

ANALES DE LA UNIVERSIDAD DE VALENCIA

CARLOS PAYÁ RIERA

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA
DE POLVO FLUIDIZADO

AURELIA BONET HORTELANO

ESTUDIO DE LA REACCIÓN C^{12} (d, α) B^{10} MEDIANTE
EMULSIONES FOTONUCLEARES

LUIS MIRALLES CONESA

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR
TETRAFLUORURO DE CARBONO

SALVADOR BARBER PÉREZ

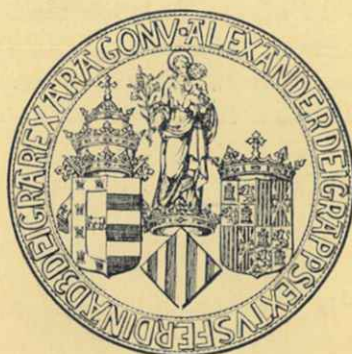
PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN
PROCESO DE PREPARACIÓN DE ARROZ PRECOCIDO Y
EN EL COMPORTAMIENTO DE LAS VARIEDADES

AMANDO GARCIA RODRÍGUEZ

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR
NEÓN NATURAL

JUAN SÁNCHEZ PARAREDA

“SOBRE RUTA MONTANA”



ANALES DE LA UNIVERSIDAD DE VALENCIA

Edita el Secretariado de Publicaciones, Intercambio Científico y Extensión Universitaria.

Aparece cada curso un volumen que comprende fascículos correspondientes a las distintas Facultades.

DIRECCIÓN:

Magnífico y Excmo. Sr. Rector de la Universidad.
Ilmo. Sr. Decano de la Facultad de Filosofía y Letras.
Ilmo. Sr. Decano de la Facultad de Ciencias.
Ilmo. Sr. Decano de la Facultad de Derecho.
Ilmo. Sr. Decano de la Facultad de Medicina.

CONSEJO DE REDACCIÓN:

ILMO. SR. PROF. JOSÉ SANTA CRUZ TELJEIRO, Director del Secretariado.
DON FRANCISCO JOSÉ LEÓN TELLO, Secretario.

VOCALES:

PROF. ENRIQUE COSTA NOVELLA, de la Facultad de Ciencias.
PROF. ANTONIO LLOMBART RODRÍGUEZ, de la Facultad de Medicina.
PROF. ADOLFO MIAJA DE LA MUELA, de la Facultad de Derecho.
PROF. MIGUEL TARRADELL MATEU, de la Facultad de Filosofía y Letras.

Dirección para canje y obtención de publicaciones: SECRETARIADO DE PUBLICACIONES, INTERCAMBIO CIENTÍFICO Y EXTENSIÓN UNIVERSITARIA.
Universidad de VALENCIA.
(España)

ANALES DE LA UNIVERSIDAD DE VALENCIA

CARLOS PAYA RIERA

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA
DE POLVO FLUIDIZADO

AURELIA BONET HORTELANO

ESTUDIO DE LA REACCIÓN C^{12} (d, α) B^{10} MEDIANTE
EMULSIONES FOTONUCLEARES

LUIS MIRALLES CONESA

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR
TETRAFLUORURO DE CARBONO

SALVADOR BARBER PÉREZ

PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN
PROCESO DE PREPARACIÓN DE ARROZ PRECOCIDO Y
EN EL COMPORTAMIENTO DE LAS VARIEDADES

AMANDO GARCIA RODRÍGUEZ

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR
NEÓN NATURAL

JUAN SANCHEZ PARAREDA

“SOBRE RUTA MONTANA”



VOL. XXXIV - CURSO 1960-61
CUADERNO II - CIENCIAS

CARLOS PAYA RIERA

**BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE
LA TECNICA DE POLVO FLUIDIZADO**

Esta Tesis Doctoral, leída en Valencia en diciembre de 1957, obtuvo la calificación de Sobresaliente *cum laude*. Premio extraordinario correspondiente a los Cursos 1956-57 y 1957-58.

El Tribunal de examen estuvo formado por:

Dr. D. Antonio Rius Miró, *Presidente*.

Dr. D. José Beltrán Martínez.

Dr. D. Juan Martínez Moreno.

Dr. D. Luis Gutiérrez Jodra.

Dr. D. Enrique Costa Novella. (Director de la Tesis.)

I. TOSTACIÓN DE VARIOS TIPOS DE CINABRIO: DEDUCCIÓN DE ECUACIONES EMPÍRICAS DE VELOCIDAD

En esta tesis que aquí se resume se da cuenta de los resultados alcanzados al estudiar la tostación del cinabrio en lecho fluidizado, así como la de partículas de grano grueso (no fluidizables) de este mineral que descienden en el seno de un lecho fluidizado de sólido inerte, que actúa simplemente como medio transmisor de calor.

Durante los últimos años han sido muy estudiadas las aplicaciones de la técnica de polvo fluidizado, de interacción entre sólidos y gases, a reacciones químicas diversas de tales características. Particularmente la experiencia adquirida en nuestro laboratorio en algunos de estos estudios (1), (2), (3), (4), (5), (6) y (7) nos indujo a explorar sus posibilidades para el beneficio del cinabrio.

En efecto, imagínese un reactor u horno lleno con ganga de cinabrio agotada de mercurio, pulverizada, mantenida a temperatura adecuada (600-700° C) por calefacción indirecta, y en estado fluidizado mediante una corriente de aire (o bien una mezcla de oxígeno o aire y vapor de agua recalentado, si su uso resultase justificado) de velocidad adecuada. Introdúzcase continuamente en el horno cinabrio virgen pulverizado hasta un tamaño similar al del sólido en el lecho. Puede aceptarse que el SHg se vaporizará y en fase gaseosa reaccionará con el oxígeno del aire para dar SO₂ y Hg libre en estado vapor. Este último se separará del gas efluyente en un condensador junto con el agua procedente de la condensación del vapor de agua si se hubiera utilizado. Sólo restará en estado gaseoso y escapará del condensador el aire introducido con parte de su oxígeno en forma de SO₂. Debido a la velocidad del gas, relativamente pequeña, que se requiere para la fluidización del lecho y a la elevada temperatura de reacción, el volumen de gas efluyente será siempre pequeño (más aún si también se utilizó vapor de agua), reduciéndose al mínimo el tamaño del condensador necesario y también las pérdidas de mercurio por tal concepto.

Naturalmente, también de modo continuo saldría del horno, por un rebo-sadero oportuno, la ganga agotada correspondiente al mineral añadido, te-niéndose así un proceso continuo y con hornos que pudieran resultar más sencillos, económicos y de fácil manejo que los mecánicos actualmente en uso. Se advertirá la importancia de conocer las características operatorias y posibilidades de tal proceso.

Efectuado un estudio exploratorio previo (8) sobre la tostación de un cinabrio rico, ampliamos aquél para cinabrios de naturaleza y riqueza distin-tas, con el fin de investigar la influencia de las distintas variables y deducir datos cinéticos útiles para el proyectado industrial.

APARATO Y TÉCNICA EXPERIMENTAL

Se utilizó el aparato esquematizado en la figura 1, consistente en un reactor tubular vertical de acero níquel-cromo de 1,5 mm. de espesor de pared, 4 cm. de diámetro interno y 1 m. de altura, aislado y calentado eléctricamente en toda su extensión. Tres pares termoelectrónicos, T, situados axialmente a distintas alturas, permitieron el control de la temperatura, y las conexiones laterales, 3, 4 y 5, posibilitaron la adición de los sólidos reaccionantes, cuya buena fluidización se controlaba mediante las tomas de presión, P. El gas, cuyo caudal se regulaba con una válvula de aguja, 1, y se medía con el diafragma, 2, se introducía por la parte inferior. Un ciclón, también de acero, calentado eléctricamente y conectado a la conducción de salida (con otro par termo-eléctrico, T, para controlar su temperatura), permitía la separación de finos sin la condensación prematura de vapor de mercurio. El sistema colector de mercurio, 6, constaba de dos tubos conectados en serie, refrigerados con nieve carbónica y unidos al ciclón mediante una llave troncocónica de acero inoxidable de dos vías (fig. 2), lubri-cada con una suspensión coloidal de grafito, a fin de permitir la toma sucesiva de muestras. Hasta la llave, el sistema estaba calorifugado, haciéndose imposible toda condensación de mercurio antes de ella.

En cada experiencia el reactor se cargó con 1.000 g. de ganga de cinabrio exenta de mercurio (por prolongada fluidización en corriente de aire a temperatura elevada). En el bulbo de vidrio, 3 (fig. 1), se situó una cantidad pesada de cinabrio virgen (5 a 60 g., según la riqueza), diluida con ganga agotada, a fin de aminorar las posibles pérdidas de aquél por su retención en las paredes del tubo de entrada. Haciendo reinar en el bulbo una ligera sobrepresión y abriendo la llave de conexión se conseguía alimentarlo, incorporándolo al lecho en el momento deseado.

Las dificultades de manejo de la llave de dos vías que precedía al sistema colector hizo aconsejable seguir la siguiente técnica operatoria: Por cada adición de cinabrio virgen, desde el bulbo de alimentación, se tomaba una sola muestra, es decir, que si interesaba conocer el mercurio producido al cabo de cuatro intervalos de tiempo, se

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Esquema del aparato utilizado

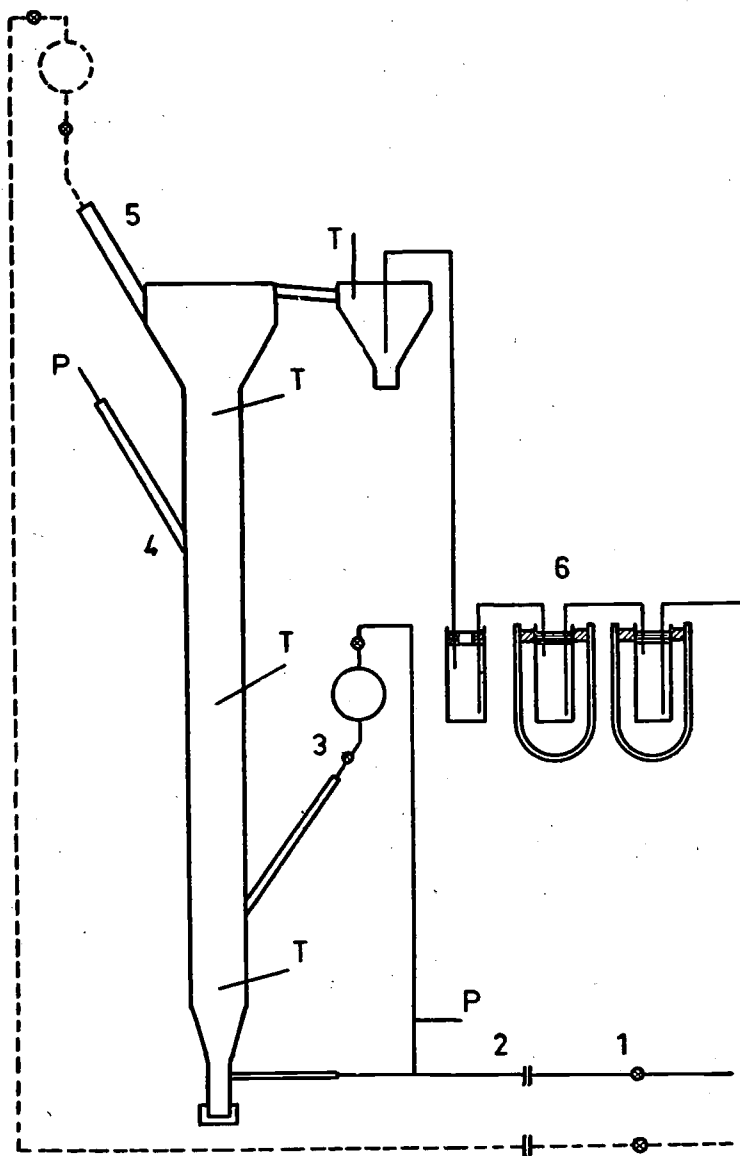


FIG. 1

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

efectuaban cuatro adiciones de cinabrio virgen. Después de cada una de ellas, la llave distribuidora dejaba pasar el gas efuyente al tren de condensación. En el momento que se deseaba interrumpir la toma de muestra, se variaba la posición de la llave, de manera que ésta conectaba con otro sistema condensador similar al anterior, para recoger el exceso de mercurio, pues la nueva adición de cinabrio para la toma de otra muestra no se efectuaba hasta tener seguridad de que se había agotado el mercurio correspondiente a la adición de cinabrio anterior. Una vez acabado el período de agotamiento que sigue a cada toma de muestra, se hacía descender la temperatura del ciclón y tubo de salida a fin de poder lavar con ácido nítrico el tramo vertical del tubo de acero que conectaba la llave con el sistema colector (figura 2), por si adherido a sus paredes quedase algo de mercurio retenido por el polvillo arrastrado, asegurando asimismo el buen funcionamiento de la llave distribuidora para la toma de muestra siguiente; a continuación se restablecía la temperatura del ciclón y tubo de salida, quedando el sistema en condiciones para una nueva toma de muestras, tras la adición de una nueva cantidad de cinabrio virgen. El segundo sistema receptor para los excesos de mercurio correspondientes a cada toma de muestra fue siempre el mismo. Finalmente, se procedía al análisis del mercurio de cada muestra y del receptor general, disolviendo aquél con ácido nítrico caliente y valorándolo con sulfocianuro amónico. Al analizar el sólido residual, después de cada experiencia, por el sensible método de la ditizona, nunca se encontró indicio alguno de mercurio.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS MISMOS

Los resultados obtenidos con tres tipos de cinabrio: de Almadén, con 29,5 % de Hg; el denominado Bacisco, de igual procedencia, con 5 % de Hg, y uno muy pobre de Chovar (Castellón), con 0,46 % de Hg, se presentan parcialmente en las figuras 3, 4 y 5, respectivamente. En ordenadas se ha representado la fracción M/M_0 de SHg que resta en el lecho en cada momento, y en abscisas el tiempo transcurrido, θ , en minutos. Cada curva se refiere a una experiencia conducida del modo indicado y en las condiciones que se especifican en cada figura.

Los datos se obtuvieron deduciendo por análisis el mercurio total condensado en cada intervalo de tiempo, procedente de la oxidación del cinabrio en un reactor de volumen constante, mantenido a temperatura y presión también constantes durante cada experiencia. Por consiguiente, la precisión de los datos obtenidos dependerá de la ausencia de fugas en el aparato, del control de la temperatura, de la efectividad del sistema condensador y de la precisión alcanzable al analizar las muestras. Antes de iniciar cada experiencia se comprobó cuidadosamente la ausencia de fugas en el sistema. La temperatura de reacción se controló con frecuencia a lo largo del lecho y nunca varió más de 5° C. La temperatura del mercurio

condensado se mantuvo suficientemente baja (-20°C), para que su presión de vapor resultase muy pequeña, y aun considerando el volumen total de aire circulado durante cada experiencia (unos 40 litros a 15°C y 1 atm.), las pérdidas por arrastre son despreciables. El error de análisis químico fue el ordinario en este tipo de determinaciones. En todos los casos el balance de mercurio cerró con un error inferior al 3 %.

Los trabajos de otros investigadores y una dilatada experiencia industrial, ponen de manifiesto que la reacción entre el SHg y el O_2 : $\text{SHg} + \text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_2 + \text{Hg}$ es muy rápida a temperaturas superiores a unos 550°C ($\Delta F = -45017$ cal/mol g.). Su velocidad, como es natural, depende de la temperatura y de las condiciones de contacto entre el O_2 y el SHg. Si el mineral fuese compacto y en fragmentos grandes, la posible penetración del oxígeno o la probable difusión de los vapores de SHg y Hg resultarían obstaculizadas y la reacción sería lenta. Si el mineral fuera poroso, la vaporización del SHg y la difusión del vapor serían muy rápidas por encima de 580°C , temperatura a la cual la presión del vapor del SHg es de 1 atm.; al parecer, la reacción por encima de 580°C tiene lugar exclusivamente en la fase gaseosa y es muy rápida. Ahora bien, por debajo de dicha temperatura, la presión de vapor del SHg disminuye rápidamente, es de 50 mm. de Hg a 450°C y de 20 mm. de Hg a 400°C . Por consiguiente, entre 400 y 450°C la vaporización del SHg es lenta y la reacción tiene lugar, sobre todo, en la superficie de los fragmentos del cinabrio, con velocidad tanto más pequeña cuanto más compacto sea el mineral (9).

La tostación del cinabrio produce frecuentemente una cierta cantidad de sulfatos mercurioso y mercuríco, sales que parecen producirse por oxidación directa del SHg. En efecto, se ha demostrado (10) que estas sales se originan a temperaturas de $350\text{-}400^{\circ}\text{C}$ en la superficie de mineral.

Las curvas de las figuras 3, 4 y 5 confirman la rapidez de la reacción por encima de 500°C .

Antes de entrar en la discusión de los datos cinéticos, convendrá representarlos de forma más comparable. Supongamos un cierto número de partículas de SHg, todas de la misma composición, de la misma forma y tamaño y expuestas a igual temperatura, igual presión parcial de oxígeno, idéntica velocidad de aire y dispuestas del mismo modo en el seno de un lecho fluidizado de partículas inertes de cinabrio agotado. Sería lógico esperar que todas ellas reaccionasen con el oxígeno con idéntica velocidad. Expresando tal circunstancia matemáticamente, la velocidad de oxidación

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-1, A-2, A-3, A-4 y A-5

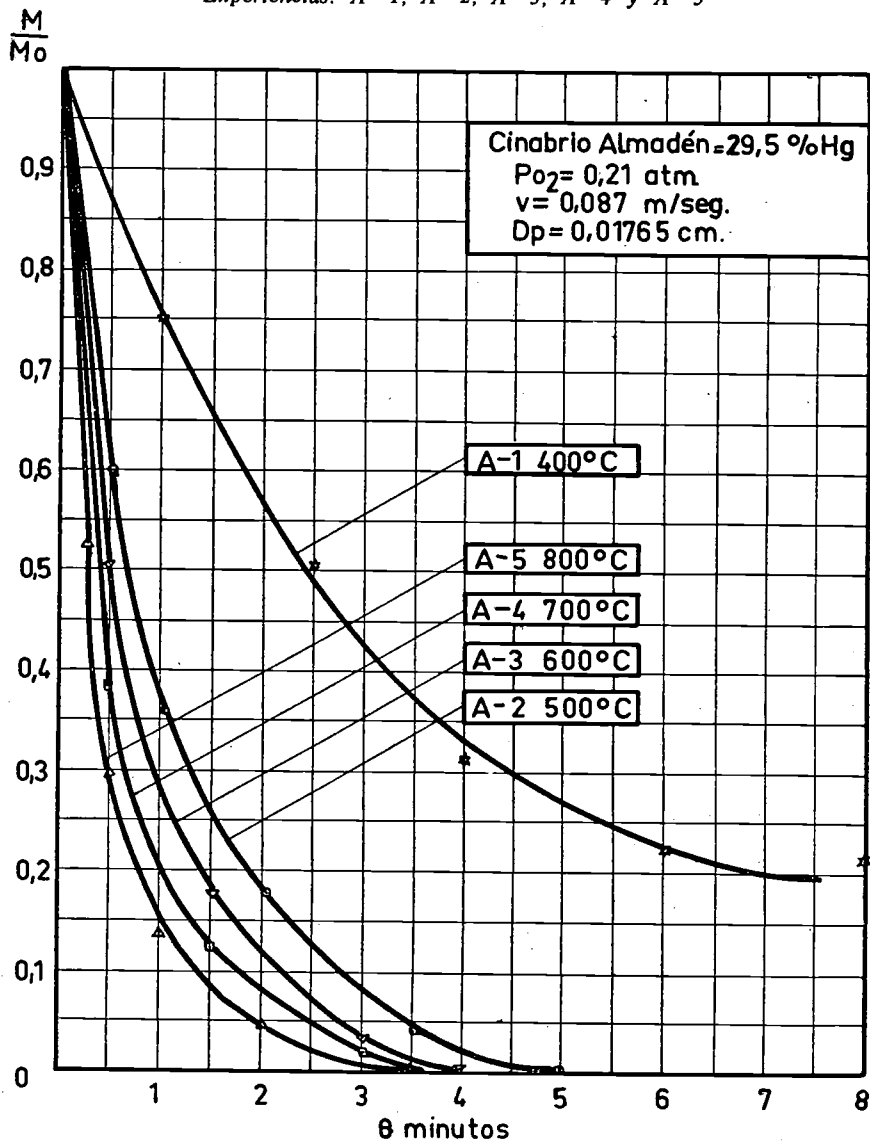


FIG. 3

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-6, A-7, A-8, A-9 y A-10

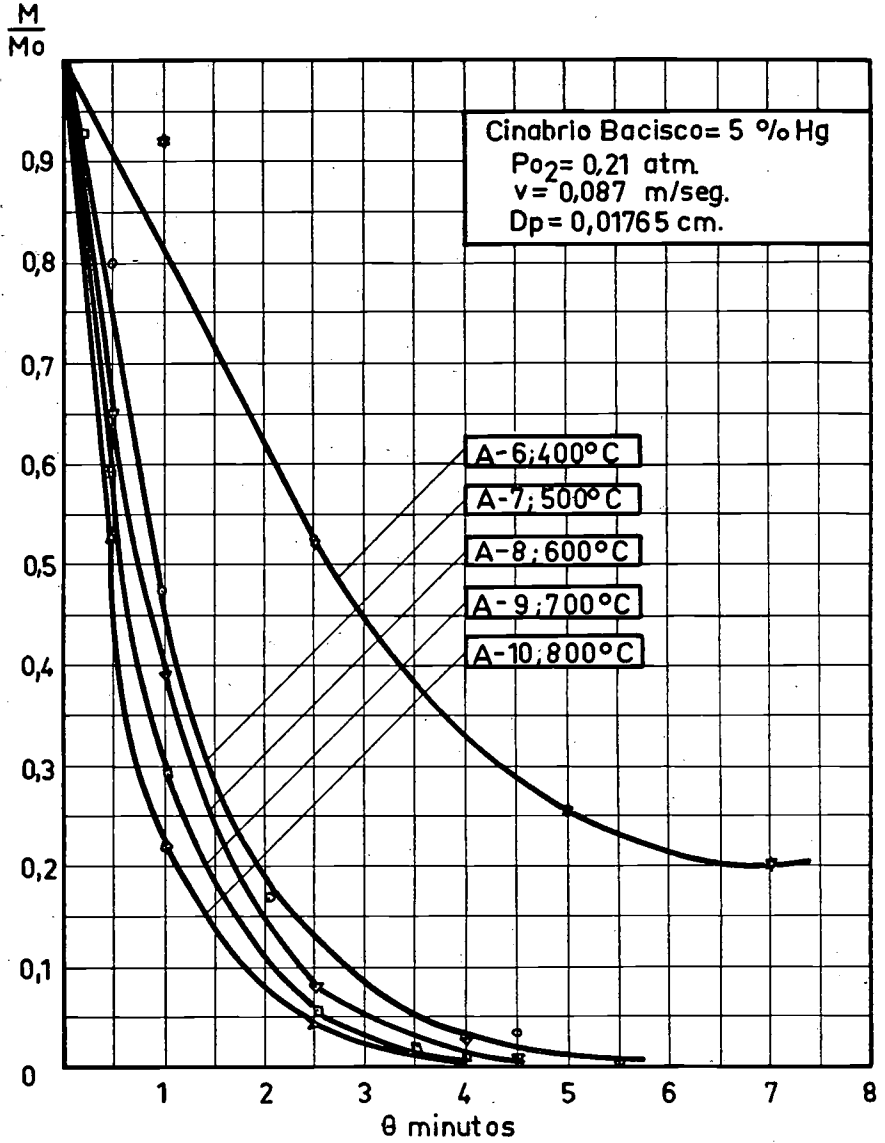


FIG. 4

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-11, A-12, A-13, A-14 y A-15

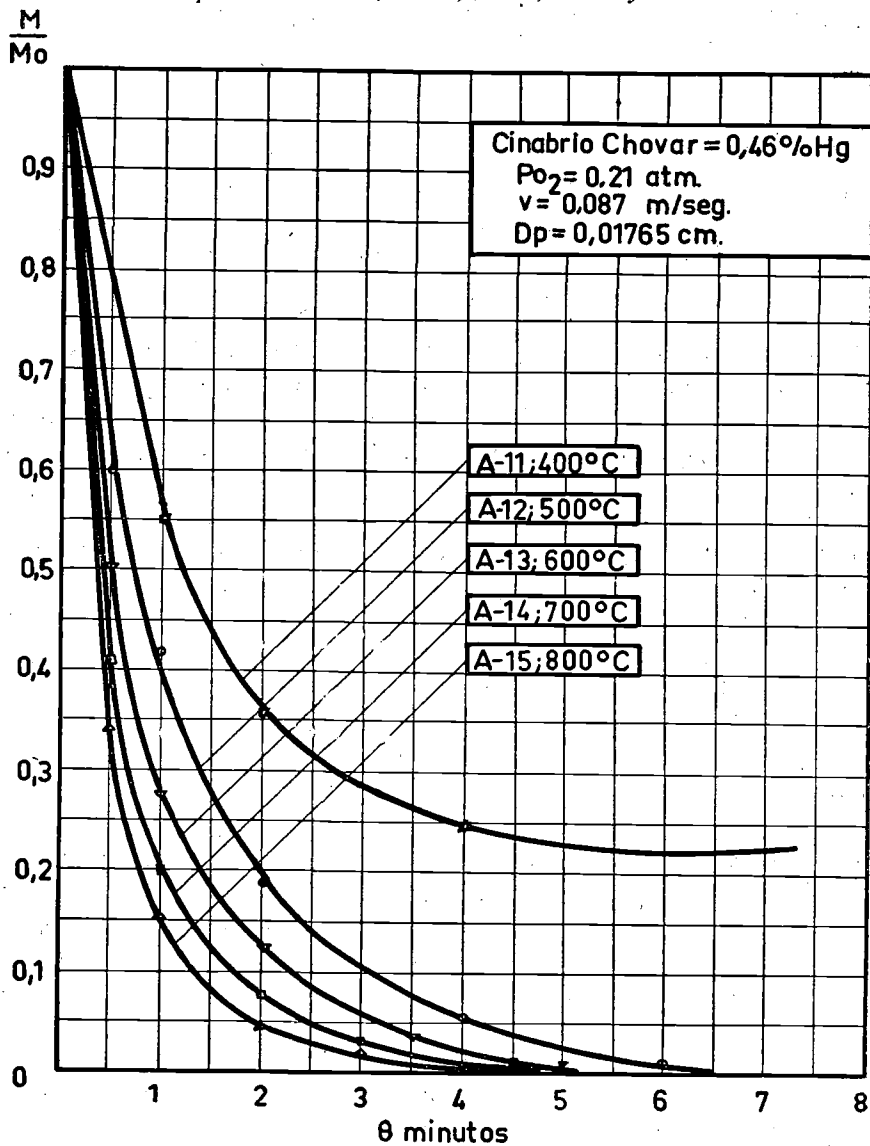


FIG. 5

del SHg, $-dM/d\theta$, habría de ser directamente proporcional al número de tales partículas, o lo que es lo mismo, a M , que representa los moles de SHg presentes en el lecho en cualquier momento, es decir,

$$-\frac{dM}{d\theta} \propto M \quad [1]$$

o sea,

$$-\frac{dM}{M d\theta} = \text{constante} \quad [2]$$

Ahora bien, como quiera que en las experiencias reales no se cumplen todas las hipótesis supuestas, pues había una variación considerable entre los tamaños y formas de las partículas individuales (el tamaño inicial de las partículas oscilaba casi siempre entre 60 y 150 mallas), y además el tamaño de tales partículas sufre variación durante la reacción, etc., en la práctica no se mantendrá rigurosamente la proporcionalidad entre M y $-dM/d\theta$. No obstante, parece lógico que la expresión $-dM/Md\theta$, a la que denominaremos velocidad específica de reacción, siga constituyendo la base más apropiada para un estudio comparativo, puesto que su desviación de la constancia en una experiencia, durante la que las hipótesis supuestas sólo se cumplen en mayor o menor grado, arrojará más luz sobre el curso de la reacción que cualquier otro modo de representar los datos cinéticos.

Fácilmente se adivinará que el tiempo no constituye la variable oportuna frente a la que representar la velocidad específica de reacción acabada de definir, a fin de comparar las diferentes experiencias. Sería mucho mejor encontrar para tal fin una magnitud que represente el estado o condición del lecho en cada momento. En nuestro caso, tal magnitud puede ser la fracción M/M_0 de SHg que en cada momento resta en el lecho, que por una parte representa bien el contenido relativo momentáneo de SHg y por otra, teniendo en cuenta que, como ya quedó expuesto anteriormente, en esta reacción entre un sólido y un gas es probable juegue papel importante la difusión de gases o vapores (O_2 , Hg, SHg) a través de las partículas sólidas, viene a representar en cierto modo el espesor de sólido inerte que debería ser atravesado por difusión.

Se han calculado las pendientes, $-dM/M_0 d\theta$, de las curvas representadas en las figuras 3, 4 y 5 en varios puntos, analítica (puesto que se dis-

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

pone de las fracciones de mercurio recogidas en brevísimos espacios de tiempo) y gráficamente. Bastaba dividir los valores de dichas pendientes, $-dM/M_0 d\theta$, por los de M/M_0 correspondientes, para tener las velocidades específicas, $-dM/M d\theta$. En las figuras 6, 7 y 8 se han representado las velocidades específicas frente a las fracciones M/M_0 para cada uno de los tipos de cinabrio y las mismas experiencias representadas en las figuras 3, 4 y 5. Al estudiar estas curvas se observan los siguientes hechos:

a) La velocidad específica siempre decrece al progresar las experiencias. La variación máxima de la velocidad específica fue inferior a cuatro veces en todos los casos.

b) Es manifiesta la influencia de la temperatura. La reacción tiene lugar a velocidad mucho mayor a temperaturas elevadas. Salta a la vista también la marcada separación entre las curvas correspondientes a experiencias realizadas a 400° C y todas las demás. Posteriormente se considerará este efecto con mayor detalle.

c) Es notable la relación lineal entre la velocidad específica y la fracción M/M_0 de SHg que resta en el lecho, que se observa en el caso del cinabrio de Chovar a casi todas las temperaturas y en el caso de los otros dos a temperaturas bajas.

d) Para temperaturas superiores a 500° C, todas las curvas cortan, debidamente extrapoladas, al eje de ordenadas, poniendo de manifiesto es posible alcanzar el agotamiento total del mercurio del cinabrio cuando la velocidad específica de reacción es aún apreciable (superior a 0,5 aproximadamente). Realmente, en todos los casos se efectuó el análisis del sólido residual y siempre resultó exento de mercurio.

e) En algunas de las experiencias se observa una disminución final de la pendiente de las curvas, para bajos valores de la razón M/M_0 . No hay que olvidar, sin embargo, que la exactitud de los datos experimentales desciende para pequeños valores de dicha razón, ya que entonces la cantidad M de SHg que resta en el lecho sin reaccionar se obtiene por diferencia entre la cantidad inicial M_0 y el SHg reaccionado, que para dichos pequeños valores de M/M_0 se aproxima mucho a M_0 , siendo por tanto M la diferencia de dos números casi iguales, con la inexactitud que ello lleva consigo.

Al intentar explicar el descenso de la velocidad específica de reacción durante cada experiencia, se consideran como causas posibles las dos siguientes: a) variación de la superficie específica de las partículas de cinabrio; b) formación de una capa inerte alrededor del sulfuro mercuríco.

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-1 a A-5

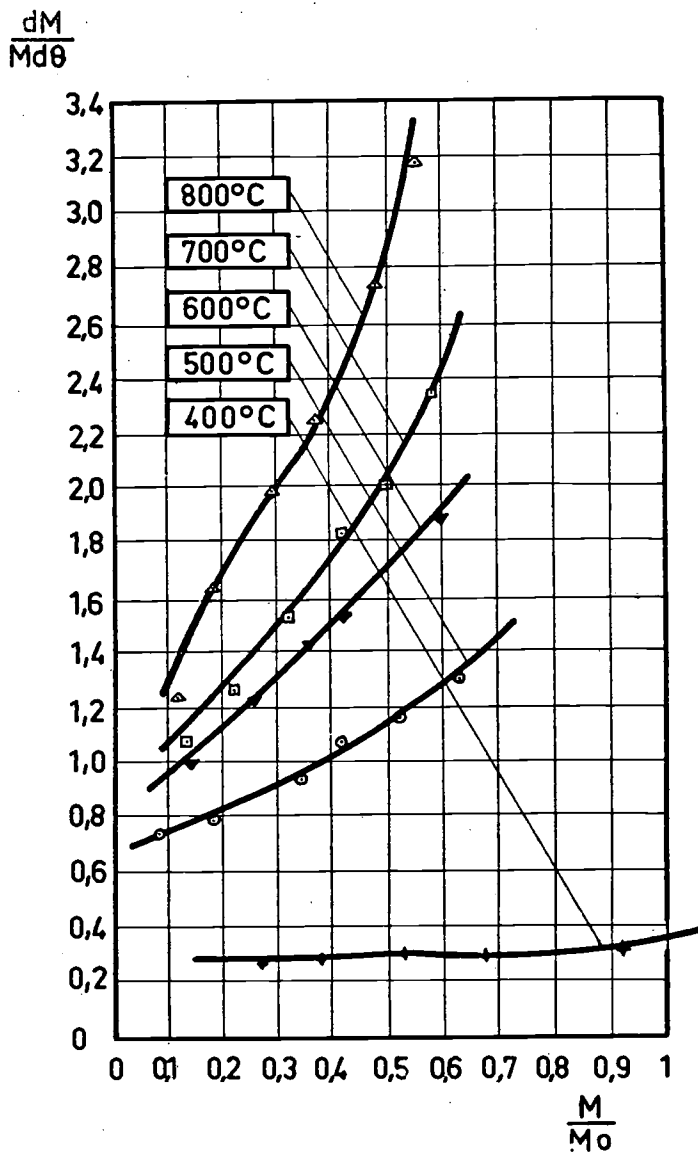


FIG. 6

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O_2 (aire)

Experiencias: A-6 a A-10

$\frac{dM}{M d\theta}$

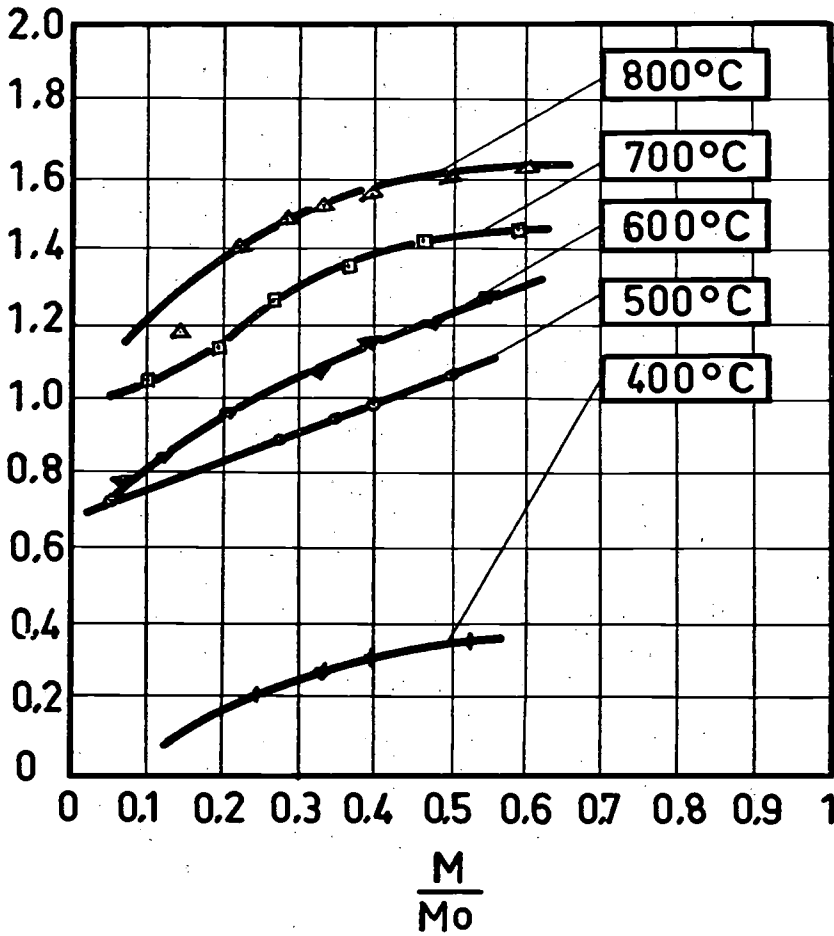


Fig. 7

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-11 a A-15

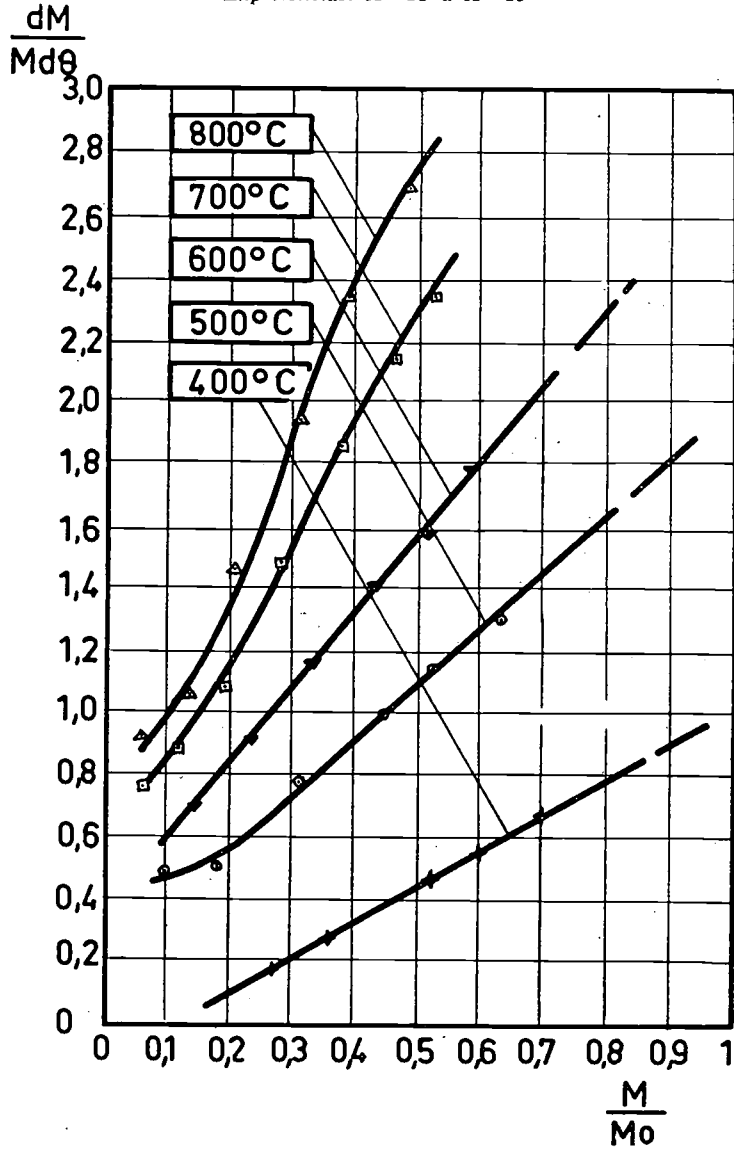


FIG. 8

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

a) *Variación de la superficie específica del sulfuro mercúrico.*—Como en las reacciones heterogéneas la superficie de separación de las fases desempeña un papel fundamental, en un sistema como el nuestro, que contiene partículas sólidas de diversos tamaños, la velocidad de reacción $-dM/d\theta$ pudiera parecer más lógico fuera proporcional a la superficie de las partículas de cinabrio en vez de a la masa M de sulfuro mercúrico, como se supuso anteriormente,

$$-\frac{dM}{d\theta} \propto A \quad [3]$$

o bien,

$$-\frac{dM}{d\theta} = aM \quad [4]$$

representando por a la superficie específica o superficie por unidad de masa de SHg. Es decir,

$$-\frac{dM}{M d\theta} = a \quad [5]$$

Para una partícula individual, la superficie específica crece aproximándose a infinito al consumirse aquélla durante la experiencia. En efecto, si se supusiese partículas de SHg cúbicas o esféricas, la superficie específica aumentaría algo más del doble para un 90 % de conversión. Por tanto, sería de esperar que la velocidad específica se doblase, mientras que la realidad es que decrece.

Sin embargo, como el tamaño de partículas utilizado en nuestras experiencias era bastante variable, las partículas pequeñas tenderían a reaccionar más de prisa, obedeciendo a su mayor superficie específica. Por consiguiente, a medida que la experiencia progresase desaparecerían las partículas pequeñas, quedando las mayores, que totalizarían la mayor parte de la masa, pero con superficie específica pequeña. Así las cosas, la superficie específica podría decrecer en vez de aumentar al transcurrir la experiencia. Ahora bien, como de la carga de SHg inicial se eliminaron las partículas inferiores a 150 mallas, no es probable que la superficie específica disminuyese durante las experiencias. Aunque resulta imposible calcu-

lar la variación real de la superficie específica, puede asegurarse que no explicará el descenso de la velocidad específica de reacción.

b) *Formación de una capa inerte alrededor del SHg.*—Es muy probable que el descenso de la velocidad específica se deba al efecto de bloqueo de una capa de ganga que rodea cada partícula de SHg a medida que éstas se van oxidando. Como ya se insinuó anteriormente, la fracción M/M_0 es un índice del espesor de tal capa inerte responsable de la inactividad aparente del SHg. En nuestro caso, tal capa ofrecería resistencia a la difusión del vapor de SHg desde el núcleo central de las partículas hasta el seno del gas a temperaturas elevadas, y quizá la del O_2 desde el seno del gas al núcleo central de SHg de las partículas, si las temperaturas son bajas. Se comprende que a medida que transcurre cada experiencia aumentará el espesor de la capa de ganga bloqueadora y, por tanto, el efecto que se examina.

Deducción de ecuaciones empíricas de velocidad con fines de proyectado. Los datos cinéticos de las figuras 6, 7 y 8 han sido reproducidos en las figuras 9, 10 y 11 en papel doble-logarítmico. Es notable la relación lineal que se observa entre $\log(-dM/Md\theta)$ y $\log(M/M_0)$ a todas las temperaturas y en los tres tipos de cinabrio investigado. Aunque las rectas resultantes tienen diferentes pendientes y ordenadas en el origen, puede advertirse en el caso del cinabrio de 29,5 % de Hg y en el de Chovar, que tanto unas como otras aumentan con la temperatura. Para el cinabrio Bacisco, las ordenadas en el origen aumentan y las pendientes disminuyen con dicha variable. Las desviaciones para valores de M/M_0 inferiores o próximas a 0,1 pueden deberse a la inseguridad de los datos experimentales a que antes se aludió. Veamos si todas las rectas de las figuras citadas pueden ser representadas por una ecuación empírica general de la forma

$$\log \left(-\frac{dM}{M d\theta} \right) = m \log \left(\frac{M}{M_0} \right) + \log K \quad [6]$$

en la que $m = f_1(T)$ y $K = f_2(T)$.

Representadas las pendientes de las rectas frente a la temperatura absoluta en la figura 12, se obtienen sendas rectas. Las ecuaciones de las mismas son:

Cinabrio Almadén 29,5 % Hg	$m = 0,000625 T - 0,051$	[7]
" " "Bacisco"	$m = 0,562 - 0,000371 T$	[8]
" Chovar	$m = 0,0000775 T + 0,585$	[9]

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-1 a A-5

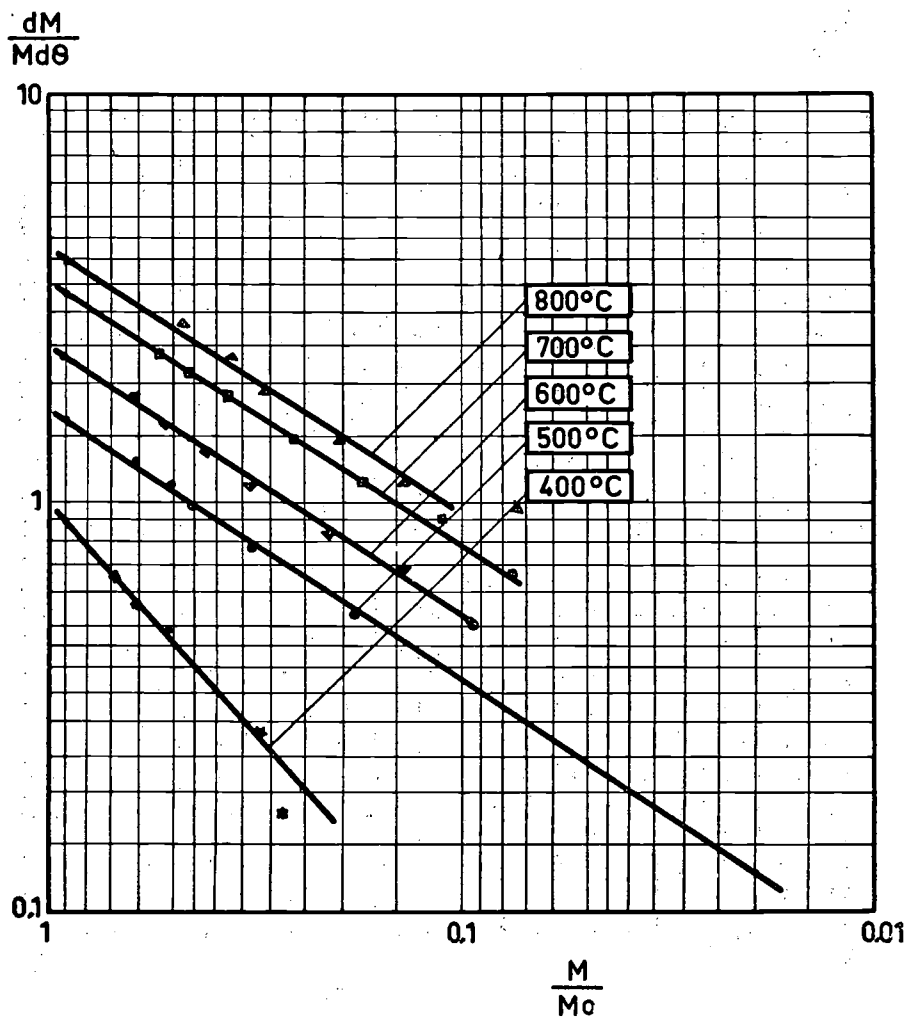


FIG. 9

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-6 a A-10

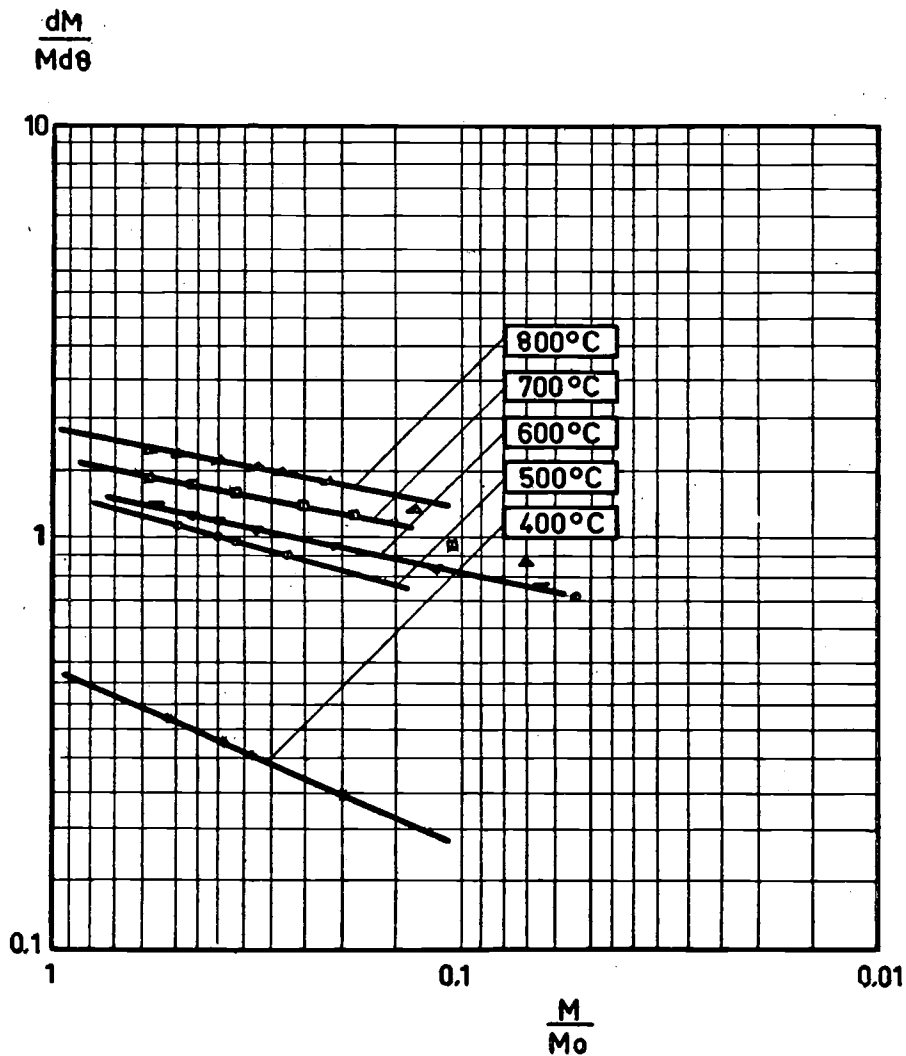


FIG. 10

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-11 a A-15

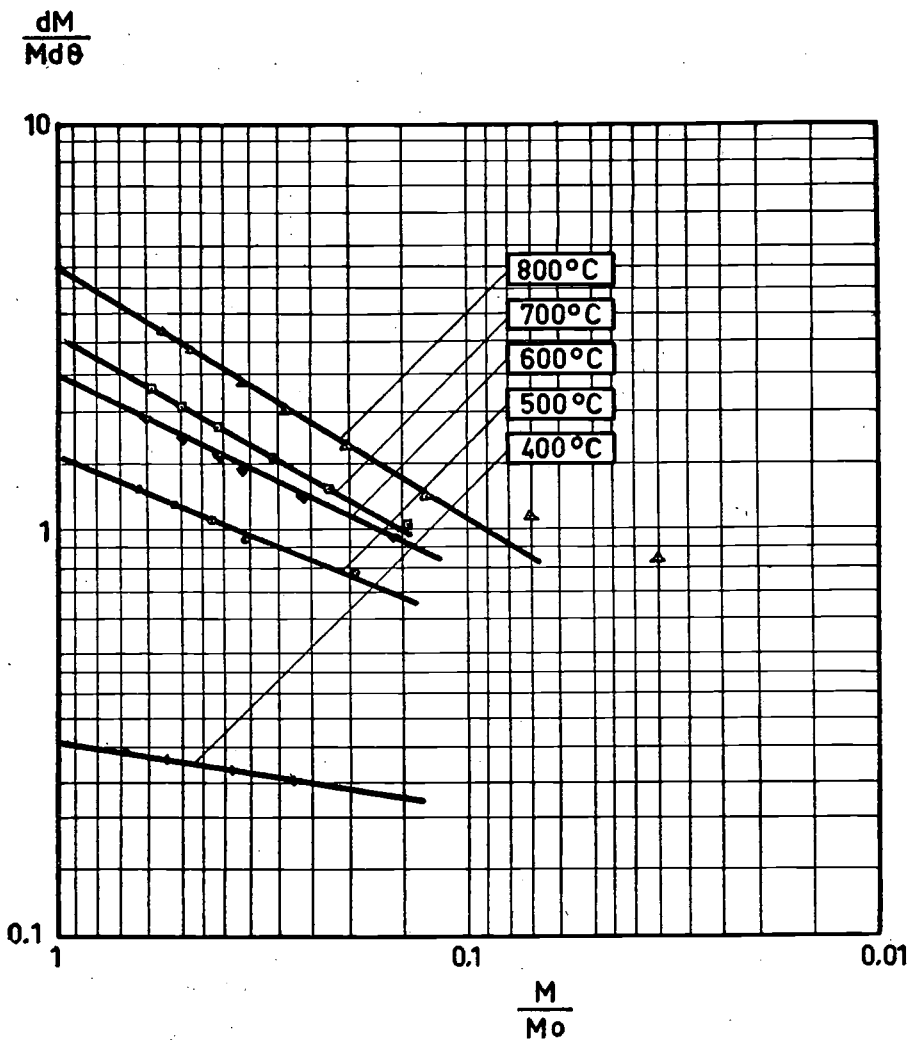


FIG. 11

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

m

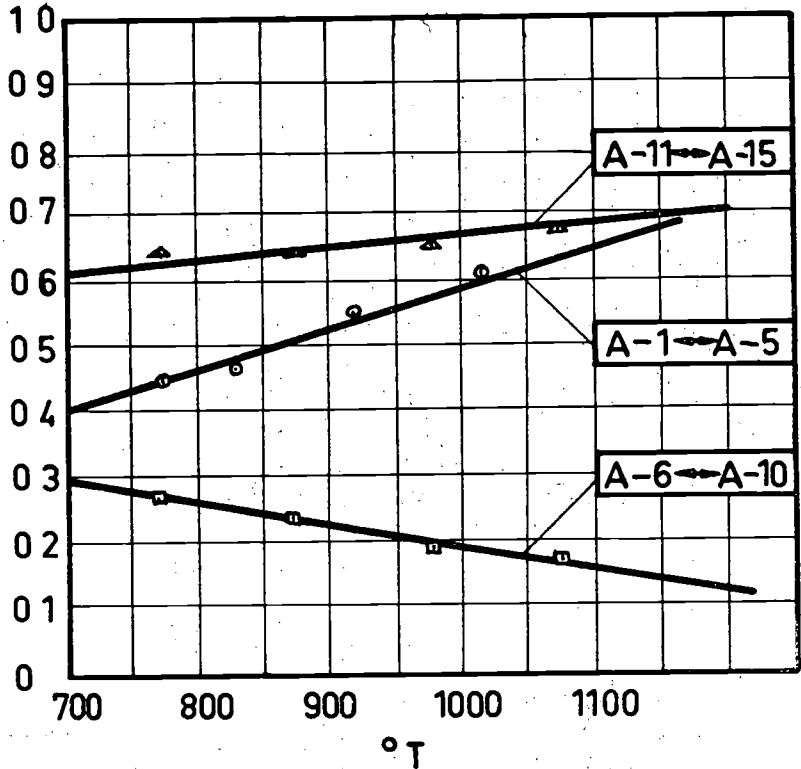


FIG. 12

De la ecuación [6] se deduce que $K = -(dM/Md\theta)$ para $M/M_0 = 1$. Por consiguiente, se calcula K a diferentes temperaturas leyendo los valores extrapolados de la velocidad específica $-dM/Md\theta$ correspondientes a $M/M_0 = 1$. Los valores de K de esta manera deducidos se han representado frente a $1/T$ en la figura 13. Se obtienen también rectas para cada uno de los cinabrios, cuyas ecuaciones son:

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

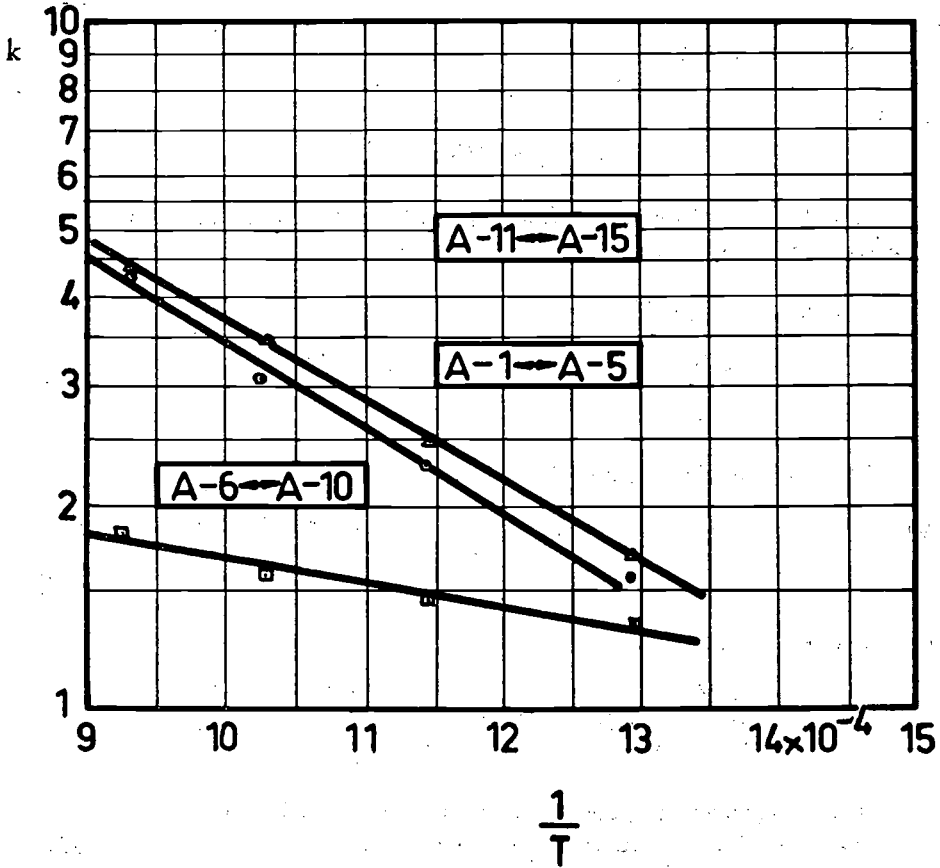


FIG. 13

Cinabrio Almadén 29,5 %:

$$\log K = \log 45,8 - 1125/T$$

o bien,

$$K = (45,8)(10)^{-1125/T} \quad [10]$$

Cinabrio Almadén "Bacisco":

$$\log K = \log 4,2 - 400/T$$

o bien,

$$K = (4,2)(10)^{-400/T} \quad [11]$$

Cinabrio Chovar:

$$\log K = \log 58,1 - 1188/T$$

o bien,

$$K = (58,1)(10)^{-1188/T} \quad [12]$$

La ecuación general [6] podrá expresarse, pues, para cada uno de los cinabrios, de la siguiente forma:

Cinabrio Almadén 29,5 %:

$$-\frac{dM}{M d\theta} = (45,8)(10)^{-1125/T} \left(\frac{M}{M_0} \right)^{0,000625T - 0,051} \quad [13]$$

Cinabrio Almadén "Bacisco":

$$-\frac{dM}{M d\theta} = (4,2)(10)^{-400/T} \left(\frac{M}{M_0} \right)^{0,562 - 0,000371T} \quad [14]$$

Cinabrio Chovar:

$$-\frac{dM}{M d\theta} = (58,1)(10)^{-1188/T} \left(\frac{M}{M_0} \right)^{0,0000775T + 0,585} \quad [15]$$

Estas ecuaciones empíricas representan la relación existente entre la velocidad específica de reacción y la fracción de SHg que resta en el lecho en cada momento durante la tostación de los cinabrios con aire.

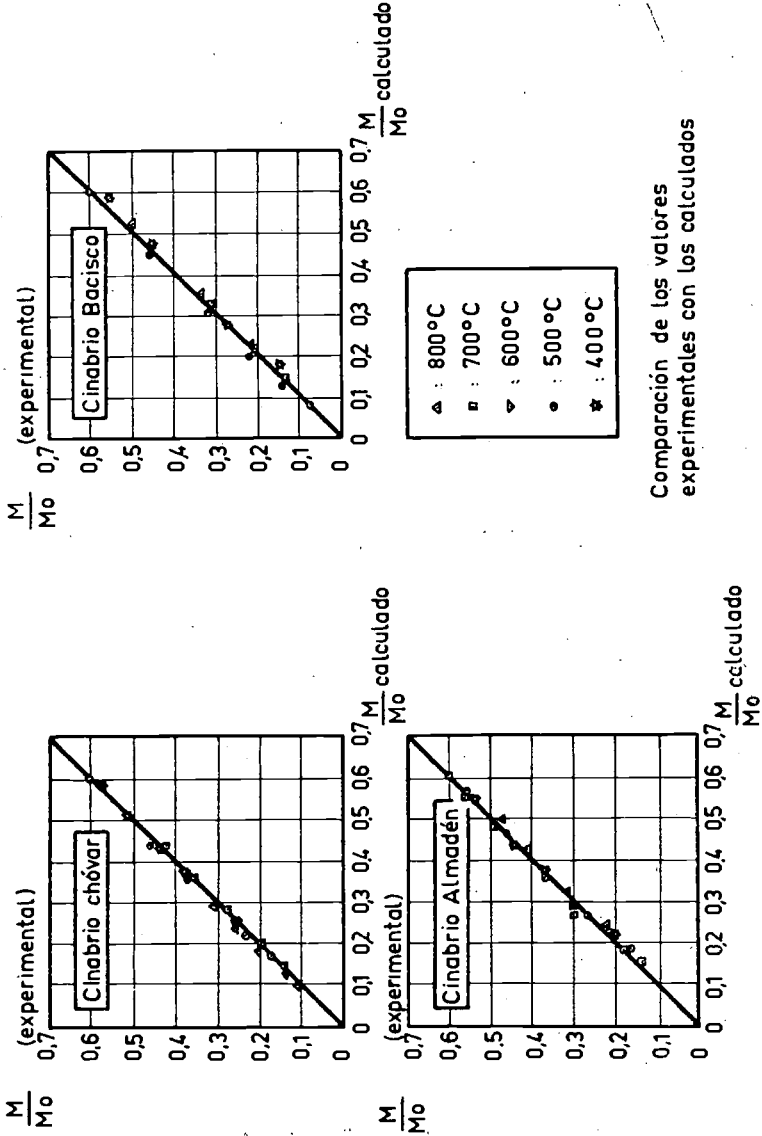
Mediante ellas se han calculado los valores teóricos de M/M_0 , que corresponden a cada velocidad específica de reacción, en el caso de los tres tipos de cinabrio y a las temperaturas de 500, 600, 700 y 800° C ensayadas, comparándose con los valores experimentales en la figura 14, encontrándose una concordancia muy aceptable, y demostrándose con ello la bondad de las ecuaciones deducidas.

Comparando las ecuaciones 10, 11 y 12 con la conocida ecuación de Arrhenius para la constante de velocidad de reacción

$$K = C e^{-E/RT} \quad [16]$$

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Comparación de los valores experimentales con los calculados



Comparación de los valores experimentales con los calculados

FIG. 14

encontramos los tres siguientes valores para la energía aparente de activación:

Cinabrio Almadén 29,5 %	5.080 calorías por gramo.
” ” “Bacisco”	1.832 ” ” ”
” Chovar	5.185 ” ” ”

II. MECANISMO DE REACCIÓN. INFLUENCIA DE LAS DISTINTAS VARIABLES.

Efecto de la temperatura.

Ya se ha estudiado el efecto de la temperatura sobre la oxidación fluidizada de tres tipos de cinabrio, deduciéndose ecuaciones empíricas de velocidad que reflejan la influencia de dicha variable. No obstante, consideramos ha de resultar interesante estudiar aquellos datos cinéticos desde un punto de vista más teórico.

Imaginemos una partícula de cinabrio que se oxida progresivamente durante una experiencia. Si se supone que la partícula era inicialmente esférica y que se consumió uniformemente por toda su periferia, al cabo de algún tiempo restará un núcleo esférico de cinabrio inalterado rodeado concéntricamente por una capa de ganga. Si por ser la temperatura suficientemente elevada se acepta el mecanismo de la difusión del vapor de SHg desde el núcleo de la partícula a la fase gaseosa, donde reacciona con el oxígeno, habría que considerar las siguientes etapas al consumirse la partícula de cinabrio: 1) Transmisión de calor hacia el núcleo central de cinabrio. 2) Vaporización del SHg en la superficie del núcleo central, a temperatura constante, cuando ésta sea la adecuada. 3) Difusión del vapor de SHg a través de la capa inerte periférica hasta la superficie de las partículas. 4) Reacción en fase gaseosa del SHg con el O₂.

Descartada la primera de las etapas, por la pequeñez de las partículas y la conductividad calorífica de los sólidos relativamente elevada en estado fluidizado, y dada la rapidez de la reacción química en fase gaseosa, antes aludida, sólo resta la etapa de difusión, como controlante del proceso total, de acuerdo con cuanto se manifestó a propósito de la causa motivadora del descenso de la velocidad específica de reacción. Entonces, si la difusión del vapor de SHg a través de la capa inerte porosa superficial, es la etapa

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

controlante, ¿cómo puede explicarse el considerable efecto de la temperatura sobre la velocidad de reacción?

La velocidad de difusión del vapor de sulfuro mercúrico a través de la capa porosa, puede expresarse así:

$$\frac{d\text{SHg}}{d\theta} = \frac{p_{\text{SHg}} - p'_{\text{SHg}}}{\Delta x} = \frac{DA_m}{\Delta x} (p_{\text{SHg}} - p'_{\text{SHg}}) \quad [17]$$

en la que D =coeficiente de difusión del sulfuro mercúrico a través de la capa inerte porosa; A_m =área superficial media para la difusión de sulfuro mercúrico en un momento dado θ ; x =espesor de la capa inerte en el momento θ ; p_{SHg} =presión de vapor del sulfuro mercúrico en la superficie del núcleo central de cinabrio sin descomponer; p'_{SHg} =presión parcial de vapor del sulfuro mercúrico en la superficie externa de la partícula.

Puesto que no se detectó SHg en el gas de reacción, dada la elevada velocidad de oxidación en la fase gaseosa, puede suponerse que la presión parcial del SHg en la superficie externa de las partículas es nula. Por consiguiente, la ecuación [17] se transformará en

$$\frac{d\text{SHg}}{d\theta} = \frac{DA_m}{\Delta x} p_{\text{SHg}} \quad [18]$$

Si expresamos la velocidad de formación de SHg vapor en la superficie A del núcleo central de cinabrio sin alterar, en la forma de una ecuación, fuerza impulsora/resistencia,

$$\frac{d\text{SHg}}{d\theta} = KA (p_{\text{SHg}}^* - p_{\text{SHg}}) \quad [19]$$

donde K es un factor de proporcionalidad y p_{SHg}^* la presión de equilibrio de SHg a la temperatura de vaporización, de [18] y [19] podremos escribir:

$$p_{\text{SHg}} = \frac{K}{K + DA_m/\Delta x A} p_{\text{SHg}}^* \quad [20]$$

y [18], teniendo en cuenta [20], se transforma en:

$$\begin{aligned} \frac{d \text{SHg}}{d \theta} &= \frac{DA_m}{\Delta x} \frac{K}{K + DA_m / \Delta x A} p_{\text{SHg}}^* = \\ &= \frac{DAK}{K \Delta x \frac{A}{A_m} + D} p_{\text{SHg}}^* \end{aligned} \quad [21]$$

Apliquemos ahora esta ecuación a un sistema experimental que contenga n partículas de cinabrio, cada una con una masa inicial media de SHg, m_0 , fluidizadas en corriente de aire. Sea m la masa de SHg sin reaccionar de cada una de las partículas en un momento dado θ . La masa total de SHg del sistema en dicho momento será, pues, $M = nm$. Según el mecanismo propuesto, la velocidad de oxidación del SHg, $-dM/d\theta$, es igual a la velocidad de liberación de SHg de las partículas

$$-\frac{dM}{d\theta} = n \frac{d \text{SHg}}{d \theta} = n \frac{DAK}{\frac{AK}{A_m} \Delta x + D} p_{\text{SHg}}^* \quad [22]$$

En el caso especial en que $\frac{A}{A_m} K \Delta x$ sea grande comparado con D , la ecuación [22] se reducirá a:

$$-\frac{dM}{d\theta} = \frac{nDA_m}{\Delta x} p_{\text{SHg}}^* \quad [23]$$

ecuación que, por consiguiente, es de esperar se cumpla aproximadamente cuando el espesor de la capa inerte, alrededor del núcleo central de cinabrio, tenga ya un cierto valor, es decir, para valores bajos de M/M_0 .

Si expresamos A_m y Δx en función de m_0 y m :

$$A_m = C_1 (m_0 m)^{1/3} \quad [24]$$

$$\Delta x = C_2 (m_0^{1/3} - m^{1/3}) \quad [25]$$

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

ecuaciones cuyo significado es fácil advertir; sustituyendo estos valores en la ecuación [23]:

$$-\frac{dM}{d\theta} = n \frac{DC_1 (m_0 m)^{1/3}}{C_2 (m_0^{1/3} - m^{1/3})} p_{SHg}^* \quad [26]$$

y dividiendo los dos miembros de [26] por $M_0 = nm_0$, resulta:

$$\begin{aligned} -\frac{dM}{M_0 d\theta} &= nD \frac{C_1}{C_2} \frac{m_0^{1/3}}{\left(\frac{m_0}{m}\right)^{1/3} - 1} \frac{1}{nm_0} p_{SHg}^* = D \frac{C_1}{C_2 m_0^{1/3}} \\ &\cdot \frac{1}{\left(\frac{m_0}{m}\right)^{1/3} - 1} p_{SHg}^* = CD p_{SHg}^* \frac{1}{\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} - 1} \end{aligned} \quad [27]$$

habiendo reemplazado $C_1/(C_2 m_0) = C$ y $m/m_0 = M/M_0$.

Como durante cada experiencia la temperatura permanece constante, también serán constantes p_{SHg}^* y D ; por consiguiente, la ecuación [27] postula una relación lineal entre $dM/(M_0 d\theta)$ y $1/(M/M_0)^{-1/3}$ para valores pequeños de M/M_0 .

Los datos de nuestra investigación con tres tipos de cinabrio han sido representados de este modo en las figuras 15, 16 y 17. En ellas puede apreciarse que la relación lineal prevista por la ecuación [27] se cumple para valores de M/M_0 inferiores a aproximadamente 0,5-0,6. Aunque las rectas no convergen exactamente en el origen de coordenadas, como exige la ecuación [27], lo hacen muy próximo a él. La desviación de los datos para valores de M/M_0 superiores a 0,6, demuestra que dicha ecuación no es aplicable durante la primera parte de las experiencias cuando Δx es pequeño.

Si se acepta para la presión de vapor del SHg la expresión aproximada $p_{SHg} = A' e^{B/T}$ en que A' y B son constantes (son muchos los sólidos cuya presión de vapor se ajusta a tal ecuación), la ecuación [27] se convertirá en:

$$-\frac{dM}{M_0 d\theta} = CD \frac{1}{\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} - 1} A' e^{B/T} \quad [28]$$

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-1 a A-5
Representación de la ecuación (27)

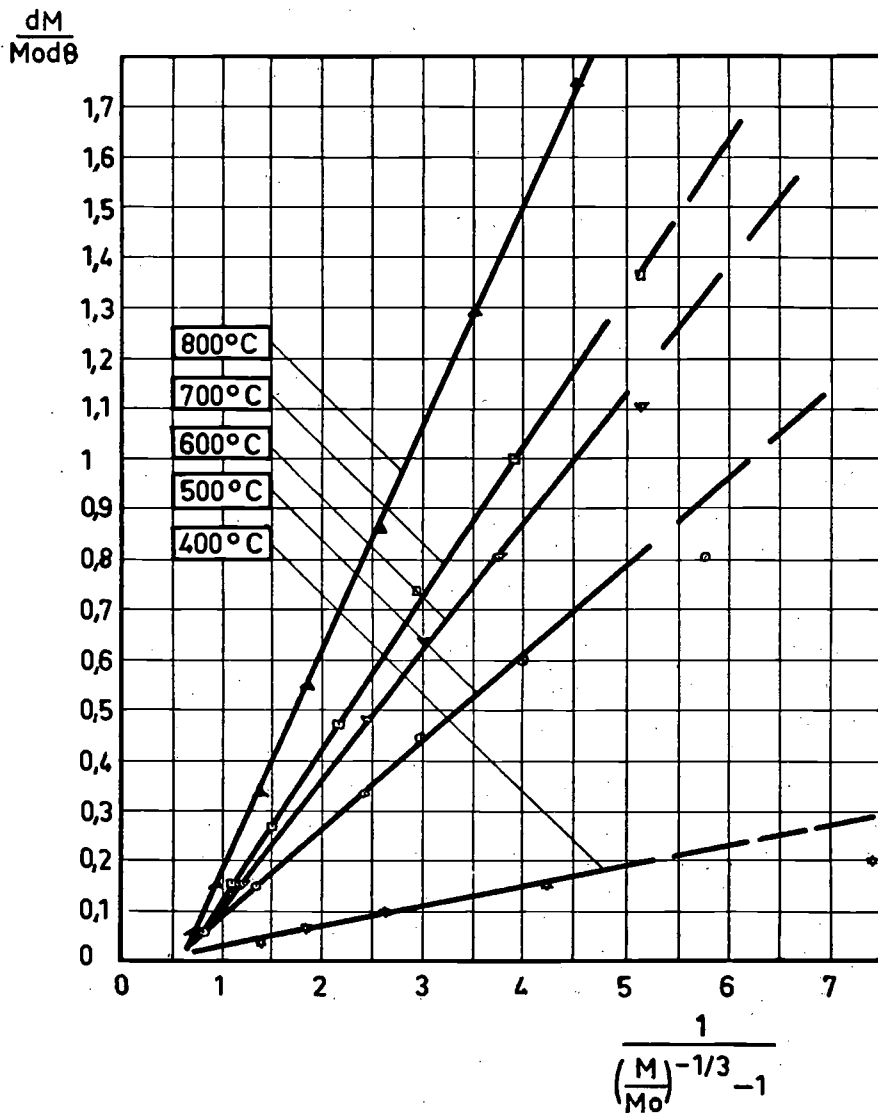


FIG. 15

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-6 a A-10
Representación de la ecuación (27)

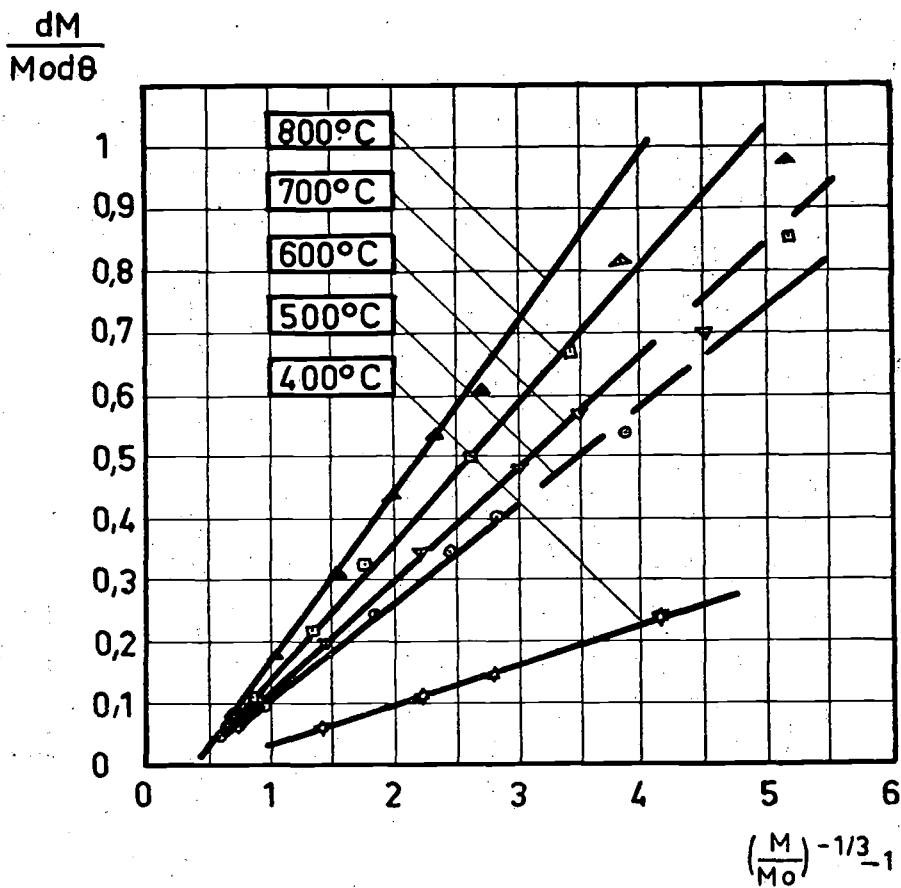


FIG. 16

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
 Experiencias: A-11 a A-15
 Representación de la ecuación (27)

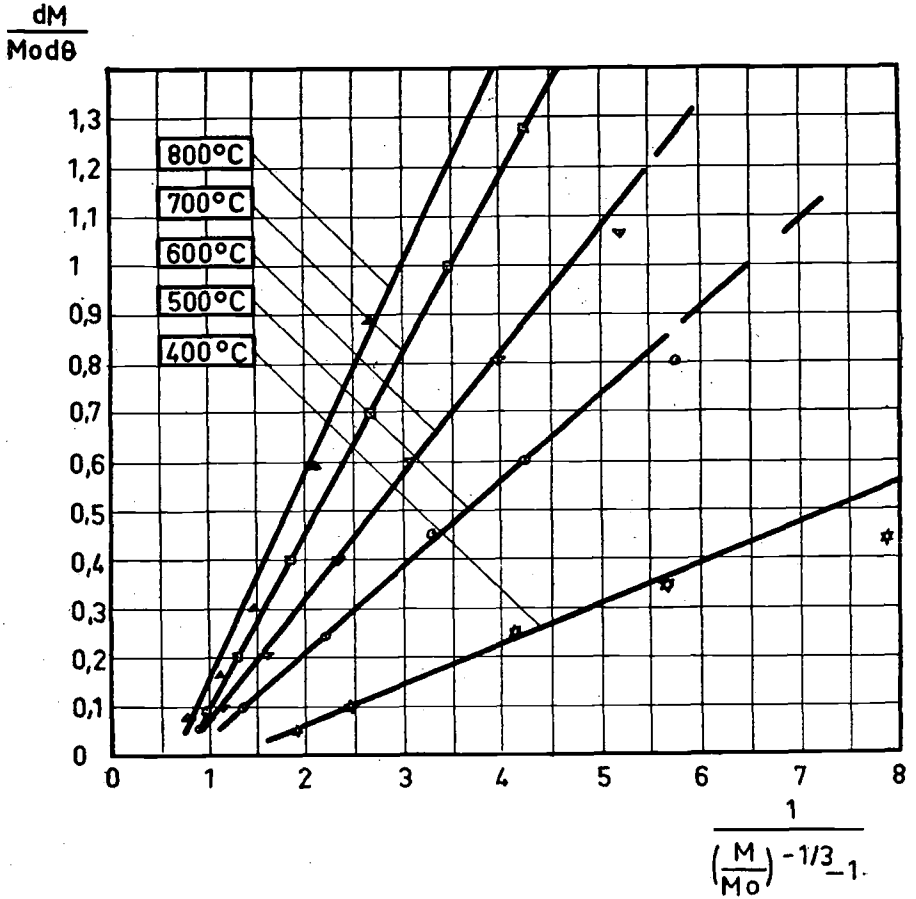


FIG. 17

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

y explicaría que la velocidad de reacción variase exponencialmente con la temperatura, aun cuando la velocidad de difusión gaseosa fuera el factor controlante.

Consideremos ahora la ecuación [22], expresando como antes A, A_m y Δx en función de m y m₀:

$$\frac{dM}{d\theta} = n \frac{DC_1 m^{2/3} K}{K \left(\frac{m}{m_0}\right)^{1/3} C_2 (m_0^{1/3} - m^{1/3}) + D} p_{\text{SHg}}^* \quad [29]$$

dividiendo los miembros de [29] por M₀ = nm₀, resulta:

$$\frac{dM}{M_0 d\theta} = \frac{DC_1 \left(\frac{m}{m_0}\right)^{2/3} K p_{\text{SHg}}^*}{K \left(\frac{m}{m_0}\right)^{1/3} C_2 m_0^{2/3} \left[1 - \left(\frac{m}{m_0}\right)^{1/3}\right] + D m_0^{1/3}} \quad [30]$$

puesto que a cada temperatura pueden suponerse constantes p_{SHg}^{*}, D y K,

haciendo $\frac{DC_1 K p_{\text{SHg}}^*}{D m_0^{1/3}} = K_1$, y $\frac{KC_2 m_0^{2/3}}{D m_0^{1/3}} = K_2$, la ecuación [30] toma la forma:

$$\frac{dM}{M_0 d\theta} = \frac{K_1 (m/m_0)^{2/3}}{K_2 (m/m_0)^{1/3} [1 - (m/m_0)^{1/3}] + 1} \quad [31]$$

dividiendo numerador y denominador del segundo miembro de [31] por (m/m₀)^{2/3} y haciendo operaciones, queda:

$$\frac{dM}{M_0 d\theta} = \frac{K_1}{(m_0/m)^{2/3} + K_2 (m_0/m)^{1/3} - K_2} \quad [32]$$

Descomponiendo factorialmente el polinomio denominador del segundo miembro de [32], teniendo en cuenta que m₀/m = M₀/M, y haciendo

$$K_3 = \frac{K_2 - \sqrt{K_2(K_2+4)}}{2} \quad \text{y} \quad K_4 = \frac{K_2 + \sqrt{K_2(K_2+4)}}{2}$$

$$-\frac{dM}{M_0 d\theta} = \frac{K_1}{[(M_0/M)^{1/3} + K_3] [(M_0/M)^{1/3} + K_4]} \quad [33]$$

aunque los parámetros K_1 , K_3 y K_4 podrían calcularse fácilmente, a partir de los datos experimentales, por el método de los promedios o de los mínimos cuadrados, bastará fijarse en el

$$K_3 = -\frac{KC_2 m_0^{1/3}}{2D} \left(\sqrt{1 + \frac{4D}{KC_2 m_0^{1/3}}} - 1 \right)$$

para advertir que, dada la pequeñez del sumando $\frac{4D}{KC_2 m_0^{1/3}}$ (reiteradamente

confirmada en la práctica), se cometerá escasísimo error suponiéndolo despreciable. Con ello la ecuación [33] se reduce finalmente a:

$$-\frac{1}{\frac{dM}{M_0 d\theta} (M/M_0)^{-1/3}} = \frac{1}{K_1} (M/M_0)^{-1/3} + K_4/K_1 \quad [34]$$

En las figuras 18, 19 y 20 se ha representado $\frac{1}{-\frac{dM}{M_0 d\theta} \left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3}}$

frente a $(M/M_0)^{-1/3}$, para los tres tipos de cinabrio investigados. Fácilmente se advierte que la representación de los datos experimentales en la forma indicada confirma en todos los casos la relación lineal prevista por la ecuación [34], excepto para valores muy pequeños de M/M_0 , cuando la precisión de dichos datos experimentales es escasa, por las circunstancias ya aludidas.

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-1 a A-5

Representación de la ecuación (34)

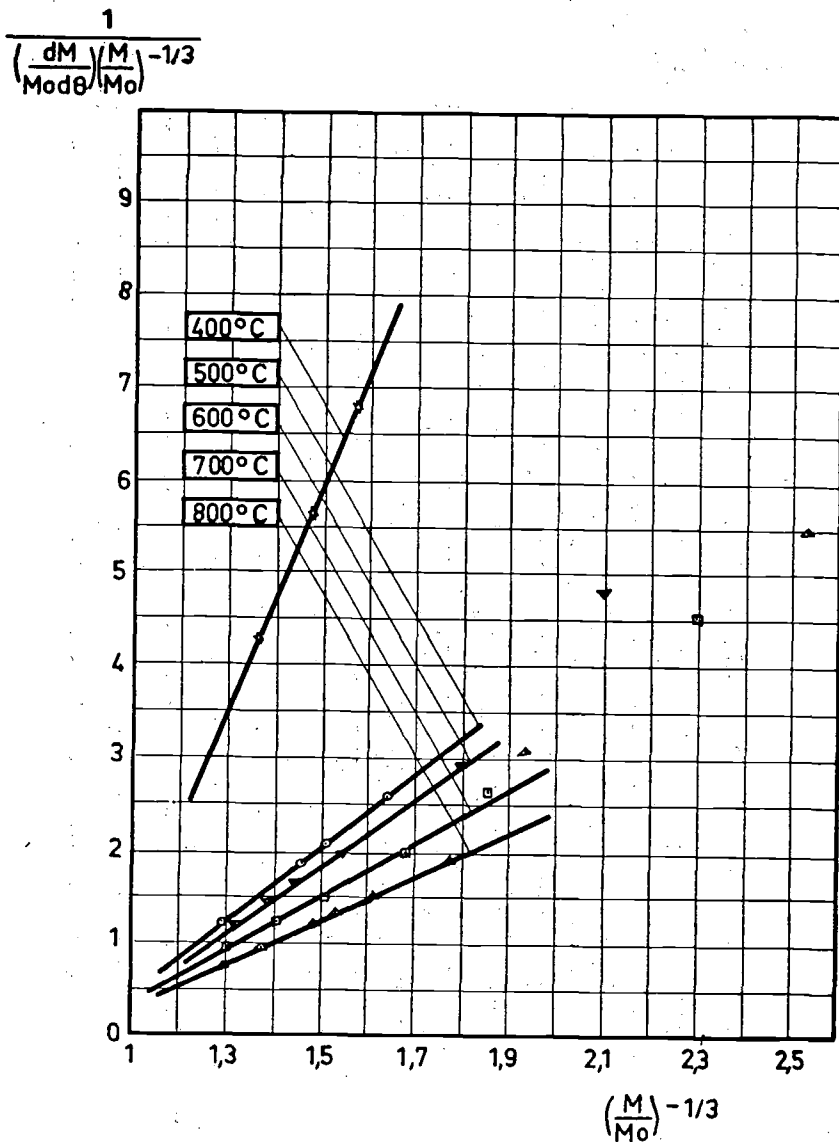


FIG. 18

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-6 a A-10
Representación de la ecuación (34)

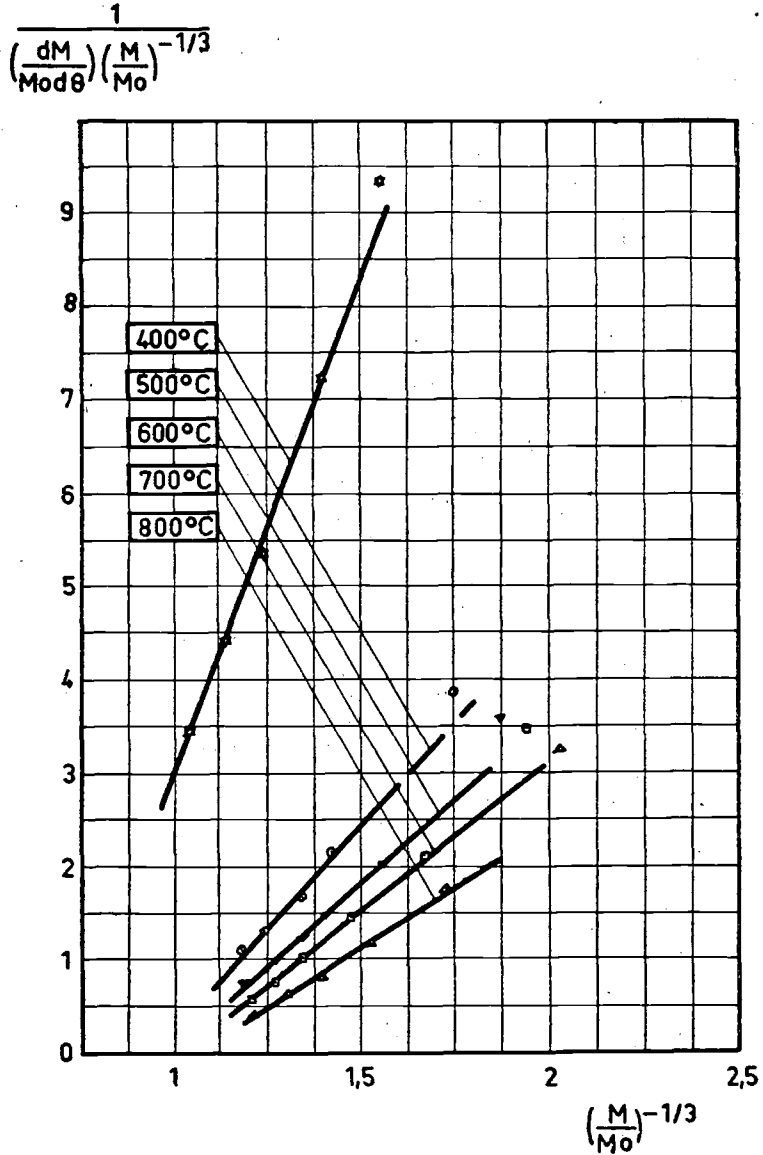


FIG. 19

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
 Experiencias: A-11 a A-15
 Representación de la ecuación (34)

$$\frac{1}{\left(\frac{dM}{Mod\theta}\right)\left(\frac{M}{Mo}\right)^{-1/3}}$$

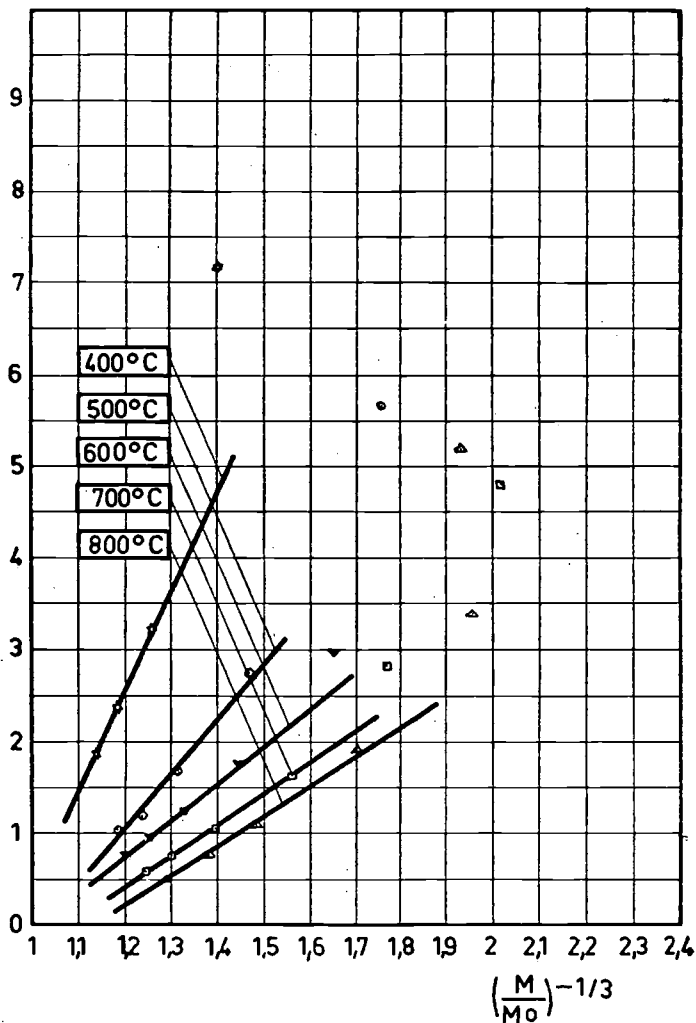


Fig. 20

De los valores de las ordenadas en el origen y de las pendientes de las rectas obtenidas, pueden calcularse los valores de las constantes K_1 y K_2 a distintas temperaturas para cada uno de los tipos de cinabrio. Estos valores se han representado en la figura 21. Con ellos, en las figuras 22, 23 y 24, se ha representado, para cada uno de los tipos de cinabrio, los valores

teóricos — $\frac{1}{dM/M_0 d\theta}$ — calculados con la ecuación [34] frente a los experimentales de la misma magnitud fácilmente deducibles de nuestros datos. La casi perfecta alineación de los puntos sobre las diagonales, demuestra la buena aproximación de las ecuaciones deducidas.

Aunque los razonamientos anteriores ayudan a interpretar los datos experimentales desde un punto de vista teórico, no se pretende que la teoría esbozada sea la única posible.

Efecto del tamaño de partículas.

Si el mecanismo de reacción acabado de proponer fuera acertado, sería de esperar que el tamaño de las partículas de cinabrio ejerciera una influencia apreciable sobre la velocidad de oxidación del SHg.

Se hicieron tres experiencias en idénticas condiciones de todas las variables, excepto el tamaño medio de partículas, que fue, respectivamente, 0,02, 0,03 y 0,04 cm. Aunque por motivos de brevedad no reproducimos los resultados alcanzados, pudo apreciarse que la velocidad de reacción variaba, según era de esperar, con el tamaño medio de partículas, de acuerdo con el mecanismo propuesto, siendo mayor para las partículas más pequeñas y descendiendo ligeramente al aumentar el tamaño de aquéllas.

Aunque la variación de tamaño de partículas fue necesariamente pequeña, a fin de mantenerlo dentro de los límites de buena fluidización, en las experiencias que se detallan a continuación, y en las que se trabajó con partículas de cinabrio de grano grueso y tamaños muy dispares, se encuentra amplia confirmación de estos resultados iniciales.

Efecto de la presión parcial de oxígeno.

Experiencias efectuadas con presiones parciales de oxígeno que oscilaron entre 0,21 y 0,023 atm., manteniendo constante el resto de las variables,

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O_2 (aire)

Experiencias: A-1 a A-15

Representación de las constantes de la ecuación (34)

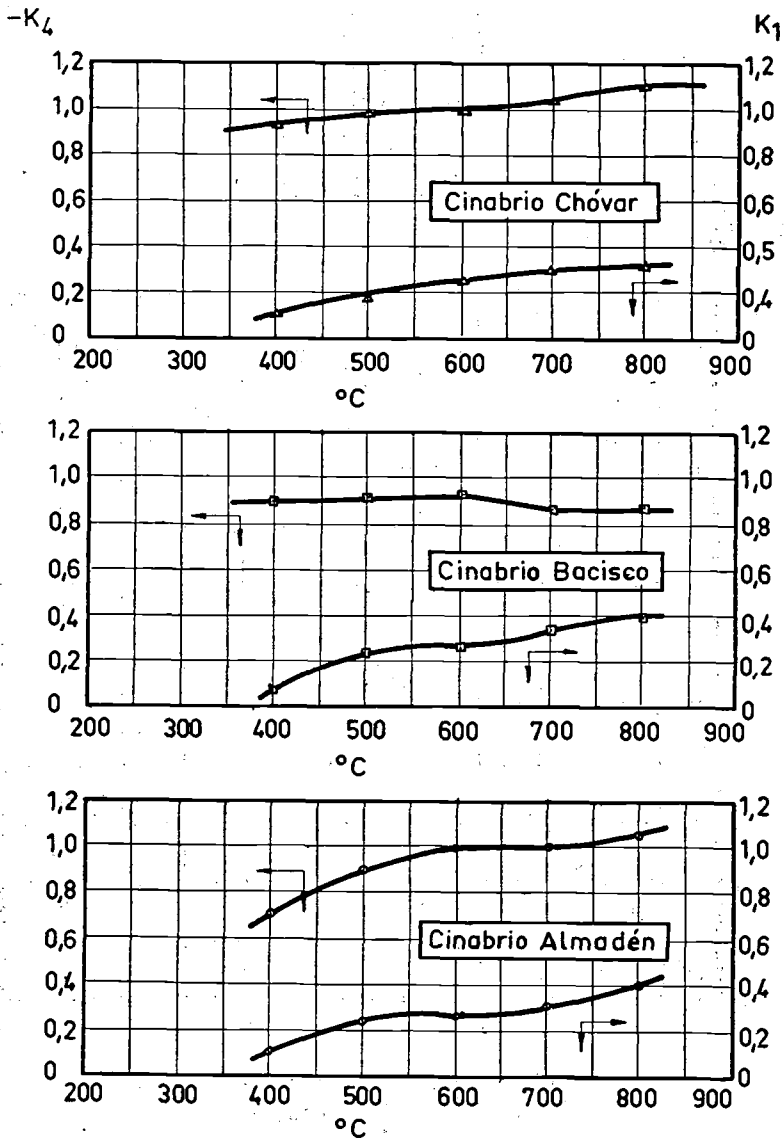
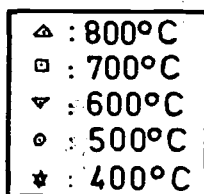


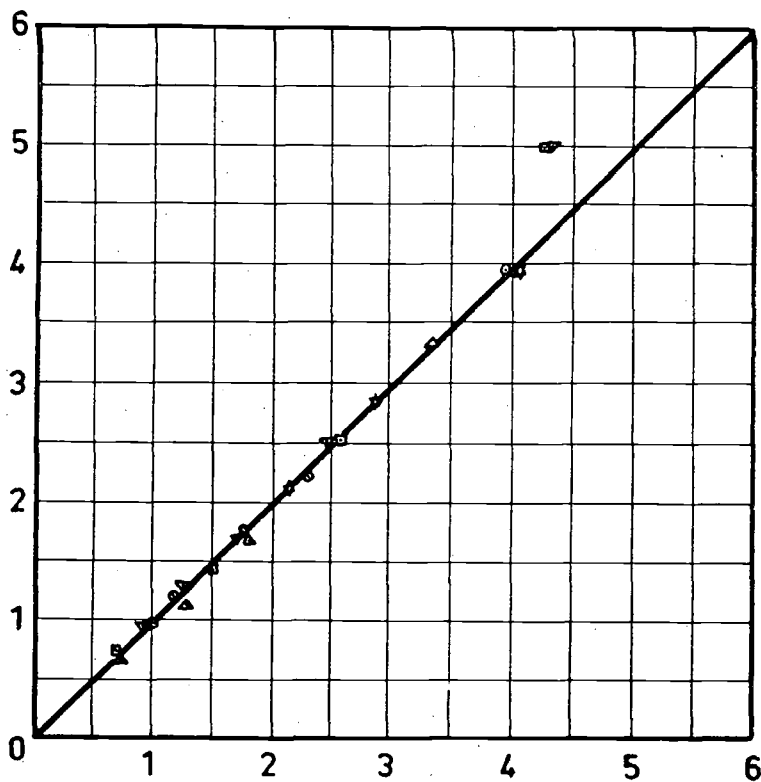
FIG. 21

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-1 a A-5
Representación de la ecuación (34)



$\frac{1}{dM}$
Modθ



$$\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-2/3} \left(\frac{1}{K_1}\right) + \left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} \left(\frac{K_4}{K_1}\right)$$

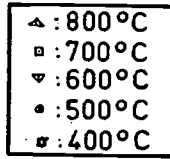
FIG. 22

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

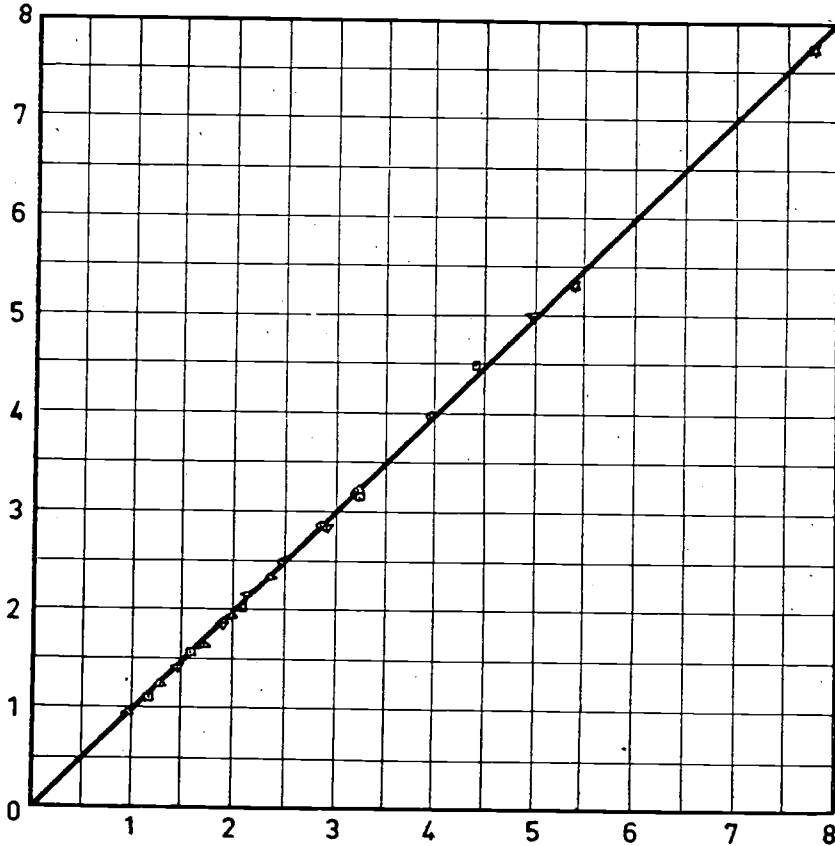
Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: A-6 a A-10

Representación de la ecuación (34)



$$\frac{1}{\text{Mod}\theta} \frac{dM}{dM}$$

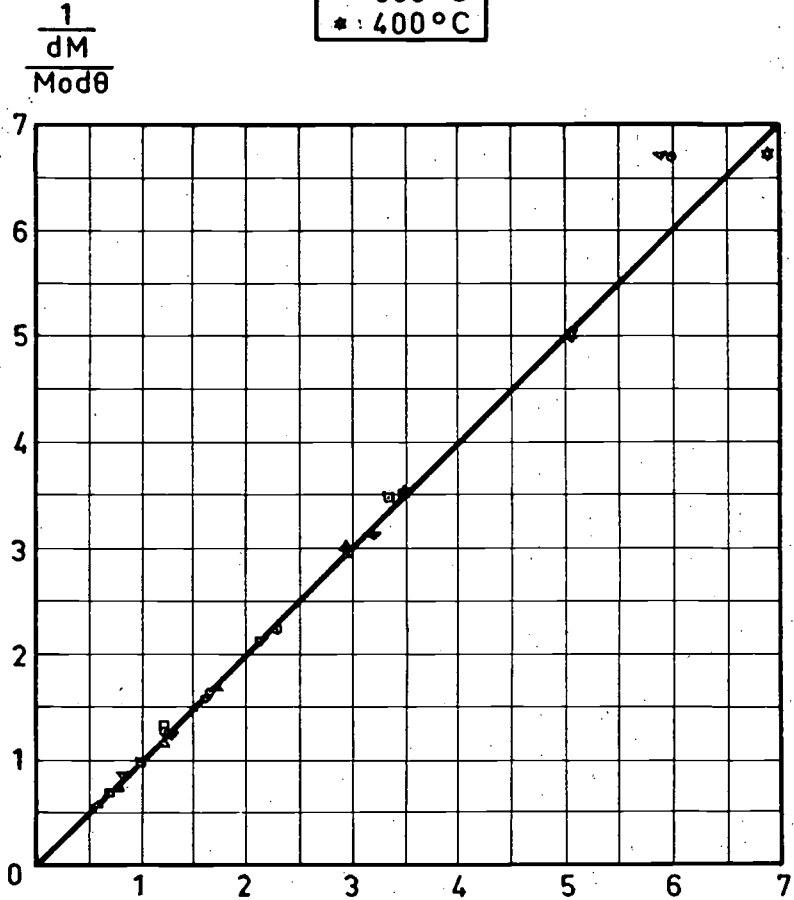
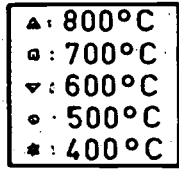


$$\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-2/3} \left(\frac{1}{K_1}\right) + \left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} \left(\frac{K_4}{K_1}\right)$$

FIG. 23

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: A-11 a A-15
Representación de la ecuación (34)



$$\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-2/3} \left(\frac{1}{K_1}\right) + \left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} \left(\frac{K_4}{K_1}\right)$$

FIG. 24

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

pusieron de manifiesto una ligera disminución de la velocidad específica de reacción al decrecer la presión parcial de oxígeno, pero tan pequeña, que puede afirmarse que en tanto la proporción de oxígeno sea superior a la estequiométricamente necesaria, su influencia sobre la velocidad de reacción será muy reducida.

Efecto de la velocidad del gas fluidizante.

Dentro de los límites impuestos por una fluidización aceptable del cinabrio (3,6-9,05 cm/seg.), no pudo apreciarse influencia definida alguna de esta variable.

Efecto de la naturaleza del cinabrio.

Experiencias realizadas en idénticas condiciones de todas las variables con los tres tipos de cinabrio estudiados, hicieron patente la lógica influencia de la naturaleza del mineral. En efecto, tal circunstancia era de esperar si el mecanismo de reacción, con un proceso de difusión controlante, era correcto, pues la resistencia opuesta por la capa externa de ganga dependerá íntimamente de la naturaleza de ésta.

La velocidad específica de reacción resultó máxima para el cinabrio de Chóvar, a pesar de su escasa riqueza en mercurio. Por tratarse de un mineral consistente en areniscas de la era secundaria con impregnaciones superficiales de SHg, aglomeradas con cemento margoso, presenta un conjunto deleznable y poroso que ofrecerá poca resistencia a la difusión del vapor de SHg.

En el caso del "Bacisco" y del cinabrio rico, ambos de análoga naturaleza, cuarcitas parcialmente fundidas, muy compactas, de la era primaria, la mayor velocidad específica que se observó en el cinabrio rico para valores elevados de M/M_0 , habría que atribuirle probablemente a la considerable diferencia de concentración de SHg en su seno, que al desprenderse dejaría una capa externa de ganga más porosa. En cambio, para pequeños valores de M/M_0 , las velocidades específicas para ambos cinabrios se igualaron.

Efecto de la naturaleza del oxidante.

Finalmente, se hicieron cuatro experiencias utilizando Fe_2O_3 como agente oxidante y CO_2 como gas fluidizante. No se pretendió con ellas un estudio

de la reacción entre el SHg y el Fe_2O_3 , sino simplemente comparar su velocidad de reacción con la correspondiente a la que se desarrolla entre el SHg y el O_2 , con miras a la posible utilización de dicho oxidante, con vapor de agua recalentado como medio fluidizante, para la tostación del cinabrio.

Aparte de observar la lógica influencia de la temperatura y advertir que todas las curvas $dM/Md\theta$ frente a M/M_0 cortaban al eje de ordenadas en puntos correspondientes a valores todavía apreciables de la velocidad específica de reacción (efectivamente, el análisis de todos los sólidos residuales demostraba la ausencia de mercurio), se dedujo que la velocidad específica de reacción era muy inferior a la correspondiente a las experiencias con oxígeno.

Hornos industriales.

Mediante los datos obtenidos se calcularon las dimensiones y superficies de calefacción necesarias (haz de tubos por cuyo interior circularían gases de combustión calefactores, situado en el seno del lecho) de hornos para la tostación de cantidades industriales de los tres cinabrios estudiados.

Para la obtención de 15 toneladas/día de mercurio, a partir de 48 toneladas/día de cinabrio rico, se requeriría un horno de 2,54 m. de diámetro y 3,5 m. de altura, trabajando a 600°C y con haz de 31 tubos de acero verticales de 40/45 mm., que bastarían para transmitir las 200.000 Kcal/hr que aproximadamente se necesitarían.

Para la misma producción de 15 toneladas/día de mercurio a partir de 300 toneladas/día de cinabrio "Bacisco", las dimensiones del horno para una temperatura de tostación de 600°C habrían de ser: 2,54 m. de diámetro y 6,7 m. de altura. El haz de tubos de calefacción habría de constar de unos 130 tubos de acero verticales de 55/60 mm., a fin de poder transmitir las 1.700.000 Kcal/hr necesarias en este caso.

La obtención de 5 toneladas/día de mercurio a partir de 1.100 toneladas/día de cinabrio de Chóvar exigiría un horno de 3 m. de diámetro y 9 m. de altura, para una temperatura de tostación de 600°C , con un haz de 370 tubos verticales de acero de 55/60 mm., para transmitir las 6.550.000 Kcal/hr necesarias para este cinabrio.

Se advertirán las crecientes dificultades de explotación a medida que disminuye la riqueza del mineral, dificultades que obligarían a un detenido

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

estudio sobre el posible aprovechamiento del calor sensible de los gases de combustión residuales, para que el posible proceso resultase económicamente viable.

III. PARTÍCULAS DE GRANO GRUESO DE CINABRIO QUE ATRAVIESAN UN LECHO FLUIDIZADO DE PARTÍCULAS INERTES

En el curso de nuestra investigación sobre tostación fluidizada del cinabrio advertimos una nueva posibilidad que podría resultar interesante: Quizá partículas de cinabrio de tamaño análogo al utilizado en los hornos mecánicos convencionales (alrededor de 2 cm. de diámetro), al descender por su mayor peso a través de un lecho fluidizado de ganga del mineral (mineral agotado) o de algún otro material (Fe_2O_3 , etc.), de altura adecuada que actuase simplemente como medio transmisor de calor, llegasen al fondo del reactor totalmente libres de mercurio, que habrían perdido a temperatura conveniente y uniforme, que evitaría tuviesen lugar reacciones secundarias. Todo ello sin tener que recurrir a trituraciones extremas de la totalidad del mineral.

Se han estudiado las principales características y posibilidades de este proceso.

Se utilizó el mismo aparato e igual técnica experimental que en nuestras anteriores experiencias, excepto que la carga de partículas de cinabrio virgen se realizaba por la parte superior del reactor, para permitir que las partículas gruesas pudieran atravesar la totalidad del lecho fluidizado. La duración máxima de cada experiencia venía limitada por el tiempo de sedimentación de las partículas a través del lecho fluidizado, que se conocía para cada tamaño y densidad del lecho, por experiencias previas de sedimentación realizadas en frío en tubo de vidrio de igual diámetro que el reactor experimental, tanto con partículas de cinabrio virgen como con partículas de igual tamaño de cinabrio agotado, puesto que en su descenso las partículas de cinabrio pasarían de una condición a otra.

Además, para asegurar que el mercurio condensado en el tren receptor era producido solamente cuando la partícula descendía a través del lecho fluidizado, se dispuso un sistema de refrigeración con agua en la zona más baja del reactor (cono de la base y tubo de descarga soldado a él), a fin de conseguir que la temperatura de las partículas en esa región, ya fuera del lecho fluidizado, fuera inferior a la de vaporización del SHg y detener así bruscamente la reacción del posible sulfuro residual en dichas partículas. Siempre se realizó un análisis del mercurio residual en las partículas gruesas sedimentadas (fácilmente separables del resto del lecho por simple tamizado) para poder así realizar el balance de mercurio (el sólido del lecho fluidizado siempre se mostró exento de Hg).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS MISMOS

Se utilizó siempre cinabrio rico de Almadén (29,5 % de Hg) y un intervalo de tamaños de partículas comprendido entre 0,217 y 1,5 cm.

Los resultados obtenidos se presentan en las figuras 25, 26 y 27. En ordenadas se ha representado la fracción M/M_0 de SHg que resta en el lecho en cada momento, y en abscisas el tiempo transcurrido θ en minutos. Cada curva se refiere a una experiencia conducida del modo indicado y en las condiciones que se especifican.

En cuanto a la precisión de los datos, nos referimos a lo ya dicho anteriormente.

En las figuras indicadas puede apreciarse cualitativamente el efecto lógico de la temperatura, así como el del tamaño de las partículas: al descender la temperatura y aumentar el tamaño de partículas aumenta el tiempo necesario para alcanzar un mismo agotamiento del SHg inicialmente en el lecho; es decir, disminuye la velocidad de reacción.

También en esta ocasión la velocidad específica de reacción $-dM/Md\theta$ constituirá la base más lógica de comparación, máxime si se piensa que al tratarse de partículas de cinabrio de tamaño relativamente grande si se compara con los tamaños fluidizables, será mucho más reducido el intervalo de tamaños con que se trabaja, desapareciendo, por tanto, uno de los principales factores, el de la heterogeneidad de tamaño, que motivan la desviación de la constancia de la citada velocidad específica de reacción. Asimismo adoptaremos como segundo parámetro frente al que representar la velocidad específica, la fracción M/M_0 de SHg que resta en el lecho, más representativa del estado del mismo que el tiempo transcurrido.

En la figura 28 se han representado las velocidades específicas de reacción frente a la fracción de cinabrio en el lecho para las experiencias B-2, B-4, B-9, B-11 y B-13, realizadas todas a 700° C. La figura 29 corresponde a la misma representación de las experiencias B-3, B-5, B-7, B-10, B-12 y B-14, todas desarrolladas a 800° C.

Al observar estas curvas resaltan los siguientes hechos:

i) Las curvas empiezan por un tramo descendente, cuya pendiente disminuye al crecer el tamaño de partículas, haciéndose prácticamente horizontal para los tamaños máximos, terminando por ascender ligera, pero claramente, cuando el cinabrio se agota.

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-1, B-2, B-3, B-4 y B-5

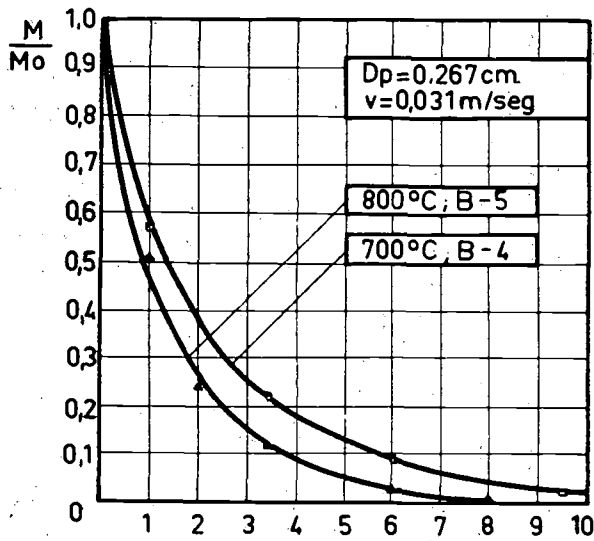
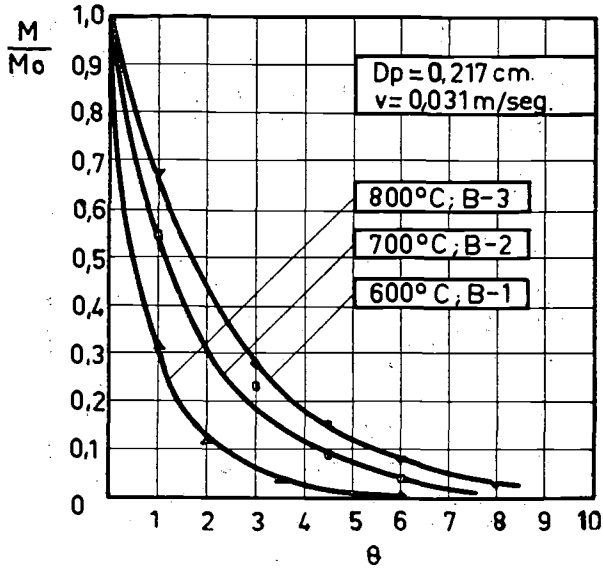


FIG. 25

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
 Experiencias: B-6, B-7, B-8, B-9 y B-10

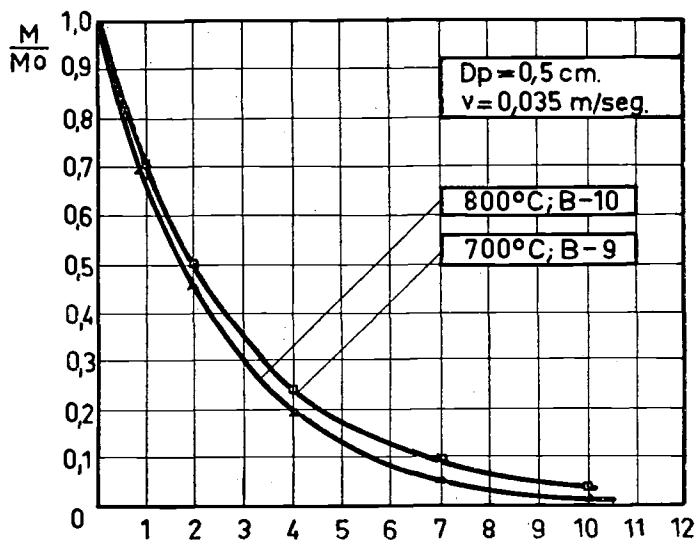
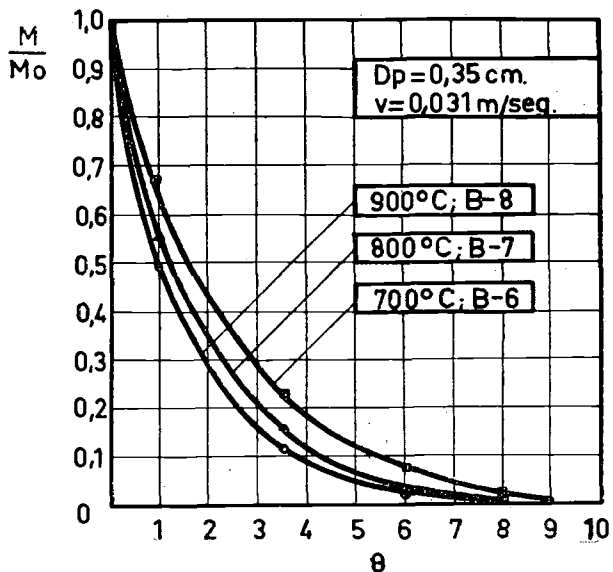


FIG. 26

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-11, B-12, B-13 y B-14

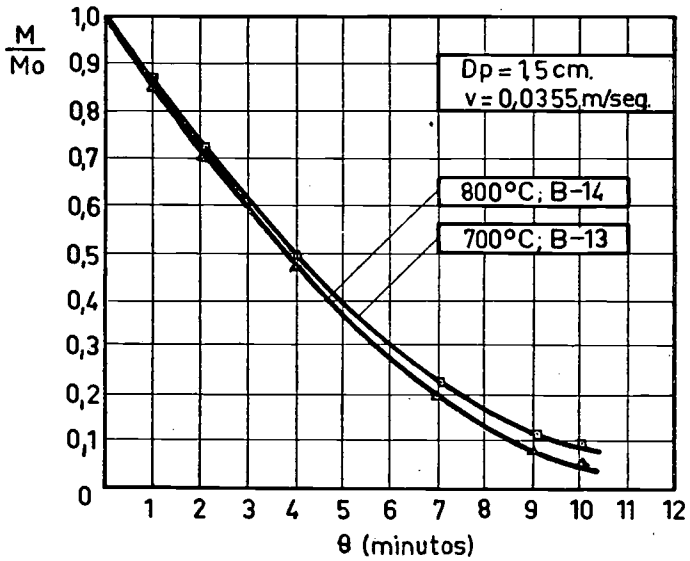
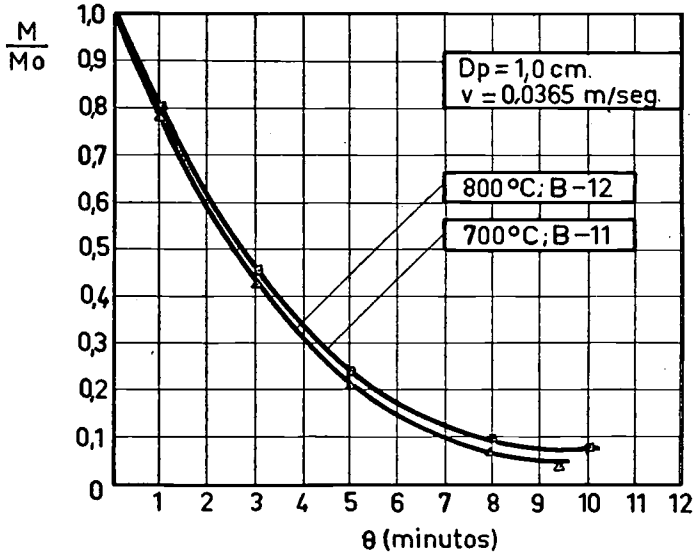


FIG. 27

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-2, B-4, B-9, B-11 y B-13

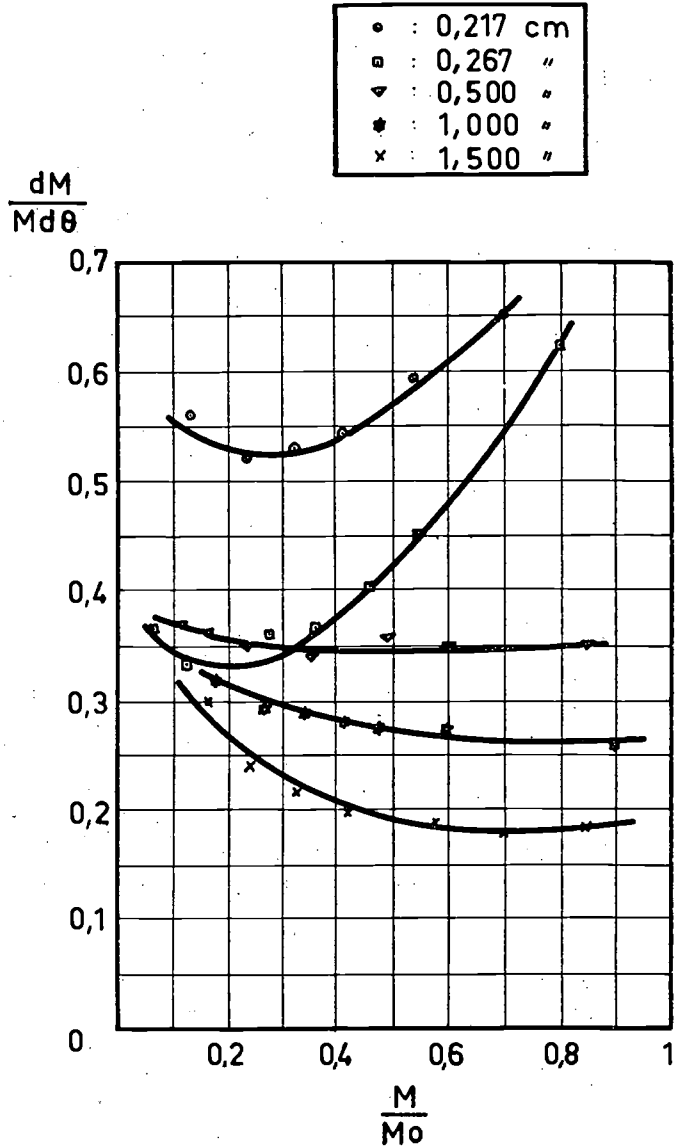


FIG. 28

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O_2 (aire)

Experiencias: B-3, B-5, B-7, B-10, B-12 y B-14

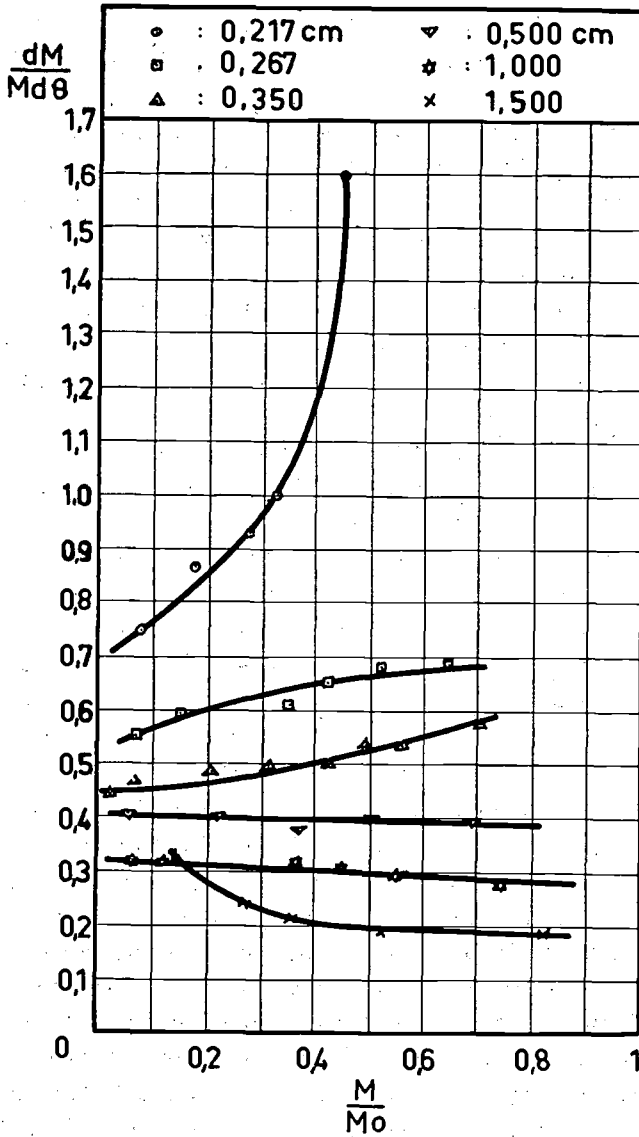


FIG. 29

ii) Es manifiesta la influencia del tamaño de partículas. La reacción transcurre con mayor rapidez cuanto menor es el tamaño de las mismas.

(No se incluyeron en las citadas figuras 28 y 29 las experiencias A-4 y A-5, realizadas a 700 y 800°, respectivamente, pero con partículas fluidizables, precisamente a causa de que por su mayor velocidad desbordaban los límites de las figuras).

En la primera parte de esta investigación, desarrollada con partículas de cinabrio de tamaño fluidizable, se observaba que la velocidad específica de reacción descendía sin excepción a medida que el proceso transcurría, observándose solamente en algunos casos un descenso final de la pendiente de las citadas curvas.

Entre las posibles causas de tal descenso, se indicó como más probable la formación de una capa inerte alrededor de los núcleos centrales de SHg, que ofrecería resistencia a la difusión del vapor de SHg desde el núcleo central de las partículas hasta el seno del gas, y que el crecer progresivamente durante cada experiencia determinaría aquel descenso.

La disminución de la pendiente de las citadas curvas en algunos casos, no fue discutida por considerar dudoso su significado, debido a la inexactitud inherente a los datos experimentales hacia el final de las experiencias, cuando la proporción de SHg había descendido considerablemente.

Al desarrollar entonces una teoría basada en la difusión de vapor de SHg a través de la capa inerte bloqueadora, progresivamente de mayor espesor, anticipábamos que precisamente esperábamos encontrar una confirmación de la misma, al estudiar el descenso de estas partículas de considerable tamaño, en el seno del lecho fluidizado.

Las curvas ascendentes ahora encontradas ¿están en desacuerdo con dicha teoría, que presupone y explica curvas descendentes?

Al tratar de encontrar una explicación plausible para este aparente desacuerdo, pensamos en una circunstancia que a nuestro juicio podía explicar y armonizar los hechos: Un posible desmoronamiento de las partículas grandes descendentes, que al fraccionarse determinarían un aumento de la superficie externa (en la primera parte ya se consideró detenidamente la posible influencia de la variación misma de la superficie específica de SHg) de aquéllas y una disminución de los espesores de las capas bloqueadoras, con el consiguiente aumento de la velocidad específica de reacción. En efecto, un examen de todas las fracciones de partículas agotadas utili-

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

zadas en estas experiencias y que previsoriamente se conservaron, puso de manifiesto los siguientes hechos:

a) Todas las fracciones de partículas agotadas aparecían con una considerable heterogeneidad de tamaño, en contraste con la homogeneidad de la fracción alimentada, conservándose sólo un número muy limitado de partículas con tamaño semejante al inicial de entrada en el lecho.

b) Bastaba oprimir suavemente entre los dedos la mayoría de las partículas grandes agotadas, para que se desmoronaran por completo, poniendo de manifiesto su carácter deleznable, en contraste con la firmeza y resistencia mecánica inicial de las partículas originales, que obligó para su preparación al empleo de medios de percusión muy enérgicos.

Indudablemente, las partículas al perder su contenido de SHg (29,5 % Hg), quedan con estructuras más o menos porosas, deleznales, que en su descenso, sometidas a los impactos de las partículas del lecho fluidizado, se van fraccionando. Este fraccionamiento será tanto más factible cuanto mayor sea el SHg perdido por las partículas. En la primera parte de su recorrido, la subdivisión de las partículas será de poca importancia, aunque quizá de la suficiente para que el incremento de velocidad específica que tal hecho acarrea compense el descenso de la misma, que de otra forma se produciría (y que en realidad se produce, sobre todo con partículas de los tamaños mínimos), mientras que hacia el final, para fracciones pequeñas de SHg, la subdivisión será mucho mayor, compensando con creces el aumento de espesor de la capa bloqueadora en otras partículas que no se rompen, y determinando el aumento de la velocidad específica de reacción que indefectiblemente se produce hacia el final de las experiencias, aumento que es tanto más pronunciado cuanto mayor sea el tamaño inicial de las partículas utilizadas.

De acuerdo con la teoría de la difusión del vapor de SHg a través de una capa inerte bloqueadora, en las figuras 30 y 31 se ha representado

$\frac{dM}{M_0 d\theta}$ frente a $\frac{1}{(M/M_0)^{-1/3} - 1}$ para todas las experiencias representadas en las figuras 28 y 29.

Como postula la ecuación [27] los correspondientes valores se alinean sobre rectas para valores de M/M_0 inferiores a 0,40 ó 0,50. Las rectas resultantes pasan por el origen de coordenadas, como exige la ecuación [27], o por un punto muy próximo a él.

CARLOS PAYÁ RIBRA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-2, B-4, B-6, B-9, B-11 y B-13

Representación de la ecuación (27)

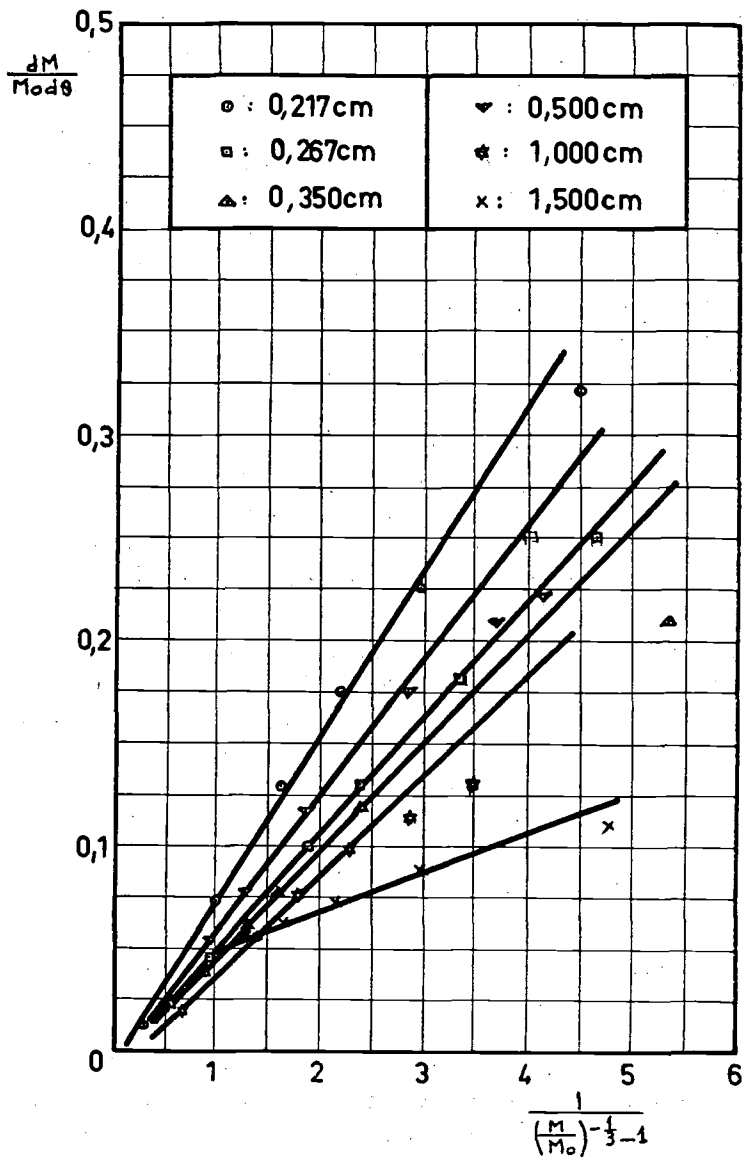


FIG. 30

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-3, B-5, B-7, B-10, B-12 y B-14

Representación de la ecuación (27)

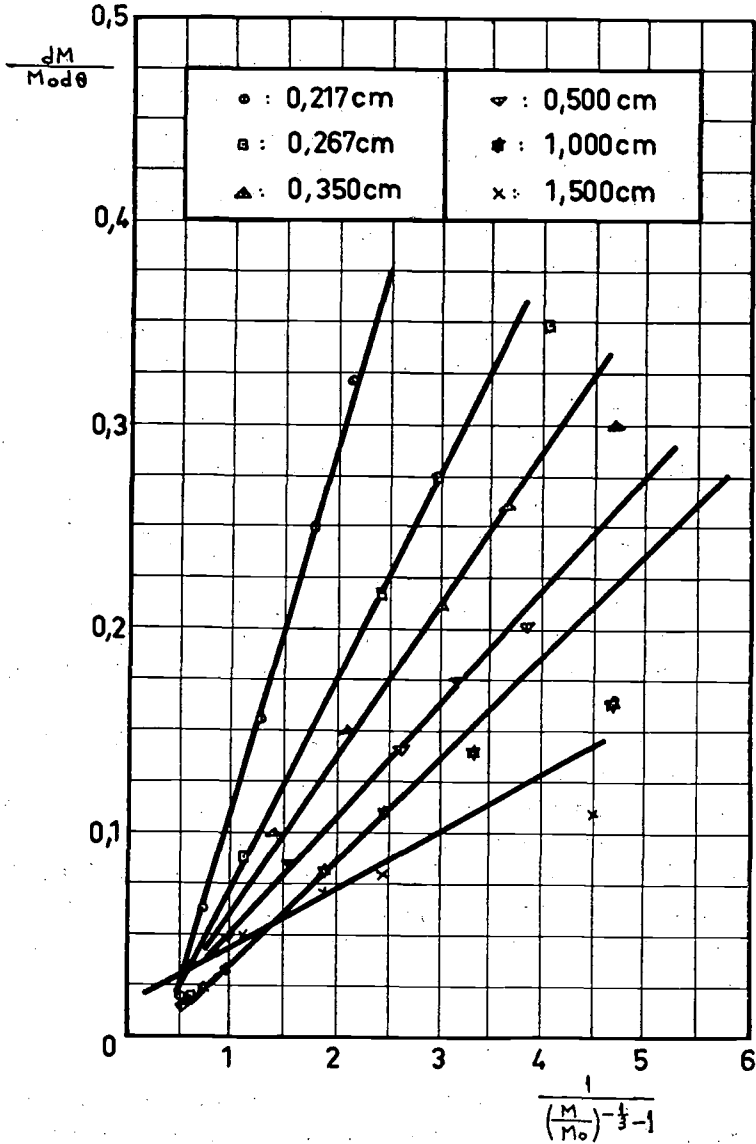


FIG. 31

En las figuras 32 y 33 se han representado

1

$$\frac{(-dM/M_0/d\theta)(M/M_0)^{-1/3}}$$

frente a $(M/M_0)^{-1/3}$. Las rectas resultantes confirman la relación lineal prevista por la ecuación [34], excepto para valores muy bajos de M/M_0 , para los que la precisión de los datos experimentales es pequeña. A partir de dichas rectas se han calculado los valores de las constantes K_1 y K_4 de la citada ecuación, representándolas para cada temperatura frente al tamaño medio de partículas de cada experiencia (fig. 34). (Recordando el significado de K_1 y K_4 se comprenderá su dependencia del tamaño de partículas para temperaturas constantes).

Finalmente, con los valores de dichas constantes y para cada uno de los tamaños, se han representado en las figuras 35 y 36 los valores experimentales frente a los teóricos deducidos con la ecuación [34] a las dos temperaturas ensayadas de 700 y 800° C, resultando los puntos casi perfectamente alineados sobre las diagonales, confirmando de nuevo la corrección de la ecuación deducida, utilizable, por tanto, con aproximación más que suficiente, para el posible proyecto de hornos industriales.

Finalmente, se efectuaron tres experiencias dejando descender las partículas de grano grueso de cinabrio en el seno de un lecho de Fe_2O_3 , fluidizado con CO_2 , comparándolas con las experiencias correspondientes (todas las variables, excepto naturaleza del lecho, iguales), utilizando aire como agente oxidante, pudo apreciarse que la velocidad de reacción en aquéllas era bastante inferior a la correspondiente a las últimas.

De cuanto antecede se deduce que la técnica mixta que se propone, consistente en el descenso de las partículas de tamaño considerable, muy superior al fluidizable, en el seno de un lecho de cinabrio agotado fluidizado, constituye una posibilidad muy prometedora, que sin exigir la trituración extrema del material, puede suponer una solución a muchos de los problemas encontrados en los hornos de tostación hasta ahora utilizados.

CONCLUSIONES

Como resultado de la investigación desarrollada sobre el proceso de oxidación del SHg (cinabrio) con aire en lecho de polvo fluidizado, pueden darse las siguientes conclusiones:

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O_2 (aire)
 Experiencias: B-2, B-4, B-9, B-11 y B-13
 Representación de la ecuación (34)

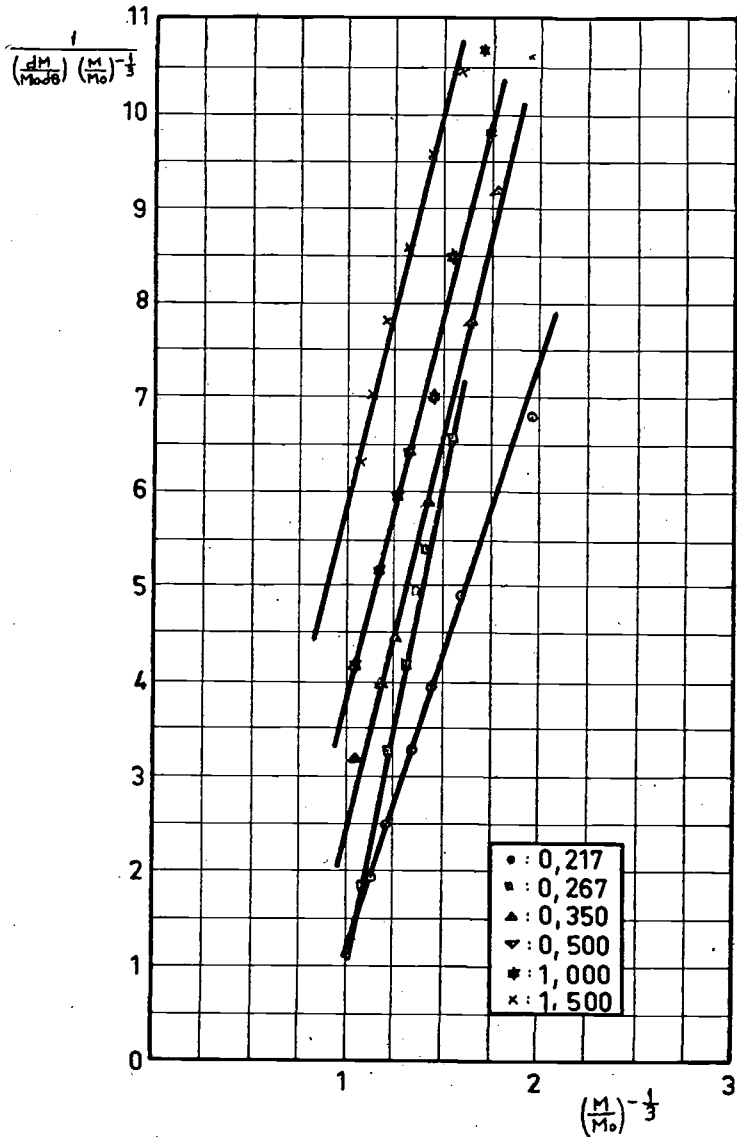


FIG. 32

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
Experiencias: B-3, B-5, B-7, B-10, B-12 y B-14
Representación de la ecuación (34)

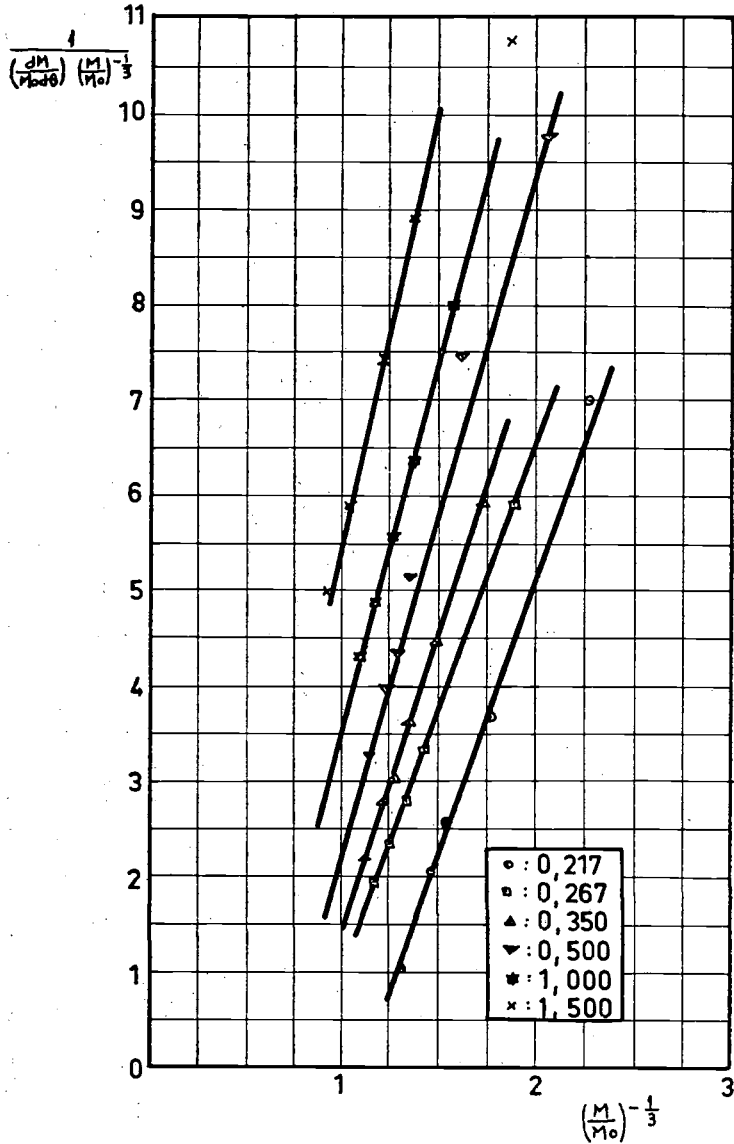


FIG. 33

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O_2 (aire)
 Experiencias: B-2 a B-7 y B-9 a B-14
 Representación de la ecuación (34)

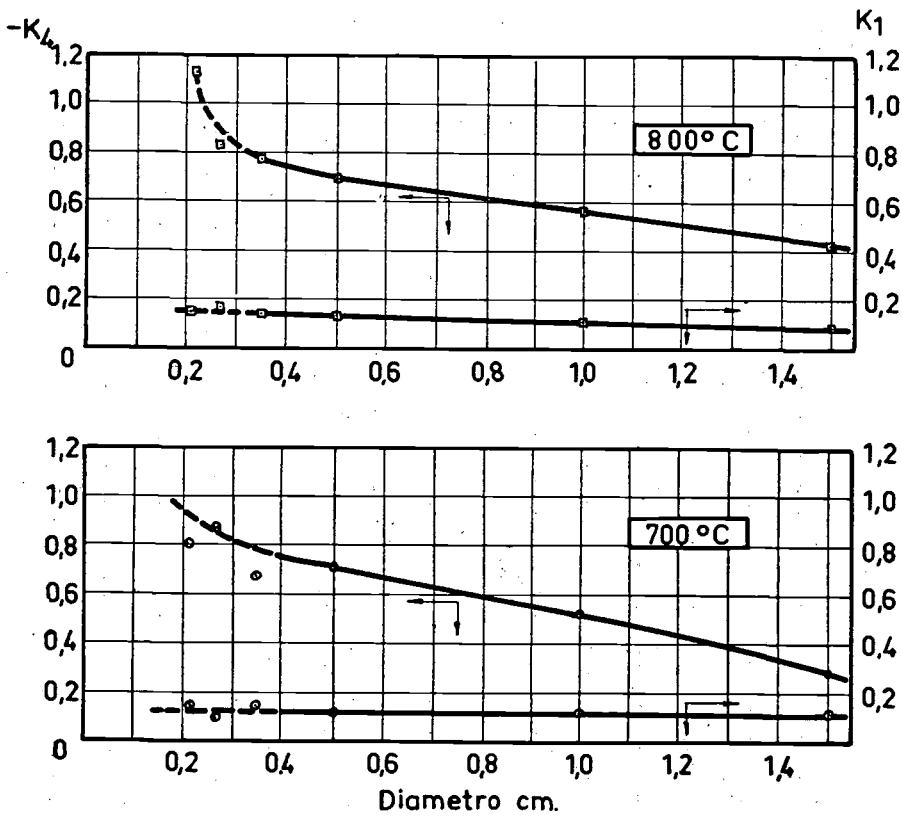


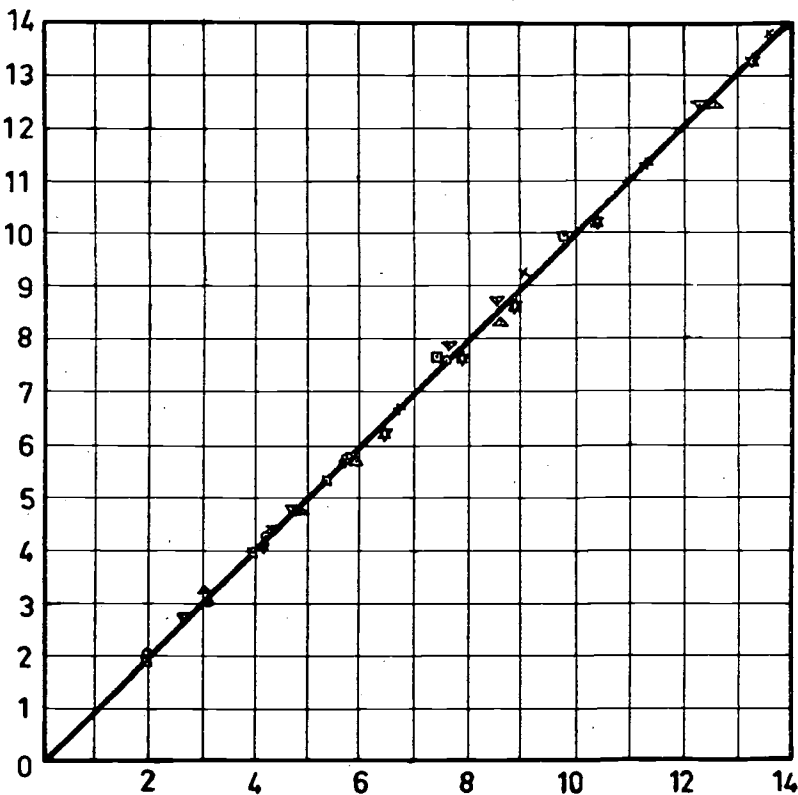
FIG. 34

CARLOS PAYÁ RIERA

Reacción entre SHg y O₂ (aire)
 Experiencias: B-2, B-4, B-6, B-9, B-11 y B-13
 Representación de la ecuación (34)

○	: 0,217
□	: 0,267
▲	: 0,350
▼	: 0,500
*	: 1,000
x	: 1,500

$\frac{1}{\text{Mod}\theta}$
 $\frac{dM}{\text{Mod}\theta}$



$$\left(\frac{M}{M_0}\right)^{-2/3} \frac{1}{K_1} + \left(\frac{M}{M_0}\right)^{-1/3} \frac{K_4}{K_1}$$

FIG. 35

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

Reacción entre SHg y O₂ (aire)

Experiencias: B-3, B-5, B-7, B-10, B-12 y B-14

Representación de la ecuación (34)

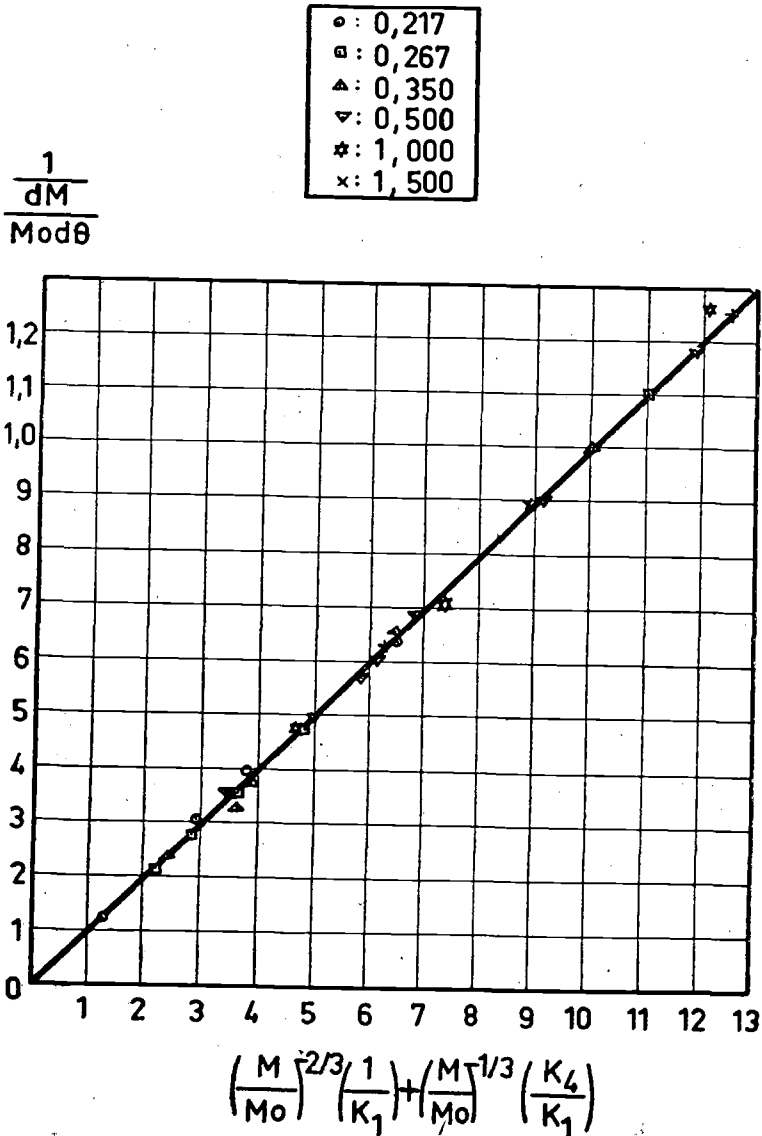


FIG. 36

1) Se consigue el agotamiento total del mercurio del mineral en un corto período de tiempo, a 600° C: 4 minutos para el cinabrio rico, 4,5 minutos para el "Bacisco" y 5,5 minutos para el cinabrio de Chóvar.

2) La velocidad de reacción aumenta rápidamente con la temperatura. El efecto de esta variable puede expresarse por las ecuaciones

$$-dM/M d\theta = (45,8) (10)^{-1125/T} (M/M_0)^{0,000625T-0,051}$$

$$-dM/M d\theta = (4,2) (10)^{-400/T} (M/M_0)^{0,562-0,000371T}$$

$$-dM/M d\theta = (58,1) (10)^{-1188/T} (M/M_0)^{0,0000775T+0,585}$$

3) La velocidad específica de reacción disminuye a medida que la experiencia progresa.

4) La velocidad de reacción aumenta a medida que el tamaño de partícula disminuye.

5) La influencia de la presión parcial de oxígeno sobre la velocidad de reacción es despreciable en tanto aquélla supere a la estequiométrica necesaria para la oxidación.

6) No pudo advertirse influencia alguna de la velocidad lineal del gas sobre la velocidad de reacción en el intervalo correspondiente a una buena fluidización.

7) Fue manifiesta la influencia de la naturaleza del cinabrio.

8) La velocidad de reacción fue muy superior cuando el agente oxidante fue el aire, a cuando lo fue el óxido férrico.

9) La teoría de una capa inerte bloqueadora alrededor del SHg en cada una de las partículas, que debía ser atravesada por difusión por el SHg vaporizado, que finalmente reaccionaba en fase gaseosa con el oxígeno del aire, estaba en perfecto acuerdo con los hechos experimentales.

10) La ecuación

$$\frac{1}{M_0 d\theta} = \frac{1}{K} (M/M_0)^{-2/3} + K_2/K_1 (M/M_0)^{-1/3}$$

con dos constantes determinadas para cada uno de los tipos de cinabrio en función de la temperatura, reproduce también fielmente los datos experimentales.

BENEFICIO DEL CINABRIO MEDIANTE LA TÉCNICA DE POLVO FLUIDIZADO

11) Se dan las dimensiones y características de reactores para producción de 15 Tm/día de Hg a partir de cinabrio rico, 15 Tm/día de Hg a partir de "Bacisco" y 5 Tm/día a partir de cinabrio de Chóvar.

Como resultado de la investigación sobre tostación por sedimentación de partículas en el seno de un lecho fluidizado, pueden ofrecerse las siguientes conclusiones:

1) Contrariamente al caso de fluidización pura, se observó un aumento final de la velocidad específica de reacción.

2) Se confirmó con las partículas gruesas la teoría de la difusión establecida.

3) Se armonizaron las conclusiones 1) y 2), aparentemente contradictorias, demostrando el fraccionamiento de parte de las partículas gruesas en su descenso, debido a la acción combinada de la pérdida del SHg y del impacto abrasivo de las partículas del lecho.

4) Se dan las dimensiones y características de un reactor para la producción de 15 Tm/día de Hg a partir del cinabrio rico.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) COSTA, SOLER, RIBES y ESPINOSA: An. Soc. Esp. Fis. y Quím., 49-B, 733 (1953).
- (2) COSTA, SOLER y RIBES: *Ibid.*, 49-B, 747 (1953).
- (3) *Ibid. ibid.*: 51-B, 351 (1955).
- (4) *Ibid. id.*: 51-B, 363 (1955).
- (5) COSTA, LATRE y SÁNCHEZ: *Ibid.*, 52-B, 63 (1956).
- (6) COSTA, LATRE, ROS y SÁNCHEZ: Tercera Reunión Internacional sobre reactividad de los sólidos. Sección IV, 47-56. Madrid, abril 1956.
- (7) COSTA, PERIS, MALLENT y SÁNCHEZ: *Ibid.*, 54-B, 61 (1958).
- (8) COSTA y PAYÁ: Memoria del XXVIII Congreso Intern. de Química Industrial. Madrid, octubre 1955.
- (9) PASCAL: "Traité de Chimie Minerale", t. VIII, pág. 802. Maisson y Cie. Editeurs, París, 1933.
- (10) SCHUETTE: "These". Berkeley, mayo 1917.

AURELIA BONET HORTELANO

**ESTUDIO DE LA REACCION $C^{12} (d, \alpha) B^{10}$
MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARÈS**

Esta Tesis Doctoral, leída en Valencia el día 4 de diciembre de 1958, obtuvo la calificación de Sobresaliente *cum laude*.

El Tribunal de examen estuvo formado por:

Dr. D. Luis Brú Vilaseca. *Presidente*.

Dr. D. Joaquín Catalá de Alemany. (Director de la Tesis.)

Dr. D. José García Santesmases.

Dr. D. José Ignacio Fernández Alonso.

Dr. D. Carlos Sánchez del Río.

Esta Memoria ha sido realizada en los Laboratorios del Centro de Física Fotocorpuscular de la Facultad de Ciencias de Valencia, bajo la dirección del Profesor Dr. Catalá, al cual deseo expresar mi agradecimiento por el interés, asesoramiento científico y ayuda de toda índole que constantemente ha puesto en la realización de este trabajo. Así mismo agradezco al equipo de investigación que tiene bajo su dirección y en especial al Dr. Senent, las discusiones y críticas técnicas tan necesarias en una labor de este tipo.

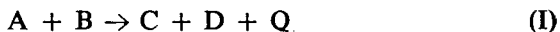
Por otra parte, quiero hacer constar mi reconocimiento a la Junta de Energía Nuclear por la ayuda moral y material que me ha prestado, el cual hago extensible a la Facultad de Ciencias de Valencia y al Instituto de Óptica "Daza de Valdés".

Por último, quiero expresar mi reconocimiento y gratitud a mi querido esposo, Eugenio Villar, ya que sin su ayuda y diaria colaboración no hubiese sido posible la realización de este trabajo.

Valencia, 20 de mayo de 1958.

I. INTRODUCCIÓN

Desde un punto de vista general, las reacciones nucleares tienen una gran semejanza con las reacciones químicas. En efecto, existe una ecuación para la interacción entre los núcleos, que puede representarse, similarmente a las reacciones químicas, de la forma



indicando con esta igualdad que los núcleos A y B interactúan entre sí para formar dos nuevos núcleos C y D, que reciben el nombre de productos de reacción. El símbolo Q representa el calor de reacción o energía liberada en el proceso, siendo Q negativo o positivo según que aquél sea endotérmico o exotérmico. Y del mismo modo que las reacciones entre sustancias se estudian desde el punto de vista de la interacción entre las moléculas de las especies químicas reaccionantes, con el fin de comprender mejor el proceso, las reacciones nucleares también se analizan como colisiones aisladas entre partículas o núcleos. Estos procesos pueden ser más o menos complejos y existen diversas teorías para poderlos interpretar con detalle, pero cualquiera que sea su complejidad deben cumplirse las leyes de la conservación de la cantidad de movimiento y de la energía. Es aquí, al considerar el balance energético, cuando se observa una gran discrepancia entre ambos tipos de reacción, pues, así como la energía de enlace entre las partículas nucleares (nucleones) es del orden de millones de electrón-volts, las energías de enlace molecular se evalúan solamente en unos pocos electrón-volts.

Similarmente también a las reacciones químicas, en todas las reacciones nucleares conocidas hasta ahora, se mantiene el principio de la conservación de la carga. Si un neutrón se convierte en protón, o bien desaparece un positrón o un mesón positivo, o bien aparece un electrón, de modo que la carga total permanece constante. Del mismo modo, el número total de nucleones se conserva durante el proceso. Por otra parte, el momento cinético total, que

incluye los momentos cinéticos de traslación (orbital) y de rotación (spin), también se conserva y, como las distribuciones angulares de los productos de reacción dependen fundamentalmente de los momentos cinéticos de los núcleos inicial y final, estas distribuciones son de gran interés para el análisis de las reacciones nucleares. Por último, la paridad de la función de ondas inicial del sistema total también debe conservarse, tratándose de interacciones fuertes, pues aunque la reciente hipótesis (1) de la violación de la ley de conservación de la paridad, implica núcleos producto con mezcla de paridades, la proporción de los estados con paridad distinta es despreciable; ahora bien, si la interacción es débil (desintegración de hiperones y mesones K, por ejemplo) la experiencia parece demostrar (2) (3) que la ley de conservación deja de cumplirse.

Refiriéndonos especialmente a la colisión de partículas tales como protones, deuteronos, etcétera, con los núcleos ligeros ($A < 50$) es interesante hacer resaltar, que así como en las reacciones químicas es suficiente la propia agitación térmica para que interactúen las moléculas A y B, en las reacciones nucleares, dada la gran repulsión eléctrica existente entre los núcleos, es necesario acelerar las partículas para que reaccionen con ellos. En otras palabras, la energía de activación de las reacciones nucleares es muy superior a la de las químicas. Para el cálculo del balance energético se considera el núcleo reaccionante en reposo, núcleo "blanco", sobre el cual incide una partícula bombardeante o "proyectil". En este sentido los aceleradores de partículas, tales como los ciclotrones, bevatrones, etcétera, desempeñan un gran papel en las experiencias de reacciones nucleares.

La gran importancia que tienen estas reacciones, dentro de la Física Nuclear, se debe a que de ellas se obtiene una buena información acerca de los núcleos. Ahora bien, para este fin se requiere planear la reacción bajo tres condiciones fundamentales: a) realizar la experiencia de tal manera que la energía, dirección, tipo de proyectil e intensidad del haz estén perfectamente definidos; b) conocer con exactitud la composición nuclear del "blanco", el cual debe ser de la máxima pureza isotópica y lo más homogéneo posible; c) establecer unas condiciones geométricas, para la difusión y detección de los productos de reacción, tales que puedan calcularse el número y la energía de los mismos para direcciones preestablecidas.

La que podíamos llamar Escuela de Bristol ha ido realizando en estos últimos años una serie, aún no interrumpida, de experiencias nucleares, destinadas casi exclusivamente a interpretar, utilizando la Técnica Fotográfica, la estructura de los núcleos, comprobando con los datos obtenidos las teorías

semiempíricas que se han elaborado acerca de los mismos. Gracias al Dr. Catalá, que mantiene colaboración con dicho Centro de Investigación, nos fue posible estudiar una de estas experiencias (4); concretamente, el trabajo consistió en interpretar los fenómenos nucleares producidos al paso de un haz de deuterones de 19 MeV por gas acetileno. Ahora bien, la experiencia fue fundamentalmente concebida para analizar la interacción de los deuterones con el C^{12} del acetileno, produciendo núcleos de C^{13} y C^{12} en estado excitado, merced a los procesos (d, p) y (d, d) determinando así sus niveles energéticos. Por esto, podríamos decir, que el presente trabajo ha surgido casi de un modo inesperado, como consecuencia de este estudio, pues en un principio no sospechábamos que la experiencia fuese útil para investigar la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$, ni era éste nuestro propósito inicial.

Como se verá en las siguientes páginas de esta Memoria, durante la observación al microscopio, se vieron en la emulsión fotográfica, utilizada para detectar los productos de reacción, una serie de "trazas" de características distintas a las que producen los protones y deuterones. Este hecho, nacido del adiestramiento en la observación microscópica, ha sido el punto de partida de esta investigación (5). En efecto, seleccionadas estas trazas solamente por su aspecto, determinamos posteriormente que habían sido producidas por partículas α de la reacción citada. La comprobación fue posible debido, por una parte, a que en las emulsiones Ilford C2, utilizadas en esta experiencia, las trazas producidas por los protones presentan una densidad de grano distinta a la de las partículas alfa del mismo alcance; y, por otra parte, a que los espectros de estas partículas, construidos a partir de la medida de sus trazas, nos demostraron que habían sido originadas en la interacción $d-C^{12}$, con formación del núcleo B^{10} .

El B^{10} forma parte de los núcleos de masa $4n + 2$, y su estudio resulta muy interesante desde el punto de vista de la estructura nuclear.

En primer lugar, puede considerarse formado por un complejo nuclear de 2 partículas α y de 2 nucleones "extra": un protón y un neutrón. El complejo nuclear básico es como una estructura cerrada y estable (número mágico 8), con el mismo número de protones y neutrones y con momento cinético total igual a cero, de modo que los números cuánticos que definen al núcleo B^{10} , en su estado fundamental o en cualquier estado excitado, depende del "estado" de estos dos nucleones extra; naturalmente, bajo el supuesto de que los núcleos ligeros pueden describirse con el "modelo de la partícula independiente", según el cual a cada nucleón se le supone moviéndose en el campo potencial isotrópico debido a los restantes nucleones (6).

Es característico de los isóbaros de masa $4n + 2$ agruparlos en tríadas, tales como (He^6 , Li^6 , Be^6), (Be^{10} , B^{10} , C^{10}), (C^{14} , N^{14} , O^{14}), caracterizados todos ellos por poseer dos nucleones en exceso sobre el complejo nuclear básico. En estos núcleos es en donde más claramente se manifiesta, el principio de la independencia de la carga (7), y de estas tríadas, la más interesante, desde este punto de vista, es la correspondiente al B^{10} . La independencia de la carga implica que la energía de enlace de un sistema p-p, es prácticamente igual a la de los sistemas n-n y n-p, de modo que las fuerzas nucleares de interacción entre estas partículas son independientes de las fuerzas repulsivas de Coulomb. La primera evidencia experimental de esta suposición se obtuvo de la difusión (p, p) (8). En los núcleos ligeros sigue cumpliéndose este principio, aunque sólo en primera aproximación, pues las repulsiones eléctricas, aunque pequeñas, son ya perceptibles. Desde luego, este principio no es aplicable a núcleos más pesados (9).

De los núcleos de cualquiera de estas tríadas isóbaras, el central tiene el mismo número de protones que de neutrones, por lo que los nucleones extra son distintos y puede suponerse que sus spines mecánicos son paralelos, pero pueden existir estados excitados con spines antiparalelos; en cambio, los dos elementos restantes de la tríada tienen idénticos nucleones extra, siendo los del primero dos neutrones y los del segundo dos protones, con spines antiparalelos y poseyendo ambos núcleos energías algo distintas debido a las fuerzas de Coulomb; todas estas consideraciones se explican teniendo en cuenta el número cuántico T, spin isotópico, que en las siguientes páginas se aplica al caso concreto del núcleo B^{10} , resultante de la reacción estudiada, comparando los estados de la misma multiplicidad $2T + 1$ de los tres isóbaros de $A = 10$.

Con este trabajo aportamos al campo de la Física Nuclear una nueva comprobación de los niveles del B^{10} , confirmando algunos de ellos, y además creemos haber contribuido a afirmar la validez de la ley de conservación del spin isotópico (10), al justificar con ella la ausencia de ciertos niveles de este núcleo, que han sido acusados mediante otras reacciones por distintos investigadores. Por último se han obtenido las distribuciones angulares de las partículas α correspondientes al estado fundamental y a los primeros niveles del B^{10} , absolutamente inéditas para la energía del haz utilizada, las cuales podrían analizarse (y éste es nuestro propósito), con el fin de comprobar la correspondiente teoría de las reacciones d- α , basada en un proceso "pick-up" (11).

II. BOMBARDEO DEL GAS ACETILENO Y DETECCIÓN DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

Detalles de la experiencia

El Profesor Rotblat, de la Universidad de Londres, envió a los Laboratorios del Instituto de Óptica "Daza de Valdés", Sección de Valencia, un lote de placas impresionadas por los productos de los procesos nucleares originados al bombardear gas acetileno con deuterones de 19 MeV acelerados en el ciclotrón de la Universidad de Birmingham.

La placa fotográfica expuesta estaba constituida por una plataforma de vidrio neutro de 1,5 mm cubierta de emulsión Ilford C2 de 400μ de espesor, seccionada en 21 partes de $4,2 \times 5$ cm.

Antes de la exposición se sometió la placa a un intenso vacío en presencia de pentóxido de fósforo, hasta alcanzar el equilibrio higroscópico correspondiente a 0,06 gr de agua, aproximadamente, por cm^3 de emulsión (12). Colocada la placa sobre la plataforma p de la cámara se efectuó en ésta un nuevo y prolongado vacío. A continuación se introdujo gas acetileno de la máxima pureza hasta alcanzar una presión de 19,981 cm de Hg. La exposición del gas al flujo de deuterones duró aproximadamente dos horas. La temperatura de la cámara fue de $17,3^\circ C$ y la carga eléctrica integrada, registrada en el contador al paso de los deuterones por la cámara de ionización, fue de $6,404 \mu$ coulombs.

Una vez realizada la exposición, se colocó sobre la placa una plataforma opaca provista de pequeños orificios, sometiéndose durante breves instantes a un foco luminoso de modo que se registraron sobre la superficie de la emulsión una serie de puntos, que constituyen una referencia necesaria para la localización del paso de las partículas según cualquier dirección θ de difusión (respecto a la dirección del haz) y cualquier distancia r al blanco.

El número de partículas detectadas durante un tiempo de exposición fijo, varía con la distancia r , existente entre el "blanco" y el punto de la emulsión por donde penetra, aproximadamente en la relación $1/r^3$ (13).

Tomando como origen de coordenadas la proyección del blanco puntual sobre el plano XY de las placas se deducen para las ecuaciones de los haces de líneas en forma paramétrica (4):

$$\left. \begin{aligned} x &= r \cdot \cos \theta - 0,5 \cotg. \theta \\ y &= \sqrt{r^2 \cdot \text{sen}^2 \theta - 1,99^2} \end{aligned} \right\} \quad (II)$$

Sistemática general

Una vez registradas las "trazas" de los productos en las emulsiones detectoras, se eligen determinadas "zonas" sobre la superficie de las mismas para la observación al microscopio. De estas zonas se conoce su distancia al blanco, la dirección de los productos y el área "barrida" con el microscopio, con el cual se miden las longitudes de estas trazas. Entonces, para cada dirección θ , que forman los productos de reacción con la dirección del haz bombardeante, se construyen unos histogramas (espectros), en los que se representan el número de trazas medidas en función del alcance, una vez efectuadas las correcciones debidas a la geometría de la difusión. En estos espectros se observan una serie de máximos, sobre un fondo más o menos intenso de trazas espúreas, que en nuestro caso ha sido prácticamente nulo debido a la previa selección de las trazas medidas. Estos máximos nos indican que en la dirección elegida, para la observación, existen grupos monoenergéticos de partículas y por consiguiente otros tantos estados energéticos definidos en el núcleo residual.

Como las emulsiones fotográficas tienen una composición determinada, hay establecidas para cada una de ellas y para cada clase de partículas, una serie de funciones empíricas que relacionan el alcance de dichas partículas con su energía. De modo que, en los histogramas citados, del alcance medio de cada máximo puede calcularse la energía correspondiente a las partículas que lo han originado y aplicando las leyes de conservación es posible conocer el estado excitado del núcleo residual de la reacción correspondiente. Este es el método seguido para establecer niveles energéticos.

Por otra parte, para cada dirección de emisión, a partir del número de trazas de cada máximo, del área examinada al microscopio, de la distancia de la zona al blanco y de las condiciones y geometría de la difusión (véase apartado VII) pueden calcularse las secciones eficaces diferenciales. Representando éstas en función del ángulo de emisión, en coordenadas de centro de masas (C. M.), se construyen las distribuciones angulares correspondientes a cada nivel. Del análisis teórico de estas distribuciones pueden conocerse la paridad y spin de los núcleos resultantes.

Estos son a grandes rasgos los datos más inmediatos que pueden obtenerse del estudio de las reacciones nucleares, utilizando la Técnica Fotográfica, pero son otras muchas las consecuencias que pueden deducirse, como tendremos ocasión de comprobar en el apartado VI.

III. DISCRIMINACIÓN DE LAS TRAZAS DE PARTÍCULAS α *Posibilidad de estudiar la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$*

Cuando comenzó la observación y medida de las trazas impresionadas en las placas de esta experiencia sólo perseguíamos obtener, como ya indicamos en la Introducción, los espectros correspondientes a los protones y deuterones originados en la reacción $C^{12}(d, p)C^{13*}$ y en las difusiones $C^{12}(d, d)C^{12*}$ y $H(d, n)$. Además, el primer ángulo θ en el que se hizo la observación fue el de 120° y para esta dirección sólo se encontraron trazas que presentaban el clásico aspecto de los protones (ya que los deuterones no se distinguen de éstos al microscopio). Pero, al observar las trazas correspondientes a la dirección $\theta = 60^\circ$, nos percatamos de que existían en la emulsión trazas de distinto aspecto, hecho que nos indujo a pensar que se trataba de partículas α . Analizando las reacciones posibles, encontramos que sólo podían originarse merced a la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$. Nos llamó la atención que no las hubiésemos observado para el primer ángulo estudiado y al realizar el cálculo del alcance que tendrían las partículas α procedentes de la reacción citada, cuando el B^{10} queda en su estado fundamental (es decir, las de más largo alcance) para $\theta = 120^\circ$, comprobamos que perdían toda su energía atravesando el gas acetileno de la cámara, por lo que no alcanzaban la emulsión.

Este primer resultado nos animó a pensar que estábamos en lo cierto, por lo que se llevó el registro de la longitud de estas trazas para todos los ángulos que se estudiaron. Con ellas se fueron construyendo los histogramas, número de trazas-alcance, correspondientes a los distintos ángulos de emisión en coordenadas de laboratorio, respecto a la dirección del haz incidente, en los que se había hecho la observación. Del análisis de estos histogramas y de medidas de densidad de grano, comprobamos que efectivamente era posible realizar un estudio de los niveles del B^{10} .

Las trazas que seleccionamos como partículas α , presentaban al microscopio, para un observador avezado, unas peculiaridades bien distintas de las de protones. Sus características principales son las siguientes:

- 1.º Poseen, en general, una trayectoria muy rectilínea, mientras que los protones y deuterones presentan una curvatura más acentuada.
- 2.º El aspecto de la traza es como un trazo continuo, es decir, tiene

una densidad de grano (número de granos/ μ) que es mayor que la de las trazas de protones del mismo alcance.

3.º Prácticamente, no puede hablarse de granos en estas trazas, sino de conglomerados o "blobs", que detenidamente observados se aprecian dispuestos en zig-zag.

En la figura 1 se muestra una fotografía en la que puede comprobarse estas características.

Estudio de la densidad de grano

Con el fin de comprobar el criterio visual seguido para la selección de estas trazas, se ha hecho un estudio de la variación de la densidad media de grano D con el poder ionizante I , para trazas de protones observadas en las emulsiones Ilford C2, utilizadas en esta experiencia.

Como densidad de grano se ha tomado el cociente de dividir el número de granos contenidos en la traza por el alcance total $R = R_0 \cdot \sec \beta$, siendo R_0 la proyección de la traza sobre la superficie de la emulsión y β el ángulo de entrada de la misma. Cuando la continuidad de la traza es tan grande que es prácticamente imposible contar los granos, se ha asignado una densidad $D = 2,4$ granos/ μ que es el valor máximo admitido (14) en estas emulsiones. Para estas medidas se han utilizado como patrones las trazas de protones procedentes de la difusión $H(d,p)$, de alcances perfectamente conocidos para las distintas direcciones de emisión. Este índice es suficiente para demostrar que la emulsión utilizada es lo bastante sensible para discriminar las trazas de protones de las partículas α , permitiendo seleccionar una traza en caso de duda.

Para calcular el poder ionizante I para cualquier partícula se ha deducido la expresión

$$I = 68 \frac{e^2 \cdot m}{E} \quad (\text{III})$$

en la que expresando la energía E en MeV, su carga e en cargas de electrón y su masa m en unidades de masa de protón, resulta el poder ionizante I en KeV/ μ .

En la figura 2 se ha representado la función $D = f(\log I)$. La gráfica muestra que dos partículas distintas de poder ionizante próximo a los 60

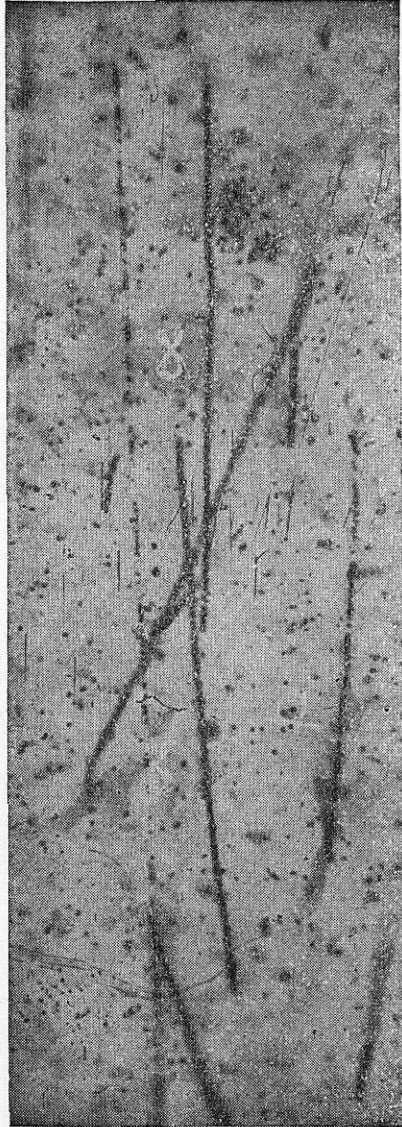


FIG. 1.—Fotografía en la que se muestra el distinto aspecto que presentan al microscopio los trozos de partículas α de las de protones (p)

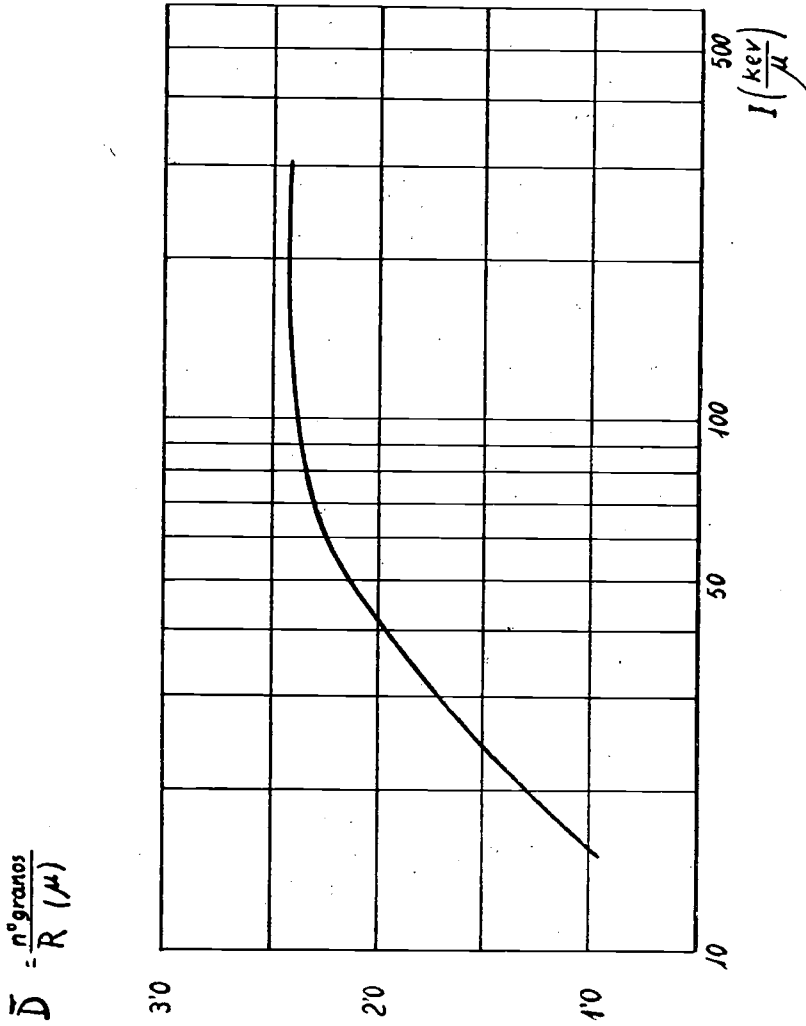


FIG. 2.—Variación de la densidad de grano media \bar{D} con el poder ionizante I , para protones, en las emulsiones Ilford-C2, utilizadas en este trabajo

ESTUDIO DE LA REACCIÓN $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARES

KeV/ μ , tienen una densidad de grano tan semejante que prácticamente es imposible distinguirlos.

Medidas experimentales de la densidad de grano de las trazas que seleccionábamos como partículas α han coincidido con el valor de \bar{D} que se obtiene de la gráfica 2 a partir del poder ionizante deducido del alcance de las mismas, con errores del orden de los 0,1 granos/ μ .

Comprobación espectral de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$

La razón principal que nos indujo a estudiar la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ fue que los histogramas construidos, con las trazas que considerábamos de partículas α , presentaban para todos los ángulos de observación estudiados un intervalo de energías comprendido entre 4,5 MeV (energía perdida solamente en la emulsión) y la energía correspondiente a las partículas α originadas cuando el B^{10} queda en su estado fundamental. Este límite superior del espectro es muy significativo, pero todavía lo es más el inferior, si tenemos en cuenta los resultados que se expresan en la Tabla I, obtenida a partir de la expresión (III), de la gráfica 2 y de la relación alcance-energía para protones (15) y para partículas α (16). En esta Tabla se observa que para aproximadamente 17 μ , es decir, para partículas α de unos 4,5 MeV, no es posible distinguir si corresponde a esta clase de partículas o a protones, ya que, aunque sus poderes ionizantes sean muy distintos, los correspondientes valores de la densidad media de grano están muy próximos al "plateau" de la gráfica 2.

TABLA I

Valores de la densidad media de grano y del poder ionizante para protones y partículas α del mismo alcance.

Partícula	Alcance R(μ)	Energía E(MeV)	Poder ionizante I(KeV/ μ)	Densidad de grano \bar{D}
p	130	4,22	16	1,00
α		16,30	66	2,20
p	100	3,59	19	1,20
α		13,85	78	2,35
p	75	3,05	22	1,40
α		11,60	92	2,35
p	50	2,32	28	1,60
α		9,00	123	2,40
p	35	1,84	36	1,95
α		7,20	152	2,40
p	25	1,48	46	2,05
α		5,75	188	2,40
p	15	1,05	65	2,20
α		4,00	272	2,40
p	10	0,78	87	2,35
α		2,90	373	2,40

Así, pues, la razón de este límite inferior reside en el hecho de que todas las trazas observadas de alcance igual o inferior a las 17μ mencionadas, presentaban el mismo aspecto, pudiendo ser protones o partículas α , por lo que no fueron tenidas en cuenta.

IV. CONSTRUCCIÓN DE ESPECTROS

Energía de las partículas α

Para calcular la energía de las partículas α se han aplicado las leyes de conservación de la energía y de la cantidad de movimiento a la interacción $d-C^{12}$, suponiendo que se forma el núcleo B^{10} y es emitida una partícula α .

Si designamos por E_0 la energía de los deuterones del haz, por E_α la de las partículas α , por Q el calor de reacción, por $E_{B^{10}}$ la energía de retroceso del núcleo resultante y por E^* su energía de excitación, el balance energético puede escribirse así:

$$E_0 + Q = E_\alpha + E_{B^{10}} + E^* \quad (IV)$$

Por otra parte, en (C. L.), si efectuada la reacción las trayectorias de la partícula α y del núcleo B^{10} forman los ángulos θ y φ con la dirección del deuterón incidente (figura 3), como la cantidad de movimiento ha de conservarse resultará que:

$$\left. \begin{aligned} \sqrt{2 \cdot E_\alpha m_\alpha} \cos \theta + \sqrt{2 \cdot E_{B^{10}} m_{B^{10}}} \cos \varphi &= \sqrt{2 E_0 m_d} \\ \sqrt{2 \cdot E_\alpha m_\alpha} \sin \theta - \sqrt{2 \cdot E_{B^{10}} m_{B^{10}}} \sin \varphi &= 0 \end{aligned} \right\} (V)$$

siendo m_α , m_d y $m_{B^{10}}$ las masas respectivas de la partícula α , del deuterón incidente y del núcleo resultante B^{10} . Teniendo en cuenta los valores enteros de estas masas atómicas, sabiendo que la energía del haz es de 19,17 MeV (4) y que el calor de reacción es $Q = -1,349$ MeV (17), del sistema formado por las ecuaciones (IV) y (V), resulta para la energía de las partículas α , cuando $E^* = 0$, la expresión:

$$E_\alpha = 0,7825 (\cos \theta + \sqrt{\cos^2 \theta + 12,7685})^2 \quad (VI)$$

Espectros

Las energías de las partículas α deducidas de la expresión (VI) para el estado fundamental del B^{10} , no superan los 18 MeV para ninguna dirección de emisión. Para $\theta = 5^\circ$, les corresponde un alcance en emulsión del orden de las 142 μ .

Ahora bien, tratándose de bajas energías, la pérdida de ésta que experimentan las partículas α en un medio cualquiera es muy fluctuante; además, la relación alcance-energía en emulsión presenta una gran pendiente en la zona de cortos alcances (para partículas α de 68 μ , un error de 2 μ en el alcance supone un error de 0,20 MeV en la energía), y, por último, las dimensiones finitas del blanco y de la zona observada, influyen en la dispersión angular de los productos de reacción. Estos factores determinan una incertidumbre en el cálculo del alcance que tendrían estas partículas si toda su energía la hubiesen perdido en la emulsión. Por ello, los espectros correspondientes a cada ángulo de observación se han contruido, como se indicó anteriormente, teniendo en cuenta solamente la longitud de la traza en la emulsión

$$R = R_0 \cdot \sec \beta$$

es decir, sin considerar la pérdida de energía en el gas acetileno de la cámara. Construido el espectro de este modo se ha supuesto que el pico de mayor alcance corresponde al estado fundamental del B^{10} , y, calculado el alcance verdadero mediante la expresión (VI), se ha hecho una traslación de la escala de alcances hasta llevarla a coincidencia.

Con el fin de suavizar las irregularidades estadísticas del espectro $n = f(R)$, siendo n el número de trazas, se han construido histogramas especiales sobre papel milimetrado. En ellos, cada 2 mm. del eje de abscisas representa 1 μ y cada traza viene representada por un rectángulo, situado sobre el alcance correspondiente, de base igual a 1 mm y altura igual a 2 mm. De este modo las ordenadas representan un número N proporcional al número de trazas. Sobre cada ordenada se ha trazado el error "standard" $\pm \sqrt{N}$.

Se muestra a continuación un espectro de partículas α procedentes de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ correspondiente al ángulo de $22^\circ 30'$ (figura 4).

Los espectros correspondientes a los 17 ángulos de observación medidos, se han construido con las medidas correspondientes a 10.000 trazas de partículas α observadas en 17 direcciones distintas de emisión (C. L.) comprendidas entre $\theta = 17,5^\circ$ y $\theta = 100^\circ$.

ESTUDIO DE LA REACCIÓN $C^{12}(d,\alpha)B^{10}$ MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARES

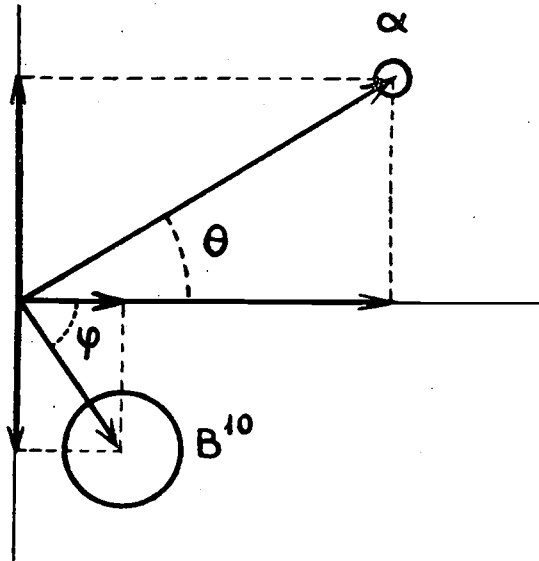


FIG. 3.—Diagrama en que se muestran los ángulos que forman las direcciones de los productos de reacción con la dirección del deuterón incidente

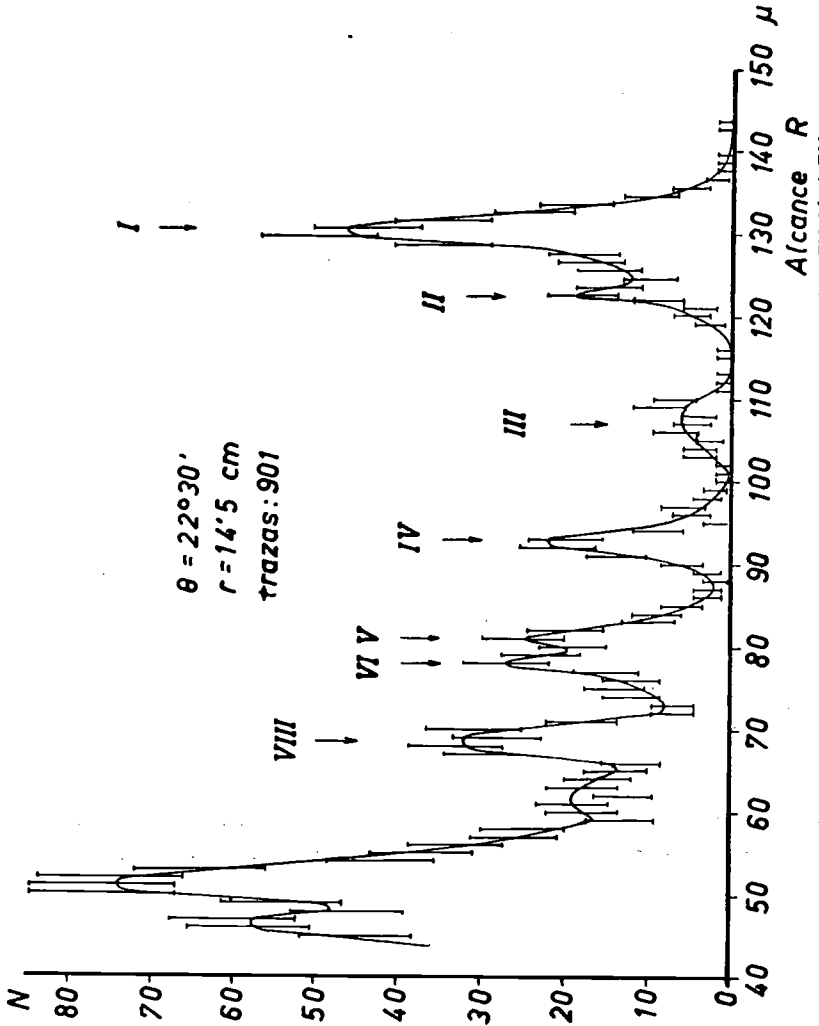


FIG. 4.—Espectro de alcances de partículas α de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ para $\theta = 22^{\circ}30'$ en coordenadas de laboratorio

V. NIVELES DEL B^{10} *Niveles del B^{10}*

Por las razones indicadas en el capítulo IV, en los espectros obtenidos para los distintos ángulos de observación, se ha supuesto que el máximo de mayor alcance corresponde a las partículas α originadas en la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$, para el estado normal del B^{10} resultante. El alcance que verdaderamente deberían tener si toda la energía la hubiesen perdido en la emulsión, se ha obtenido mediante la relación alcance-energía dada por Wilkins (16) para estas partículas, ya que su energía se calcula a partir de la expresión (VI). Conocido este alcance se ha hecho una traslación de la escala de alcances hasta llevarla a coincidencia.

Conocida la energía media E_α de cada pico espectral, pueden deducirse las energías de excitación E^* del núcleo B^{10} resultante. En efecto, de las expresiones (IV) y (V) se deduce para el nivel considerado la fórmula:

$$E^* = E_0 \left(1 - \frac{m_0}{m_B}\right) - e_m \left(1 + \frac{m}{m_B}\right) + \frac{\sqrt{2 m_0 m E_0 e_m} \cdot \cos \theta}{m_B} + Q \quad (\text{VII})$$

en la que sustituyendo los valores correspondientes a la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10*}$, resulta para los distintos estados excitados del núcleo residual, la expresión:

$$E^* = 13,987 - 1,4 \cdot E_\alpha + \sqrt{6,1344 E_\alpha} \cos \theta \quad (\text{VIII})$$

Del alcance correspondiente al centro de gravedad de cada uno de los máximos espectrales, se ha deducido para cada uno de los ángulos de observación estudiados, mediante la expresión (VIII) la energía con que queda excitado el núcleo B^{10} . El resultado de estos cálculos se muestra en la Tabla II. Los errores en la energía del nivel, se han deducido de las abscisas correspondientes al punto de intersección de la gaussiana del pico con la horizontal que pasa por la mitad de la ordenada máxima.

Como se observa en la Tabla II, los valores obtenidos para la energía de nivel son muy concordantes. Los valores medios para estas energías de excitación del B^{10} , se han obtenido por el método acumulativo de área cons-

AURELIA BONET HORTELANO

T A B L A I I

ENERGIAS DE EXCITACION DEL δ^{10} DEDUCIDAS DE LOS MAXIMOS ESPECTRALES
(DEL I AL VIII), CORRESPONDIENTES A LOS DISTINTOS ANGULOS DE OBSERVACION θ

θ	picos	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
17°30'	Estado fundamental	0'66 ± 0'10	2'14 ± 0'16	3'47 ± 0'19	4'84 ± 0'27	5'20 ± 0'40	5'76 ± 0'21	6'21 ± 0'16	
20°	1a	0'72 ± 0'27	2'08 ± 0'26	3'54 ± 0'29	un solo pico 4'93 ± 0'43		5'49 ± 0'22	6'14 ± 0'35	
22°30'	1a	0'80 ± 0'08	2'20 ± 0'27	3'60 ± 0'11	4'85 ± 0'11	5'17 ± 0'20	—	6'18 ± 0'35	
27°30'	1a	0'71 ± 0'28	2'22 ± 0'31	3'60 ± 0'28	4'69 ± 0'22	5'18 ± 0'37	—	6'24 ± 0'37	
30°	1a	0'69 ± 0'30	2'16 ± 0'20	3'58 ± 0'30	4'60 ± 0'16	4'94 ± 0'16	—	5'95 ± 0'30	
35°	1a	0'71 ± 0'26	2'07 ± 0'27	3'49 ± 0'22	un solo pico 4'91 ± 0'35		5'72 ± 0'22	6'21 ± 0'43	
40°	1a	0'73 ± 0'23	2'15 ± 0'18	3'76 ± 0'32	un solo pico 5'00 ± 0'60		—	6'15 ± 0'31	
45°	1a	0'67 ± 0'33	2'22 ± 0'42	3'45 ± 0'28	4'66 ± 0'14	5'19 ± 0'39	—	6'14 ± 0'31	
47°30'	1a	0'77 ± 0'31	2'29 ± 0'23	3'78 ± 0'30	4'84 ± 0'47	5'19 ± 0'46	—	—	
55°	1a	0'67 ± 0'40	2'11 ± 0'07	3'65 ± 0'32	un solo pico 5'04 ± 0'17		—	6'23 ± 0'24	
60°	1a	0'62 ± 0'49	2'09 ± 0'26	3'48 ± 0'39	4'77 ± 0'24	5'28 ± 0'23	—	6'04 ± 0'46	
65°	1a	0'61 ± 0'24	2'12 ± 0'19	3'63 ± 0'29	un solo pico 5'40 ± 0'53				
70°	1a	0'70 ± 0'25	2'23 ± 0'39	3'68 ± 0'21	un solo pico 5'03 ± 0'52				
75°	1a	0'78 ± 0'42	1'98 ± 0'23	3'57 ± 0'32	4'59 ± 0'36				
80°	1a	0'77 ± 0'38	2'14 ± 0'36	3'54 ± 0'33					
85°	1a	0'67 ± 0'18	2'17 ± 0'48	3'67 ± 0'34					
100°	1a	0'83 ± 0'58							

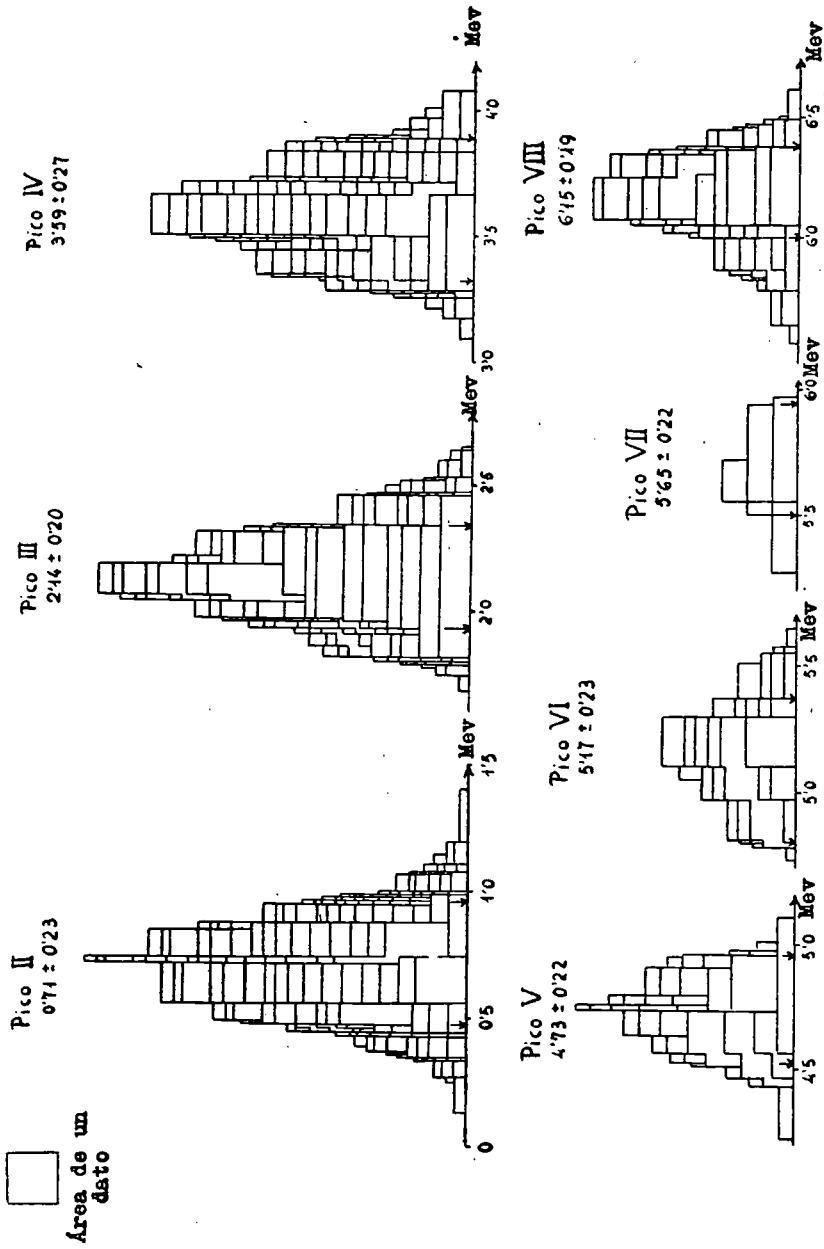


FIG. 5.—Distribuciones acumulativas de área constante, correspondientes a las energías de nivel del B^{10}

tante, es decir, cada uno de los valores $E^* \pm \Delta E^*$ se han representado sobre papel milimetrado por un rectángulo de base igual a $2 \Delta E^*$ y altura tal que todos ellos tienen la misma área; el centro de la base está situado sobre el correspondiente de E^* , estando estas energías representadas en abscisas. De este modo se han obtenido las distribuciones de la figura 5.

La abscisa correspondiente al centro de gravedad de cada distribución nos proporciona el valor medio de la energía de nivel. El error en energía se deduce de la abscisa del punto de intersección de la gaussiana con la paralela al eje de abscisas que pasa por la mitad de la ordenada correspondiente al centro de gravedad.

Los valores encontrados para las energías de excitación del B^{10} son:

TABLA III

<i>Máximos</i>	<i>Energía de excitación (MeV)</i>
I	0
II	$0,71 \pm 0,23$
III	$2,14 \pm 0,20$
IV	$3,59 \pm 0,27$
V	$4,73 \pm 0,22$
VI	$5,17 \pm 0,23$
VII	$5,65 \pm 0,22$
VIII	$6,15 \pm 0,19$

Discusión de los niveles

El nivel 0,71 lo detectó Berlman (18) por primera vez, utilizando también emulsiones nucleares, a partir de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ con deuterones de 10 MeV. Asimismo, Ahsmore y Raffle (19), al estudiar esta reacción mediante contadores proporcionales, confirmaron este nivel. En nuestro estudio, el estado de excitación de 0,71 MeV es el primer nivel del núcleo B^{10} ; en cambio, Berlman dio a conocer un estado de 0,41 MeV que no se acusa en nuestros espectros. En 1957, El Bedewi y Hussein (20) no encuentran tampoco este último nivel, y en cambio aseguran la existencia del estado 0,71

como resultado de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$, detectando los productos sobre emulsiones Ilford C2 y utilizando un espectrógrafo magnético.

El segundo nivel de 2,14 MeV ha sido hasta ahora determinado por diversos investigadores, dando todos ellos valores muy concordantes con el nuestro. Entre ellos citaremos a Rasmussen y otros (21), Hornyak y Coor (22), Bockelman y otros (23) y El Bedewi y Hussein (20). En la recopilación de niveles del B^{10} , dada por Ajzenberg y Lauritsen en 1955 (17), no se cita el nivel 1,31 MeV determinado por vez primera por Haxel y Sthulinger (24) y posteriormente por Robbins (25). Este nivel intermedio entre nuestros dos primeros niveles del B^{10} no se ha acusado en este trabajo.

El estado energético de 3,59 MeV, tan bien definido en nuestros espectros, está en perfecto acuerdo con el nivel 3,58 MeV dado por Bockelman y otros (23), Hornyak y Coor (22), Shafroth y Hanna (26) y Ajzenberg (27).

Así como los máximos correspondientes al estado fundamental y a los tres primeros niveles del B^{10} están muy bien definidos en los espectros, los restantes picos, correspondientes a niveles superiores, se superponen con más frecuencia a medida que aumenta la energía de excitación, es decir, a medida que disminuye el alcance de las partículas α originadas en la reacción. Este fenómeno es debido a que el poder resolvente del método utilizado depende fundamentalmente del "stragglings" de las partículas en la emulsión y de la geometría de la difusión. Ocurre que este "stragglings" aumenta rápidamente en la zona de cortos alcances (28). A este hecho se suma la dispersión de las partículas debido a la abertura de la ventana de difusión y a la anchura de la "zona" estudiada en la emulsión, o sea que, en realidad se miden los alcances de todas las partículas de direcciones comprendidas entre θ y $\theta \pm \Delta \theta$, y siendo la energía una función de θ , se tiene una nueva fluctuación en la energía y, por lo tanto, en el alcance. Además, los máximos quedan más imprecisos en el intervalo espectral de cortos alcances, porque a los factores citados hay que añadir todavía: 1.º, que la relación alcance-energía para partículas α , presenta una gran pendiente para bajas energías, y 2.º, que la energía del haz bombardeante, determinada por un método indirecto (4), tenía una dispersión energética del 1 %.

Es por esto por lo que los máximos V y VI se confunden en un solo pico en seis de los ángulos estudiados, con una energía media de 5,00 MeV. De los espectros en los que se han resuelto ambos picos, resulta para las energías de excitación los valores $4,73 \pm 0,22$ MeV y $5,17 \pm 0,23$ MeV. El primero está en concordancia con el nivel 4,78 MeV dado por Ajzenberg (29) y por Bonner y Cook (30), así como con el valor 4,77 MeV acusado por

Bockelmann et al. (23). En cuanto al nivel 5,17 MeV podría corresponderse bien con el nivel de 5,11 MeV citado por Hornyak y Coor (22) y por Bonner y Cook (30), o bien con el nivel 5,17 MeV citado también por estos mismos autores. Si consideramos que realmente hemos encontrado para el nivel 5,11 el valor 5,17, hemos de suponer que, debido a las razones anteriormente expuestas, se ha cometido una imprecisión en la energía de 0,06 MeV, es decir, un error del orden del 1 % en energía; en las líneas siguientes discutiremos con más detalle este nivel a la luz del spin isotópico.

Al máximo VII, que solamente está resuelto en los ángulos $17^{\circ}30'$, 20° y 35° , le corresponde una energía media de 5,65 MeV. Bonner y Cook (30), que han estudiado el intervalo de niveles del B^{10} , desde 4,70 hasta 6,60 MeV, mediante contadores, no acusan este nivel. Sin embargo, Ajzenberg (29) encuentra un nivel de 5,58 MeV, no citado por otro autor, que podría corresponderse con el detectado por nosotros. Hay que suponer que este nivel se halla englobado en el máximo VIII en los ángulos de observación en los que no aparece.

Este último pico, al que correspondería un estado excitado para el B^{10} de 6,15 MeV, abarca probablemente el grupo de niveles 5,93, 6,06 y 6,16 MeV, citados por Bonner (30) y Ajzenberg (17). Este ha sido el nivel de mayor energía considerado en nuestro estudio, y en el cual, dado el poder resolvente del método para bajas energías de las partículas α , no ha sido posible acusar el triplete por separado.

La reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ y el spin isotópico.

Aplicando la ley de conservación del spin isotópico a nuestra reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$, resulta que sólo es posible determinar experimentalmente los niveles del B^{10} con spin isotópico $T = 0$, ya que el C^{12} , por estar constituido por 6 protones y 6 neutrones, tiene $T = 0$; el deuterón, por ser un sistema (n,p) de estado S^3 (31), tiene $T = 0$; del mismo modo la partícula α , por tener carga simétrica, es $T = 0$; luego el B^{10} sólo puede producirse en estados energéticos de $T = 0$. Como, por otra parte, parece confirmado que el nivel 1,74 MeV tiene spin isotópico $T = 1$ (32), este nivel constituiría con los estados fundamentales del Be^{10} y del C^{10} , el primer triplete isobárico de $T = 1$. Del mismo modo se obtiene otro triplete con los niveles 3,37 del Be^{10} , 3,34 del C^{10} y uno de los dos niveles el 5,17 y el 5,11 del B^{10} .

Estas consideraciones justifican la ausencia del nivel 1,74 MeV en nuestros espectros. Por otra parte, el haber acusado en esta experiencia un nivel

ESTUDIO DE LA REACCIÓN $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARES

de 5,17 MeV nos induce a pensar: o que debido a una imprecisión del método experimental este nivel se corresponde con el 5,11 MeV, como apuntamos anteriormente, o que, como a cada estado no le corresponde un spin isotópico puro (33), este nivel sería una mezcla de los estados 5,11 y 5,17 MeV.

VI. DISTRIBUCIONES ANGULARES

Secciones eficaces elementales

Las partículas α procedentes de la reacción en estudio serán emitidas en todas las direcciones posibles θ , respecto a la dirección del haz de deuterones, definida por el eje del tubo de difusión.

La sección eficaz elemental $\sigma(\theta)$, en coordenadas del laboratorio, es decir, la probabilidad de que se produzcan dN partículas α en el ángulo sólido dw , viene dada teniendo en cuenta los datos experimentales (4) por:

$$\sigma(\theta) = 2,377 \cdot 10^{-6} \frac{r^2(r - 0,5 \operatorname{cosec} \theta)}{S(1 - 0,1375 |\operatorname{cotg} \theta|)} dN \frac{\text{mbarns}}{\text{strad}} \quad (\text{IX})$$

Distribuciones angulares

Representando la sección eficaz elemental en (C. M.), en función del ángulo α de emisión, también en (C. M.), se obtienen las distribuciones angulares, es decir, unas curvas que nos muestran cuáles son las direcciones preferentes para las partículas α emitidas, cuando el núcleo resultante B^{10} queda en determinado estado excitado.

Designando por $\sigma(\alpha)$ las secciones eficaces diferenciales en (C. M.), se tiene:

$$\sigma(\alpha) = F \cdot \sigma(\theta) \quad (\text{X})$$

en donde F es un factor de conversión.

A partir de la expresión (X) se han obtenido las distribuciones angulares correspondientes a las partículas α originadas, cuando el B^{10} resulta en su estado normal y en sus estados excitados con las energías 0,71, 2,14 y 3,59 MeV. Los errores de $\sigma(\alpha)$ se han calculado (34) a partir de:

$$\Delta(\alpha) = \pm F \sigma(\theta) \sqrt{N} \quad (\text{XI})$$

Las distribuciones obtenidas se muestran en la figura 6.

Dado que no se han podido realizar medidas (véase apartado V) para ángulos mayores de $\theta = 100^\circ$, no ha sido posible calcular las secciones eficaces totales Σ correspondientes a cada nivel, ya que éstas se obtienen por integración de las distribuciones angulares entre $\alpha = 0^\circ$ y $\alpha = 180^\circ$.

Por otra parte, si bien se han podido obtener las distribuciones de los niveles citados merced a lo bien definidos que se presentan en los espectros, no sucede lo mismo con los restantes niveles, ya que en muchas direcciones han aparecido superpuestos, no pudiéndose contar el número de trazas correspondientes.

VII. CONCLUSIONES

I. Relación $\bar{D} = f(I)$

Se ha determinado una curva semiempírica que relaciona la densidad media de grano \bar{D} con el poder ionizante I, para aquellas partículas que pierden su energía en emulsión Ilford C2, con un contenido de humedad de 0,06 gr de agua por cm^3 de emulsión.

A partir de esta curva y de la Tabla I (Capítulo III), que proporciona el valor de la densidad media \bar{D} con el alcance, para protones y para partículas α , es posible discriminar, mediante el recuento de granos, si la traza ha sido originada por un protón o por una partícula α .

II. Niveles del B^{10}

De la medida de 10.000 trazas de partículas α , se han obtenido 17 espectros de estas partículas, para 17 direcciones distintas de emisión. En estos espectros se han acusado los niveles: 0,71, 2,14, 3,59, 4,73, 5,17, 5,65 y 6,15 MeV del B^{10} , cuya discusión se ha expuesto en el Apartado V de esta Memoria y de la cual se concluyen los siguientes resultados:

a) *El primer estado excitado del B^{10} es de 0,71 MeV.*

El primer nivel que se ha acusado es el de 0,71 MeV, en concordancia con otros investigadores (19) (20) (21); sin embargo, Rasmussen et al. (22) determinaron por primera vez un nivel de 0,41 MeV, pero como ningún investigador posterior, excepto Berlman (19), ha acusado este nivel inter-

ESTUDIO DE LA REACCIÓN $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARES

medio, ni tampoco se ha puesto de manifiesto en esta experiencia, concluimos que el estado 0,71 MeV corresponde al primer estado excitado del B^{10} .

b) *La ausencia del nivel 1,74 MeV se justifica mediante la ley de conservación del spin isotópico.*

El segundo nivel detectado en esta experiencia es el de 2,14 MeV; sin embargo, diversos investigadores (23) (24) (27) (28), han confirmado la existencia de un nivel intermedio de 1,74 MeV, que no hemos observado en nuestro estudio. Este hecho lo hemos justificado (Apartado V), al aplicar la ley de conservación del spin isotópico, ya que al ser este nivel de $T = 1$, está prohibido en la reacción nuestra, a partir de la cual sólo es posible acusar los niveles con $T = 0$, confirmando las predicciones de Adair (35).

c) *Es posible que el nivel 5,17 sea una mezcla de los niveles 5,11 ($T = 0$) y 5,17 ($T = 1$).*

Existen dos niveles próximos en el B^{10} de 5,11 y 5,17 MeV (23) (30) (36), de los cuales al 5,17 se le asigna $T = 1$ (32). Ahora bien, en esta experiencia hemos acusado un nivel de energía media de 5,17 MeV en 7 ángulos de observación, pero en la zona espectral de cortos alcances, en donde el método es menos preciso como hemos expuesto en el Apartado V, por lo que teniendo en cuenta por otra parte que debería estar prohibido en esta reacción, llegamos a una de estas dos conclusiones:

1.^a Si debido a la imprecisión del método utilizado, nuestro nivel 5,17 se corresponde con el 5,11, puede admitirse que aquel nivel tiene verdaderamente spin isotópico $T = 1$.

2.^a Según Radicati (37) a cada estado no le corresponde un spin isotópico puro, sino que puede considerarse como una mezcla de estados con diferentes valores de T . En este caso concreto, con distinto porcentaje de $T = 0$ y $T = 1$, por lo que en realidad nuestro nivel sería una mezcla de los estados 5,11 y 5,17 MeV.

III. Distribuciones angulares

Hemos obtenido las distribuciones angulares de las partículas α correspondientes a los siguientes estados del B^{10} :

A) Estado fundamental.

- B) Estado excitado con energía $E^* = 0,71$ MeV.
 C) íd. íd. íd. íd. $E^* = 2,14$ íd.
 D) íd. íd. íd. íd. $E^* = 3,58$ íd.

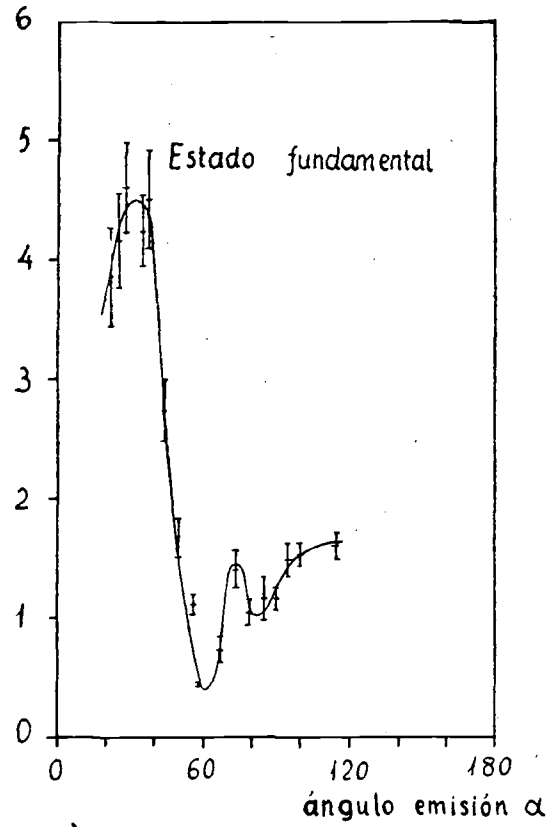
De todas estas distribuciones angulares inéditas se puede comprobar la baja sección eficaz de la reacción $C^{12}(d,\alpha)B^{10}$, por lo menos para la energía $E_0 = 19$ MeV del haz de deuterones utilizado. No se han podido obtener las de los restantes niveles, porque los máximos espectrales se confunden en algunos ángulos de observación, lo cual impide el recuento de trazas.

Como ya indicamos en la Introducción, sería de gran interés analizar estas distribuciones con el fin de comprobar la teoría de las reacciones d- α , basada en un proceso pick-up (11), que es la más reciente y que parece que se ha aplicado con éxito en muchos casos. Este análisis constituye uno de nuestros próximos objetivos.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

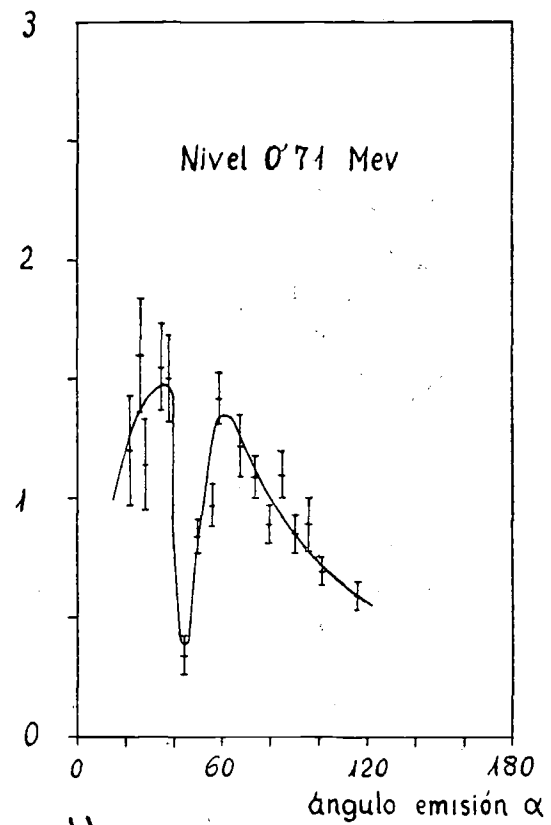
- (1) T. D. LEE y C. N. YANG. *Phys. Rev.* 104, 254 (1956).
- (2) F. S. CRAWFORD, JR. M. CRESTI, M. L. GOOD, K. GOTTSTEIN, E. M. LYMAN, F. T. SOLMITZ, M. L. STEVENSON y H. K. TICHO. *Phys. Rev.* 108, 1.102 (1957).
- (3) W. H. BARKAS, P. G. GILES, H. H. HECKMAN, F. W. INMAN, F. M. SMITH, W. ALLES, N. N. BISWAS, M. CECCARELLI y J. CRUSSARD. *Internacional Conference on Messons and Recently Discovered Particles Padova-Venèzia, 22-28 septiembre (1957)*.
- (4) E. VILLAR. *Análisis de los procesos nucleares ocurridos al bombardear gas acetileno con deuterones de 19,17 MeV*. Tesis Doctoral, Universidad de Madrid (1957-1958) (pendiente de publicación).
- (5) J. CATALÁ. *Las Investigaciones Nucleares en Valencia*. Anales R. S. E. F. y Q.
- (6) S. A. MOSZOWSKI. "Models of Nuclear Structure", *Handbuch der Physik*, vol. XXXIX, 467 (1957).
- (7) G. L. SQUIRES. *Progress in Nuclear Physics*, vol. 2, pág. 10 (1952).
- (8) M. A. TUVE, N. P. HEYDENBURG y L. R. HAFSTAD. *Phys. Rev.*, 50, 806 (1936).
- (9) J. P. ELLIOT y A. M. LANE. "The Nuclear shell model", *Handbuch der Physik*, vol. XXXIX, 319 (1957).
- (10) N. M. KROLL y L. L. FOLDY. *Phys. Rev.*, 88, 1.177 (1952).
- (11) MOHAMED EL NADI. *Proc. Phys. Soc.*, vol. 70, 445, 62 (1957).
- (12) M. W. GIBSON, D. J. PROUSE y J. ROTBLAT. *Nature*, 173, 1.180 (1954).
- (13) H. B. BURROWS, C. F. POWELL y J. ROTBLAT. *Proc. Roy. Soc., A*, 190, 196 (1947).
- (14) P. H. FOWLER y D. H. PERKINS. *Photografic Sensitivity*. Butherworths Publics. London, 340 (1951).
- (15) J. CATALÁ, E. VILLAR, A. BONET y L. MIRALLES. *Anales R. S. E. F. y Q.*
- (16) J. J. WILKINS. *A. E. R. E. G/R*, 664, 22 (1951).
- (17) F. AJZENBERG y T. LAURITSEN. *Rew. Mod. Phys.*, 27, 102 (1955).

$\sigma(\alpha) \frac{\text{milibarns}}{\text{estrad}}$



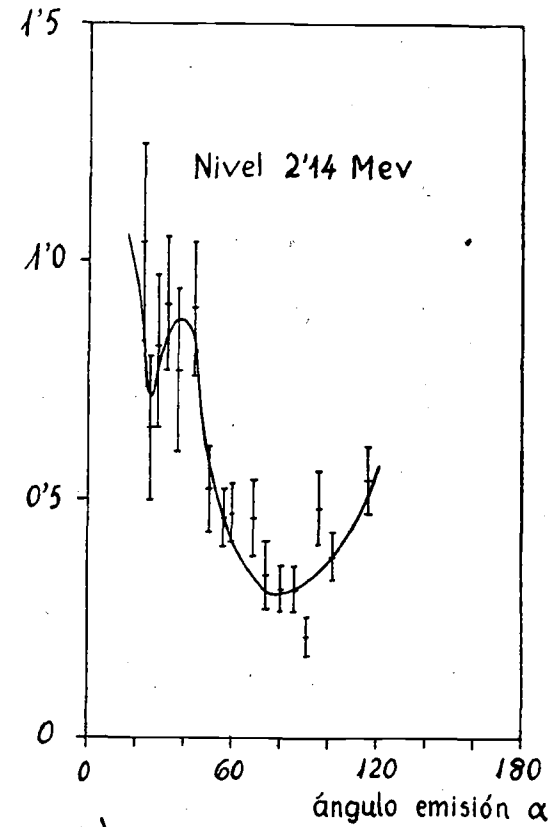
a)

$\sigma(\alpha) \frac{\text{milibarns}}{\text{estrad}}$



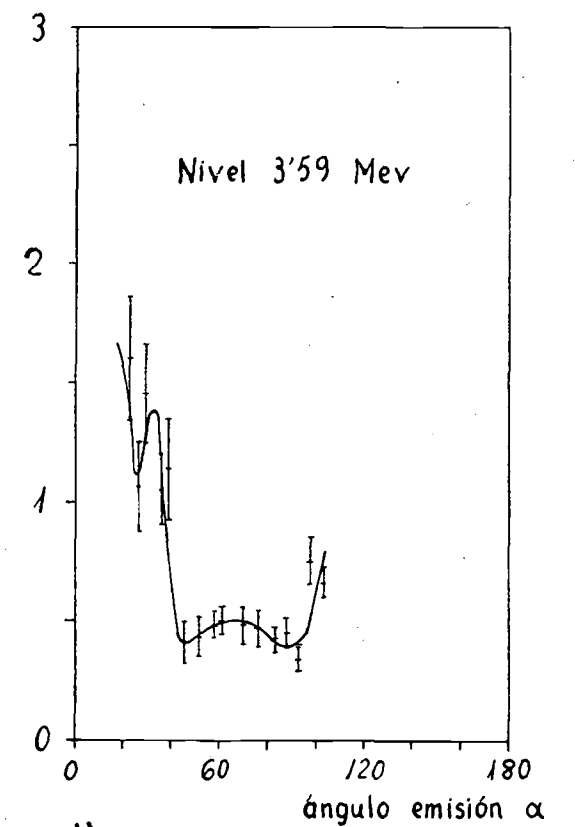
b)

$\sigma(\alpha) \frac{\text{milibarns}}{\text{estrad}}$



c)

$\sigma(\alpha) \frac{\text{milibarns}}{\text{estrad}}$



d)

Figura 6.- Distribuciones angulares de las partículas α originadas en la reacción $C^{12}(d,\alpha)B^{10*}$

ESTUDIO DE LA REACCIÓN $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ MEDIANTE EMULSIONES FOTONUCLEARES

- (18) I. B. BERLMAN. *Phys. Rev.*, 80, 775 (1950).
- (19) A. ASHMORE y J. F. RAFFLE. *Proc. Phys. Soc.*, 64, A, 754 (1951).
- (20) G. A. EL BEDEWI e I. HUSSEIN. *Proc. Phys. Soc.*, 70, A, 223 (1957).
- (21) V. K. RASMUSSEN, W. E. HORNYAK y T. LAURITSEN. *Phys. Rev.*, 76, 581 (1949).
- (22) W. F. HORNYAK y T. COOR. *Phys. Rev.*, 92, 675 (1953).
- (23) C. K. BOCKELMAN, C. P. BROUSE, W. W. BUECHNER y A. SPERDUTO. *Phys. Rev.*, 92, 665 (1953).
- (24) O. HAXEL y E. STUHLINGER. *Z. Physik*, 114, 178 (1939).
- (25) A. B. ROBBINS. *Phys. Rev.*, 101, 4, 1.373 (1956).
- (26) S. M. SHAFROTH y S. S. HANNA. *Phys. Rev.*, 95, 86 (1954).
- (27) F. AJZENBERG. *Phys. Rev.*, 88, 398 (1952).
- (28) J. ROTBLAT. "Photografic Emulsion Technique", *Progress in Nuclear Physics*, Ch. 3 London (1950).
- (29) F. AJZENBERG. *Phys. Rev.*, 82, 43 (1951).
- (30) T. W. BONNER y C. F. COOK. *Phys. Rev.*, 96, 122 (1954).
- (31) R. H. DALITZ. *Prog. Nucl. Phys.*, vol. 4, 129, Pergamon Press, London, New-York.
- (32) D. H. WILKINSON y G. A. JONES. *Phys. Rev.*, 91, 1.575 (1953).
- (33) L. A. RADICATI. *Phys. Rev.*, 87, 521 (1952).
- (34) H. J. BRODICK. *The Physics of Experimental Method*, 13, London (1954).
- (35) R. K. ADAIR. *Phys. Rev.*, 87, 1.041 (1952).
- (36) D. H. WILKINSON y G. A. JONES. *Phys. Rev.*, 90, 721 (1953).
- (37) RADICATI. *Proc. Phys. Soc.*, A, 66, 139 (1953).

◇

LUIS MIRALLES CONESA

**DIFUSION DE PARTICULAS ALFA DE 38
MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO**

Esta Tesis Doctoral fue leída en Valencia el 4 de diciembre de 1958, obteniendo la calificación de Sobresaliente *cum laude*.

El Tribunal de examen estuvo constituido por:

Dr. D. Luis Brú Vilaseca. *Presidente*.

Dr. D. Joaquín Catalá de Alemany.

Dr. D. José García Santesmases.

Dr. D. José Ignacio Fernández Alonso.

Dr. D. Carlos Sánchez del Río.

INTRODUCCIÓN

Rutherford para interpretar el fenómeno de la difusión elástica de las partículas α empleaba la Mecánica newtoniana haciendo las siguientes hipótesis:

- 1) La carga nuclear del átomo y la de la partícula se comportan como cargas puntuales.
- 2) Estas cargas interactúan siguiendo la ley de Coulomb.
- 3) Los fenómenos a pequeñas distancias del núcleo no son influidos por las cargas de los electrones periféricos.

Con estas hipótesis fue deducida por Rutherford la fórmula que corresponde a la distribución angular de las partículas α difundidas por un elemento pesado.

En las primeras experiencias las partículas α procedentes de fuentes radiactivas, y por tanto de energía inferior a 10 MeV, no eran capaces de atravesar la barrera repulsiva culombiana y alcanzar la zona correspondiente a las fuerzas específicamente nucleares.

Durante los últimos veinticinco años el progreso de la Física Nuclear ha sido muy rápido. El desarrollo de nuevas técnicas experimentales, especialmente el de aceleradores de elevada energía y detectores de alta precisión, hace que la difusión nuclear de partículas α presente hoy nuevo interés, como lo demuestra la abundante bibliografía sobre este tema.

Las partículas α son aceleradas artificialmente a energías suficientemente grandes para que logren aproximarse a los núcleos, hasta distancias del orden de 10^{-13} cm, incluso en los núcleos pesados.

Una serie de investigadores han publicado en los últimos años (1, 2), los resultados obtenidos en la difusión de partículas alfa sobre distintos elementos y diferentes energías. La sección eficaz elemental de difusión elástica sigue la ley de Rutherford para bajas energías y discrepa, bruscamente, de la citada ley cuando sobrepasa una energía crítica que depende del elemento difusor y del ángulo de difusión.

Las distribuciones angulares de las partículas α difundidas por un elemento pesado, a una determinada energía, también presenta un decrecimiento exponencial en la sección eficaz para ángulos mayores que un determinado ángulo crítico. Este comportamiento ha sido interpretado por diversos investigadores (3, 4, 5), admitiendo modelos nucleares semi-clásicos.

Nuestra contribución al estudio de las difusiones elásticas ha consistido en el análisis, mediante la técnica fotográfica, de las partículas α difundidas por el carbono 12 y el fluor 19, así como los productos de reacción obtenidas al bombardear un blanco de F_2C con un haz de partículas α acelerado en el ciclotrón de Birmingham con una energía de 38 MeV. Las partículas α difundidas impresionaron un lote de placas fotonucleares que después de reveladas fueron examinadas al microscopio en los Laboratorios del Centro de Física Fotocorpúscular de la Facultad de Ciencias de Valencia. El estudio de las placas nos puso en evidencia la existencia de partículas difundidas inelásticamente por el F^{19} y C^{12} .

G. Igo et al. y H. J. Watters (2, 5) han realizado un estudio de la difusión elástica de partículas α de 40 y 31,5 MeV respectivamente, sobre elementos ligeros, llegando a la conclusión de que en este caso el núcleo difusor se comporta como un medio óptico, presentándose fenómenos de difracción de la onda asociada a la partícula incidente, análogos a los de la luz en un disco opaco.

Estos fenómenos de difracción se han presentado de un modo convincente en nuestro caso y de su estudio hemos deducido los radios de interacción del C^{12} y F^{19} . Restando el valor del radio de la partícula α hemos calculado los radios nucleares de dichos elementos, en buen acuerdo, con los valores ya establecidos.

I. REALIZACIÓN DE LA EXPERIENCIA

La cámara que contenía el blanco de tetrafluoruro de carbono, sometida al bombardeo del haz de partículas α , es la misma utilizada en una serie de experiencias análogas realizadas en Liverpool y Birmingham en los últimos años. Algunas de estas reacciones han sido estudiadas en nuestro Centro, y por ello los detalles de la cámara han sido minuciosamente descritos en otros trabajos anteriores (6, 7).

En la Tabla I. 1 resumimos los datos de la experiencia facilitados por el Dr. Gibson, de la Universidad de Belfast.

TABLA I. 1

Haz: partículas α de 38 MeV.
Tiempo de exposición: 30 minutos.
Presión: 21,21 cm Hg.
Temperatura: 23,5° C.
Carga integrada: 1,175 μ coulombs.

Las placas fotográficas utilizadas eran Ilford C2, y estaban, durante la experiencia, perfectamente sujetas sobre una plataforma dispuesta en la cámara de difusión.

Inicialmente el espesor de las placas era de 200 μ , pero debido a la pérdida de haluro que se produce principalmente en el proceso de fijado, el espesor medio de las emulsiones quedó reducido a unas 85 μ (factor de contracción 2,35).

Para el revelado de estas placas fotonucleares no se puede aplicar la técnica empleada en las emulsiones ordinarias. El método usado en nuestro caso y que es el más generalizado en este tipo de emulsiones es el llamado "revelado de dos temperaturas", ideado por Dilworth, Occhialini y Payne (8), desarrollado posteriormente por el Grupo de Física Nuclear de la Universidad de Bruselas (9).

II. REACCIONES POSIBLES

Al incidir el haz de partículas α sobre el tetrafluoruro de carbono pueden tener lugar todas las reacciones que vienen indicadas en la Tabla II. 1.

TABLA II. 1

<i>Elemento</i>	<i>Reacción</i>	<i>Energía de desintegración</i>
C^{12}	$C^{12}(\alpha, \alpha)C^{12}$	0 (choque elástico)
F^{19}	$F^{19}(\alpha, \alpha)F^{19}$	0 (choque elástico)
C^{12}	$C^{12}(\alpha, \alpha')C^{12*}$	0 (choque inelástico)
F^{19}	$F^{19}(\alpha, \alpha')F^{19*}$	0 (choque inelástico)
F^{19}	$F^{19}(\alpha, p)Ne^{22}$	1,58 MeV
F^{19}	$F^{19}(\alpha, n)Na^{22}$	-1,84 MeV
C^{12}	$C^{12}(\alpha, \alpha)3\alpha$	-7,28 MeV

El único isótopo natural del fluor, que se conoce, tiene de masa atómica 19. Además del C^{12} se conoce otro isótopo, el C^{13} , pero su abundancia es del orden del 1 % (10).

Se hicieron experiencias previas en vacío que demostraron que el número de trazas espúreas procedentes de reacciones sobre oxígeno y nitrógeno eran prácticamente nulos.

III. MEDIDAS EXPERIMENTALES

Para la observación de las trazas registradas en las emulsiones se utilizaron los microscopios binoculares que dispone este Centro; sus características y detalles fundamentales han sido descritos en otros trabajos de este Centro (6, 7). La disposición de las placas durante la experiencia nos fue facilitada mediante un mapa auxiliar. El centrado de la placa en el microscopio se hace con la ayuda de éste.

Con el fin de no separarnos mucho de la dirección para la que ha sido centrada la placa, la anchura del área era pequeña.

El alcance total de una partícula viene dado por la fórmula:

$$R = l \cdot \sec \beta + k \cdot r \quad (\text{III. 1})$$

en donde l es la proyección horizontal, R el alcance total, β el ángulo de incidencia, r el recorrido de la partícula en el gas antes de alcanzar la emulsión. El ángulo de incidencia β se determina fácilmente por consideraciones geométricas.

Una partícula cargada que atraviese una substancia pierde gradualmente energía al sufrir colisiones con los átomos presentes, excitándolos o ionizándolos. El poder frenante de una substancia con respecto a otra standard no es constante, sino una función de la energía de la partícula incidente.

Se define el poder frenante de una substancia respecto al aire por la expresión:

$$K_a = \frac{-(dE/dx)_{\Delta E}}{-(dE_a/dx_a)_{\Delta E}} \quad (\text{III. 2})$$

dE/dx representa la pérdida específica de la energía de las partículas en el gas. La expresión $-(dE/dx)$ fue calculada teóricamente por Bethe y Livingstone (11), siguiendo tratamientos mecánico-cuánticos y aplicando ecuaciones relativistas.

Empleando los datos de nuestra experiencia, obtenemos para K_a

$$K_a = 11,96 (0,04545S_F + 0,011288S_C) \quad (\text{III. 3})$$

en donde S_F y S_C son los poderes frenantes relativos del fluor y carbono, respectivamente.

Para el cálculo de S_F y S_C , acudimos a las tablas de Bethe y Livingstone (12), que dan el poder atómico diferencial de distintos elementos respecto al aire en función de la energía. Por interpolación, determinamos los poderes atómicos relativos del F^{19} y C^{12} .

Una vez evaluado el cociente K_a a diversas energías, dividimos los valores diferenciales del alcance de las partículas α en aire standard $\Delta R_{\alpha(\text{aire})}$ para pequeños intervalos de energía, por los correspondientes valores de K_a , obteniendo así los alcances equivalentes diferenciales $\Delta R_{\alpha}(CF_a)$ en el gas. Sumando estos valores diferenciales para sucesivas energías, se obtienen

los alcances integrales $R_\alpha(\text{CF}_4)$ en el gas, de esta forma hemos obtenido la curva-energía (figura 1) para partículas α en gas CF_4 .

IV. ENERGÍA DEL HAZ

La energía del haz de partículas bombardeantes que se nos dio como dato de la experiencia fue de 38 MeV, aproximadamente, pero todos nuestros resultados experimentales se basan en un conocimiento preciso de esta energía. Las difusiones elásticas de las partículas α sobre F^{19} y C^{12} nos permiten hacer en distintos ángulos una serie de determinaciones de la energía del haz, en número suficiente para obtener resultados de la máxima precisión posible.

Elegimos las dos reacciones relativas a las difusiones elásticas, porque en casi todos los ángulos observados, los máximos correspondientes están perfectamente acusados, como puede verse de la simple observación de los histogramas.

Las fórmulas que nos dan los valores de la energía del haz, son:

$$E_0 = \frac{33,06 E_m}{(\cos \theta \pm \sqrt{\cos^2 \theta + 21,56})^2} \quad (\text{IV. 1})$$

para el caso de difusiones elásticas del F^{19} . Para el C^{12} resulta:

$$E_0 = \frac{16 E_m}{(\cos \theta \pm \sqrt{\cos^2 \theta + 8})^2} \quad (\text{IV. 2})$$

El alcance de las partículas α es el correspondiente al centro de gravedad del máximo. De la curva alcance-energía deducimos el valor de E_m . Las fórmulas (IV. 1) (IV. 2) nos proporcionan la energía del haz con un error que corresponde al "straggling" de la traza deducido de la anchura de la curva gaussiana, medido para una ordenada igual a la mitad de su máxima altura.

El valor medio de la energía del haz ha sido determinado por un método gráfico. El resultado obtenido fue

$$E_0 = 37,93 \pm 0,41 \text{ MeV}$$

lo que supone un error relativo del 1 %.

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

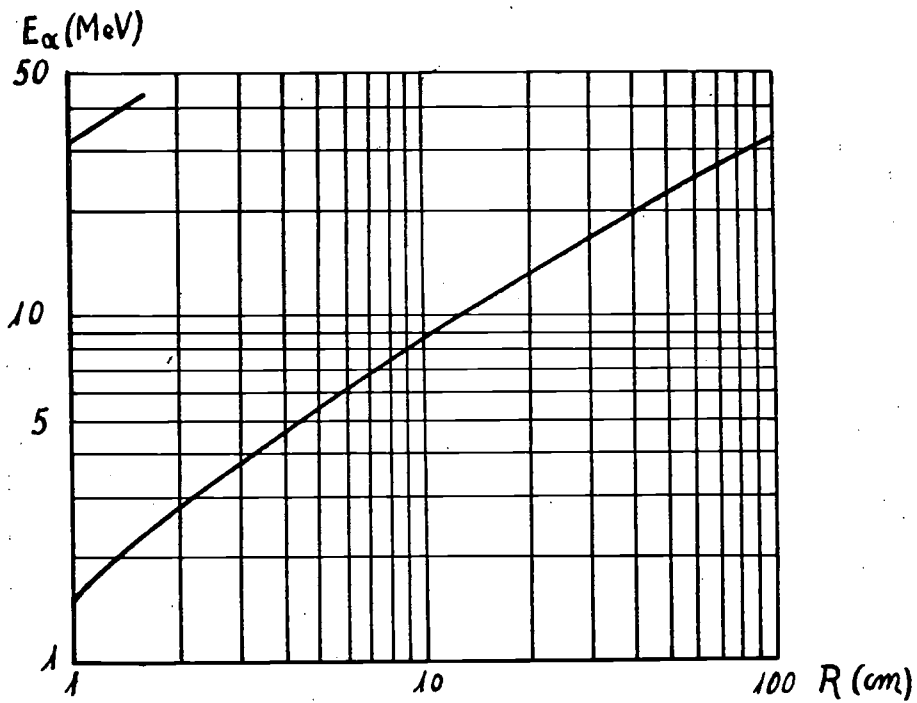


FIG. 1.—Relación alcance-energía de partículas α en gas CF_4

V. HISTOGRAMAS

Una vez corregidos los alcances de las partículas α , se representan en una serie de histogramas clasificados por el ángulo de observación. El número total de ángulos observados fue de 18, desde 10° a 70° , con intervalos que oscilaban entre 5° y $2,5^\circ$.

En todos los histogramas se observan claramente definidos dos máximos (figura 2), en la parte final del espectro, que fácilmente localizamos por su alcance como pertenecientes a las difusiones elásticas con el F^{19} y C^{12} .

La figura 2 es uno de nuestros histogramas más caracterizados. Estos dos máximos fueron señalados en los histogramas con las anotaciones I y II, respectivamente. En la zona de alcances más cortos apreciamos la presencia de un tercer máximo (numerado III), que por su alcance corresponde al conocido nivel 4,46 MeV del C^{12} .

VI. SECCIÓN EFICAZ: CÁLCULO

La probabilidad de que se produzca una determinada reacción se mide por su sección eficaz.

Nos interesa conocer la distribución angular de las partículas α difundidas elásticamente por el C^{12} y F^{19} . Para el cálculo de las secciones eficaces en coordenadas de laboratorio referentes a las difusiones elásticas de partículas α en C^{12} y F^{19} , así como para las difusiones inelásticas de partículas α por el núcleo de C^{12} excitado con una energía de 4,34 MeV, después de tener presente los datos de la experiencia resumidos en la Tabla I. 1, aplicamos, respectivamente, las expresiones:

$$\sigma_C(\theta) = 5,26 \cdot 10^{-5} \frac{r^2(r - 0,5 \operatorname{cosec} \theta)}{t \left(S \left(1 - \frac{t}{0,4} \cotg \theta \right) \right)} \cdot N_C \quad (\text{VI. 1})$$

$$\sigma_F(\theta) = 1,315 \cdot 10^{-5} \frac{r^2(r - 0,5 \operatorname{cosec} \theta)}{t \left(S \left(1 - \frac{t}{0,4} \cotg \theta \right) \right)} \cdot N_F \quad (\text{VI. 2})$$

$$\sigma_{C_2}(\theta) = 5,26 \cdot 10^{-5} \frac{r^2(r - 0,5 \operatorname{cosec} \theta)}{S(1 - \frac{t}{0,4} \cotg \theta)} \cdot N_{C_2} \quad (\text{VI. 3})$$

en donde: θ representa el ángulo de difusión; S el área de la superficie observada al microscopio; r la distancia del blanco a la placa; t el espesor de los bordes de la ventana; N_C , N_F y N_{C_2} representan el número de trazas que hay respectivamente en cada máximo.

VII. DISTRIBUCIONES ANGULARES

Las fórmulas anteriores vienen dadas en (C.L.) y para hacer la distribución angular necesitamos expresar estas fórmulas en coordenadas (C.M.).

El factor de conversión A para transformar los valores $\sigma(\theta)$ en (C.L.) en sección eficaces en el sistema (C.M.) (θ, α) viene dado por:

$$A = \frac{\operatorname{sen}^2 \theta}{\operatorname{sen}^2 \alpha} \cos C \quad (\text{VII. 1})$$

Sen C para los casos del C^{12} y F^{19} toma respectivamente los valores

$$\operatorname{sen} C = \frac{1}{3} \operatorname{sen} \theta \text{ y } \operatorname{sen} C = \frac{4}{19} \operatorname{sen} \theta.$$

Para el nivel de excitación 4,34 del C^{12} resulta:

$$\operatorname{sen} C = 0,362 \operatorname{sen} \theta \quad (\text{VII. 2})$$

El valor de α , ángulo que forma la dirección de la partícula emitida con la del haz de partículas bombardeantes se determina por la expresión

$$\alpha = \theta + C \quad (\text{VII. 3})$$

Aplicando los valores del factor de conversión a las fórmulas (VI. 1, VI. 2, VI. 3) de las secciones eficaces en (C.L.) hemos obtenido éstos en (C.M.) y los resultados vienen expresados en la Tablas VII. 1, VII. 2, VII. 3.

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

TABLA VII. 1

CÁLCULO DE SECCIONES EFICACES EN COORDENADAS C. M.
DIFUSIÓN ELÁSTICA $F^{19}(\alpha,\alpha)F^{19}$

θ	α	N	σ (α)
15°	18°7'	294	139,40 ± 8,14
17°30'	21°8'	281	417,00 ± 25,00
20°	24°8'	661	301,29 ± 11,72
22°30'	27°7'	99	96,96 ± 13,42
		52	22,41 ± 3,10
25°	30°6'		
		19	16,59 ± 3,80
		165	30,67 ± 2,39
30°	36°2'		
		127	25,55 ± 2,27
32°30'	39°	191	28,07 ± 2,03
		56	10,22 ± 1,37
35°	41°56'		
		44	10,72 ± 1,62
40°	47°46'	73	6,79 ± 0,79
42°30'	50°40'	32	8,89 ± 1,59
45°	53°34'	155	11,39 ± 0,92
47°30'	56°30'	130	9,83 ± 0,86
50°	59°17'	63	5,64 ± 0,71
52°30'	62°7'	27	4,78 ± 0,92
55°	64°56'	47	3,37 ± 0,49
		27	3,40 ± 0,65
60°	70°30'		
		12	2,69 ± 0,78
70°	81°24'	4	0,25 ± 0,10

TABLA VII. 2

CALCULO DE SECCIONES EFICACES EN COORDENADAS C. M.
DIFUSIÓN ELÁSTICA $C^{12}(\alpha, \alpha)C^{12}$

θ	α	N	σ (a)
15°	19°57'		6,76 ± 1,35*
17°	23°15'		97,92 ± 6,71*
20°	26°33'		217,69 ± 15,30*
22°30'	29°50'		179,40 ± 8,95*
25°	33°5'		76,00 ± 10,00*
		15	9,45 ± 2,50
30°	39°35'		
		8	5,44 ± 2,00
32°30'	42°49'	42	20,96 ± 3,23
		53	33,00 ± 4,50
35°	46°1'		
		37	30,74 ± 5,10
40°	52°22'	60	19,24 ± 2,50
42°30'	55°31'	15	14,52 ± 3,80
45°	58°38'	52	13,33 ± 1,90
47°30'	61°43'	62	16,48 ± 2,10
50°	64°47'	55	17,43 ± 2,30
52°30'	67°50'	33	20,81 ± 3,60
55°	70°51'	92	23,70 ± 2,40
		28	12,89 ± 2,52
60°	76°47'		
		16	13,14 ± 3,26
70°	88°15'	6	2,57 ± 1,10

(*) Las secciones eficaces de estos ángulos fueron calculados por el Dr. W. M. Gibson.

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

TABLA VII. 3

CÁLCULO DE SECCIONES EFICACES EN COORDENADAS C. M.
DIFUSIÓN INELÁSTICA $C^{12}(\alpha,\alpha')C^{12*}$ (4,34 MeV)

θ	α	N	(σ)
15°	22°22'	23	35,00 ± 7,30
17°30'	23°45'	7	33,20 ± 13,00
20°	27°7'	15	21,90 ± 5,70
		14	19,54 ± 5,20
25°	33°48'	7	19,79 ± 7,40
		45	27,30 ± 4,10
30°	40°26'	50	32,85 ± 4,50
32°30'	43°43'	53	25,50 ± 3,70
		23	13,80 ± 2,90
35°	46°59'	13	10,40 ± 2,90
40°	53°27'	35	10,90 ± 1,78
45°	59°50'	32	7,96 ± 1,41
47°30'	62°58'	31	7,97 ± 1,42
50°	66°6'	20	6,17 ± 1,38
55°	72°15'	22	5,55 ± 1,80
		21	9,50 ± 2,00
60°	78°16'	11	8,75 ± 2,60
70°	89°53'	20	8,48 ± 1,90

Los errores indicados para cada valor proceden del error estadístico inherente al cómputo de trazas.

Las figuras 3 y 4 representan en línea continua la distribución angular experimental en (C.M.) de las partículas α difundidas elásticamente por el F^{19} y el C^{12} . La figura 5 representa la distribución angular experimental de las partículas α difundidas inelásticamente por el C^{12} * con una energía de 4,34 MeV.

Las líneas de trazos representan la distribución angular teórica culombiana y ha sido obtenida aplicando la fórmula de Rutherford:

$$\sigma_R (\alpha) = \left(\frac{Z Z' e^2}{2 \mu v_0^2} \right)^2 \text{sen}^{-4} \frac{\alpha}{2} \quad (\text{VII. 4})$$

Z, Z' , representan la carga de la partícula bombardeante y del núcleo bombardeado, respectivamente; α el ángulo de difusión en coordenadas (C. M.); μ es la masa reducida en coordenadas (C. M.) dada por la expresión $m_0 M_A / (m_0 + M_A)$, y v_0 es la velocidad con que se mueven las partículas del haz bombardeante.

La expresión anterior, después de verificadas las operaciones y teniendo presente la energía del haz, quedaron reducidas respectivamente:

$$\sigma_R (\alpha)_{C^{12}} = 0,2299 \text{sen}^{-4} \frac{\alpha}{2} \quad (\text{VII. 5})$$

$$\sigma_R (\alpha)_{F^{19}} = 0,2065 \text{sen}^{-4} \frac{\alpha}{2} \quad (\text{VII. 6})$$

VIII. DISTANCIA APSIDAL

Recibe este nombre la distancia de máxima aproximación de la trayectoria hiperbólica de Coulomb correspondiente a una energía y un ángulo de difusión determinado, es decir, la distancia que existe entre el núcleo difusor y el vértice de la hipérbola descrita por la partícula difundida.

La fórmula que nos da el valor de esta distancia es la siguiente:

$$D = \frac{0,72 ZZ'}{E} 10^{-13} \left(1 + \text{cosec} \frac{\theta}{2} \right) \text{cm.} \quad (\text{VIII. 1})$$

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

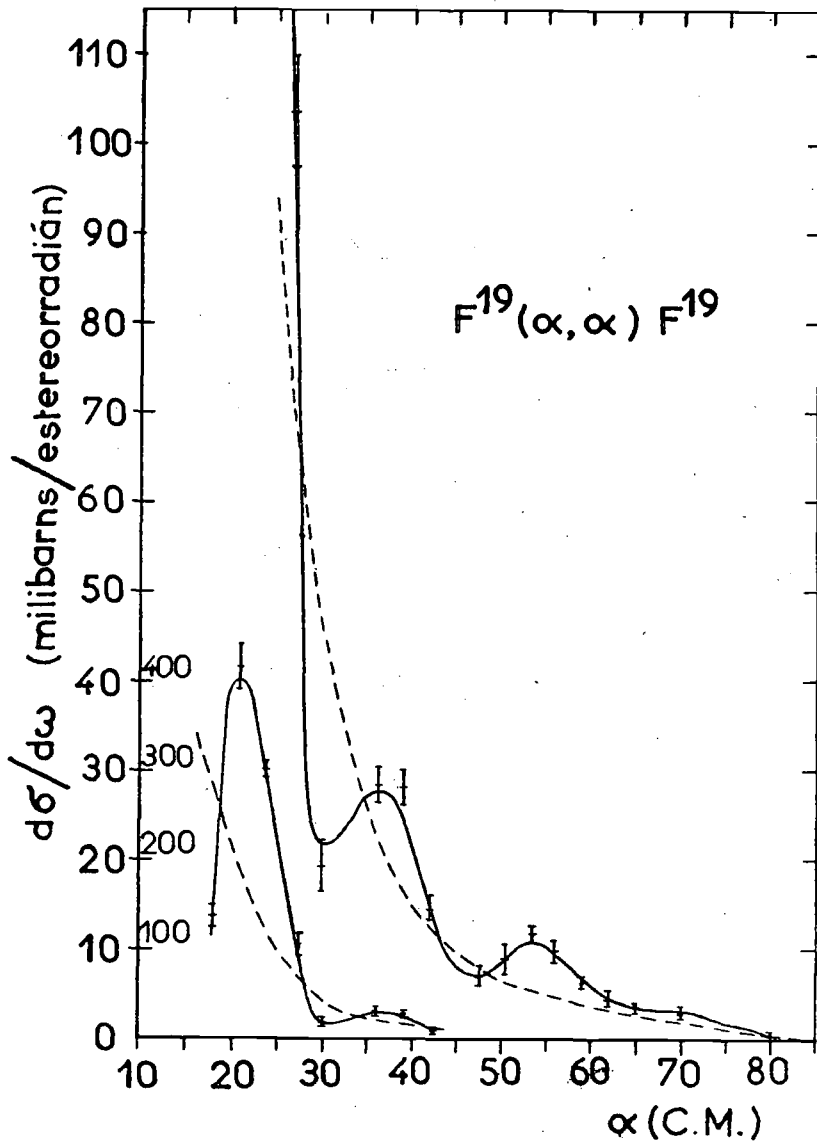


FIG. 3.—Distribución angular de las partículas α , difundidas elásticamente por el F^{19}

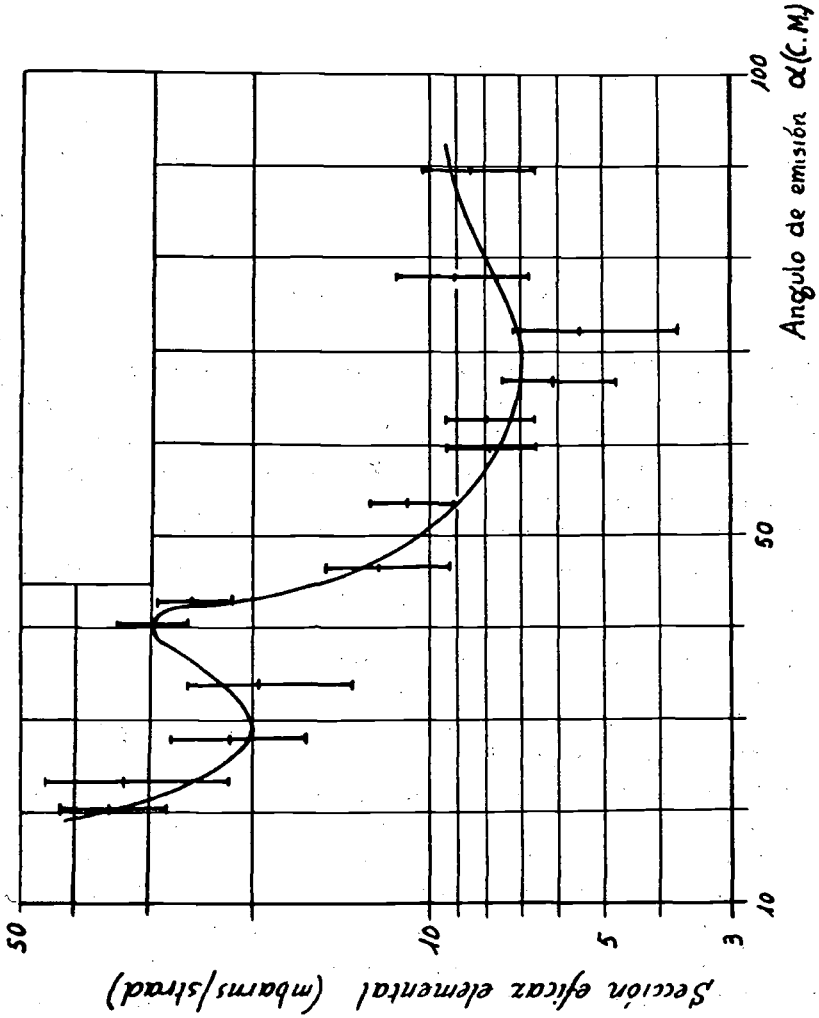


Fig. 5.—Distribución angular de las partículas α , difundidas por el C^{12} * (Nivel 4.34 MeV)

Aplicando esta ecuación a la difusión de las partículas α en los núcleos de F^{19} y C^{12} , y teniendo en cuenta la energía del haz, resultan, respectivamente, las expresiones:

$$D_{F^{19}} = 0,3418 \left(1 + \operatorname{cosec} \frac{\theta}{2} \right) \cdot 10^{-13} \text{ cm} \quad (\text{VIII. 2})$$

$$D_{C^{12}} = 0,2272 \left(1 + \operatorname{cosec} \frac{\theta}{2} \right) \cdot 10^{-13} \text{ cm} \quad (\text{VIII. 3})$$

IX. FACTOR DE TRANSMISIÓN

Como puede verse en las figuras 3 y 4, las distribuciones angulares experimentales presentan una manifiesta discrepancia frente a las distribuciones teóricas, discrepancia perfectamente justificada, pues la experiencia se realizó bajo unas condiciones que no se cumplían en las difusiones de Rutherford.

La primera evidencia de discrepancia respecto a la ley de Coulomb, distinta a las observadas en la difusión de partículas α por hidrógeno y helio, fue obtenida por Bieler (1), quien estudió la distribución de partículas α del radio (B + C) difundidas por magnesio y aluminio. Para el aluminio el

cociente $\frac{\sigma}{\sigma_R}$ entre la sección eficaz observada y la teórica, que denominaremos "factor de transmisión", disminuía desde el valor 1,0 para pequeños ángulos hasta el valor 0,6 para 110° .

Este factor de transmisión tiene la siguiente interpretación física: Si suponemos que el núcleo difusor está constituido por una carga eléctrica puntual y sobre él incide un haz de partículas cargadas, la distribución angular de la trayectoria será culombiana y se ajustará a la fórmula de Rutherford. En efecto, así se cumple para distancias inferiores a 10^{-12} cm., como lo demuestran las primeras experiencias de Rutherford.

Para distancias apsidales del orden de 10^{-13} cm., todas las experiencias realizadas hasta la fecha demuestran que las partículas α comienzan a sentir los efectos de las fuerzas nucleares produciéndose su absorción o su desviación en un ángulo distinto al que le correspondería según la teoría de Rutherford. Por este motivo, al estudiar la distribución angular experimental

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

se encuentran valores superiores a los teóricos ($T > 1$), mientras que para otros ángulos la distribución experimental es inferior a la de Rutherford ($T < 1$).

X. DIFRACCIÓN NUCLEAR

La relación que existe entre la sección eficaz experimental y la sección teórica de Coulomb (factor de transmisión) para el F^{19} y C^{12} , viene representada en función del ángulo de difusión en el sistema de coordenadas (C. M.) en las figuras 6 y 7 respectivamente. Como puede verse, se trata de figuras análogas a las de difracción, y de su estudio puede deducirse el radio del núcleo difusor.

Los máximos de difracción en el caso del F^{19} aparecen (figura 6) en 23° , 39° , 55° y 70° . Para el C^{12} los máximos aparecen (figura 7) en 30° , $48^\circ 30'$ y 70° .

XI. RADIO DE DIFRACCIÓN

Las figuras de difracción obtenidas para el F^{19} y C^{12} nos permiten determinar el radio nuclear, aplicando la fórmula de difracción de la luz en un disco opaco:

$$K R \Delta \left(\sin \frac{1}{2} \alpha \right) = \frac{\pi}{2} \quad (\text{XI. 1})$$

La magnitud $\Delta \left(\sin \frac{1}{2} \alpha \right)$ es la diferencia en $\sin \frac{\alpha}{2}$ entre las posiciones angulares de dos máximos adyacentes, K es el número de propagación de la partícula α en coordenadas (C. M.) cuyo valor viene dado por la expresión $K = 2 \frac{\pi}{\lambda}$, y R es el radio de interacción de la partícula α con el núcleo.

En la Tabla XI, 1, indicamos los resultados correspondientes a la aplicación de la fórmula XI, 1, a los máximos de la figura 6 de difracción del F^{19} . El valor medio para $\Delta \left(\sin \frac{\alpha}{2} \right)$ es de 0,12592, y teniendo en cuenta

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

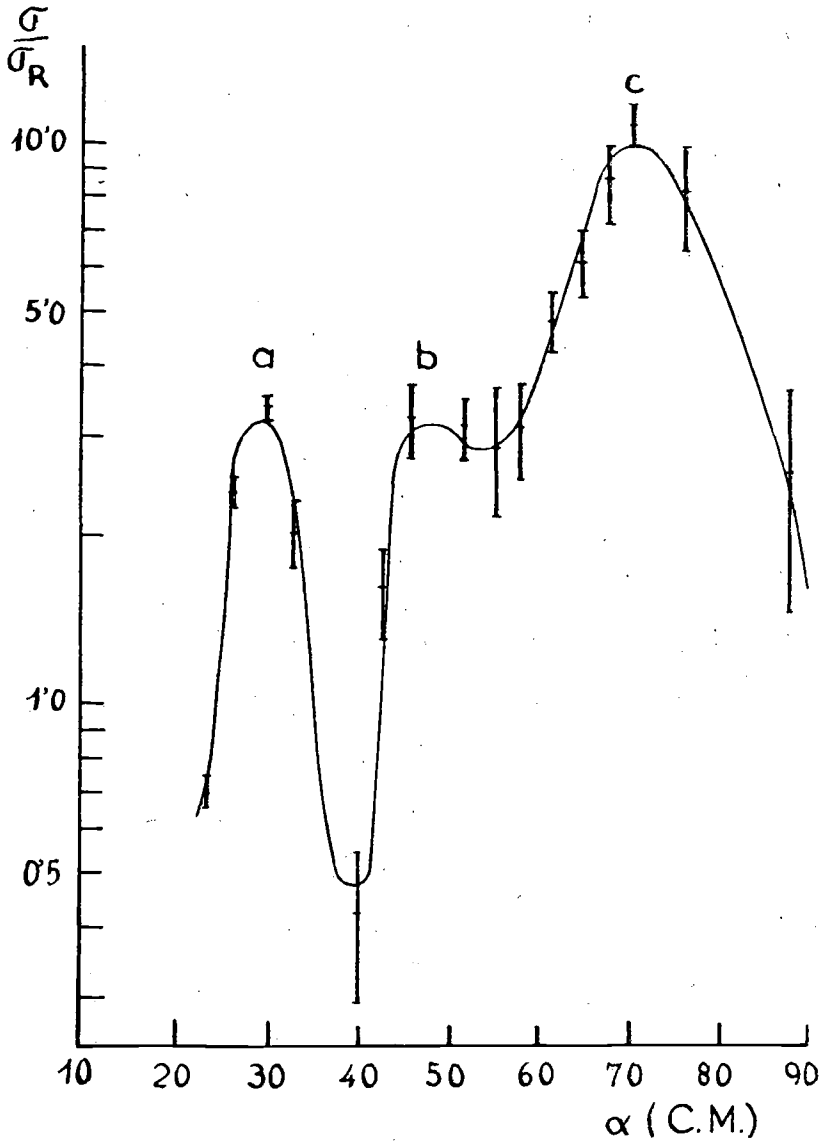


FIG. 7.—Variación del cociente $\frac{\sigma}{\sigma_R}$ para el C^{12} en función del ángulo α , en C. M.

la energía del haz en coordenadas de centro de masas, resulta para el radio de interacción de la partícula α con el F^{19} :

$$R = (5,09 \pm 0,30) \cdot 10^{-13} \text{ cm.}$$

TABLA XI, 1

Máximo	α	$\text{sen} \frac{\alpha}{2}$	$\Delta \text{sen} \frac{\alpha}{2}$
a	23°	0,19937	0,13444
b	39°	0,33381	0,12794
c	55°	0,46175	0,11540
d	70° 30'	0,57715	

Para el C^{12} un cálculo análogo nos dio los resultados expresados en la Tabla XI, 2, con un valor medio 0,15738 para $\Delta \text{sen} \frac{\alpha}{2}$, resultando para el radio de interacción de la partícula α con el C^{12} :

$$R = (4,28 \pm 0,21) \cdot 10^{-13} \text{ cm}$$

TABLA XI, 2

Máximo	α	$\text{sen} \frac{\alpha}{2}$	$\Delta \text{sen} \frac{\alpha}{2}$
a	30°	0,25882	0,15190
b	48° 30'	0,41072	0,16286
c	70°	0,57358	

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

Ambos radios de interacción se ajustan con suficiente aproximación a los valores determinados según la fórmula obtenida por G. Igo et al. (2) en estudios análogos:

$$R_i = (1,27 \pm 0,07) A^{1/3} + (1,60 \pm 0,23) \text{ fermis} \quad (\text{XI. 2})$$

como puede verse en la figura 8, en la que destacamos nuestros resultados junto con los deducidos por G. Igo para el Al, Ti, Cu, Nb y Ag.

XII. RADIOS NUCLEARES

El radio nuclear del F^{19} , puede calcularse mediante la expresión:

$$R_{F^{19}} = R_i - R_\alpha \quad (\text{XII. 1})$$

siendo R_i el radio de interacción ya determinado y R_α el radio de la partícula α deducido por la intersección de la recta con el eje de ordenadas. Así resulta:

$$R_{F^{19}} = 3,49 \pm 0,37 \text{ fermis}$$

De un modo análogo, resulta para el C^{12} el valor:

$$R_{C^{12}} = 2,68 \pm 0,28 \text{ fermis}$$

Aplicando los valores obtenidos a la expresión conocida de los radios nucleares:

$$R = R_0 A^{1/3} \quad (\text{XII. 2})$$

resulta respectivamente para R_0 los valores $1,30 \pm 0,14$ y $1,18 \pm 0,12$, en buen acuerdo con los deducidos por otros investigadores.

Con objeto de comprobar la validez del método empleado hemos determinado el valor de la distancia apsidal de la órbita hiperbólica de Coulomb seguida por una partícula α difundida por el F^{19} y C^{12} , aplicando las fórmulas (VIII. 2) (VIII. 3). Mediante esta expresión hemos calculado las distancias apsidales correspondientes a los máximos de difracción del F^{19} y C^{12} . En el caso más desfavorable, distancia apsidal para el F^{19} 2,38 fermis, la par-

tícula α penetra profundamente en el núcleo y por tanto es fuertemente absorbida, justificando así la existencia de los efectos de difracción y el empleo de la fórmula (XI. 1) para el cálculo del radio de interacción.

Estos efectos de difracción eran también de esperar sin más que considerar que la longitud de onda de Broglie de la partícula α , $\lambda = h / \sqrt{2 m E} = 2,33 \cdot 10^{-13}$ cm. es del mismo orden de magnitud que el radio de interacción deducido para el F^{19} ó C^{12} .

CONCLUSIONES

Mediante la Técnica Fotográfica hemos realizado el análisis de las partículas α difundidas, así como los productos de reacción resultantes del bombardeo de un blanco CF_4 gaseoso mediante un haz de partículas α aceleradas en el ciclotrón de Birmingham.

Las conclusiones de la presente Memoria son las siguientes:

- 1.^a Determinación de la relación alcance-energía para partículas α de 0 a 40 MeV, en gas CF_4 , en las condiciones de la experiencia.
- 2.^a Determinación de las secciones eficaces elementales y distribuciones angulares de las partículas α difundidas elásticamente por el F^{19} .
- 3.^a Determinación de las secciones eficaces elementales y distribuciones angulares de las partículas α difundidas elásticamente por el C^{12} .
- 4.^a Confirmación del nivel 4,34 MeV del C^{12} y determinación de las correspondientes secciones eficaces y su distribución angular.
- 5.^a Como aplicación de la teoría de difracción de la luz por un disco opaco se determinan los factores de transmisión correspondientes a las difusiones elásticas de las partículas α por el F^{19} y C^{12} .
- 6.^a Determinación de los radios nucleares del F^{19} y C^{12} .

BIBLIOGRAFÍA

- (1) BIELER, RUTHERFORD AND CHADWICK: *Proc. Roy. Soc.* 105, 434 (1924).
- (2) IGO, WEGNER AND EINSBERG: *Phys. Rev.* 101, 1508 (1956).
- (3) J. S. BLAI: *Phys. Rev.* 95, 1218 (1954).
- (4) D. D. KEERLER, J. S. BLAI AND J. W. FARWELL: *Phys. Rev.* 107, 1343 (1957).
- (5) H. J. WATTERS: *Phys. Rev.* 103, 1763 (1956).
- (6) F. SENENT: *Tesis Doctoral*. Anales Univ. Valencia (1954-55).
- (7) E. VILLAR: *Tesis Doctoral*. Madrid (1957).
- (8) DILWORTH, OCCHIALINI AND PAYNE: *Nature*, 162, 102 (1948).
- (9) DILWORTH, OCCHIALINI AND VERMAESEN: *Bul. Cent. Phys. Nuc. Univ. Libre Bruxelles*, n.º 13 A, Feb. (1950).
- (10) J. MATTAUCH: *Nuc. Phys. Tables*. N. York (1946).
- (11) H. A. BETHE and M. S. LIVINGSTONE: *Rev. Mod. Phys.*, 9, 283 (1937).
- (12) H. A. BETHE and M. S. LIVINGSTONE: *Rev. Mod. Phys.*, 9, 278 (1937).

OTROS TRABAJOS CONSULTADOS

- G. W. FARWELL, H. E. WEGNER: *Phys. Rev.*, 93, 356 (1954).
G. W. FARWELL and H. E. WEGNER: *Phys. Rev.*, 95, 1.212 (1954).
WALL, REES and FORD: *Phys. Rev.*, 97, 726 (1955).
L. SCHECHTER and R. ELLIS: *Phys. Rev.*, 99, 1.044 (1955).
WEGNER, EISBERG and IGO: *Phys. Rev.*, 99, 825 (1955).
L. SCHECHTER and R. ELLIS: *Phys. Rev.*, 101, 636 (1956).
H. E. GOVE: *Phys. Rev.*, 99, 1.353 (1955).
E. BLEULER and D. J. TENDAM: *Phys. Rev.*, 99, 1.606 (1955).
EISBERG, IGO and WEGNER: *Phys. Rev.*, 99, 1.606 (1955).
J. CATALÁ, L. MIRALLES, J. AGUILAR y M. DE LA CUADRA: *An. Fis. y Quím.* (pendiente de publicación).
H. B. BURROWS, C. F. POWELL and J. ROTBLAR: *Proc. Roy. Soc.* A 209, 461 (1951).
W. M. GIBSON, comunicación personal.
W. M. GIBSON, comunicación personal.
F. AJZENBERG and T. LAURITSEN: *Rev. Modern. Phys.* 27, 77-157 (1955).
D. W. MILLER et al.: *Phys. Rev.*, 95, 649 (1954).
Handbuch der Physik, vol. XXXIX, pág. 460. Berlín (1957).
J. ROTBLAT: *Photographic emulsion technique. Progress in Nuclear Physics*. London (1950).
P. H. FOWLER: *Phil. Mag.*, 41, 169 (1950).
CRUSSARD: *Tesis Doctoral Univ. París* (1952).
SÖRENSEN: *Phil. Mag.*, 42, 188 (1951).
J. CATALÁ, A. BONET y E. VILLAR: *Anales Fis. y Quím.* (pendiente publicación).

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS ALFA DE 38 MeV POR TETRAFLUORURO DE CARBONO

- Experimental Nuclear Physics*. E. Segre, 168. London (1952).
Experimental Nuclear Physics. E. Segré, 200. London (1952).
J. J. WILKINS, A. E. R. E.: *Report P/R-664*, Harwell Beks (1951).
C. M. G. LATTES, P. H. FOWLER, P. CUER: *Proc. Phys. Soc.*, 59, 883 (1947).
J. ROTBLAT: *Nature*, 165, 167, 387 y 550 (1950) (1951).
W. M. GIBSON y J. CATALÁ: *Anales Fis. y Quím.*, 47, 143 (1951).
J. H. WEBB: *Phys. Rev.*, 74, 514 (1948).
D. HALLIDAY: *Introducción a la Física Nuclear*, 270, Barcelona (1956).
HEYDENBURG and TEMMER: *Phys. Rev.*, 94, 1.252 (1954).
SHERR and MILLER: *Phys. Rev.*, 93, 1.076 (1954).
BLEULER and ZUNTI: *Hel. Phys. Acta*, 20, 195 (1947).
ARGO et al.: *Phys. Rev.*, 87, 205 A (1952).
BRAGG y KLEEMAN: *Phil. Mag.*, 10, 318 (1905).
HALLIDAY D.: *Introducción a la Física Nuclear*, 275, Barcelona (1956).
RUTHERFORD, E. and CHADWICK, J.: *Phil. Mag.*, 50, 889 (1925).
G. W. FARWELL: *Int. Conf. on Nuclear Reactions*, Amsterdam (1956).

SALVADOR BARBER PEREZ

**PROBLEMAS QUIMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE
UN PROCESO DE PREPARACION DE ARROZ PRECOCIDO
Y EN EL COMPORTAMIENTO DE LAS VARIEDADES**

(Resumen de la Tesis Doctoral)

Esta Tesis Doctoral, dirigida por el Dr. D. Eduardo Primo Yúfera, fue leída en Valencia, el día 6 de febrero de 1960, obteniendo la calificación de Sobresaliente *cum laude*.

El Tribunal de examen estuvo constituido por:

Dr. D. José Pascual Vila, *Presidente*.

Dr. D. Manuel Lora Tamayo.

Dr. D. Antonio Soler Martínez.

Dr. D. José M.^a Viguera Lobo.

Dr. D. Enrique Costa Novella.

En los últimos años el cultivo de arroz en España ha alcanzado una producción anual próxima a las 400.000 toneladas. El consumo nacional es insuficiente para absorber esta producción, resultando un excedente que en las pasadas campañas ha sobrepasado las 100.000 toneladas y en la presente y en las venideras puede ser superior, dado el incremento constante en la producción.

El problema que plantea esta superproducción tiene como mejores soluciones el aumento del consumo nacional y el de la exportación.

Sin embargo, el aumento progresivo en el consumo viene frenado por las dificultades de cocción que presenta el arroz en su preparación culinaria usual, tanto porque exige un tiempo relativamente largo (20-25 minutos), como porque requiere cuidadosa preparación.

Por otra parte, para la expansión de sus exportaciones, España se enfrenta con una situación de perspectivas no muy prometedoras. El mercado europeo de importación tiene un consumo creciente, pero aún reducido, inferior a las 500.000 toneladas, y hay una fuerte competencia, como bien lo indica el que las importaciones corrientes en Alemania, por ejemplo, proceden de diez países diferentes. En cuanto a las exportaciones a los países deficitarios del Extremo Oriente, se debe esperar en el futuro mayor competencia que en el pasado, ya que en este sentido están dirigidos los intereses de los principales países exportadores, cuyos excedentes son cada vez mayores.

Uno de los caminos más prometedores para conseguir los expuestos fines de solución es el descubrir nuevos usos y derivados del arroz. Y en este sentido se ha considerado de gran interés el estudio de un proceso de preparación de un nuevo tipo de arroz. Este arroz, al que nos referiremos en adelante como arroz precocido, puede ser preparado para la mesa en muy pocos minutos, está constituido por granos similares a los del arroz ordinario, secos, duros y blancos y, una vez condimentado, no hay diferencia entre uno y otro arroz.

En la consecución de este objetivo, y muy especialmente al intentar aplicar un proceso a distintas variedades, surgieron problemas técnicos de laboriosa solución, derivados de la falta de conocimientos básicos respecto a la influen-

cia de los componentes del arroz sobre su comportamiento en la cocción y en los procesos industriales.

En las diversas fases del proceso que se han estudiado, el arroz sufre profundas modificaciones; su almidón se gelatiniza y experimenta una serie de transformaciones en su textura, digestibilidad, viscosidad, solubilidad, etcétera, de las que dependen las nuevas condiciones. La medida objetiva de estas variaciones es necesaria tanto para poder trasladar los datos de las investigaciones de laboratorio y piloto a la instalación industrial, como para controlar el proceso de fabricación.

Finalmente todo se complica más cuando entran en juego diferentes variedades de arroz. Es un hecho real que al cocer arroces de distintas variedades durante un mismo tiempo, se obtienen grados de cocción diferentes, absorben cantidades de agua distintas y se obtienen marcadas diferencias en su contextura, homogeneidad de cocción y viscosidad de las superficies.

Muy poco se sabe de estas diferencias y de los factores que las producen, factores que a su vez determinan la preferencia del consumidor y la idoneidad de cada una de las variedades para un uso específico. El desconocimiento de todas estas variaciones y de sus causas, a lo que se une la imposibilidad actual de determinar con certeza la variedad de una muestra de arroz blanco, ocasiona dificultades en la preparación para el consumo directo y muy especialmente en la realización de procesos industriales tales como el arroz precocido, arroz enlatado, arroz cocido congelado, etcétera, impidiendo su desarrollo.

Por otra parte, el desarrollo del mercado arrocero exige la selección de variedades de mejor calidad y la producción de otras nuevas de características superiores. Los criterios actuales para la selección de variedades son claramente insuficientes, ya que nada dicen de aquellas propiedades del arroz como las de cocción, textura, paladar, etcétera, que tan directamente influyen en la aceptación del consumidor y que determinan la calidad.

Por todo ello los objetivos de esta investigación han sido:

- 1.º Estudiar las características físico-químicas y organolépticas de diferentes variedades españolas de arroz, su comportamiento en la cocción y la aplicación de estos datos a los procesos industriales. Establecer mediante pruebas organolépticas de tipo estadístico, una escala de preferencia con base experimental y estudiar su relación con medidas cuantitativas de factores físico-químicos, buscando entre éstos los determinantes de la calidad del arroz.

PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN PROCESO...

2.º Desarrollar un proceso de arroz precocido practicable con las variedades y en las condiciones españolas.

3.º Establecer métodos de medida adecuados que permitan controlar con precisión las modificaciones físico-químicas que sufre el arroz en las fases fundamentales del proceso, con el fin de poder reproducir los resultados experimentales del laboratorio y de la planta piloto en escala industrial, de obtener un producto de calidad constante y determinada y de poder utilizar distintas variedades para ello.

Con estos fines se realiza la caracterización de los arroces en crudo mediante el estudio sistemático de aquellas propiedades físico-químicas y organolépticas que parecen indicar diferencias entre las variedades.

Los estudios físico-químicos comprenden la determinación cuantitativa de las siguientes características: absorción de agua, proporción relativa de amilosa en el grano y amilogramas.

En el establecimiento de una escala de evaluación o preferencia de las variedades mediante pruebas organolépticas, el primer problema es establecer el tiempo óptimo de cocción, distinto para cada variedad.

En una primera serie de ensayos, las características organolépticas se estudian en lo que se refiere al tiempo necesario para la cocción adecuada de cada una de las variedades ensayadas. Esto ha conducido, por una parte, a poner de manifiesto diferencias existentes, y por otra, a hacer posible el estudio comparativo de los arroces cocidos, ya que el preparar cada una de las muestras en su forma óptima, permite estudiarlas bajo condiciones comparables. Únicamente de este modo, y mediante ensayos organolépticos de carácter estadístico, ha sido posible el establecimiento, considerado fundamental, de una escala de preferencia que además de su aplicación industrial, sirve como base racional para la interpretación de los resultados físico-químicos.

En un intento de relacionar los datos organolépticos con medidas puramente objetivas, se han determinado los sólidos totales en el agua residual de cocción, el agua absorbida, la viscosidad y la proporción relativa de amilosa extraíble en arroces cocidos durante un tiempo óptimo, previamente determinado.

La preparación de arroz precocido se realiza mediante un proceso fundamentalmente dividido en tres fases: preparación, cocción y desecación.

En la primera, mediante tratamiento con aire caliente se producen unas fisuras o grietas a la par que se disminuye el contenido en humedad. Con ello se consigue que cuando posteriormente el arroz sea sometido a cocción,

el agua entre rápidamente en el interior de cada grano y la cocción se realice uniformemente y en menos tiempo. La medida del grado de modificación alcanzado y sus efectos en las propiedades del arroz se realiza por microfotografías de preparaciones histológicas de granos de arroz, variaciones de humedad y absorción de agua.

En la segunda fase del proceso tiene lugar la cocción en autoclave del arroz. Para poder definir las condiciones más apropiadas de tratamiento y para obtener un arroz cocido de características constantes y determinadas, se hace indispensable el establecimiento de un método que permita controlar con seguridad y exactitud el proceso. Ello ha supuesto: Construcción del autoclave adecuado y estudio de las transformaciones físico-químicas que sufre el arroz por medida de las variaciones en viscosidad, susceptibilidad al ataque enzimático y amilosa extraíble con agua.

Finalmente, la tercera fase del proceso se ha desarrollado basándose en la utilización combinada de corrientes suaves de aire y radiaciones infrarrojas. El control de esta operación y el correspondiente del producto terminado se ha seguido por las curvas típicas de desecación y las características físico-químicas y organolépticas siguientes: Proporción relativa de amilosa no transformada, absorción de agua y tiempo necesario para la cocción final adecuada, en arroz precocido seco. Estudios viscosimétricos y amilosa extraíble en arroz precocido cocido en su tiempo óptimo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

ESTUDIO DE LAS VARIEDADES

Grado de cocción

Al cocer muestras de arroz de una misma variedad durante tiempos distintos, se obtienen grados de cocción cuyas diferencias han podido ser puestas de manifiesto mediante pruebas organolépticas. Las variaciones encontradas para el grado de cocción alcanzado en cada una de las muestras de las diez variedades estudiadas, vienen dadas en la figura 1. Esta gráfica permite deducir el tiempo óptimo de cocción para cada variedad, el cual viene dado por la abscisa del punto de intersección de la ordenada 5 —arroz adecuadamente cocido— con la curva correspondiente.

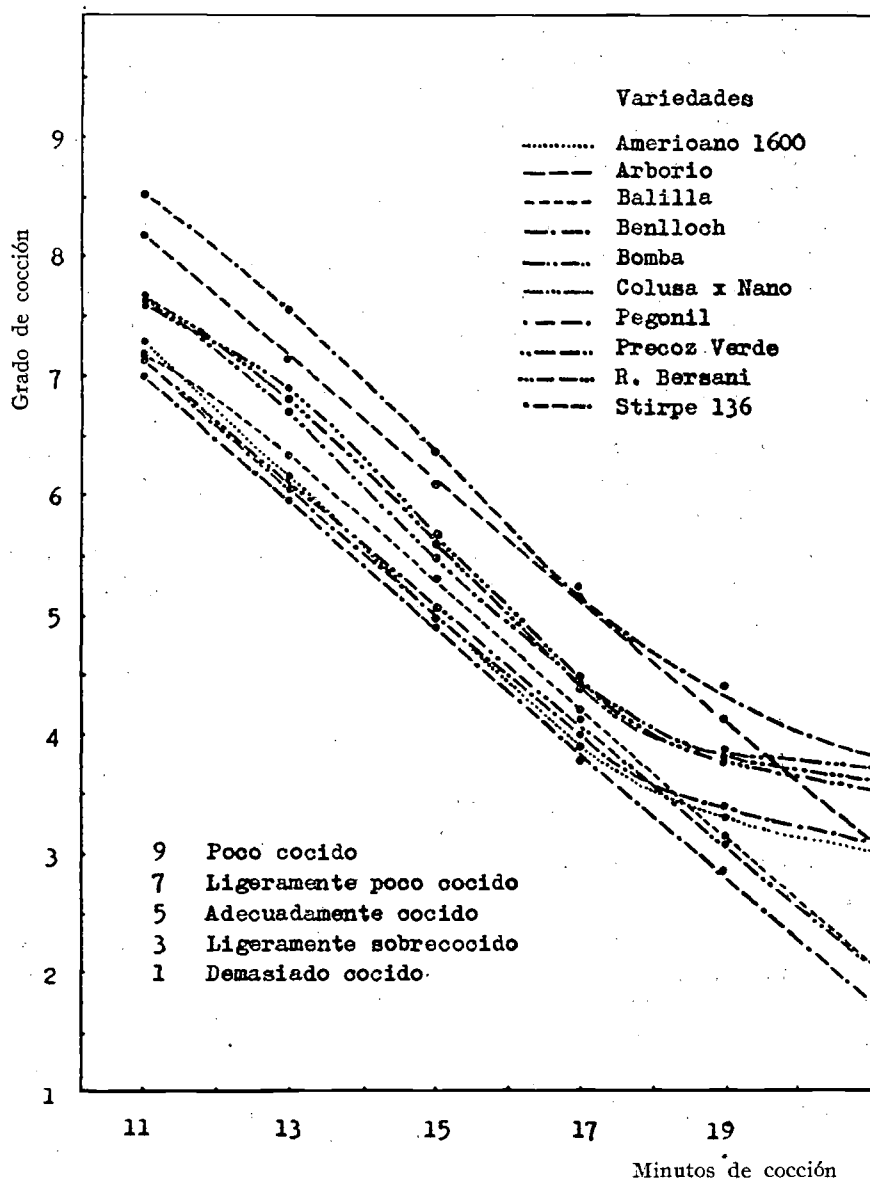


FIG. 1.—Variación del grado de cocción obtenido con el tiempo de calefacción.

Las variedades de grano corto requirieron para su cocción menos tiempo que las de grano largo, constituyendo una excepción la variedad larga Rinaldo Bersani, ya que su tiempo óptimo resultó ser del mismo orden que el requerido por las variedades cortas Bomba y Colusa x Nano.

Con las determinaciones del grado de cocción se llevaron a cabo, simultáneamente, pruebas organolépticas para poner de manifiesto diferencias en la adherencia de arroces cocidos de las distintas variedades. Se obtienen curvas similares a las primeras, pero de menor pendiente; esto indica que las variaciones del tiempo de cocción repercuten más directamente en el grado de cochura que en la adherencia.

Escala de preferencia de las variedades

El conocimiento de los tiempos requeridos para la cocción más adecuada ha hecho posible preparar cada una de las variedades en su condición óptima, lo que permite someterlas a estudios comparativos.

Mediante análisis organolépticos se ha establecido una escala de preferencia aplicando el método estadístico conocido como "incomplete block design". Los resultados obtenidos se reproducen en la tabla I.

TABLA I
ESCALA DE PREFERENCIA

Variedad	J U E C E S								
	C. B.	A. C.	L. D.	J. A.	F. C.	P. C.	F. G.	C. N.	Media
Bomba	8,91	8,20	—	9,01	7,70	7,44	8,69	8,89	8,40
Rinaldo Bersani ...	8,74	7,75	8,13	8,76	7,91	8,24	8,39	8,83	8,35
Arborio	8,58	7,11	8,09	8,05	8,20	7,72	8,55	7,61	7,86
Stirpe 136	7,99	6,54	6,96	7,71	7,38	7,66	8,12	8,14	7,56
Benloch	7,21	6,56	7,23	7,21	6,89	6,86	7,60	6,86	7,05
Colusa x Nano ...	7,10	5,54	6,96	7,17	6,86	6,08	7,53	6,69	6,74
Precoz Verde	6,64	5,61	7,05	7,16	6,11	6,10	6,85	6,41	6,49
Americano 1600 ...	7,08	5,66	7,05	6,52	6,44	5,66	7,01	6,33	6,47
Balilla	6,33	4,51	6,10	5,55	5,46	5,50	6,31	4,83	5,57
Pegonil	5,71	4,18	5,83	5,59	5,32	5,51	6,24	5,19	5,44

PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN PROCESO...

Las variedades de grano largo han merecido los lugares preferentes. El arroz de la variedad Bomba, calificado en primer lugar, más que una excepción constituye un caso muy particular, pues si bien cuando crudo es un arroz de grano corto, una vez cocido presenta forma y características muy semejantes a las de las variedades largas, hasta tal punto que es relativamente difícil distinguirlo, por ejemplo, del arroz Rinaldo Bersani.

La calificación asignada a las variedades Bomba y Balilla, demuestra que no carece de fundamento la opinión que de ellas se tiene en la práctica como representativas de una calidad superior y otra ordinaria, respectivamente. En lo que se refiere a otras variedades, no hay un criterio general definido que pueda compararse con los resultados obtenidos.

Los datos organolépticos se han analizado estadísticamente por el método de varianza, aplicándose la distribución de Student, y los resultados obtenidos vienen expresados en las tablas II y III.

TABLA II
ANÁLISIS ESTADÍSTICO

<i>Variedad</i>	<i>Desviación típica</i>	<i>Error típico</i>	<i>Porcentaje de desaprobación*</i>
Bomba	0,63	0,24	0
Rinaldo Bersani	0,40	0,14	0
Arborio	0,55	0,19	0
Stirpe 136	0,57	0,20	0
Benloch	0,32	0,11	0
Colusa x Nano	0,64	0,23	0
Precoz Verde	0,53	0,19	0
Americano 1600	0,58	0,21	0
Balilla	0,66	0,27	0
Pegonil	0,60	0,21	0

* Porcentaje de muestras con calificación 4 ó inferior a 4.

TABLA III

ANÁLISIS ESTADÍSTICO

<i>Variación</i>	<i>G.º libertad</i>	<i>Valores de t*</i>	<i>Nivel significación</i>
Bomba-Rinaldo Bersani	6	0,12	< 10,0 %
Rinaldo Bersani-Arborio	7	3,08	2,0 "
Arborio-Stirpe 136	7	1,66	< 10,0 "
Stirpe 136-Benloch	7	3,00	2,0 "
Benloch-Colusa x Nano	7	2,34	10,0 "
Colusa x Nano-Precoz Verde	7	2,05	10,0 "
Precoz Verde-Americano 1600 ...	7	0,17	< 10,0 "
Americano 1600-Balilla	7	6,55	0,1 "
Balilla-Pegonil	7	1,24	< 10,0 "
Bomba-Arborio	6	2,42	10,0 "
Rinaldo Bersani-Stirpe 136	7	6,85	0,1 "
Arborio-Benloch	7	7,49	0,1 "
Stirpe 136-Colusa x Nano	7	4,64	1,0 "
Benloch-Precoz Verde	7	5,07	1,0 "
Colusa x Nano-Americano 1600 ...	7	2,63	5,0 "
Precoz Verde-Balilla	7	5,96	0,1 "
Americano 1600-Pegonil	7	6,91	0,1 "

* Resultado final del análisis de varianza a partir del cual se obtiene el nivel de significación.

El nivel de significación alcanzado al comparar una variedad con la de calificación más inmediata —distribución de Student—, osciló entre límites muy amplios. Así, en el par Americano 1600-Balilla es posible diferenciar una variedad de otra en el 99 % de los casos, mientras que en los grupos Bomba-Rinaldo Bersani, Arborio-Stirpe 136, Precoz Verde-Americano 1600 y Balilla-Pegonil, la diferenciación sólo fue posible en menos del 90 %.

PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN PROCESO...

Al comparar cada variedad con la siguiente a su inmediata, la diferenciación fue posible en el 99 % de los casos, a excepción del par Bomba-Arborio (90 %) y del Colusa x Nano-Americano 1600 (95 %).

Simultáneamente a las pruebas organolépticas de preferencia, se han hecho análisis diferenciales en cuanto a adherencia y paladar, considerando que en la calificación final de un arroz tenía que influir notablemente su condición más o menos pastosa y su textura y homogeneidad en la cocción.

Estudios comparativos entre los resultados de adherencia y paladar y los de preferencia han demostrado que era cierta la relación supuesta, habiéndose obtenido los siguientes coeficientes de correlación, que son altamente significativos:

$$\text{Preferencia y adherencia} = + 0,977$$

$$\text{Preferencia y paladar} = + 0,995$$

De los datos obtenidos en los estudios precedentes se desprende que un arroz de alta calidad debe reunir las siguientes características, en lo que se refiere a su comportamiento en la cocción:

- a) Cocción homogénea de cada grano.
- b) Poca pegajosidad superficial y, en consecuencia, reducida tendencia al apelmazamiento.
- c) Integridad de los granos después de la cocción.

CARACTERÍSTICAS DEL ARROZ BLANCO UTILIZABLES PARA DEFINIR SU VARIEDAD. SUS RELACIONES ENTRE SÍ Y CON LA ESCALA DE PREFERENCIA.

Absorción de agua

Los resultados obtenidos (tabla IV) indican que cuando se cuecen las distintas variedades durante un tiempo dado, absorben cantidades diferentes de agua. Sin embargo, cuando las muestras se cuecen en su tiempo óptimo, previamente determinado para cada variedad, el agua absorbida es característica de grupo, no de variedad. En todos los casos la absorción de agua está relacionada con la forma y tamaño de los granos; las variedades de grano largo absorben menos agua que las de grano corto.

Índice de amilosa

Mediante espectrofotometría de la reacción con yodo de extractos de amilosa obtenidos bajo condiciones bien determinadas, se ha obtenido un índice del contenido total de amilosa del arroz, que ha puesto de manifiesto diferencias entre las distintas variedades (tabla IV). Dichas diferencias están relacionadas con el tipo de grano, siendo el contenido en amilosa mayor en las variedades de grano corto que en las de grano largo.

La proporción de amilosa determina las características de hidratación del arroz, absorbiendo más agua y a mayor velocidad las variedades que contienen más amilosa. La velocidad de absorción de agua es, por tanto, un índice de la proporción de amilosa.

Sólidos totales en el agua residual de cocción

Al cocer muestras de las distintas variedades de arroz con agua en exceso y durante su tiempo óptimo, se han encontrado diferencias (tabla IV) en la proporción de sólidos en el agua residual de cocción. Los sólidos residuales están relacionados con el tipo de grano. En general, las variedades de grano largo ceden menos sólidos al agua de cocción que las de grano corto.

TABLE IV
CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

<i>Variedad</i>	ARROZ COCIDO EN SU TIEMPO ÓPTIMO				ARROZ CRUDO	
	<i>Agua absorbida</i>	<i>Sólidos %</i>	<i>Viscosidad</i>	<i>Índice de amilosa</i>	<i>Agua absorbida</i>	<i>Transmisión %</i>
Americano 1600	73,1	6,46	84,3	1,14	231	24,5
Arborio	71,4	6,41	83,0	0,86	201	42,8
Balilla	73,0	6,93	85,0	1,10	235	28,5
Benloch	73,0	5,72	80,7	1,17	228	26,7
Bomba	73,3	5,91	71,3	1,39	245	17,9
Colusa x Nano	72,5	6,42	78,7	1,02	225	29,5
Pegonil	74,7	6,95	85,2	1,41	244	27,4
Precoz Verde	73,0	6,32	83,6	1,23	229	23,6
Rinaldo Bersani	71,4	5,67	78,8	0,88	218	30,0
Stirpe 136	71,0	6,37	84,8	0,52	199	43,3

Viscosidad relativa

Al determinar la viscosidad relativa de suspensiones de arroz cocido en su tiempo óptimo, se observan diferencias entre las variedades (tabla IV). Los valores obtenidos guardan relación con los determinados para la adherencia por análisis organoléptico, como indica el coeficiente de correlación calculado: $-0,75$.

Amilogramas

Las características de gelatinización obtenidas con el amilógrafo de Brabender para las distintas variedades, no han conducido a relación práctica alguna.

Caracterización de las variedades

La tabla IV da una serie de valores que, en conjunto y teniendo en cuenta la relación de ejes del grano (L/A), permite diferenciar cada una de las diez muestras estudiadas.

Factores de calidad

Para la evaluación de las características físico-químicas como factores determinantes de la calidad de un arroz, se han relacionado los valores obtenidos en las medidas cuantitativas con la escala de preferencia establecida por análisis organoléptico. Así se ha visto que ni la velocidad de absorción de agua ni la proporción de amilosa, pueden ser consideradas índices de calidad de un arroz. Sin embargo, los sólidos totales en el agua residual de cocción y la viscosidad relativa han resultado ser factores relacionados con la evaluación de los distintos arroces, habiéndose calculado un coeficiente de correlación para con la preferencia de $-0,80$ y $-0,66$, respectivamente.

Estudio del proceso de preparación de arroz precocido

Se ha desarrollado un proceso de preparación de arroz precocido que tiene lugar en tres fases: en la primera se consigue el fisurado del arroz por tratamiento a 70° C durante 60 minutos, con lo que se obtiene un arroz con alta velocidad de rehidratación (231, frente a 158 para el arroz crudo)*

* En gramos de agua absorbida por 100 g de arroz.

y se evita la gelatinización superficial de los granos, ocasionada por temperaturas más elevadas, que haría muy difícil la cocción homogénea en la etapa siguiente.

En la segunda fase se logra la gelatinización del almidón por calentamiento en agua, en autoclave a una atmósfera de presión, durante cinco minutos.

Finalmente, se lleva a cabo la desecación mediante la acción combinada de corrientes de aire de velocidad muy moderada (5cm/seg) y radiaciones infrarrojas, durante un período de 50 minutos a 55°C, al que sigue eliminación rápida (uno a dos minutos) de humedad residual por tratamiento a 120°C.

En el proceso así llevado se logran los resultados deseados de rápida y uniforme penetración del agua y cocción homogénea del arroz deshidratado, durante su preparación final para el consumo.

Preparación

Realizada una serie de experiencias en las condiciones de tiempo - temperatura dadas en la tabla V, se han llevado a cabo estudios microfotográficos, determinaciones de humedad residual y medidas de velocidad de absorción de agua.

El estudio comparativo de microfotografías de preparaciones histológicas de granos de arroz, permite establecer una gradación de fisurado, habiéndose comprobado su estrecha relación con el porcentaje de humedad residual y la capacidad de absorción de agua (tabla V). Las relaciones encontradas hacen posible el control riguroso del proceso de fisurado por cualquiera de los métodos de medida establecidos para determinar el grado de transformación alcanzado. Por otra parte, la información obtenida permite fijar las condiciones óptimas de tratamiento.

Cocción

Se han realizado cocciones a una atmósfera de presión durante tiempos diferentes, y se han seguido por estudios viscosimétricos, espectrofotométricos y enzimáticos, habiéndose obtenido gráficas que hacen posible la fijación del grado de cocción.

Las medidas viscosimétricas y espectrofotométricas son reproducibles dentro de un margen de error de $\pm 1,5$ %, lo que supone una desviación de ± 3 segundos y ± 4 segundos, respectivamente, en el tiempo de cocción.

PROBLEMAS QUÍMICOS EN EL ESTABLECIMIENTO DE UN PROCESO...

Las relaciones encontradas permiten trasladar los resultados experimentales del laboratorio y de la escala piloto a autoclaves industriales de cualquier tipo y controlar las fases fundamentales de la preparación de arroces precocidos, midiendo con precisión el grado de transformación alcanzado.

El comportamiento del arroz cocido como sustrato de la takadiastasa constituye también una medida del grado de cocción del arroz. Sin embargo, la precisión alcanzada es menor: ± 7 segundos.

TABLA V

ESTUDIO DE LA PRIMERA FASE DEL PROCESO DE PRECOCIDO

<i>Tratamiento</i>	<i>Agua absorbida</i> (1)	<i>% Humedad extraída</i> (2)	<i>N.º de orden</i> (3)
105° — 30 min.	248	11,5	1
105° — 15 min.	248	11,1	2
85° — 45 min.	245	10,3	3
85° — 30 min.	253	10,0	4
70° — 60 min.	231	8,9	6
70° — 45 min.	228	8,3	7
85° — 15 min.	223	8,3	8
70° — 30 min.	224	8,0	8
60° — 60 min.	200	7,4	9
60° — 45 min.	201	7,1	10
60° — 30 min.	200	6,7	11
crudo	158	0	15

(1) G. de agua absorbida por 100 g. de arroz tratado.

(2) G. de agua extraída por 100 g. de arroz húmedo (13,0 %).

(3) Apreciación subjetiva del grado de fisurado.

DESECACIÓN

El estudio de la variación de la humedad residual durante la marcha del proceso, ha conducido a obtener la curva típica de desecación que permite

controlar esta fase y reproducir los resultados obtenidos en laboratorio, en desecadores por cargas o continuos.

En el arroz precocido obtenido se han estudiado las características fisico-químicas y organolépticas siguientes: tiempo óptimo de cocción, índice de amilosa, absorción de agua, viscosidad relativa y sólidos totales en el agua residual de cocción.

TABLA VI

	<i>Arroz original</i>	<i>Arroz precocido</i>
Tiempo óptimo de cocción (1)	15,9	4,0
Absorción de agua (2)	157,0	260,0
Proporción relativa de amilosa (3)	17,9	38,2
Proporción de amilosa extraída (4)	46,9	36,1
Viscosidad relativa (5)	71,3	81,6
Sólidos residuales (6)	5,9	2,4

(1) Expresado en minutos.

(2) En gramos de agua absorbida por 100 g. de arroz seco, para cinco minutos de cocción.

(3) En % de transmisión de la solución con yodo, para arroz original crudo y arroz precocido seco.

(4) En % de arroz crudo.

(5) En segundos.

(6) En % de transmisión de la solución con yodo, para arroz original y arroz precocido, cocidos en su tiempo óptimo.

Los resultados obtenidos (tabla VI) indican que el tiempo óptimo de cocción del nuevo arroz es de un orden cuatro veces menor que el requerido por el arroz original. Una vez cocido tiene el mismo aspecto que el normal. Sus características han sido estudiadas por ensayos organolépticos similares a los realizados con arroces normales y mediante ellos se ha apreciado en el arroz precocido hidratado una homogeneidad de cocción mayor que la encontrada en arroces ordinarios, así como una separación de granos sensiblemente superior.

AMANDO GARCIA RODRIGUEZ

DIFUSION DE PARTICULAS He^3 DE 28 MeV POR
NEON NATURAL

Esta Tesis Doctoral fue leída en Valencia el 14 de mayo de 1960, obteniendo la calificación de SOBRESALIENTE CUM LAUDE.

El Tribunal de examen estuvo formado por:

D. Joaquín Catalá de Alemany, *Presidente*. (Director de la Tesis.)

D. Carlos Sánchez del Río.

D. Justiniano Casas Peláez.

D. Maximino Rodríguez Vidal.

D. José Aguilar Peris.

INTRODUCCIÓN

El grupo de investigadores del Departamento de Física de la Universidad de Birmingham, en colaboración con otras Universidades británicas (Londres, Glasgow, Belfast, Bristol, etc.) ha estudiado en estos últimos años gran número de reacciones nucleares, bombardeando blancos gaseosos con diversas partículas aceleradas en los ciclotrones de Liverpool y Birmingham.

A principios de octubre de 1958 fue realizado un nuevo programa general de exposiciones, modificando la antigua cámara de difusiones para aplicarla al estudio de reacciones nucleares con gases raros, y empleando como partícula bombardeante He^3 acelerado con el ciclotrón Nuffield de 60" de la Universidad de Birmingham. Junto con las citadas Universidades, fuimos especialmente invitados a colaborar en este programa estudiando las interacciones de dicha partícula con neón natural, cuyo trabajo exponemos brevemente a continuación. Aunque las presentes experiencias fueron proyectadas con vistas al análisis exclusivo de las difusiones elásticas, hemos estudiado además las inelásticas, dando las correspondientes distribuciones angulares. En el caso de difusión elástica, comparando la relación entre las secciones eficaces experimentales y las teóricas de Rutherford con las figuras de difracción de un disco opaco, llegamos a obtener el radio de interacción elástico. Estudiamos igualmente las energías de los niveles excitados del Ne^{20} y comparamos por último las distribuciones angulares de las difusiones elásticas e inelásticas, deduciendo o comprobando las paridades de los diversos estados excitados del Ne^{20} .

I. REALIZACIÓN DE LA EXPERIENCIA

El gas neón natural, espectroscópicamente puro, que constituía el "blanco" de la presente experiencia, estaba encerrado en una cámara especial de difusión, diseñada por Burrows, Powell y Rotblat (1) en 1951, y ya descrita en otros trabajos de nuestro Centro (2) (3). Con vistas al actual programa, se introdujo en la misma una modificación de capital importancia, recubriendo la ventana del tubo difusor con una película de "melinex" (politereftalato de polietileno, $[C_{10}O_4H_8]_x$), de 127 micras de espesor. De esta manera, a diferencia de experiencias anteriores en que el blanco gaseoso llenaba toda la cámara, en la actual, el gas difusor estaba encerrado en el mismo tubo, gracias a la citada película de "melinex", permitiendo por lo tanto trabajar con cantidades de gas blanco apreciablemente menores.

El haz de partículas He^3 se extrajo del citado ciclotrón de 60 pulgadas; a su salida del acelerador, es desviado 45° y focalizado por un analizador magnético, llegando al recinto en que se encuentra la cámara difusora después de atravesar un sistema de colimación adecuado.

Para el cálculo de las secciones eficaces elementales es necesario conocer con precisión la cantidad total de partículas que constituyen el haz bombardeante, dato que se determina por medida de la carga transportada por las mismas, recogiéndolas en una copa de Faraday (4) situada inmediatamente después de la cámara de difusión, y separada de ésta por una delgada ventana de aluminio. La carga recogida es llevada a un integrador, previamente calibrado con toda precisión.

Por razones de economía, se hace necesario, cuando se utiliza He^3 como gas bombardeante, proceder a su reciclado, necesariamente acompañado de una purificación previa a su reenvío a la fuente iónica que, de otro modo, podía resultar dañada por las impurezas de otros gases presentes. El problema se resuelve (5) por absorción selectiva en carbón vegetal, enfriado con aire líquido.

Las placas nucleares empleadas en la presente experiencia fueron del

tipo Ilford C2, de 200 micras de espesor inicial. Tras la irradiación, se procedió a su revelado, siguiendo el método de doble temperatura (6) (7).

Damos a continuación lo datos experimentales de nuestra exposición :

Carga del haz: 205 cuentas en el integrador, correspondientes a 1,953 microcoulombs.

Presión del banco: Inicial: 9,1; final: 10,1 cm Hg (ligero escape en el frasco exterior que contenía el gas blanco, durante la experiencia).

Temperatura: 22,5° C (constante durante la experiencia).

II. REACCIONES POSIBLES

Además de las difusiones elásticas e inelásticas de He^3 sobre neón, fueron consideradas, en principio, las reacciones (He^3, α), (He^3, n), (He^3, p), (He^3, p, n), etcétera. El hecho de haber encontrado en nuestras placas trazas de distinta ionización, nos confirma que algunas de las reacciones indicadas tuvo también lugar.

Desgraciadamente, su sección eficaz no ha sido lo suficientemente elevada para originar un conveniente número de trazas. Por otra parte, sólo podemos señalar la presencia de las reacciones que hayan podido dar lugar a neutrones emergentes, ya que la geometría de nuestra experiencia no permite emprender su estudio sistemático.

Tras estas consideraciones, nuestro trabajo queda limitado al estudio de las difusiones elásticas e inelásticas de He^3 sobre neón, por lo que se hizo necesaria una selección de las correspondientes trazas, para lo cual se procedió a establecer un criterio previo, estudiando la ionización de las trazas presentes en nuestras placas, adoptando como índice de discriminación el "número de gaps" de las trazas por sus indudables ventajas (8) (9).

III. CORRECCIONES EN EL ALCANCE

La longitud que medimos de una traza determinada, por diferencia de lecturas en el micrómetro X del microscopio Cooke con que hemos traba-

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR NEÓN NATURAL

jado, no corresponde al alcance real en la emulsión de la partícula que la ha originado, sino a su proyección sobre el plano de observación. Por otra parte, dicha partícula, antes de alcanzar la placa en la que queda registrada, ha atravesado un determinado espesor del "melinex" que recubre la ventana de difusión.

Se hace, pues, necesaria una doble corrección en nuestra medida. La primera, de tipo geométrico, es extraordinariamente sencilla. Para llevar a cabo la segunda hemos procedido a calcular el llamado "poder frenante" de dicha substancia (10) (11) (12) en función de la energía de las partículas He^3 .

IV. DETERMINACIÓN DE LA ENERGÍA DEL HAZ

Todos nuestros cálculos y resultados experimentales se basan en un conocimiento muy preciso de la energía del haz de partículas He^3 bombardeante.

Para su determinación partimos de las difusiones elásticas del He^3 sobre neón. Hemos elegido las difusiones elásticas, por cuanto en todos los ángulos estudiados los máximos correspondientes se presentan bien acusados y con una estadística siempre muy superior a la de las difusiones inelásticas. Al tratarse de choques elásticos, la energía del haz incidente dependerá sólo de dos factores: el ángulo de emisión y la energía de las partículas He^3 emergentes de la interacción, es decir, de sus respectivos alcances en la emulsión.

Para poder conocer tal energía con la medida de estos últimos, previamente hemos calculado una relación alcance-energía para las partículas He^3 en emulsiones Ilford C2, partiendo de una relación similar para partículas α tabulada por Wilkins (13) y aplicando la conocida expresión de Yagoda (14).

El cálculo se ha efectuado para los 14 ángulos de difusión medidos, distribuidos entre $\theta = 20^\circ$ y $\theta = 60^\circ$. Para ángulos menores de 20° , el enfrenamiento introducido por el "melinex" impedía las medidas; para ángulos de difusión mayores de 60° , la sección eficaz era tan pequeña que el escaso número de trazas presentes no conducía a ningún resultado válido.

A partir de tal serie de valores para la energía del haz hemos calculado su valor medio recurriendo a una construcción del área constante y aplicando a los mismos el error promedio, deducido igualmente de nuestros histogramas. El resultado encontrado ha sido:

$$E_0 = 28,07 \pm 0,48 \text{ MeV}$$

lo cual representa un error del 1,7 %. El origen de esta dispersión, es decir, de los máximos espectrales, hay que buscarlo, no sólo en las condiciones geométricas relativas al tubo difusor-placas, sino en la fluctuación energética del propio haz de He^3 acelerado en el ciclotrón, y, ante todo, en el "straggling" del alcance de dichas partículas en la emulsión. A esto, en nuestro caso particular, podemos añadir el hecho de que la presencia del "melinex" en el recorrido de las partículas introduce un nuevo "straggling" nada despreciable en sus alcances.

V. ANÁLISIS DE LOS HISTOGRAMAS

En la figura 1 damos uno de nuestros histogramas típicos. Tal como se esperaba previamente, encontramos una excelente estadística en los resultados correspondientes a las difusiones elásticas (máximo I). Con respecto a ella hemos de tener en cuenta que el blanco empleado en nuestra experiencia era gas neón espectroscópicamente puro (99,9 %), cuya composición isotópica es:

Ne^{20} :	90,92	%
Ne^{21} :	0,257	%
Ne^{22} :	8,82	%

y, por lo tanto, en tales máximos de nuestros histogramas estarán presentes las partículas He^3 difundidas, no solamente por el isótopo más abundante, sino por todos ellos. Naturalmente hemos tenido en cuenta esta particularidad, tanto en nuestros cálculos citados de la energía del haz como en los de las secciones eficaces.

Por otra parte sabemos que cuando las partículas que constituyen un haz bombardeante son difundidas por los núcleos del blanco, dichos núcleos pueden quedar, no sólo en su estado fundamental, sino también excitados con cierta energía.

En la citada figura pueden verse diversos máximos correspondientes a otros tantos estados excitados. Aplicando al proceso las leyes de conservación de la energía y cantidad de movimiento, hemos determinado las respectivas energías de excitación con los valores siguientes:

Máximo II:	$1,51 \pm 0,36$	MeV
" III:	$2,18 \pm 0,31$	"

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR NEÓN NATURAL

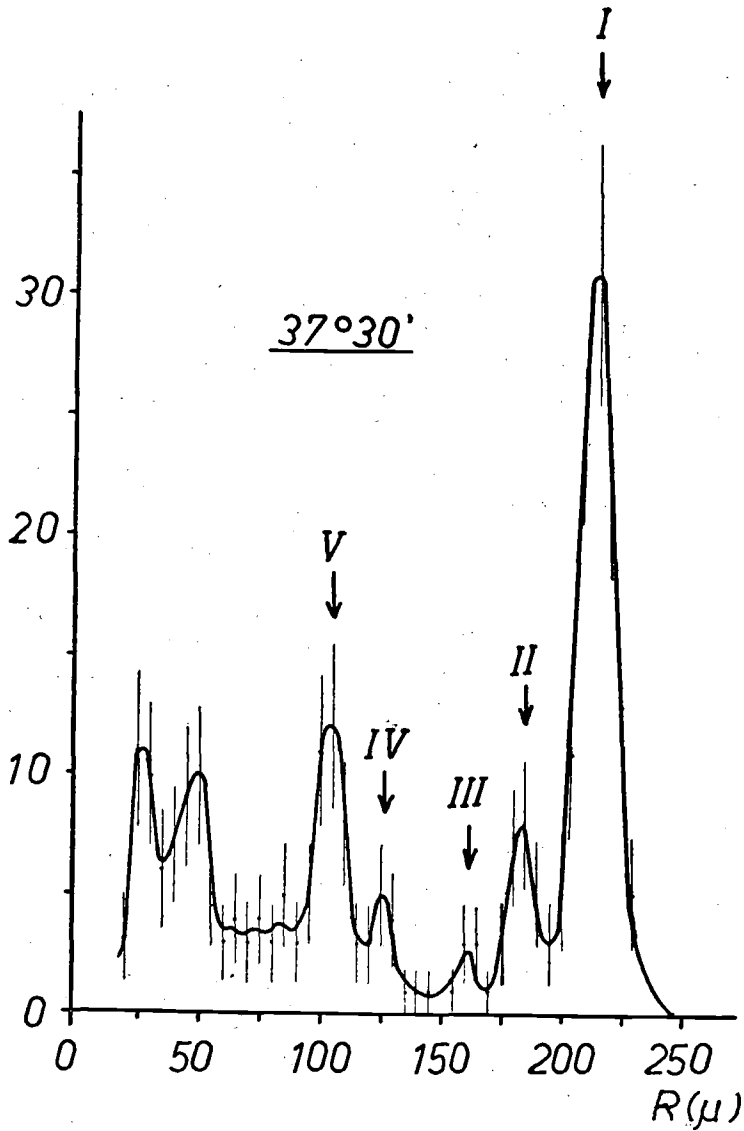


FIG. 1.—Histograma de las partículas He^3 difundidas por Ne^{20} , bajo un ángulo de observación de $37^\circ 30'$

AMANDO GARCÍA RODRÍGUEZ

Máximo IV: $4,10 \pm 0,31$ MeV

” V: $5,43 \pm 0,52$ ”

Nuestro trabajo se ha limitado a estos niveles de excitación, por cuanto los más superiores quedan enmascarados por el fondo exponencial que aparece en nuestros histogramas o desaparecen por completo debido al considerable enfrenamiento impuesto por el “melinex”.

Los valores encontrados para estos niveles están en buen acuerdo con los citados en la bibliografía por otros autores (15) (16). Sólo dos comentarios queremos hacer a nuestros resultados:

1.º Aunque en un primer trabajo de Ajzenberg y Lauritsen (17) se señala un estado de excitación para el Ne^{20} , con energía de 2,2 MeV, se hace con carácter dudoso. En una nueva recopilación (15), ya no consta siquiera este hipotético nivel. Nuestros mismos resultados nos llevan a calificar su existencia como “dudosa”.

2.º Al parecer, el nivel 5,4 señalado en el citado trabajo (17), y que concuerda plenamente con nuestro valor de $5,43 \pm 0,52$ MeV, responde en realidad a un doblete (16) (18), con los valores de 4,969 y $5,631 \pm 0,006$ MeV, reemplazando el primitivo. En nuestro trabajo no hemos podido resolver este doblete, pero, no obstante, queremos señalar el hecho de que nuestro valor es intermedio a los citados, incluyéndoles en su error, cuya cuantía, excepcionalmente alta con respecto a los que afectan a los demás niveles, induce por otra parte a pensar que haya sido motivada por la existencia del doblete no resuelto.

VI. SECCIONES EFICACES ELEMENTALES

Siguiendo un razonamiento basado en el concepto de sección eficaz y sencillas consideraciones geométricas (2), llegamos a una expresión que nos da a conocer la sección eficaz elemental en función del ángulo de difusión correspondiente, condiciones de la experiencia y geometría de la difusión, así como del número de trazas pertenecientes al proceso correspondiente medidas en una cierta zona de nuestras placas.

Para calcular la sección eficaz elemental de la difusión elástica, $\text{He}^3 + \text{Ne}^{20}$, hemos restado la contribución de los demás isótopos, presuponiendo por tanto idénticas secciones eficaces para todos ellos (19). Dada la proporción de

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He³ DE 28 MeV POR NEÓN NATURAL

estos últimos en el neón natural, el error introducido con este proceder se mantiene siempre inferior a los propios errores experimentales.

En la figura 2 damos la correspondiente distribución angular para dicha difusión elástica, junto con la teórica de Rutherford (20):

$$\sigma(\alpha) = \left[\frac{ZZ'e^2}{2\mu v_0^2} \right]^2 \text{sen}^{-4} \left(\frac{\alpha}{2} \right)$$

donde Z y Z' representan la carga de la partícula bombardeante y núcleo blanco, respectivamente; α , el ángulo de difusión en coordenadas centro de masas; μ es la masa reducida de la partícula He³ para este proceso, y v_0 es la velocidad de las mismas en el haz bombardeante, igualmente expresada en coordenadas centro de masas.

Omitiendo el nivel de 2,18 MeV, por las razones antes apuntadas, en las figuras 3, 4 y 5 representamos las distribuciones angulares correspondientes a los restantes estados excitados estudiados, conjuntamente con la distribución angular de difusión elástica, a efectos de subsiguiente comparación.

Parece aquí evidente que las distribuciones angulares de los niveles 1,51 y 4,10 MeV están desplazadas en oposición de fase con respecto a la de la difusión elástica (máximos de oscilaciones inelásticas coinciden con los mínimos de la elástica y viceversa), mientras que para el estado 5,43 sucede lo contrario (concordancia de fase). Según la teoría de Blair y la aproximación de Born (21) (22), cuando las oscilaciones de las distribuciones angulares coinciden en fase, la paridad del correspondiente estado excitado es opuesta a la del estado fundamental, y cuando están en oposición de fase las paridades son las mismas. En nuestro caso, y siendo + la paridad del Ne²⁰ en su estado fundamental, hemos encontrado los siguientes resultados a la vista de las anteriores figuras:

Estado	1,51 MeV:	+
"	4,10 "	: +
"	5,43 "	: -

El primero de estos resultados está de acuerdo con el valor citado por Azjenberg y Lauritsen (15), que dan para este nivel la transición $0^+ \rightarrow 2^+$. Los otros dos se citan por vez primera en el presente trabajo.

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR NEÓN NATURAL

$$\frac{d\sigma}{dw} \left(\frac{\text{mbarns}}{\text{strad}} \right)$$

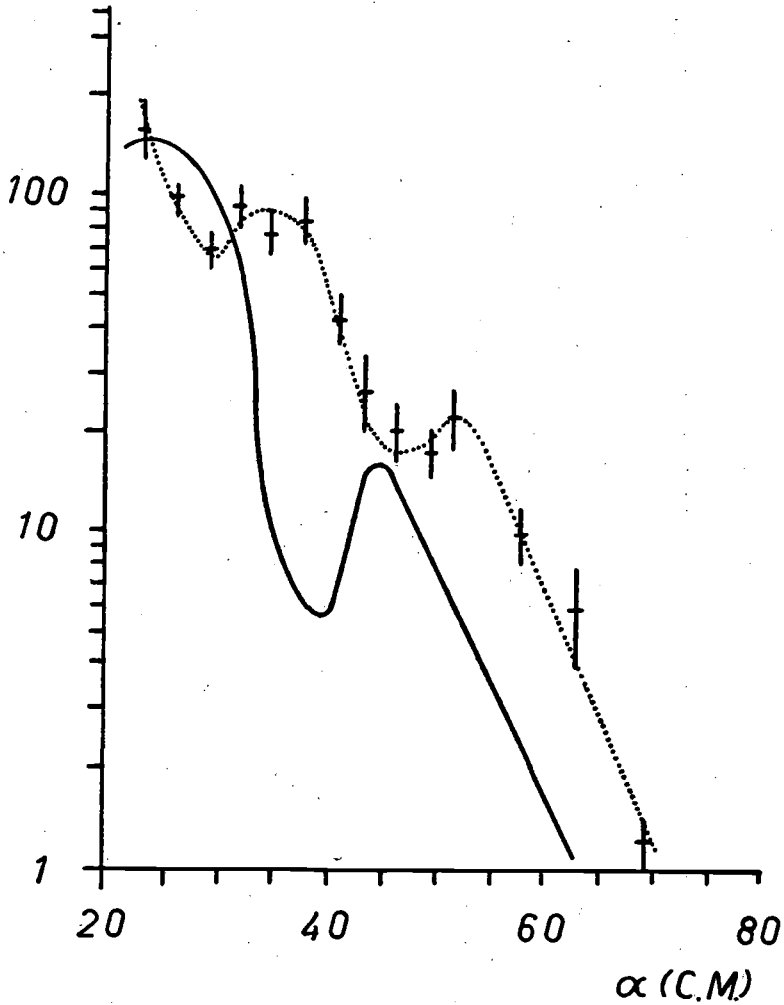


FIG. 3.—Distribución angular para difusión inelástica $\text{He}^3 - \text{Ne}^{20}$ (línea de puntos)
 $E_B^* = 1.51 \text{ MeV}$

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV. POR NEÓN NATURAL

$$\frac{d\sigma}{dw} \left(\frac{\text{mbarns}}{\text{strad}} \right)$$

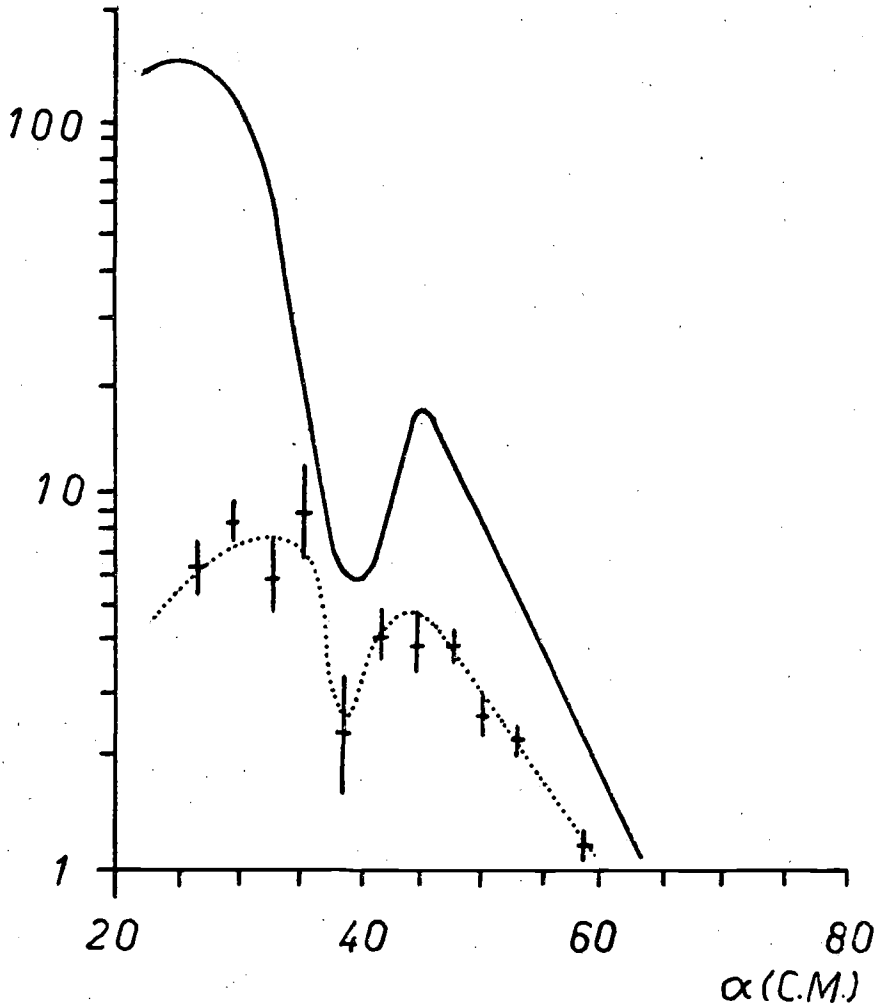


FIG. 5.—Distribución angular para difusión inelástica $\text{He}^3 - \text{Ne}^{20}$ (línea de puntos)
 $E_B^* = 5.43 \text{ MeV}$

VII. FACTOR DE TRANSMISIÓN

La discrepancia entre nuestra distribución angular experimental con la teórica de Rutherford, está perfectamente justificada si recordamos que Rutherford realizó sus experiencias de difusión nuclear con partículas α procedentes de fuentes radiactivas naturales (y por tanto de baja energía) sobre núcleos pesados; en consecuencia, los proyectiles no podían atravesar la barrera coulombiana y alcanzar así la zona correspondiente a las fuerzas específicamente nucleares (de corto alcance). El caso es muy distinto en nuestra experiencia, realizada bajo condiciones esencialmente diferentes.

La discrepancia se pone de manifiesto definiendo el llamado "factor de transmisión", T , como cociente entre las secciones eficaces experimentales y las teóricas de Rutherford, σ_E/σ_R , y cuya variación, en la presente experiencia, con el ángulo de difusión α , representamos en la figura 6.

VIII. RADIO DE INTERACCIÓN DE LA DIFUSIÓN ELÁSTICA

Desde el punto de vista del modelo óptico (23), las oscilaciones de la relación σ_E/σ_R sugieren un análisis sencillo en términos de una difracción de Fraunhofer por un disco fuertemente absorbente, mediante el cual podemos conocer el radio de interacción nuclear (24), aplicando la expresión:

$$k R_i \Delta (\text{sen } \alpha/2) = \pi/2$$

en donde k es el número de onda de la partícula incidente en coordenadas C. M., R_i es el radio de interacción buscado y $\Delta (\text{sen } \alpha/2)$ es la diferencia en $\text{sen } \alpha/2$ entre las posiciones angulares de dos máximos —o mínimos— adyacentes en la figura de difracción.

Este cálculo nos ha conducido al resultado:

$$R_i = (6,34 \pm 0,40) \cdot 10^{-13} \text{ cm}$$

para nuestra interacción $\text{He}^3 + \text{Ne}^{20}$. El error señalado proviene del cometido en la medida de $\Delta (\text{sen } \alpha/2)$, admitiendo un error de $30'$ en la determinación de la posición de los máximos (figura 6).

IX. RADIOS NUCLEARES

Toda la evidencia experimental ha demostrado que el núcleo presenta un tamaño relativamente bien definido, en comparación con el del átomo. Esto hace posible definir un radio nuclear con algún grado de certidumbre, dentro de ciertos límites (borde difuso, transparencia, etcétera). La forma es, probablemente, esférica; sin embargo, han sido observadas ligeras desviaciones de ella en ciertos núcleos, en forma de momentos eléctricos cuadrupolares.

En general, podemos admitir como relación que mejor se ajusta a los hechos experimentales, la siguiente:

$$R = r_0 \cdot A^{1/3}$$

donde r_0 está sujeto probablemente a variaciones de uno a otro elemento (25), y siendo así que no podemos hablar de una superficie nuclear netamente definida, el valor de r_0 dependerá también de la experiencia particular que se haya llevado a cabo para determinarlo, oscilando entre los extremos de 1.1 a $1.7 \cdot 10^{-13}$ cm. El valor generalmente más aceptado parece ser (25) (26) (27): $1.5 \cdot 10^{-13}$ cm.

Evidentemente, el radio nuclear del Ne^{20} puede ser calculado con la expresión:

$$R(\text{Ne}^{20}) = R_1 - R(\text{He}^3)$$

La dificultad estriba en el desconocimiento del valor del radio del He^3 , pues cualquier suposición en un núcleo tan ligero no dejaría de ser más o menos arbitraria. Por nuestra parte, vamos a suponer en principio la validez de la expresión:

$$r_0 \cdot 20^{1/3} = R_1 + r_0 \cdot 3^{1/3}$$

que, con nuestro resultado experimental para el R_1 , nos lleva al valor de $r_0 = 1.52 \cdot 10^{-13}$ cm. Hemos calculado el error de r_0 a partir del error que afecta al radio de interacción R_1 , encontrando finalmente:

$$r_0 = (1.52 \pm 0.10) \cdot 10^{-13} \text{ cm}$$

en buen acuerdo con los valores aceptados por otros autores.

DIFUSIÓN DE PARTÍCULAS He^3 DE 28 MeV POR NEÓN NATURAL

Con dicho valor de r_0 , hemos calculado finalmente los radios de los núcleos He^3 y Ne^{20} , encontrando:

$$R(\text{He}^3) = 2,20 \pm 0,15 \text{ fermis}$$

$$R(\text{Ne}^{20}) = 4,12 \pm 0,27 \text{ fermis}$$

A partir de la diferencia entre las energías de enlace para los núcleos espejo He^3 y H^3 (28), hemos encontrado, suponiendo una distribución uniforme de carga en el núcleo He^3 , su radio nuclear aproximado, con el valor de $R(\text{He}^3) = 2,26 \cdot 10^{-13}$ cm., en buen acuerdo con nuestra anterior determinación, que concuerda también con la deducida por P. C. Rowe (29) en el estudio de las interacciones de He^3 y partículas α sobre diversos núcleos.

X. CONCLUSIONES

Mediante la técnica fotográfica hemos llevado a cabo el análisis de la interacción de un haz de iones He^3 , acelerado en el ciclotrón de 60" de la Universidad de Birmingham, sobre un blanco de Ne natural, estudiando las difusiones elásticas e inelásticas. Las conclusiones de la presente Memoria son las siguientes:

1.^a Determinación de la energía del haz de partículas He^3 del ciclotrón Nuffield de 60" de la Universidad de Birmingham, con el valor de $28'07 \pm 0,48$ MeV.

2.^a Obtención de una relación semi-teórica alcance-energía de He^3 en "melinex".

3.^a Confirmación de los tres primeros niveles energéticos del Ne^{20} , con los valores de 1,51, 4,10 y 5,43 MeV, y posibilidad de la existencia de un nivel de 2,18 MeV, aunque con carácter "dudoso".

4.^a Determinación de las secciones eficaces elementales y distribución angular correspondiente de las partículas He^3 difundidas elásticamente por el Ne^{20} .

5.^a Determinación de las secciones eficaces elementales y distribuciones angulares correspondientes de las partículas He^3 difundidas inelásticamente por el Ne^{20} , en sus tres citados niveles de excitación.

6.^a Aplicando la teoría de difracción por un disco opaco, se ha determinado el radio de interacción elástica $\text{He}^3 - \text{Ne}^{20}$, así como los radios nucleares de ambos núcleos.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) K. B. BURROWS, C. F. POWELL y J. ROTBLAT: *Proc. Roy. Soc. A-209*, 461 (1951).
- (2) E. VILLAR: *Tesis*. Universidad de Madrid (1957). Pendiente de publicación.
- (3) L. MIRALLES: *Tesis*. Universidad de Valencia (1958). Pendiente de publicación.
- (4) W. M. GIBSON, D. J. PROWSE y J. ROTBLAT: *Proc. Roy. Soc. A-243*, 237 (1957).
I. A. D. LEWIS, B. COLLINGE: *Rev. Sci. Inst.* 24, 1.113 (1953).
- (5) K. E. A. EFFAT y J. H. FREMLIN: *Journ. Sci. Inst.* 32, 363 (1955).
- (6) C. C. DILWORTH, G. P. OCCHIALINI y R. M. PAYNE: *Nature*, 162, 102 (1948).
- (7) J. CASANOVA: *Tesis*. Universidad de Valencia. (1957). Publicada por el Inst. de Q. F. Rocasolano, del C. S. I. C.
- (8) G. KAYAS: *Compt. Rend.* 238, 2153 (1954).
- (9) M. RENARDIER e Y. AVIGNON: *Compt. Rend.* 233, 393 (1951).
- (10) H. A. BETHE y M. S. LIVINGSTONE: *Rev. Mod. Phys.* 9, 263 (1937).
- (11) E. SEGRÉ: *Experimental Nuclear Physics*. Vol. I, págs. 200 y sigs. London (1952).
- (12) H. A. BETHE y M. S. LIVINGSTONE: *Rev. Mod. Phys.* 9, 278 (1937).
- (13) J. S. WILKINS: *A. E. R. E. Report Unclassified G/R 664* Harwell (1951).
- (14) H. YAGODA: *Radiactive measurements with nuclear emulsions*. J. Wiley, New York (1949).
- (15) F. AJZENBERG y T. LAURITSEN: *Nuclear Physics*, 11, 1 (1959).
- (16) DEAN B. COWIE, N. P. HEYDENBURG y G. C. PHILLIPS: *Phys. Rev.* 87, 304 (1952).
J. M. CALVERT, A. A. JAFFE y E. E. MASLIN: *Proc. Phys. Soc. A-68*, 1.017 (1955).
A. GALONSKY, W. HAZBERLY, E. GOLDBERG y R. DOUGLAS: *Phys. Rev.*, 91, 438 (1953).
R. G. FREEMANTLE, D. J. PROWSE, A. HOSSAIN y J. ROTBLAT: *Phys. Rev.* 96, 1.270 (1956).
- (17) F. AJZENBERG y T. LAURITSEN: *Rev. Mod. Phys.* 27, 77 (1955).
- (18) W. W. BUECHNER y A. SPERDUTO: *Phys. Rev.*, 106, 1.008 (1957).
- (19) I. J. HEERDEN: *Nuclear Physics*, 6, 155 (1958).
- (20) D. HALLIDAY: *Introducción a la Física Nuclear*, pág. 276, Ed. Reverté. Barcelona (1956).
- (21) J. AGUILAR, W. E. BURCHAM, J. CATALÁ, J. B. A. ENGLAND, J. S. C. MCKEE y J. ROTBLAT: *Proc. Roy. Soc.* (Pendiente de publicación.)
- (22) L. I. SCHIFF: *Quantum Mechanics*, Mc Graw Hill. New York (1955).
- (23) FERNBACH, SERBER y TAYLOR: *Phys. Rev.* 75, 1.352 (1949).
- (24) IGO, WEGNER y EISBERG: *Phys. Rev.* 101, 1.508 (1956).
- (25) A. E. S. GREEN: *Nuclear Physics*. Mc Graw Hill. N. Y. (1955).
- (26) J. M. BLATT y V. F. WEISSKOPF: *Theoretical Nuclear Physics*. Wiley and sons. N. Y. (1958).
- (27) N. F. RAMSEY: *Experimental Nuclear Physics*. (E. Segré). I, pág. 539. Wiley and sons. N. Y. (1953).
- (28) M. VERDE: *The three-body problem in Nuclear Physics*. Handbuch der Physik. Vol. XXXIX, 144 (1957).
- (29) P. C. ROWE: *Tesis*. Universidad de Birmingham. Comunicación personal.

JUAN SANCHEZ PARAREDA

“SOBRE RUTA MONTANA”

(Resumen de la Tesis Doctoral)

Esta Tesis Doctoral fue leída en Valencia el día 29 de noviembre de 1960, obteniendo la calificación de Sobresaliente *cum laude*.

El Tribunal de examen estuvo constituido por:

- D. Manuel Lora Tamayo, *Presidente*.
- D. Francisco García González.
- D. José M.^a Viguera Lobo. (Director de la Tesis.)
- D. José Beltrán Martínez.
- D. Antonio González González.

I N T R O D U C C I O N

Siguiendo una serie de investigaciones realizadas en este laboratorio sobre estudio fitoquímico de algunas plantas, temas todos de gran interés por la gran variedad y aplicación de los productos aislados, se nos ha señalado el de la "Ruta montana", planta ésta a la que se le atribuye en ciertas regiones de Andalucía occidental propiedades curativas para determinadas afecciones de las aves.

Tratando de aislar el principio activo responsable de este carácter curativo, y con vistas a determinar también los constituyentes de las hojas, se extrajeron éstas, una vez secas a 100° C, sucesivamente con éter de petróleo, éter etílico, cloroformo, acetato de etilo y alcohol etílico.

Al concentrar parcialmente el extracto de éter etílico aparecieron unos cristales blancos en forma de agujas sedosas, cuyo aislamiento y estudio, así como el de una cera separada del extracto alcohólico y la caracterización del rutósido "rutina", constituyen el motivo de esta tesis.

El hecho de aparecer estas sustancias tan fácilmente, la dificultad de poner en práctica la técnica correspondiente para perseguir el principio curativo que interesaba investigar y la falta casi absoluta de bibliografía referente al estudio fitoquímico de esta planta, motivó el que nos desviáramos de nuestro primitivo pensamiento, es decir, el aislamiento e identificación del producto activo responsable del carácter curativo de ciertas enfermedades de las aves, y que centráramos nuestra atención en el aislamiento y caracterización de algunos componentes de la "Ruta montana".

El presente trabajo nos fue propuesto y ha sido continuamente alentado por el Prof. Dr. D. José M.^a Viguera Lobo, habiendo sido desarrollado en la Sección de Química Orgánica del Instituto de Química "Alonso Barba", del Patronato "Juan de la Cierva", C. S. I. C., en los Laboratorios de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de Valencia, durante los años 1956 a 1960.

RECONOCIMIENTOS

Antes de iniciar la exposición del tema, hemos de hacer constar nuestro profundo agradecimiento al Director de la tesis, a cuyas enseñanzas y continuos consejos debemos el feliz término de este trabajo.

Agradecemos al Instituto de Química "Alonso Barba" la beca concedida, así como a la Excm. Diputación Provincial de Valencia por la ayuda económica prestada, a través de la Institución "Alfonso el Magnánimo", permitiéndonos así dedicar el tiempo necesario para la investigación.

CARACTERES BOTÁNICOS

La ruda (1) (2) (3) (4) (5), se ha mencionado desde muy antiguo por su empleo medicinal, citándose en la Biblia y en los diversos libros clásicos por sus propiedades irritantes, vesicantes, emenagogas y abortivas.

La "Ruta montana 'Clus'" ("Ruta graveolens L. B. Montana") se diferencia de otras especies por multitud de caracteres de fácil apreciación. Aunque planta perenne y de rizoma algo leñoso como todas las rudas, tiene sus hojas muy glaucas y con lacinias lineales, explicando ello que Cavani- lles la incluyese en su herbario con el nombre de "Ruta foeniculifolia", por recordar las hojas laciniadas de los foeniculum y que Desfontaines la denominase "Ruta tenuifolia". Sus racimos fructíferos son densos y con pedicilos florales más cortos que la cápsula. Sus brácteas están divididas en dos o tres segmentos alesnados y no ovalados, o a lo sumo lanceolados, como en sus congéneres. Sus cápsulas son pequeñas, subglobulares y deprimidas con cuatro lóbulos redondeados.

Su área geográfica en España es muy extensa y salvo en el Norte, que es planta rara, en el resto del solar patrio es frecuente, sin ser abundante, excepto en tierras andaluzas, en donde en diversas localidades está muy extendida.

Como es sabido, las rudas tienen nódulos secretores constituidos por células encargadas de segregar la esencia que les da carácter.

ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

Los pocos antecedentes bibliográficos que conocemos sobre estudio fitoquímico de "Ruta montana" se refieren, fundamentalmente, a la composición de su aceite esencial.

Cuantitativamente los principales componentes de la esencia de ruda son dos cetonas alifáticas, que se hallan en elevado porcentaje: la metil-nonil y la metil-heptil cetonas, aisladas la primera por Giesecke (9), Gorup-Besanez y Grimm (9), y la segunda por Thomps (9). El conjunto de las dos puede llegar a constituir hasta un 98 % de la esencia, según tuvo ocasión de comprobar Pellini (9) en algunas muestras de aceite esencial de ruda siciliana, procedente de la "R. bracteosa". No obstante, la proporción varía enormemente de unas muestras de esencia a otras, pudiendo predominar, casi por completo, cualquiera de ambas cetonas. Este predominio depende de la especie de ruta, e incluso dentro de una de ellas, según algunos autores, Morgan y Holmes (10), de la estación del año y del tratamiento anterior de la planta.

En la esencia procedente de la "R. montana" y "R. graveolens" se cita como predominante la cetona metil-nonílica, mientras que en la "R. bracteosa" parece haber una mayor cantidad de la cetona metil-heptílica.

Según Dorronsoro (11), la composición del aceite de ruda obtenido de diferentes especies, principalmente de "R. graveolens L.", "R. montana L." y "R. bracteosa L.", es relativamente sencilla:

La mayor parte está formada por n-metil-heptil-cetona y n-metil-nonil-cetona, acompañadas de los alcoholes correspondientes a ellas, metil-n-heptil-carbinol y metil-n-nonil-carbinol, libres o en forma de acetatos, a las que hay que añadir pequeñas cantidades de l-a-pinemo, cineol y d-limoneno, que según Power y Lees (10) sumados no llegan al 1 % de la esencia, junto con éter etil valeriánico, ácido caprílico, indicios de salicilato de metilo y en algunas esencias fluorescentes el metil antranilato de metilo.

Guenther (8) clasifica el aceite de ruda, según su origen, en los tres tipos:

- 1.º Aceite español.
- 2.º Aceite norteafricano, principalmente de Argelia.
- 3.º Aceite francés, de Provenza.

El mismo autor identifica, en los aceites de ruda de diversas procedencias, metil-nonil-cetona, metil-heptil-cetona, los correspondientes alcoholes

“SOBRE RUTA MONTANA”

secundarios de las cetonas citadas, libres o al estado de acetatos, l-pineno, ésteres de los ácidos valerianico, caprílico y salicílico, éster metílico del ácido metil-antranílico, una base de olor análogo a la quinoleína y un azuleno.

Investigaciones más recientes de Pfau (13) sobre una esencia de ruda de Argelia, que él cree procedente de “Ruta montana”, llevan a dicho autor a la conclusión de que en ella se encuentran, además de los componentes antes citados, una serie de sustancias entre las que se encuentran xantoxina, si bien en pequeñas cantidades, del orden de 0,1 %.

La xantoxina fue encontrada también por Brandt (14) en la “Ruta chalepensis”, por Pries y Thoms (15) (16) en la “Fagara xanthoxyloides Lam.”, por Bose y Moorkerjee (19) en la “Luvanga scandens”, y finalmente, por Fahmy y Abyshady (20) en el “Ammi majus”.

No hemos encontrado, en la bibliografía de que disponemos, datos que hagan referencia a ceras procedentes de la “Ruta montana”, si bien, como es natural, existen numerosas citas referentes a ceras extraídas de otras plantas.

Por lo que se refiere a la rutina, desde que en 1842 Weiss (44) aisló el rutósido por primera vez, de las hojas de la “R. graveolens L.” se ha comprobado su presencia en una gran cantidad de especies vegetales.

PARTE TEÓRICA

Como ya se ha dicho anteriormente, al concentrar parcialmente el extracto de éter etílico de la planta, seca a 100° C, aparecieron unos cristales, en forma de agujas sedosas, de color blanco, que después de recrystalizarse de alcohol etílico dieron un p. f. de 145-146°. Los mejores resultados se consiguieron con alcohol etílico de 80, cristalizándose así repetidas veces hasta un p. f. constante, 145-146°.

Del análisis elemental de este producto, que desde este momento llamaremos A, y de la determinación de la masa molecular, se deduce la fórmula empírica $C_{12}H_8O_4$.

De los cuatro oxígenos calculados para la fórmula antes apuntada, dos de ellos se identifican como formando parte de una lactona, llevándose a cabo el ensayo potenciométrico de determinar cuantitativamente los grupos ácidos presentes en la molécula, demostrando dicha titulación la existencia, en la sal sódica (lactona abierta), de dos grupos ácidos titulables de dife-

rente fuerza, y como quiera que los restantes oxígenos de la molécula no forman parte de agrupación ácida alguna, hemos de inferir de ella que el segundo grupo ácido titulable que aparece debe ser un enol o un fenol, que al esterificarse con el primero conduce a la lactona.

Se llevó a cabo también un intento de apertura de la presunta lactona por tratamiento de potasa y yoduro de metilo, lográndose este propósito al aislar, de entre los productos de la reacción, un compuesto de p. f. 117 distinto, por tanto, de A.

En unos ensayos preliminares se puso de manifiesto la naturaleza ácida de este compuesto y se estableció su fórmula empírica.

El tercer oxígeno de A se evidencia fácilmente como formando parte de un grupo metoxilo (Zeisel), no así el cuarto, ya que A no da reacción de alcohol, carbonilo, etc., ni de ninguna otra función oxigenada, por lo que se concluye que debe formar parte de una unión tipo éter.

La comprobación de lo hasta aquí expuesto lo da el espectro I R. que interpretamos a continuación:

- a) Existencia de un grupo δ -lactona, conjugado con un anillo bencénico.
- b) Presencia de un doble enlace $C = C$, conjugado con un $C = O$.
- c) La molécula contiene un grupo $—CH_3$, probablemente en forma de $O—CH_3$.
- d) En la molécula se encuentra presente un anillo furánico.

Los datos suministrados por el estudio del espectro I R. sumados a los conseguidos en el laboratorio, a los que se aludió con anterioridad, inducen a considerar al compuesto A, de fórmula empírica $C_{12}H_8O_4$, como una furocumarina metoxilada.

Consultada la literatura se ha podido encontrar una total coincidencia entre las propiedades físicas y químicas de A y las descritas para la xantotoxina (15).

Ya se ha dicho anteriormente que Pfau (13) encontró xantotoxina con rendimiento de 0,1 % en una muestra de aceite esencial de ruda de Argelia, que supone procedente de "R. montana", y como quiera que en los extractos de hojas siempre se encuentra la xantotoxina con rendimiento superior al 1 %, hace ello pensar que dicho producto debe ser característico más bien de las hojas que de la esencia.

No obstante, la gran coincidencia entre las propiedades físicas y químicas del compuesto A y la xantotoxina, se han preparado algunos derivados

“SOBRE RUTA MONTANA”

de A, con el fin de poder establecer una comparación más completa con los correspondientes de xantotoxina.

A tal fin se prepararon los derivados nitrado, dibromado, monobromado y el ácido metil xantotoxínico, observándose una perfecta concordancia entre los puntos de fusión de los derivados de A y los correspondientes de la xantotoxina.

También se llevaron a cabo estudios comparativos con xantotoxina de otra procedencia (47), tales como punto de fusión mixto, espectro U. V y cromatografía comparativa (48), creyendo con todo esto haber demostrado de una manera completa la identidad del compuesto A con xantotoxina.

C E R A

De los concentrados del extracto alcohólico de las hojas de “Ruta montana”, obtenidos de planta sin tratar anteriormente con otros disolventes, se separa al enfriar, un precipitado de color pardo oscuro, que después de disolver en alcohol hirviendo y filtrar en caliente repetidas veces, se logra fraccionar en dos.

El compuesto insoluble que queda sobre el filtro se identifica, más tarde, como oxalato cálcico, mientras que del líquido filtrado, una vez frío, se separa un cuerpo de aspecto céreo, que después de filtrado y escurrido a la trompa, queda en forma de un polvo blanco. Se disuelve éste en éter etílico caliente, añadiendo un gran volumen de disolvente, filtra, deja en reposo y, una vez frío, se vuelve a filtrar. De esta forma queda una disolución etérea transparente, que en el tratamiento con NaOH al 5 % separa, en la fase acuosa, un componente de naturaleza salina del que más tarde, en el tratamiento con ácido clorhídrico, se recupera y aísla una masa de carácter ácido que se recrystaliza repetidas veces con éter de petróleo, fracción 60-80, para dar un compuesto B, y el residuo de las aguas madres, después de eliminar el disolvente, en fracción 40-60, conduciendo a otro C.

Por otro lado, la solución etérea y una vez que se han extraído los ácidos con la disolución alcalina al 5 %, suministra, por eliminación total del disolvente, un sólido blanco de aspecto céreo y carácter neutro. El producto se intenta cristalizar en acetato de etilo, separándose al enfriar una masa no cristalina que funde a 71-71, 5°.

B es de naturaleza ácida, no tratándose de un fenol, ya que con tricloruro de hierro la reacción es negativa, y como aducta con urea, se deduce

de todo ello que debe tratarse de un ácido de cadena lineal y monocarboxílico, pues además los valores para el peso molecular (Rast) y el equivalente de neutralización son prácticamente iguales. Por otra parte, el p. f. 78-79°, no se adapta bien a los datos de peso molecular y C e H, y asimismo a su carácter saturado, ya que para una molécula lineal saturada, el p. f. debiera ser aproximadamente 10° superior (49). Por tanto, y puesto que no existe ramificación (aducta con urea), ni insaturación, creemos que el p. f. bajo que encontramos sea debido a una impureza, probablemente de algún homólogo cercano.

Visto que la cristalización fraccionada no era buen camino para la purificación de este ácido, se intentó ésta a través del éster metílico, p. f. 60°, y cristalización fraccionada de éste en éter-alcohol. De esta manera se obtiene por hidrólisis de dicho éster metílico purificado, un ácido cuyo p. f. ascendió a 85°. De la determinación de su peso molecular y de los valores procedentes de la determinación de carbono e hidrógeno, se ha deducido una fórmula en $C_{26}H_{52}O_2$.

Se prepararon algunos derivados de este ácido con objeto de identificarlo de una manera completa, comparando los compuestos obtenidos con los que describe la literatura. A este fin se obtuvieron, además del éster metílico ya mencionado, el alcohol, por reducción del anterior compuesto, acetato de alcohol, éter y amida.

Finalmente, se ha querido poner de manifiesto a través de su espectro I. R., todas las conclusiones a las que se ha llegado por procedimientos químicos y, efectivamente, se confirmó que realmente se trata de un ácido de cadena muy larga que no presenta ramificaciones ni enlaces múltiples.

C se obtiene en la recrystalización de éter de petróleo, fracción 40-60, de los residuos de las aguas madres, previamente evaporado el disolvente, procedentes de la recrystalización de B, llegándose así a pequeñas cantidades de un compuesto de p. f. 88-89° que fue identificado de la misma manera que el anterior y a, través del éster metílico como un ácido de cadena lineal saturado y monocarboxílico de 30 átomos de carbono.

D es insoluble en ácido sulfúrico concentrado y la falta de reactividad, así como el hecho de formar aducto con urea, hace sospechar que se trate de un hidrocarburo saturado de cadena lineal, aunque impurificado por indicios de otro u otros compuestos, ya que no se ha podido cristalizar.

Con objeto de averiguar qué productos lo impurifican y así poder eliminarlos, se ha estudiado su I. R., que pone de manifiesto, además de las

bandas características correspondientes a un hidrocarburo de larga cadena saturado, un grupo carbonilo tipo éster, a 1.742 cm^{-1} , y un oxhidrilo alcohólico, a 3.405 cm^{-1} , lo que hace suponer que dichos grupos forman parte de impurezas del hidrocarburo que no se separan al intentar cristalizar. Para comprobar esta suposición se sometió D a un tratamiento alcalino (sosa alcohólica), con lo que la banda característica del grupo éster debe eliminarse, y continuar, sin embargo, la característica del oxhidrilo alcohólico correspondiente, tanto al alcohol libre como a la que resulta de la hidrólisis del éster. Y en efecto, así ocurre, ya que el I. R. de D, después de esta purificación presenta ahora solamente la banda característica del oxhidrilo alcohólico.

Para eliminar totalmente las impurezas de alcoholes y obtener la curva espectral del hidrocarburo limpia, se sometió al hidrocarburo —impurezas de alcohol, que resulta del tratamiento hidrolítico de D—, a otro tratamiento posterior con sodio en medio xilol. El I. R. del producto así obtenido después de los dos tratamientos mencionados, corresponde al de un hidrocarburo puro saturado y de cadena lineal, pudiéndose ya en este momento cristalizar en acetato de etilo hasta punto de fusión constante $71-2^\circ$.

Del análisis elemental y de las determinaciones del peso molecular conducen a una fórmula en $\text{C}_{33}\text{H}_{68}$, de cadena lineal, por formar, además, aducto con urea.

Precisamente la impureza correspondiente a la banda 1.742 cm^{-1} (grupo éster), puesta de manifiesto en el espectro I. R., hizo sospechar la existencia de un éster con probabilidad de ser aislado, y, en efecto, una vez separado todo el hidrocarburo por sucesivas concentraciones del disolvente, en donde es menos soluble, y separación del producto amorfo precipitado, se llega a una concentración tal que no se separa más hidrocarburo. En este momento se concentra a sequedad y el sólido céreo residual se cristaliza en una mezcla éter-alcohol, obteniéndose unos cristales de p. f. 68° que resultan ser solubles en ácido sulfúrico concentrado y se hidrolizan en medio alcalino al cabo de unas horas. Los productos de la hidrólisis son un ácido y un alcohol, lo que demuestra su naturaleza de éster, y además de cadena lineal (aducta con urea), confirmados todos estos extremos, más tarde, por el espectro I. R.

De los datos del peso molecular y carbono e hidrógeno se deduce para este producto una fórmula en $\text{C}_{54}\text{H}_{108}\text{O}_2$, del que no hemos encontrado referencia bibliográfica.

Se estudiaron también el ácido y el alcohol procedentes de la hidrólisis alcalina para obtener referencias bibliográficas en que apoyarnos.

El ácido procedente de la hidrólisis funde, después de su cristalización en benceno, a 95°. De los datos de su peso molecular, análisis y equivalente, se deduce una fórmula en $C_{32}H_{64}O_2$, lineal (aducta con urea), que coincide con el ácido de 32 átomos de carbono descrito en la literatura (51) y del que hemos preparado su éster metílico.

Por otra parte, los números de C e H, así como el peso molecular del alcohol que procede de la hidrólisis del éster, llevan a la fórmula $C_{22}H_{46}O$, identificado por su p. f. y el de su acetato, con el alcohol de 22 átomos de carbono en cadena lineal (52).

A continuación interpretamos los espectros I. R. del ácido libre B, hidrocarburo impurificado con éster y alcohol, hidrocarburo con impurezas de alcohol, hidrocarburo puro y éster.

Interpretación del espectro I. R. del ácido libre

La banda a 1.697 cm^{-1} corresponde a la vibración de tensión de un grupo $C=O$ de ácido.

La banda del grupo $O-H$, que corresponde al ácido, aparece normalmente en la zona de 2.500 a 3.000 cm^{-1} , pero en este caso debido al pequeño espesor de la muestra utilizada, debió resultar enmascarada por las bandas debidas a las tensiones de los enlaces $C-H$, en este caso a 2.940 y 2.870 cm^{-1} .

Las bandas a 720 y 729 cm^{-1} indican la presencia de una larga cadena de grupo $-CH_2-$, probablemente de más de 8 eslabones.

Las bandas a 2.940 y 2.870 cm^{-1} se deben a las vibraciones de tensión de los enlaces $C-H$ de estos grupos, y la banda a 1.467 cm^{-1} es la debida a la vibración de deformación de los mismos.

La serie de pequeñas bandas hacia 1.200 cm^{-1} es también característica de compuestos con largas cadenas de grupos $-CH_2-$.

Interpretación del espectro I. R. del hidrocarburo impurificado con éster y alcohol

Bandas entre 750 y 1.300 cm^{-1} , típica de un hidrocarburo de larga cadena carbonada.

"SOBRE RUTA MONTANA"

Bandas a 720 y 730 cm^{-1} , característica de una larga cadena de grupos $-\text{CH}_2-$ (vibraciones de balanceo).

Banda a 1.377 cm^{-1} , se debe a la vibración de deformación de grupos metilo.

Banda a 1.464 cm^{-1} , debida a las vibraciones de deformación de los grupos $-\text{CH}_2-$.

Banda a 1.742 cm^{-1} , debida a la vibración de tensión del enlace $\text{C}=\text{O}$, probablemente de un grupo éster (probablemente impureza).

Bandas a 2.870 y 2.950 cm^{-1} , debidas a las vibraciones de tensión del enlace $\text{C}-\text{H}$.

Y por último, banda a 3.405 cm^{-1} , debida probablemente a la vibración de tensión del enlace $\text{O}-\text{H}$ de un grupo alcohólico (probablemente impureza).

Interpretación del espectro I. R. del hidrocarburo con impurezas de alcohol.

El espectro de esta sustancia es típico de un compuesto de larga cadena carbonada (hidrocarburo).

Banda a 3.430 cm^{-1} , debida a la probable existencia de un grupo $\text{O}-\text{H}$ alcohólico (impureza).

Bandas a 2.922 y 2.870 cm^{-1} , debidas a las vibraciones de tensión asimétrica y simétrica, respectivamente, de los grupos $-\text{CH}_2-$.

Bandas a 1.472 y 1.462 cm^{-1} , debidas a las vibraciones de deformación de dicho grupo $-\text{CH}_2-$, y las bandas a 729 y 720 cm^{-1} debidas a las vibraciones de balanceo.

Interpretación del espectro I. R. del éster

Bandas a 1.710 cm^{-1} debida a la vibración de tensión de un enlace $\text{C}=\text{O}$ tipo éster.

Bandas a 2.930 y 2.860 cm^{-1} , debidas respectivamente a las vibraciones de tensión asimétrica y simétrica de los grupos $-\text{CH}_2-$.

Bandas a 1.475 y 1.463 cm^{-1} , debidas a las vibraciones de deformación de los grupos $-\text{CH}_2-$.

Banda a 1.377 cm^{-1} , se debe, probablemente, a la vibración de deformación simétrica del grupo $-\text{CH}_3$. La débil intensidad de esta banda indica que no debe haber ramificaciones.

Banda a 720 cm^{-1} , debida a la vibración de balanceo de los grupos $-\text{CH}_2-$ de una cadena carbonada de más de 8 eslabones.

Banda a 730 cm^{-1} , podría indicar la presencia de un radical butilo, cuya vibración rocking de los grupos $-\text{CH}_2-$ suele aparecer entre 726 y 729, pero por su gran intensidad es más probable que esta banda no sea del radical butilo, sino que sea de un desdoblamiento de la banda de vibración rocking del metileno, que suele presentarse en algunos espectros de películas cristalinas de n-parafina, ácidos grasos y otros compuestos de largas cadenas carbonadas.

RUTINA

Puesto que tanto de la "Ruta graveolens" (54) como de la "Ruta chalepensis" (55) se ha podido aislar rutina, con facilidad, se intentó comprobar si de la "Ruta montana" se podía separar el rutósido en las mismas condiciones. Todos los intentos llevados a cabo fueron totalmente infructuosos, lo que indujo a pensar que faltase en esta planta o que se encontrase en tan pequeña cantidad que no fuera posible su separación.

En el caso de la "R. montana", si bien es cierto que no se pudo aislar la rutina, sí que pudo ponerse en evidencia por cromatografía sobre papel.

Posteriormente, se hicieron cromatografías comparativas con rutina de otra procedencia (57), encontrando siempre R_f idénticos a los ya obtenidos para la sustancia aislada de la "Ruta montana".

PARTE EXPERIMENTAL

Extracción del producto A

Tres Kg de planta recolectada en el mes de mayo, en la provincia de Sevilla, se pulverizan y secan a 100° , y se extraen en Soxhlet, primero con éter de petróleo y más tarde con éter etílico, hasta que los disolventes no presentan color. Por concentración de los extractos de éter etílico cristaliza el producto A en forma de agujas sedosas de color blanco, que fue cristalizado en alcohol de 80 hasta p. f. constante $145-146^\circ$.

El rendimiento en sustancia completamente pura fue del orden del 1 %, pero como en los procesos de purificación existen pérdidas inevitables, el contenido de A en planta debe sobrepasar la cifra anteriormente señalada.

“SOBRE RUTA MONTANA”

Estudio de A — p. f. 145-146°

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{12}H_8O_4$: C 66,65 % ; H 3,74 %
Hallado : C 66,09 % ; H 3,81 %

PESO MOLECULAR

Método de Rast modificado por Münster (58):

Constante de alcanfor ...	40
Peso de sustancia	0,0096 gr
Peso alcanfor	0,1014 gr
Descenso	17,6°
Peso molecular	215

Método de Beckman (59):

Disolvente empleado	benceno
Peso de sustancia	0,1276
Peso disolvente	19,3506
Constante del disolvente ...	5,12
Descenso	0,155
Peso molecular	218
Peso molecular medio ...	216
Calculado para $C_{12}H_8O_4$...	216

Espectro U. V.

Se determinó en solución alcohólica. Presenta tres máximos de absorción correspondientes a 218 $m\mu$, 248 $m\mu$ y 300 $m\mu$.

Determinación de metoxilo por Zeisel

Peso sustancia	0,1541 gr
Peso IAg	0,1675 ”
Calculado para $C_{12}H_8O_4$	1,00 ”
Hallado	0,99 ”

Dobles enlaces activos

Peso sustancia	0,00507 gr
Volumen de hidrógeno a 0° y 760 mm ...	0,553 c. c.
Calculado para $C_{12}H_8O_4$	1,00
Hallado	1,05

Titulación

Para caracterizar los grupos ácidos presentes y demostrar que existe una unión lactónica, establecida entre un carboxilo y un fenol, se hizo una apertura con NaOH en caliente, en ausencia de CO_2 , con lo que debe formarse un grupo ácido y otro fenólico, en forma de sales sódicas, cuya presencia podrá ponerse de manifiesto por cualquier método que permita su valoración por separado, aprovechando la considerable diferencia entre las constantes de disociación de cada uno de los grupos.

Se escogió la titulación potenciométrica con electrodo de vidrio y para llevarla a cabo, se calentó un determinado peso de la sustancia problema con un exceso de NaOH N/10, en ausencia de CO_2 , y se valoró el exceso de álcali con ácido clorhídrico normal, después de enfriar a la temperatura ambiente.

Si es cierto que se trata de unión lactónica (de grupo fenol) se necesitarán, para la apertura, dos moles de hidróxido sódico por mol de sustancia problema, debiendo quedar un exceso de álcali. La valoración con clorhídrico deberá conducir a una curva potenciométrica con tres inflexiones, al tomar incrementos de pH en ordenadas y c. c. consumidos de clorhídrico en abscisas. La primera debe coincidir con la neutralización del exceso de álcali; la segunda, debe corresponder a la formación del grupo fenólico, y la tercera al del grupo carbóxico.

Derivados de A

Acido metilxantotóxico (16)

Cinco gr de A se calentaron a reflujo con 3 gr de KOH y 150 c. c. de metanol. Se adicionaron posteriormente 9,5 gr de yoduro de metilo y continuó calentando hasta reacción neutra.

“SOBRE RUTA MONTANA”

Más tarde se eliminó el alcohol etílico totalmente, filtrándose la solución acuosa.

La parte soluble en agua (solución alcalina) se extrajo con éter etílico dos veces, acidificó después con ácido clorhídrico, precipitando entonces una resina que después de recrystalizar varias veces en alcohol etílico, suministra el ácido metilxantotoxínico en forma de unos cristales compactos de p. f. 117°.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{13}H_{12}O_5$: C 62,89 % ; H 4,83 %
Hallado : C 62,90 % ; H 4,81 %

Derivado nitrato (61)

A 5 gr de A de añaden 50 c. c. de ácido nítrico 45 % y se calienta la muestra suavemente; más tarde se enfría con hielo. Por adición de mucha agua se separó una masa amarilla que cristaliza en nitrobenzeno en forma de bellas agujas amarillas, p. f. constante 230°.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{12}H_7O_4NO_2$: N 5,38 %
Hallado : N 5,35 %

Derivado dibromado (62)

Cinco gr de sustancia seca se disolvieron en 80 gr de cloroformo anhidro y se calentaron suavemente a baño maría y a luz directa de sol con 7,5 gr de una disolución de bromo en cloroformo, también seco, en relación 1:2.

Después de eliminar el cloroformo se cristaliza el residuo en xilol anhidro, separándose cristales de p. f. 164°.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{12}H_8O_4Br_2$: Br 42,54 %
Hallado : Br 42,20 %

Derivado monobromado

Este derivado, no encontrado en la literatura, se origina al tratar el derivado dibromado con alcohol etílico. P. f. 187°.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{12}H_7O_4Br$: Br 27,11 %
Hallado : Br 27,23 %

Extracción de la cera

Dos Kg de planta, recogida en el mes de mayo en la provincia de Sevilla, se secan y pulverizan a la temperatura ambiente, y sin haber tratado anteriormente con otros disolventes, se extraen con alcohol de 96°.

Por concentración del extracto alcohólico y enfriamiento posterior, se separó un precipitado pardo oscuro, que después de disolver en alcohol hirviendo y filtrar en caliente, repetidas veces, se fracciona en dos. El compuesto insoluble que queda sobre el filtro se identifica más tarde como oxalato cálcico, mientras que del líquido filtrado, una vez frío, se separa una masa de aspecto céreo, que después de filtrar y escurrir a la trompa, queda en forma de un polvo blanco, obteniéndose en total 2 gr, lo que representa un rendimiento de 0,1 % de la cera calculada sobre planta seca a temperatura ambiente.

La cera, constituida por el polvo blanco recogido sobre el filtro, se disuelve en exceso de éter etílico caliente y se deja en reposo, hasta enfriamiento, en cuyo momento se vuelve a filtrar, quedando de esta forma una disolución etérea transparente que en el tratamiento con NaOH al 5 % separa, en la fase acuosa, productos de naturaleza salina. Se acidifica la disolución alcalina con ácido clorhídrico y se extrae por éter, lava, seca y concentra a sequedad la solución etérea, cristalizando el residuo de éter de petróleo, fracción 60/80, obteniendo así un producto B. La evaporación de las aguas madres deja un sólido amorfo, de aspecto céreo, que cristalizado en éter de petróleo, fracción 40/60, suministra el compuesto C.

La disolución etérea residual, después de extraída con NaOH al 6 %, se lavó con agua hasta reacción neutra, secó con sulfato sódico, filtró y eliminó el disolvente. El producto residual se intenta cristalizar en acetato de etilo, obteniéndose siempre una masa amorfa, de p. f. 71-71, 5°: D.

"SOBRE RUTA MONTANA"

Purificación y derivados de B

Separados los cristales de B por filtración, dan p. f. 78-79°, recogién-dose 0,35 gr, lo que representa un rendimiento de 17,5 % en la cera y de 0,0175 % sobre planta empleada.

Como ya señalamos en las consideraciones teóricas, este producto se intentó purificar a través de la formación de su éster metílico y cristaliza-ción fraccionada de éste en éter-alcohol.

ANÁLISIS DEL ÉSTER METÍLICO:

Calculado para $C_{27}H_{54}O_2$: C 79,21 % ; H 13,17 %
Hallado : C 79,63 % ; H 13,24 %

Según la bibliografía (64) este compuesto corresponde al éster metílico del ácido de cadena lineal, monocarboxílico y saturado, de 26 átomos de carbono.

Hidrolisis de B metilado

Se llevó a cabo, y con objeto de recuperar el ácido de su éster metílico, una hidrólisis alcalina. El producto resultante de la reacción se cristaliza en éter de petróleo, fracción 60/80, separándose cristales de p. f. 84-85°.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{26}H_{52}O_2$: C 78,78 % ; H 13,21 %
Hallado : C 78,63 % ; H 13,20 %

EQUIVALENTE DE NEUTRALIZACIÓN:

Peso sustancia	0,0702 y 0,0642 gr
C. c. de NaOH N/100 consumidos ...	17,6 y 16,4
Equivalente	399
Valor medio	395
Calculado para $C_{26}H_{52}O_2$	396

PESO MOLECULAR (rast modificado por Münster):

Peso sustancia	0,0092 gr.
Peso alcanfor	0,536 gr.
Descenso	17,5
Peso molecular	392

Además del éster metílico ya mencionado se llevaron a cabo obtenciones de alcohol, por reducción del éster metílico de B; derivado acetilado del alcohol, por tratamineto de éste con anhídrido acético y piridina; éter del alcohol, por tratamiento del alcoholato correspondiente con yoduro de metilo, y, finalmente, amida.

Separación e identificación del compuesto ácido C

C se obtuvo al recrystalizar de éter de petróleo, fracción 40/60, los residuos de las aguas madres procedentes de la cristalización de B, llegándose así a una pequeña cantidad de cristales que funden 88,4°. El rendimiento fue de 0,005 % sobre planta y 5 % sobre cera.

El producto se identifica como un ácido monocarboxílico, de cadena lineal y saturado.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{30}H_{60}O_2$:	C 79,74 %;	H 13,28 %
Hallado:	C 79,52 %;	H 13,47 %

Este producto se identificó a través de su éster metílico.

ANÁLISIS DEL ÉSTER METÍLICO:

Calculado para $C_{31}H_{62}O_2$:	C 79,82 %;	H 13,30 %
Hallado:	C 79,80 %;	H 13,42 %

Estudio de D

Químicamente se comporta como un compuesto saturado, lo que se confirmó por el espectro I. R., el cual muestra a su vez que es un hidrocarburo con impurezas de una sustancia tipo ester y de otra u otras de naturaleza

"SOBRE RUTA MONTANA"

alcohólica, que posiblemente deben ser las que impiden la cristalización. Por ello se impone una purificación con vistas a eliminar cada una de estas impurezas, de las cuales la primera, constituida por el éster, se separa fácilmente por un tratamiento hidrolítico, y la segunda, a través de un tratamiento con sodio en medio xilol.

El producto que se recupera después de este último tratamiento, se presenta como una masa ligera de color blanco brillante, de aspecto cristalino y de p. f. constante 71,5-72°.

El rendimiento obtenido fue de 15 % sobre la cera y 0,015 % sobre planta seca.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{33}H_{68}$: C 85,34 %; H 14,66 %
Hallado: C 85,37 %; H 14,67 %

Separación de un éster

En la disolución de acetato de etilo, de la que precipitó la masa amorfa, p. f. 71-71, 5°, queda disuelto un producto que una vez eliminado el disolvente resultó ser de aspecto céreo y perfectamente cristalizable en una mezcla éter-alcohol, p. f. 65-68°, constante.

El rendimiento fue de 7 % sobre cera bruta y de 0,007 % sobre planta.

ANÁLISIS:

Calculado para $C_{54}H_{108}O_2$: C 82,23 %; H 13,70 %
Hallado: C 82,29 %; H 14,24 %

Este producto fue identificado a través de sus productos de hidrolisis que resultaron ser un alcohol de 22 átomos de C y un ácido de 32 átomos de C, ambos de cadena lineal y saturados.

RUTINA

Intentos de extracción de rutina de la "R. montana"

Se siguió el procedimiento de J. C. Torres (54).

En vista de que no se separaba el rutósido, ni aún concentrando excesivamente, se pensó bien que el glucósido pudiera faltar en la "Ruta montana" o que se encontrara en tan pequeña cantidad que no hubiera posibilidad de separación. Por lo que respecta al primer extremo se confirmó, por cromatografía sobre papel, la presencia de rutina en la planta estudiada. En cuanto al segundo, también pudo ponerse de manifiesto la bondad del método de extracción al utilizar las mismas técnicas de separación, utilizando "R. bracteosa". Los resultados fueron positivos, obteniéndose el rutósido con rendimiento de 0,5 % sobre planta seca a 100° C.

Cromatografía comparativa con rutina de otra procedencia

Se repitieron, utilizando disolventes que sirvieron para comprobar la presencia de rutina en la "Ruta montana", cromatografías comparativas con rutina de otras procedencias. En todos los casos aparecieron las manchas a la misma altura, confirmando así la identidad de ambos productos.

CONCLUSIONES

1.ª Se ha hecho un estudio del extracto de éter etílico de las hojas de "Ruta montana" aislándose, con rendimiento superior al 1 %, un sólido que, una vez purificado, se presenta en forma de unas agujas sedosas de color blanco y p. f. 145-146°.

2.ª Estudiado el sólido citado, se han preparado de él los derivados nitrado y dibromado.

3.ª Se ha identificado el compuesto como xantotoxina $C_{12}H_8O_4$, preparándose de la misma el ácido metilxantotoxínico, que resulta coincidente en sus propiedades, al igual que la de los derivados anteriores, con las que la bibliografía señala para ellos.

4.ª Se ha preparado por primera vez el derivado monobromado de la xantotoxina.

5.ª Se da por primera vez el espectro I. R. y ultravioleta de la xantotoxina.

6.ª Se ha estudiado el producto céreo que se separa, al enfriar, del extracto alcohólico de las hojas de "R. montana".

7.ª En dicho producto céreo se han aislado dos ácidos carboxílicos de cadena muy larga y saturada, un hidrocarburo y un éster; estos dos últimos,

“SOBRE RUTA MONTANA”

también de cadena lineal larga y saturados. Parece ser que juntamente con estos productos existen también indicios de alcoholes libres.

8.^a Los ácidos aislados se han identificado como de 26 y 30 átomos de carbono, lineal y saturados, y se obtienen con rendimientos de 0,0175 y 0,005 %, respectivamente, sobre planta.

9.^a Se ha identificado el hidrocarburo y se ha seguido el proceso de purificación por medio de espectros I. R., como de 33 átomos de carbono de cadena lineal y saturada, y se obtiene con un rendimiento de 0,015 % sobre planta.

10.^a Se ha demostrado que el éster, separado de la cera, corresponde a un compuesto de 54 átomos de carbono, formado por un ácido de 32 y un alcohol de 22 átomos de carbono, de cadenas lineales y saturadas, obtenido con rendimiento de 0,07 % sobre planta y que se cita por vez primera como componente vegetal.

11.^a Se cita por primera vez el éster metílico del ácido de 32 átomos de carbono que resulta de la hidrólisis alcalina del éster mencionado.

12.^a Se cita por primera vez el éter metílico correspondiente al alcohol de 26 átomos de carbono.

13.^a Se ha detectado por el procedimiento cromatográfico y por primera vez rutina en la “Ruta montana”, intentándose, aunque sin éxito, aislarla de dicha planta.

14.^a Se ha aislado el rutósido, con objeto de poner a prueba la bondad de los métodos de extracción de rutina empleados, de una variedad de la “Ruta chalepensis” o “Ruta bracteosa”.

15.^a Los rendimientos obtenidos por los procedimientos de Schmidt, modificado por Torres y por el de C. Torres, son del orden de 0,20 y 0,50 % respectivamente, utilizando “Ruta bracteosa”.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) M. LOSAS, S. RIBAS y J. M. MUÑOZ MEDINA: *Tratado de botánica descriptiva aplicada*. Fanerogamia.
- (2) M. COLMEIRO: *Enumeración y revisión de las plantas de la Península Hispano-Lusitana e Islas Baleares*.
- (3) M. WILKOM y J. LANGE-PRODROMUS: *Florce Hispanice*.
- (4) F. LOSCOS y PARDO: *Serie imperfecta de las plantas aragonesas*.
- (5) LÁZARO E IBIZA: *Botánica descriptiva*.
- (8) E. GUENTHER: *The Amer. Perf.*, mayo, 45 (1946); ION, VII-66 (1947).
- (9) J. CABO TORRES: *Farmacognosia*, X-18, 316 (1950).
- (10) *Ibid. Ibid.*: X-18, 317 (1950).
- (11) DORRONSORO: *Estudio químico de esencias naturales españolas*. Madrid, 1919, p. 92.
- (13) PFAU: *Helv. Chim. Acta*, 22, 382 (1939).
- (14) J. CABO TORRES: *Farmacognosia*, X-18, 284 (1950).
- (15) H. PRIES: *Ber. Pharm. Ges.*, 21, 227 (1911).
- (16) H. THOMS: *Ber.*, 44, 3325 (1911).
- (20) FAHMY y ABUSHADY: *Quart. J. Pharmacy and Pharmacol.*, 20, 281 (1957); *C. A.* 42, 1707 (1948).
- (44) J. CABO TORRES: *Farmacognosia*. X-18, 288 (1950).
- (47) *Xantotoxina cedida por gentileza del Dr. Schonberg y aislada de "Ammi majus"*.
- (48) G. RODIGHUIERO, G. CAPORALE y E. RAGAZZI: *C. A.*, 48, 1.416 h. (1954).
- (49) A. KIESEL: *Ber.*, 58, 1386 (1925).
- (51) *Beilstein Handbuch der Organischen Chemie*, 2.ª serie, vol. II, p. 383.
- (52) *Ibid.*: 2.ª serie, vol. I, p. 470.
- (54) J. CABO TORRES: *Farmacognosia*, X-18, 229-371 (1950).
- (55) *Ibid. Ibid.*, XI, 305 (1951).
- (57) *Rutina extraída de la "Ruta bracteosa"*.
- (58) GATTERMANN: *Prácticas de Química Orgánica*, 2.ª ed. española, p. 100 (1944).
- (59) F. DANIELS, H. MATHEW y J. W. WILLIAMS: *Prácticas de Química Física*, p. 82.
- (61) H. PRIES: *Ber. Dtsch. Pharm. Ges.*, 21, 243 (1911).
- (62) *Ibid. Ibid.*, 21, 244 (1911).
- (64) *Beilstein Handbuch der Organischen Chemie*, 1.ª serie, vol. II, p. 183.

Valencia, abril 1960.

I N D I C E

	<u>Páginas</u>
<i>Carlos Payá Riera</i> : Beneficio del cinabrio mediante la técnica del polvo fluidizado	5
<i>Aurelia Bonet Hortelano</i> : Estudio de la reacción $C^{12}(d, \alpha)B^{10}$ mediante emulsiones fotonucleares	71
<i>Luis Miralles Conesa</i> : Difusión de partículas alfa de 38 MeV por tetrafluoruro de carbono	105
<i>Salvador Barber Pérez</i> : Problemas químicos en el establecimiento de un proceso de arroz precocido y en el comportamiento de las variedades.	137
<i>Amando García Rodríguez</i> : Difusión de partículas He^3 MeV por neón natural	155
<i>Juan Sánchez Pareda</i> : "Sobre Ruta montana"	179

ACABÓSE DE IMPRIMIR ESTE LIBRO
EN LA TIPOGRAFÍA MODERNA DE LA
CIUDAD DE VALENCIA EL DÍA 4 DE
ABRIL DE 1961, FESTIVIDAD DE SAN
ISIDORO DE SEVILLA, ARZOBISPO

LAVS ✠ DEO