

Radiocarbonio con spettrometria di massa con acceleratore (AMS)

LA TECNICA

La misura della concentrazione residua di radiocarbonio (o ^{14}C) in un qualunque materiale di origine organica permette di risalire all'età di quel materiale. Il campione di cui si vuole misurare l'età deve essere appartenuto ad un organismo che, finché vivente, era in equilibrio, per quanto riguarda il metabolismo del carbonio, con l'atmosfera o con un altro grande serbatoio di carbonio a sua volta in equilibrio con l'atmosfera (per esempio gli oceani). E' possibile applicare il principio della datazione con radiocarbonio anche a quei materiali che, pur non avendo un'origine organica, sono però derivati da un sistema per il quale si può individuare un istante ben preciso in cui è cessato l'apporto di ^{14}C dall'esterno (per esempio le varve).

Dal momento che la misura della concentrazione di radiocarbonio è distruttiva, è fondamentale utilizzare una tecnica che consenta di avere un'alta sensibilità pur permettendo di lavorare con campioni di piccole dimensioni. La tecnica sperimentale che ha queste caratteristiche è la Spettrometria di Massa con Acceleratore (Accelerator Mass Spectrometry, AMS). In una misura AMS, si conta direttamente il numero di atomi di ^{14}C residui, oltre a misurare l'abbondanza degli isotopi stabili ^{12}C e ^{13}C .

Sensibilità tipiche in AMS sono dell'ordine di 10^{-15} , che corrispondono alla possibilità di poter datare campioni vecchi fino a 40000-45000 anni fa. A causa delle fluttuazioni della concentrazione di radiocarbonio in atmosfera come conseguenza dell'attività umana, il metodo di datazione non è risolutivo nel caso di campioni del periodo 1650-1955, mentre permette di fare misure molto precise nel periodo proprio a partire dal 1955 fino ad oggi. Incertezze sperimentali tipiche sulla concentrazione di ^{14}C misurata sono dell'ordine di 3-5%, almeno per campioni moderni e di epoca storica. L'ampiezza del range di età possibili così come valutato dopo aver effettuato la necessaria calibrazione dipende anche dal particolare andamento della curva di calibrazione in quel preciso periodo storico.

I campioni sono pre-trattati chimicamente, poi il carbonio è estratto per combustione sotto forma di CO₂, infine convertita a carbonio solido a costituire la pasticca da inserire nella sorgente dell'acceleratore per la misura AMS.

OGGETTI ANALIZZABILI

- Materiali di origine organica: carboni, legno, semi, fibre tessili (sia di origine animale, sia di origine vegetale), ossa, ...
- Carbonati come conchiglie.
- Carbonio del particolato atmosferico.

ESIGENZE DI CAMPIONAMENTO

La misura è **distruittiva**: dal reperto che si vuole datare è necessario prelevare un campione, la cui massa dipende dal tipo di materiale stesso. Nel caso di campioni in cui il carbonio rappresenta l'elemento maggioritario, come per esempio un carbone, è sufficiente una massa dell'ordine di 10÷20 mg. Nel caso invece di campioni di matrice complessa o per i quali è importante estrarre solo una specifica componente, come nel caso delle ossa, è necessaria una massa molto maggiore (per esempio, proprio nel caso delle ossa, tipicamente almeno 500 mg).

INFORMAZIONI OTTENIBILI E TEMPI DI MISURA

Ciò che si misura direttamente è il periodo trascorso dal momento in cui l'organismo dal quale è originato il materiale datato ha cessato di vivere, cioè il periodo trascorso dal momento in cui si può considerare il sistema sia diventato chiuso. Nel caso della datazione di un campione di osso, quindi, l'età ottenuta coincide con l'evento che tipicamente interessa datare, cioè la morte dell'individuo. Nel caso invece di altri materiali, per esempio una fibra tessile o legno, l'informazione che si ottiene è piuttosto un terminus post quem.

La fase di preparazione dei campioni necessita generalmente da un minimo di due giorni fino anche a 5-6 giorni (a seconda del tipo di materiale e dello stato di conservazione dello stesso). La durata della misura AMS sul singolo campione è dell'ordine di 1 ora. Si tenga presente comunque che, in uno stesso run di misura AMS, oltre al campione incognito, sono misurati anche campioni preparati a partire da materiali con concentrazione di ¹⁴C certificata e nominalmente nulla.

STRUMENTAZIONE DISPONIBILE

Laboratorio di preparazione campioni da organici (CHNet-Fi)

Il laboratorio è attrezzato per il pre-trattamento chimico di campioni derivati da materiali organici. Sono applicate opportune strategie per consentire la rimozione di possibili contaminanti naturali e di origine antropica. E' dotato di una linea di combustione-grafitizzazione che accoppia un analizzatore elementare CHN ad una linea in vuoto dove la CO₂ estratta dal campione è raccolta e convertita a carbonio solido, ovvero grafite, per reazione con idrogeno, a 600 °C e in presenza di ferro utilizzato come catalizzatore. Il sistema è ottimizzato per campioni di carbonio dell'ordine di 600-700 µg (massa della pasticca "finale", dopo la grafitizzazione).

E' inoltre presente anche un laboratorio di preparazione esclusivamente dedicato all'estrazione del carbonio nei campioni di particolato atmosferico e alla sua successiva grafitizzazione.

Linea di fascio AMS (CHNet-Fi)

Una linea di fascio dell'acceleratore tandem da 3 MV installato presso il LABEC (CHNet-Fi) è dedicata alle misure di spettrometria di massa con acceleratore. Le caratteristiche principali della linea si possono riassumere:

- sorgente a sputtering di ioni negativi per campioni solidi (in cui sono montate le pasticche di grafite ottenute al termine della preparazione dei campioni) con possibilità di allocare fino a 58 campioni;
- analisi a bassa energia basata sull'accoppiamento di un analizzatore elettrostatico con un magnete;
- iniezione sequenziale degli ioni carbonio di diversa massa ottenuta con un sistema di fast switching applicato alla camera elettricamente isolata del magnete di analisi;
- stripping al terminale grazie all'interazione con argon (con un sistema per il ricircolo del gas);
- analisi ad alta energia sempre ottenuta accoppiando un magnete con un analizzatore elettrostatico;
- misura, ad alta energia, dell'abbondanza degli isotopi stabili ¹²C e ¹³C (Faraday cup) e dell'isotopo raro ¹⁴C (rivelatore a stato solido);
- possibilità di effettuare anche misure a tempo di volo (TOF).

LINEE DI RICERCA

CHNet-Fi

- Ottimizzazione dei processi di preparazione per la rimozione di resine sintetiche utilizzate in restauri: campioni di legno, tessili, ossa.
- Riduzione della massa minima necessaria per la misura AMS.
- Ottimizzazione della sensibilità di misura, così da migliorare il fondo e quindi poter datare reperti ancora più antichi.
- Applicazione del radiocarbonio a contesti non tradizionali come l'arte moderna e contemporanea.
- Studio dei metodi statistici Bayesiani per la ricostruzione di cronologie complesse.

ULTERIORI INFORMAZIONI

- M.E. Fedi, L. Liccioli, L. Castelli, et al., “*Memory effects using an elemental analyser to combust radiocarbon samples: failure and recovery*”, NIM B 361 (2015), 376–380, <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2015.03.011>.
- M. E. Fedi, L. Caforio, L. Liccioli, et al., “*A simple and effective removal procedure of synthetic resins to obtain accurate radiocarbon dates of restored artworks*”, Radiocarbon 56 (2014), 969–979, <https://doi.org/10.2458/56.16930>.
- L. Caforio, M. E. Fedi, P. A. Mando', et al., “*Discovering forgeries of modern art by the 14 C Bomb Peak*”, EPJ Plus 129 (2014), 6, <https://doi.org/10.1140/epjp/i2014-14006-6>.
- C. Scirè Calabrisotto, M.E. Fedi, L. Caforio, et al., “*Collagen quality indicators for radiocarbon dating of bones: new data on Bronze Age Cyprus*”, Radiocarbon 55 (2013), 472-480, <https://doi.org/10.1017/S003382220005760X>.
- M.E. Fedi, V. Bernardoni, L. Caforio, et al., “*Status of sample combustion and graphitization lines at INFN-LABEC*”, Florence, Radiocarbon 55 (2013), 657-664, <https://doi.org/10.1017/S0033822200057817>.
- M.E. Fedi, L. Caforio, P.A. Mandò, et al., “*May ¹⁴C be used to date contemporary art?*”, Nucl.Instr.&Meth.B 294 (2013), 662-665, <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2012.08.053>.
- M.E. Fedi, L. Carraresi, N. Grassi, et al., “*The Artemidorus papyrus: solving an ancient puzzle with radiocarbon and Ion Beam Analysis measurements*”, Radiocarbon 52 (2010), 356-363, <https://doi.org/10.1017/S0033822200045409>.

- M.E. Fedi, A. Cartocci, F. Taccetti, P.A. Mandò, “AMS radiocarbon dating of medieval textile relics: the frocks and the pillow of St. Francis of Assisi”, Nucl.Instr.&Meth.B 266 (2008), 2251, <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2008.03.003>.
- M.E. Fedi, A. Cartocci, M. Manetti, et al., “The 14C AMS facility at LABEC, Florence”, Nucl.Instr.&Meth.B 259 (2007), 18, <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2007.01.140>.