente y el tiempo de exposición a la luz ultravioleta; curva de decaimiento exponencial 58
- Figura 40 Grafica del porcentaje de Intensidad de la OSL versus la temperatura de lectura en ° C 60
- Figura 41 Las curvas mostradas se obtuvieron por la estimulación de las muestras de cuarzo lechoso a temperaturas mayores que la temperatura ambiente. Antes de la estimulación la muestra se mantuvo por 100 s a la temperatura indicada. 60

- Figura 42 a) Perfil de la calicata para exploración geológica. b) y c) imágenes de la calicata y de la exploración. 62
- Figura 43: Esquema del display que es usado en el protocolo SAR, el cual muestra la curva de decaimiento, el histograma , radial plot y el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso de la muestra 3 65
- Figura 44: Esquema del display que es usado en el protocolo SAR, el cual muestra la curva de decaimiento, el radial plot y el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso de la muestra 5 67
- Figura 45 Grafico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 3 irradiadas en el laboratorio con 0, 120, 180 y 240 s. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas. 68
- Figura 46 Grafico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 4 irradiadas en el laboratorio con 0, 120, 180 y 240 s. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas. 69
- Figura 47 Gráfico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 5. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas. 70
- Figura 48 Fragmento de la pared del fogón, antes de trabajarla en el cuarto oscuro. Se observa que la muestra está cocida formando

una cáscara gruesa de arcilla cocida, similar a la cerámica, en la que se ve la impronta de la mano de quien aplicó el enlucido . 73

- Figura 49 Figura que muestra la curva de decaimiento y el ajuste lineal realizado sobre la alícuota 12 empleada para el cálculo de la dosis 76
- Figura 50 Esquema del display que es usado en el protocolo de alícuotas múltiples en el caso de dosis aditiva el cual muestra la curva de decaimiento, el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso del fogón y la grafica del Plateau 79
- Figura 51 Gráfico de la Intensidad TL en función de la Dosis añadida 81

LISTA DE TABLAS

- Tabla 1: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para la determinación de la velocidad de ataque químico para granos entre 150 y 250 micrones. 39
- Tabla 2: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para la determinación de la velocidad de ataque químico para granos entre 100-150 micrones. 40
- Tabla 3: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado para la determinación de la velocidad de ataque químico para granos entre 100 y 150 micrones. 42
- Tabla 4: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado para la determinación de la velocidad de ataque químico para granos entre 150-250 micrones. 44
- Tabla 5: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar el efecto de la concentración del ácido para granos entre 150-250 micrones 46
- Tabla 6: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar como es afectada la dosis con el tratamiento químico para granos entre 100-150 micrones 47
- Tabla 7: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar como es afectada la dosis con el tratamiento químico para granos entre 150-250 micrones 49
- Tabla 8: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado para determinar como es afectada la dosis con el tratamiento químico para granos entre 150-250 micrones 50

- Tabla 9: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar la afectación de la dosis según el medio de irradiación con una fuente alfa lejana para granos entre 150-250 micrones 51
- Tabla 10: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar la afectación de la dosis según el medio de irradiación con una fuente alfa cercana para granos entre 150-250 micrones 52
- Tabla 11: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado para determinar la afectación de la dosis según el medio de irradiación con una fuente alfa cercana para granos entre 150-250 micrones 53
- Tabla 12: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado para determinar la afectación de la dosis según el medio de irradiación con una fuente alfa lejana para granos entre 150-250 micrones. 54
- Tabla 13: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar el efecto de la luz incandescente sobre la señal luminiscente para granos entre 150-250 micrones 56
- Tabla 14: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar el efecto de la luz solar sobre los granos de cuarzo 57
- Tabla 15: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso para determinar el efecto de la luz ultra violeta sobre la señal Luminiscente de los granos entre 150-250 micrones 58
- Tabla 16: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso, cuando la estimulación OSL se realiza a temperaturas por encima de la TA. 59

- Tabla 17: Datos obtenidos en la muestra 3 usando el protocolo SAR 64
- Tabla 18: Datos obtenidos en la muestra 5 usando el protocolo SAR 66
- Tabla 19: Datos obtenidos en la muestra 3 usando el protocolo SARA 68
- Tabla 20: Datos obtenidos en la muestra 4 usando el protocolo SARA 69
- Tabla 21: Datos obtenidos en la muestra 5 usando el protocolo SARA 70
- Tabla 22: Resumen de los tiempos de irradiación para las muestras 3, 4 y 5 71
- Tabla 23: valores de conteo alfa, contenido de potasio y sus equivalencias en dosis anual, medidas para las muestras 3, 4 y 5. 72
- Tabla 24: Datos obtenidos de la muestra extraída del fogón en dosimetría sobre granos gruesos 74
- Tabla 25: Datos obtenidos de la muestra extraída del fogón en dosimetría sobre granos finos. 78
- Tabla 26: Datos usados para el cálculo de la corrección 80

RESUMEN

En los protocolos de tratamiento de muestra para fines de datación aplicando dosimetría retrospectiva, suele tratarse las muestras de manera estándar, es decir aplicando tiempos de ataque establecidos bajo la hipótesis de que en todas las muestras el resultado será el mismo. Similarmente para el cálculo de la edad aplicamos expresiones que varían solamente si la dosimetría se realiza sobre granos de cuarzo con diámetros en el rango de 100 a 150 micrones, en la técnica de *inclusiones*, o si se utilizan muestras poliminerales con granos de diámetros en el rango de 3 a 8 micrones, en la técnica de *granos finos*.

En este trabajo hemos usado muestras de cuarzo lechoso y ahumado para verificar la velocidad con la que la superficie de la muestra es atacada con HF y comprobar si esta velocidad es la misma en los dos tipos de cuarzo.

Con el fin de verificar los porcentajes de dosis remanente en la muestra luego de ser atacadas químicamente por 60 minutos con HF al 40%, hemos realizado mediciones sobre muestras irradiadas con partículas alfa, y hemos encontrado que el porcentaje de la dosis remanente varía entre 4 y 40 %; contrariamente con lo supuesto en la fórmula de cálculo de la edad. En el caso de la irradiación beta el porcentaje de la dosis remanente que hemos medido está alrededor del 80%, y no del 90 % que considera la ecuación de la edad.

Hemos verificado el efecto que tiene la exposición a la luz, de la muestra, sobre la señal luminiscente utilizando luz de lámparas incandescentes, la luz solar y la luz UV de una lámpara de laboratorio.

En una etapa posterior se analizó la temperatura óptima de lectura de la señal luminiscente verificándose que no se debe medir a temperaturas menores que 125°C, si se requiere evitar que los electrones de las trampas inestables interfieran en la producción de la señal luminiscente.

Finalmente realizamos la aplicación en datación de arenas eólicas, utilizando para ello 3 muestras obtenidas de estratos geológicos diferentes y comparamos las edades obtenidas a través de los protocolos SAR y SARA; así como la datación de un fogón la cual se realizó utilizando las técnicas de inclusiones y granos finos

1 Introducción

Este trabajo tiene por finalidad verificar los protocolos de preparación de muestra, cálculo de dosis equivalentes y otros procedimientos que, habiendo sido establecidos por otros grupos y laboratorios de datación del mundo ¹, son utilizados en el Laboratorio de Datación de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

Muchos, si no la totalidad, de estos procedimientos y protocolos, fueron establecidos en base al trabajo con muestras minerales de otras regiones del mundo y cerámicas arqueológicas de culturas europeas, los que en algunos casos presentan diferencias con las cerámicas producidas en esta parte de América del Sur; así por ejemplo las cerámicas producidas en Europa suelen tener alto contenido de cuarzo, mientras que las de ciertas regiones de Perú son ricas en feldespato y con muy poco cuarzo.

Entre los procedimientos revisados durante la realización de este trabajo incluimos los tratamientos químicos para la purificación de cuarzo, la influencia que tiene la concentración del ácido empleado en el tiempo de grabado, la observación de cómo y cuánto afecta la exposición de la muestra a la luz natural o artificial y la determinación de las temperaturas adecuadas para realizar la lectura de la señal de OSL.

Esta tesis es la primera que se realiza, en el Laboratorio de Datación de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería, con la aplicación de Luminiscencia Ópticamente Estimulada (OSL). Esperamos que las conclusiones de este trabajo contribuyan en la optimización de los protocolos actualmente usados en el laboratorio.

Esta tesis está dividida en cinco Capítulos, en el Capítulo I damos una breve introducción a los fenómenos físicos de Luminiscencia Ópticamente y

¹Oxford Luminescence Dating Laboratory, School of Geography and the Environment, University of Oxford, UK.

Risø DTU National Laboratory, Technical University of Denmark.

Térmicamente estimulada, con la finalidad de establecer algunos conceptos básicos necesarios para entender el proceso físico que ocurre desde la irradiación de la muestra hasta la obtención de la señal luminiscente.

En el Capítulo II se explican brevemente los procedimientos que se han llevado a cabo en la realización de este trabajo, con la finalidad de determinar: la velocidad de grabado químico para diferentes concentraciones del ácido y su efecto en la dosis equivalente calculada, la afectación de la señal dosimétrica por la luz artificial y natural, el efecto sobre la intensidad de la señal OSL cuando se varía la temperatura de registro.

En el Capítulo III se describen los procedimientos y métodos empleados para datación de arenas eólicas y de material obtenido de la superficie quemada de un fogón, usando los métodos regenerativo en alícuota simple o SAR (Single Aliquot Regeneration) y aditivo-regenerativo en alícuota simple o SARA (Single Aliquot Regeneration and Added Dose).

En el Capítulo IV se detallan las recomendaciones y observaciones que sugerimos se tengan en cuenta para trabajos futuros; en el Capítulo V se muestran las conclusiones a las que se ha llegado luego de analizar los datos mostrados en los Capítulos II y III.

Capítulo I: Luminiscencia Ópticamente y Térmicamente Estimulada

1.1 *Concepto de Luminiscencia*

Luminiscencia es el fenómeno físico que se da en algunos materiales, en los que bajo ciertas circunstancias, estos son capaces de absorber energía y emitirla en forma de luz visible.

La luminiscencia ocurre en un material aislante o semiconductor debido a la presencia simultánea de trampas, centros luminiscentes o estados metaestables en la banda prohibida, adicionalmente a algún proceso que implique absorción de energía de una fuente de radiación ionizante.

La exposición del material a radiaciones ionizantes produce electrones libres que migran hacia defectos e impurezas en la red cristalina (*trampas*), donde quedan atrapados. La absorción de energía suministrada por otra fuente, ya sea luz o calor, permite la liberación de los electrones atrapados y su recombinación con los huecos en defectos lechosos, conocidos como centros luminiscentes, produce una descarga de luz (Figura 1).

Si la recombinación o intercambio de energía se lleva a cabo en el mismo centro (absorción y emisión); el fenómeno se denomina *fluorescencia*. Si la absorción de energía la realiza en un centro y la emisión en otro y en un tiempo posterior, el fenómeno se conoce como *fosforescencia*.

La luminiscencia se presenta en una gran variedad de materiales tales como: cristales inorgánicos, vidrios, cerámicas, compuestos orgánicos (polietileno y teflón), así como en ciertos materiales bioquímicos y biológicos. Los materiales que presentan este fenómeno pueden dividirse en dos grandes grupos: materiales inorgánicos y materiales orgánicos. En los primeros, la luminiscencia se debe principalmente a la producción de electrones libres y huecos, mientras que en los orgánicos el mecanismo que produce la luminiscencia es la formación de radicales libres.

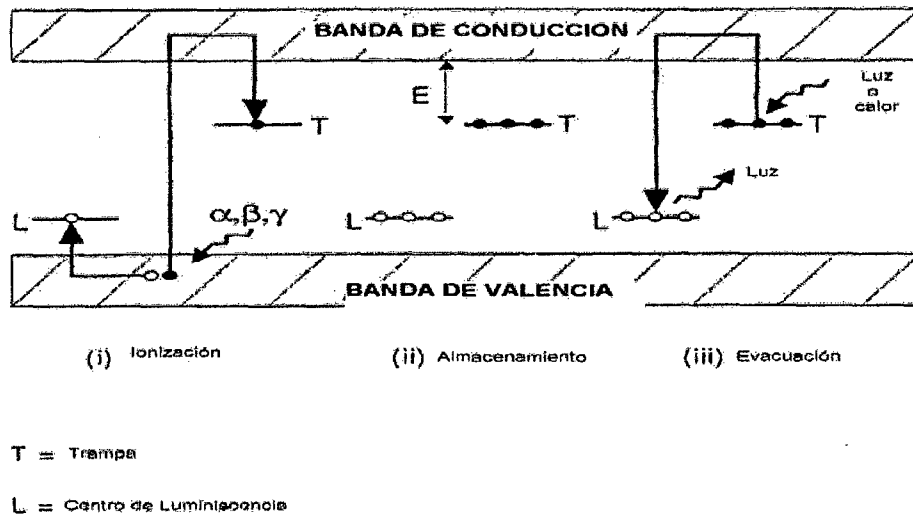


Figura 1. Etapas del proceso de luminiscencia: (i) ionización debida a la exposición del cristal a la radiación ionizante; (ii) almacenamiento de energía en la red y (iii) estimulación seguida de recombinación radiativa.

Desde mediados de este siglo, la luminiscencia ha sido usada para dosimetría de radiaciones ionizantes, por ejemplo, en la determinación de la dosis de radiación a la que han sido expuestos los seres humanos o, como en el caso de muestras minerales, para la datación de su formación o estadía en depósitos de sedimentos geológicos. Si consideramos que el material absorbe energía del campo de radiaciones ionizantes que lo envuelve y que la intensidad de la luminiscencia que emite cuando se le excita depende de la energía total absorbida, entonces el cálculo de la dosis de radiación total y el evento que se data son dependientes de la puesta a cero de la luminiscencia latente. En algunos materiales esta reducción a cero se produce por calentamiento, tal es el caso de los dosímetros de radiación, la cerámica arqueológica cocida, los ladrillos y la porcelana; o como en el caso de sedimentos geológicos, por la exposición a la luz. Una vez que la muestra se ha "limpiado", la señal de luminiscencia latente dependerá de la exposición a fuentes de radiación, de origen artificial o natural, y de la radiación de fondo del medio ambiente.

A continuación explicaremos con mayor detalle los fenómenos de Luminiscencia Ópticamente Estimulada (OSL) y Termolumiscencia (TL).

1.2 ***Luminiscencia ópticamente estimulada***

La luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) surge de la recombinación de los electrones, que han sido liberados de las trampas dentro del cristal, cuando la estimulación se debe a la interacción del material con la luz. Las trampas que intervienen en el proceso pueden ser o no, las mismas que están asociadas a los picos de TL. La población de electrones en las trampas es el resultado de la absorción de energía, que ha sido previamente suministrada al material por irradiación, y por lo tanto la intensidad de la señal OSL está relacionada con la dosis de radiación absorbida.

Durante la recombinación de los electrones liberados gracias a la energía proporcionada por los fotones de luz incidente, el material emitirá luz y por esta razón, la señal OSL se mide en una región espectral distinta de la que se utiliza para la estimulación del material. La emisión de la señal OSL ocurre solamente durante la exposición del material a la luz de estimulación y disminuye poco a poco, hasta un nivel bajo, según como se libera la carga atrapada (curva de caída).

La Luminiscencia Ópticamente Estimada se utiliza especialmente para la datación de muestras geológicas, tales como: sedimentos marinos, terrazas de río, dunas (Calderón y col. 1992; Rendel y col. 1994, Aitken 1998).

En la Figura 2a se muestra el diagrama simplificado de un sistema para medir la OSL y en la Figura 2b se muestra una curva de OSL típica, obtenida de sedimentos naturales, cuando el material se estimuló con banda ancha (420-550 nm) de color azul-verde.

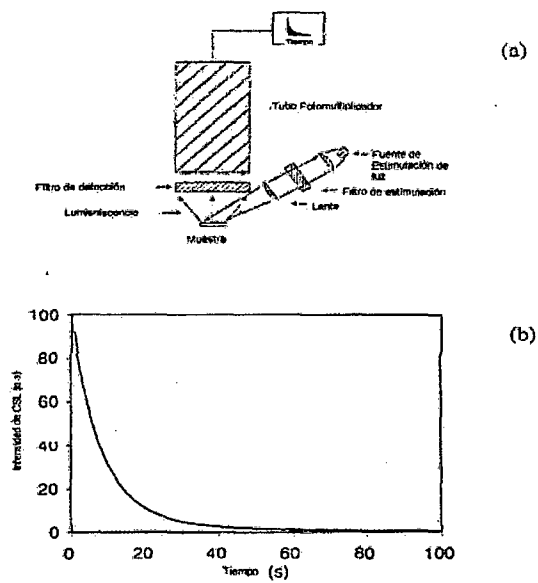


Figura 2 (a) Diagrama simple de un sistema de OSL, con fuente de estimulación de luz, tubo fotomultiplicador y lector electrónico. (b) Típica curva de decaimiento de OSL obtenida mediante estimulación de luz verde en una muestra de cuarzo de sedimento.

El potencial de la OSL en aplicaciones de datación lo identificó por primera vez Huntley (1985), utilizando la luz verde de un láser de argón (514 nm) para estimular la luminiscencia del cuarzo en datación de sedimentos. Estudios posteriores caracterizaron con más detalle las propiedades de la emisión OSL del cuarzo con el fin de establecer la técnica como una herramienta para datación y dosimetría (por ejemplo, Aitken y Smith, 1988; Rodas, 1988). Hütt y col. (1988) descubrieron que la luz infrarroja (IR) también podría ser utilizada para estimular la luminiscencia en feldespatos y posteriormente Poolton y Bailiff (1989), Spooner y col. (1990) y Botter-Jensen y col. (1991) construyeron unidades de estimulación con fuentes de luz IR.

Los minerales más utilizados para datación por OSL son: el cuarzo y algunos feldespatos a los que previamente hay que estudiar para probar sus cualidades como materiales dosimétricos. La datación de materiales arqueológicos y geológicos depende de las condiciones de enterramiento del material, pues es allí cuando comienza la acumulación de electrones en las trampas, debido a la exposición del material a las radiaciones ionizantes emitidas por el decaimiento

de los radionúclidos naturales presentes en el depósito. La dosis de radiación en los granos minerales, especialmente los de cuarzo, se deriva casi enteramente de los alrededores. Si el flujo de la radiación ionizante es constante, entonces el tiempo de enterramiento de los granos se puede determinar dividiendo la dosis total absorbida por los granos, durante el entierro, entre la tasa de dosis. Es decir,

$$\text{Edad} = \frac{\text{Dosis Total}}{\text{Tasa de Dosis}}$$

Las técnicas de luminiscencia utilizadas en datación pueden aplicarse para la evaluación de las dosis de radiación recibidas por la población después de los accidentes nucleares. Normalmente, las dosis de radiación se determinan mediante las mediciones de luminiscencia realizadas en muestras de cuarzo y feldespato extraídas de ladrillos, tejas, cerámica, porcelana o artículos recogidos en las zonas contaminadas por la radiación, como en el caso de Hiroshima y Chernóbil.

1.3 ***Fenómeno de Termoluminiscencia***

El fenómeno de termoluminiscencia ocurre por la recombinación de los electrones, que son liberados de las trampas dentro del cristal cuando para la estimulación se calienta el material, que previamente fue expuesto a radiación ionizante. Es decir, la emisión de fotones si se eleva la temperatura del material por debajo de su temperatura de incandescencia. El nombre correcto de este fenómeno es el de radioluminiscencia térmicamente estimulada, pero por razones históricas se le llama radiotermoluminiscencia o simplemente termoluminiscencia (TL).

Cuando la radiación incidente tiene la energía necesaria para excitar a los electrones, de manera que estos puedan ser transferidos de un estado fundamental a otro de mayor energía; puede suceder que los electrones regresen inmediatamente a su estado fundamental o permanezcan en las

trampas del cristal hasta que térmicamente se les proporcione la energía necesaria para ser liberados, con la consiguiente emisión de luz.

Aunque el fenómeno TL aún no ha sido explicado en profundidad, pese a que se le conoce desde 1663, el fundamento básico es cualitativamente bien entendido debido a la gran cantidad de modelos y estudios experimentales desarrollados. Por medio de esos modelos se ha comprobado que en algunos materiales existe una gran variedad de defectos estructurales, los cuales influyen de manera notoria en sus propiedades TL.

Si después de la irradiación, y cuando cualquier emisión de luz ha cesado, se eleva la temperatura del cristal, la probabilidad de que un electrón abandone el estado metaestable aumenta considerablemente.

Un gran número de los electrones liberados pueden regresar al estado fundamental, con la emisión o no de luz; así como otro tanto puede ser recapturado. El portador de carga liberado puede recombinarse emitiendo TL; puede suceder también que los electrones y los huecos sean liberados más o menos simultáneamente y se recombinen en un sitio completamente nuevo, llamado centro de luminiscencia o de recombinación.

Los problemas más usuales que se pueden presentar en la aplicación de Termoluminiscencia para dosimetría son: el decaimiento anómalo o "fading anómalo" (Wintle, 1977, 1978; Templer 1985, 1988) y la TL espúrea (Cuomo y col., 1998). El primero consiste en una importante reducción en el tiempo de la intensidad inducida por irradiación. Este problema puede conducir a observar una menor señal de TL que aquella debida a la dosis absorbida.

La TL espúrea se define como aquella luminiscencia cuyo origen no está directamente relacionado con la irradiación; su presencia ha sido atribuida a reacciones químicas, a la presencia de materia orgánica, o a fenómenos de adherencia superficial de partículas en la muestra (Aitken, 1974). No obstante, hemos de admitir que este problema ha sido prácticamente erradicado en la actualidad, con el uso de la atmosfera inerte de nitrógeno o argón.

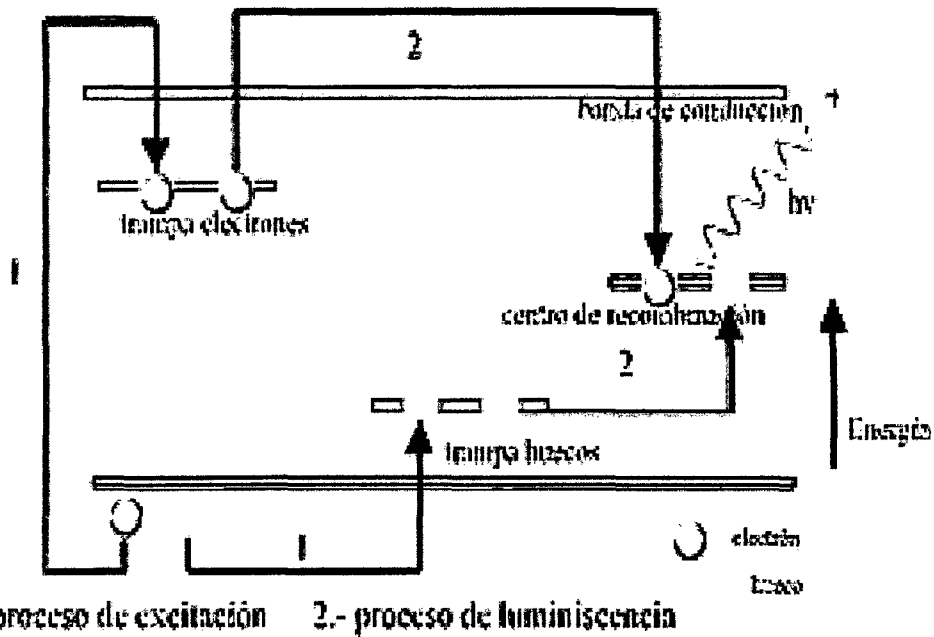


Figura 3. Esquema del fenómeno físico en el proceso de TL

En la Figura 3 se muestra el esquema del fenómeno físico que se desarrolla durante el proceso por el cual se genera la señal de Termoluminiscencia. (1) el proceso de excitación, mediante el cual se genera el par electrón hueco, que viajan a través de las bandas hasta quedar atrapados en sus respectivas trampas localizadas en la banda prohibida. Al ser calentado el material el proceso de luminiscencia (2) ocurre por la recombinación del par en los llamados centros de recombinación, con la consiguiente emisión de luz.

En todos los modelos que tratan de explicar el fenómeno de TL se acepta la existencia de tres entes operativos para describirlos, estos son:

- Portador de carga, hueco o electrón.
- Centro luminiscente o centro de recombinación.
- Trampas.

1.3.1.1 Generación de portadores, ionización

El proceso de formación del portador de carga, electrón o hueco, se puede describir de la siguiente forma:

La interacción de la radiación ionizante con el sólido, proporciona la energía suficiente a los electrones para elevarlos de la banda de valencia a la banda de conducción, dejando huecos en la banda de valencia.

Los portadores de carga así producidos viajan por el cristal hasta que son atrapados en niveles metaestables, que existen en la banda prohibida, o pierden energía y se recombinan.

1.3.1.2Centros luminiscentes

Un centro luminiscente constituido por un electrón atrapado en una vacancia de ion negativo se le llama centro F, o centro de color, porque absorbe la luz y hace que el cristal tome una coloración característica. Por analogía con el centro F, se le llama centro VF a aquel centro luminiscente constituido por un hueco situado en lugar de una vacancia de un ion positivo.

El fenómeno de creación de centros de color se puede provocar también induciendo estados metaestables, mediante la incorporación de impurezas a la estructura de la red cristalina. Con lo que se crean estados de energía suplementarios en la banda prohibida, los cuales pueden jugar el papel de trampas.

1.3.1.3Trampas

Son defectos que pueden estar constituidos por la ausencia de iones de uno u otro signo, o por iones intersticiales; es decir iones que por razones diversas han sido desplazados de su posición normal en la red cristalina, dejando la correspondiente vacancia y quedando inmovilizados.

Estas imperfecciones pueden ser creadas durante el crecimiento del cristal o por medio de una irradiación con algún tipo de radiación.

El hecho de que los defectos perturben el diagrama de energía del cristal hace que se creen localmente niveles de energía metaestables, permitidos en la banda prohibida. Si un portador de carga positiva o negativo pasa por la

proximidad de tal centro puede ser capturado por éste y, de acuerdo a la profundidad de la trampa, puede ser retenido dentro de ésta.

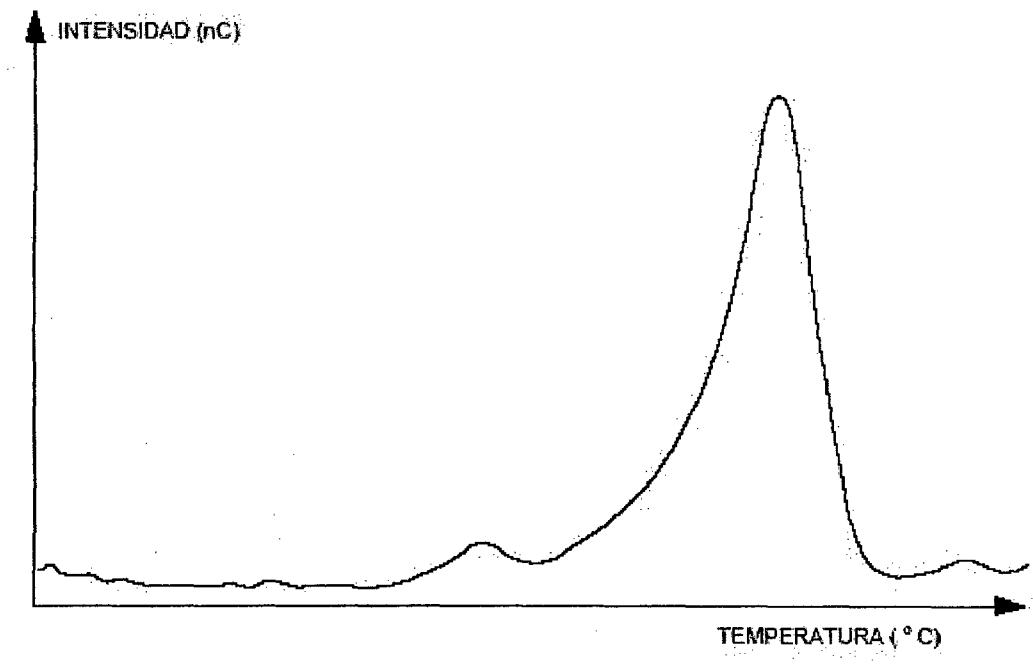


Figura 4 - Curva glow de LiF (TLD-700)

Figura 4. Curva de brillo característica para un material termoluminiscente (LiF).

1.4 **Comparación entre Luminiscencia Ópticamente Estimulada y Térmicamente Estimulada**

Si consideramos que los principios físicos de la luminiscencia ópticamente estimulada –OSL– están estrechamente relacionados con los de la luminiscencia térmicamente estimulada –TL–, la diferencia entre estos dos fenómenos aporta argumentos a favor de una u otra de ellas, dependiendo del caso en estudio. Así, una ventaja de la OSL sobre la TL es que la primera puede hacerse con la muestra a una temperatura baja o a temperatura ambiente, mientras que la TL es obtenida mediante el calentamiento de la muestra. Esta diferencia es crítica, pues la TL libera fotones de trampas sensibles e insensibles al estímulo óptico. Por otro lado en el caso de la TL la dependencia de las emisiones con la temperatura de la muestra permiten identificar y clasificar las trampas, cosa que en el caso de la OSL no es posible. También la OSL mide sólo la fracción de la población de electrones atrapados

que son más sensibles a la luz. En datación geológica, esto es importante, porque esta fracción es la que tiene la mayor probabilidad de escapar al exponerse a la luz durante el transporte, "reset", antes de la deposición y el entierro.

Increíblemente, el decrecimiento de la señal OSL después de un periodo de 20 segundos de exposición a la luz es equivalente al decrecimiento de la señal TL después de 20 horas de exposición a la misma luz. He aquí una ventaja comparativa. Sin embargo, estudios previos de TL revelan que no existe una diferencia clara entre trampas fotosensibles y fotoinsensibles, diferencia que depende de la mineralogía, de la exposición a la luz previa a la deposición, de la intensidad lumínica y de la longitud de onda usada para la medición.

Al exponer una muestra a la luz solar por un tiempo mayor a 8 horas, debería esperarse que la muestra se haya blanqueado totalmente, sin embargo, se obtiene una señal termoluminiscente nada despreciable. Por otro lado, la señal OSL será prácticamente nula. El problema central de la OSL es separar la componente sensible y la no sensible a los cambios de luz. Y una fuerte suposición del método de TL es que el tiempo de exposición de los granos a la luz solar ha sido lo bastante grande como para blanquear totalmente su reloj geocronológico.

A diferencia de la TL, el análisis de la caída de la curva de la OSL no tiene una forma definida que permita distinguir la luminiscencia producida por trampas inestables y estables. Generalmente se considera necesario emplear previamente, un tratamiento térmico de precalentamiento a baja temperatura para evitar que la OSL se deba a trampas inestables. El debilitamiento de la señal OSL en función del tiempo de estimulación de la iluminación indica que la población de electrones en las trampas OSL se hace cada vez más pequeña.

Ambos procesos TL y OSL se pueden explicar por un modelo fenomenológico "genérico" para un material de luminiscencia dosimétrica, como se ilustra en la Figura 5. El modelo consiste en una trampa dosimétrica principal (nivel 2) desde la cual los electrones se pueden estimular ópticamente (en OSL) o

térmicamente (en TL). La recombinación de los electrones liberados con los huecos en los centros de recombinación (nivel 4) produce la emisión OSL o TL. Además de la trampa (o trampas) dosimétrica principal podría esperarse que casi todos los materiales luminiscentes contengan niveles de captura poco profundos (nivel 1), que no pueden almacenar carga durante largos períodos a temperatura ambiente. Aunque los niveles que se usan directamente en la mayoría de aplicaciones de dosimetría, contribuyen al carácter global del comportamiento de los materiales luminiscentes. Además, uno puede esperar la existencia de trampas profundas, térmicamente desconectadas, es decir, trampas demasiado profundas para ser térmicamente drenadas en las aplicaciones de TL (nivel 3). Estas trampas profundas contribuyen a la sensibilización y al crecimiento no lineal de la señal de TL con la dosis y como las curvas de dosis-respuesta son complejas, son difíciles de modelar e interpretar. Tales trampas profundas pueden ser inaccesibles térmicamente, mientras que la liberación óptica de los electrones de estos estados usando luz de longitud de onda corta y alta energía como fuente de estimulación, es una posibilidad real en muchos materiales. Esto inmediatamente apunta a una ventaja potencial de la OSL sobre la TL, la posibilidad de utilizar las trampas profundas como fuente de información dosimétrica.

En la Figura 5 se muestra de manera esquemática la comparación de los principales tipos de transición que ocurre en TL y OSL. En la Figura 5 (a) representa la transición de una excitación térmica de electrones de la trampa dosimétrica, produciendo TL a través de la recombinación (b). Sin embargo, durante este proceso los electrones también son transferidos a estados profundos (c), y estos se pierden en el proceso de recombinación. La transición (c) también da lugar al crecimiento no lineal de la TL con la dosis. Así, en TL se incluye la pérdida de varios procesos debido a la re-captura o eventos de recombinación. Por el contrario, la OSL tiene potencialmente un número pequeño de los procesos de pérdida. Después de la estimulación óptica (a), ocurre la recombinación (b); para producir la señal OSL. A pesar del reentrapamiento (c), en las trampas más profundas podría ocurrir que teniendo un potencial y, a través de una adecuada elección de longitud de onda, se pueda liberar ópticamente, los electrones de estos estados profundos (d), de

forma simultánea con la transición de uno o posterior a ella. Por lo tanto los procesos de pérdida se pueden reducir de manera significativa.

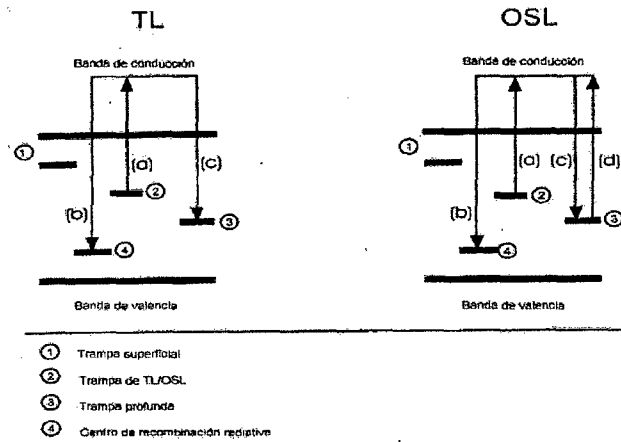


Figura 5 Diagramas fenomenológico de energía que describen los procesos de TL y OSL. (1) Trampa de poca profundidad, (2) trampa TL/OSL, (3) trampa profunda y (4) centro de recombinación radiativa.

1.4.1 Sensibilidad y estabilidad de la OSL

Muchos materiales emisores de TL sufren el problema de *thermal quenching*, en el cual la eficiencia de luminiscencia es decreciente cuando la temperatura se incrementa. La señal OSL se mide alrededor de la temperatura ambiente evitando así el problema de thermal quenching y con frecuencia se puede esperar intrínsecamente que la sensibilidad sea mayor para los procesos de OSL en comparación con los procesos de TL.

La naturaleza óptica de la OSL le da una ventaja potencial sobre la TL, particularmente en datación geológica, en que la OSL se mide alrededor de la temperatura ambiente y sólo es medida la componente de la población atrapada que es sensible a la luz. Sin embargo, la OSL permite medir a altas temperaturas para examinar selectivamente las trampas a diferentes sensibilidades de luz. Para algunos feldespatos, mediante la medición de la OSL a altas temperatura, la asistencia térmica permite a las trampas más profundas (por lo general inaccesible a temperatura ambiente) ser estimuladas. El cuarzo normalmente es considerado insensible a la luz infrarroja, por lo que no debería presentar señal OSL; sin embargo recientes investigaciones

muestran que algunos cuarzos pueden ser estimulados con diodos infrarrojos cuando están a temperaturas mayores que la del ambiente, por ejemplo 200 ° C (Bailey, 1999). Esta observación sugiere que la estimulación óptica puede ser asistida térmicamente de manera que el efecto combinado de temperatura y luz hace que los electrones salgan de las trampas OSL y lleguen a la banda de conducción.

1.5 Tipos de estimulación Óptica

1.5.1 Estimulación de onda continúa

En la OSL de onda continua (CW) la excitación es continua y la luminiscencia emitida se detecta durante la estimulación. Este arreglo requiere el uso de filtros para discriminar en la salida entre la luz de estimulación y la luz emitida.

En los estudios iniciales sobre OSL de cuarzo, usando luz verde (514,5 nm) de un láser de argón en modo CW, se demostró que la energía de la luz visible es suficiente para sacar los electrones de las trampas OSL en el material. En el caso de los feldespatos es posible generar emisiones de OSL utilizando longitudes de onda en el infrarrojo cercano, la misma que se mostró ineficiente sobre cuarzo (Aitken, 1990; Botter-Jensen y otros, 1991, Botter-Jensen et al, 1994b). El fenómeno ha sido explicado en términos de dos pasos en el proceso termo-óptico (Hutt y col., 1988), donde se promueve la carga desde el estado fundamental del defecto a una serie de estados excitados metaestables.

La diferencia entre las características de la estimulación del cuarzo y feldespato pueden ser usadas de varias maneras, por ejemplo, para probar la pureza de las muestras de cuarzo y para las mediciones de las muestras mixtas; por ejemplo, Spooner y Questiaux, 1990, Botter-Jensen y Duller, 1992. La Figura 6 muestra los esquemas de los diagramas de energía para TL, luminiscencia estimulada con luz verde (GLSL) y luminiscencia estimulada en el infrarrojo (IRSL). Este último proceso se basa en el modelo con el supuesto de que los fotones infrarrojos llevan electrones del estado fundamental aun estado excitado intermedio, desde donde se elevan aún más por efecto térmico en la banda de conducción, es decir por las vibraciones de la red (Hutt y col. (1988))

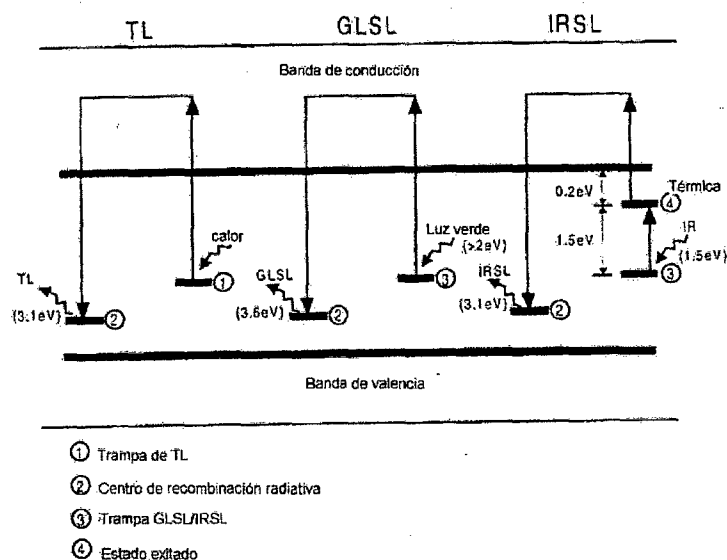


Figura 6 Diagramas esquemáticos de energía para (a) TL, (b) luminiscencia estimulada con luz verde y (c) luminiscencia estimulada con infrarrojo.

En resumen, los dos principales métodos de estimulación CW, actualmente usados en mediciones de rutina OSL son: 1) luminiscencia estimulada por infrarrojo (IRSL) que sólo es útil en feldespatos y 2) la luminiscencia estimulada con luz visible que funciona tanto con feldespato como con cuarzo.

1.5.2 Estimulación por pulsos

En las aplicaciones de la OSL discutidas en el párrafo anterior, la fuente de excitación - ya sea con láser, LED o lámpara de más sistemas de filtración - es continua y la luminiscencia se obtiene sólo durante el tiempo de estimulación. Este arreglo requiere el uso de filtros para discriminar entre la luz de estimulación y la luz emitida, evitando el uso de longitudes de onda de estimulación que sean las mismas, o muy cercanas, a las que se observan en la emisión. Recientemente en la técnica de estimulación por pulso se han reportado casos en los que se pulsa la fuente de estimulación y la OSL se registra sólo después del final del pulso - es decir, sólo se mide el resplandor (McKeever y col., 1996). Este arreglo permite ampliar la gama de longitudes de onda de estimulación que pueden ser utilizadas. Hasta la fecha, el ancho de

pulso es de unos pocos milisegundos, y se han utilizado con éxito potencias que van desde 10 mW a 2 W, para medir la OSL en $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$.

Aunque generalmente la luz emitida durante el pulso no se analiza, recientemente se ha demostrado que cuanto más corto el pulso de excitación, mayor es la cantidad de luz emitida después del pulso en comparación con la emitida durante el pulso (McKeever y col. 1996). El uso de la OSL pulsada presenta nuevas opciones en dosimetría de radiaciones ionizantes, pues mediante esta técnica es posible una lectura rápida de la señal OSL, dado que sólo se necesitan pulsos de milisegundos para realizar la medida (Akselrod y col. 1998). Además es factible la lectura múltiple de una muestra ya que la señal no se extingue en una sola lectura en la misma proporción que en el modo CW.

1.6 Proceso de blanqueamiento: puesta a cero del dosímetro

Para una muestra que se expone a la luz, es muy probable que el electrón pueda ser evacuado de la trampa en la que se encuentra debido a la interacción con los fotones, pudiendo estos electrones reentramparse o recombinarse. El tiempo requerido para remover todo electrón capturado en las trampas dependerá de la intensidad y del espectro de iluminación de blanqueo, así como de la susceptibilidad de blanqueamiento de los minerales presentes en la muestra.

1.7 El Modelo más Simple: Una Trampa / Un Centro de Recombinación

El modelo más simple de OSL supone que la luz estimula n electrones atrapados hacia la banda de conducción (n_c), a una razón f . La estimulación es seguida de una recombinación hacia m huecos atrapados, o centros de recombinación, para generar OSL de intensidad I_{OSL} . La ecuación que describe el flujo de carga es (McKeever y Chen, 1997):

$$\frac{dn_c}{dt} = -\frac{dn}{dt} + \frac{dm}{dt}$$

la cual se deriva de la condición de la neutralidad de carga

$$n_c + n = m$$

Con las suposiciones de cuasiequilibrio ($dn_c/dt \ll dn/dt$, dm/dt y $n_c \ll n, m$) y reentrampamiento despreciable se tiene

$$I_{OSL} = -\frac{dm}{dt} = -\frac{dn}{dt} = nf$$

cuya solución es

$$I_{OSL} = n_0 f \exp \{-tf\} = I_0 \exp \{-t/\tau\}$$

En donde n_0 es la concentración inicial de electrones atrapados, en el tiempo $t = 0$, I_0 es la intensidad de luminiscencia inicial, en $t = 0$, y $\tau = 1/f$ es la constante de decaimiento. La razón de excitación f está dada por el producto de la intensidad de excitación ϕ y la sección eficaz de fotoionización ($f = f \sigma$) (McKeever y Chen, 1997).

Sin embargo, en la práctica la curva de decaimiento para CW-OSL no necesariamente deberá cumplir con el decaimiento exponencial descrito líneas arriba y una de las causas sería la existencia de otras trampas ópticamente activas y a dos o más trampas de electrones que podrían liberar carga al mismo tiempo.

1.8 **Características OSL del cuarzo**

En comparación con el feldespato, el cuarzo es el segundo material más abundante en la corteza terrestre (12,6 % en peso). La composición del cuarzo es normalmente muy cercana al 100% de SiO_2 . El cuarzo es un componente común en muchas rocas ígneas, y también se presenta como material secundario en los sedimentos. Debido a su resistencia química y física, el cuarzo es un mineral abundante y se concentra en procesos sedimentarios que dan lugar a las arenas y areniscas de varios tipos. La forma más común es la

trigonal de baja temperatura, cuarzo alfa, la cual a 575° C bajo presión normal se transforma a la forma hexagonal de alta temperatura o cuarzo beta (ver Deer y col., 1992,).

El cuarzo además de ser uno de los minerales más abundantes, presenta una radioactividad propia prácticamente nula, una respuesta luminiscente muy marcada y estable. Estas características hacen que sea uno de los minerales más utilizados en datación por luminiscencia.

Desde comienzos de la década de los 70 el cuarzo ha sido utilizado intensivamente en la datación por TL (Aitken, 1985). Huntley y col. (1985) demostraron que la señal luminiscente de cuarzo puede ser obtenida por estimulación óptica en lugar de la estimulación térmica. Ellos usaron luz verde de 514,5 nm de longitud de onda de un láser de argón, para estimular el cuarzo con el objetivo de utilizarlo en la datación de sedimentos. Desde entonces, debido a la relativa facilidad de medición, la luminiscencia OSL del cuarzo ha sido utilizada en numerosas aplicaciones donde previamente se aplicaba TL.

Investigaciones posteriores han intentado establecer un modelo para explicar la naturaleza de la señal OSL de cuarzo, tanto empírica (Spooner, 1994) como teóricamente, (McKeever y Morris, 1994; Jensen Botter y McKeever, 1996).

En el cuarzo la señal OSL está relacionada con el pico de TL a 325° C (Smith y col., 1986). Los espectros luminiscentes OSL del cuarzo fueron obtenidos por Huntley y col. (1991) en torno a una longitud de onda de 365 nm y por lo tanto la detección de luminiscencia más eficiente se realiza usando filtros estrechos de transmisión de luz UV.

1.9 *Forma del decaimiento de la curva obtenido bajo estimulación continua CW-OSL*

1.9.1 Efecto de la trampa de TL a 110°C

El análisis del decaimiento de la curva de OSL de cuarzo proporciona información sobre la estabilidad óptica de los distintos componentes de la señal, esta información es fundamental para su uso en datación. Poco después de los primeros estudios sobre la emisión OSL de cuarzo se determinó que las señales medidas a temperaturas por debajo de 100° C se ven afectadas por la presencia de las trampas TL correspondientes a 110° C. La Figura 7 muestra el decaimiento de la curva OSL obtenida de una muestra de cuarzo irradiado con 58 Gy, estimulado a temperaturas de entre 25° C y 175° C. Las curvas se han normalizado usando 0,1 s de la OSL medida a 25° C antes de realizar las medidas a las temperaturas indicadas. El comportamiento no exponencial se ve claramente en el gráfico de escala logarítmica. McKeever y col. (1977a) obtuvieron una serie de curvas de decaimiento para alícuotas de cuarzo que fueron sometidas a limpieza térmica, a 600° C durante 20 s y posteriormente irradiadas en el laboratorio a 31 Gy. Las muestras fueron previamente calentadas a 125° C durante 20 s antes de ser medidas a las temperaturas de estimulación indicadas. Estos datos están normalizados con la señal inicial y se representan en una escala lineal. Spooner (1994 a) presenta sus curvas de decaimiento de OSL medidas a diferentes temperaturas, desde 20° C hasta 253° C, en una gráfica de escala lineal (Figura 8). Para los tres conjuntos de datos, Figuras 7, 8 y 9 se puede observar un cambio evidente en la tasa de decaimiento, entre las estimulaciones realizadas a temperaturas de 75° C y 100° C, como se esperaría si la carga estuviese entrando en la trampa de 110° C de donde sería ópticamente estimulada a una tasa menor.

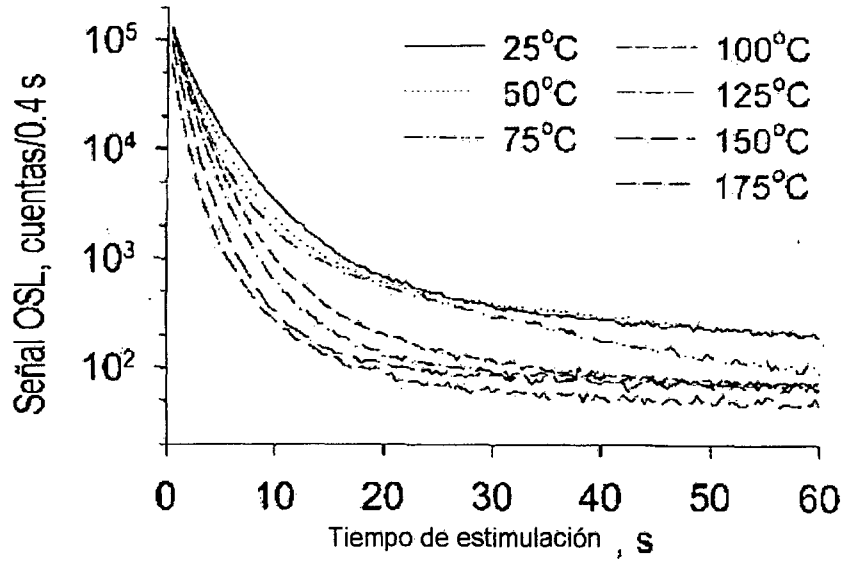


Figura 7 Curvas de decaimiento de la señal OSL de sedimentos de cuarzo, obtenidas a altas temperaturas para la estimulación con una lámpara halógena filtrada. Antes de la estimulación cada alícuota fue calentada por 100 s a la temperatura indicada, para reducir al mínimo cualquier señal térmicamente estimulada (de Murray y Wintle, 1998).

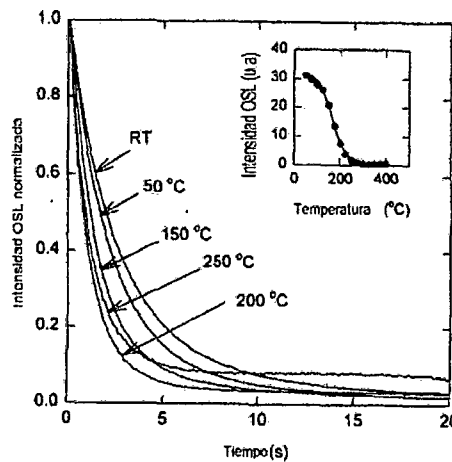


Figura 8 Curvas de decaimiento de OSL de alícuotas de cuarzo de sedimentos que fueron sometidas a un proceso de annealing (600° C durante 20 s) y a las cuales se les dio una dosis de 31 Gy y pre-calentamiento a 125° C por 20 s. Las alícuotas fueron estimuladas por 20 s, con luz verde de una lámpara halógena filtrada, mientras que se mantuvieron a temperaturas diferentes de temperatura ambiente, hasta 250° C. En el recuadro se grafica la intensidad de OSL en función de la temperatura de la muestra (de McKeevery otros, 1997a).

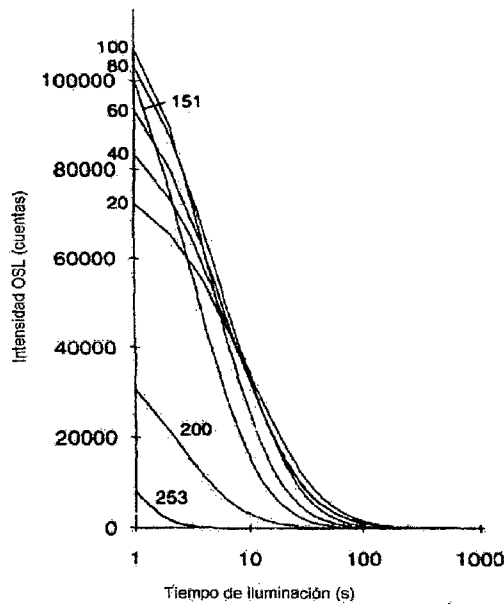


Figura 9 Decaimiento isotérmico de las curvas obtenidas usando una fuente de estimulación de 514,5 nm, sobre la muestra calentada a las temperaturas mostradas ($^{\circ}$ C). Los datos están normalizados por una corta exposición de 0,4 mJ a 20 $^{\circ}$ C (Spooner, 1994).

Los estudios de termoluminiscencia con fototransferencia (PTTL) observados a 110 $^{\circ}$ C hacia el final de la estimulación a temperatura ambiente, confirman el atrapamiento de carga (Smith y Rhodes, 1994; Wintle y Murray, 1997). Adicionalmente, Bailey (1997), Wintle y Murray (1997) también informaron de la estimulación óptica de la carga de los picos de TL a 110 $^{\circ}$ C. Bailey (2000a) modeló el efecto de fototransferencia de carga durante la medición OSL, con especial atención en los métodos de determinación de dosis equivalente (D_e). Para su modelo, él comparó simulaciones a 20 $^{\circ}$ C y 160 $^{\circ}$ C, en la cual los parámetros fueron elegidos por ser similares a los obtenidos en muestras reales. El efecto de recaptura se observó en la curva de decaimiento simulada a 20 $^{\circ}$ C. También hubo un pequeño efecto, menor al 6%, en la estimación de la dosis equivalente (D_e) obtenida al incrementar el tiempo de estimulación. Sin embargo, estos tiempos de estimulación, tendrían un efecto mucho mayor sobre el componente lento de la señal OSL. Alexander y col (1997) también modelaron el proceso de fototransferencia y concluyeron que los datos obtenidos por Wintle y Murray (1997) son consistentes con una velocidad de

estimulación óptica significativamente menor en la trampa de 110° C, en comparación con las trampas de OSL.

1.10 Protocolos de preparación de muestra

Sabemos que los elementos radioactivos que producen la dosis natural se encuentran fundamentalmente dispersos en la matriz de arcilla y que los minerales como el cuarzo no los contienen, a diferencia de los zircones y los feldespatos potásicos. En base a esto, parecía evidente que era necesario trabajar con fases minerales puras y desarrollar una dosimetría aplicada a cada una de ellas.

Es así, que teniendo en cuenta las consideraciones anteriores, a partir de 1966 se desarrollaron en Oxford dos métodos de datación absoluta de cerámicas:

- Método de Inclusiones de cuarzo (Fleming, 1970)
- Método de granos finos (Zimmerman , 1971)

En el caso de las aplicaciones de dosimetría retrospectiva existen muchos tipos de materiales (sedimentos, cerámicas, etc.) que pueden ser utilizados para datación, la selección y el muestreo del material es el paso crucial en el análisis. En el caso de datación debemos entender que la edad se enmarca dentro de un contexto arqueológico o geológico determinado, el cual pudo haber generado la reducción o blanqueamiento en la señal lumínica.

En general, el material utilizado para dataciones de luminiscencia tiene que haber sido expuesto a la luz por un tiempo prolongado antes del enterramiento, en el caso de TL esta exposición tiene que ser mayor que 8 horas, mantenerse dentro de una unidad estratigráfica homogénea, de preferencia a profundidades de más de 50 cm y no debe haber sufrido grandes variaciones en el contenido de agua o cambios diagenéticos durante el enterramiento.

La fracción fina, correspondiente a granos de 4 a 11 μm , de una muestra polimineral se prefiere para el estudio de dataciones. Sin embargo en algunos ambientes el depósito de partículas finas es raro o corresponde a un contaminante detrítico secundario, por lo tanto en estos ambientes se recomienda usar la fracción más gruesa, de granos entre 100 y 150 μm .

1.10.1 Método de Inclusiones (Fleming, 1970)

En este método, propuesto por Fleming (1970), se seleccionan los granos de cuarzo de un tamaño suficientemente grande, para desprestigiar el efecto de las partículas alfa de las arcillas, sin atenuar sensiblemente el efecto de las partículas beta. Si se suprimen de 15 a 20 micras del diámetro del grano de cuarzo mediante un ataque con ácido fluorhídrico, la contribución alfa se considera despreciable.

En la técnica de inclusiones de cuarzo, se mide la señal luminiscente que se obtiene de los granos de cuarzo presentes en la muestra. El propio cuarzo está relativamente libre de radiación, así que la primera aproximación de la dosis recibida por el centro del grano está dada solamente por la contribución de la radiación beta emitida por la arcilla, la radiación gamma del suelo y de la radiación cósmica.

Los granos seleccionados tienen diámetro de alrededor de 100 micrones y al ser grabados químicamente hay pérdida de material y por ende se elimina parte del grano irradiado con radiación beta. Suponiendo que la eliminación de la muestra equivale a eliminar el 10% de la dosis beta, la ecuación para la edad será:

$$\text{Edad} = \frac{\text{Dosis Total}}{0,9D_{\beta} + D_{\gamma} + D_c}$$

1.10.2 Grano fino (Zimmerman, 1971)

Método propuesto por Zimmerman (1971), en el que se utilizan granos de un diámetro entre 4 y 11 micras de manera que se asegure en la muestra la presencia del material irradiado por los tres tipos de radiación (alfa, beta y gamma). La cerámica se muele con precaución y el polvo obtenido se decanta en acetona, con el objeto de conseguir depósitos muy finos y uniformes. En este caso la ecuación de la edad sería:

$$\text{Edad} = \frac{\text{Dosis Total}}{KD_{\alpha} + D_{\beta} + D_{\gamma} + D_c}$$

En este método los granos son tan finos que es difícil separar los diferentes minerales presentes, por lo que las muestras son consideradas poliminerales.

Una de las ventajas de usar este protocolo es que se puede aplicar independientemente de la cantidad de cuarzo presente en la muestra. Por otro lado los granos finos usados en esta técnica son una mezcla de minerales desconocidos y algunos de ellos podrían presentar decaimiento anómalo de la señal luminiscente.

Debido a que los granos finos comprenden una mezcla de minerales desconocidos, existe el riesgo que la señal luminiscente en la región de la curva de crecimiento por encima de los 350° C no presente la estabilidad esperada. Una de las formas de evitar esto, es realizar el Test de Plateau, pero es prudente hacer un buen chequeo. La segunda es que los discos que contienen la muestra sean irradiados y luego guardados por algunos meses, para posteriormente comparar las medidas de las señales luminiscentes de estos con las de los discos medidos inmediatamente después de irradiados. Aunque unos meses podría parecer poco tiempo en comparación con el tiempo transcurrido, que puede ser de milenios, una parte de las muestras podrían presentar decaimiento en este corto tiempo. Generalmente la tasa de decaimiento inicial es mucho mayor que la posterior, por lo que cualquier muestra cuya señal decaiga en el largo plazo mostrará los efectos en el corto plazo.

Cada método requiere una preparación específica de las muestras, y se aplica según las características y circunstancias de las mismas. El de uso más corriente es el de inclusiones de cuarzo.

1.11 **Protocolos de medida**

Para determinar la dosis arqueológica, DA, que es la dosis absorbida por el material durante su tiempo de enterramiento posterior al blanqueo, una parte del material se utiliza para determinar el contenido de uranio, torio y potasio presentes en la misma. De la otra parte se extraen los granos de mineral y mediante procesos físicos y químicos, que suelen ser bastante laboriosos, se escoge la fracción granulométrica comprendida entre 100 y 200 micras, para inclusiones, ó 1 y 8 micras para granos finos. Con estos granos se prepara la cantidad de alícuotas necesarias para las mediciones dosimétricas, algunas se leen directamente obteniendo la señal natural, mientras que a otras alícuotas se las irradia con una fuente beta (^{90}Sr) a dosis variables antes de ser leídas, obteniéndose la señal correspondiente a la dosis natural más la dosis añadida. A continuación se grafica la intensidad de la señal luminiscente en función de las dosis añadidas en el laboratorio.

Si la señal luminiscente varía proporcionalmente con la dosis, la DA se determina interpolándola en la curva de calibración construida según sea el protocolo empleado. A continuación se explican los protocolos de medida que utilizamos en este trabajo.

1.11.1 **Protocolo SAR**

Este protocolo fue propuesto por Murray y Wintle (2000); es el método más usado para determinar la dosis equivalente en granos de cuarzo. En la aplicación de este protocolo se asume que todas las alícuotas usadas para medir la dosis equivalente tienen las mismas características luminiscentes, lo cual es cierto sólo para muestras perfectamente blanqueadas y de irradiación

homogénea después de la deposición, de no ser así el valor de la dosis equivalente sería inadecuada e imprecisa (Ballarini 2006). La dosis equivalente se obtiene por la comparación entre la señal OSL producida por la dosis natural (N) y la OSL resultante de la irradiación en laboratorio con una fuente radioactiva (beta o gama) calibrada. Se construye una curva, o recta, de calibración con las intensidades de las señales producidas por las irradiaciones en el laboratorio y la dosis equivalente se obtiene por interpolación de la señal natural en la curva de calibración, como se observa en la Figura 10.

La ventaja de este método es que no se considera la extrapolación de la curva de calibración, solo la interpolación y la incertidumbre debido a la no linealidad es reducida y/o eliminada.

La desventaja crítica es que si hay cambio en la sensibilidad², al comparar las medidas de la OSL natural y la de OSL de regeneración el cálculo de la dosis tendrá un pequeño factor de corrección debido a los cambios producidos.

Los pasos, sugeridos por Chen y Pagonis, para realizar la medida en el protocolo SAR son:

PASO	TRATAMIENTO	DESCRIPCIONES
1	Añadir dosis de laboratorio, D_i	$D_1 = 0$ para dosis natural; $D_2 < D_3 < D_4$; $D_5 = D_2$; $D_6 = 0$
2	Pre calentamiento a 260° C por 10 s	Remover los electrones de las trampas inestables poco profundas de TL.
3	Estimulación por 100 s a 125 °C	Señal de OSL debido a la dosis D_i
4	Añadir dosis de prueba D_t	Para normalización.
5	Pre calentamiento a 260° C por 10 s	Remover los electrones de la trampas inestables poco profundas de TL
6	Estimulación por 100 s a 125 °C	Señal de OSL debido a la dosis de prueba
7	Retornar al paso 1	

² definida como la OSL por unidad de dosis.

En el paso 1 la muestra recibe en el laboratorio una dosis D_i , conocida como dosis regenerativa, en el paso 2 la muestra es precalentada a 260°C por 10 s para vaciar las trampas no profundas e inestables de TL (en $\sim 110^\circ$ y $\sim 230^\circ\text{C}$). En el paso 3 la muestra es estimulada ópticamente por 100 s usando luz azul (470 nm) y se mide la OSL resultante. La estimulación óptica se lleva a cabo a 125°C para evitar los efectos de reentrampamiento en las trampas sensibles de TL, en $\sim 110^\circ\text{C}$. En el paso 4 a la muestra se le añade una dosis de prueba. En el paso 5 es calentada por 10 s a temperaturas menores de 220°C para nuevamente remover electrones de las trampas profundas de TL. Finalmente en el paso 6 nuevamente se estimula ópticamente a la muestra por 100 s para medir la señal OSL la cual es usada para llevar a cabo la corrección de la sensibilidad de la señal OSL medida en el paso 3 (Chen y Pagonis 2011)

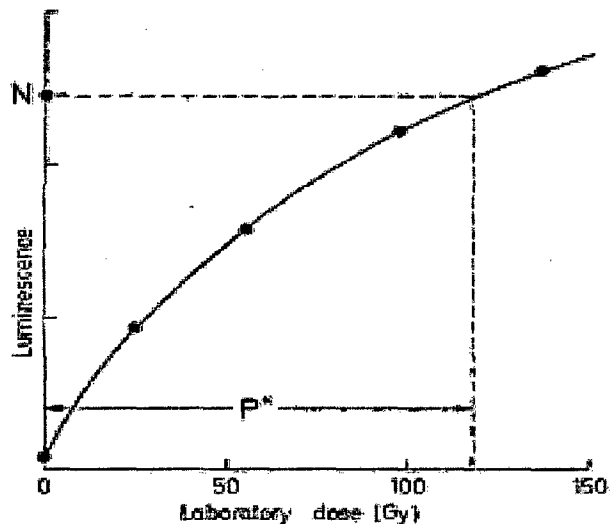


Figura 10 Grafica de la intensidad lumínica en función de la dosis de laboratorio, utilizada por el método SAR para el cálculo de la dosis equivalente a través de la interpolación.

La curva de calibración se construye con las intensidades de la luminiscencia (L_x), obtenidas para cada dosis, divididas entre las intensidades de la luminiscencia obtenidas para las respectivas dosis de prueba (T_x), es decir graficando (L_x/T_x) en función de las dosis de laboratorio (D).

Las ventajas específicas del procedimiento SAR incluyen:

1. El uso de la interpolación en una curva de crecimiento reduce la incertidumbre (típicamente $< 4\%$) en la estimación de la dosis equivalente en comparación con el método de dosis aditiva (incertidumbre típica $> 5\%$)
2. La técnica nos permite realizar una serie de controles internos sobre el comportamiento de la muestra, que proporcionan una mejor aproximación a la edad estimada.
3. Los diferentes valores de la D_e producida por la muestra permiten el cálculo de la edad en muestras parcialmente blanqueadas.
4. El procedimiento es más rápido que el de alícuotas múltiples o dosis aditiva en grano único (Piégay 2003).

1.11.2 Protocolo SARA

Este método fue introducido por Mejdahl y Bøtter-Jensen (1994, 1997). SARA es un acrónimo para Single Aliquot Regeneration Added. El método SARA requiere un mínimo de dos alícuotas, generalmente se usan cuatro, y por lo tanto no es verdaderamente un método de alícuota simple. A tres de estas se les añade una dosis beta de laboratorio de diferentes magnitudes, y luego el método de alícuota simple es usado en modo regenerativo para evaluar la dosis total aparente, término considerado porque podría darse un cambio en la sensibilidad, que ha sido recibida por cada una de ellas. Estas dosis aparentes son ploteadas en función de las dosis de laboratorio añadidas y la verdadera dosis equivalente se obtiene como el intercepto sobre el eje de dosis, aplicando regresión lineal a los puntos medidos (Aitken 1998).

El procedimiento puede resumirse de la siguiente manera: (1) Añadir diferentes dosis beta (B_0, B_1, B_2, B_3) a alícuotas que contiene sus dosis natural; (2) se lleva a cabo las mediciones SAR (regeneración alícuota simple) para obtener las siguientes intensidades (D_0, D_1, D_2, D_3); (3) estas intensidades se grafican como una función de las dosis añadidas (B_0, B_1, B_2, B_3) como se observa en la figura 11 y (4) extrapolar la línea de regresión a través de los puntos para interceptar el eje de dosis añadida para obtener el intercepto I . El intercepto I representa el verdadero valor de la dosis equivalente (ED),

independientemente de cualquier cambio de sensibilidad presente durante el proceso de regeneración.

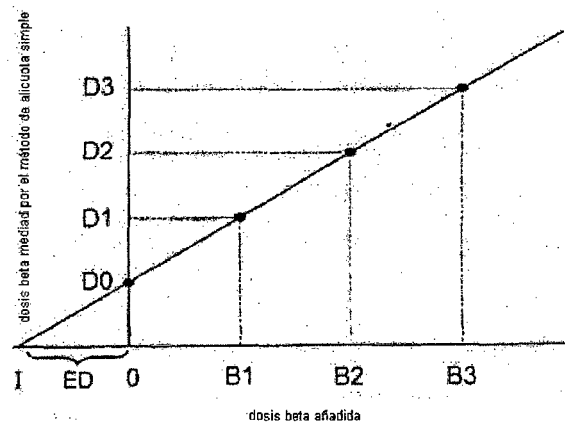


Figura 11 Dosis determinadas por SAR (D_i) graficadas en función de las dosis añadidas (B_i), para el cálculo de la dosis equivalente por el método SARA, que no es otro que el intercepto de la línea de ajuste con el eje x.

Hay una restricción importante: el cambio de sensibilidad debe ser el mismo para todas las intensidades desde D_0 hasta D_3 , independientemente de las dosis beta agregadas inicialmente. Desde los triángulos $O D_0 I$ e $I B_3 D_3$ uno puede deducir que una condición para el cambio de sensibilidad sea independiente de la dosis añadida. El cambio de sensibilidad está dado por la siguiente expresión:

$$D_0/ED = D_3/(ED + B_3)$$

Estos cocientes deben ser muy cercanos, su variación debe ser menor al 1%. Otro requisito es que el coeficiente de regresión en el tramo de dosis agregada debería ser muy cercano a uno y casi siempre es el caso. Este test se lleva a cabo rutinariamente para todas las muestras y, para la mayoría de las mediciones, las dos expresiones son casi idénticas. Si la diferencia es superior al 3%, la medida no se usa.

Los procedimientos adoptados para el precalentamiento de IRSL y banda ancha OSL son: (1) irradiación antes y después de OSL, precalentamiento de todas las muestras a 220 °C por 40 s; (2) después del periodo de enfriamiento, medición de la señal OSL; (3) antes de la siguiente irradiación, precalentamiento de todas las muestras a 220 °C por 40 s; (4) irradiación seguida de precalentamiento y así sucesivamente.

Este procedimiento de "precalentamiento dual" parece ser el mejor tratamiento para la obtención de óptima reproducibilidad (Murray, 1996). Tiene el efecto de remover las cargas transferidas a las trampas de baja temperatura durante la medida de OSL, de modo que las condiciones de entrapamiento durante la irradiación sean siempre las mismas. (McKeever et al., 1997a)

Para determinar el valor de la dosis equivalente (D_e), normalmente se usan tres dosis de regeneración. Se encuentran ajustadas para que la señal "natural" caiga dentro del intervalo de señal determinado por las dosis de regeneración. Esto es necesario porque las curvas de crecimiento de regeneración no siempre son lineales. Repitiendo las mediciones, se puede restringir el intervalo de dosis para que los errores de interpolación sean insignificantes. El método SARA ha sido ampliamente usado con materiales quemados como cerámica, ladrillos y piedras quemadas que son relevantes para la dosimetría retrospectiva.

1.11.3 Alícuotas múltiples

Uno de los primeros protocolos de medida en ser desarrollados fue el de alícuotas múltiples con dosis aditiva. En esta forma simple de aproximación se requiere de un mínimo de 2 (pero en la práctica son más, quizás unas 100) alícuotas de características idénticas. A una de estas muestras se le añade una dosis de laboratorio adicional a la dosis natural, se mide la intensidad de la señal luminiscente (TL o OSL) de ambas y se grafican versus la dosis de laboratorio, la dosis equivalente es determinada por interpolación.

El protocolo de dosis aditivas en alícuotas múltiples recibe este nombre por el hecho que se necesitan algunas alícuotas y porque se le añaden dosis de laboratorio sobre la dosis natural para generar la porción de la curva dosis respuesta, o curva de crecimiento, de la cual se obtiene de manera aproximada la dosis natural

1.12 Lectora TL-DA-15

La lectora TL/OSL-DA-15 del Risø National Laboratory, de la Technical University of Denmark (DTU), está equipada con un sistema que le permite almacenar 48 muestras, ya sea en discos o bandejas, que se medirán de manera automática según se ejecuta el programa de medida preparado por el usuario. Las muestras pueden ser:

1. Calentadas individualmente a temperaturas entre la temperatura ambiente (TA) y 700° C, máximo.
2. Irradiadas individualmente con una fuente radioactiva beta de $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$.
3. Estimuladas con dos fuentes de luz, de longitudes de onda en el visible (azul) y en el infrarrojo.

La luminiscencia emitida es medida por un sistema de detección de luz compuesto por un tubo fotomultiplicador y filtros de detección adecuados. El equipo puede ser programado para generar vacío o ingresar gases para tener una atmosfera inerte de nitrógeno o argón de ultra alta pureza (UHP) en la cámara donde se colocan las muestras.

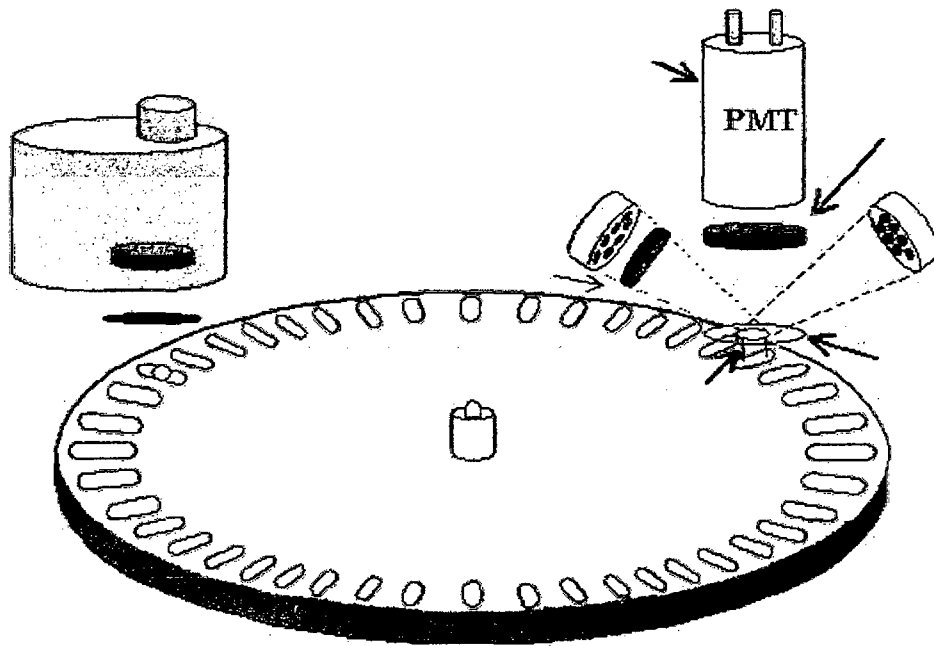


Figura 12 Diagrama esquemático del lector Risø TL /OSL

1.12.1 Sistema de detección de la luz

El tubo fotomultiplicador (PMT) en la lectora Risø TL-DA-15 es un bialkali EMI 9235QA PMT, el cual tiene una eficiencia máxima de detección en aproximadamente 40 nm. La distancia entre el cátodo del tubo fotomultiplicador y la muestra es 55 mm, dando un ángulo de detección de sólidos de aproximadamente .

Para evitar que la luz que se usa para estimular la emisión llegue al tubo fotomultiplicador, se emplean filtros de detección. La lectora Risø TL-DA-15 estándar está equipada dos combinaciones de filtros: Hoya U-340 y el paquete de filtros azules que incluye el filtro Scott BG 39 de 2 mm y el filtro Corning 7-59 de 4 mm o el filtro Scott BG3 de 3 mm.

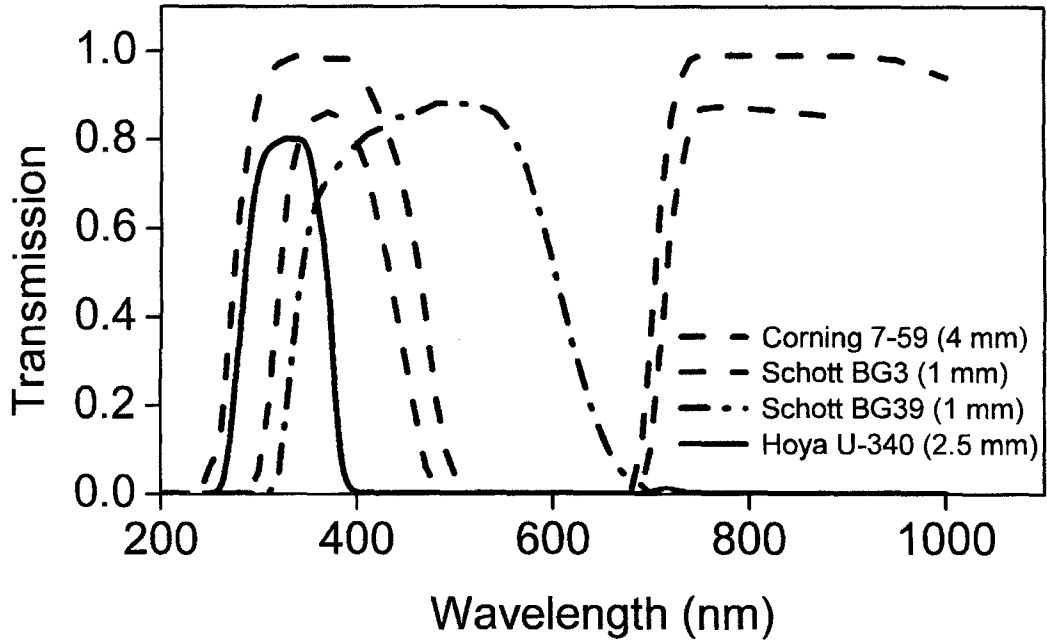


Figura 13: Efecto de los filtros sobre la señal luminiscente obtenidas de las muestras analizadas.

Las combinaciones de los filtros se adecuarán al tipo de mineral que se mide: para OSL en cuarzo se usará el filtro Hoya U -340, mientras que si se mide OSL de feldespatos se utilizarán los paquetes de filtros Schott BG-39 combinado con Corning 7-59 o BG3

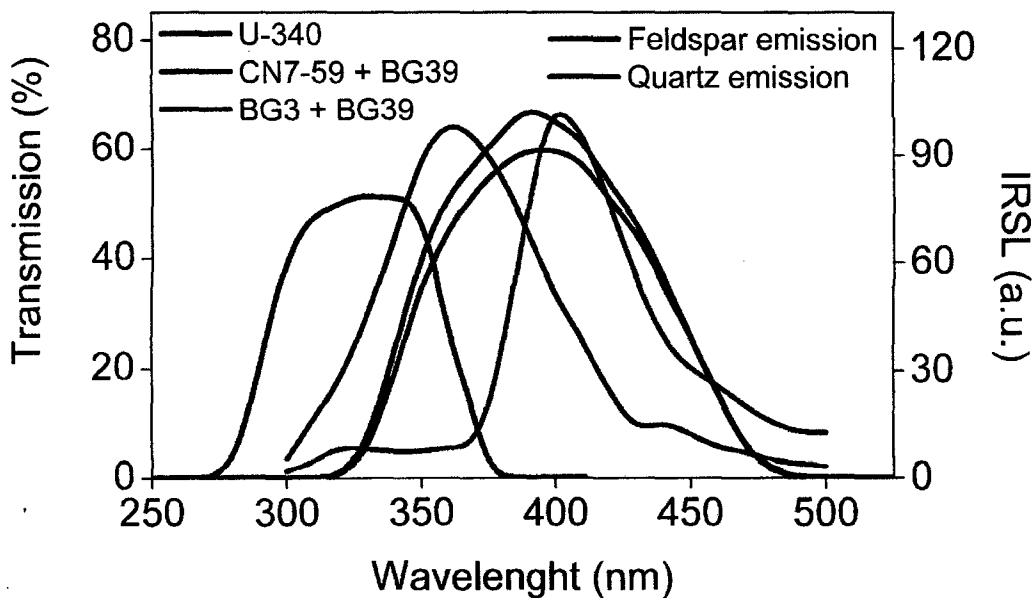


Figura 14: Efecto de los filtros sobre la señal luminiscente obtenidas de las muestras analizadas.

1.12.2 Sistema de estimulación térmica

La estimulación térmica se realiza mediante el elemento calefactor que se ubica directamente por debajo de la ventana al tubo fotomultiplicador y el paquete de filtros. El elemento calefactor tiene dos funciones: 1) calentar la muestra y 2) levantar la muestra a la posición de medición. El sistema de calefacción es capaz de calentar las muestras hasta 700° C a velocidades de calentamiento lineal de 0,1 a 10° C/s. El sistema de calefacción es enfriado por un flujo de gas, que también protege al sistema de la oxidación a altas temperaturas.

1.12.3 Sistema de estimulación óptica

La estimulación óptica se logra utilizando una matriz de diodos emisores de luz (LEDs). Los LEDs están dispuestos en siete grupos cada uno con siete LEDs. La distancia entre los diodos y la muestra es de aproximadamente de 20mm. Las fuentes de estimulación son de dos tipos:

1. LEDs infrarrojos que emiten a 875 nm dispuestos en tres grupos cada uno con siete LEDs individuales. La potencia máxima de veintidós LEDs IR es de aproximadamente 135 mW /cm² sobre la muestra.
2. LEDs azules que emiten a 470 nm dispuestos en cuatro grupos de cada uno con siete LEDs individuales. La potencia total de estos veintiocho LEDs es mayor que 40mW/cm² sobre la muestra. El filtro verde (GG-420) es incorporado en frente de cada LED azul para minimizar la cantidad de luz azul dispersa que llegue al sistema detector

2 Desarrollo experimental

Debido a que en este trabajo se realizaron pruebas con distinto carácter, específicamente pruebas de ataque químico, exposición a la luz y comparación de protocolos de medida, cada una de éstas ha requerido de un proceso diferenciado de preparación de muestra y obtención de datos, y son éstos los que se describen a continuación.

2.1 ***Preparación de las muestras para los procedimientos de ataque químico, exposición a la luz y registro de OSL a temperaturas distintas***

Las muestras que se emplearon en los ensayos de ataque químico, exposición a la luz y variación de las temperaturas de registro de OSL fueron muestras de cuarzos naturales, muestras geológicas en bloque, que previamente a su uso se pulverizaron y tamizaron para seleccionar el tamaño de los granos. Este tipo de muestra, en bloque, nos garantizó hasta cierto punto que no hubiera una mezcla de cuarzo (SiO_2) con otros tectosilicatos o minerales diversos. Las variedades macrocristalinas utilizadas fueron el cuarzo lechoso, de color blanco opaco con fragmentos transparentes de cristal de roca, y el cuarzo ahumado que debe su coloración gris claro a las impurezas de nivel atómico.

Los cristales de cuarzo, de dureza 7 en escala Moh, se fragmentaron y se trituraron en mortero de Diamonite®, un zafiro (Al_2O_3) artificial cuya dureza en escala Moh es 9+. Los cuarzos reducidos a fragmentos fueron seleccionados por tamaño utilizando tamices de mallas de números 60 (< 250 micrones), 100 (< 150 micrones) y 150 (< 100 micrones) para separar los granos entre 100 y 250 micrones.

Al observar en la lupa binocular, zoom de 40 x, los granos obtenidos notamos que la forma de los cristales era angulosa e irregular, razón por la cual los sometimos a tratamiento químico con ácido fluorhídrico al 40% durante 70 minutos, para que estas irregularidades (partes puntiagudas del cristal) puedan disolverse y de esta manera, obtener granos redondeados que no se fracturen durante la manipulación.

Los granos de cuarzo ahumado atacados con el ácido fluorhídrico concentrado (HF 40 %), una vez transcurrido el tiempo programado, fueron enjuagados varias veces con agua destilada y escurridos. Para acelerar el secado de la muestra se les enjuagó con metanol QP y se les escurrió nuevamente. Una vez secos fueron tamizados para separar los granos en intervalos de tamaño.

2.1.1 Annealing de los granos de cuarzo

En el caso de las muestras que se utilizaron para las pruebas de dosimetría, además de la preparación y clasificación por tamaños se requirió eliminar toda señal luminiscente originada por irradiaciones previas. Este proceso se conoce como puesta a cero del dosímetro, o annealing ya que el procedimiento se realiza mediante un tratamiento térmico de calentamiento.

Para realizar este procedimiento, se tomó parte de las muestras seleccionadas de acuerdo a su granulometría: un grupo de 100 a 150 micrones y otro de 150 a 250 micrones. Una vez separadas estas porciones fueron colocadas en crisoles de porcelana y se las llevó a la mufla, precalentada a 500 °C, por un periodo de 3 horas. Luego, las muestras se dejaron enfriar hasta temperatura ambiente, una vez frías se distribuyeron en recipientes de polietileno, que fueron depositados en sobres de cartulina negra, colocados dentro de una lata para evitar su exposición a la luz.

2.2 *Determinación de la velocidad de ataque (desbaste) químico*

Estudiamos la velocidad de ataque, o desbaste, químico en los dos tipos de muestras de cuarzo, ahumado y cuarzo lechoso, midiendo el diámetro de las partículas antes y después de someterlas a ataque químico con ácido fluorhídrico concentrado (40%) por diferentes tiempos. Los tiempos de ataque empleados fueron 12, 24, 36, 48 y 60 minutos, luego de los cuales las muestras se le lavaron con abundante agua destilada, en forma repetitiva, para evitar que el ácido siga corroyendo la superficie.

Una vez secas, las muestras se llevaron al microscopio óptico polarizante donde los granos fueron observados y fotografiados, para medir sus diámetros

usando el programa Image Tool © for Windows versión 3.00. La escala patrón de longitud, 256 Bausch & Lomb Precision Stage Micrometer 0,01 mm, fue fotografiada en el microscopio óptico bajo el mismo aumento que los granos a medir.

Las figuras 15, 16, 17, 18 y 19 muestran las imágenes de los granos de cuarzo luego de ser sometidos a grabado químico por diferentes tiempos y la escala utilizada la cual representa 200 micrones.

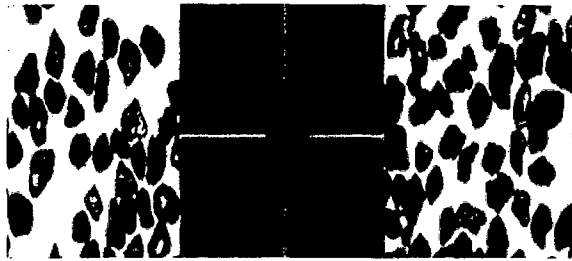


Figura 15 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 12 minutos y la escala utilizada para su medida

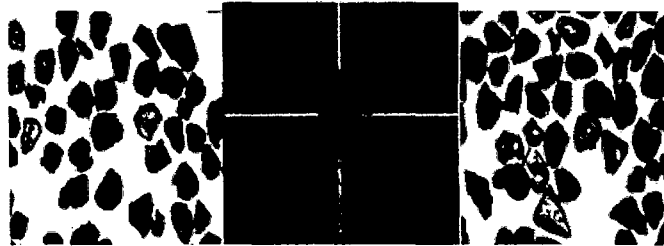


Figura 16 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 24 minutos y la escala utilizada para su medida

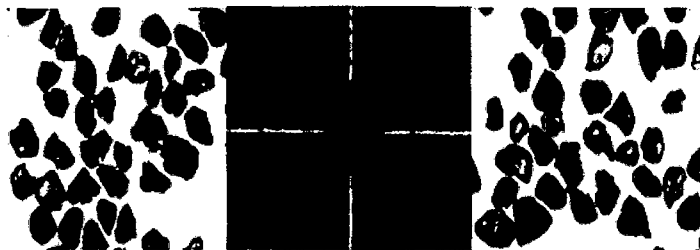


Figura 17 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 36 minutos y la escala utilizada para su medida



Figura 18 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 48 minutos y la escala utilizada para su medida

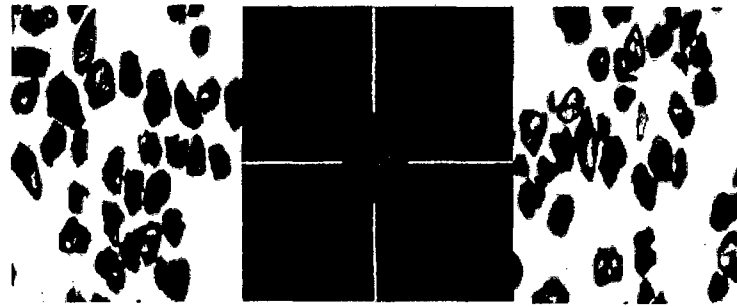


Figura 19 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 60 minutos y la escala utilizada para su medida

La Tabla 1 muestra los tiempos de ataque químico y los diámetros medidos de los granos de cuarzo lechoso luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%, los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150 - 250 micrones, nominal según las mallas de 60 y 100 mesh.

- **Tabla 1:** Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Tiempo de ataque (min.)	Diámetro medio (micrones)
12	252 ± 39
24	244 ± 35
36	237 ± 37
48	233 ± 44
60	228 ± 42

En la Figura 20 se muestra la gráfica de diámetros medidos en función del tiempo de ataque químico para la muestra de cuarzo lechoso cuyos diámetros inicialmente se encontraban entre 150 y 250 micrones. Vemos que la disminución del tamaño de partícula es lineal con el tiempo de ataque ($R = 0,98955$), por lo que de la pendiente de la recta de ajuste obtenemos una velocidad de ataque de aproximadamente 0,25 micrones por minuto.

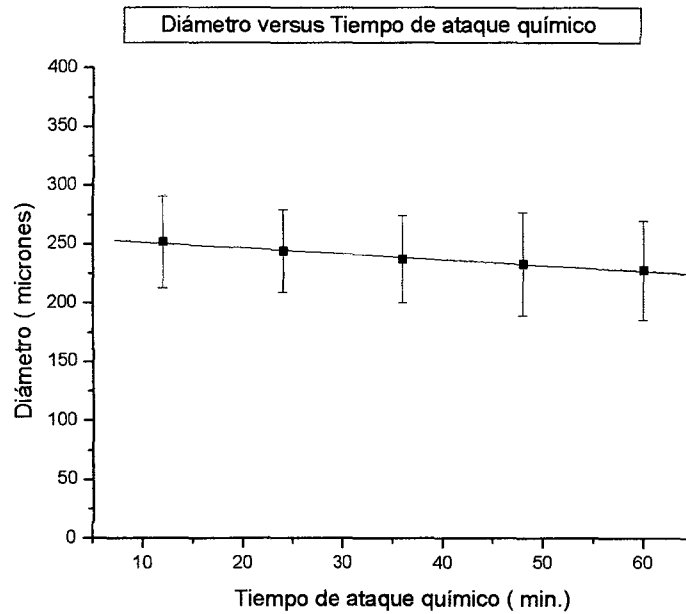


Figura 20. Gráfica de diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían inicialmente entre 150 y 250 micrones. Ajuste lineal $y=a + b x$ donde $a= 256,5 \pm 1,58$; $b = - 0,5 \pm 0,04$; $R = - 0,98955$.

La tabla 2 muestra los tiempos de ataque químico y los diámetros medidos en los granos de cuarzo lechoso luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%, los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 100-150 micrones.

Tabla 2: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Tiempo de ataque (min.)	Diámetro (micrones)
60	164 ± 26
90	149 ± 24
120	135 ± 23
180	108 ± 22

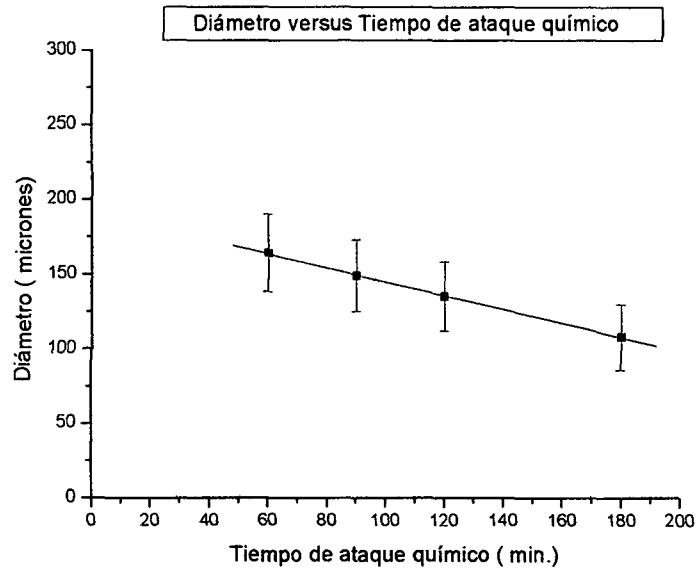


Figura 21. Grafica de diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían entre 100 y 150 micrones Ajuste lineal: $y=a + b x$ donde $a= 191,1 \pm 1$; $b=- 0,5 \pm 0,01$; $R=- 0,99973$

Vemos que la disminución del tamaño de partícula también es lineal con el tiempo de ataque ($R = 0,99973$), por lo que de la pendiente de la recta de ajuste obtenemos una velocidad de ataque de aproximadamente 0,25 micrones por minuto, similar a la anterior. De esto deducimos que la velocidad de ataque, en la muestra de cuarzo lechoso no dependería del tamaño inicial de las partículas.

La Tabla 3 muestra los tiempos de ataque químico y los diámetros medidos de los granos de cuarzo ahumado luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%, los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 100 - 150 micrones, nominal según el número de las mallas 100 y 150 mesh.

En la Figura 22 vemos la gráfica del diámetro medio medido en función del tiempo de ataque químico, para esta muestra. La correlación lineal es aceptable ($R = 0,93657$); y de la pendiente de la recta ajustada obtenemos que la velocidad de reducción del diámetro de las partículas es aproximadamente 0,35 micrones por minuto, es decir casi 40 % más rápido que en el caso del cuarzo lechoso.

Tabla 3: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado.

Tiempo de ataque (min.)	Diámetro (micrones)
12	178 ± 26
24	173 ± 36
36	167 ± 31
48	163 ± 31
60	142 ± 32

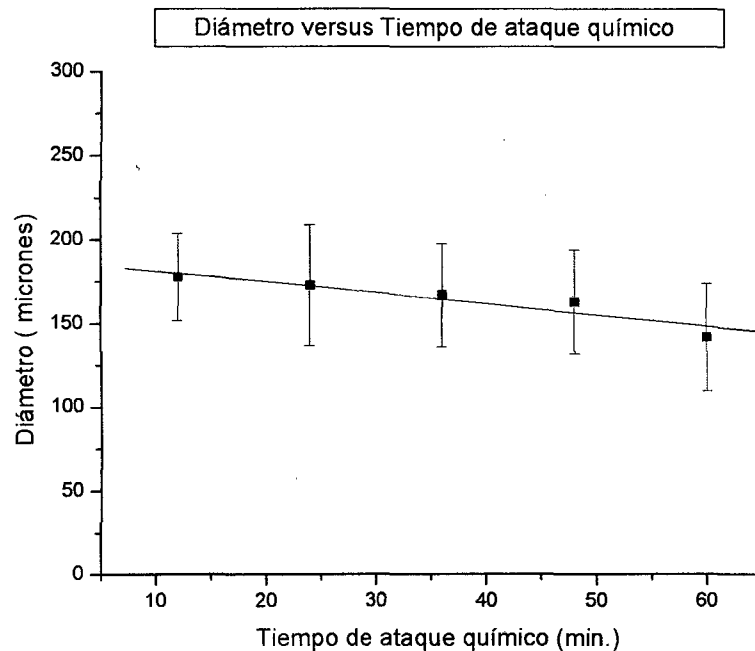


Figura 22. Grafica del diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían inicialmente entre 100 y 150 micrones Ajuste lineal $y=a + b x$ donde $a= 188,2 \pm 5,5$; $b = - 0,7 \pm 0,14$; $R = -0,93657$

Las muestras de cuarzo fueron sometidas a tratamiento químico con ácido fluorhídrico al 40 %, a diferentes tiempos de ataque los cuales varían entre 60 y 180 minutos, observándose que para tiempos mayores los granos de 100 a 150 micrones desaparecen y comienza a formarse en el fondo del recipiente una sustancia gelatinosa de color blancuzco.

Las figuras 24, 25, 26, 27 y 28 muestran las imágenes de los granos de cuarzo luego de ser sometidas a grabado químico en diferentes tiempos y la escala utilizada la cual representa 200 micrones.

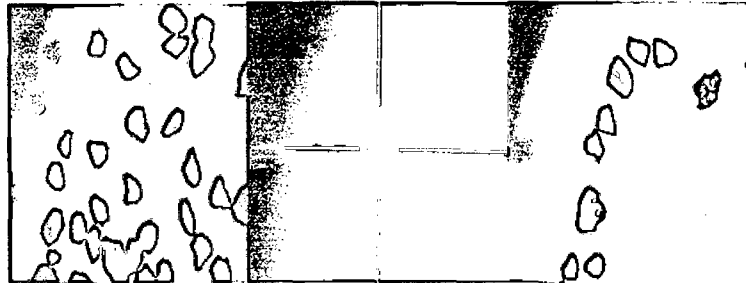


Figura 23 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 60 minutos y la escala utilizada para su medida

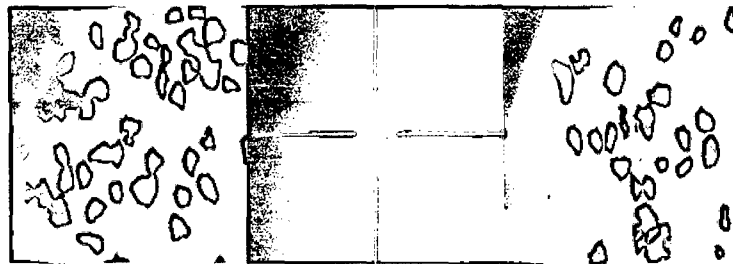


Figura 24 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 90 minutos y la escala utilizada para su medida

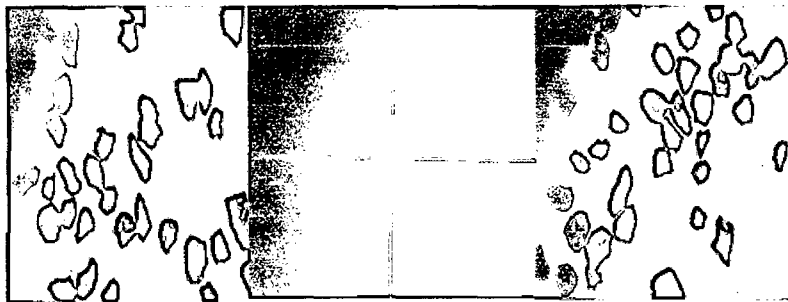


Figura 25 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 120 minutos y la escala utilizada para su medida

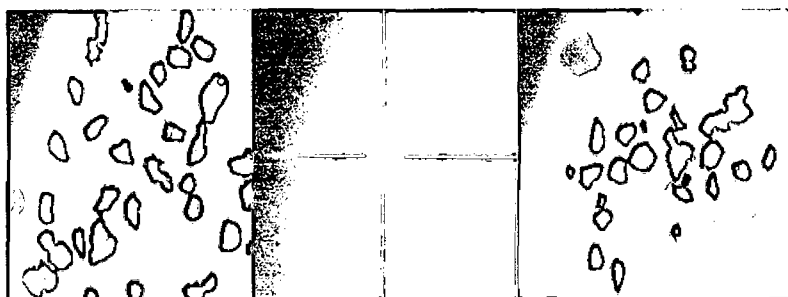


Figura 26 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 150 minutos y la escala utilizada para su medida

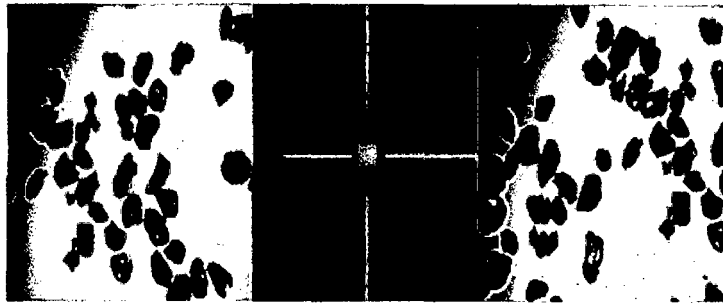


Figura 27 se observan Muestras de cuarzo luego de ser sometidos a tratamiento químico por 180 minutos y la escala utilizada para su medida

La tabla 4 muestra los tiempos de ataque químico y la longitud de los diámetros de los granos de cuarzo ahumado luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%, los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150-250 micrones, nominal según el número de malla, 60 y 100 mesh.

Tabla 4: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado

TIEMPO DE ATAQUE QUIMICO (min.)	DIAMETRO (micrones)
60	244 ± 45
90	215 ± 46
120	206 ± 41
150	163 ± 31
180	142 ± 32

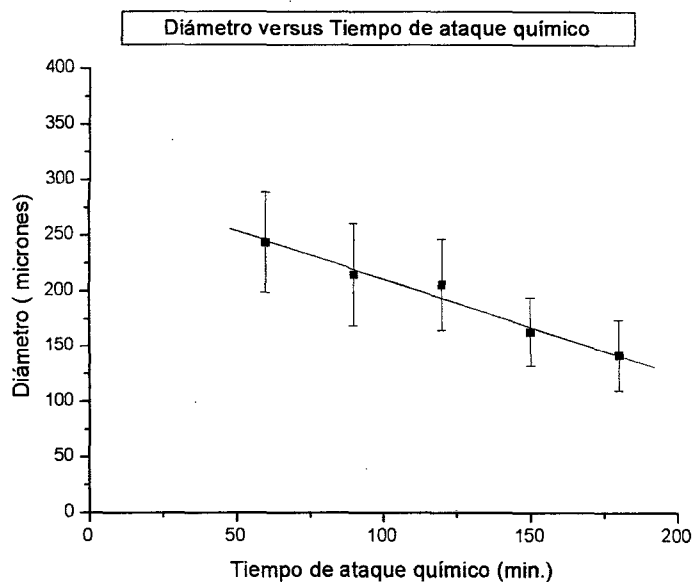


Figura 28. Grafica de Diámetro en función del tiempo de ataque químico para muestras cuyos diámetros varían entre 150 y 250 micrones Ajuste lineal: $y = a + b x$, donde $a = 297,8 \pm 11,5$; $b = -0,9 \pm 0,1$; $R = -0,9866$

En este caso observamos que la velocidad de desbaste de los granos se ha incrementado en un 28 %, respecto de la calculada para tiempos de ataque de menores que 60 minutos.

2.3 Dependencia de la velocidad de grabado, o desbastado, con la concentración del ácido

Esta prueba se realizó usando como muestra granos de cuarzo de 150-250 micrones, nominal, y todas ellas se remojaron en el HF durante una hora, pero se utilizaron distintas concentraciones de ácido mezclado con agua destilada. Las muestras fueron sometidas al ácido fluorhídrico de diferentes concentraciones y luego enjuagadas en agua destilada, de manera repetitiva, evitando de esta manera que pueda quedar restos de ácido sobre la muestra que siga actuando sobre ella corroyendo la superficie de la partícula. Las medidas del tamaño de las partículas luego del ataque se hicieron con ayuda del programa Image Tool © versión 3.00.

La tabla 5 muestra los diferentes valores de la concentración del ácido fluorhídrico y los diámetros de los granos de cuarzo medidos luego de ser sometidos al ataque químico.

Tabla 5: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Concentración (%)	Diámetro (micrones)
0	258 ± 47
10	253 ± 40
20	243 ± 39
30	235 ± 43
40	228 ± 41

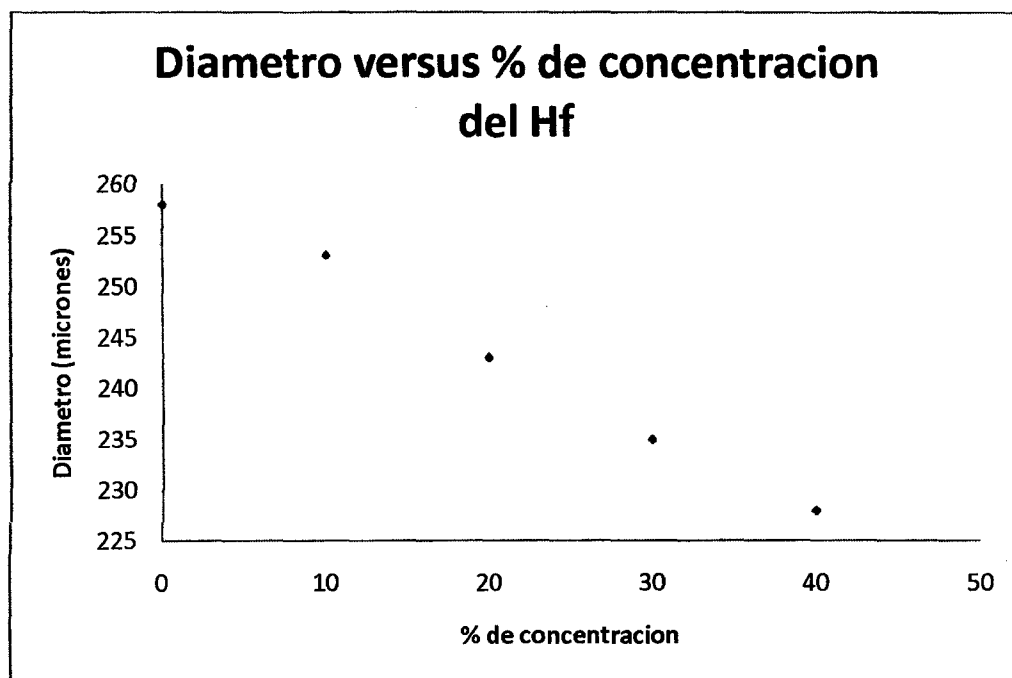


Figura 29 Esta figura muestra, la relación entre la concentración y el diámetro de la muestra; la cual presenta una dependencia lineal, cuyo ajuste es: $y = a + b x$

Donde $a = 259,2 \pm 1,03$; $b = - 0,8 \pm 0,04$; $R = 0,99583$

Se observa que para una concentración de 40 % la reducción de tamaño de grano fue de 30 micrones en 60 minutos, mientras que utilizando ácido al 20 %

la reducción en 60 minutos fue solo de 15 micrones, es decir la mitad. Existe entonces una proporcionalidad entre la concentración del ácido y la reducción del tamaño de grano, para el mismo tiempo de ataque.

2.4 **Efecto del grabado químico sobre las medidas dosimétricas – irradiación beta**

Para estas pruebas las muestras fueron manipuladas en todo momento en cuarto oscuro. Luego del procedimiento de annealing para borrado total de la señal luminiscente, las muestras cuyos granos originales tenían diámetros entre 100 y 150 micrones, nominal, fueron irradiadas por 120 segundos con radiación beta de la fuente de Sr-90. Luego se separaron varias alícuotas en vasos de polietileno de 50 ml donde se les añadió el ácido fluorhídrico al 40 % para someterlos a diferentes tiempos de ataque químico

La tabla 6 muestra los tiempos de ataque químico y las dosis acumuladas remanentes, medidas mediante el protocolo de alícuota simple (SAR) luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%. Las dosis acumuladas remanentes se expresan como porcentajes de la dosis medida en los granos de cuarzo lechoso no atacados con ácido.

Tabla 6: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

TIEMPO DE ATAQUE QUIMICO (min.)	PORCENTAJE DE DOSIS
0	100
60	81,4 ± 6
90	68,3 ± 4,9
120	50,4 ± 4

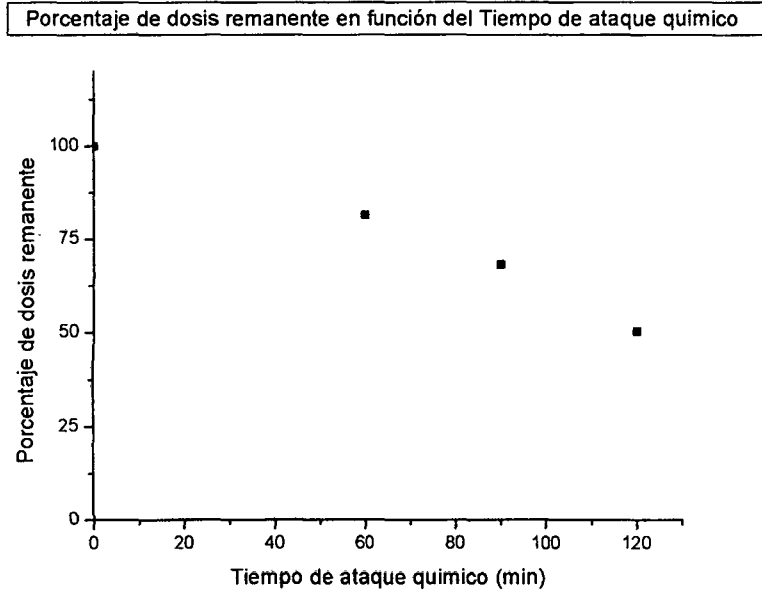


Figura 30 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 100 y 150 micrones

Se observa que la reducción de la dosis acumulada es proporcional al tiempo de ataque químico, de manera similar a lo observado en el caso de la reducción del tamaño de grano. Esto es coherente con el hecho que la radiación beta tiene una penetración tal en los granos de cuarzo que la dosis se absorbe homogéneamente en el volumen, para este tamaño de partícula. No obstante, cabe resaltar que la dosis acumulada remanente no es la esperada según la expresión usada para el cálculo de la edad, pues vemos que lo remanente, luego de 60 minutos de ataque, en este caso es solo el 81,4 % mientras que en la expresión usada se considera un remanente de 90 % (Aitken, R.).

La tabla 7 muestra los tiempos de ataque químico y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo lechoso, luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%; los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150-250 micrones.

En este caso para un tiempo de desbaste químico de 60 minutos se observa una dosis acumulada remanente de casi 90 %, en mayor concordancia con la fórmula usada para el cálculo de la edad.

Tabla 7: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso, con granos de 150 a 250 micrones, nominal, de tamaño inicial.

TIEMPO DE ATAQUE QUIMICO (min.)	PORCENTAJE DE DOSIS
0	100
60	88,8 ± 1,27
90	88,5 ± 1,23
120	90 ± 0,03
150	81,1 ± 2,33
180	79,1 ± 2,51

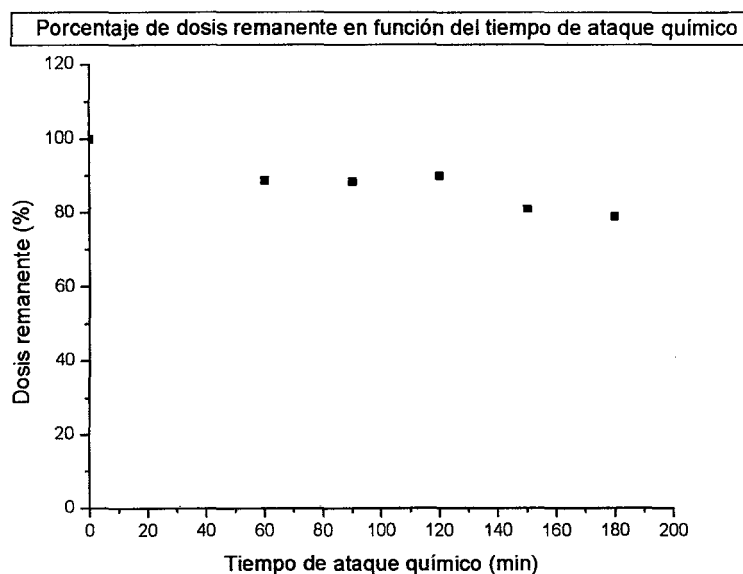


Figura 31 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones.

La tabla 8 muestra los tiempos de ataque químico y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo ahumado, luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%; los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150-250 micrones.

En este caso nuevamente se observa que para un tiempo de ataque de 60 minutos la dosis acumulada remanente es de aproximadamente 80 %, en oposición a la fórmula del cálculo de la edad (Aitken, R.).

Tabla 8: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado

TIEMPO (min.)	PORCENTAJE
0	100
60	79.52 ± 3.86
90	54.20 ± 0.46
120	53.56 ± 5.01
150	49.04 ± 2.05
180	35.47 ± 1.22

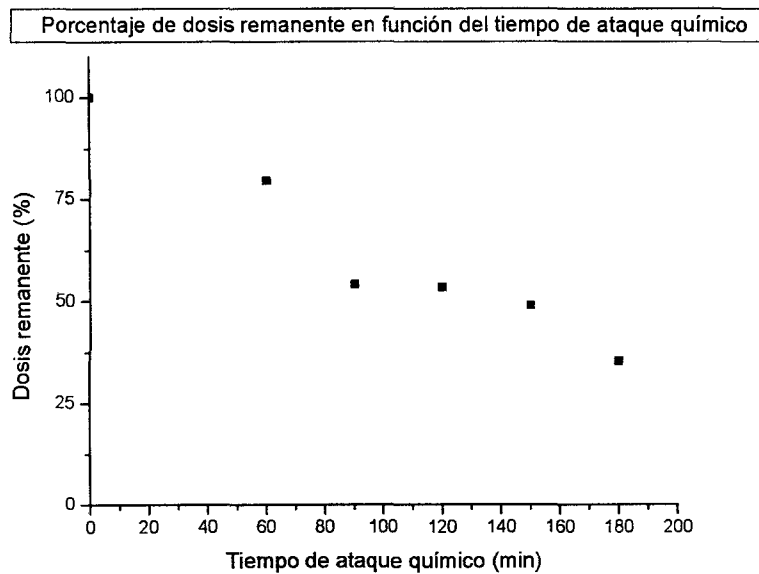


Figura 32 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo ahumado entre 150 y 250 micrones

2.5 Efecto del grabado químico sobre las medidas dosimétricas – irradiación alfa

Para este ensayo la muestra, de granos entre 150 y 250 micrones nominal, tratada con el procedimiento de annealing, fue colocada dentro del irradiador alfa, con fuentes de Am-241, sobre los soportes ubicados dentro del irradiador

y se hicieron irradiaciones de 15 minutos en dos medios diferentes: en vacío, el cual es generado conectado el irradiador a una bomba de vacío, y en aire. Una vez irradiadas las muestras se les sometió al ataque químico con ácido fluorhídrico al 40 %, por diferentes intervalos de tiempo.

La tabla 9 muestra los tiempos de ataque y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo lechoso tanto en aire como en vacío, luego de ser irradiados con partículas alfa y sometidos a la acción corrosiva del HF al 40 %. Para realizar esta irradiación hizo uso de los soportes largos del irradiador alfa, que corresponden a una distancia muestra-fuente de 10 mm.

Tabla 9: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso, irradiada con partículas alfa de la fuente de Am-241 a 10 mm de distancia.

TIEMPO DE ATAQUE QUIMICO (min.)	AIRE	VACIO
12	88,69 ± 13,27	70,34 ± 3,14
24	65,73 ± 14,76	41,09 ± 7,04
36	46,05 ± 4,38	51,8 ± 5,93
48	39,05 ± 2,03	58,94 ± 2,83
60	23,46 ± 1,53	38,66 ± 7,02

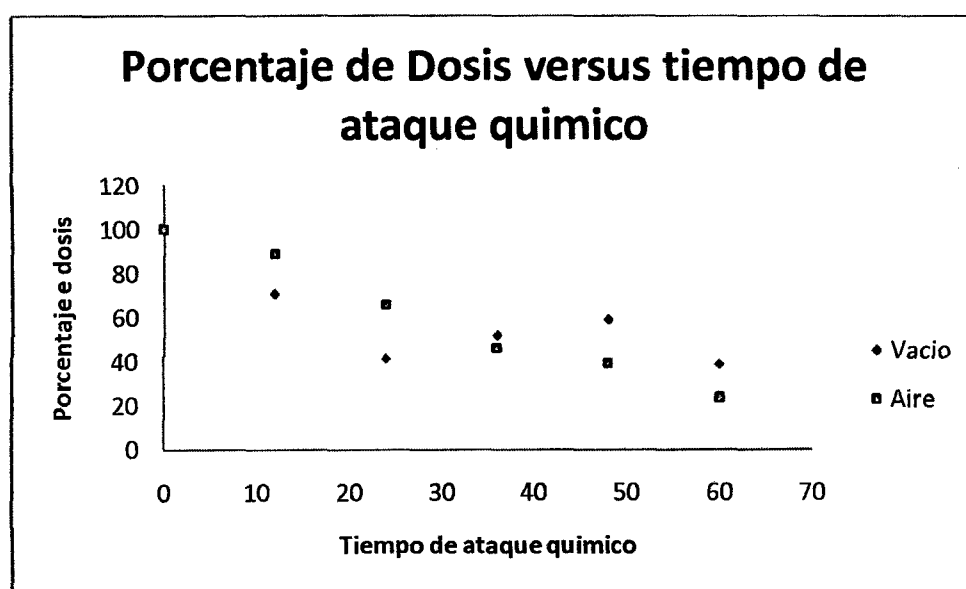


Figura 33 Grafica de dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones usando los soportes largos

La tabla 10 muestra los tiempos de ataque y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo irradiados tanto en aire como en vacío, luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%; los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150 - 250 micrones, nominal. Para realizar la irradiación se usaron los soportes cortos del irradiador, que corresponden a una distancia muestra – fuente de 15 mm.

Tabla 10: Datos obtenidos de la muestra de cuarzo lechoso irradiada con partículas alfa de la fuente de Am-241 a 15 mm de distancia, en aire y vacío.

TIEMPO DE ATAQUE QUIMICO (min.)	AIRE	VACIO
12	30,71 ± 2,56	11,05 ± 1,81
24	26,719 ± 8,43	14,2 ± 3,37
36	16,24 ± 4,08	10,81 ± 1,67
48	15,77 ± 1,28	10,4 ± 2,57
60	10,26 ± 0,43	4,1 ± 1,8

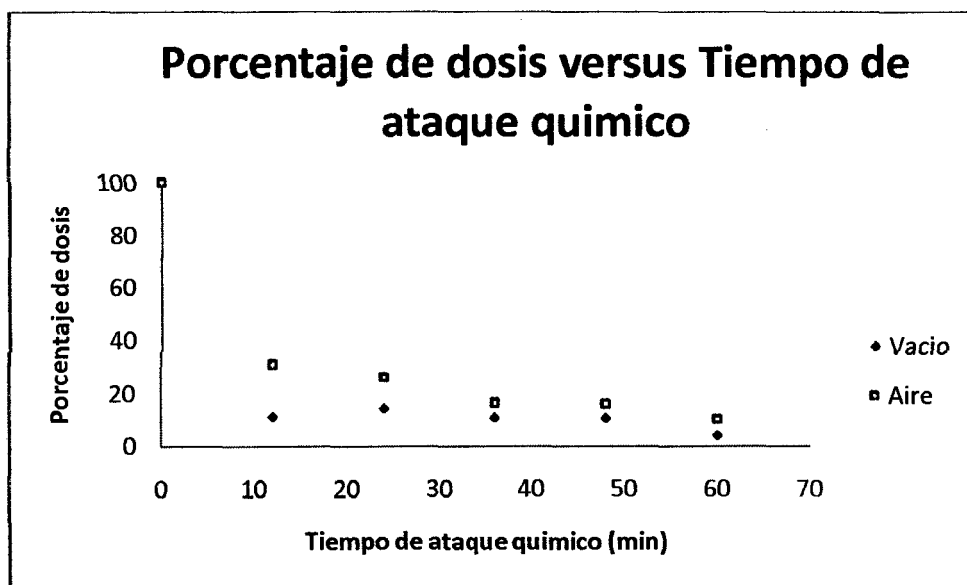


Figura 34 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo lechoso entre 150 y 250 micrones usando los soportes cortos.

La tabla 11 muestra los tiempos de ataque y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo ahumado tanto en aire como en vacío, luego de ser irradiados con partículas alfa y sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%; los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150-250 micrones, nominal. Para realizar la irradiación se utilizaron los soportes cortos del irradiador alfa, correspondientes a una distancia muestra – fuente de 15 mm.

Tabla 11: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado

TIEMPO (min.)	AIRE	VACIO
0	100	100
12	52,81 ± 0,97	93,15 ± 0,65
24	38,99 ± 1,4	66,7 ± 2,8
36	25,14 ± 2,29	49,35 ± 0,38
48	20,48 ± 2,7	33,78 ± 0,53
60	20,3 ± 1,04	23,93 ± 2,11

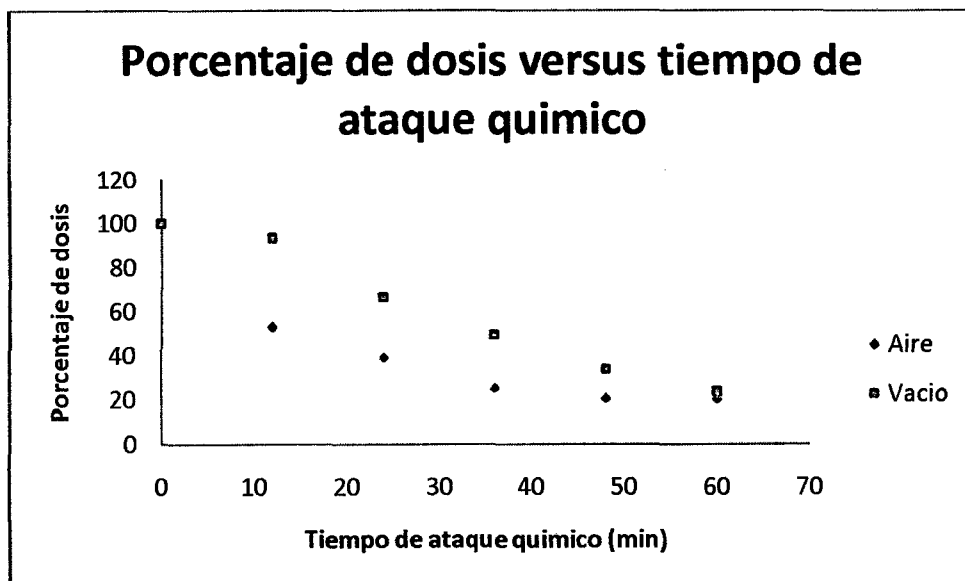


Figura 35 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo ahumado entre 150 y 250 micrones usando los soportes cortos

La tabla 12 muestra los tiempos de ataque y los porcentajes de dosis remanente en los granos de cuarzo ahumado irradiados sobre soportes largos, tanto en aire como en vacío, luego de ser sometidos a la acción corrosiva del HF al 40%. los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150-250 micrones.

Tabla 12: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo ahumado

TIEMPO (min.)	AIRE	VACIO
0	100	100
12	79,41 ± 5,05	95,98 ± 8,12
24	48,95 ± 3,07	84,03 ± 10,89
36	28,35 ± 3,59	64 ± 3,83
48	22,63 ± 2,09	46,37 ± 3,92
60	18,37 ± 2,67	41,43 ± 1,35

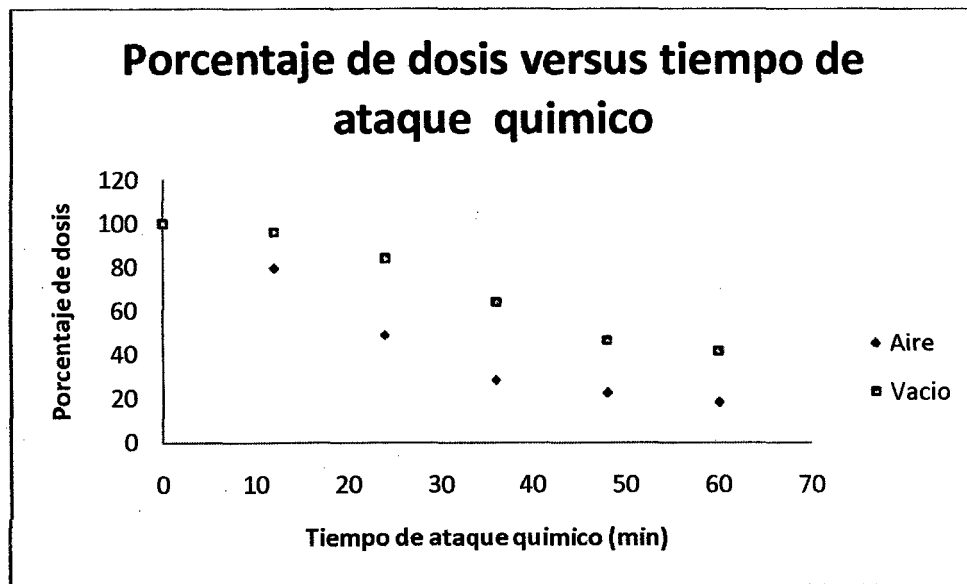


Figura 36 Grafica de la dosis remanente en función del tiempo de ataque para granos de cuarzo entre 150 y 250 micrones usando los soportes largos

A diferencia de lo observado con la dosis absorbida remanente, cuando la irradiación se realizó con la fuente beta, aquí observamos que hay una tendencia marcadamente no lineal. Esto se debería a que la penetración de las partículas alfa en el cuarzo es bastante menor que la de las partículas beta. La distribución espacial de la dosis absorbida ya no se homogénea y por ello la región más superficial del volumen corresponde a la parte del grano que ha absorbido mayor cantidad de dosis.

Notamos también una marcada diferencia en la dosis absorbida cuando se utilizan soportes cortos o largos, y cuando la irradiación se realiza en aire o en vacío. Esta diferencia es atribuible a la energía con la que las partículas alfa alcanzan la superficie de la muestra, llegando a penetrar más o menos y causando mayor o menor desplazamiento de carga eléctrica.

Lo más notable en esta prueba es que en ninguno de los casos el desbastado de la partícula por 60 minutos llega a eliminar completamente la dosis absorbida, teniendo en el peor de los casos 41 % de dosis remanente y en el mejor de los casos 4 %. Esto entra en clara contradicción con el modelo empleado para datación por granos gruesos, que considera 0 % de dosis acumulada por efecto de la irradiación alfa, en la ecuación del cálculo de edad (Aitken, R.)

2.6 Efecto blanqueador de la luz incandescente - bleaching

Esta prueba se realizó sobre muestras de granos con diámetros en el intervalo de 150-250 micrones, nominal de cuarzo lechoso, previamente sometido a annealing.

La muestra fue irradiada 120 segundos con la fuente beta de Sr-90 y los granos fueron expuestos a la luz de un foco incandescente por tiempos de 15 y 60 minutos.

La tabla 13 muestra los diferentes valores del tiempo de exposición y los porcentajes de dosis remanente luego de que los granos de cuarzo han sido expuestos a la fuente de luz incandescente.

Tabla 13: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Tiempo de exposición (min.)	Porcentaje de intensidad
0	100
15	96,22 ± 0,5
60	109,18 ± 3,81

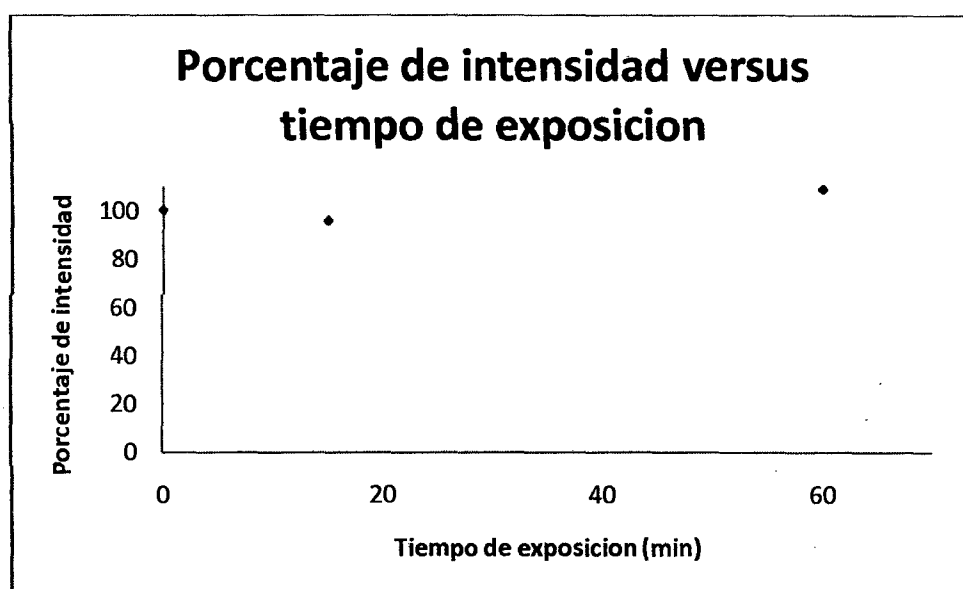


Figura 37 Grafica del porcentaje de intensidad en función del tiempo de exposición a luz incandescente

Se observa que no hay una disminución efectiva de la señal, y por tanto de la dosis acumulada por la muestra, ni luego de una exposición de 60 minutos.

2.7 Efecto blanqueador de la luz solar

Las muestras de cuarzo tratadas como se indicó en 2.6 fueron irradiadas 300 segundos con la fuente beta de Sr-90 para ser expuestas a radiación solar 30, 60 y 90 segundos.

La tabla 14 muestra los tiempos de exposición a la luz solar y el porcentaje de intensidad remanente luego de la exposición.

Tabla 14: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Tiempo de exposición (s)	Porcentaje de intensidad
0	100
30	0,9
60	0,7
90	1,1

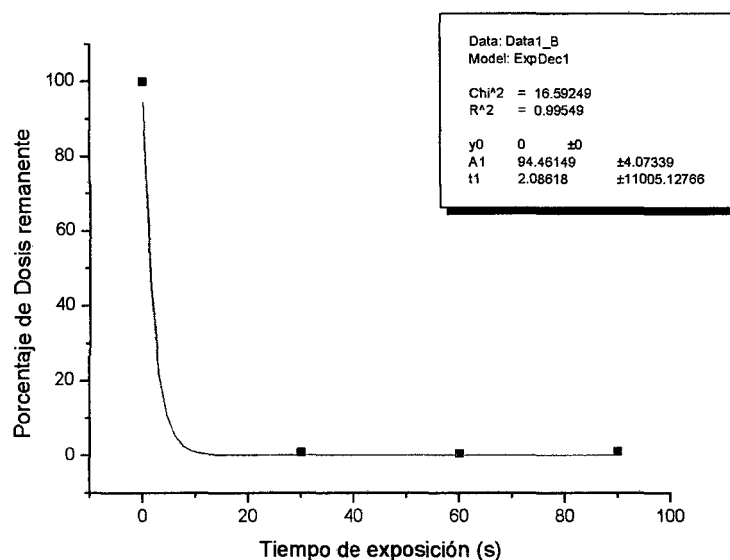


Figura 38 La grafica muestra la relación entre el porcentaje de intensidad remanente y el tiempo de exposición a la luz solar; curva de decaimiento exponencial

Es notable el efecto de blanqueado, o borrado, de la señal con luz solar, lo que justifica el hecho que una arena arrastrada por el viento pueda ser datada utilizando OSL, pues se demuestra que la exposición a la luz solar de menos de 1 minuto tiene el mismo efecto en la señal que un procedimiento de annealing a alta temperatura.

2.8 Efecto blanqueador de la luz ultra violeta

La muestra, tratada como se indicó en 2.6, fue irradiada 120 segundos con la fuente beta de Sr-90 y luego fueron expuestas a luz ultravioleta de longitud de onda 254 nanómetros, por 2, 5, 10 y 15 minutos; para poder realizar la

exposición a la luz UV se realizó un arreglo especial donde ubicar la lámpara y asegurarnos de que la exposición se realice de manera homogénea a todas las alícuotas.

La tabla 15 muestra los diferentes valores del tiempo de exposición y los porcentajes de intensidad, o dosis acumulada, remanente luego de que los granos de cuarzo han sido expuestos a la fuente de luz ultra violeta, los granos originales tenían su diámetro en el intervalo de 150 - 250 micrones, nominal.

Tabla 15: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso

Tiempo de exposición (min.)	Porcentajes de intensidad
0	100
2	13,62 ± 1,41
5	2,74 ± 0,26
10	1,17 ± 0,13
15	0,53 ± 0,06

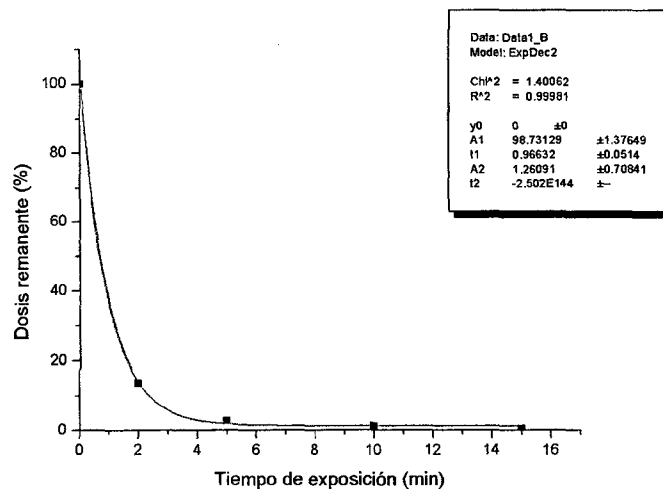


Figura 39 La grafica muestra la relación entre el porcentaje de intensidad remanente y el tiempo de exposición a la luz ultravioleta; curva de decaimiento exponencial

2.9 Efecto de la temperatura de registro OSL sobre la intensidad de la señal

En esta prueba observamos el efecto que tiene sobre la intensidad de la señal OSL, la temperatura a la que se realiza la estimulación.

Las muestras, de cuarzo lechoso, con granos en el intervalo de 150 a 250 micrones, nominal, previamente sometidas a annealing fueron irradiadas 30 segundos con la fuente beta de Sr-90, luego de lo cual se procedió a su lectura OSL, usando el protocolo SAR. Las temperaturas de lectura variaron desde TA (~ 25 °C) hasta 175° C.

La tabla 16 muestra las diferentes temperaturas de lecturas de la señal OSL y la intensidad de las emisiones OSL de la muestra estimulada con las fuentes de luz LED azules.

Las señales se normalizaron para que la medida más intensa corresponda a 100 %, esto ocurrió para la lectura OSL realizada a 50 °C.

Tabla 16: Datos obtenidos en la muestra de cuarzo lechoso, cuando la estimulación OSL se realiza a temperaturas por encima de la TA.

Temperatura de lectura (° C)	Porcentaje de intensidad
0	67,5 ± 5,8
25	95,9 ± 8,3
50	100,5 ± 9,2
75	92,1 ± 8,7
100	69,3 ± 5,9
125	66,4 ± 5,4
150	48,1 ± 4,6
175	25,7 ± 3,8

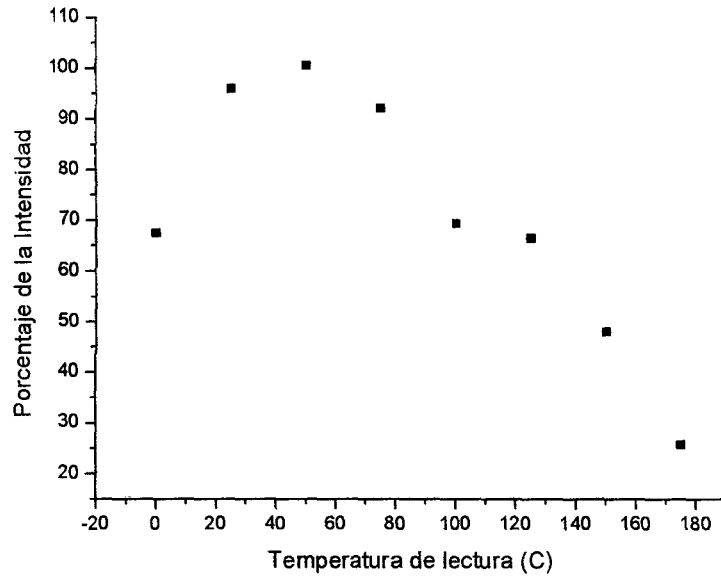


Figura 40 Grafica de la Intensidad integrada de la OSL en función de la temperatura de lectura en ° C.

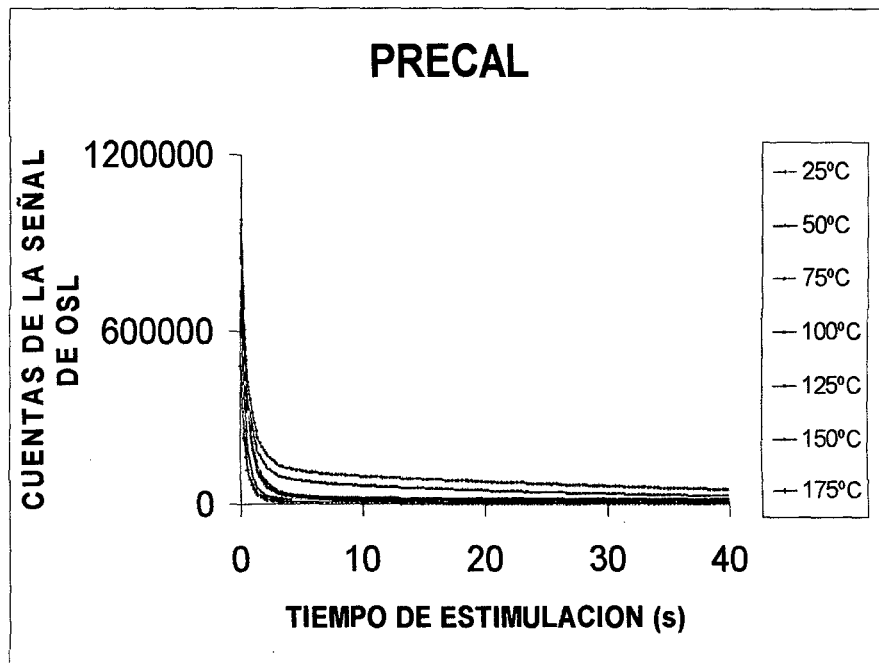


Figura 41 Las curvas mostradas se obtuvieron por la estimulación de las muestras de cuarzo lechoso a temperaturas mayores que la temperatura ambiente. Antes de la estimulación la muestra se mantuvo por 100 s a la temperatura indicada.

Vemos que la señal OSL alcanza su máximo valor cuando se estimula a 50 °C, para luego decaer hasta 25 % del valor cuando se mide a 175 °C. Este incremento inicial se debería a la transferencia de carga desde la trampa de

110 °C, en TL, hacia las trampas que participan en la emisión por OSL. Por ello la recomendación es el registro de OSL a 125 °C.

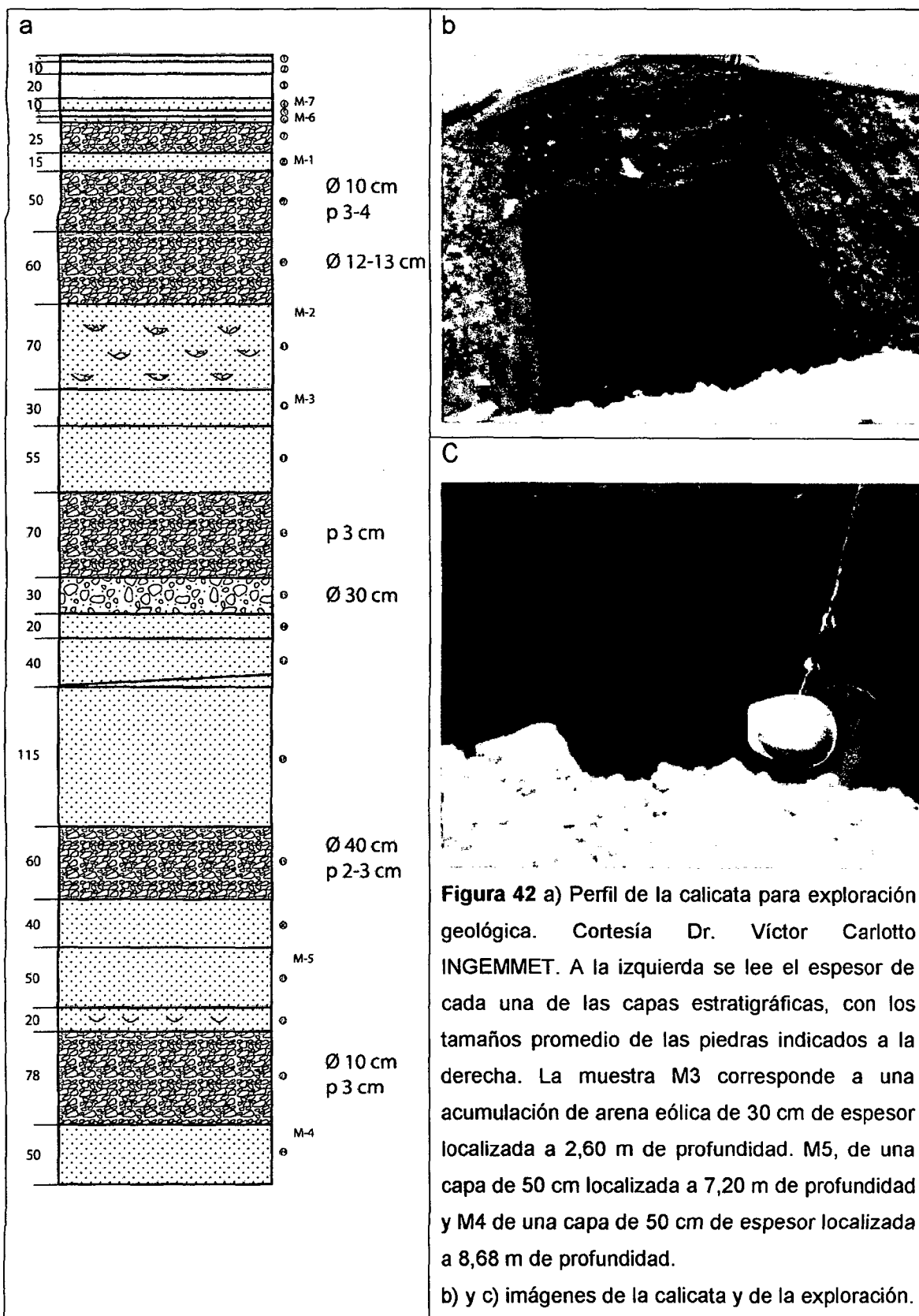
3 Aplicación: Datación de Arenas Eólicas

Como aplicación de los métodos de dosimetría retrospectiva, usando los protocolos SAR y SARA, procedimos a datar tres muestras de arenas de depósitos eólicos provenientes de una calicata excavada para estudio de eventos geológicos. El perfil de la calicata se muestra en la Figura 42^a, y las figuras 42b y 42 c, muestran detalles de la pared de la calicata en la que se observan claramente los eventos de depósito eólico.

La preparación de las muestras consistió en eliminar químicamente los minerales diferentes del cuarzo que forman parte de la arena. Para ello se realizó el tratamiento químico con HCl 1 M, durante toda la noche, para eliminar óxidos y carbonatos. Luego la muestra se enjuagó con abundante agua destilada, y se atacó con HF al 20 % durante 10 minutos en baño de agua helada; este ataque se realiza para eliminar ciertas sustancias que producen reacciones químicas exotérmicas al contacto con el HF al 40 % e incluso hacen hervir la muestra.

Luego se eliminó el ácido y se remojó con HF al 40 % durante 50 minutos. Terminado el tiempo de ataque se volvió a enjuagar con abundante agua destilada y atacó con HCl 1 M, para eliminar fluoruros, se enjuagó y secó.

Posteriormente las muestras fueron tamizadas para separar los granos de cuarzo, inclusiones, con diámetro mayor que 100 micrones.



3.1 ***Método de dosis regenerativa en una sola alícuota – SAR (Single Aliquot Regeneration)***

3.1.1 **Secuencia de medida**

En este método, como se explicó en la sección 1.11, primero se mide la señal natural (N), que se formó en los granos de cuarzo desde que se depositaron luego de su blanqueo por la luz solar. Una vez medida la señal natural, las alícuotas o porciones son irradiadas con diferentes dosis, reconstruyendo o regenerando la señal luminiscente, para construir la curva de calibración en el gráfico de intensidad en función de la dosis. Se hace el ajuste lineal o cuadrático y el valor de la intensidad obtenida de la señal natural (N) se interpola, hallando de esta manera la dosis natural equivalente de dicha muestra (D_e).

Para este protocolo utilizamos cuatro alícuotas, de cada muestra, y los tiempos de irradiación beta, con la fuente Sr-90, empleados en la secuencia de ejecución fueron de 120, 180 y 240 segundos.

La tabla 17 muestra los diferentes tiempos de irradiación, en minutos, y la relación entre la señal luminiscente L_x y la señal luminiscente de prueba T_x , obtenidos de los granos de cuarzo de la muestra 3, luego de ser irradiados por 120, 180 y 240 segundos con radiación beta.

Tabla 17: Datos obtenidos de la muestra 3.

Posición	Dosis (min)	L_x/T_x
30	Natural	3,319
	2	0,968
	3	1,859
	4	2,418
	2	0,861
	0	0,044
31	Natural	3,824
	2	0,892
	3	1,626
	4	2,339
	2	0,887
	0	0,038
32	Natural	2,406
	2	0,842
	3	1,781
	4	2,203
	2	0,856
	0	0,050
33	Natural	3,974
	2	0,904
	3	1,683
	4	2,362
	2	0,952
	0	0,094

Con lo que el cálculo del tiempo de irradiación para obtener la dosis equivalente es de $5,73 \pm 1,01$ minutos.

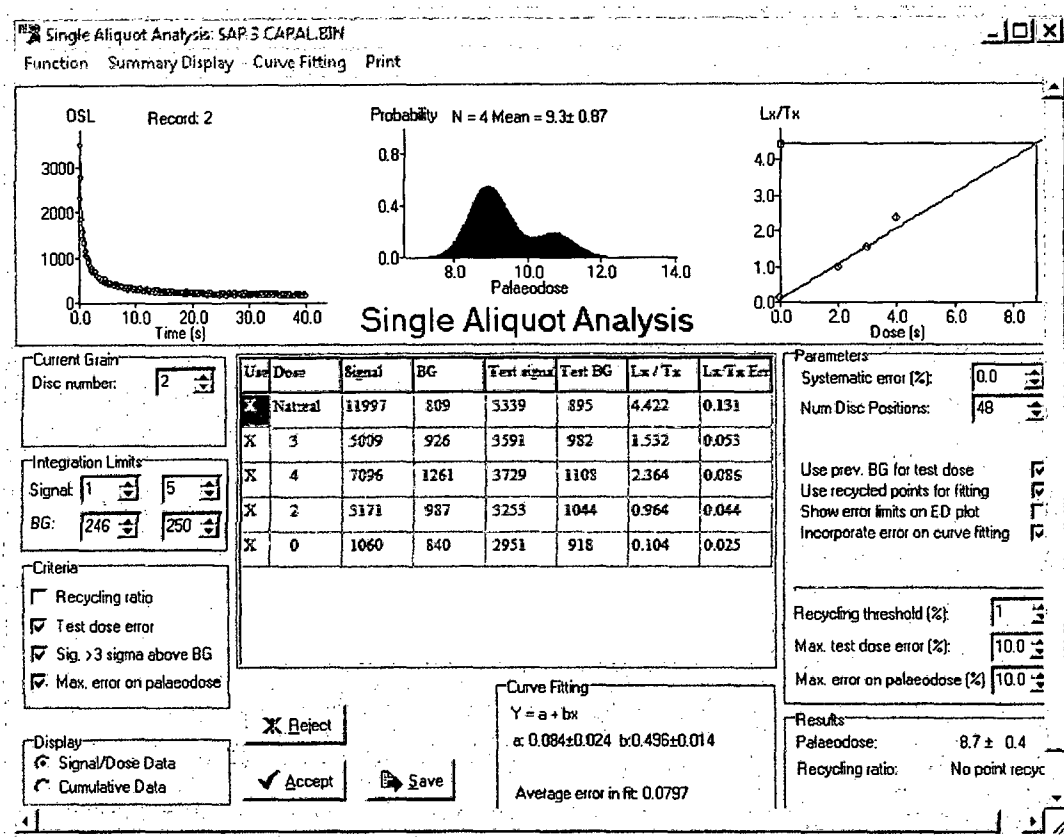


Figura 43: Esquema del display que es usado en el protocolo SAR, el cual muestra la curva de decaimiento, el histograma, y el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso de la muestra 3.

La tabla 18 muestra los diferentes tiempos de irradiación, en minutos, y la relación entre la señal luminiscente L_x y la señal luminiscente de prueba T_x , obtenidos de los granos de cuarzo de la muestra 5, luego de ser irradiados por 120, 180 y 240 segundos con radiación beta.

Con lo que el cálculo del tiempo de irradiación para obtener la dosis equivalente es de $10,72 \pm 1,63$ minutos

Tabla 18: Datos obtenidos para la muestra 5

Posición	Dosis (min)	L_x/T_x
35	Natural	5,674
	2	1,031
	3	1,696
	4	2,544
	2	0,860
	0	0,060
36	Natural	6,053
	2	1,094
	3	1,659
	4	2,413
	2	0,981
	0	0,183
37	Natural	4,259
	2	0,821
	3	1,737
	4	2,450
	2	0,922
	0	0,099
38	Natural	8,852
	2	0,829
	3	1,622
	4	2,563
	2	0,888
	0	0,008

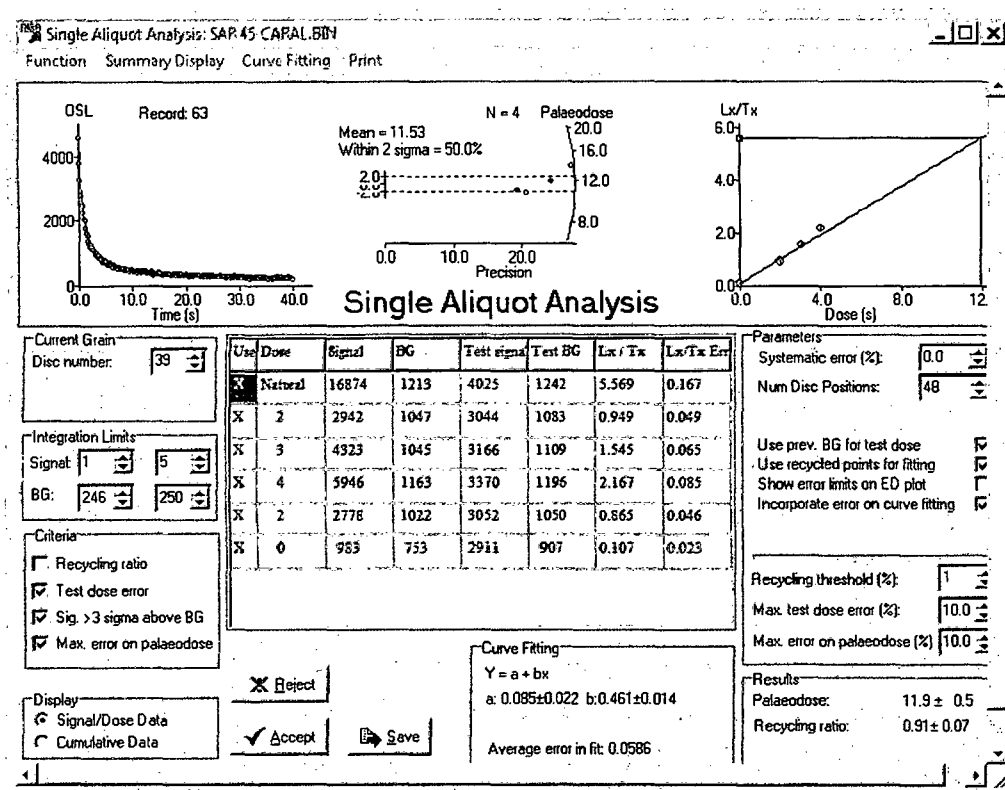


Figura 44: Esquema del display que es usado en el protocolo SAR, el cual muestra la curva de decaimiento, el radial plot y el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso de la muestra 5

3.2 Método aditivo regenerativo en una sola alícuota – SARA (Single Aliquot Regeneration Added)

3.2.1 Secuencia de medida

Como vimos en la sección 1.11.2 este protocolo es algo más complicado y requiere de más tiempo para que el equipo pueda realizar las lecturas correspondientes; además de disponer de una mayor cantidad de muestra.

Así, si se realizan tres irradiaciones de partida, y se utilizan tres alícuotas para cada tiempo de irradiación, se necesitan en total doce alícuotas de cada muestra.

La Tabla 19 muestra los diferentes tiempos de irradiación para las dosis añadidas, en segundos, y la dosis equivalente promedio (en s) calculada en

cada caso mediante el protocolo SAR, cuando las medidas se realizaron en granos de cuarzo de la muestra 3.

Tabla 19: Datos obtenidos para la muestra 3

Tiempo de Irradiación (s)	Dosis calculada por SAR (segundos)
0	256,5 ± 6,93
120	373,8 ± 19,37
180	414,5 ± 11,92
240	435,65 ± 15,16

En la Figura 45 se han graficado estos datos y del análisis de regresión lineal el tiempo de irradiación requerido para la dosis equivalente, usando el protocolo SARA es de $5,98 \pm 0,14$ min.

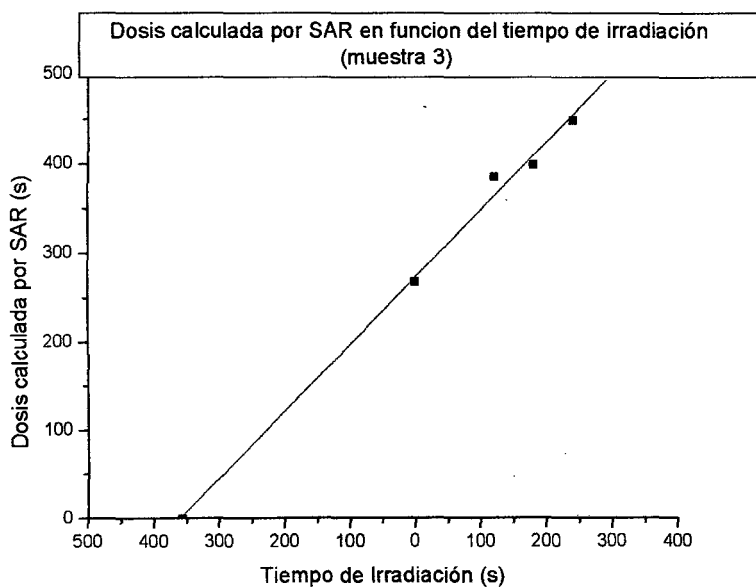


Figura 45 Gráfico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 3 irradiadas en el laboratorio con 0, 120, 180 y 240 s. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas.

La Tabla 20 muestra los diferentes tiempos de irradiación para las dosis añadidas, en segundos, y la dosis equivalente promedio (en s) calculada en cada caso mediante el protocolo SAR, cuando las medidas se realizaron en granos de cuarzo de la muestra 4.

Tabla 20: Datos obtenidos para la muestra 4

Tiempo de Irradiación (s)	Dosis calculada por SAR (segundos)
0	463 ± 40,89
120	586,3 ± 13,20
180	473,9 ± 15,84
240	658,3 ± 17,20

En la Figura 46 se han graficado estos datos y del análisis de regresión lineal el tiempo de irradiación requerido para la dosis equivalente, usando el protocolo SARA es de $11,71 \pm 0,01$ min.

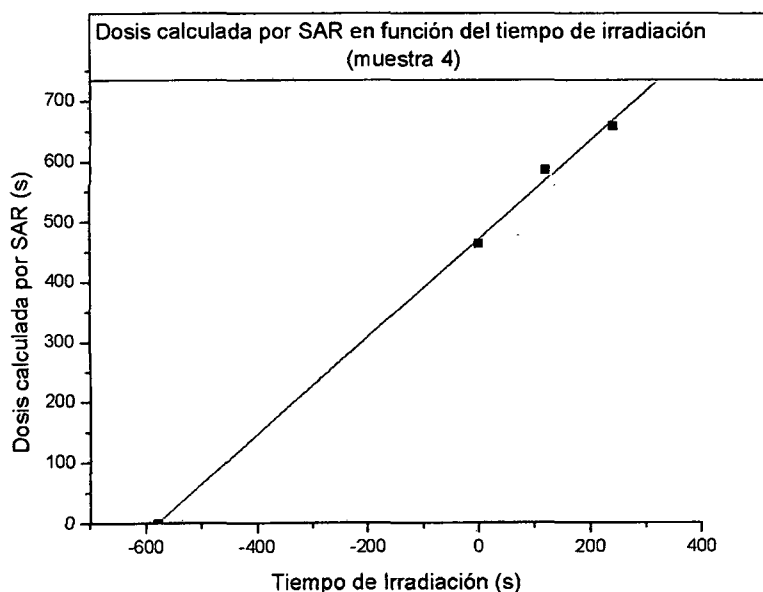


Figura 46 Gráfico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 4 irradiadas en el laboratorio con 0, 120, 180 y 240 s. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas.

La Tabla 21 muestra los diferentes tiempos de irradiación para las dosis añadidas, en segundos, y la dosis equivalente promedio (en s) calculada en cada caso mediante el protocolo SAR, cuando las medidas se realizaron en granos de cuarzo de la muestra 5; luego de ser irradiados por 120, 180 y 240 segundos con radiación beta.

Tabla 21: Datos obtenidos para la muestra 5

Tiempo de Irradiación (s)	Dosis calculada por SAR (segundos)
0	365,9, ± 39,85
120	489 ± 50,73
180	579,4 ± 80,53
240	536,4 ± 0,75

En la Figura 47 se han graficado estos datos y del análisis de regresión lineal el tiempo de irradiación requerido para la dosis equivalente, usando el protocolo SARA es de $9,35 \pm 2,15$ minutos.

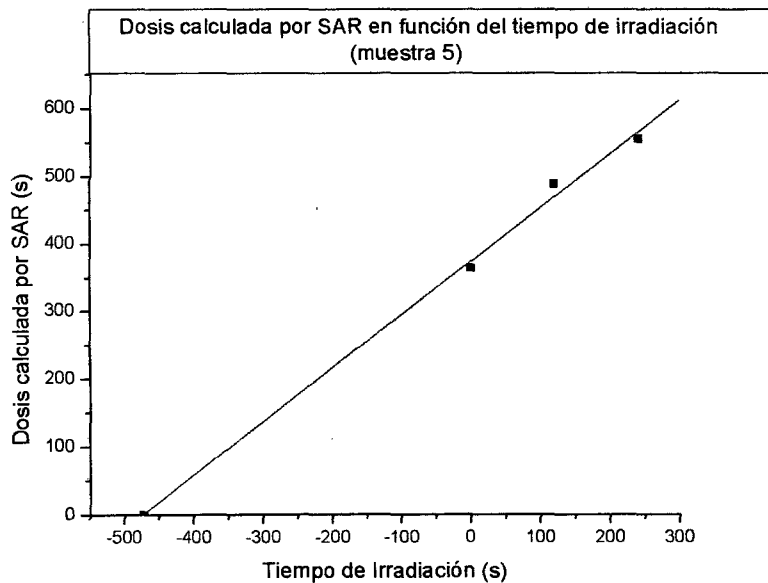


Figura 47 Grafico de la dosis total (natural + añadida) obtenida en segundos mediante el protocolo SAR, para cada conjunto de alícuotas de la muestra 5. La dosis equivalente SARA se obtiene del intercepto de la recta con el eje de las abscisas.

En la Tabla 22 resumimos los tiempos de irradiación necesarios para reproducir la dosis equivalente en las muestras 3, 4 y 5, si la irradiación se realiza con la fuente beta de Sr-90 del laboratorio, que en la calibración aporta 5 Gy en 42,5 segundos.

En la muestra 4 no se reporta el tiempo de irradiación para dosis equivalente por el protocolo SARA, debido a que no se pudo medir correctamente.

Tabla 22 Resumen de los tiempos de irradiación para las muestras 3, 4 y 5

MUESTRA	Tiempo SAR (min)	Tiempo SARA (min)	Diferencia (%)
3	5,73 ± 1.01	5,98 ± 0.14	4,2
4		11,71 ± 0,01	
5	10,72 ± 1.63	9,35 ± 2,15	0,87

3.3 **Medidas de dosis anual y cálculo de la edad de las muestras de arena eólica**

Las medidas para el cálculo de la dosis anual (Gy/año) a la que se expuso la muestra de mineral desde su exposición a la luz solar y enterramiento, se realizaron mediante el conteo alfa y la determinación del contenido de K (potasio) en las muestras.

El conteo alfa consiste en obtener una tasa de conteo, por cada mil segundos (ks), debida a las emisiones alfa de los isótopos que forman parte de las cadenas de decaimiento del Th-232, U-238 y U-235, para convertirlas en tasas de dosis de radiación alfa, beta y gama de esas mismas series.

La medición del contenido de potasio se hace para determinar la contribución a la dosis anual de las emisiones beta y gama del K-40.

En la Tabla 23 se reportan los valores de conteo alfa, contenido de potasio y sus equivalencias en dosis anual, medidas para las muestras 3, 4 y 5.

La dosis equivalente, en gray, se obtuvo al multiplicar la dosis equivalente en segundos por el factor de conversión de 117,65 m Gy/s ¹.

Tabla 23: valores de conteo alfa, contenido de potasio y sus equivalencias en dosis anual, medidas para las muestras 3, 4 y 5.

Muestra	Conteo alfa (c/ks)	% de K	Dosis anual para inclusiones (mGy/año)	Dosis equivalente (Gy) SAR	Edad (años) SAR	Dosis equivalente (Gy) SARA	Edad (años) SARA
M3	8,8	1,6	3,8	40,45	10 644	42,21	11 109
M4	13,1	1,6	4,2	-		82,66	19 681
M5	13,4	1,2	3,9	75,67	19 403	66	16 924

3.4 ***Datación de un fogón***

La siguiente muestra trabajada fue un trozo de la superficie interior de un fogón, que resultó quemada por el fuego en el mismo.

La preparación de la muestra se inició con su limpieza, es decir con ayuda de un pincel se fue retirando todo el polvo y la tierra suelta de la superficie, seguidamente se midió el espesor de la muestra, y se procedió a lijar la superficie para eliminar la parte que fue expuesta a la luz y que recibió radiación del exterior. Se desbastó hasta disminuir el espesor alrededor de 1,5 mm por cada lado, para asegurar de esta manera que solo nos hemos quedamos con la parte de la muestra que no es afectada por su exposición a la luz ni recibió radiación alfa proveniente de fuentes externas. Lo que quedó luego de este proceso se colocó en el mortero donde se le disgregó para posteriormente tamizar y separar los granos según su diámetro.

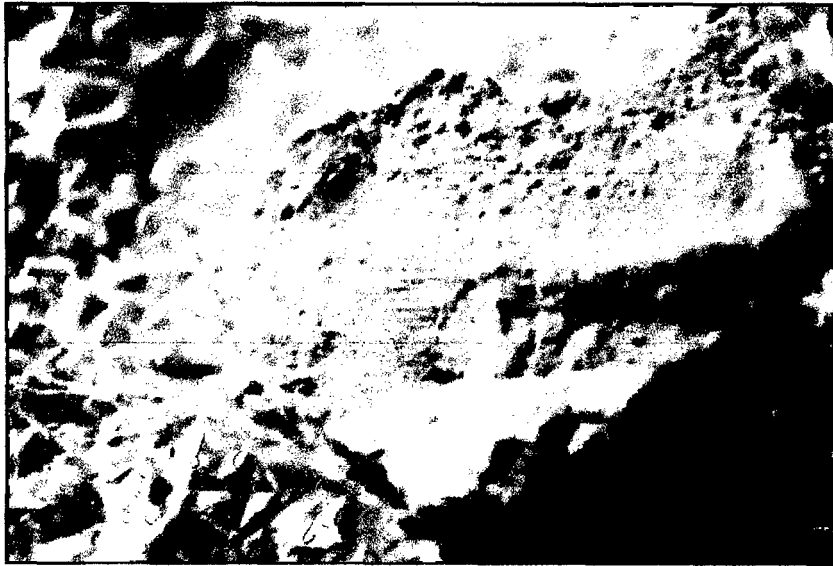


Figura 48 Fragmento de la pared del fogón, antes de trabajarla en el cuarto oscuro. Se observa que la muestra está cocida formando una cáscara gruesa de arcilla cocida, similar a la cerámica, en la que se ve la impronta de la mano de quien aplicó el enlucido.

3.4.1 Dosimetría sobre granos gruesos

3.4.1.1 Preparación de la muestra

Para este proceso se tomaron los granos entre 100 y 150 micrones a los cuales se les sometió a ataque químico con: ácido clorhídrico (HCl) 1 M por 80 minutos, para eliminar los carbonatos y óxidos que no son de utilidad en datación; se le enjuagó varias veces para evitar que queden los residuos de ácido, para luego atacarlo con ácido fluorhídrico (HF) rebajado al 20% por 10 minutos; para eliminar sustancias reactivas en la muestra que al contacto con el HF concentrado (40 %) tengan reacciones exotérmicas o violentas. Luego se le sometió a ataque con HF al 40 % por 50 minutos. Estos dos últimos ataques se realizaron en baño frío, en una vasija con agua helada.

Luego del ataque la muestra se enjuagó repetidas veces, teniendo cuidado de no botar en el agua parte de la muestra, finalmente la muestra se atacó con HCl 1 M por 60 minutos, para de esta manera eliminar los fluoruros que se hayan podido formar durante los ataques realizados. Enjuagamos repetidamente hasta lograr un pH alrededor de 7; finalmente se procedió a secar la muestra dejándola lista para su datación una vez que volvemos a

tamizarla, para asegurarnos de que trabajamos con granos en el rango de 100 a 150 micrones.

3.4.1.2 Secuencia de medida

Como vimos en la sección 1.11.1 primero se mide la señal natural (N), que se formó en los granos de cuarzo desde que se depositaron luego de su blanqueo por la luz solar. Una vez medida la señal natural, las alícuotas o porciones son irradiadas con diferentes dosis, para construir la curva de calibración en el gráfico de intensidad en función del tiempo de irradiación. Se hace el ajuste, lineal; y el valor de la intensidad obtenida de la señal natural (N) se interpola, hallando de esta manera la dosis natural equivalente de dicha muestra (D_e).

La tabla 24 muestra los diferentes tiempos de irradiación, en minutos, y la relación entre la señal luminiscente L_x y la señal luminiscente de prueba T_x , obtenidos de los granos de cuarzo que fueron extraídos de la muestra del fogón, luego de ser irradiados por 60, 120 y 180 segundos con radiación beta.

Tabla 24: Datos obtenidos de la muestra extraída del fogón

Posición	Dosis (min)	L_x/T_x
11	Natural	1,777
	1	1,007
	2	1,748
	3	2,439
	1	0,954
	0	0,024
12	Natural	1,998
	1	1,013
	2	1,751
	3	2,450
	1	0,935
	0	0,025
13	Natural	1,830

	1	0,957
	2	1,675
	3	2,405
	1	0,939
	0	0,029
14	Natural	1,880
	1	0,929
	2	1,680
	3	2,516
	1	0,959
	0	0,027
15	Natural	1,959
	1	0,927
	2	1,699
	3	2,543
	1	0,940
	0	0,028
16	Natural	2,034
	1	0,936
	2	1,702
	3	2,496
	1	0,971
	0	0,026

El análisis de los datos fue realizado a través del programa Analyst 3.04b, el cual nos arroja un tiempo de irradiación promedio de $133,6 \pm 4,28$ s lo que corresponde a $15,71 \pm 0,5$ Gy. Considerando el contenido de K de 2,3 % y 11,6 cuentas por ks, la edad calculada para la muestra, sin considerar la inhomogeneidad del entorno (suponiendo que la muestra hubiera estado enterrada a 30 cm en suelo homogéneo), es $3\ 349 \pm 107$ años.

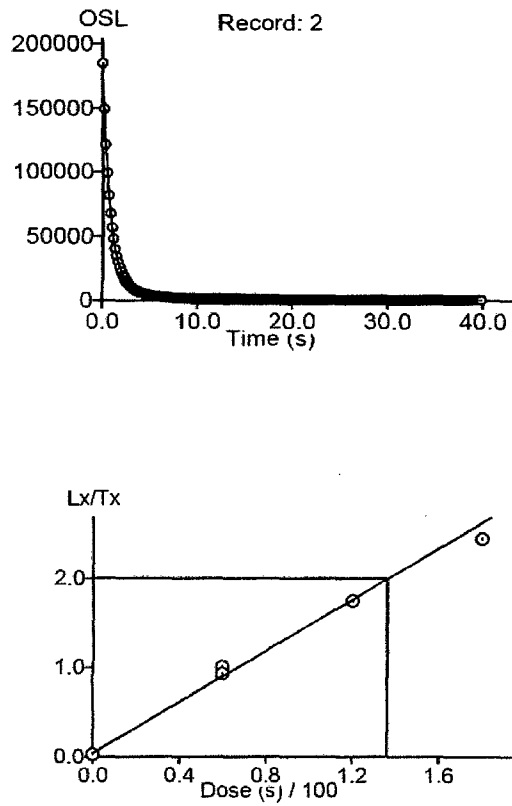


Figura 49 Figura que muestra la curva de decaimiento y el ajuste lineal realizado sobre la alícuota 12 empleada para el cálculo de la dosis

3.4.2 Dosimetría sobre granos finos

3.4.2.1 Preparación de la muestra

Se utilizó la fracción de la muestra que se tamizó y pasó por la malla número 200, es decir granos menores que 74 micrones.

El polvo seco se trató con ácido clorhídrico 1 N por 80 minutos, se enjuagó varias veces. Luego se remojó en peróxido de hidrógeno (agua oxigenada de 50 volúmenes) hasta que la muestra dejó de burbujear, se enjuagó con abundante agua destilada, se dejó secar y se colocó en un tubo de prueba de 15 cm de longitud.

Para la separación de los granos finos (entre 1 y 8 micrones de diámetro) se aplicó el método de decantación. Usando tubos de prueba de 15 cm que

previamente fueron marcados a 6 cm desde su base. Se colocó el polvo seco y se completaron los 6 cm de altura en el tubo con acetona QP, se suspendió el polvo en el líquido con ayuda de un baño de ultrasonido y un agitador de vórtice (vortex shaker). La mezcla se hizo reposar por 2 minutos, tiempo que se requiere para separar los granos mayores de 8 micrones, dejando en suspensión solo los menores que 8 micrones. El sobrenadante se vació en otro tubo y se completaron los 6 cm con acetona limpia, se agitó y se dejó reposar en el porta tubos por 2 minutos, repetimos el procedimiento hasta tener 4 o 5 tubos con el sobrenadante colectado.

Luego en estos tubos se completaron 6 cm de altura de acetona, se agitaron con el baño de ultrasonido y con el agitador de vórtice, dejando decantar la suspensión por 20 minutos, tiempo necesario para que puedan sedimentar los granos cuyo diámetro está entre 1 y 8 micrones. El sobrenadante, con partículas menores que 1 micrón, se desechó y la muestra sedimentada se juntó en un solo tubo para distribuirla en la cantidad de discos de acero inoxidable que se deseaba preparar, esta cantidad de discos fue entre 15 y 20, cantidad recomendable para medidas con alícuotas múltiples.

3.4.2.2 Secuencia de medida

Los discos de granos finos fueron manipulados una vez secos y con extremo cuidado pues debemos tener en cuenta que ya se ha formado sobre estos una fina capa polvo de la muestra; los discos utilizados fueron 6 de los que previamente se tomó el espectro de la señal luminiscente natural (N) y posteriormente fueron irradiados con la fuente de SR-90 por 60, 120 y 180 segundos cuyos valores sirvieron para generar la curva de calibración necesaria para poder realizar el cálculo del factor de corrección usado para el cálculo de la dosis equivalente. El análisis de los datos se realizó utilizando el protocolo de alícuotas múltiples para dosis aditivas.

La tabla 25 muestra la posición de los discos en el equipo al momento de realizar la medida, la dosis añadida y el valor de la intensidad de la señal TL de

cada una de las alícuotas empleadas para el cálculo de la dosis equivalente del fogón mediante el protocolo de alícuotas múltiples.

Tabla 25: Datos obtenidos de la muestra extraída del fogón

Posición	Dosis añadida (segundos)	Integral
4	0	6770
5	0	12044
6	0	8247
7	60	4378
8	60	4081
9	60	5529
10	60	2972
11	120	13887
12	120	13468
13	120	15704
14	120	13483
15	180	18082
16	180	20882
17	180	23241
18	180	12039

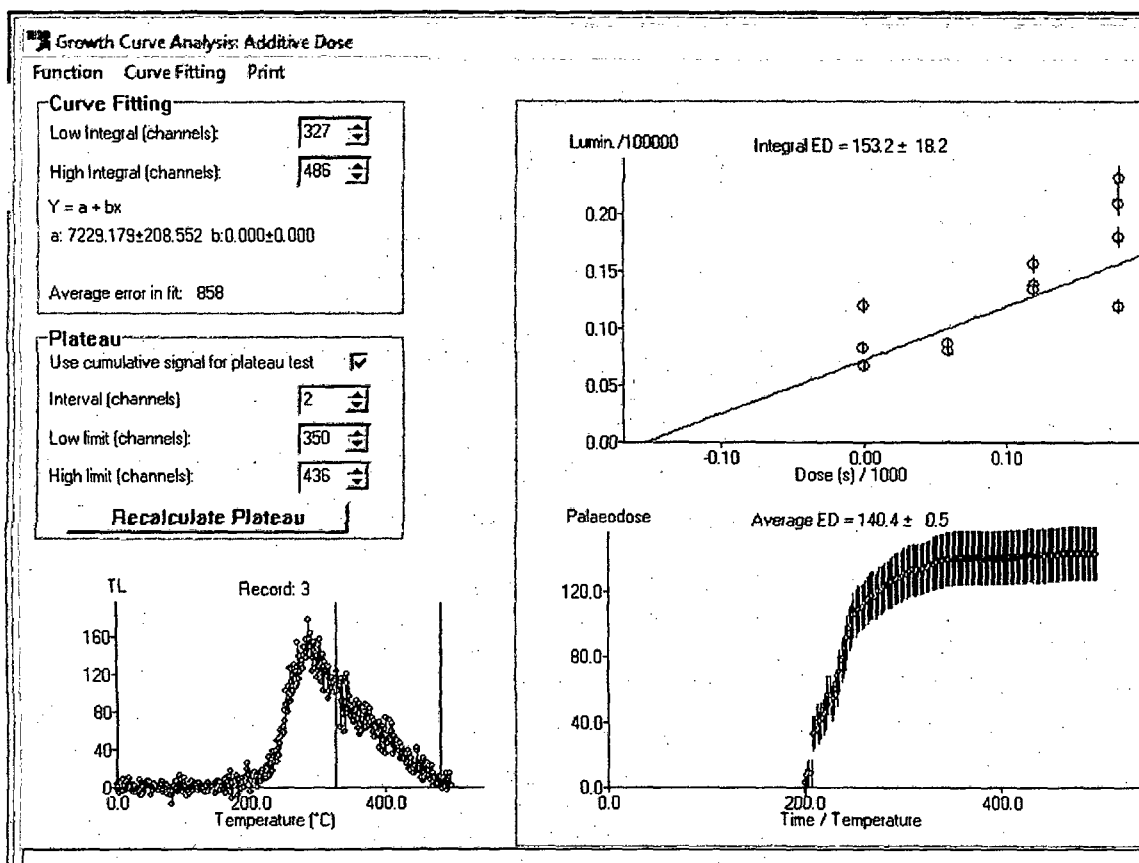


Figura 50 Esquema del display que es usado en el protocolo de alícuotas múltiples en el caso de dosis aditiva el cual muestra la curva de decaimiento, el ajuste lineal que es usado para el cálculo del tiempo en el caso del fogón y la grafica del Plateau

De estas medidas y de su análisis, utilizando el programa Analyst 3.04b, se obtuvo que la dosis equivalente (D_e) es igual a $153,2 \pm 18,2$ segundos de irradiación o equivalentemente $18,0 \pm 2,1$ Gy

La tabla 26 muestra los datos utilizados para el cálculo de la corrección de supralinealidad que se utiliza para corregir la dosis calculada en el programa. El cálculo de la corrección se debe a los posibles cambios de sensibilidad de la muestra al ser calentada durante la lectura de la intensidad TL

Tabla 26: Datos usados para el cálculo de la corrección

Dosis (segundos)	Intensidad TL
60	3379
60	3121
60	4217
60	2580
120	6434
120	7054
120	7758
120	6767
180	11805
180	13254
180	14769
180	9233

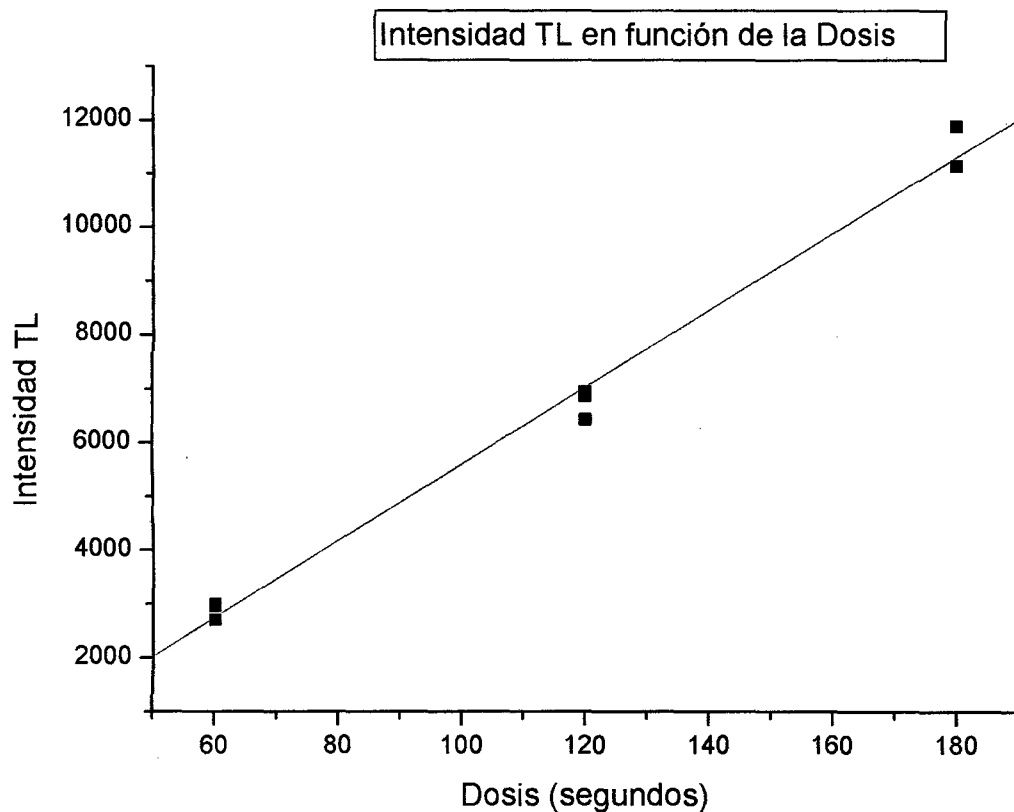


Figura 51 Grafico de la Intensidad TL en función de la Dosis añadida cuyo ajuste lineal es de $y = a + b \cdot x$, donde $a = -2539 \pm 1000$ y $b = 89,68 \pm 7,7$

Con ayuda del ajuste lineal de la figura 51 podemos calcular el intercepto con el eje x valor que representa la corrección de supralinealidad que corresponde a $28,3 \pm 0,48$ segundos.

La dosis equivalente total será por tanto la suma de las dosis calculadas mediante el programa Analyst y la de del factor de corrección de supralinealidad lo que nos da un valor de $181,5 \pm 18,68$ segundos de irradiación o equivalentemente $21,35 \pm 2,2$ Gy

Considerando el contenido de K de 2,3 % y 11,6 cuentas por ks, la edad calculada para la muestra sin considerar la inhomogeneidad del entorno (suponiendo que la muestra hubiera estado enterrada a 30 cm en suelo homogéneo) es 2780 ± 286 años.

4 Recomendaciones y/o Observaciones

- Es recomendable; al momento de triturar la muestra hacerlo con cuidado para no pulverizarlas y obtener una granulometría inferior a la que se requiere.
- Cuando se hizo el tratamiento de ataque químico con HF concentrado por tiempos mayores que 60 minutos se observaron dos hechos interesantes: 1- la formación de una sustancia blanquecina y 2- la variación de la tasa de disminución de tamaño, respecto de la medida para tiempos de hasta 60 minutos. En base a estas observaciones creemos que no se pueden sacar conclusiones, porque habiendo utilizado un volumen de ácido bastante limitado para los ataques (menor que 10 ml) podría haber algún tipo de alteración en el ácido usado. Recomendaremos en este caso volver a hacer la prueba con un volumen mayor de ácido, que garantice de cierta manera que durante todo el proceso no haya cambios en él.
- La exposición de las muestras a los rayos solares se realizó alrededor del mediodía cuando se asume que los rayos solares inciden de manera perpendicular y con mayor intensidad que en cualquier otro momento del día.
- Para el análisis de la dosis remanente cuando se utilizaron partículas alfa, hay que tener en cuenta que los granos de cuarzo han sido irradiados en condiciones ideales, es decir, las fuentes fueron ubicadas cercanas a las muestras, además debemos considerar la energía con la que llegan las partículas al momento de las colisiones.
- En el caso de la datación sobre granos finos poliminerales, con el protocolo de alícuotas múltiples, obtuvimos una edad para el uso del fogón de $2\,780 \pm 286$ años. Es notable la magnitud de la dispersión y la diferencia en casi 600 años con el tiempo estimado utilizando inclusiones de cuarzo, que fue de aproximadamente $3\,349 \pm 107$ años.

5 Discusión y Conclusiones

De todo el trabajo realizado, probando los métodos de preparación de las muestras, los tratamientos y los protocolos de medida podemos resaltar lo siguiente:

- Al someter a una muestra de granos de cuarzo a diferentes tiempos de ataque químico con HF concentrado, el diámetro de las partículas va disminuyendo de manera lineal, según transcurre el tiempo de ataque.
- En el caso de la muestra de cuarzo lechoso la razón de desbastado calculada fue de 0,25 micrones por minuto, sin importar el tamaño inicial de la muestra, mientras que en la muestra de cuarzo ahumado la razón de desbastado calculada fue de 0,35 micrones por minuto. Esto sugiere que la razón de desbastado no es la misma para cualquier muestra de cuarzo, dependiendo muy probablemente del contenido de impurezas, que en este caso es responsable del color del cuarzo usado.
- Para tiempos de grabado entre 60 y 180 minutos, en la muestra de cuarzo ahumado se observa que la velocidad de desbaste es mayor que para tiempos menores que 60 minutos.
- Existe una relación inversa de proporcionalidad entre la concentración del ácido y el tiempo de grabado químico, para obtener el mismo desbaste o pérdida de masa. Así, si se utiliza ácido al 20 % diluido en agua el tiempo de ataque químico deberá ser aproximadamente el doble del necesario si se utiliza ácido al 40 %.
- De la conclusión anterior se desprendería que la velocidad de ataque no depende del tamaño de grano, al menos en el caso del cuarzo lechoso. Sin embargo esto no se observa en la muestra de cuarzo ahumado, ya que para granulometrías en el intervalo entre 100 y 150 micrones la velocidad de ataque medida fue de 0,35 micrones /minuto, mientras que para las partículas en el intervalo de 150 a 250 micrones la velocidad de ataque que obtuvimos fue de 0,45 micrones/minuto.
- Una conclusión importante de este trabajo es que la razón de pérdida de masa, o velocidad de ataque, no es la misma para todos los cuarzos.

Esto explica el hecho, observado experimentalmente, que para el mismo tiempo de ataque la muestra resultante puede estar compuesta por granos más o menos pequeños, e implicaría la introducción de errores cuando se aplican tiempos y fórmulas estandarizados.

- Se comprueba que al someter a los granos de cuarzo a tratamiento químico con ácido fluorhídrico se corroen las capas superficiales de los granos y con estas capas se pierde parte del grano que ha absorbido la radiación ionizante.
- En el caso de la irradiación beta, debido a su rango de penetración en el cuarzo (del orden de mm), al parecer la distribución de dosis absorbida es homogénea en el volumen, por lo que la pérdida de dosis acumulada con el ataque químico es proporcional a la pérdida de masa.
- No obstante hay que resaltar que luego de atacar la muestra por 60 minutos con HF al 40 %, la pérdida de dosis acumulada no es del 10 %, como sugiere la ecuación del cálculo de la edad para inclusiones de cuarzo. Así mientras que en la muestra de cuarzo cristalino la pérdida fue de alrededor del 11 %, en la muestra de cuarzo ahumado esta fue superior al 20 %.
- En el caso de la irradiación con partículas alfa, se verifica que en el vacío el alcance de las partículas es mayor que en el aire, así como que la cercanía de la muestra al emisor también tiene un efecto notable.
- De las gráficas 33, 34, 35 y 36, de dosis absorbida remanente en función del tiempo de ataque químico, podemos deducir que la absorción de dosis en el volumen no es homogénea cuando se trata de partículas alfa. Esto se explica en parte por la poca penetración que tienen las partículas alfa en el cuarzo (entre 10 y 50 micrones), lo que implica que una vez eliminada la capa superficial que ha absorbido más dosis proveniente de partículas alfa no hay gran variación de dosis remanente al eliminar capas más profundas.
- Destacamos que en todos los casos el ataque químico con HF al 40 % por 60 minutos es insuficiente para eliminar totalmente la parte del grano afectada por la irradiación alfa. En el caso más notable, de cuarzo ahumado, la dosis remanente supera el 40 %, poniendo en cuestión la

fórmula del cálculo de la edad usando inclusiones que considera 0 % de dosis alfa.

- Las pruebas de blanqueo óptico con luz incandescente demuestran que hay poco o ningún efecto si la muestra se expone a la luz incluso por tiempos bastante prolongados. Sin embargo consideramos que el uso de lámparas incandescentes con filtros rojos o amarillos para iluminar el local de trabajo es una buena práctica preventiva.
- Todo lo contrario es lo que vemos en el caso de la luz solar, pues una exposición de 30 segundos es suficiente para eliminar el 99 % de la señal luminiscente. Esto contradice lo indicado por Aitken p. 267, en donde indica que para las muestras de sedimentos puede haber una exposición a la luz del día de hasta 10 minutos.
- La exposición a la luz UV también tiene un efecto devastador en la señal luminiscente, aunque en menor proporción que la luz solar, muy probablemente por la intensidad de la lámpara utilizada.
- Sobre el efecto de la temperatura a la que se encuentra la muestra al momento de estimular la emisión ópticamente, observamos que para temperaturas de medida mayores que 50 °C hay una caída importante en la intensidad de la señal, sin embargo la recomendación de hacer el registro a temperaturas mayores que 125 °C debe ser tomada en cuenta, a fin de minimizar la interferencia producida por la captura de electrones en la trampa TL de 110 °C; que por ser muy poco profunda pierde electrones aun a temperatura ambiente y distorsiona la medida cuando la lectura no se hace inmediatamente después de la irradiación.
- La aplicación de los protocolos SAR y SARA en las muestras de arena eólica, datadas, muestra que hay una gran similitud en los resultados, por lo que la aplicación de uno u otro protocolo de medida dependerá de la cantidad de muestra disponible. Así mismo la aplicación de SARA puede ser más conveniente en el caso de muestras relativamente jóvenes que hayan acumulado una dosis tal que la señal OSL sea débil, y por lo tanto al administrar una dosis adicional a la natural el error de medida o la dispersión disminuyan.

- Para las muestras 3, 4 y 5 al aplicarles los métodos de SAR y SARA por separado se verifica que las edades están muy próximas y el error cometido esta entre 5 y 20%.
- En el caso de las muestras de arenas eólicas luego de hacer los cálculos para los cocientes D_0 / ED y $D_3 / (ED + B_3)$ obtenemos los siguiente:

MUESTRA	D_0 / ED	$D_3 / (ED + B_3)$	% DE ERROR
3	0,994	0,973	2,98
4	0,744	0,738	0,81
5	0,959	0,949	1,04

Lo que nos permite afirmar que el cambio de sensibilidad es independiente de la dosis.

- La edad obtenida para el uso del fogón en el caso de inclusiones de cuarzo fue de $3\ 349 \pm 107$ años, cercano al valor obtenido en una datación de C-14 para el sitio arqueológico en donde se encuentra el fogón.
- En el caso de la datación sobre granos finos poliminerales, en el que se utilizó el protocolo de alícuotas múltiples, obtuvimos una edad para el uso del mismo fogón de $2\ 320 \pm 275$ años. Notamos la magnitud de la dispersión y la diferencia en casi mil años con el valor obtenido utilizando inclusiones de cuarzo.
- Esta dispersión notable (de más del 10 %) se atribuiría al uso de granos poliminerales, por lo que la composición mineralógica de las alícuotas de granos finos podría ser inhomogénea. Esto se podría eventualmente superar realizando una estadística mayor, sobre
- Respecto de la edad obtenida, que es casi 30 % menor respecto de la edad obtenida por granos gruesos de cuarzo; esta diferencia también se podría atribuir a la muestra polimineral y especialmente a la presencia de feldespatos, la cual detectamos a través de la lectura OSL excitada con diodos IR (IRSL) que se le realizó a la muestra.

- El uso del protocolo de granos finos no es muy recomendable ya que la muestra podría contener minerales que presenten fading anómalo como en nuestro caso ya que la muestra contiene feldespatos.

6 Bibliografía

- Aitken, M.J 1985 Thermoluminescence Dating 17-29, 41-46
- Aitken M.J. and Smith B.W. (1988) Optical Dating: recuperation after heating. *Quat. Sci.Rev.* 7387-393
- Aitken, M.J (1998) An introduction to optical dating: the dating of Quaternary sediments by the use of Photon- Stimulated Luminescence.
- Askelrod M.S., Lucas A.C Polf J.C and McKeever, S.W.S (1998) Optically stimulated luminescence of Al₂O₃. *Radiat. Meas.* 29, 391-400
- Bailey R.M., Smith B.W. and Rhodes E.J. (1997) Partial bleaching and the decay form characteristics of quartz OSL. *Radiat. Meas.* 27, 123-136
- Ballarini M. (2006) Optical dating of quartz from young deposits: from single-aliquot to single 17-33
- Bøtter – Jensen L., Ditlevsen C. and Mejdahl V. (1991) Combined OSL (infrared) and TL studies of feldspars. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 18, 257-263
- Bøtter – Jensen L. and Duller G.A.T. (1992) A new system for measuring OSL from quartz samples. *Nucl. Tracks. Radiat. Meas.* 20, 549-553
- Bøtter – Jensen L., Jungner H. Mejdahl V. (1993) Recent developments of OSL techniques for dating quartz and feldspars. *Radiat. Prot. Dosim.* 47,16, 643-648
- Bøtter – Jensen L. Poolton N.R.J., Willumsen F. and Christiansen H. (1994a) A compact design for monochromatic OSL measurements in the wavelength range 380-1020 nm. *Radiat. Meas.* 23, 519-522
- Bøtter – Jensen L. Duller G.A.T. and Poolton N.R.J (1994 b) Excitation and emission spectrometry of stimulated luminescence from quartz and feldspars. *Radiat. Meas.* 23, 613-616

- Bøtter – Jensen L. and Mckeever S.W.S. (1996) Optically stimulated luminescence dosimetry using natural and synthetic materials. *Radiat. Prot. Dosim.* 65, 1-4, 273-280.
- Bøtter-Jensen, S. W. S. Mckeever, A. G. Wintle 2003 *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry.* 27-30, 119 – 125
- Chen R. and, Pagonis V. (2011) *Thermally and Optically Stimulated Luminescence: A Simulation Approach*
- Deer W.A., Howie R.A., and Zussman J. *An Introduction to the Rock Forming Minerals*, 457-472, 2nd Edition Longman Scientific and Technical
- Huntley D.J. Godfrey-Smith D.I. and Thewalt M.L.W. (1985) *Optical dating of sediments.* *Nature* 313, 105-107
- Huntley D.J., Godfrey-Smith D.I, and Haskell E.H. (1991) *Light-introduced emission spectra from some quartz and feldspars.* *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 18, 127-131
- Hütt G., Jaek I. and Tchonka J. (1988) *Optical dating: Feldspars 'optical response stimulation spectrum.* *Quat. Sci. Rev.* 7, 381-386
- Mahaney W.C. (1984) *Quaternary dating methods* 153-161
- Mckeever S.W.S. and Morris M.F. (1994) *Computer simulations of optical bleaching of TL and OSL signals.* *Radiat. Meas.* 23, 310-306
- Mckeever S.W.S., Markey B. G. and Akselrod M.S (1996) *Pulsed optically stimulated luminescence dosimetry using α - Al₂O₃:C.* *Radiat. Prot. Dosim.* 65, 267-272.
- Mckeever S.W.S., Bøtter – Jensen L, Agersnap Larsen, N. Mejdahl, V. and Poolton, N.R.J. (1996b). *Optically stimulated luminescence sensitivity changes in quartz due to repeated use in single aliquot*

readout: experiments and computer simulations. *Radiation Protection Dosimetry*, 65 , 49-54

- Mckeever S.W.S., Bøtter – Jensen L, Agersnap Larsen, N. and Mejdahl, (1997a). OSL sensitivity changes during single aliquot procedures. Computer simulations. *Radiat. Meas.*, 27, 75-82.
- Mckeever S.W.S., Bøtter – Jensen L, Agersnap Larsen, N. and Duller, G.A, T. (1997b) Temperature dependence of OSL decay curves: Experimental and theoretical aspects. *Radiat. Meas.* V. 27 p. 161-170.
- Mejdahl V. and Christiansen H. (1994). Procedures used for luminescence dating of sediments. *Quat. Geochron.* 13, 403-406.
- Mejdahl V. and Bøtter – Jensen L, (1997) Experience with the SARA OSL method. *Radiat. Meas.*,27, 291-294
- Murray A.S. (1996) Developments in optically stimulated luminescence and photo-transferred thermoluminescence dating of young sediments. Application to a 2000-year sequence of flood depositis. *Geochim. Et Cosmochinm. Acta*, 60, 565-576.
- Murray, A.S. (1996). Incomplete stimulation of luminescence in young quartz sediments and its effect on the regenerated signal. *Radiation Measurements* 26/2, 221-231.
- Murray A.S., Roberts R.G and Wintle A.G. (1997) Equivalent dose measurement using a single aliquot of quartz. *Radiat. Meas.*,27, 171-184
- Murray A.S. and Wintle A.G. (1998) Factors controlling the shape of the OSL decay curve in quartz. . *Radiat. Meas.*, 29, 65-80.
- Piégay H. (2003) *Tools in Fluvial Geomorphology*
- Poohton N.R.J. and Bailiff I.K. (1989) The use of LEDs as an excitation source for photoluminescence dating of sediments. *Ancient TL* 7, 18-20

- Rendell H.M., Townsend P.D., Wood R.A. (1994). Thermal treatment and emission spectra of TL from quartz. *Radiat. Meas.* 23, 441-449.
- Smith B.W. and Rhodes E.J. (1994) Charge movements in quartz and their relevance to optical dating. *Radiat. Meas.* 23, 329-333.
- Spooner N.A., Aitken M.J., Smith B.W., Franks M. and McElroy C. (1990) Archaeological dating by infrared stimulated luminescence using diode array. *Radiat. Prot. Dosim.* 34, 83-86
- Spooner N.A. (1994) On the optical dating signal from quartz. *Radiat. Meas.* 23, 2/3, 593-600
- Templer R.H. (1985) The localized transition model of anomalous fading. *Radiat. Prot. Dosim.* 17, 493-497.
- Wintle A.G. and Murray A.S. (1997) The relationship between quartz thermoluminescence, photo-transferred thermoluminescence, and optically stimulated luminescence. *Radiat. Meas.* 27, 611-624.