

**2011**

# **Aceleradores, Técnicas de Análisis y Laboratorios del CNA**

**Centro Nacional de Aceleradores (CNA)**

**(Universidad de Sevilla-Junta de Andalucía-CSIC)**

**Unidad de Divulgación Científica del CNA  
UDC**

**01/07/2011**





---

## **Programa de Divulgación Científica del Centro Nacional de Aceleradores (CNA)**

(Universidad de Sevilla-Junta de Andalucía-CSIC)

---



PROYECTO COFINANCIADO  
POR LA UNIÓN EUROPEA

FONDO EUROPEO DE  
DESARROLLO REGIONAL

## Índice

Capítulo	Página
<b>1. Introducción</b>	<b>4</b>
<b>1.1. Presentación del CNA</b>	<b>5</b>
<b>2. Aceleradores del CNA</b>	<b>6</b>
<b>2.1. Presentación de los aceleradores del CNA</b>	<b>7</b>
<b>2.2. Acelerador Tándem de 3 MV</b>	<b>9</b>
2.2.1 El Acelerador	9
2.2.2 Líneas de haz	11
<b>2.3. Ciclotrón (Cyclone 18/9 MeV)</b>	<b>21</b>
2.3.1 El Acelerador	21
2.3.2 Línea de haz de experimentación del Ciclotrón	22
<b>2.4. Acelerador Tandetrón de 1 MV</b>	<b>26</b>
2.4.1 Introducción a la espectrometría de masas con aceleradores (AMS)	26
2.4.2 El Acelerador	27
<b>3. Técnicas experimentales de análisis</b>	<b>32</b>
<b>3.1 Introducción</b>	<b>33</b>
<b>3.2 Técnicas experimentales analíticas</b>	<b>33</b>
3.2.1 Espectrometría de Retrodispersión Rutherford (RBS)	33
3.2.2 Análisis por detección de retrocesos elásticos (ERDA)	35
3.2.3 Análisis por Reacciones Nucleares (NRA)/Emisión de Rayos-γ Inducidos por Partículas (PIGE)	37
3.2.4 Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas (PIXE)	39
3.2.5 Irradiación e implantación iónica	40
3.2.6 Fluorescencia de rayos-X (XRF)	41
3.2.7 Transmisión de rayos-γ (GRT)	42
3.2.8 Técnicas datación por radiocarbono	42
<b>4. Laboratorios del CNA</b>	<b>46</b>
<b>4.1 Laboratorios asociados al acelerador Tándem de 3 MV</b>	<b>47</b>
4.1.1 Laboratorio de Fluorescencia y Transmisión	47
4.1.2 Laboratorio de Detectores	48
4.1.3 Laboratorio del Acelerador Tándem de 3 MV	49
4.1.4 Laboratorio de Electrónica Multipropósito	49
<b>4.2 Laboratorios asociados al Ciclotrón</b>	<b>51</b>
4.2.1 Laboratorios de Radiofarmacia	51
4.2.2 Laboratorio de Control de Calidad	52
4.2.3 Laboratorio para desarrollo de investigación básica y experimentación de nuevos trazadores PET	53
4.2.4 Tomógrafo PET y CT para pequeños animales y estabulario	54

<b>4.3 Laboratorios asociados al acelerador Tandetrón de 1 MV</b>	<b>57</b>
4.3.1 Laboratorio de preparación de muestras de $^{14}\text{C}$	57
4.3.2 Laboratorio de preparación de muestras del AMS	58
<b>5. Aplicaciones</b>	<b>60</b>
<b>5.1 Aplicaciones del acelerador Tándem de 3 MV</b>	<b>61</b>
5.1.1 Medioambiente	61
5.1.2 Biomedicina	61
5.1.3 Ciencias de materiales	61
5.1.4 Patrimonio cultural	62
5.1.5 Centro para Ensayos de Irradiación	62
5.1.6 Física Nuclear	63
<b>5.2 Aplicaciones del Ciclotrón</b>	<b>64</b>
<b>5.3 Aplicaciones del acelerador Tandetrón de 1 MV</b>	<b>65</b>
5.3.1 Clima y paleoclima	65
5.3.2 Oceanografía	65
5.3.3 Hidrología	65
5.3.4 Sedimentos	65
5.3.5 Intercambio atmósfera-océano	65
5.3.6 Control de instalaciones nucleares, actuales y antiguas	65
5.3.7 Evaluación de accidentes nucleares	66
5.3.8 Geología	66
5.3.9 Biomedicina	67
5.3.10 Astrofísica	67
5.3.11 Arqueología	67
<b>6. Futuras instalaciones</b>	<b>68</b>
<b>6.1 Irradiador de <math>^{60}\text{Co}</math></b>	<b>69</b>
<b>6.2 MICADAS (MIni radioCARbon DAting System)</b>	<b>71</b>
<b>6.3 Escáner PET/TAC para humanos</b>	<b>74</b>

---

## **1. Introducción**

---

## **1. Introducción**

---

### **1.1. Presentación del CNA**

---

El Centro Nacional de Aceleradores, CNA, se crea en 1998 por acuerdo entre la Universidad de Sevilla, la Junta de Andalucía y el Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). Está gobernado por una Junta Rectora de la que forman parte las tres instituciones, aunque hoy en día la representación de la Junta de Andalucía la ostenta la Consejería de Economía, Innovación y Ciencia. Según sus Estatutos las funciones del CNA son:

- La investigación en el campo de los Aceleradores de Partículas y sus aplicaciones.
- La cooperación con la comunidad científica andaluza, española e internacional, así como con empresas públicas y privadas, en el desarrollo de proyectos científicos y tecnológicos.
- Facilitar la utilización de los aceleradores de partículas a los investigadores interesados en la aplicación de las técnicas disponibles en el CNA para la resolución de sus problemas científicos.
- La difusión mediante la realización de cursos, seminarios, participación en programas de tercer ciclo, etc., de las posibilidades científicas y técnicas de los aceleradores de partículas y sus aplicaciones.
- Promover el intercambio de conocimientos y la formación de personal científico y técnico, tanto académico como de empresas, para su perfeccionamiento en el uso de los aceleradores de partículas y sus aplicaciones.
- La prestación de servicios técnicos mediante la utilización de sus recursos y métodos de análisis, en función de sus disponibilidades.
- Cualquier otra que consideren, de común acuerdo, las instituciones signatarias.

---

## **2. Aceleradores del CNA**

---



## 2. Aceleradores del CNA

---

### 2.1. Presentación de los aceleradores del CNA

---

El CNA es un Centro pionero de España en la instalación y puesta a disposición de la comunidad científica de aceleradores de partículas para investigación.

El primer acelerador instalado data de 1998. Reafirmando su actividad pionera, desde ese momento hasta ahora se han instalado 2 aceleradores más junto con las técnicas asociadas a los mismos. Actualmente el CNA dispone, pues, de 3 aceleradores para cumplir sus objetivos: un acelerador de tipo Tándem van de Graaff de 3 MV (1998), un ciclotrón que proporciona protones de 18 MeV y deuterones de 9 MeV (2004) y un acelerador de tipo tándem Cockcroft-Walton de 1 MV (2005), llamado Tandetrón, que realmente es un espectrómetro de masas.

Con estos aceleradores se ponen a disposición de la comunidad investigadora 3 herramientas de investigación únicas acompañadas de las técnicas IBA (Ion Beam Analysis) para la caracterización de materiales, las técnicas de modificación e irradiación de materiales, la de producción de radionucleidos PET ( $^{11}\text{C}$ ,  $^{13}\text{N}$ ,  $^{15}\text{O}$ ,  $^{18}\text{F}$ ) y la Espectrometría de Masas con Aceleradores (AMS) de la que deriva un Servicio de datación por  $^{14}\text{C}$  mediante AMS. El desarrollo de las técnicas que ponemos a disposición de la comunidad investigadora se facilita por la existencia de laboratorios de investigación para la preparación de muestras dotadas con material suficiente que permite llevar a cabo la mayoría de las preparaciones necesarias. Estas infraestructuras permiten desarrollar trabajos de interés en un amplio rango de disciplinas científicas o no directamente científicas.

El objetivo científico del CNA es la investigación en las aplicaciones multidisciplinares de los aceleradores de partículas. Su vocación es la de proporcionar a la comunidad científica nacional e internacional, así como a la empresa y organismos tanto privados como públicos, sus herramientas de investigación. Estos tres aceleradores ponen a disposición de la comunidad científica e investigadora un conjunto de herramientas de investigación únicas:

Técnicas IBA (Ion Beam Analysis) para la caracterización de materiales y modificación e irradiación de materiales. Los campos de aplicación de las líneas de investigación, tanto en el acelerador tándem como en el ciclotrón, son principalmente: Ciencia de Materiales, Medio Ambiente, Patrimonio Cultural y Espacio.

Física Nuclear Básica. Esta línea de investigación aporta la capacidad de estudios de Física Nuclear Básica (FNB) en el desarrollo de instrumentación nuclear, especialmente en sistemas de detección y electrónica, y en medidas y análisis de reacciones

nucleares, utilizando las capacidades del acelerador Tándem de 3MV del CNA. Sus principales campos de aplicación son el área de medicina nuclear, física de neutrones y astrofísica de partículas.

Producción de radionucleidos,  $^{11}\text{C}$ ,  $^{13}\text{N}$ ,  $^{15}\text{O}$ ,  $^{18}\text{F}$ , para uso en PET (Tomografía Emisión de Positrones), empleados tanto en investigación como en la fabricación de radiofármacos que son enviados a centros externos de Andalucía, Castilla la Mancha y Portugal. Asimismo, se dispone de una línea de experimentación en el ciclotrón que ha sido diseñada con dos objetivos fundamentales: complementar el análisis de materiales mediante PIXE de alta energía, y estudiar el comportamiento de circuitos electrónicos y otros componentes con aplicaciones aeroespaciales frente a la irradiación.

Espectrometría de Masas con Aceleradores, AMS, de la que se deriva el servicio de datación por  $^{14}\text{C}$  y otros núcleos como  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{129}\text{I}$  e isótopos de Pu. En los últimos años, las líneas más activas se han centrado en los análisis de muestras para la detección de  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{129}\text{I}$  e isótopos de Pu, aunque se han comenzado las pruebas para estudiar la capacidad del equipo para la detección de nuevos radioisótopos como el  $^{41}\text{Ca}$  y el  $^{36}\text{Cl}$ .

Actualmente, el CNA es una instalación única en España, incluida en el mapa de ICTS (Instalación Científico Tecnológica Singular), dado el número de aceleradores que alberga y el número de técnicas que desarrolla y que pone a disposición de la comunidad científica asociada a Universidades, OPI'S, empresa pública y privada, etc. Por tanto, es un objetivo fundamental la difusión de las posibilidades científicas y técnicas de los aceleradores de iones y sus aplicaciones. El CNA es la única instalación en España que posee los tres diferentes aceleradores y en la que se hace Ciencia con los tres, tanto por separado como en conjunto.

Cabe destacar dentro del apartado de nuevas instalaciones, que el Centro dispondrá de un PET/TAC para humanos, un MICADAS (AMS ultracompacto), así como de un irradiador de  $^{60}\text{Co}$ . Para más información consultar el capítulo 6 "Futuras instalaciones" (página 68).

## 2.2 Acelerador Tándem de 3 MV

### 2.2.1 El Acelerador

El primer acelerador en el CNA fue un Tándem de tipo Pelletron, modelo 9SDH-2, de National Electrostatics Corporation (NEC). Este acelerador está principalmente dedicado a la caracterización y modificación de materiales mediante el uso de técnicas IBA. En este tipo de aceleradores electrostáticos, una o dos cadenas formada alternativamente por componentes aislantes y conductores (pellets) transfiere carga hasta una superficie equipotencial llamada terminal, el cual aumenta progresivamente su voltaje. Con nuestro acelerador se puede obtener un voltaje máximo de tres millones de voltios (3 MV), manteniendo una estabilidad del orden de 150 voltios.

En el exterior del tanque del acelerador se encuentran emplazadas tres fuentes de iones de NEC (Figura 1). Una está basada en el uso de radiofrecuencias (Alphatross) y genera iones negativos a partir de gases (H, He, N...). Otra es una fuente de bombardeo con cesio (SNICS) que genera iones negativos a partir de una muestra sólida. Y la más reciente de las tres, es una fuente tipo Duoplasmatron, que es muy estable y proporciona un haz de alto brillo. Las fuentes están conectadas mediante distintos puertos a un deflector magnético que selecciona la masa deseada.



Figura 1: Fuentes de iones

Los iones negativos así creados se aceleran desde un potencial nulo hasta el terminal, donde son despojados de su carga negativa mediante el paso por una zona que contiene un gas de  $N_2$  a baja presión (stripper). De esta manera se forman iones positivos, los cuales se aceleran de nuevo en la misma dirección a través de un segundo tubo para obtener una energía final de  $(n+1)V$  (eV), donde  $V$  es el voltaje del terminal y  $n$  es el estado de carga positiva del ión tras el stripper. En un tanque de aceleración (Figura 3), mediante transporte mecánico de carga con pellets se aceleran los iones seleccionados previamente, siendo el voltaje máximo en el terminal de 3 MV.

Una vez los iones son extraídos del acelerador (Figura 2), un imán analizador a  $90^\circ$  permite separar la especie iónica y el estado de carga deseado del resto del haz. De esta manera se obtienen iones monoenergéticos, de gran utilidad para el análisis y modificación de materiales. Después del imán a  $90^\circ$  el haz analizado puede pasar directamente a través de la línea de  $0^\circ$  o ser desviado por un imán selector a otra de las seis líneas disponibles a  $\pm 15^\circ$ ,  $\pm 30^\circ$  o  $\pm 45^\circ$ . Una serie de elementos como tazas de Faraday, monitores de perfil de haz, colimadores y cuadrupolos magnéticos permiten un buen control de la intensidad, forma y tamaño del haz a lo largo de la línea hasta las cámaras de análisis.



Figura 2: Acelerador Tándem 3 MV

Es esencial que las instalaciones con aceleradores posean un blindaje adecuado para proteger al personal y que se satisfagan todas las regulaciones de las autoridades pertinentes. Los muros de la sala Tándem del CNA están fabricados de hormigón



armado, con un espesor entre 0.7 y 1 metro, lo cual garantiza la protección biológica durante el uso de diferentes haces de iones, especialmente deuterio, debido a la emisión de neutrones. El acceso desde la sala de control a la sala Tándem tiene lugar a través de un mini-laberinto con muros de hormigón de 0.7 metros de espesor.

La tasa de radiación de rayos- $\gamma$  y neutrones se mide continuamente mediante dos dosímetros situados encima del imán selector, y esta información es enviada y registrada en la sala de control. Si el nivel de radiación alcanza un determinado valor, una serie de alarmas ópticas y acústicas se activan en el interior y a la entrada de la sala Tándem.

Los objetos de grandes dimensiones pueden ser introducidos a través una puerta corrediza de 4 metros de altura, 3.5 metros de anchura y 0.7 metros de espesor, rellena de hormigón (Figura 3).

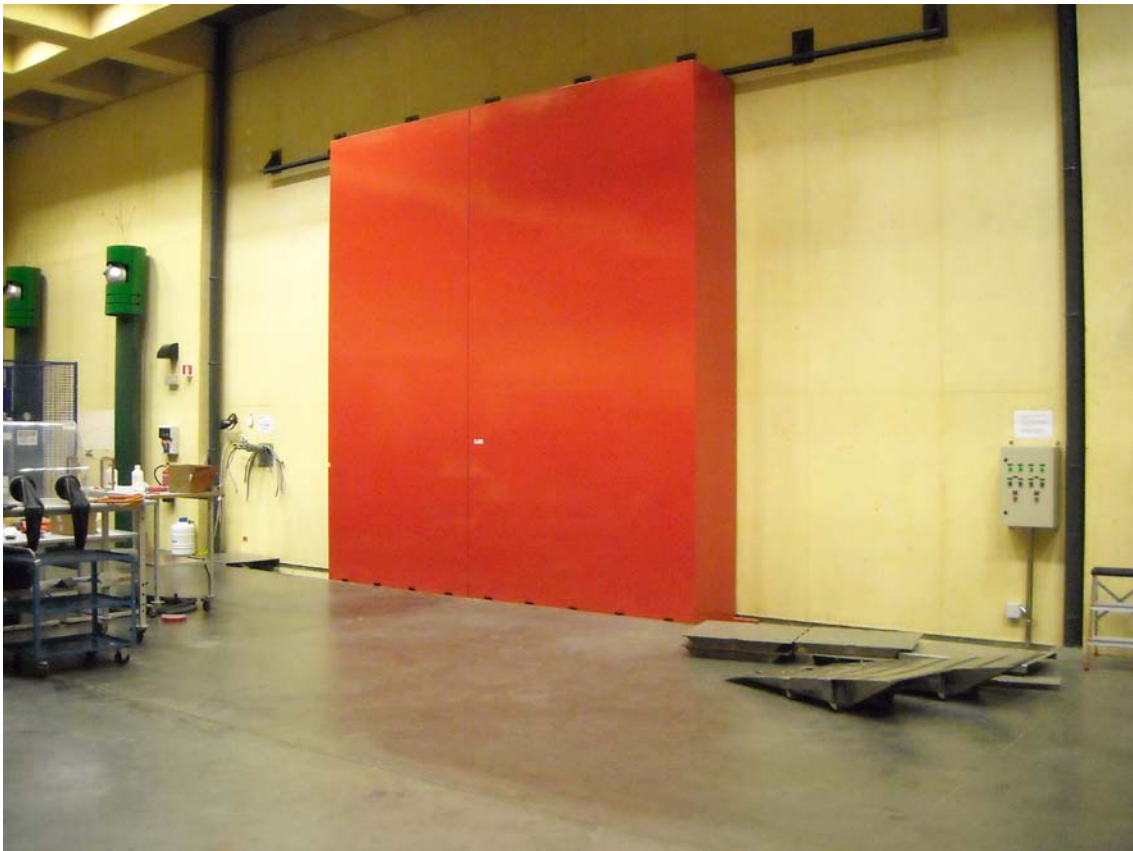


Figura 3: Acceso Sala Tándem objetos grana tamaño

### 2.2.2 Líneas de haz

Actualmente hay seis líneas de haz disponibles para caracterizar y modificar materiales, así como para realizar investigaciones en Física Nuclear Básica.

A continuación se da una breve descripción de las diferentes líneas.

Línea de -30°: Línea de Física Nuclear Básica. El uso de esta línea es el de la preparación de instrumentos que posteriormente se utilizarán en instalaciones internacionales de Física Nuclear (Figura 4).

La Línea de Física Nuclear Básica del CNA empezó a ser montada en 2008 con financiación de los proyectos “Dispersión Estructura y Trazado de Núcleos Exóticos” y el proyecto de excelencia de la Junta de Andalucía “Núcleos lejos de la estabilidad en el Centro Nacional de Aceleradores”. A partir de 2010, el montaje de la línea es apoyado por el proyecto “Dispersión, Estructura y Trazado de Núcleos Exóticos e Instrumentación Nuclear”, complementando la adquisición y puesta a punto de equipos mecánicos, electrónicos e informáticos.

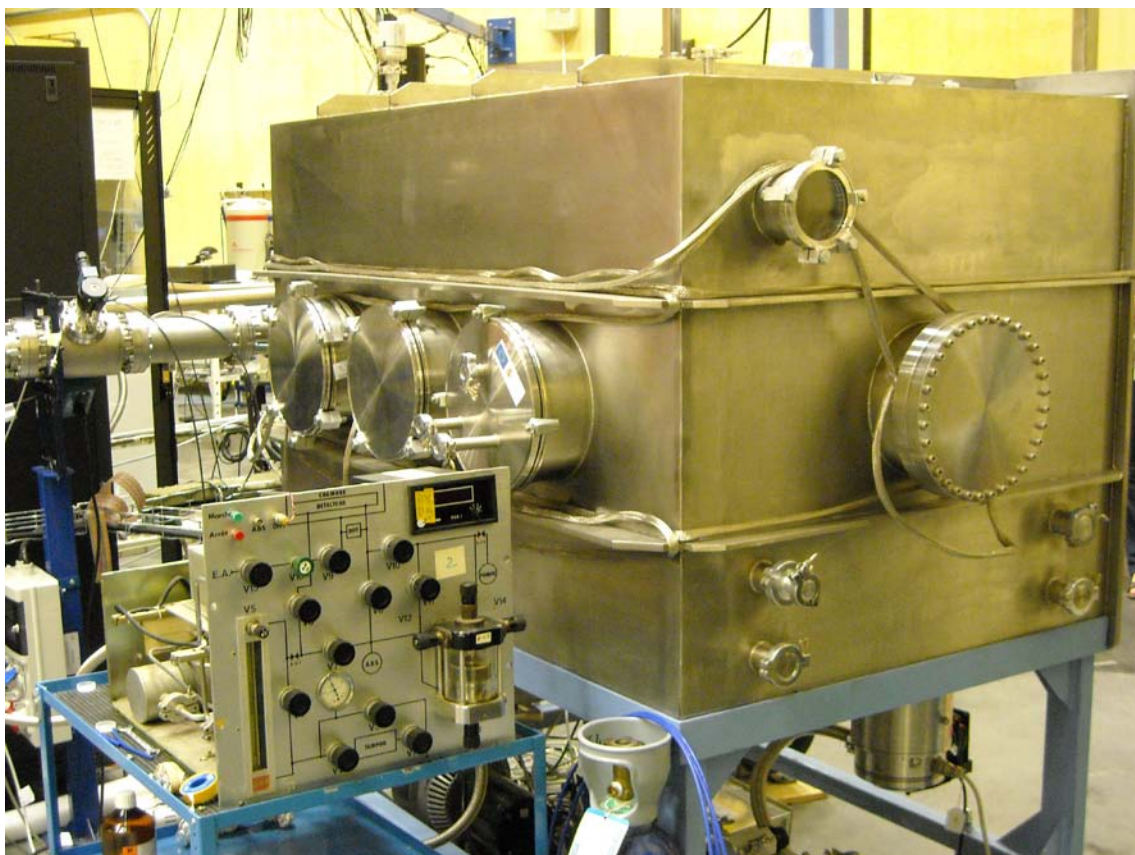


Figura 4: Línea de Física Nuclear Básica

Al día de hoy, la línea consta de una cámara de reacciones, con dimensiones de (1.0x1.0x1.5m) y con una grande puerta lateral que permite la entrada de detectores considerados de grande porte. Dentro de esta cámara fue instalada una mesa soporte con sistema de elevación y perforación para permitir una versatilidad en cuanto a instalación de detectores e instrumentación asociada. Se trata de una cámara de reacciones de alto vacío que permite conexiones de gas, refrigeración, señales de detectores, alto voltaje, alta corriente y sistema de visualización interna. La cámara de reacciones y su respectivo sistema de vacío permiten trabajar a presiones del orden de  $10^{-6}$  mb. La cámara también dispone de un sistema de control y medida de flujo de gas a baja presión ( $P \sim 1-10$  Torr) que ha sido instalado para trabajar con futuros detectores

gaseosos. En 2009, un potente sistema de adquisición de datos (Maximum Integration Data Acquisition System – MIDAS) ha sido instalado en la línea.

El objetivo principal para los próximos años es realizar diferentes pruebas de distintos tipos de detectores con su instrumentación asociada, incluida la electrónica desarrollada por la unidad de investigación FNB. Para este fin ya está en marcha el proceso de mecanizado especial de bridas capaces de acoplar pre-amplificadores instalados fuera de la cámara de vacío a los detectores instalados dentro de la cámara de vacío, respetando todas las propiedades para las cuales ambos sistemas fueron proyectados.

Línea de  $-15^\circ$ : Microsonda de protones. Normalmente las técnicas de análisis con iones utilizan haces de partículas de un diámetro relativamente grande, del orden del milímetro. Sin embargo, focalizando el haz a pequeñas dimensiones se puede llegar a una resolución espacial a menudo necesaria para el análisis de regiones de muy reducido tamaño (Figura 5).

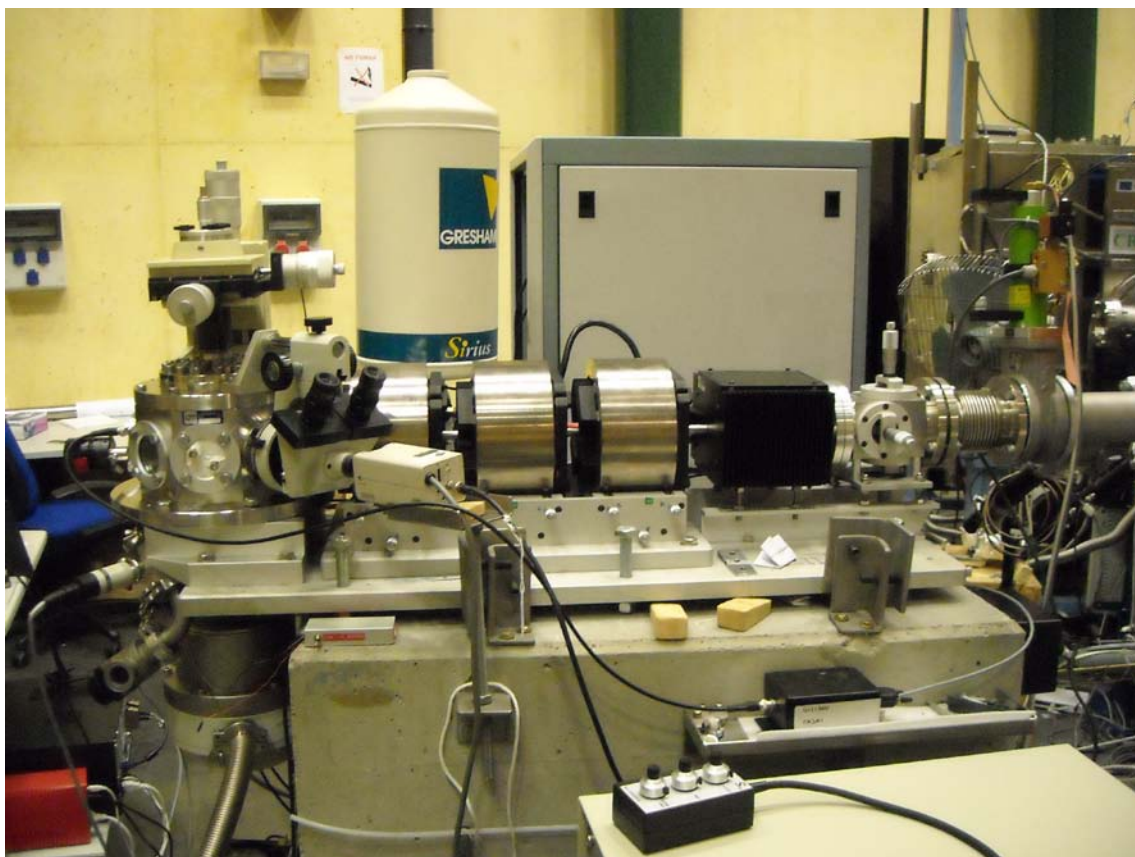


Figura 5: Microsonda de protones

En principio, el diámetro de un haz puede reducirse simplemente mediante el uso de colimadores. Sin embargo, de esta forma la corriente del haz de partículas decae fuertemente, de manera que las tasas de conteo de los detectores de radiación serían tan bajas que no sería en absoluto razonable el tiempo que habría que emplear para la ejecución de cada medida. Por ese motivo, se emplean lentes magnéticas



cuadрупolares capaces de focalizar el haz de iones hasta el orden de 1  $\mu\text{m}$ . Una lente cuadрупolar tiene la capacidad de focalizar el haz en un plano, pero desfocalizarlo en otro, por lo que se hace imprescindible el uso de al menos un par de cuadрупolos de polaridad alternada, para así poder conseguir el efecto combinado de focalización en el eje del haz.

En la microsonda, existe además la posibilidad de hacer mover el microhaz electromagnéticamente, de manera que se consiguen hacer barridos sobre determinadas áreas y se pueden obtener mapas elementales de composición.

El sistema de focalización está fabricado por Oxford Microbeam Ltd. Con este sistema es posible incidir sobre la muestra con un haz de pocas micras. El modo de barrido permite obtener mapas elementales que dan a conocer la distribución espacial de concentraciones en la muestra. Las bobinas del sistema de barrido permiten un área máxima de barrido de  $2.5 \times 2.5 \text{ mm}^2$  para protones de 3 MeV. El interior de la cámara de irradiación de esta línea, dispone de distintos tipos de detectores que permiten realizar gran variedad de análisis. El posicionamiento de las muestras se realiza a través de un goniómetro XYZ y su observación mediante un microscopio óptico conectado a un monitor de televisión.

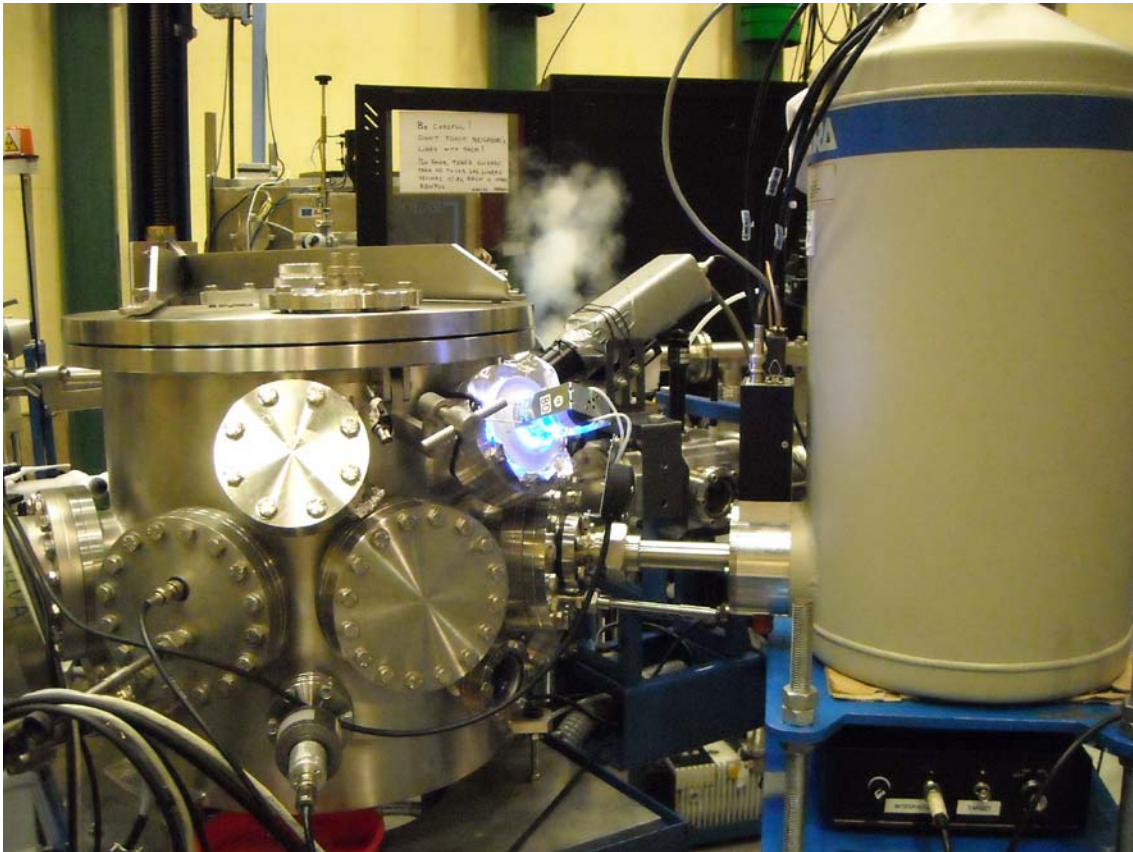
Línea de 0°: Cámara multipropósito. La cámara de análisis “Universal” o “Multipropósito” (Figura 6) situada en la línea de 0°, ha sido diseñada para poder realizar en ella simultáneamente una gran variedad de técnicas disponibles en nuestro laboratorio, tales como RBS, PIXE, NRA, ERD y PIGE. En efecto, esta cámara, de fácil manejo y gran versatilidad, admite el emplazamiento simultáneo de 3 detectores de partículas (2 de los cuales son orientables desde el exterior), 2 detectores de rayos X (Si(Li) y LEGe) y un detector de rayos- $\gamma$  (HPGe ó NaI). Esto proporciona la enorme ventaja de obtener, en una sola medida, información proveniente de un amplio espectro de técnicas.

Otra característica importante es la posibilidad de introducir un gran número de muestras sin necesidad de romper el vacío. El portamuestras es un rectángulo de  $150 \times 112 \text{ mm}^2$ , que puede moverse en las direcciones X e Y a través de motores paso-a-paso, y girar con respecto a un eje perpendicular a la dirección del haz.

La presión típica de trabajo es de  $10^{-6}$  mbar, que se consigue con la ayuda de una bomba turbomolecular de 550 l/s. Cuando se requiere un vacío mejor,  $10^{-7}$  mbar, es posible usar una trampa de nitrógeno líquido, situada permanentemente en una de las bridas de la cámara.

Un cañón de electrones situado en el interior de la cámara permite neutralizar la carga positiva acumulada en las muestras aislantes durante su análisis, evitando así el aumento del ruido de fondo ocasionado por la radiación “bremsstrahlung”, siendo éste uno de los factores que limita la sensibilidad en PIXE.





**Figura 6: Cámara Universal o Multipropósito**

La línea de 0° posee un Beam Profile Monitor (BPM) y un cuarzo retractable que facilitan la correcta focalización y optimización del haz de iones hasta su llegada a la cámara. Tras el BPM, se sitúa una taza de Faraday de transmisión (TFC), que contiene los diferentes diafragmas de definición (círculos de 3, 1 y 0.5 mm de diámetro y rectángulos de  $3 \times 0.5 \text{ mm}^2$  y  $3 \times 0.2 \text{ mm}^2$ ) y una serie de diafragmas antihalo.

Para medir la corriente del haz de iones con gran precisión y asegurar así una buena reproducibilidad en los análisis, la cámara ha sido aislada eléctricamente de la línea de haz, los detectores, las bombas de vacío y los motores paso-a-paso, con lo que constituye una taza de Faraday. La corriente eléctrica de fuga sobre la cámara, debido a un aislamiento no perfecto y a efectos de antena, es menor que 10 pA, mientras que las corrientes típicas de análisis varían entre 10 y 300 nA. La medida de la dosis se realiza simplemente conectando la cámara al integrador de corriente o por medio de la TFC.

El hecho de haber situado esta cámara en la línea de 0° no es fortuito, sino que viene determinado por nuestro deseo de realizar, entre otros muchos análisis, medidas de concentración de elementos ligeros en función de la profundidad utilizando reacciones nucleares y un sistema semi-automático de barrido de energía. Los fundamentos físicos de este tipo de análisis están descritos en la sección dedicada a NRA.

Línea de +15°: Cámara de irradiación. La línea de irradiación e implantación (Figura 7) ha sido diseñada fundamentalmente con dos objetivos: estudiar el comportamiento de circuitos electrónicos, y otros componentes con aplicaciones aeroespaciales, frente a la irradiación con protones de 18 MeV, así como complementar el análisis de materiales mediante PIXE de alta energía.



Figura 7: Línea de irradiación

Actualmente, en ambos campos de investigación se están utilizando haces de protones de 18 MeV, aunque no se descarta el desarrollo de otras aplicaciones en las que se requiera el uso de deuterones de 9 MeV. También es posible la utilización de energías menores mediante la utilización de degradadores.

Esta cámara diseñada en el CNA tiene como objetivo la irradiación de grandes superficies ( $16 \times 20 \text{ cm}^2$ ) barridas por el haz mediante un deflector magnético. La línea está dedicada a realizar investigación en general, pero al incluir un sistema de barrido del haz es particularmente apta para aplicaciones en las técnicas de implantación iónica, y daño por irradiación en circuitos electrónicos. La cámara de reacción está conectada al “scanner” magnético a través de un fuelle, y tiene un tubo de sección cuadrada y forma tronco-cónica para evitar que el haz desviado choque contra sus paredes, minimizando la emisión de radiación.

El material de las “slits”, donde se frena parte del haz, es de tántalo para minimizar efectos de radioactividad residual. El resto del haz se frena contra la zona del blanco

que se quiere estudiar. El cubo, el scanner y la cámara de reacción están instalados sobre una estructura móvil, de manera que se puedan desmontar y acoplar con facilidad al acelerador tandem y a la línea externa del ciclotrón. Esto nos permite realizar estudios de irradiación de materiales utilizando no solamente protones y deuterio, sino una gran variedad de otros iones a diferentes energías.

A lo largo de la línea existen cuadrupolos, colimadores y tazas de Faraday que nos permiten controlar el tamaño, la forma y la corriente del haz. Dentro de la cámara de vacío ( $P \sim 10^{-7}$  mbar) se aloja el portamuestras, que se puede desplazar horizontal y verticalmente, así como girar con respecto a un eje vertical. El portamuestras, junto a un juego de colimadores de aluminio variables, se encuentra eléctricamente aislado. La máxima densidad de corriente en nuestro dispositivo es del orden de  $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  ( $\sim 6 \times 10^{12}$  part.  $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ ), y puede ser reducida drásticamente hasta el orden de  $1 \times 10^2$  part.  $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$  mediante colimadores de grafito variables. Cuando se trabaja con densidades de corriente muy bajas, las partículas son detectadas directamente mediante un detector de centelleo plástico, mientras que cuando se miden flujos por encima de  $1 \text{ pA cm}^{-2}$  se conecta un integrador de corriente al portamuestras. Se ha diseñado un sistema de barrido magnético con el objeto de poder irradiar uniformemente una determinada superficie de la muestra, alcanzándose un máximo de  $16 \times 20 \text{ cm}^2$  en el caso de protones de 18 MeV. Las frecuencias de los imanes, en horizontal y vertical, se ajustan entre 20 y 30 Hz en pasos de 0.05 Hz tal que seleccionando valores desfasados el haz recorre el mismo camino cada 20 segundos.

Tanto la cámara de reacción como el sistema de barrido están colocados sobre unas estructuras móviles, de manera que se pueden desmontar y acoplar con relativa facilidad a una de las líneas de experimentación del acelerador tandem de 3 MV. La singularidad del equipamiento disponible en CNA hace que actualmente sea la única instalación española donde es posible realizar estudios de irradiación con tan amplia gama de iones (desde protones o deuterio hasta iones pesados) a tan diversas energías y sobre muestras de muy variados tamaños.

Línea de +30°: Cámara de canalización. Situada en la salida de +30° del imán selector, esta cámara (Figura 8) está especialmente concebida para el estudio de muestras cristalinas utilizando la técnica de canalización de iones. Para obtener un haz paralelo, la línea posee un sistema telescópico formado por 2 juegos de slits, cada uno de ellos constituido por 4 placas independientes de tántalo, que se ajustan a la distancia conveniente para definir el tamaño del haz.

La línea también incluye un Beam Profile Monitor (BPM) y una taza de Faraday de manera a poder optimizar la focalización y la transmisión del haz hasta la cámara de análisis. El elemento principal de esta cámara lo compone el goniómetro de 4 ejes de la firma Klinger/Microcontrole, que permite el movimiento del portamuestras en las direcciones X e Y (plano perpendicular al haz) y la orientación angular del mismo con respecto a los 2 ejes perpendiculares al haz, con una resolución angular de  $0.01^\circ$ . El



movimiento de estos 4 ejes está controlado por motores paso-a-paso y puede ser manejado a distancia mediante software.

En el interior de la cámara se encuentran 2 detectores de partículas para las medidas de RBS y NRA y un detector de rayos X (Si(Li)) para PIXE. Al igual que en la cámara Universal, un cañón de electrones permite neutralizar la carga durante el análisis de muestras aislantes. El sistema de vacío está compuesto por una bomba turbomolecular de 550 l/s y una trampa de nitrógeno líquido, que permite alcanzar una presión de  $10^{-7}$  mbar. El portamuestras, de 50 mm de diámetro, se encuentra eléctricamente aislado. Cuatro imanes permanentes situados delante de las muestras recogen los electrones secundarios emitidos por éstas durante su análisis, lográndose así una medida precisa de la dosis utilizada.



Figura 8: Cámara de Canalización Iónica

El uso de la técnica de canalización proporciona abundante información sobre la calidad cristalina de las muestras en función de la profundidad, localización de impurezas, distribución y tipos de defectos, crecimiento epitaxial de láminas delgadas, etc.

Línea de +45°: Haz externo. En el caso de microhaz al aire (Figura 9), se prescinde de la cámara de análisis y el haz irradia la muestra tras atravesar una ventana delgada de salida; la resolución espacial que puede llegar a alcanzarse es de 50-100  $\mu\text{m}$ . Esta línea cuenta con dos detectores de rayos X, un detector de partículas y su

configuración permite la colocación de un detector de radiación gamma. Se dispone de una lente monocular que hace uso de un pequeño espejo para la observación cómoda de la zona de irradiación de la muestra.

Esta lente se encuentra acoplada a una cámara de video, que se conecta a un monitor de televisión o a la tarjeta de video de un ordenador de manera que resulta sencillo la elección del punto de análisis. Una fuente de luz con la correspondiente fibra óptica permite una adecuada iluminación de la muestra. Las muestras se colocan sobre los distintos soportes diseñados dependiendo de la geometría, volumen y peso de las muestras, y estos a su vez son fijados a un dispositivo de movimiento motorizado, de recorridos de 37 cm en el eje X, 26 cm en el eje Y y 5 cm en el eje Z. Este sistema descansa sobre un soporte que hemos diseñado para que, gracias a una doble pareja de railes, se puedan realizar desplazamientos gruesos en la dirección del haz (Z) y perpendicularmente a ella (X).

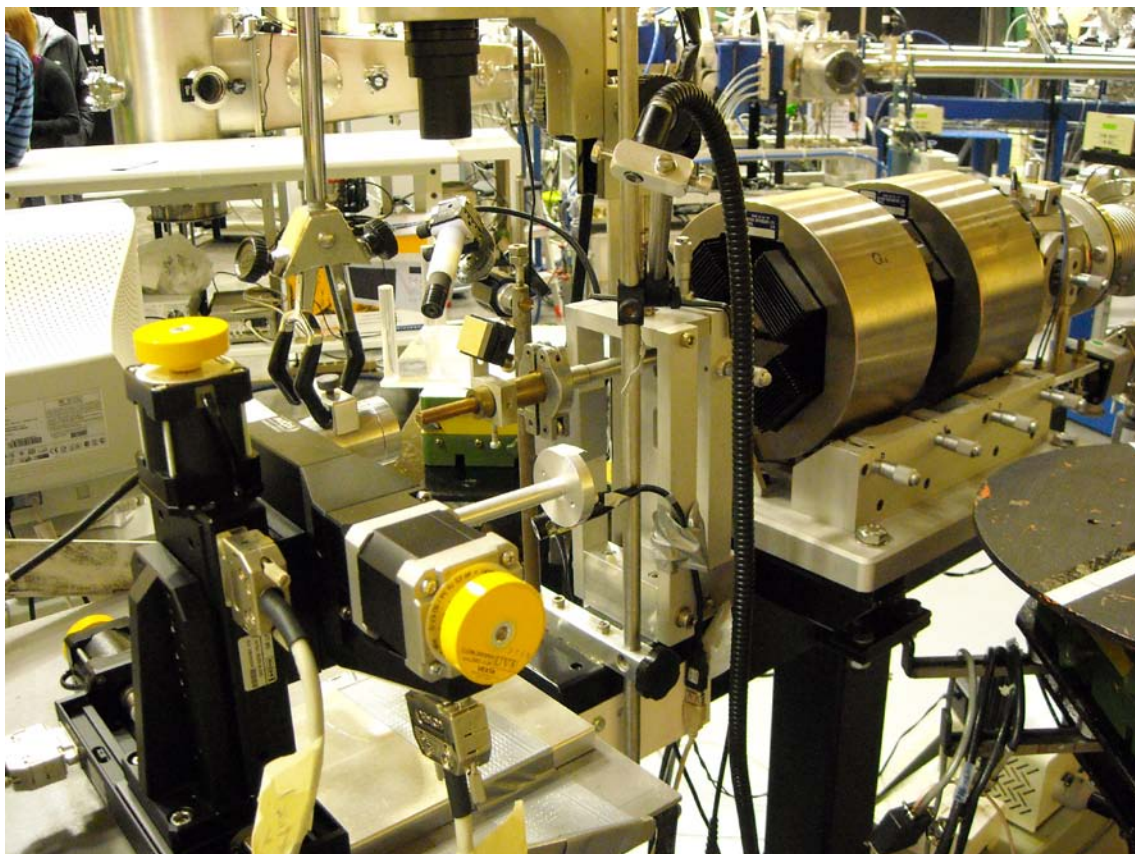


Figura 9: Línea de Haz Externo

Para obtener una buena resolución espacial ( $\sim 60 \mu\text{m}$ ), se han adquirido un conjunto de elementos fabricados por Oxford Microbeams, incluida una abertura que se define con cuatro movimientos de precisión y una nariz de salida con un ajuste micrométrico.

El programa informático del dispositivo motorizado, que presenta la imagen de la muestra, está conectado a la tarjeta de vídeo del ordenador y nos permite la realización de movimientos de manera sencilla y la definición de paso fijos, como

mínimo de 12.5µm, lo cual suele ser muy útil para la realización de barridos lineales sobre las muestras. El uso de láseres permite conocer el punto de impacto del haz sobre la muestra. Las ventajas del uso de la línea de haz externo son muy importantes, cuando, por ejemplo, estamos tratando de obras de arte y material arqueológico:

- No hay limitación del tamaño de la muestra que se quiera estudiar y por tanto se evita la necesidad de extraer muestras de los materiales.
- Los análisis son rápidos, pues por una parte queda eliminada la necesidad de realizar vacío en la cámara cada vez que sea preciso el cambio de muestras y por otra la movilidad de la muestra para analizar sus diferentes partes es mucho más sencilla.
- No existe el problema de acumulación de carga sobre las muestras aislantes, pues esta se disipa en el aire.
- El riesgo de daño sobre la muestra es menor, pues el calor que se produce sobre el punto de análisis se disipa en el aire evitando calentamiento local y posible quemadura de materiales aislantes. Además, al no tener que someter las muestras al vacío se evita su deshidratación que puede ser determinante para la integridad de ciertos materiales como pinturas, papel, lienzos, maderas,...

La utilización de microhaces de partículas, tanto en la modalidad de vacío como de haz externo, permite diversidad de aplicaciones dentro del arte y arqueología, biomedicina, ciencias de medioambiente, ciencia de los materiales.... como las que se expondrán más adelante.



## 2.3 Ciclotrón (Cyclone 18/9 MeV)

### 2.3.1 El Acelerador

El Ciclotrón (Figura 10) fue el segundo acelerador de partículas que se instaló en el Centro Nacional de Aceleradores (año 2004). Este tipo de acelerador consigue acelerar iones en órbitas de radio y energía crecientes mediante la aplicación combinada de un campo eléctrico oscilante y de un campo magnético.



Figura 10: Ciclotrón Cyclone 18/9 del CNA (Búnker C1)

El CNA dispone de un ciclotrón Cyclone 18/9 fabricado por Ion Beam Applications (IBA, Bélgica), capaz de acelerar protones y deuterones a 18 y 9 MeV respectivamente. Las intensidades de corriente máximas que pueden ser extraídas en el blanco son de  $80 \mu\text{A} \pm 10 \%$  para protones y de  $35 \mu\text{A} \pm 10 \%$  para deuterones. Asimismo, el ciclotrón Cyclone 18/9 permite la irradiación sobre un único blanco o simultáneamente con la misma partícula sobre dos blancos diametralmente opuestos (Dual Beam Mode). Este acelerador cuenta con ocho puertos de irradiación, de los cuales siete están dedicados a la producción de radionúclidos emisores de positrones. De esta forma, el CNA ofrece la posibilidad de producir los radioisótopos más empleados en la modalidad de imagen médica PET (Tomografía por Emisión de Positrones).

La descripción de los blancos dispuestos en los ocho puertos disponibles es la siguiente:

1- Blanco de volumen pequeño (0,4 ml) con agua enriquecida en  $^{18}\text{O}$  en su interior ( $[^{18}\text{O}] \text{H}_2\text{O}$ , pureza >95 % en  $^{18}\text{O}$ ), para producir  $^{18}\text{F}$  en forma de  $[^{18}\text{F}]$  fluoruro mediante la reacción  $^{18}\text{O} (p, n) ^{18}\text{F}$ .

2-3- Dos blancos de volumen grande (2 ml), con las cavidades fabricadas en niobio y rellenos de agua enriquecida en  $^{18}\text{O}$  ( $[^{18}\text{O}] \text{H}_2\text{O}$ , pureza >95 % en  $^{18}\text{O}$ ). Están destinados también a la producción de  $^{18}\text{F}$  en forma de  $[^{18}\text{F}]$  fluoruro mediante la reacción nuclear  $^{18}\text{O} (p, n) ^{18}\text{F}$ .

4- Blanco de  $1,7 \text{ cm}^3$  relleno de una mezcla agua-etanol para la obtención dentro del blanco de  $^{13}\text{N}$  en forma de  $[^{13}\text{N}]$  amoníaco mediante la reacción  $^{16}\text{O} (p, \alpha) ^{13}\text{N}$ .

5- Blanco de  $60 \text{ cm}^3$  que contiene una mezcla neón-flúor y utilizado en la obtención de  $^{18}\text{F}$  en forma de  $[^{18}\text{F}] \text{F}_2$  mediante la reacción  $^{20}\text{Ne} (d, n) ^{18}\text{F}$ .

6- Blanco gaseoso de  $60 \text{ cm}^3$ , en el que se bombardea una mezcla nitrógeno-oxígeno con protones para obtener  $^{11}\text{C}$  en forma de  $[^{11}\text{C}] \text{CO}_2$  mediante la reacción  $^{14}\text{N} (p, \alpha) ^{11}\text{C}$ .

7- Blanco de  $60 \text{ cm}^3$  relleno de una mezcla nitrógeno-oxígeno para la obtención de  $^{15}\text{O}$  en forma de  $[^{15}\text{O}] \text{O}_2$  mediante la reacción  $^{14}\text{N} (d, n) ^{15}\text{O}$ .

8- En el último puerto existe una ventana de salida de haz en la que se ha instalado una línea que transporta el haz de partículas a una segunda sala blindada donde se ubica una cámara de reacción para la irradiación de materiales de interés tecnológico.

De esta forma el CNA ofrece la posibilidad de poner a disposición de la Biomedicina los radioisótopos más utilizados hoy día, bien rutinariamente o como investigación, en la técnica PET. En la octava ventana de salida de haz se ha instalado una línea exterior de haz que transporta el haz de partículas hacia otra sala.

### 2.3.2 Línea de haz de experimentación del Ciclotrón

Esta segunda sala blindada está separada de la del ciclotrón, y en ella se puede ubicar una cámara de reacción para la irradiación de materiales de interés biomédico y tecnológico (línea de implantación descrita anteriormente) (Figura 11).

La línea externa del Ciclotrón del CNA está dedicada a realizar investigación en general, pero al incluir un sistema de barrido del haz será particularmente apta para aplicaciones en las técnicas de la implantación de protones en matrices de silicio, y daño por irradiación en circuitos electrónicos. Se utilizan fundamentalmente protones de 18 MeV con corrientes máximas del orden de 10 microamperios en la cámara de



reacción. El diseño de nuestra línea prevé una forma especial tras la salida del escáner del haz para minimizar el choque de partículas contra las paredes de la línea.



Figura 11: Línea de irradiación del Ciclotrón (Búnker C2)

La línea tiene componentes en la sala del ciclotrón (búnker C1) y en la sala de experimentación (búnker C2). La línea tiene una válvula neumática, un cubo con aberturas al cual está conectada la bomba de vacío, un obturador para cortar el haz, un “steerer” para centrar el haz en la línea, un doblete cuadrupolar para enfocar el haz y un cilindro obturador de neutrones.

La sala de la línea externa está separada de la sala del ciclotrón por una pared de ladrillos de hormigón (densidad 2.5 g/cm<sup>3</sup>) de 2 m de espesor, que está atravesada por un tubo de 10 cm de diámetro. El obturador de neutrones limita, cuando está cerrado, el transporte de neutrones de la sala del ciclotrón a la sala de experimentación, reduciendo la tasa de dosis equivalente a niveles por debajo de 10  $\mu$ Sv/h. Esto permite acceder a la misma cuando el ciclotrón está produciendo radioisótopos. En cambio, no se puede acceder a ella cuando el haz se dirige al búnker C2.

La línea de experimentación del ciclotrón del CNA ha sido diseñada con dos objetivos fundamentales: complementar el análisis de materiales mediante PIXE de alta energía, y estudiar el comportamiento de circuitos electrónicos y otros componentes con aplicaciones aeroespaciales frente a la irradiación con protones de 18 MeV.

Actualmente, en ambos campos de investigación se están utilizando haces de protones de 18 MeV, aunque está en estudio el desarrollo de otras aplicaciones que requieran el uso de deuterones de 9 MeV. Asimismo, la utilización de degradadores permitiría realizar estudios con partículas de energía variable.

La línea de experimentación está compuesta por cuadrupolos, colimadores y tazas de Faraday que permiten controlar el tamaño, la forma y la corriente del haz. Dentro de la cámara de vacío ( $\approx 10^{-7}$  mbar) se aloja el portamuestras, que puede desplazarse horizontal y verticalmente, así como girarse respecto a un eje vertical. El portamuestras, junto a un juego de colimadores variables de aluminio, se encuentra eléctricamente aislado. La máxima densidad de corriente del dispositivo es del orden de  $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  ( $\approx 6 \times 10^{12}$  part.  $\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), aunque puede ser reducida drásticamente hasta el orden de  $1 \times 10^2$  part.  $\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  mediante colimadores variables de grafito. Las partículas son directamente detectadas mediante un detector de centelleo plástico cuando se trabaja con densidades de corriente muy bajas, mientras que se conecta un integrador de corriente al portamuestras cuando se miden flujos por encima de  $1 \text{ pA cm}^{-2}$ . Además, se ha diseñado un sistema de barrido magnético con el objetivo de poder irradiar uniformemente una determinada superficie de la muestra, alcanzándose un máximo de  $16 \times 20 \text{ cm}^2$  en el caso de protones de 18 MeV. Las frecuencias de los imanes, en horizontal y vertical, se ajustan entre 20 y 30 Hz y en pasos de 0.05 Hz para que el haz recorra el mismo camino cada 20 segundos seleccionando valores desfasados.

Tanto la cámara de reacción como el sistema de barrido están colocados sobre estructuras móviles, de manera que se pueden desmontar y acoplar con relativa facilidad a una de las líneas de experimentación del acelerador tándem de 3 MV. La singularidad del equipamiento disponible en el CNA hace que actualmente sea la única instalación española donde es posible realizar estudios de irradiación con tal variedad de energías e iones (protones, deuterones, iones pesados) y sobre muestras de diverso tamaño.

Los trabajos de investigación que requieren el uso de protones y deuterones, con energía superior a 6 MeV, han de llevarse a cabo en la línea de transporte de haz del ciclotrón (Figura 12). Durante el transcurso del año 2010, se han realizado una serie de modificaciones en dicha línea conducentes a ampliar la versatilidad de este acelerador. Hasta ahora, se había trabajado en vacío ensamblando la línea móvil de irradiación e implantación que puede ser acoplada tanto al acelerador tándem de 3 MV como al ciclotrón. En cuanto a la energía de las partículas, el ciclotrón compacto está limitado a suministrar protones de 18 MeV y deuterones de 9 MeV.

La línea es sencilla y versátil, pudiendo ser modificada con los elementos necesarios para cada ensayo sin mucha dificultad. Se encuentra acoplada a la línea fija del ciclotrón y en la terminación se pueden intercambiar varias narices con ventanas de distintos materiales adaptables a cada trabajo. Esto resulta muy interesante, ya que las muchas aplicaciones que tiene conllevan muy diferentes necesidades experimentales

(energía, flujo, tamaño de haz...) implicando el uso de diversos dispositivos de degradación del haz y/o de diagnóstico. Aunque no existe posibilidad de barrido, permite tener un rango variado de áreas de irradiación ya que se puede ajustar jugando con el material de la ventana de salida y la distancia del blanco.

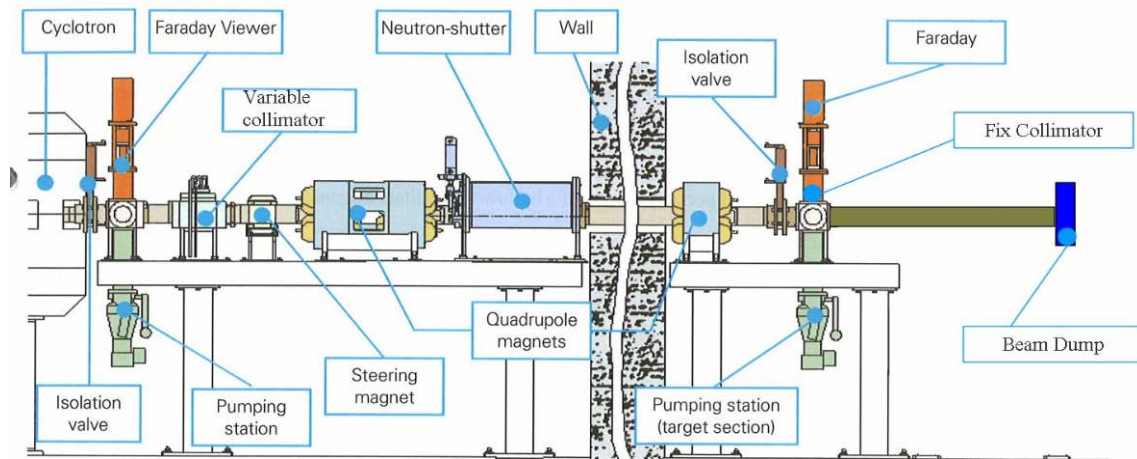


Figura 12: Línea de haz externo del Ciclotrón

En lo referente a la obtención de haces con distintos valores de energía, se ha diseñado y fabricado un sistema de degradadores variables. Se trata de un carrusel, acoplado a la línea de vacío, donde se pueden introducir hasta cuatro láminas simultáneamente y son fácilmente intercambiables. La naturaleza y espesor de las láminas que se coloquen permite abrir el abanico de valores de LET (Linear Energy Transfer) que pueden obtenerse con la irradiación de protones y deuterones. Por tanto es posible llevar a cabo experimentos, tanto en vacío como en aire, por debajo de los 18 MeV. Como puede apreciarse, no existe una configuración permanente de esta línea, no hay muchos componentes fijos, en este sentido ésta es una línea “viva”.

## **2.4 Acelerador Tandetrón de 1 MV**

---

### **2.4.1 Introducción a la espectrometría de masas con aceleradores (AMS)**

La espectrometría de masas con aceleradores es una técnica nuclear destinada a la detección de radionúclidos muy poco abundantes en la naturaleza. En concreto, se aplica a aquellos isótopos que son muy difíciles de detectar mediante técnicas radiométricas debido a que tienen una semivida muy grande. En AMS no se detecta la radiación que emiten estos isótopos sino la señal que ellos mismos producen en un detector nuclear después de haber sido seleccionados mediante campos eléctricos y magnéticos. La presencia de un acelerador de partículas tipo tándem permite aumentar sensiblemente la energía de los iones hasta valores en el orden del MeV/uma. De este modo es posible utilizar propiedades nucleares para discriminar unos isótopos de otros. Además, en el stripper del acelerador se produce la rotura de las moléculas de la misma masa que el isótopo de interés, lo cual permite reducir aún más las interferencias. Estas cuestiones hacen que AMS posea una mayor sensibilidad que cualquier otra técnica de detección de radionúclidos, lo cual la hace eficaz en multitud de problemas científicos imposibles de abordar de otro modo.

Los núcleos que se pueden detectar mediante AMS son variados. En el caso de la instalación del CNA, el sistema, basado en un acelerador tándem de 1 MV, se diseñó originalmente para la medida de  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{129}\text{I}$  e isótopos de Pu. En los últimos años, las líneas más activas se han centrado en los análisis de muestras para la detección de  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{129}\text{I}$  e isótopos de Pu, aunque se han comenzado las pruebas para estudiar la capacidad del equipo para la detección de nuevos radioisótopos como el  $^{41}\text{Ca}$  y el  $^{36}\text{Cl}$ .

La técnica de Espectrometría de Masas con Aceleradores (AMS, del inglés Accelerator Mass Spectrometry) es una técnica ultrasensible que combina las técnicas de espectrometría de masas convencionales con un acelerador de partículas que permite dotar a las partículas de energías muy superiores a las habituales. Su aplicación fundamental es la detección de isótopos radiactivos de semivida muy larga y con muy escasa presencia en la naturaleza. En las técnicas de espectrometría de masas se analizan los componentes de un haz en virtud de su masa, energía y estado de carga, con la idea de cuantificar un tipo de partícula determinada, caracterizada por una masa específica.

La sensibilidad está sin embargo limitada por la presencia de partículas con las mismas características cinemáticas que la partícula de interés, como por ejemplo moléculas de igual masa o isóbaros. En AMS se obtienen resultados mucho más sensibles debido a sus características más definitorias:

- Formación inicial de iones negativos. Esto elimina en ocasiones la presencia de interferentes que no son estables como ión negativo.

- Eliminación de moléculas. En el propio acelerador se produce un proceso de cambio de carga tras el que las partículas son positivas, y en el que las moléculas se disocian, de modo que los interferentes moleculares se reducen drásticamente.

- Uso de detectores nucleares. La mayor energía alcanzada por las partículas permite el uso de detectores nucleares con los que determinar la energía total de la partícula, o su poder de frenado. Con estos detectores se consigue una efectiva distinción isotópica.

Gracias a estos factores, con AMS se consiguen medidas extremadamente sensibles, varios órdenes de magnitud por encima de las técnicas espectrométricas de masas convencionales. Típicamente, las relaciones isotópicas determinadas mediante AMS (isótopo radiactivo/isótopo estable) están entre  $10^{-12}$ - $10^{-15}$ , es decir, la técnica es capaz de identificar una partícula entre mil billones. Los isótopos que habitualmente se determinan mediante AMS son, entre otros,  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{36}\text{Cl}$ ,  $^{41}\text{Ca}$ ,  $^{129}\text{I}$  e isótopos de Pu.

#### 2.4.2 El Acelerador

La Unidad de AMS del Centro Nacional de Aceleradores se origina en septiembre de 2005 con la llegada del sistema de Espectrometría de Masas con Aceleradores (AMS) adquirido a la empresa holandesa High Voltage Engineering Europe. De este modo se convierte en la única instalación de AMS en España.

La instalación de espectrometría de masas con aceleradores (A.M.S.) del CNA se puede dividir en tres zonas (Figura 13):

- Zona de baja energía
- El acelerador
- Zona de alta energía

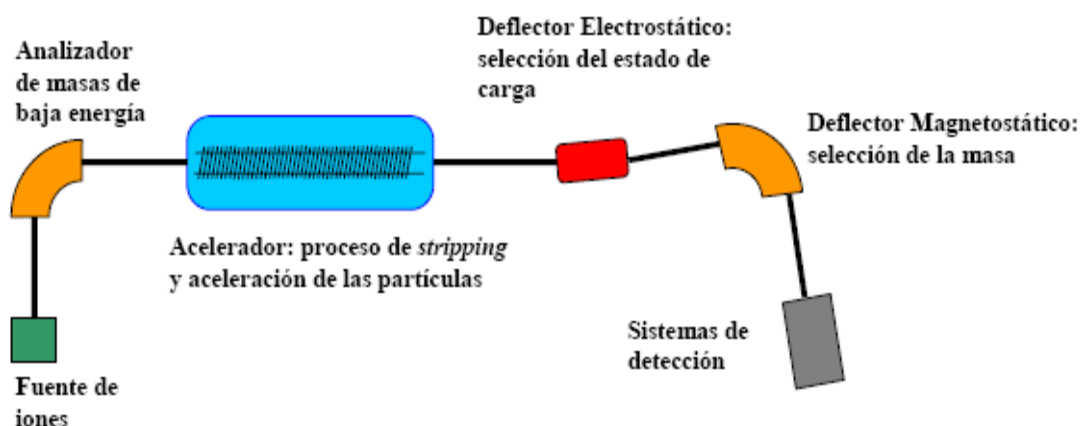


Figura 13: Esquema Acelerador AMS



Zona de baja energía: En esta zona nos encontramos dos elementos del sistema: la fuente de iones, en la cual se producen los iones del haz, y el inyector (Figura 14), que es en realidad un conjunto de elementos que conducirá el haz hasta el acelerador, teniendo lugar además una primera selección de masas.

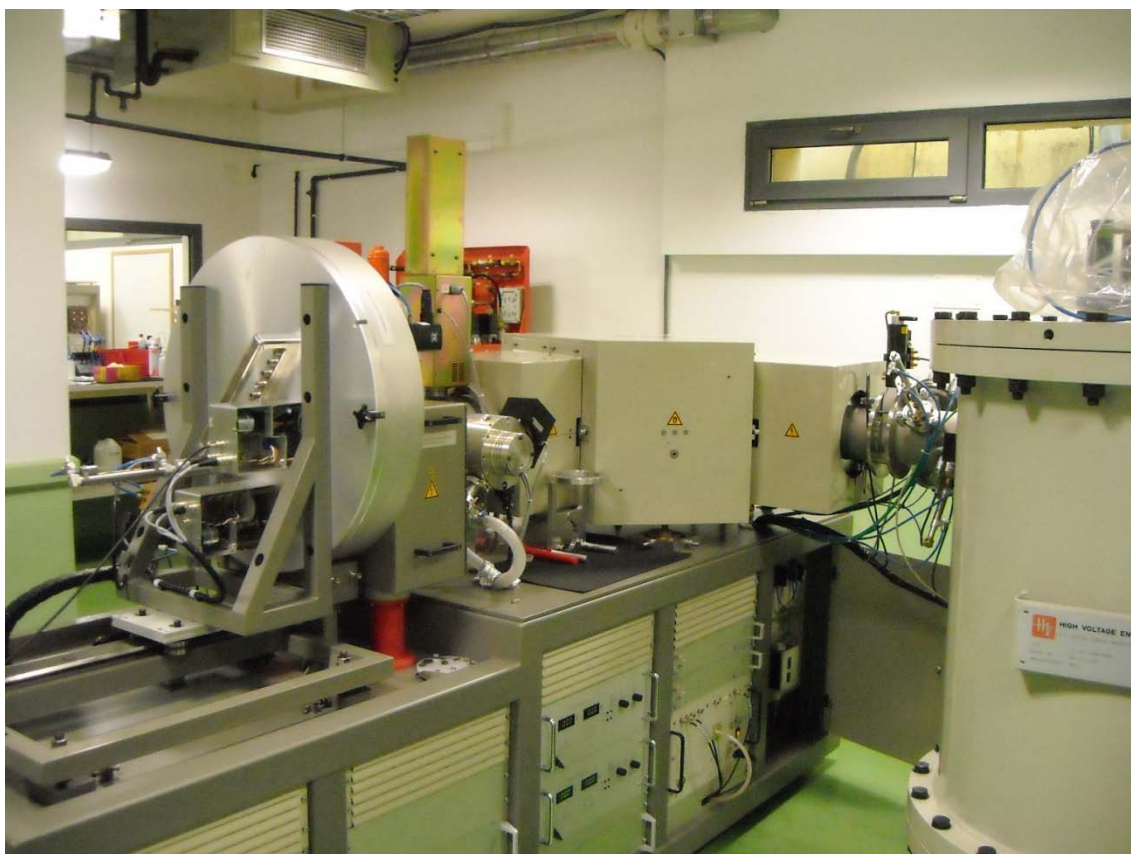


Figura 14: Carrusel de almacenamiento de muestras y deflector magnético

El tipo de muestras que habitualmente se introducen en la fuente de iones son sólidas, aunque también pueden ser gaseosas. El compuesto elegido para el análisis es aquel que de mejor rendimiento en la fuente de iones. La fuente de iones que empleamos es tipo sputter de cesio. En este tipo de fuente, la muestra es bombardeada por un haz de iones positivos de cesio. Una fracción de los átomos extraídos se ioniza negativamente, y pueden ser focalizados por un campo eléctrico adecuado. En estos iones negativos está tanto el ión de interés como otros que contiene la muestra. Aquí los iones tienen una primera fase de aceleración.

A continuación encontramos el inyector. En esta zona hacemos una primera selección de masa mediante un deflector magnetostático (Figura 14). Este deflector sólo deja que pasen partículas que cumplan  $(E \cdot m)/q^2 = \text{cte}$ , donde  $E$  es la energía de la partícula,  $m$  su masa, y  $q$  su estado de carga. Como todas las partículas tienen la misma energía e igual carga a la salida de la fuente, lo que realmente ocurre es una selección de masa. Por tanto, seleccionaremos el campo magnético adecuado para que pase la partícula que nos interesa analizar.

Sin embargo, como en AMS hemos de medir cocientes isotópicos necesitamos también medir en la zona de alta energía los isótopos estables, para lo que deben superar este deflector magnético. Para ello empleamos un sistema de pulsos. Consiste en variar de forma cíclica y durante períodos de tiempo muy cortos, la energía del resto de isótopos a analizar, de modo que su valor  $(E \cdot m)/q^2$  sea el adecuado para que pase el filtro.

Este sistema de pulsos se aplica únicamente en el imán, de manera que a la salida del mismo las partículas recuperan su energía. Así, conseguimos medir todos los isótopos que nos interesan en la zona de alta energía, en condiciones comparables para todos ellos.

El Acelerador: Es una de las zonas claves en una instalación de AMS, puesto que realmente marca la diferencia respecto a los sistemas de espectrometría de masas tradicionales.

La misión del acelerador (Figura 15) es incrementar la energía de las partículas hasta el orden del MeV. Para ello, en el centro del acelerador existe un terminal de alto voltaje, que atrae a los iones negativos que han sido inyectados. Para evitar descargas por la diferencia de potencial entre este terminal y las propias paredes del tanque, el acelerador se encuentra relleno de  $\text{SF}_6$ , el cual sirve como aislante dieléctrico.



Figura 15: Acelerador Tandetrón de 1 MV

El segundo proceso que ocurre en la zona del acelerador, y más concretamente en la zona del terminal de alto voltaje, es el proceso de stripping. En este proceso, los iones cargados negativamente pierden electrones pasando de un estado de carga  $-1$  hasta un estado de carga  $q+$  (realmente, una distribución de estados de carga, donde el perfil de esta distribución depende de la energía del haz en la zona de stripping). El stripper puede ser un canal de gas, normalmente Ar, o una lámina de carbono. De este modo los iones se ven acelerados de nuevo, repelidos por el potencial positivo del terminal, de ahí el nombre de acelerador tipo Tándem.

El proceso de stripping es básico para la eliminación del fondo molecular. Hay dos posibilidades: Si trabajamos con aceleradores a alta energía, podemos obtener estados de carga superiores a  $3+$ , en los cuales las moléculas son inestables. Si trabajamos con aceleradores a baja energía, el proceso de ruptura se produce debido a choques sucesivos de las moléculas interferentes con el gas de stripper. En cualquier caso, la fragmentación de las moléculas hace que la gran mayoría de interferentes puedan ser eliminados en los filtros de la zona de alta energía.

Zona de alta energía: En esta zona se va a llevar a cabo la identificación final de las partículas que pretendemos detectar, es decir, tendrá lugar el análisis final de masas mediante la utilización de un deflector magnetostático y otro electrostático (Figura 16).



Figura 16: Deflector



Para ello, se selecciona uno de los posibles estados de carga a la salida del stripper, y se eliminan los posibles interferentes. También, en esta zona, se miden los isótopos estables mediante el uso de cámaras de Faraday.

El último paso en AMS para la identificación de las partículas de interés frente al resto de componentes del haz, que hayan podido superar todos los filtros cinemáticos interpuestos, es la medida de alguna magnitud de la que se pueda inferir unívocamente el valor de la masa y la carga nuclear. Magnitudes útiles son la energía total, el poder de frenado, la energía residual o la velocidad. Para la determinación precisa de estas magnitudes existen una gran variedad de detectores.

El más utilizado es la cámara de ionización (Figura 17), en la cual un ión atraviesa un gas, ioniza sus partículas y mediante la aplicación de un campo eléctrico se recolecta la carga generada. La cantidad de carga generada dependerá de la energía depositada por el ión incidente. Mediante el empleo adecuado de la cámara y las señales generadas se eliminan en lo posible los interferentes que hayan podido pasar todos los filtros cinemáticos. Con los resultados obtenidos de las cámaras de Faraday y las cuentas obtenidas en el detector se obtiene el valor del cociente isotópico de la muestra. Típicamente, las muestras blanco, es decir, que no contienen el isótopo que pretendemos analizar, dan valores del cociente isotópico del orden de  $10^{-15}$ .

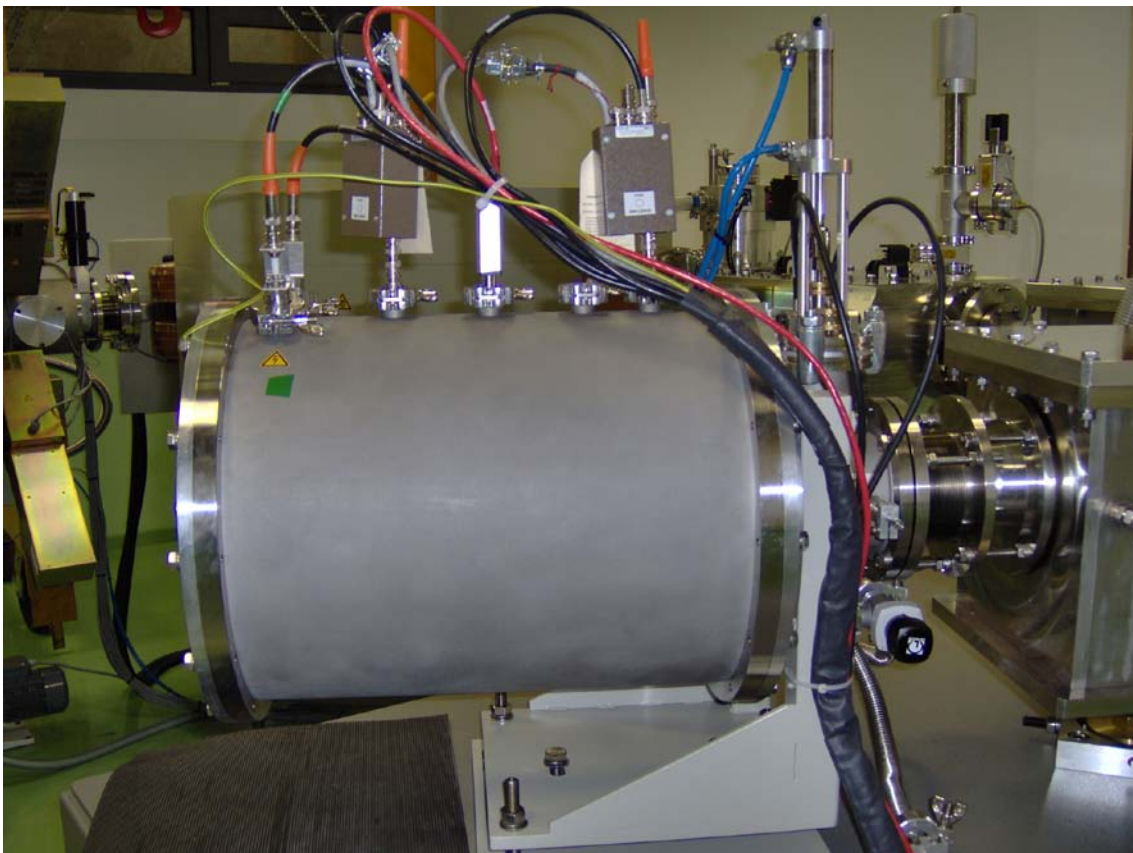


Figura 17: Cámara de Ionización

Todo el proceso está controlado mediante un ordenador en la sala de control.

---

## **3. Técnicas experimentales de análisis**

---

### 3. Técnicas de experimentales de análisis

---

#### 3.1 Introducción

---

IBA (Ion Beam Analysis) es un término genérico que engloba un conjunto de técnicas específicas, de las cuales las principales son:

- Espectrometría de Retrodispersión Rutherford (RBS)
- Análisis por Detección de Retrocesos Elásticos (ERDA)
- Análisis por Reacciones Nucleares (NRA)
- Emisión de Rayos-γ Inducidos por Partículas (PIGE)
- Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas (PIXE)

Cuando una muestra se expone a un haz de iones se inducen diferentes procesos atómicos y nucleares. Como fruto de estos procesos se generan varios productos, y cada producto aporta información sobre las propiedades del material (composición, estructura, etc.)

#### 3.2 Técnicas experimentales analíticas

---

Las aplicaciones fundamentales de las técnicas IBA son:

##### 3.2.1 Espectrometría de Retrodispersión Rutherford (RBS)

La técnica de RBS (Figura 18) con haces de iones de energías del orden del MeV, está actualmente bien establecida como uno de los principales métodos no destructivos para la determinación precisa de la estequiometría, de la densidad superficial elemental, y de la distribución de impurezas en la región superficial de los sólidos.

Mediante el uso de Canalización-RBS se pueden determinar la localización de impurezas en la red de un monocristal así como la distribución de defectos en profundidad en el mismo.

La técnica se basa en la medida del número y distribución energética de los iones retrodispersados por los átomos de la zona superficial de un sólido. Esta medida permite la identificación de las masas atómicas y la determinación de la distribución de los elementos del blanco en función de su profundidad.

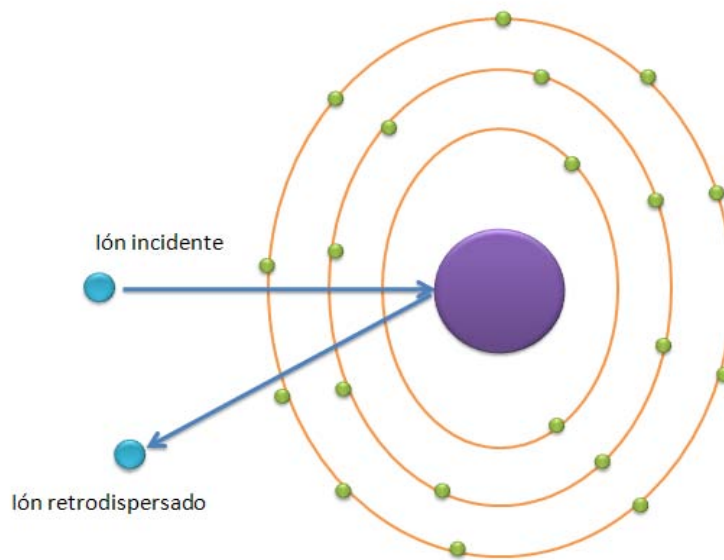


Figura 18: Fundamento de RBS

En un experimento de RBS, el material a analizar o blanco es bombardeado por un haz de partículas, típicamente  $^1\text{H}^+$  ó  $^4\text{He}^+$ , con energías típicas entre 0.4 y 2 MeV. Se considera que estas partículas colisionan elásticamente con los átomos del blanco, siendo dispersadas con una energía característica de la masa del centro dispersor; además, pierden energía conforme atraviesan el material, tanto en la entrada como en la salida. Las partículas dispersadas son detectadas en determinadas direcciones, siempre correspondientes a ángulos de dispersión mayores de  $90^\circ$  (retrodispersión), con detectores de barrera de silicio. El espectro de energía de las partículas detectadas contiene información sobre la composición del blanco y sobre la distribución de concentración en profundidad de los elementos que lo constituyen.

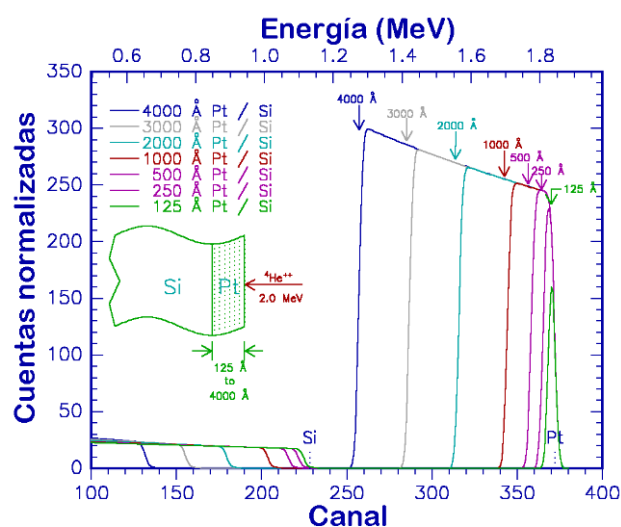


Figura 19: Ejemplo de espectro de RBS de una capa de Pt sobre Si, para distintos espesores de dicha capa

Entre las ventajas que presenta la técnica de RBS están, principalmente, la posibilidad de realizar análisis cuantitativos sin la necesidad de patrones, la alta sensibilidad para elementos pesados en sustratos ligeros, la capacidad de realizar análisis no destructivos en profundidad para perfilar elementos traza y para estudiar interfases, capas finas y estructuras multicapa con espesores entre los 100 y los 10000 Å. En la figura 1.6 aparece un ejemplo del aprovechamiento de todas estas características.

A altas energías, las desviaciones de la sección eficaz de Rutherford son producidas por la presencia de fuerzas nucleares de corto alcance. En el caso de protones de 1 MeV, las secciones eficaces difieren de las de Rutherford aproximadamente a partir de  $Z < 15$ , mientras que para partículas alfa de 2 MeV difieren a partir de  $Z < 6$ .

Las secciones eficaces del tipo no Rutherford pueden aprovecharse para mejorar la precisión en que se determinan relaciones estequiométricas, o para mejorar la sensibilidad de detección de elementos ligeros (B, C, N, O) en matrices de elementos pesados. Además, las resonancias intensas, finas y aisladas que se dan en las secciones eficaces no Rutherford, pueden servir para el perfilado en profundidad de elementos ligeros dentro o sobre matrices pesadas, como aparece en el apartado dedicado a la técnica de NRA.

Cuando el haz de iones está alineado con una dirección cristalográfica de un sólido cristalino, ocurre el fenómeno de la canalización iónica o channeling (Figura 20).

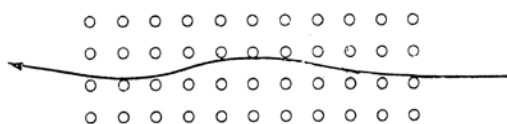


Figura 20: Efecto de canalización

Los iones son canalizados a través de la red cristalina debido a las colisiones que sufren con los iones que bordean el canal. La fracción de iones canalizados puede llegar hasta el 98%, resultando en la reducción de los iones retrodispersados. Esto permite determinar la calidad cristalina, la localización de impurezas sustitucionales o intersticiales en la red, el estudio de daños y de recocidos (annealing) de materiales cristalinos y de estructuras de capas finas, y también obtener información sobre la reconstrucción y relajación de superficies, crecimiento epitaxial, topografía, etc.

### 3.2.2 Análisis por detección de retrocesos elásticos (ERDA)

Esta técnica se basa en los fundamentos físicos de la dispersión elástica. En ella se utilizan haces de iones pesados para recoger los núcleos ligeros en retroceso que salen de la muestra. ERDA es una técnica eficiente para obtener perfiles en profundidad con alta resolución.

La técnica ERDA nos permite detectar átomos presentes en una muestra después de ser arrancados de la misma por iones más pesados previamente acelerados con

energías del orden del MeV. La energía de los iones que salen del blanco depende de su masa, de la energía y masa del ion incidente y del ángulo de retroceso. Midiendo el número y distribución energética de los iones procedentes de la muestra debido a colisiones elásticas con los iones incidentes podemos identificar las masas atómicas de los elementos del blanco y su distribución en función de la profundidad (Figura 21).

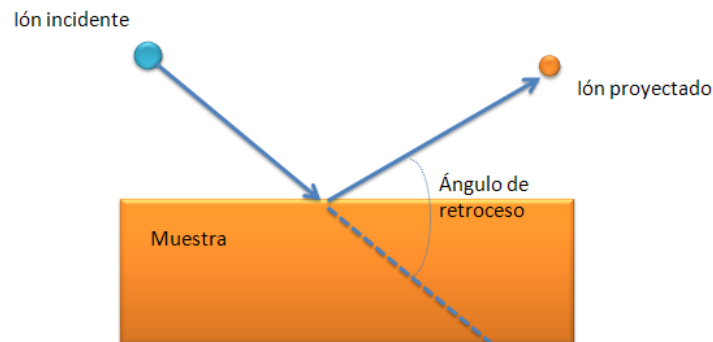


Figura 21: Descripción de ERDA

La detección de hidrógeno, y en mayor medida su cuantificación, cobra especial interés en Ciencia de Materiales, puesto que su presencia es muy habitual en materiales de interés tecnológico, ya sea formando parte de su composición o bien como contaminante (sobre todo en láminas delgadas).

Es conocido que el hidrógeno afecta claramente a las propiedades químicas y físicas de muchos de estos materiales, pero al tratarse del elemento más ligero, resulta muy difícil de determinar mediante la mayoría de técnicas analíticas ampliamente utilizadas en la caracterización de materiales. En nuestro caso hemos detectado el hidrógeno presente en diversas muestras bombardeándolas con partículas  $\text{He}^{2+}$  de 2 MeV. Haciendo incidir el haz en ángulo rasante sobre la muestra y detectando la energía de los protones arrancados se puede obtener en una sola medida el perfil de concentración de los átomos de hidrógeno del material analizado, pudiéndose además realizar simultáneamente un análisis de RBS.

Generalmente se coloca un filtro (una lámina delgada de Mylar o aluminio) delante del detector de Si para detener las partículas incidentes dispersadas y dejar solamente los átomos arrancados de nuestro material (Figura 22), de manera a evitar saturación del detector y problemas de apilamiento de pulsos o tiempo muerto en la cadena electrónica.

El uso de este filtro empeora la resolución en profundidad, siendo típicamente del orden de varios cientos de Å cerca de la superficie. La sensibilidad de la técnica ERD para detectar hidrógeno es del orden del 0.1% atómico.

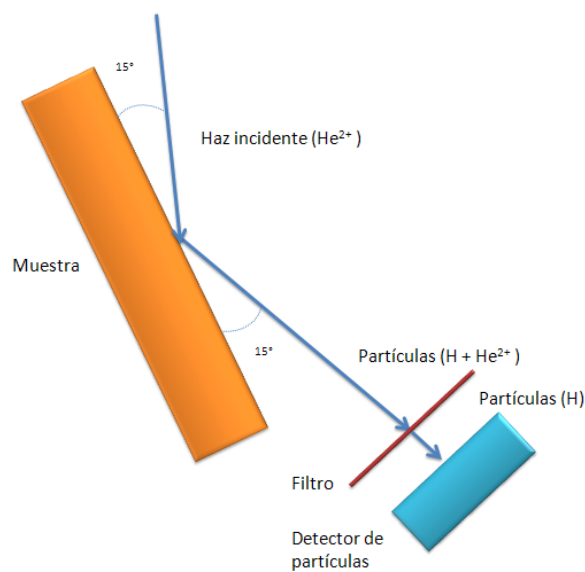


Figura 22: Medida de concentraciones de hidrógeno con un haz de partículas alfa.

Es importante señalar que, dependiendo de la naturaleza de la muestra que estemos estudiando, se pueden producir importantes pérdidas de hidrógeno durante el análisis, lo cual dificulta la interpretación de los espectros y la estimación de la cantidad de hidrógeno presente inicialmente en las muestras. En ese caso, puede resultar más adecuada la técnica de NRA para determinar los perfiles de concentración de hidrógeno.

### 3.2.3 Análisis por Reacciones Nucleares (NRA)/Emisión de Rayos- $\gamma$ Inducidos por Partículas (PIGE)

Con el análisis mediante reacciones nucleares (NRA) se obtienen los perfiles en profundidad de elementos ligeros de forma no destructiva, y elementos como el H, D, Li, B, C, O y el F pueden ser analizados. Es una técnica complementaria al RBS, pero el análisis por reacciones nucleares es isotópicamente sensible. A través de la Canalización-NRA es posible obtener la localización de impurezas en la red de un monocristal así como la distribución de defectos en profundidad en el mismo. Entre los productos de una reacción nuclear puede aparecer radiación gamma, y entonces es posible realizar PIGE. PIGE se usa normalmente para medir Na, Mg, Al, Si y P.

Cuando un ion "a" posee suficiente energía cinética, éste puede atravesar el potencial Coulombiano repulsivo creado por un núcleo "X" hasta llegar a penetrar en él, formando así un núcleo compuesto. Se dice entonces que ha tenido lugar una reacción nuclear.

Con las energías típicas alcanzadas en nuestro acelerador (del orden del MeV), las reacciones nucleares tienen lugar principalmente mediante colisiones con núcleos ligeros, ya que poseen un número atómico Z pequeño. El núcleo compuesto tiene una energía de excitación muy grande, de manera que en un tiempo muy corto ( $10^{-17}$  a  $10^{-20}$  s.) se desexcita dando lugar a dos partículas: una ligera "b" (o un fotón  $\gamma$ ) que se va a detectar y otra más masiva "Y" llamada núcleo residual. Éste último puede quedar a su



vez en un estado excitado y desexcitarse emitiendo un rayo  $\gamma$ . Así, una reacción nuclear típica puede describirse como:

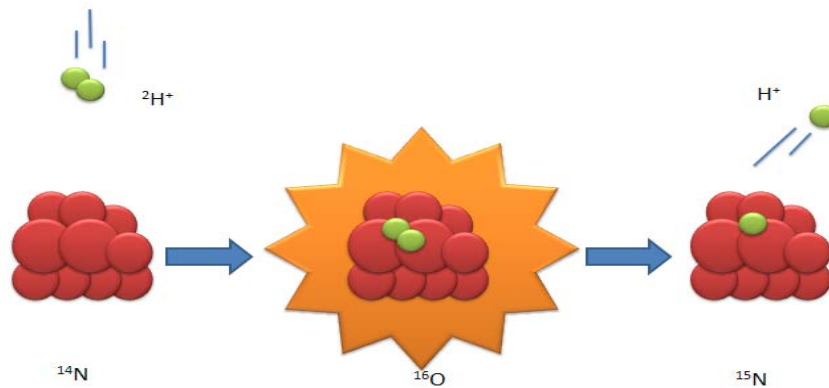
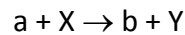


Figura 23: Descripción de NRA

Las reacciones nucleares, en combinación con resonancias estrechas en la sección eficaz, proporcionan una herramienta muy útil para determinar no sólo la concentración absoluta de un determinado elemento, sino también su distribución en función de la profundidad. Esta técnica puede discriminar entre los diferentes isótopos de un mismo elemento y, por lo tanto, permite realizar experimentos de perfilado isotópico, de gran interés en estudios de difusión, corrosión, etc.

En cierto modo, se puede decir que la técnica NRA es complementaria a RBS. En efecto, debido a la dependencia en  $Z^2$  de la sección eficaz de Rutherford, RBS posee un enorme potencial cuando se desea medir trazas de elementos pesados en una matriz ligera, mientras que NRA permite detectar trazas de elementos ligeros en substratos más pesados, ya que debido a la repulsión Coulombiana los elementos con  $Z$  medio y alto prácticamente no contribuyen a las reacciones nucleares. El acelerador de iones y el dispositivo experimental utilizado en NRA es básicamente el mismo que el utilizado en RBS, aunque usualmente se requiere la aceleración de iones exóticos como deuterones o  $^3\text{He}$ , y un sistema automático de barrido de energía que permita variar la energía del haz de iones durante el experimento.

En la práctica, se utilizan diferentes tipos de reacciones nucleares:

- Dispersión elástica:  $X(a, a)X$ , en la cual el proyectil y la partícula detectada son iguales. La cinemática de ésta reacción (es decir, la energía de la partícula "a" después de la colisión) es la misma que tras la dispersión Coulombiana (RBS). Sin embargo, la sección eficaz de dicho proceso difiere de la sección eficaz de Rutherford, puesto que entra en juego la interacción nuclear. Debido a la naturaleza cuántica del núcleo compuesto, la sección eficaz para dicha reacción puede presentar máximos agudos para ciertos valores de la energía del ión incidente. Estos máximos son llamados resonancias y su uso permite disminuir notablemente el límite de detección para



elementos ligeros en comparación con RBS. En nuestro laboratorio dos resonancias elásticas son utilizadas rutinariamente para la detección de oxígeno y carbono,  $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$  a 3.045 MeV y  $^{12}\text{C}(\alpha,\alpha)^{12}\text{C}$  a 4.26 MeV.

- Reacciones ión-gamma:  $X(a, \gamma) Y$ , en las cuales la energía de excitación es emitida en forma de rayos- $\gamma$  característicos del núcleo Y. La intensidad de estos picos puede ser utilizada para determinar la concentración del elemento X en la muestra.

- Reacciones ión-ión tipo  $X(a, b) Y$  en los que se detecta la partícula ligera “b”: En este caso, para determinar la cinemática de la reacción, es necesario conocer el valor del balance de energía, Q, definido como:

$$Q = \text{energía cinética de los productos de la reacción} - \text{energía cinética de la partícula incidente}$$

o a partir de la conocida fórmula de Einstein

$$Q = (M_X + M_a - M_b - M_Y) c^2$$

Es importante señalar que Q puede ser tanto positivo (reacción exoérgica) como negativo (reacción endoérgica) y en este último caso hace falta una energía umbral mínima del ión incidente para que la reacción pueda tener lugar. Este hecho permite, por ejemplo, medir la concentración de  $^{18}\text{O}$  presente en una muestra mediante la reacción  $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$  ( $Q = 3.97$  MeV) sin que haya interferencia con el oxígeno natural ( $^{16}\text{O}$  principalmente) que pudiese poseer el espécimen, ya que la reacción  $^{16}\text{O}(p,\alpha)^{13}\text{N}$  tiene un valor de  $Q = -5.2$  MeV. Para determinar el  $^{16}\text{O}$  una de las reacciones más frecuentemente utilizadas es  $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$ .

### 3.2.4 Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas (PIXE)

La técnica PIXE (Figura 24) es un método analítico nuclear a través del cual podemos llegar a conocer la concentración de los elementos en la superficie de la muestra que estamos estudiando. Para ello, la muestra que queremos analizar es irradiada con partículas cargadas y aceleradas, normalmente protones. Dichas partículas producen vacantes en las capas electrónicas de los átomos de la muestra, las cuales, al desexcitarse, emiten rayos X característicos.

Los rayos X son recogidos por un sistema de detección que junto a la electrónica y al sistema de adquisición correspondiente nos dan toda la información obtenida mediante el espectro de emisión de rayos X de nuestra muestra. Este espectro está formado por una serie de picos cuyas energías corresponden a las líneas de rayos X característicos de la muestra irradiada y cuya área está directamente relacionada con la concentración del elemento al que corresponde.

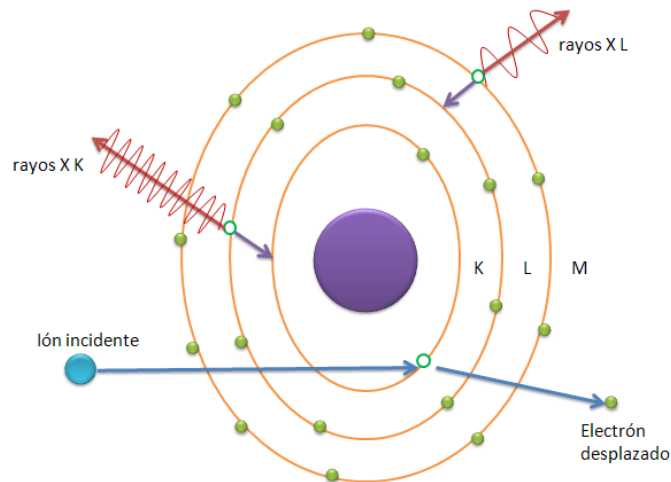


Figura 24: Descripción de PIXE

La técnica PIXE tiene una serie de ventajas muy importantes con respecto a otras técnicas analíticas:

- No destructiva. Esto, nos va a permitir poder analizar objetos de gran valor sin producirles ningún tipo de daños y por otro lado las muestras analizadas mediante PIXE pueden ser posteriormente analizadas por otras técnicas que nos den nueva información o que sirvan para corroborar la información obtenida.
- Multielemental. Mediante un solo análisis podemos determinar todos los elementos constituyentes de la muestra con un número atómico superior al del Na ( $Z=11$ ).
- Alta sensibilidad. Permite detectar concentraciones elementales del orden de  $\mu\text{g/g}$ .
- El número de aplicaciones de esta técnica es muy amplio. Puede utilizarse para estudios arqueométricos, biomédicos, biológicos, estudios de materiales, estudios de obras de artes, estudios medioambientales tanto de aerosoles como sedimentos, etc.

Es decir, la técnica PIXE es no destructiva y se emplea para obtener información multielemental tanto de elementos mayoritarios como de elementos traza.

Se combina con RBS para obtener de forma más precisa la caracterización de elementos con una  $Z$  intermedia hasta elementos pesados, y se combina con NRA y PIGE para estudiar elementos de  $Z < 12$ . Mediante Canalización-PIXE es posible determinar la localización de impurezas en la red de monocristales.

### 3.2.5 Irradiación e implantación iónica

Además de estas técnicas de análisis, se dispone de capacidad para la modificación de materiales. Esto ofrece posibilidades de trabajo muy atractivas.

Hay que resaltar que la implantación iónica ha supuesto una revolución en campos como la microelectrónica, la metalurgia o la fabricación de implantes biológicos. La mayoría del trabajo llevado a cabo en este dominio ha sido realizado con pequeños aceleradores electrostáticos que aceleran los iones desde algunas decenas hasta algunas centenas de keV. Hoy en día va tomando cada vez más interés la implantación a más altas energías (algunos MeV) que permite obtener perfiles de implantación más profundos. La línea de implantación del CNA permite realizar trabajos de irradiación de materiales para el posterior análisis de los efectos producidos por irradiación. Esta línea se comparte con el ciclotrón, donde las aplicaciones en tecnología aeroespacial adquieren una mayor relevancia. Por otro lado, el acoplamiento de un detector de radiación X en la cámara de vacío permite además complementar el análisis de materiales mediante la técnica PIXE a altas energías.

### 3.2.6 Fluorescencia de rayos-X (XRF)

En la técnica de Fluorescencia de rayos-X dispersiva en energía, o EDXRF (Energy Dispersive X Ray Fluorescence), las muestras son irradiadas con fotones de una energía comprendida normalmente entre 6 y 120 keV, que pueden tener su origen en un tubo de rayos X, capaz de proporcionar intensidades y energías diferentes con una emisión policromática continua, o bien en la emisión espontánea de ciertos radionúclidos.

La radiación al incidir sobre las muestras provoca ionizaciones en los átomos de la misma, con el consiguiente relleno de vacantes acompañado de la emisión de rayos-X (Figura 25). Estos rayos-X son característicos de cada elemento, de manera que su detección permite la identificación de los elementos que componen la muestra.

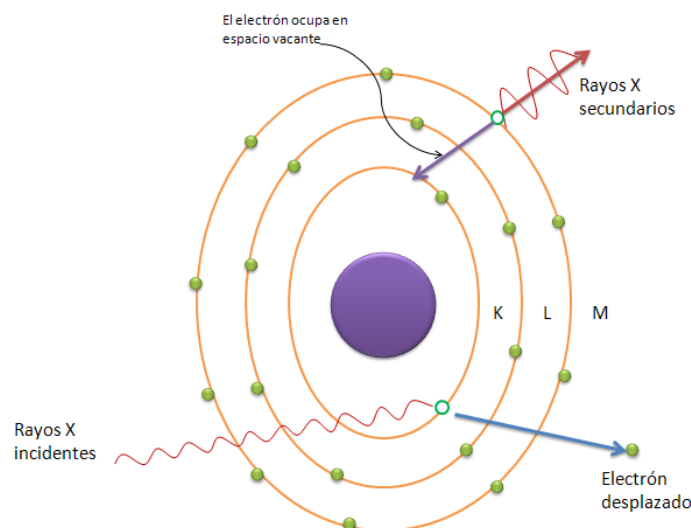


Figura 25: Descripción de XRF

El CNA cuenta con un equipo portátil de fluorescencia de rayos X formado por:

- Tubo de rayos X y su correspondiente fuente de alimentación con las siguientes características: voltaje del ánodo de W variable entre 20 y 50 kV y una corriente máxima de 1 mA. El extremo del colimador tiene incorporado un láser que por

reflexión total en un pequeño cristal se sitúa en la dirección del haz de rayos X de manera que se puede visualizar sobre la muestra la zona irradiada.

- Detector de Si(Li) para la detección de rayos X.

- Láser adicional cuya intersección con el del propio tubo permite definir el punto de análisis sobre la muestra, de manera que se mantengan constantes las distancias de la muestra al tubo y al detector.

Además de ser utilizado como una herramienta de análisis complementaria, el carácter portátil de este equipo permite su traslado para la realización de análisis “in situ”, cuando las muestras a analizar no pueden ser trasladadas al CNA. Este es el caso, por ejemplo, de muestras de gran valor artístico que se encuentran en los museos.

### 3.2.7 Transmisión de rayos-γ (GRT)

La técnica de Transmisión de Rayos Gamma, GRT, es una técnica no destructiva complementaria tanto para XRF como, incluso, para PIXE.

Basada en la atenuación que sufren los rayos gamma al atravesar la muestra, proporciona información complementaria sobre la composición elemental volumétrica de dicha muestra. Se incide con rayos gamma de una fuente radiactiva (<sup>241</sup>Americio) sobre la muestra. Estudiando la atenuación de los rayos gamma se obtiene información sobre el coeficiente de atenuación de la muestra, que depende del espesor de la misma y de su composición.

Con el estudio de XRF y/o PIXE, completándolo con GRT, se obtiene información sobre la composición volumétrica de la muestra

$$I(x) = I_0 e^{-\mu \rho x}$$

donde  $I(x)$  es la intensidad medida tras atravesar la muestra,  $I_0$  la intensidad sin muestra,  $\rho$  la densidad de la muestra,  $x$  el espesor y  $\mu$  el coeficiente de atenuación.

### 3.2.8 Técnicas datación por radiocarbono

Es posible estudiar la edad de muestras de interés arqueológico, artístico, histórico, etc, mediante la medida de su contenido en <sup>14</sup>C, radioisótopo que se produce en la naturaleza y que es un isótopo del carbono, por lo que tiene su mismo comportamiento químico.

Asociado al Tándem de 1MV para AMS existe un Servicio de Datación por Radiocarbono (<sup>14</sup>C). En este servicio se incluye un completo laboratorio de preparación de muestras, siendo el primero de su naturaleza en España. Existen en España laboratorios de datación por <sup>14</sup>C, pero que usan el método tradicional radiométrico, es decir con detectores de radiación. Por razones científicas la técnica tradicional de

datación por  $^{14}\text{C}$  es altamente destructiva (necesita gramos de carbón para datar), consume mucho tiempo de trabajo (una semana de detector por muestra) y es poco productiva (por las razones anteriores).

El uso de un Espectrómetro de Masas con Acelerador (AMS) permite: reducir la cantidad de muestra necesaria para producir una fecha hasta fracciones de miligramo (casi no destructiva, muy importante para objetos de interés especial), y realizar la medición en fracciones de hora por muestra y, consecuentemente, es capaz de producir una mayor cantidad de fechas por unidad de tiempo que el método tradicional. La razón para todo ello reside en que mientras que con el método tradicional se mide la radiación emitida por  $^{14}\text{C}$ , con AMS se mide el número de átomos de  $^{14}\text{C}$  presente en la muestra.

La preparación de muestras en AMS comprende cuatro etapas diferenciadas:

Pretratamiento: En primer lugar eliminamos contaminantes macroscópicos: tierra, raíces que no formen parte de la muestra, residuos externos... Puede incluir procesos como lavado con agua, lavado en ultrasonidos, raspado mecánico, etc.

Limpieza química: El proceso de extracción con disolventes orgánicos no aplicable a todo tipo de muestras. Es importante en aquellas que puedan tener contaminaciones de colorantes, colas, conservantes, consolidantes, aceites... Otro proceso habitual es el lavado con ácido y base, típicamente ácido clorhídrico HCl, y sosa o hidróxido sódico, NaOH.

Combustión: (Figura 26) En esta etapa convertimos el material limpio en  $\text{CO}_2$ , de modo que el carbono pasa a forma gaseosa.



Figura 26: Combustión



Existen dos maneras principales de hacerlo. Una primera, combustionando la muestra en un tubo de cuarzo sellado sobre el que se ha hecho vacío, en un horno a más de 900°C. Otra forma es utilizar un sistema especial denominado Analizador Elemental, que combustiona la muestra en un flujo de helio y oxígeno, y es capaz de separar los diferentes compuestos que se obtienen de ella. En este punto es importante evitar la presencia de CO<sub>2</sub> atmosférico.

Grafitización: Paso clave en el caso de la preparación de muestras para AMS. Convertimos el CO<sub>2</sub> obtenido en la combustión en grafito sólido. Esto se consigue mediante una reacción química que tiene lugar a una temperatura aproximada de 600°C, y en presencia de un catalizador. Una de las reacciones más usadas es la reducción con hidrógeno, utilizando cobalto o hierro como catalizador,  $\text{CO}_2 + 2\text{H}_2 \leftrightarrow \text{C} + 2\text{H}_2\text{O}$ . En el proceso, el grafito se deposita sobre el catalizador, y la mezcla puede prensarse en forma de pastilla, que se utilizará para la medida por AMS.



---

## **4. Laboratorios del CNA**

---

## 4. Laboratorios del CNA

### 4.1 Laboratorios asociados al acelerador Tándem de 3 MV

#### 4.1.1 Laboratorio de Fluorescencia y Transmisión

Este laboratorio cuenta con una serie de fuentes radioactivas y de tubos de rayos X asociados a distintos proyectos del grupo de investigación de Física Nuclear Aplicada. Este equipamiento está dedicado al estudio de diferentes objetos y materiales, especialmente en el campo del Arte y de la Arqueometría. Esto permite realizar análisis independiente o complementariamente a los análisis llevados a cabo en el acelerador Tándem.



Figura 27: Laboratorio de GRT

Las dos técnicas de las que se dispone son XRF y GRT. La técnica de Fluorescencia de Rayos X, XRF, es una técnica no destructiva similar a PIXE pero de menor coste y con equipos portátiles. Permite conocer la composición elemental superficial de las muestras. La técnica de Transmisión de Rayos Gamma, GRT (Figura 27), es una técnica no destructiva complementaria tanto para XRF como, incluso, para PIXE. Basada en la atenuación que sufren los rayos gamma al atravesar la muestra, proporciona

información complementaria sobre la composición elemental volumétrica de dicha muestra.

#### 4.1.2 Laboratorio de Detectores

La experiencia acumulada a lo largo de los últimos años en colaboración con distintas instalaciones científicas internacionales en el desarrollo de sistemas de detectores de trazado de partículas, está permitiendo la puesta en marcha de un laboratorio de detectores y otro de electrónica específica para detectores, en el CNA, lo cual ha sido previsto en los proyectos de infraestructura del centro. Con la definición, en 2009, del espacio a ser ocupado por cada laboratorio, en 2010 iniciamos la compra, instalación y diseño de los primeros equipos y herramientas.



Figura 28: Laboratorio de detectores

El laboratorio de detectores ya cuenta con una cabina de pesada para muestreo de la empresa TELSTAR, capaz de generar un ambiente de trabajo considerado limpio, a través de un flujo de aire laminado que permite trabajar con detectores abiertos y manipular con más seguridad sus distintas piezas componentes, en un ambiente aislado, minimizando los riesgos de ruptura o contaminación de dichas piezas por distintos tipos de accidentes o la presencia de impurezas en el ambiente. El laboratorio también cuenta con distintos equipos y herramientas para operar o montar partes de ciertos prototipos de detectores de partículas, principalmente los mini prototipos de detectores de electrones secundarios (SED) de gas a baja presión. El objetivo es seguir



equipando dichos laboratorios, en los próximos años, siguiendo las prioridades y necesidades del mismo, dentro de los presupuestos del CNA.

#### 4.1.3 Laboratorio del Acelerador Tándem de 3 MV

A pesar de que generalmente las muestras que se miden por técnicas IBA no necesitan de una exhaustiva preparación, el laboratorio asociado al acelerador Tándem de 3 MV dispone del equipamiento necesario para realizar diversos tratamientos a las muestras previos a su estudio. Entre el equipamiento propio del laboratorio cabe destacar: el molino de bolas, morteros de ágata y prensa para la molienda, homogeneización y prensado; una pulidora con diferentes paños para el pulido de muestras; y un horno para el calcinado de las mismas y una liofilizadora. Por otro lado, dispone de diversos productos químicos propios de laboratorio y patrones de referencia de diversa naturaleza, tales como sangre, cenizas o suelos entre otros.



Figura 29: Laboratorio de preparación de muestras del Acelerador Tándem de 3 MV

#### 4.1.4 Laboratorio de Electrónica Multipropósito

Con la experiencia obtenida junto al grupo de diseño de circuitos integrados y de señal mixta (TIC-179) del Instituto de Microelectrónica de Sevilla (IMSE), perteneciente al Centro Nacional de Microelectrónica (CNM), la unidad de investigación de FNB trabaja en el montaje de un laboratorio de electrónica multipropósito. El objetivo es montar un sistema básico de simulación de circuitos por ordenador, diseño e incluso montaje y reparación de placas de circuitos impresos (printed circuit boards - PCB), principalmente aquellas referentes a electrónica que puede ser probada como parte

de la instrumentación nuclear asociada a los detectores de partículas. El laboratorio ya cuenta con un osciloscopio de última generación, con alta velocidad, frecuencia de muestreo y memoria, de la empresa Le Croy. También se ha adquirido una estación de soldadura versátil con extracción de humo acoplada. El laboratorio dispone de fuentes de alimentación y corriente, un generador de pulsos, además de la obtención de licencias para operar con distintos tipos de “software” en un ordenador instalado en el propio laboratorio.

Por otro lado, en 2009-2010, de manera complementaria, la unidad FNB ha tenido acceso y utilizado las instalaciones del IMSE para el diseño y testeo de los circuitos y sistemas que compondrán el frontal electrónico necesario para procesar las señales de carga procedentes de los prototipos de los detectores de electrones secundarios.

## 4.2 Laboratorios asociados al Ciclotrón

### 4.2.1 Laboratorios de Radiofarmacia

Fueron diseñados para trabajar bajo las normas de buenas prácticas de fabricación farmacéutica (normas GMP). En la actualidad, se dispone de un laboratorio denominado “de producción de  $^{18}\text{F}$ -FDG” y de otro “de investigación” donde se preparan radiofármacos PET para ensayos clínicos y preclínicos. Estos dos laboratorios son complementados por el laboratorio de control de calidad, donde se analiza la calidad de los radiofármacos sintetizados siguiendo los requerimientos de la Farmacopea. Tras haber obtenido las correspondientes autorizaciones de los Ministerios de Industria (como instalación radioactiva) y de Sanidad (como laboratorio farmacéutico), y dentro del marco de acuerdo con la empresa farmacéutica IBA Molecular, se comenzó la fabricación y distribución de [ $^{18}\text{F}$ ] 2-fluoro-2-desoxi-D-glucosa (FDG) al propio CNA y a centros externos (Andalucía, Castilla-La Mancha, Portugal) a partir de mayo de 2005.

El Laboratorio de Producción de FDG (Figura 30) dispone de dos celdas blindadas fabricadas por Comec (Castel Bolognese, Italia) que albergan sendos módulos dobles de síntesis GE Tracerlab FX-FDG. Existe también una celda de fraccionamiento y dispensación aséptica de monodosis de FDG, donde se fabrica la especialidad farmacéutica “Flucis” bajo el registro de CisBio.



Figura 30: Laboratorio de Producción de FDG

El Laboratorio de Investigación dispone de cinco celdas blindadas Comecor en las que se sintetizan otros radiofármacos de interés para el estudio de procesos metabólicos o funcionales ( $^{18}\text{F}$  F-DOPA,  $^{18}\text{F}$  FLT,  $^{18}\text{F}$  fluoruro sódico,  $^{11}\text{C}$  colina,  $^{13}\text{N}$  amoníaco,  $^{15}\text{O}$  agua, etc.).

La configuración de este laboratorio es la siguiente:

-Celda de síntesis de compuestos marcados con carbono-11, en la que se encuentra un módulo GE Tracerlab FX-C. La metilación de distintos grupos funcionales (aminas, alcoholes, tioles, ácidos carboxílicos) con  $^{11}\text{C}$  yodometano es el modo más común de producir radiofármacos marcados con carbono-11, y dicho módulo permite la preparación de  $^{11}\text{C}$  yodometano a partir de  $^{11}\text{C}$  metano y yodo a 720°C.

-Celda de síntesis de compuestos marcados con flúor-18 que alberga el módulo GE Tracerlab FX-FE. Este módulo de síntesis emplea  $^{18}\text{F}$  F<sub>2</sub> o  $^{18}\text{F}$  hipofluorito de acetilo ( $^{18}\text{F}$  CH<sub>3</sub>COOF) para marcar alquenos y compuestos aromáticos ricos en electrones, normalmente mediante fluorodesmetalaciones.

-Celda de síntesis de  $^{15}\text{O}$  H<sub>2</sub>O y de recogida de  $^{13}\text{N}$  NH<sub>3</sub>. El  $^{15}\text{O}$  agua es un radiotrazador empleado para la determinación y cuantificación del flujo sanguíneo. El oxígeno radioactivo proveniente del ciclotrón está en forma de  $^{15}\text{O}$  O<sub>2</sub> y se hace reaccionar en la celda de síntesis con hidrógeno y paladio a 150°C para obtener  $^{15}\text{O}$  H<sub>2</sub>O. Por otro lado, el  $^{13}\text{N}$  amoníaco se utiliza en PET para estudios de perfusión miocárdica. Este radiofármaco es preparado directamente en el blanco del ciclotrón mediante la irradiación con protones de una mezcla de agua y etanol. Posteriormente, el  $^{13}\text{N}$  amoníaco es atrapado en la celda mediante una unidad de recogida.

-Celda de síntesis de compuestos marcados con flúor-18 mediante el módulo GE Tracerlab FX-FN. En este caso, el flúor-18 se utiliza en forma de  $^{18}\text{F}$  fluoruro, el cual interviene en reacciones de sustitución nucleófila.

Existe también una celda en la que se llevan a cabo labores de dispensación y fraccionamiento de muestras, además de posibilitar la ejecución de radiosíntesis manuales.

#### 4.2.2 Laboratorio de Control de Calidad

Contiene el equipamiento necesario para garantizar que la calidad de los productos sintetizados es satisfactoria (Figura 31). La pureza química y radioquímica de los compuestos marcados se evalúa mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) y cromatografía en capa fina (TLC). La pureza radionucleídica es comprobada con un espectrómetro gamma y la presencia de disolventes residuales en los radiofármacos se realiza mediante cromatografía de gases.



Figura 31: Laboratorio de Control de Calidad

#### 4.2.3 Laboratorio para desarrollo de investigación básica y experimentación de nuevos trazadores PET

Durante el año 2010 se ha instalado otro laboratorio fuera del recinto de la zona de control para el desarrollo de investigación básica y la experimentación de síntesis de nuevos trazadores PET. El laboratorio ha sido finalizado en Abril del 2010 donde se vienen realizando síntesis de compuestos orgánicos y separaciones cromatográficas, y está habilitado para la realización de cualquier ensayo de control de calidad.

El laboratorio cuenta con una central de gases de Argón así como la preinstalación de 4 módulos con dispensador de gases de alta pureza de  $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2$  y  $O_2$  dirigidos a una campana extractora.

La pureza química de los compuestos marcados se evalúa mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC). La cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) consta de bomba analítica de gradiente cuaternario. Totalmente programable, con sistema de inyección automático. Consta de tres detectores, UV, con un amplio rango de trabajo y alta resolución que permite la obtención precisa de espectros UV en determinación de compuestos principales e impurezas, detector amperométrico y detector de conductividad para Cromatografía Iónica Alta sensibilidad y extrema estabilidad. El equipo es programable con control desde el teclado o mediante software, con gran versatilidad desde software, monitorización en tiempo real de espectros y dispensador de fase líquida y software de adquisición/tratamiento de



datos.

El laboratorio contiene el equipamiento necesario para permitir el desarrollo de nuevas líneas de síntesis de radiofármacos PET y que la calidad de los productos sintetizados sea satisfactoria.



Figura 32: Laboratorio para desarrollo de investigación básica y experimentación de nuevos trazadores PET

#### 4.2.4 Tomógrafo PET y CT para pequeños animales y estabulario

El CNA dispone de un tomógrafo PET para pequeños animales modelo Mosaic y fabricado por Philips (Figura 33). El sistema de detección del aparato está basado en 14456 cristales de GSO (ortosilicato de gadolinio activado con cerio,  $\text{Gd}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$ ) de dimensiones  $2 \times 2 \times 10 \text{ mm}^3$  y distribuidos en 52 anillos con 278 cristales cada uno. Los cristales de GSO están pegados a una guía de luz continua de 1,2 mm de grosor y con ranuras de una profundidad de 0,5 mm. Dichos cristales están conectados a un conjunto hexagonal de 288 tubos fotomultiplicadores que tienen un diámetro de 19 mm. El escáner trabaja exclusivamente en modo 3D y su resolución espacial en el centro es de 2,7 mm.

En octubre de 2008 quedó instalado un equipo de micro TAC preclínico marca Bioscan, modelo Nano CT (instalado por Philips Sistemas Médicos). El sistema Nano CT es un tomógrafo TAC helicoidal, que opera a una tensión máxima de 65 kV, y ofrece imágenes con una resolución espacial mejor que  $200 \mu\text{m}$ , con un campo de visión axial

de 270 mm y transaxial de 76 mm. Este equipo se utilizará para la obtención de imágenes de pequeños animales o de objetos de interés tecnológico o arqueológico mediante tomografía axial computerizada (TAC) con rayos X.

El equipo dispone de camillas de exploración compatibles con las del tomógrafo PET Mosaic, de forma que permite la adquisición secuencial de imágenes PET/TAC de animales de experimentación. De esta forma, y tras la fusión de las imágenes obtenidas por ambas técnicas, permite obtener una imagen única multimodalidad, que engloba la información metabólica ofrecida por la tomografía PET con la información morfológica de la tomografía axial con rayos X.



Figura 33: Sala del tomógrafo PET y CT para pequeños animales

Existe además un estabulario (Figura 34) asociado al tomógrafo capaz de albergar hasta 30 jaulas para animales de experimentación en condiciones individuales de calidad de aire. Todas las jaulas se encuentran independientes unas de otras. La figura 34 muestra en detalle el aspecto de las jaulas ubicadas en el estabulario del CNA. Este estabulario ha sido autorizado mediante resolución del 27 de septiembre del 2010 por la dirección general de producción agrícola y ganadera de la Consejería de Agricultura y Pesca de la Junta de Andalucía para la realización de procedimientos con radiotrazadores marcados con  $^{18}\text{F}$  y  $^{11}\text{C}$  para su estudio en animales mediante PET&TAC.



Figura 34: Jaulas ubicadas en el estabulario del CNA



### 4.3 Laboratorios asociados al acelerador Tandetrón de 1 MV

#### 4.3.1 Laboratorio de preparación de muestras de $^{14}\text{C}$

Como parte integrante del Servicio de Radiocarbono se ha habilitado y equipado un completo laboratorio de preparación de muestras (Figura 35). Los objetivos del mismo son el aislamiento del carbono de las muestras a medir, y la eliminación de interferentes.



Figura 35: Línea de Grafitización del Laboratorio de Radiocarbono

La preparación de las muestras antes de ser analizadas en nuestro sistema de AMS incluye un pretratamiento químico (extracción Soxhlet y tratamiento ácido-base-ácido), seguido de la combustión o disolución de carbonatos (obtención de  $\text{CO}_2$  puro), y finalizando con la grafitización y prensado de las mismas.

Como resultado, se obtiene grafito en polvo que se prensa en un cátodo de aluminio con forma cilíndrica listo para ser introducido en el carrusel de muestras de la fuente de iones del acelerador (Figura 36).

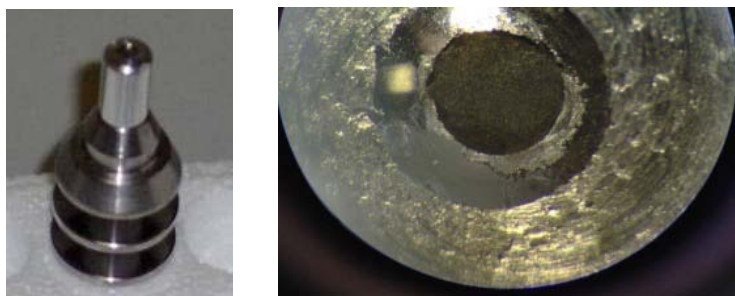


Figura 36: Cátodo de aluminio donde se sitúa la muestra grafitizada

#### 4.3.2 Laboratorio de preparación de muestras del AMS

En el laboratorio se trabaja con muestras para posteriormente poder medir los siguientes isótopos:  $^{129}\text{I}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$ ,  $^{41}\text{Ca}$ ,  $^{36}\text{Cl}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{10}\text{Be}$  y  $^{236}\text{U}$ , entre otros. Para ello, y en función de la matriz en la que se encuentren los radioisótopos de trabajo, se utilizan diferentes métodos de preparación de las muestras, cuyo objetivo principal es aislar el isótopo de interés del resto de posibles interferentes para su futura medida por AMS.



Figura 37: Laboratorio de preparación de muestras para AMS

Estos métodos pueden incluir entre otros:

- Digestión
- Digestión ácida



- Digestión ácida con flujo de gas inerte
- Digestión por microondas
- Resinas de intercambio iónico

Finalmente, y después de la mayor purificación posible, las muestras se prensan en un cátodo de cobre o aluminio (en función del isótopo de interés) en un sistema paralelo al del laboratorio de preparación de muestras de  $^{14}\text{C}$ .

---

## **5. Aplicaciones**

---

## **5. Aplicaciones**

---

### **5.1 Aplicaciones del acelerador Tándem de 3 MV**

---

Los campos de aplicación de las líneas de investigación desarrolladas por esta Unidad, tanto en el acelerador tándem como en el ciclotrón, en estos dos últimos años son principalmente: Biomedicina, Ciencia de Materiales, Medio Ambiente, Patrimonio Cultural y Espacio.

#### **5.1.1 Medioambiente**

En el campo de las Ciencias Medioambientales, se han desarrollado diversos proyectos de aplicaciones muy específicas. En el caso de los Estudios Medioambientales las técnicas de análisis multielementales, como PIXE y PIGE, permiten un análisis rápido y de gran sensibilidad de grandes volúmenes de muestras, lo que facilita enormemente estudios estadísticos de gran importancia en temas tales como control de aguas, aire, sedimentos, etc...

Caben destacar estudios sobre:

- Partículas calientes procedentes de Palomares (España) y Thule (Groenlandia). La contaminación producida en estos dos escenarios es consecuencia de accidentes aéreos en los que se liberaron bombas nucleares que al impactar contra el suelo explotaron, esparciéndose así parte del combustible nuclear que contenían.
- Eflorescencias. Las eflorescencias son residuos sólidos cristalinos que se forman al evaporarse las aguas utilizadas en el proceso de transporte de los fosfoyesos generados en la producción de ácido fosfórico a su lugar de almacenamiento. Estas eflorescencias se han encontrado dispersas en marismas de las rías del Tinto y el Odiel, en las cercanías de la industria productora de ácido fosfórico más grande de Europa y pueden estar enriquecidas en varios metales pesados y radionucleidos naturales, por lo que su análisis elemental es necesario para poder evaluar su impacto ambiental.

#### **5.1.2 Biomedicina**

También en Medicina y Biología son muy numerosos los trabajos realizados en el análisis de tejidos y fluidos orgánicos en busca del origen o del tratamiento adecuado de distintas enfermedades. Además, dado que con iones pesados puede lograrse una deposición muy localizada de energía, se han abierto nuevas perspectivas en el tratamiento de tumores por radioterapia utilizando aceleradores de iones.

#### **5.1.3 Ciencias de materiales**

El uso del acelerador tándem de 3 MV ha sido de especial relevancia para investigar numerosos problemas relacionados con la Ciencia de Materiales. Un gran número de los trabajos realizados han tenido como meta el estudio de la composición de las

muestras analizadas y su correlación con las propiedades físicas de las mismas, recurriendo para ello a las diversas técnicas analíticas de las que dispone el CNA, tales como RBS, PIXE, NRA, PIGE y ERD.

En el área de las aplicaciones en Ciencias de Materiales es donde sin duda el impacto de las técnicas nucleares basadas en el uso de aceleradores ha tenido un mayor relieve. Así, se han publicado trabajos que utilizan las técnicas nucleares de análisis y modificación de materiales prácticamente con todo tipo de materiales: aleaciones metálicas, superconductores, semiconductores, aislantes, materiales compuestos, cerámicas, etc. Los aspectos más relevantes han sido la alta sensibilidad, relativa sencillez, gran precisión y carácter no destructivo de las técnicas de análisis, y la posibilidad de modificar profundamente las propiedades, no sólo eléctricas, sino también mecánicas y térmicas de los distintos materiales, fundamentalmente mediante la implantación iónica.

#### 5.1.4 Patrimonio cultural

En el estudio del Patrimonio Histórico y Cultural los análisis científicos son cada vez más importantes y representan un magnífico complemento a los estudios tradicionales. La colaboración interdisciplinaria de restauradores, historiadores, arqueólogos, físicos, y químicos, entre otros, ofrece una información mucho más amplia y detallada sobre las obras de arte, su composición, el proceso de elaboración y los materiales usados.

Dentro del ámbito del arte y la arqueometría son importantes las técnicas basadas en el acelerador Tándem por permitir análisis no destructivos, multielementales, de alta sensibilidad y rápidos. Se han llevado a cabo estudios de diversos materiales como metales, cerámicas, vidrios, papel, etc, y objetos de cualquier tamaño al disponer de una línea de haz externo que evita la extracción de muestras en piezas de gran valor.

Se han llevado a cabo trabajos de análisis no destructivo sobre diversos materiales, tanto en cámara de vacío como en línea de haz externo.

En el estudio de metales de valor patrimonial, se han realizado las primeras pruebas de análisis de estructuras de capas, obteniéndose valiosos resultados en piezas doradas tanto con sustratos de plata como de bronce. Así, mediante la combinación de las técnicas RBS y PIXE ha sido posible determinar la composición y espesor de la capa de oro y de la pieza de metal que ha sido dorada, así como establecer el método de dorado utilizado en su fabricación.

#### 5.1.5 Centro para Ensayos de Irradiación

Se ha afianzado el establecimiento del Área de Irradiación del CNA que comprende toda la investigación que implica la realización de ensayos de fiabilidad en dispositivos susceptibles de ser utilizados en ambientes críticos de radiación, como el entorno espacial o los experimentos de física nuclear de altas energías.

Las líneas de trabajo habitual son la microsonda de vacío, la línea movable de irradiación e implantación y la de haz externo del ciclotrón.

#### 5.1.6 Física Nuclear

La unidad de investigación de FNB trabaja en colaboración con instituciones europeas que son líderes en el desarrollo de instrumentación nuclear.

La implementación correcta de dichos detectores conlleva al desarrollo de sistemas electrónicos suficientemente rápidos, que sean capaces de procesar las altas corrientes y tasas de conteos detectadas. Este hecho define otra línea de investigación específica en la que actúa la unidad de FNB.

La unidad de FNB del CNA mantiene una continua y sistemática investigación en medidas y análisis experimentales y teóricos de reacciones nucleares con núcleos estables y exóticos.



## 5.2 Aplicaciones del ciclotrón

---

Los fines de este acelerador son:

-Producción de los radioisótopos necesarios para las exploraciones con la técnica de tomografía de emisión de positrones (PET), y síntesis de los radiofármacos marcados con  $^{11}\text{C}$ ,  $^{13}\text{N}$ ,  $^{15}\text{O}$ ,  $^{18}\text{F}$ .

-Técnicas de irradiación con protones de materiales de interés tecnológico y/o biológico para estudios de daño por irradiación e implantación iónica (línea de haz externo de investigación).

-Exploraciones de pacientes por técnica PET.

-Estudio y desarrollo de nuevos fármacos para la técnica PET.

-Exploraciones de roedores por técnica PET en escáner específico (microPET) para investigación.

## 5.3 Aplicaciones del acelerador Tandetrón de 1 MV

---

### 5.3.1 Clima y paleoclima

Los hielos polares preservan información acerca de los radionúclidos producidos en la atmósfera. La medida de  $^{14}\text{C}$ ,  $^{10}\text{Be}$  y  $^{36}\text{Cl}$  en hielos polares ha proporcionado interesantes datos acerca del clima en el pasado, así como de la presencia de gases invernadero a lo largo del tiempo. Toda esta información ayuda evidentemente a la comprensión del fenómeno del clima en la actualidad.

### 5.3.2 Oceanografía

La medida de  $^{14}\text{C}$  en aguas oceánicas se ha usado ampliamente para estimar mezclas de capas de aguas, tiempos de residencia medio de aguas profundas, así como la circulación de aguas y el transporte de calor desde las latitudes bajas a las altas, lo cual es clave en estudios sobre el clima.

A partir de los vertidos de  $^{129}\text{I}$  al Mar de Irlanda producidos por la central de reprocesamiento de combustible nuclear de Sellafield, se ha obtenido una información muy precisa acerca de la circulación oceánica en el Atlántico Norte y el Ártico, incluyendo tiempos de tránsito de las masas de agua.

### 5.3.3 Hidrología

La medida de  $^{36}\text{Cl}$  en aguas subterráneas es un bien conocido método para la datación de las mismas, lo que permite analizar la evolución temporal de determinados acuíferos.

### 5.3.4 Sedimentos

Al igual que los hielos polares, los sedimentos pueden considerarse archivos que contienen información de los cambios ambientales que se dan a lo largo del tiempo: cambios climáticos, cambios en el nivel del mar, etc. La medida de  $^{14}\text{C}$  en las capas sedimentarias permite datar dichos cambios hasta unos 50000 años. El uso de  $^{10}\text{Be}$  permite extender más atrás en el tiempo la cronología del suceso ambiental.

### 5.3.5 Intercambio atmósfera-océano

De igual interés son las medidas realizadas de  $^{129}\text{I}$  y  $^{36}\text{Cl}$  en diversas muestras ambientales: filtros atmosféricos, aguas de lluvia. Más allá del interés radiológico de las medidas realizadas, la caracterización de fenómenos de intercambio entre masa gaseosas generadas en el mar y el continente puede ayudar a entender la influencia del mar en el comportamiento ambiental de las regiones costeras.

### 5.3.6 Control de instalaciones nucleares, actuales y antiguas

Las mismas medidas anteriores han ayudado a demostrar la llegada de los vertidos provenientes de las centrales de reprocesamiento del combustible nuclear de Sellafield, Mar de Irlanda, así como de La Hague, Canal de La Mancha, al Sur de la

Península Ibérica. Adicionalmente, el  $^{14}\text{C}$  se produce en las centrales nucleares. Su medida en los alrededores ayuda a controlar las emisiones radiactivas de las mismas.

Son muy valiosas las medidas de  $^{14}\text{C}$  y  $^{129}\text{I}$  en aguas del Atlántico Norte, el Ártico y el Noroeste del Pacífico. Ellas han permitido evaluar las actividades de depósito de desechos radiactivos en el fondo oceánico.

La medida de  $^{36}\text{Cl}$ ,  $^{14}\text{C}$  y  $^{129}\text{I}$  en aguas subterráneas de los atolones de Mururoa y Fangataufa han permitido evaluar los efectos a largo plazo de las pruebas militares de tipo nuclear realizadas en los citados lugares.

La medida de  $^{236}\text{U}$  y de las relaciones isotópicas entre isótopos de Pu y U permite la comprobación del cumplimiento del Tratado de No Proliferación por parte de los países signatarios.

#### 5.3.7 Evaluación de accidentes nucleares

Actualmente se está generalizando el uso de AMS para la medida de las relaciones isotópicas  $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$  en muestras ambientales. Ello está reportando mucha información sobre las características de la contaminación remanente provocada en los accidentes de Palomares y Thule.

Las medidas de  $^{129}\text{I}$  en muestras ambientales tras el accidente de Chernobyl han permitido indagar en los efectos dosimétricos del  $^{131}\text{I}$  liberado en el accidente. Dicho isótopo de Yodo es de muy corto periodo de semidesintegración, pero de efectos radiológicos muy intensos. El uso de  $^{129}\text{I}$ , cuyo comportamiento ambiental debe ser similar, ha permitido algunos avances en el conocimiento de los efectos radiológicos del accidente.

Por último cabe destacar el uso de AMS en la medida de las relaciones isotópicas de U en muestras provenientes de Kosovo y Kuwait, buscando el uso del llamado U empobrecido en los conflictos bélicos que tuvieron lugar en las citadas zonas.

#### 5.3.8 Geología

Quizá sea en las Ciencias Geológicas donde el número de aplicaciones sea mayor o más inmediato. En hidrología, por ejemplo, los estudios de  $^{14}\text{C}$ ,  $^{36}\text{Cl}$  y  $^{129}\text{I}$  son muy útiles como trazadores naturales, o incluso como datadores, en estos sistemas.

En vulcanología se estudia el transporte de  $^{10}\text{Be}$  de los sedimentos marinos al magma, lo que contribuye al estudio de la tectónica de placas.

En glaciología, cada vez existen más datos de radionucleidos como  $^{10}\text{Be}$  y  $^{36}\text{Cl}$  en testigos de hielo, no sólo en latitudes altas, sino en latitudes medias, de mayor importancia si cabe dado que la población mundial se concentra en estas latitudes. Estos mismos radionucleidos, combinados con el estudio del  $^7\text{Be}$ , proporcionan mucha

información sobre los procesos de producción y redistribución atmosférica de los mismos.

Y por último podemos señalar la capacidad de datación por exposición superficial a los rayos cósmicos de rocas y material extraterrestre.

#### 5.3.9 Biomedicina

También en las Ciencias Biomédicas el AMS ha permitido realizar nuevos estudios. Gracias a la gran sensibilidad de la técnica, es posible utilizar cantidades minúsculas de radioisótopos para trazar ciertos procesos fisiológicos, de modo que el riesgo por irradiación sea nulo.

Al poder utilizar además radionucleidos con semivida muy larga, se pueden llevar a cabo estudios tanto a corto como a largo plazo. Así, encontramos estudios relacionados con el metabolismo del aluminio, ( $^{26}\text{Al}$ ), estudios del ADN con  $^{14}\text{C}$ , o del metabolismo del calcio, ( $^{41}\text{Ca}$ ), y sus posibles implicaciones en la osteoporosis. También utilizando la técnica de AMS se han realizado trabajos en los que se reconstruye la dosis de neutrones recibida en Hiroshima y Nagasaki como consecuencia de los bombardeos.

#### 5.3.10 Astrofísica

La Astrofísica también se beneficia de la sensibilidad de AMS. Un primer punto de estudio son los rayos cósmicos, que de hecho producen muchos de los radionucleidos comúnmente medidos mediante AMS, como  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{36}\text{Cl}$ ,  $^{41}\text{Ca}$  y  $^{129}\text{I}$ . Mediante el estudio de estos radionucleidos en diferentes compartimentos naturales, como meteoritos, testigos de hielo o sedimentos, se puede obtener mucha información sobre los rayos cósmicos.

Por otro lado, se ha comprobado la anticoincidencia entre las fases de actividad solar y la concentración de  $^{10}\text{Be}$  en testigos de hielo. Esto permitirá reconstruir esta actividad solar más allá de los datos existentes.

#### 5.3.11 Arqueología

La Arqueología ha dado el mayor empuje a la técnica, gracias a las mejoras que se han podido introducir en la medida de  $^{14}\text{C}$  para realizar la datación. El hecho de poder alcanzar una sensibilidad mayor, en menos tiempo, y con una cantidad mucho menor de muestra, ha provocado numerosos trabajos en AMS relacionados con la determinación de este radionucleido.

En este mismo campo han aparecido trabajos que estudian la posibilidad de datar material óseo a partir de  $^{41}\text{Ca}$ , lo que permitiría extender el rango de datación mucho más allá que en el caso del  $^{14}\text{C}$ , ya que la semivida del  $^{41}\text{Ca}$  es aproximadamente cien mil años, unas veinte veces más que el  $^{14}\text{C}$ . Sin embargo, la variación del cociente  $^{41}\text{Ca}/\text{Ca}$  en las muestras contemporáneas hace que esta posibilidad no parezca demasiado adecuada.

---

## **6. Futuras instalaciones**

---



## 6. Futuras instalaciones

### 6.1 Irradiador de $^{60}\text{Co}$

El CNA dispondrá de un irradiador de  $^{60}\text{Co}$  lo que le permitirá desarrollar estudios de irradiación complementarios con los desarrollados en la línea de investigación de irradiación del acelerador Tándem de 3 MV.

Este nuevo equipamiento consistirá en una fuente de  $^{60}\text{Co}$  Gammabeam® X200 (GBX200). Se trata de es uno de los irradiadores de investigación más versátiles disponibles hoy en día. El GBX200 tiene una fuente de cobalto-60 ( $^{60}\text{Co}$ ) de 434 TBq (11725 Ci) generando una tasa de dosis de 800 cGy / min a 50 centímetros de la fuente. La máxima tasa de kerma en aire a 100 cm es de 200 cGy/min (120 Gy/h).

Dispone de controles para un fácil uso y características de seguridad que cumplen o exceden todas las regulaciones aplicables.



Figura 38: Irradiador de  $^{60}\text{Co}$

El objetivo inicial de esta nueva instalación del CNA es la realización de estudios de fiabilidad de componentes electrónicos utilizados en tecnología aeroespacial mediante

irradiación con haces de  $^{60}\text{Co}$ , según la norma de la Agencia Espacial Europea ESA/SCC Basic Specification Nº 22900 (Total Dose Steady-State Irradiation Test Method).

Dada la versatilidad del sistema a instalar, es posible asimismo su aplicación a:

- Estudio del cambio en las propiedades térmicas, eléctricas o mecánicas en materiales en ambiente de radiación (Ciencia de Materiales).
- Metrología de radiaciones ionizantes.
- Irradiación de tejidos o muestras biológicas en investigación.

## 6.2 MICADAS

Un nuevo acelerador, denominado MICADAS (**M**ini **r**adio**C**arbon **D**ating **S**ystem), dedicado exclusivamente a datación por  $^{14}\text{C}$ , será otra de las grandes incorporaciones a las instalaciones del Centro Nacional de Aceleradores. Está basado en la técnica de espectrometría de masas con aceleradores (AMS) ya empleada en el acelerador Tandetrón de 1 MV del CNA. Se pretende así disponer de un sistema destinado exclusivamente a la datación por  $^{14}\text{C}$ , destinando el acelerador Tandetrón a la determinación de otros radioisótopos.

El sistema MICADAS está fabricado en el ETH (Swiss Federal Institute of Technology Zurich), por su Laboratorio de Física de Haces de Iones. Se trata de un sistema de AMS (Accelerator Mass Spectroscopy) dedicado específicamente al análisis de muestras para la determinación de  $^{14}\text{C}$ .

Antes del análisis, toda muestra se somete a un proceso de transformación en grafito (grafitización), del cual resulta una muestra sólida que se introduce en el sistema para la determinación de  $^{14}\text{C}$ .

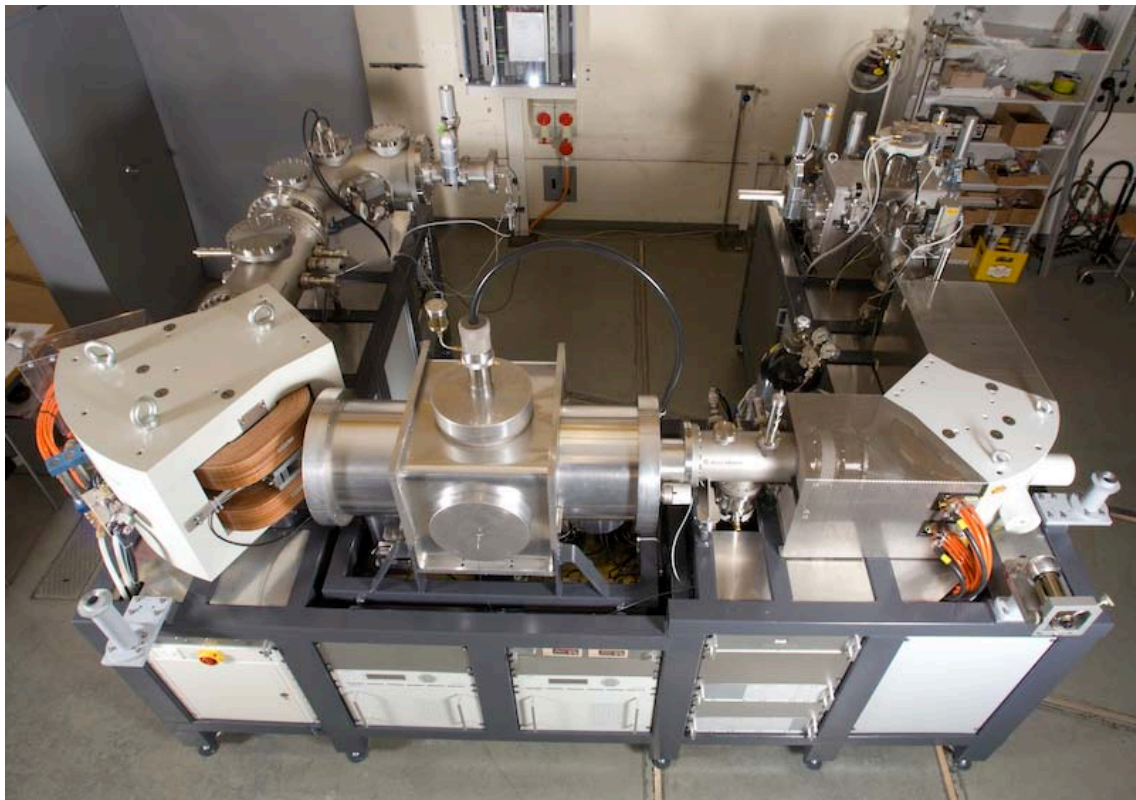


Figura 39: Sistema similar al MICADAS

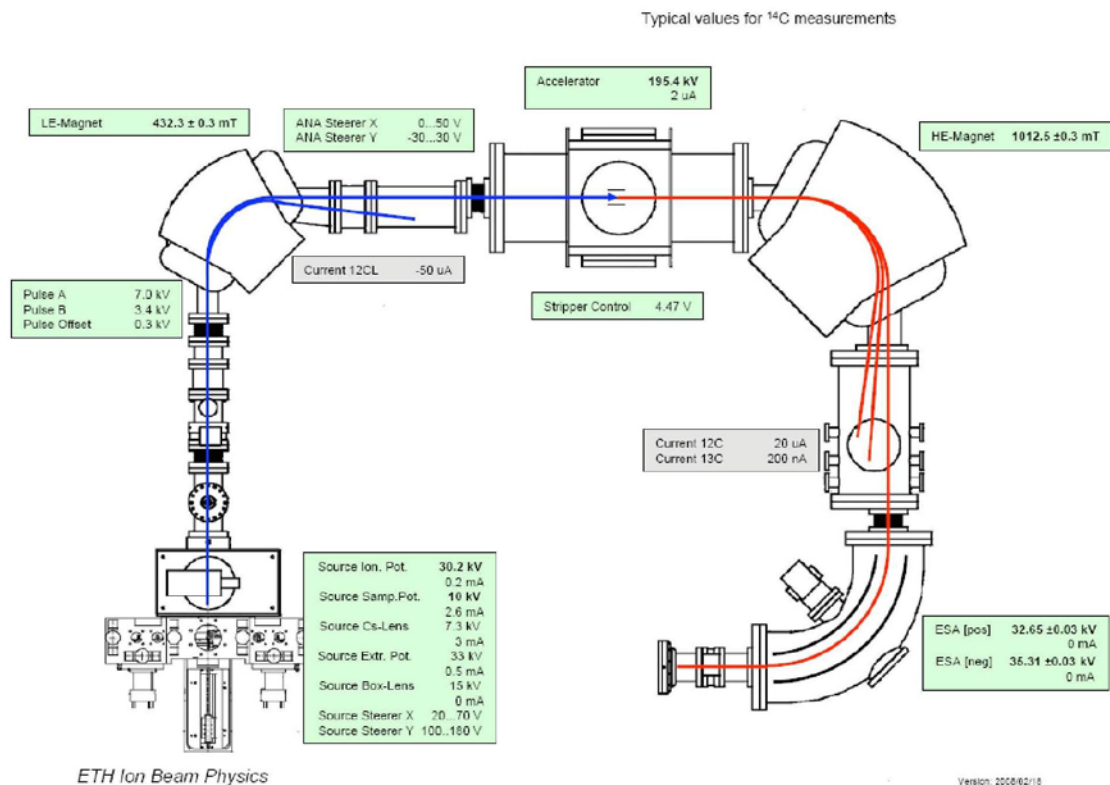
En la imagen de la Figura 39, se aprecia el aspecto de un sistema similar. Está compuesto por una fuente de iones, un portamuestras, un primer imán analizador que

dobra el haz, el terminal de alto voltaje, un segundo imán analizador-deflector, y un sistema de detección de iones deflectados según la técnica habitual de un espectrómetro de masas convencional.

Los iones negativos de carbono que se inyectan en el sistema tras ser bombardeadas las muestras de grafito por iones de  $\text{Cs}^+$ , son acelerados mediante una fuente de tensión convencional de 200 kV, y tras pasar por este terminal y ser cambiada la carga de negativa a positiva mediante un gas de stripping, son repelidos hacia un imán analizador convencional en los equipos de espectrometría de masas. El sistema que se va a instalar es extremadamente reducido en tamaño y complejidad en relación con, por ejemplo, el acelerador Tandetrón de 1 MV que se utiliza para la misma técnica en el Centro.

El interés de la instalación de este nuevo acelerador reside en el hecho de que es útil utilizar rangos de energías más bajos para radiocarbono, en torno a 200 KV, con el consiguiente empleo de sistemas más compactos para ello. Se trata de un sistema de  $2.5 \times 3 \text{ m}^2$ , aproximadamente.

Se aceleran haces de un ión pesado como el carbono, a una energía baja como para producir ningún tipo de reacción nuclear secundaria, ni neutrones. La radiación de frenado de los iones de carbono es despreciable.



Como conclusión, el uso de este nuevo acelerador permitirá el empleo de instrumentación más reducida de tamaño, barata y simple para AMS.

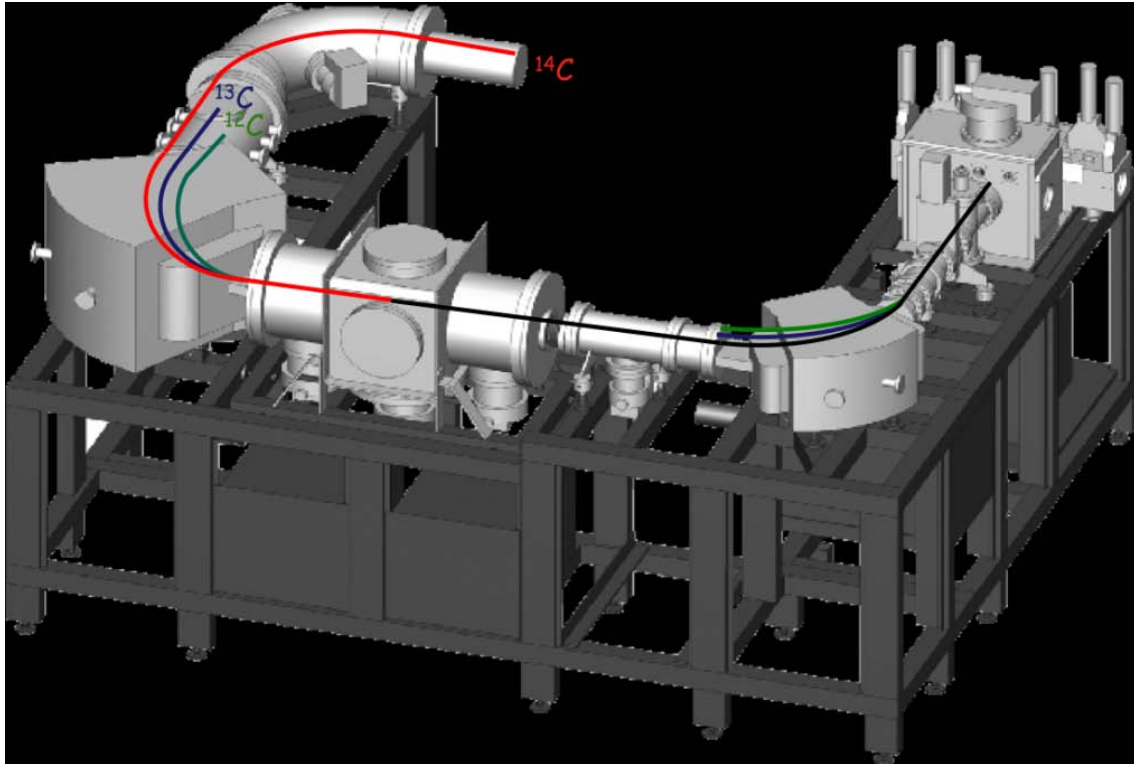


Figura 40: Esquema del MICADAS



### 6.3 Escáner PET/TAC para humanos

En breve, el Centro Nacional de Aceleradores dispondrá de un escáner PET/TAC para humanos, lo que permitirá recibir pacientes en las instalaciones del CNA y tratarlos directamente sin tener que enviar los radiofármacos fuera del centro.

El centro dispone de un ciclotrón (Más información en capítulo 2, apartado 2.3 “Ciclotrón (Cyclone 18/9 MeV)”), el cual permite fabricar radioisótopos de vida media corta, tal y como el  $^{11}\text{C}$  (vida media en torno a 20 minutos), que no pueden ser enviados a centros externos al CNA debido al corto periodo de vida. Este hecho junto con la adquisición de este nuevo equipamiento, escáner PET/TAC, se podrán llevar a cabo estudios en el CNA con radiofármacos que no podrían realizarse en otros centros.

Se trata de un escáner PET/TAC fabricado por Siemens y suministrado por Siemens España, modelo Molecular CT (mCT-64). Las características técnicas resumidas son:



Figura 41: PET/TAC para humanos

#### Escáner PET:

- Tipo cristal: LSO.
- Tamaño cristal: 4x4x20 mm.

- Número de anillos detectores: 39.
- Tecnología de adquisición y procesado considerando la corrección por tiempo de vuelo (TOF).
- Diámetro del gantry: 78 cm.
- Tiempo de adquisición y procesado para una exploración de cuerpo completo: Menos de 10 minutos con actividades entre 5 y 10 mCi.

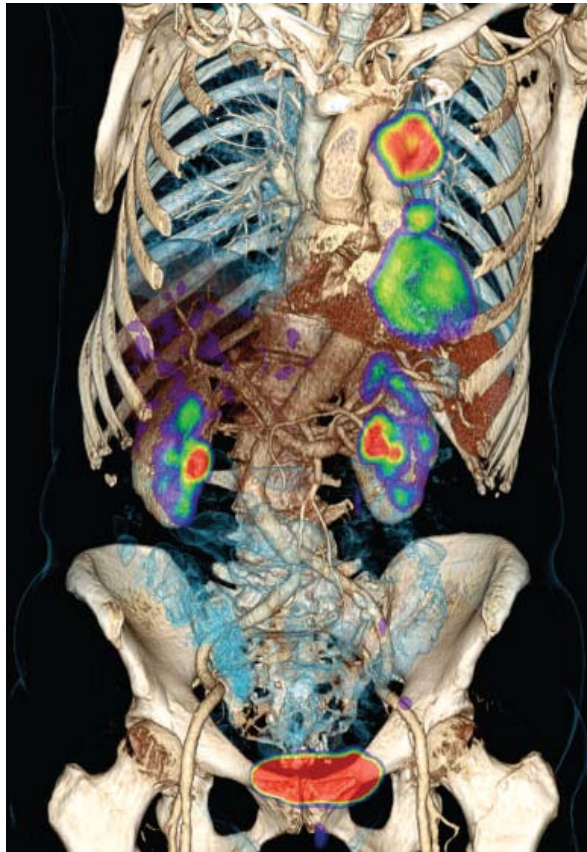


Figura 42: Imagen PET/TAC

#### Escáner TAC:

- Tipo de detector: Cerámico ultrarápido.
- Número de cortes por rotación: 32x2
- Anchura máxima del haz colimado de rayos X: 19 mm.
- Tiempos de rotación: 0.33, 0.5, 1 segundos.
- Potencia del generador de rayos X: 80 kW.
- Tensión del tubo de rayos X: Entre 80-140 kV.
- Intensidad de corriente de tubo: Entre 28 y 400 mA a 140 kV.
- Factores de pitch disponibles para exploraciones helicoidales: de 0.35 a 1.5.
- Filtración total permanente: Equivalente a 6.8 mm Al.
- Velocidad de barrido: 87 mm/s.
- Información dosimétrica del paciente (CTDI y DLP).
- Modulación del valor de la intensidad de corriente de tubo en función del espesor del paciente.





**2011**

## **Unidad de Divulgación Científica del CNA (UDC)**

**Avda. Thomas Alva Edison nº 7  
(Parque Tecnológico Cartuja ´93-41092-Sevilla)  
Phone: (+34) 954.460.553 (Ext: 235) // Fax: (+34) 954.460.145  
[www.institucional.us.es/divulgacioncna](http://www.institucional.us.es/divulgacioncna)  
[divulgacion-cna@us.es](mailto:divulgacion-cna@us.es)**

