

LE TECNICHE AMS (ACCELERATOR MASS SPECTROMETRY) E IBA (ION BEAM ANALYSIS) DEL CEDAD PER LO STUDIO DEI BENI CULTURALI, AMBIENTALI E PER LA SCIENZA DEI MATERIALI

*Lucio Calcagnile**

*CEDAD, Centro di Datazione e Diagnostica, Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione Università del Salento, via per Monteroni, 73100, Lecce Tel. 0832 295050, Fax 0832 29508, email: lucio.calcagnile@unisalento.it

Abstract

Gli acceleratori di particelle sono diventati un potente strumento per la diagnostica dei materiali in molti campi di ricerca. Questo articolo descrive la facility AMS-IBA installata presso il CEDAD – Centro di Datazione e Diagnostica dell'Università del Salento e riporta alcune applicazioni in Archeologia, Scienze ambientali e Scienza dei materiali.

1. Introduzione

Gli acceleratori elettrostatici di particelle con tensioni di accelerazione dell'ordine del MV trovano applicazioni in numerose branche della ricerca scientifica dall'archeologia alla scienza dei materiali, dalla geologia alle scienze ambientali.

Gli acceleratori di tipo Tandem costituiscono il nucleo fondamentale dei sistemi per la spettrometria di massa con acceleratore per la datazione con il radiocarbonio. In questo campo l'ottimizzazione del design dei sistemi di accelerazione, trasporto del fascio e misura consente di determinare l'età di una vasta tipologia di campioni con precisioni dell'ordine dello 0.2-0.3 % e con quantità di materiale circa 1000 volte inferiori di quelle richieste dalla tecnica convenzionale.

Inoltre lo studio dei meccanismi di interazione tra fasci di particelle cariche di energia del MeV con la materia ha consentito di mettere a punto una serie di tecniche spettroscopiche per l'analisi composizionale (dette Tecniche di Analisi con Fasci Ionici) divenute strumenti fondamentali di indagine in numerosi campo di ricerca.

Da un punto di vista tecnologico due opposte tendenze sono emerse negli ultimi anni. Da un lato la ricerca si è spinta verso la messa a punto di sistemi compatti con ridotte tensioni di accelerazione (< 1 MV), esclusivamente dedicati alla spettrometria di massa per la datazione con il radiocarbonio, e dall'altro sono stati sviluppati sistemi integrati ad elevato grado di versatilità con tensioni di accelerazione generalmente comprese tra 1.7 e 5 MV in cui lo

stesso acceleratore viene utilizzato sia per la spettrometria AMS che per analisi con fasci ionici e impiantazione ionica di alta energia [1].

A quest'ultimo tipo di installazione appartiene il sistema AMS/IBA in funzione presso il CEDAD (Centro di Datazione e Diagnostica) (Figura 1) dell'Università del Salento in cui sullo stesso acceleratore sono integrate 5 linee sperimentali per:

- AMS: Spettrometria di massa con acceleratore;
- RBS: Rutherford Backscattering Spectrometry;
- PIXE: Particle Induced X-Ray Emission (in vuoto ed in aria);
- II: Impiantazione Ionica di alta energia;
- μ -beam: Microfascio nucleare.



Figura 1: La sala acceleratore Tandetron del CEDAD, Università del Salento

1.1 Gli acceleratori di particelle di tipo tandem

Gli acceleratori di tipo *Tandem* sono acceleratori elettrostatici lineari in cui le particelle cariche vengono accelerate per effetto di un campo elettrico stazionario. In un acceleratore di questo tipo il processo di accelerazione degli ioni avviene in due fasi (Figura2).

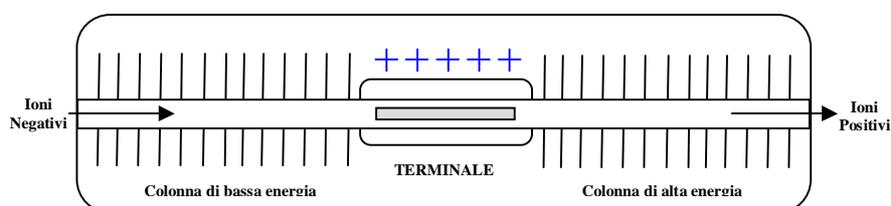


Figura 2: Schema di principio di un acceleratore di tipo Tandem

In una prima fase gli ioni, di carica elettrica $q_0 < 0$, sono accelerati verso la parte centrale dell'acceleratore, detta terminale, mantenuto ad un potenziale positivo V_t acquisendo energia cinetica E_1 :

$$E_1 = q_0 V_t \quad (1.1)$$

In corrispondenza del terminale dell'acceleratore gli ioni negativi, perdono elettroni per effetto dell'interazione con uno *stripper* solido o gassoso, assumono una carica elettrica $q_{HE} > 0$ e, vengono, quindi, ulteriormente accelerati verso l'uscita dell'acceleratore posta a potenziale di terra. L'energia totale E acquisita dagli ioni è quindi:

$$E = (q_0 + q_{HE}) V_t \quad (1.2)$$

dove q è espresso in unità di carica dell'elettrone ($e = 1.60206 \times 10^{-19}$ C), V_T in MV ed E in MeV.

Gli ioni all'uscita dell'acceleratore presentano una distribuzione di stati di carica che è una funzione complessa di numerosi parametri quali l'energia, la velocità delle particelle e la densità dello stripper [2,3].

Tipicamente, iniettando ioni di ^{12}C di carica pari a $q_0 = -1$, si estraggono dall'acceleratore particelle $^{12}\text{C}^{3+}$ di energia pari a 12 MeV per una tensione del terminale pari a 3 MV.

La formula (1.2) può essere generalizzata nella (1.3) per calcolare l'energia di un frammento molecolare di massa M_2 prodottosi nello stripper per effetto della rottura di una specie ionica di massa $M_1 > M_2$ iniettata nell'acceleratore in forma molecolare:

$$E = (q_0 + \frac{M_1}{M_2}) V_t \quad (1.3)$$

Ne consegue che, per accelerare particelle cariche ad energie dell'ordine dei MeV, è necessario raggiungere, in corrispondenza del terminale dell'acceleratore, potenziali elettrostatici dell'ordine del MV. Tipicamente questo viene realizzato secondo due tipologie differenti di generatori di alta tensione: i generatori di tipo Van der Graaff e i generatori a stato solido [4].

Nei sistemi di tipo *Van der Graaff* l'alta tensione viene raggiunta trasferendo, mediante una cinghia o una catena, la carica elettrica al terminale dell'acceleratore. Attualmente il maggiore produttore di sistemi di questo tipo è la NEC (National Electrostatic Corporation) (www.pelletron.com).

I *sistemi a stato solido* sono essenzialmente basati su un circuito risonante RLC detto di Cockroft e Walton, costituito da un generatore a radiofrequenza, connesso, tramite un induttanza, a due elettrodi (*dinodi*). I dinodi sono capacitativamente accoppiati con una serie di diodi di alta potenza che vengono utilizzati per rettificare la tensione a radiofrequenza e moltiplicare il segnale fino ad ottenere la tensione continua in corrispondenza del terminale. Il maggior produttore di sistemi di questo tipo (commercialmente noti con il nome di TandetronTM) è la High Voltage Engineering (www.highvolteng.com).

In entrambe le tipologie di sistemi di generazione, al fine di evitare scariche, tutte le parti ad alta tensione sono mantenute in una atmosfera di gas isolante, ad elevata costante dielettrica, generalmente costituita da SF₆ (Esafluoruro di Zolfo) o da miscele di altri gas, ad esempio CO₂+N₂.

Non entreremo qui nel dettaglio dei vantaggi e degli svantaggi che ciascuno dei due sistemi, inevitabilmente, presenta. Ricordiamo solo che l'assenza di parti mobili in movimento costituisce un significativo vantaggio dei sistemi a stato solido in termini di affidabilità ed esigenze di manutenzione. Anche le correnti massime di fascio sopportabili sono in genere superiori nei sistemi a stato solido. I sistemi di tipo Van der Graff, d'altro canto, risultano

essere molto meno sensibili a fenomeni di scarica (*spark*) di alta tensione dei sistemi a stato solido.

L'acceleratore in funzione presso il CEDAD è un acceleratore Tandetron (Mod. 4130 HC) della High Voltage Engineering con una tensione massima di accelerazione di 3 MV e un sistema a gas argon per lo stripping di carica.

2. Spettrometria di massa con acceleratore

Il metodo di datazione con il radiocarbonio, sviluppato nell'immediato secondo dopoguerra da W. Libby, è diventato nel corso degli anni uno strumento fondamentale di indagine in numerosi campi di ricerca quali l'archeologia, la paleontologia umana, la geomorfologia, l'oceanografia e la climatologia.

Il metodo si basa sulla misura della concentrazione dell'isotopo cosmogenico radioattivo del carbonio, il ^{14}C , nel campione da analizzare.

Il radiocarbonio prodotto negli strati alti dell'atmosfera per effetto dell'interazione dei raggi cosmici con l' ^{14}N , viene ossidato, prima dall'ossigeno atmosferico e poi dal radicale OH ad anidride carbonica $^{14}\text{CO}_2$ ed in questa forma entra, insieme alle due forme stabili di anidride carbonica ($^{12}\text{CO}_2$ e $^{13}\text{CO}_2$), nelle diverse riserve di carbonio del nostro pianeta (atmosfera, oceani, litosfera e biosfera).

In particolare in un organismo vivente la concentrazione di radiocarbonio rimane costante e pari (almeno in prima approssimazione) al valore presente nella sua riserva di radiocarbonio e ciò per l'instaurarsi di una condizione di equilibrio dinamico per il quale il ^{14}C che decade radioattivamente o che viene rilasciato verso l'esterno per effetto dei processi biologici, è compensato dal ^{14}C assorbito attraverso la dieta o, per i vegetali, attraverso i processi di fotosintesi. Con il sopraggiungere della morte dell'organismo, questa condizione di equilibrio dinamico viene a mancare e la concentrazione N di radiocarbonio inizia a decadere, dal suo valore iniziale N_0 seguendo la legge esponenziale di decadimento radioattivo:

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (2.1)$$

Dove λ è la costante di decadimento radioattivo.

Il processo avviene con un tempo di dimezzamento $t_{1/2}$:

$$t_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} = 5730 \pm 40 \text{ anni} \quad (2.2)$$

Dalla (2.2) deriva che la misura della concentrazione $N(t)$ di radiocarbonio presente in un campione al tempo t , una volta noto il valore N_0 , consente di ricavare il tempo t trascorso dalla morte dell'organismo:

$$t = -\frac{1}{\lambda} \ln \left(\frac{N}{N_0} \right) \quad (2.3)$$

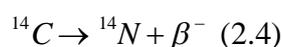
Accenniamo soltanto qui che l'applicazione reale del metodo è complicata dal fatto che la concentrazione di radiocarbonio nelle diverse riserve del nostro pianeta (atmosfera ed oceani, principalmente) è variata, anche in modo significativo, nel corso del tempo. In altri termini il termine N_0 della (2.3) non è costante ma è pure esso funzione del tempo.

Questo fa sì che le datazioni al radiocarbonio, convenzionalmente calcolate supponendo N_0 costante e pari al suo valore moderno, debbano essere "calibrate" in anni di calendario utilizzando delle apposite curve [5,6].

L'utilizzo della (2.3) per il calcolo dell'età di un campione richiede, quindi, da un punto di vista sperimentale, la misura del termine $N(t)$ ossia della concentrazione di atomi di ^{14}C al generico istante di tempo t successivo alla morte.

Tale determinazione può essere effettuata, sperimentalmente, secondo due tecniche: la tecnica convenzionale o del conteggio β e la spettrometria di massa con acceleratore.

Nelle tecniche "convenzionali" (*GPC: Gas Proportional Counting ed LSC: Liquid Scintillation Counting*) la concentrazione di radiocarbonio nel campione viene determinata rilevando la radiazione β ($E_{\beta}^{\max} = 158 \text{ keV}$) emessa dal campione per effetto del decadimento radioattivo del ^{14}C :



Supponiamo allora di voler datare 1 g di carbonio moderno con la tecnica tradizionale, e calcoliamo il tempo di misura necessario per ottenere una precisione statistica dello 0.5 %

(corrispondente ad una deviazione standard di 40 anni nella misura delle data al radiocarbonio). 1 g di carbonio è pari a 0.083 moli e contiene $N_{14}=N_a \times R = 6 \times 10^{10}$ atomi di ^{14}C , essendo N_a il numero di Avogadro ed R il valore del rapporto $^{14}\text{C}/^{12}\text{C} = 1.2 \times 10^{-12}$ per un campione moderno. Il campione emetterà, quindi, per effetto della (2.4) $N = \lambda \cdot N_{14} = 0.23$ particelle β al secondo. Ne consegue che, dovendo contare 40000 particelle β per ottenere una statistica di conteggio dello 0.5 % la misura avrà una durata di $t_m=40000/0.23 = 48$ ore.

Alternativa alle tecniche tradizionali di conteggio, la spettrometria di massa con acceleratore (AMS: Accelerator Mass Spectrometry), introdotta a partire dalla fine degli anni 70, si basa sull' estrazione diretta degli atomi di carbonio dal campione in una sorgente ionica di un acceleratore di particelle e sulla loro separazione e misura attraverso tecniche proprie della fisica nucleare.

Ricalcoliamo allora il tempo necessario per datare con una precisione dello 0.5 % solo 1 mg di un campione moderno (contro il grammo dell'esempio precedente). Nei moderni sistemi AMS rate di conteggio del ^{14}C di 40 conteggi/s sono valori di routine e questo corrisponde ad un tempo di misura $t_m=40000/40 = 16$ minuti.

Dai due esempi fatti appaiano allora evidenti i due fondamentali vantaggi della spettrometria di massa con l'acceleratore rispetto alle tecniche di conteggio β tradizionali:

- Riduzione di un fattore 1000 della quantità di materiale richiesta per l'analisi;
- Riduzione di un fattore 100 dei tempi di misura.

La possibilità, offerta dall'AMS, di datare campioni contenenti fino a 0.3 mg di carbonio elementare in tempi dell'ordine di 20-30 minuti e con precisioni del 2-3 %, ha rappresentato una vera rivoluzione nelle potenzialità applicative del metodo di datazione con il radiocarbonio, da numerosi punti di vista tra i quali qui citiamo:

- La possibilità di datare materiali o oggetti di particolare valore o importanza archeologica o culturale. Basti citare a tale proposito la datazione mediante AMS della Sacra Sindone di Torino.
- La possibilità di una più accurata selezione dei campioni. Basti citare ad esempio la possibilità di selezionare singole componenti molecolari da matrici biologiche complesse ed eterogenee [7].

La notevole complessità della strumentazione e gli alti costi per il suo acquisto e mantenimento, rappresentano invece gli svantaggi della tecnica.

2.1 Spettrometria di massa ad alta risoluzione: apparato sperimentale

La spettrometria di massa con acceleratore è una tecnica ultrasensibile per analisi isotopica. La tecnica si basa essenzialmente sull'estrazione, dal campione, degli isotopi da analizzare sotto forma di ioni, sulla loro accelerazione ad energie dell'ordine del MeV, sulla loro separazione in base al loro rapporto carica/massa ed energia/carica ed infine sulla loro rivelazione.

La Figura 3 mostra lo schema del sistema AMS-IBA in funzione presso il CEDAD dell'Università del Salento. La parte centrale del sistema rappresenta lo spettrometro AMS e può essere schematizzata come formata da due spettrometri di bassa ed alta energia connessi tramite l'acceleratore Tandetron [8].



Figura 3: Il sistema per AMS, Ion Beam Analysis ed impiantazione ionica ad alta energia del CEDAD

2.1.1 Lo spettrometro di massa di bassa energia

Nello spettrometro di bassa energia (Figura 4) un fascio di ioni negativi, prodotto in una sorgente ionica a sputtering a partire dal target solido di grafite, subisce i primi processi di selezione in base al rapporto energia/carica in un analizzatore elettrostatico ed in base al rapporto carica/massa in un magnete a 90° prima di essere iniettato nell'acceleratore.



Figura 4: Lo spettrometro di bassa energia del sistema AMS in funzione presso il CEDAD

Nella sorgente ionica un fascio di diametro pari a 0.5-0.6 mm di ioni cesio (Cs^+), prodotto per mezzo di uno ionizzatore sferico, ed accelerato ad una energia di 7 keV viene utilizzato per produrre per sputtering un fascio di ioni negativi di carbonio estratti ad una energia di 35 keV.

Il fascio prodotto nella sorgente subisce nel successivo analizzatore elettrostatico una prima analisi in base al rapporto energia carica. Gli ioni di carica q ed energia E_0 si muovono lungo una traiettoria con raggio di curvatura r dato dalla relazione:

$$r = \frac{2E_0 d}{q \Delta V} \quad (2.5)$$

Essendo ΔV la differenza di potenziale presente tra gli elettrodi dell'analizzatore posti ad una distanza d l'uno dall'altro. Un sistema di questo tipo consente, quindi, di selezionare gli ioni in base al loro rapporto E_0/q .

La Figura 5 mostra l'andamento della corrente di $^{12}\text{C}^-$ misurata all'ingresso dell'acceleratore in funzione del potenziale ΔV presente tra gli elettrodi dell'analizzatore elettrostatico sia nel caso in cui all'uscita dell'ESA ci sia o meno una apertura circolare di diametro pari a 4 mm.

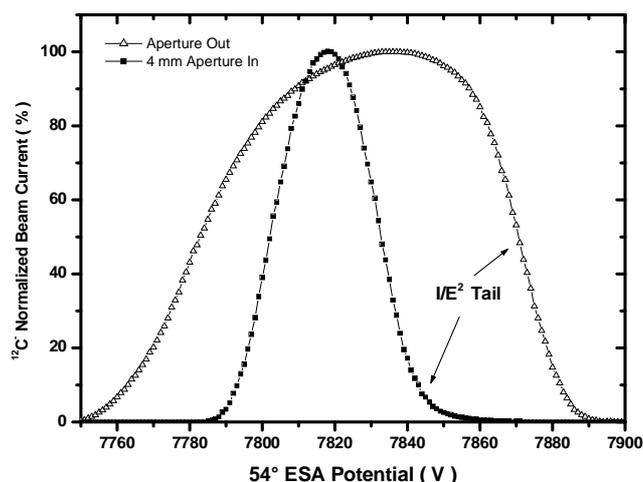


Figura 5: Corrente di ^{12}C in funzione della tensione dell'analizzatore a 54° del sistema di spettrometria di massa di bassa energia nei due casi in cui sia o meno inserita una apertura di definizione del fascio di diametro pari a 4 mm.

Nella scansione senza apertura il picco di corrente è chiaramente asimmetrico con una evidente “coda” alle alte energie [9,10]. Quando l'apertura di 4 mm è inserita il picco diviene più simmetrico e si ha, quindi, una efficace definizione dell'energia del fascio.

Il successivo magnete a 90° a doppia focalizzazione è utilizzato per effettuare la prima selezione delle particelle prodotte nella sorgente in base al loro rapporto carica/massa ovvero in base alla loro quantità di moto. In questo caso, il raggio di curvatura della traiettoria è dato da:

$$r = \frac{mV}{qB} = \frac{1}{B} \sqrt{\frac{mE}{q^2}} \quad (2.6)$$

essendo m , V , q ed E la massa, velocità, carica ed energia dello ione e B l'intensità del campo magnetico.

La Figura 6 mostra lo spettro in massa del fascio ionico prodotto nella sorgente ottenuto con il magnete a 90° .

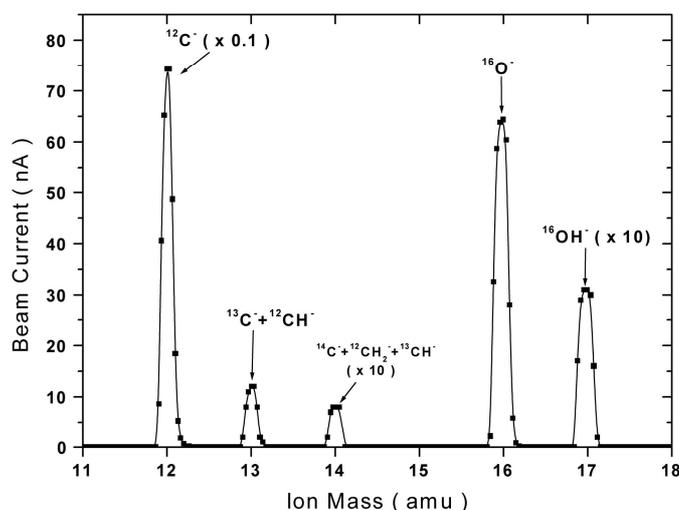


Figura 6: Spettro in massa del fascio ionico prodotto nella sorgente.

Le diverse masse sono separate ed identificate. Il picco più intenso corrisponde alla massa 12 amu ($^{12}\text{C}^-$), mentre quello meno intenso alla massa 14 amu. I picchi a massa 16 e 17 corrispondono alle specie $^{16}\text{O}^-$ e $^{16}\text{OH}^-$, rispettivamente.

La risoluzione dello spettrometro di bassa energia non è sufficiente a separare i picchi corrispondenti alle masse 13 e 14 amu che sono dati dalla convoluzione dei picchi corrispondenti alle specie monoatomiche ($^{13}\text{C}^-$, $^{14}\text{C}^-$) e degli isobari molecolari di massa corrispondente ($^{12}\text{CH}^-$ e $^{13}\text{CH}^-$ e $^{12}\text{CH}_2^-$).

2.1.2 tripping di carica ed analisi di alta energia

La separazione degli isobari molecolari dalle specie atomiche corrispondenti richiede l'accelerazione degli ioni ad una energia di 2.5 MeV con l'acceleratore e la loro interazione con il gas argon dello stripper.

Lo stripping di carica che si realizza nello stripper dell'acceleratore indebolisce, infatti, il legame chimico delle specie molecolari causandone la rottura per effetto della repulsione elettrostatica dei nuclei. La rottura degli isobari molecolari ($^{12}\text{CH}^-$, $^{13}\text{CH}^-$ e $^{12}\text{CH}_2^-$) nello stripper, porta alla formazione di "frammenti molecolari" con energia diversa da quella delle corrispondenti specie monoatomiche. La successiva analisi effettuata tramite lo spettrometro di massa di alta energia consente, quindi, di separare i contributi dei frammenti molecolari da quelli delle specie monoatomiche. Tale spettrometro (Figura 7) consiste di un magnete

analizzatore a 110° , due coppe di Faraday per la misura del ^{12}C e ^{13}C , una analizzatore elettrostatico a 33° , un magnete a 90° e un rivelatore a ionizzazione di isobutano per la misura del ^{14}C .

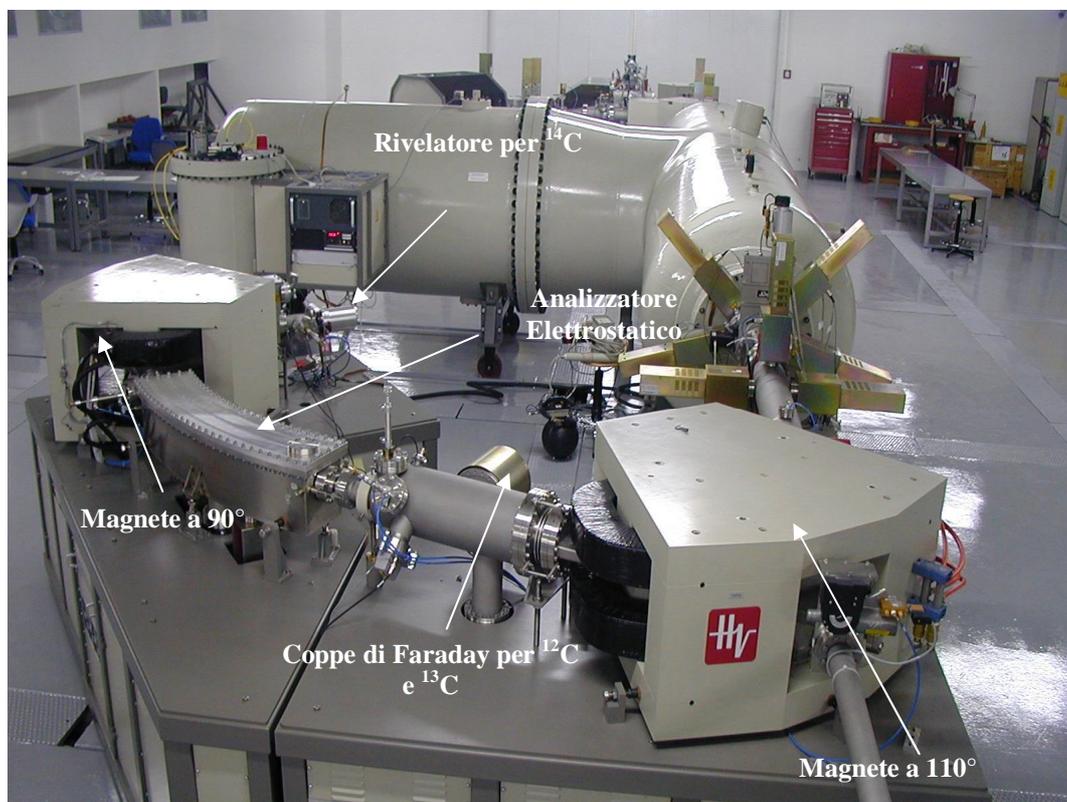


Figura 7: Lo spettrometro di alta energia del sistema AMS in funzione presso il CEDAD dell'Università del Salento.

Il magnete a 110° deflette le specie ioniche secondo la (2.6) in modo da indirizzare gli ioni $^{12}\text{C}^{3+}$ e $^{13}\text{C}^{3+}$ nelle due coppe di Faraday dove sono misurate le relative correnti e gli ioni $^{14}\text{C}^{3+}$ nel sistema formato dai due filtri aggiuntivi formati dall'analizzatore elettrostatico e dal magnete a 90° .

La figura 8 mostra la separazione delle specie ioniche all'uscita dell'acceleratore: i frammenti molecolari sono chiaramente distinti dagli ioni iniettati come specie monoatomiche nell'acceleratore.

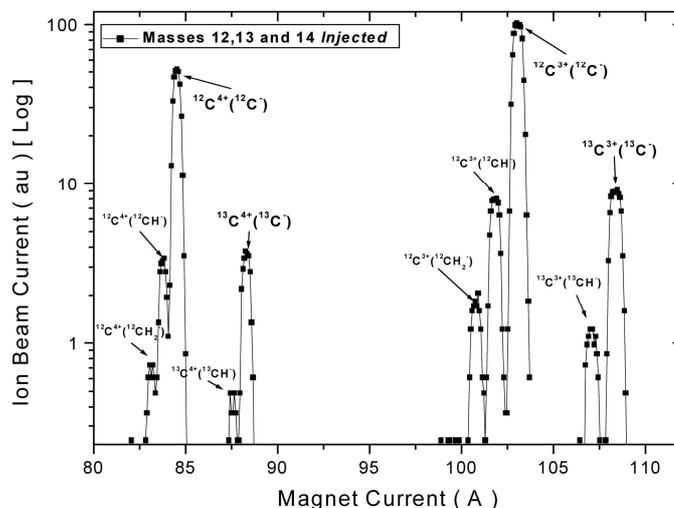


Figura 8: Spettro in massa del fascio ionico di alta energia ($E=10$ MeV).

2.1.3 Precisione, accuratezza e sensibilità della tecnica

Le performance di un sistema per la spettrometria di massa con acceleratore possono essere espresse in termini di precisione, accuratezza e range di dataibilità.

La possibilità di effettuare misure con un elevato grado di ripetibilità e, quindi, di precisione, presuppone un accurata progettazione del sistema e un attento studio dei meccanismi di propagazione e trasporto del fascio di particelle [11]. In particolare è necessario che per ciascun elemento del sistema (elementi di trasporto del fascio di particelle, elementi di analisi) esista un intorno del suo punto di funzionamento per cui variazioni all'interno di tale intorno non inducano variazioni nel trasporto del fascio [12].

Al fine di stimare il livello di precisione del sistema AMS in funzione presso il CEDAD sono stati misurati 12 campioni di Acido Ossalico II forniti dall'ente americano di normazione NIST (National Institute of Standards and Technology) ed internazionalmente accettato come standard di riferimento per la datazione con il radiocarbonio con un valore di consenso del rapporto $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ pari a 134.06 pMC e del termine $\delta^{13}\text{C}$ pari a -17.68 ‰. I 12 campioni sono stati divisi in due set di sei campioni e misurati ciascuno 9 volte in due giorni consecutivi. La Figura 9 mostra la distribuzione statistica delle misure effettuate nel primo giorno: una precisione dello 0.37 % e dello 0.076 % nella misura del termine $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ e del termine $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ sono state ottenute, rispettivamente. In modo analogo per il secondo set di campioni è stata ottenuta una precisione di 0.3 % e 0.05 % nella misura dei due rapporti $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ e $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ [13].

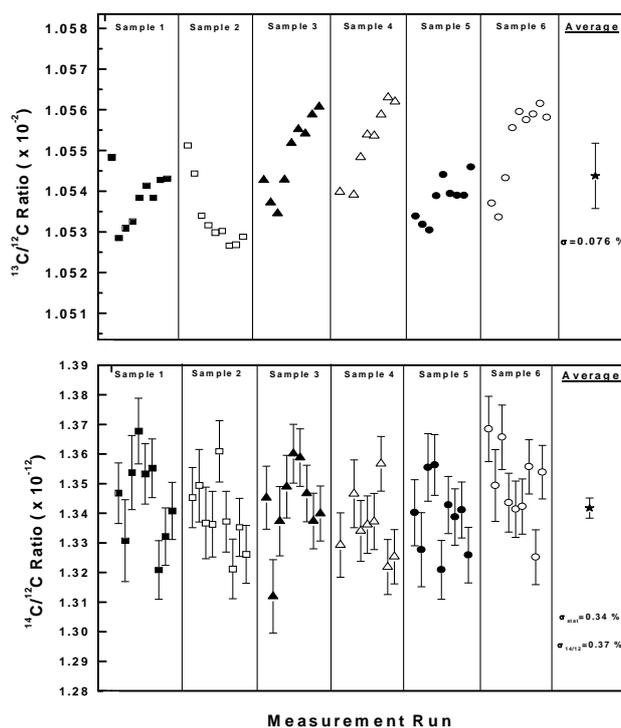


Figura 9: Risultati dei test di precisione condotti su un set di 6 campioni di Acido Ossalico II forniti dalla NIST (National Institute of Standard and Technology).

Al fine di stimare la ripetibilità della misura tra i due giorni di test, tre dei campioni per ciascuno dei due set sono stati utilizzati per normalizzare i rapporti isotopici misurati per gli altri campioni ottenendo un valore medio del rapporto $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ pari a 1.33645 pMC e 1.33823 pMC per il primo ed il secondo set di misure con una differenza relativa pari allo 0.02 %. Il valore medio misurato per i due campioni può essere ora confrontato con il valore certificato dalla NIST (1.3406 pMC) fornendo un'accuratezza della misura pari allo 0.25 %.

Ulteriori valutazioni sull'accuratezza delle determinazioni sperimentali sono state effettuate misurando campioni di concentrazione nota di radiocarbonio. La Tabella 1 riporta i risultati ottenuti per un set di 11 campioni: 7 la cui età era stata determinata in altre facility AMS o utilizzando tecniche di conteggio β convenzionali, 2 frammenti di legno datati per via dendrocronologia (*Belfast Pine*) e 2 sedimenti marini (*Turbidite*) la cui età è stata determinata con estrema precisione nell'ambito del programma internazionale di interconfronto per il radiocarbonio (FIRI: Fourth International Radiocarbon Intercomparison).

SAMPLE	Expected or Consensus Age	Measured Age (Years BP)	Difference (Years)
<i>QA#1</i>	107 ± 40	107 ± 30	0
<i>QA#2</i>	920 ± 10	900 ± 80	20
<i>QA#3</i>	340 ± 20	340 ± 40	0
<i>QA#4</i>	410 ± 20	380 ± 50	30
<i>QA#5</i>	2180 ± 20	2150 ± 40	30
<i>QA#6</i>	16270 ± 60	16270 ± 140	0
<i>QA#7</i>	4410 ± 30	4400 ± 70	10
<i>Belfast Pine-a</i>	4508 ± 3 BP	4515 ± 78	7
<i>Belfast Pine-b</i>	4508 ± 3 BP	4529 ± 37	21
<i>Marine Turbidite-a</i>	18173 ± 11 BP	18236 ± 194	63
<i>Marine Turbidite-b</i>	18173 ± 11 BP	18246 ± 221	73

Tabella 1: Test di accuratezza: risultati di un esperimento di confronto condotti su un set di 11 campioni di età nota.

Le misure mostrano in tutti i casi un ottimo accordo (entro 1 deviazione standard) tra il valore di consenso ed il valore misurato.

Per quel che riguarda il range di databilità questo dipende tipicamente dalla sensibilità dello strumento e dal livello di contaminazione introdotto principalmente nel corso dei trattamenti chimici di preparazione dei campioni.

La Figura 10 mostra lo spettro in energia, misurato nel rivelatore a ionizzazione, per un campione moderno e per confronto quello ottenuto per un campione di “blank” di grafite “non contenente” ¹⁴C e non sottoposto ad alcun trattamento chimico per un tempo di acquisizione di 27 minuti.

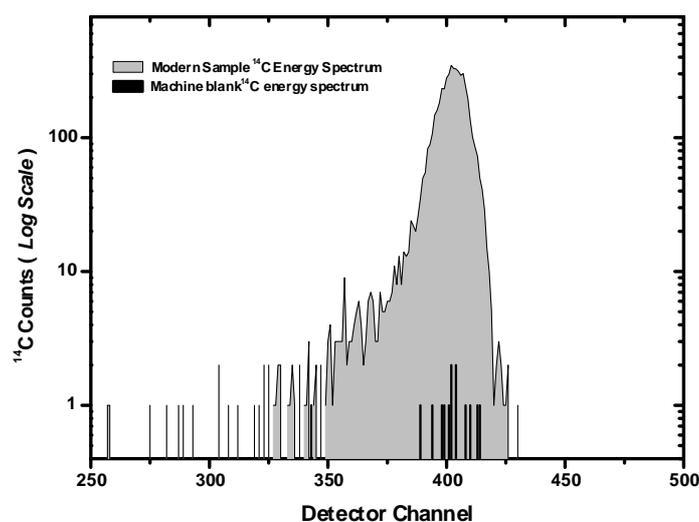


Figura 10: Confronto tra lo spettro in energia ottenuto nel rivelatore per il radiocarbonio per un campione moderno e per un campione di blank (Alfa Grafite), per un tempo di acquisizione di 27 minuti.

Il valore misurato per il campione di grafite “blank” corrisponde ad un valore del rapporto isotopico nel range di 10^{-16} , pari ad un età di 66 700 anni.

Tuttavia i complessi trattamenti chimici e fisici che i campioni subiscono prima della determinazione dei rapporti isotopici del carbonio con l’acceleratore limitano la massima età misurabile. La tabella 2 riporta i valori dell’età al radiocarbonio misurati per due tipologie di campioni preparati utilizzando le linee ad elevato grado di purezza progettate, realizzate e brevettate dal CEDAD dell’ Università del Salento [14].

Campione	Età misurata
Legno subfossile (IAEA C4), 1 mg	47'000 anni BP
Marmo di carrara (IAEA C1), 1 mg	50'000 anni BP

Tabella 2: Misure su campioni di “fondo”.

Le misure effettuate dimostrano come sia possibile datare campioni di età variabile tra 47'000 e 50'000 anni a seconda della tipologia dei campioni.

2.1.4 AMS: Applicazioni

Il metodo di datazione con il radiocarbonio mediante la tecnica della spettrometria di massa ad alta risoluzione trova applicazioni in vari campi di ricerca dall’archeologia, alla geologia, alla geomorfologia, alla storia dell’arte fino agli studi di oceanografia e sui cambiamenti climatici globali. Qui riportiamo solo alcuni esempi oggetto di ricerca, di recente, presso il CEDAD.

Il sito neolitico di Serra Cicora si trova su un pianoro (50 m slm) a circa 1 km dalla costa ionica della penisola salentina nel Comune di Nardò, Lecce (Figura 11). Il sito, oggetto di studio da parte del Dipartimento di Beni Culturali dell’Università del Salento, ha restituito numerose testimonianze della presenza umana quali sepolture, ceramica, buche da palo e manufatti [15]. In particolare da un punto di vista paleontologico il sito ha restituito materiali ascrivibili alle fasi culturali dette della “Ceramica Impressa” e della ceramica “Serra d’Alto” e “Diana”.



Figura 11: Il pianoro di Serra Cicora, Nardò, Lecce.

Al fine di definire un quadro di cronologia assoluta per l'intero sito sono stati selezionati nove campioni in particolare 7 campioni di ossa umane provenienti dalle sepolture e 2 campioni di carbone (Tabella 3). Tutti i campioni sono stati datati con il metodo del radiocarbonio con la tecnica AMS presso il CEDAD, due dei campioni (T4 Settore VI e SC99143) sono stati datati per confronto presso il laboratorio AMS dell'Università di Kiel in Germania [16].

Sample ID	Tipologia	Lab. Ref.	Radiocarbon Age
<i>SC99143</i>	Carbone	KIA10827	6679 ± 54 BP
<i>SC02 S.VI QL1 T1 4</i>	Carbone	LTL026A	6762 ± 55 BP
<i>SC02T7QI63</i>	Osso umano	LTL221A	6785 ± 40 BP
<i>T3 IN. A Sett. V</i>	Osso umano	LTL010A	5690 ± 44 BP
<i>T4 Sett. VI</i>	Osso umano	KIA13293	5648 ± 34 BP
<i>Q N-O 4 T9</i>	Osso umano	LTL033A	5591 ± 44 BP
<i>QEG25-26 T6</i>	Osso umano	LTL029A	5531 ± 52 BP
<i>SC03 T10 IN.A Sett VI</i>	Osso umano	LTL145A	5686 ± 37 BP
<i>SC03 S.5 SEP.11</i>	Osso umano	LTL147A	5575 ± 55 BP

Tabella 3: Riepilogo dei risultati ottenuti per i campioni analizzati dal sito di Serra Cicoria, Nardò, Lecce

La figura 12 mostra uno schema riepilogativo riepilogo delle datazioni calibrate in anni di calendario.

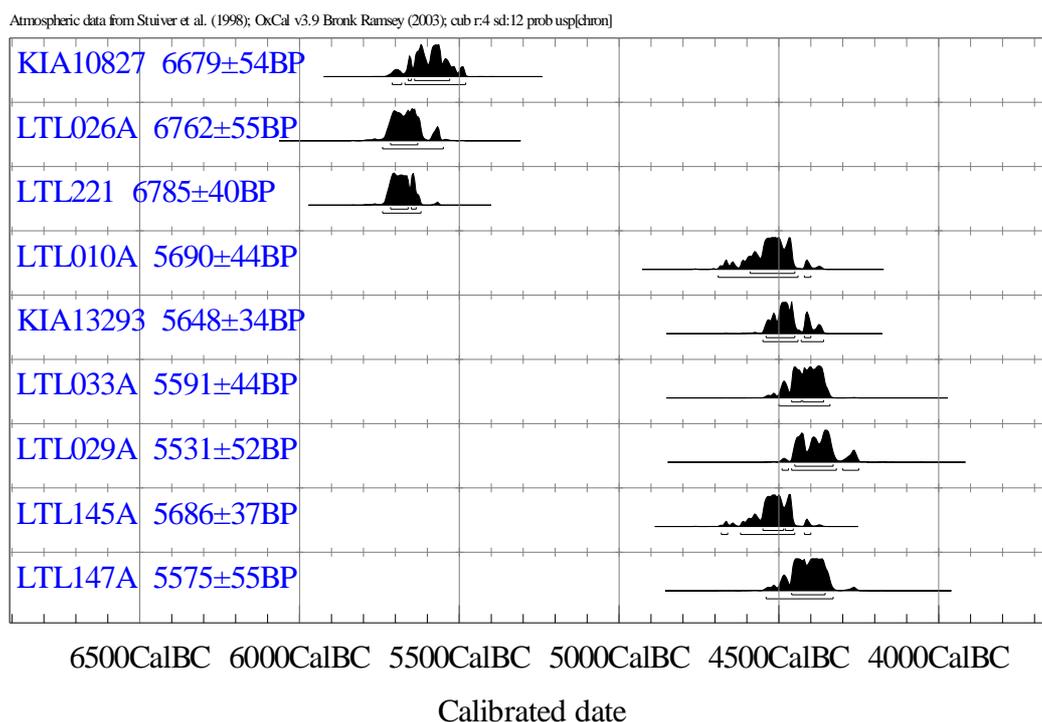


Figura 12: Schema riepilogativo delle datazioni calibrate in anni di calendario ottenute per il sito di Serra Cicora.

Le misure al ^{14}C hanno consentito di determinare che la frequentazione umana di Serra Cicora avvenne in due fasi distinte: una prima fase databile al 5670-5480 cal BC ed una fase successiva databile al 4600-4300 cal BC. Non esistono, almeno allo stato attuale, indicazioni di un utilizzo del sito nel periodo compreso tra il 5480 ed il 4600 cal BC.

Notevoli sono anche le potenzialità del metodo del radiocarbonio nel campo del monitoraggio e della salvaguardia ambientale.

La Figura 13 mostra, ad esempio, l'andamento della concentrazione atmosferica di ^{14}C negli anni dal 1955 al 1995, a Brindisi, ricostruito misurando la concentrazione di radiocarbonio negli anelli annuali di accrescimento di *Pinus Pinea*. Le misure hanno consentito di verificare che un notevole incremento della concentrazione di ^{14}C conseguente ai test nucleari condotti in atmosfera nell'immediato secondo dopoguerra. In particolare si è determinato un valore massimo della concentrazione di ^{14}C nel 1964 dell' 82.1 % superiore al valore del 1950 [17].

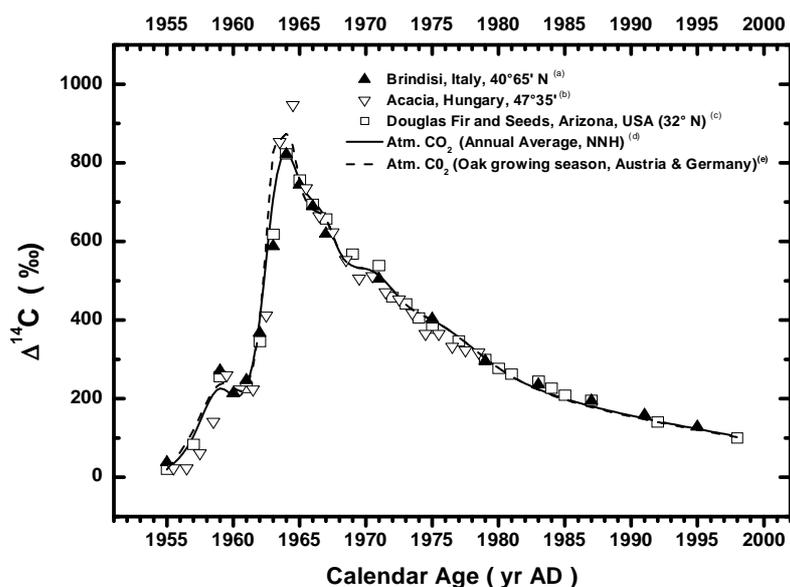


Figura 13: Andamento della concentrazione di ^{14}C negli anelli annuali di accrescimento di *Pinus Pinea* a Brindisi negli anni 1955-2000.

Il ^{14}C può anche essere direttamente utilizzato come marker ambientale per il monitoraggio delle emissioni di anidride carbonica prodotta dall'uso di combustibili fossili negli insediamenti industriali (Figura 14).



Figura 14: La centrale policombustibile “Federico II”, a Cerano, 12 Km a sud di Brindisi.

La figura 15 mostra ad esempio l'andamento della concentrazione di ^{14}C , misurata nelle due specie di piante della famiglia delle Graminacee (*Agropyron Repens* e *Cynodon Dactylon*), in funzione della distanza dalla centrale policombustibile di Cerano (Br).

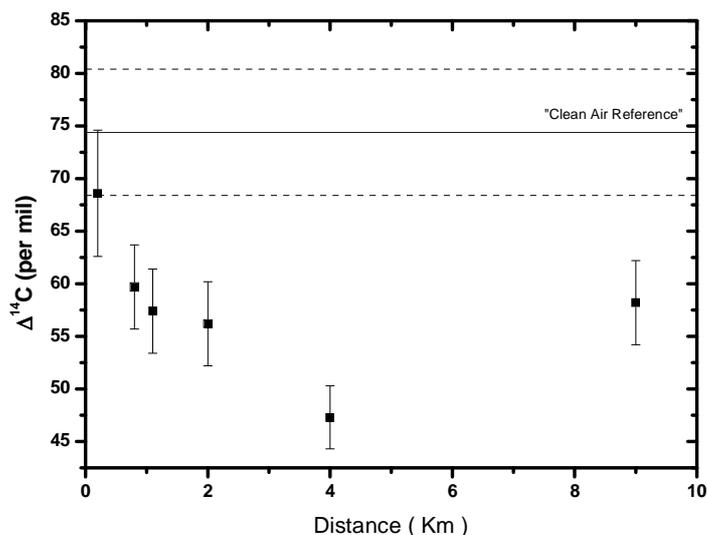


Figura 15: Andamento della concentrazione di ^{14}C in campioni di *Agripyron Repens* e *Cynodon Dactylon* a diverse distanze dalla centrale termoelettrica di Cerano, Brindisi nella direzione SSE.

Si nota come l'immissione di CO_2 fossile, e quindi impoverita di ^{14}C , induce effetti misurabili nella biosfera circostante fino a distanze dell'ordine dei 9-10 km [18].

3. Tecniche di analisi con fasci ionici

L'interazione di fasci di particelle cariche (protoni, particelle α o anche ioni più pesanti) di energia dell'ordine dei MeV con un materiale induce una serie di fenomeni quali l'emissione di radiazione elettromagnetica, di particelle cariche e di neutroni di energie caratteristiche la cui rivelazione è alla base di numerose tecniche spettroscopiche di analisi elementare dette di Ion Beam Analysis.

In particolare l'interazione della particelle incidente può avvenire con gli elettroni ovvero con i nuclei atomici.

Nel caso di interazione con gli elettroni atomici la perdita di energia dE della particella incidente può essere espressa mediante il termine $S(E)$, *stopping power*, dato dalla relazione di Bethe:

$$S(E) = -\frac{dE}{\rho dx} = k \frac{Z_p M_p Z_s}{E_p} \frac{Z_s}{A_s} \ln \frac{\alpha E}{I} \quad (3.1)$$

Dove Z_p , M_p , E_p sono la carica, la massa e l'energia della particella incidente e ρ , \bar{I} , Z_s e A_s la densità, il potenziale medio di ionizzazione, il numero atomico e la massa atomica del materiale irradiato, a un parametro aggiustabile e k una costante.

L'interazione della particella con gli elettroni atomici può indurre l'espulsione di uno o più elettroni dalle shell atomiche (*ionizzazione*). Quando la ionizzazione avviene per una delle shell atomiche più interne, l'atomo ritorna ad una configurazione di equilibrio mediante una transizione elettronica tra una shell più esterna ad una più interna. L'energia corrispondente al salto di livello viene emessa sotto forma di fotoni X di energia caratteristica. La tecnica spettroscopica basata sulla rivelazione di questa radiazione caratteristica è detta PIXE (Particle Induced X-Ray Emission).

La Figura 16 riassume in modo schematico le diverse tipologie di interazione tra le particelle incidenti e i nuclei degli atomi bersaglio.

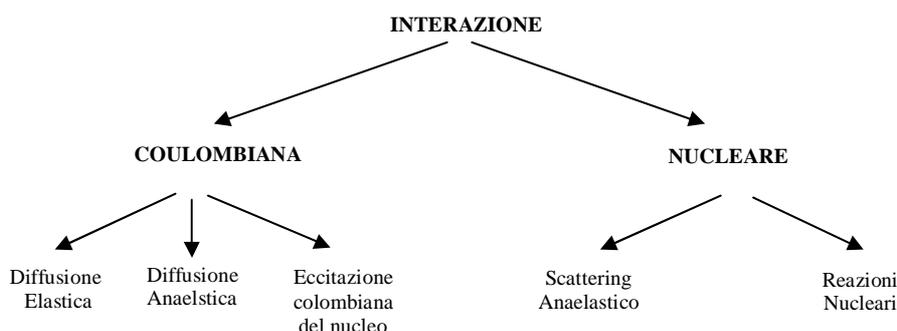


Figura 16: Riepilogo dei principali meccanismi di interazione tra un fascio di particelle cariche di alta energia e la materia.

Nel caso di interazione colombiana elastica della particella incidente con i nuclei del materiale irradiato si possono avere tre diversi fenomeni ciascuno dei quali viene utilizzato in una tecnica spettroscopica:

- Retrodiffusione elastica delle particelle incidente (RBS: Rutherford Backscattering Spectrometry);
- Diffusione elastica in avanti delle particelle incidenti (PESA: Particle Elastic Scattering Analysis);
- Diffusione elastica in avanti degli atomi bersaglio (ERDA: Elastic Recoil Detection Analysis).

La probabilità di avere una eccitazione colombiana del nucleo bersaglio che si traduca nell'emissione di raggi γ caratteristici dal nucleo bersaglio, è, invece, significativamente inferiore alla probabilità di avere ionizzazione delle shell atomiche interne ovvero diffusione di tipo elastico. Ciononostante la corrispondente tecnica spettroscopica (PIGE: Particle Induced Gamma Ray Emission) trova particolare applicazione essendo complementare alle tecniche PIXE ed RBS per la rivelazione di elementi leggeri.

L'interazione della particella incidente con il nucleo bersaglio può, infine, portare alla trasmutazione di quest'ultimo con emissione di radiazione γ ovvero dei prodotti della reazione nucleare. La tecnica spettroscopica basata sulla rivelazione di questi prodotti viene detta NRA (Nuclear Reaction Analysis).

3.1 Tecniche di Ion Beam Analysis: apparato sperimentale

Tutte le tecniche di analisi, brevemente introdotte, presupponendo l'utilizzo di fasci di particelle (protoni, particelle α o di ioni più pesanti) ad energie comprese tra 1 e 10 MeV, , richiedono apparati sperimentali basati su acceleratori di particelle con tensioni di accelerazione dell'ordine del MV (in genere comprese tra 1.7 e 5 MV). Accenniamo solo, per completezza, alla possibilità di effettuare analisi IBA anche con strumentazione portatile in cui la sorgente di ioni ad alta energia è fornita da sorgenti radioattive opportune [19].

Un sistema per analisi mediante fasci di particelle sarà allora costituito da un sistema di iniezione (formato da una sorgente ionica e dal sistema di selezione della specie ionica), un acceleratore, un sistema di selezione in massa e carica di alta energia e la camera sperimentale con all'interno di essa integrati i sistemi per la rivelazione dei prodotti dell'interazione ione-materia.

La Figura 3 illustra lo schema dell'apparato per analisi IBA del CEDAD dell'Università del Salento.

Il sistema di iniezione del CEDAD è composto da due sorgenti ioniche, da un magnete di analisi, e dai sistemi di focalizzazione e trasporto del fascio di particelle.

Una sorgente *duoplasmatron* (HVEE Mod. 358) viene impiegata per la produzione di fasci ionici di elementi leggeri e una sorgente a *sputtering* (HVEE Mod. 860A) per la produzione di fasci ionici di elementi pesanti.

Nella sorgente di tipo *duoplasmatron* il fascio ionico (tipicamente di H o He) viene estratto da un plasma generato tramite una scarica elettrica prodotta dall'emissione termoionica di elettroni da parte di un filamento di platino mantenuto ad alta temperatura per effetto Joule e

confinato tramite un intenso campo magnetico. La sorgente può essere utilizzata sia per la produzione di fasci di ioni H^- che di ioni positivi di He con intensità fino a 100-150 μA .

Nel caso della produzione di fasci di He, gli ioni positivi prodotti dalla sorgente vengono fatti passare attraverso una cella di scambio di carica in cui la presenza di vapori di Litio consente di convertirne la carica in negativa, condizione indispensabile per la loro iniezione nell'acceleratore tandem. L'efficienza dello scambio di carica è tipicamente dello 1-1.5 % e quindi le correnti ottenute di ioni He^- sono generalmente dell'ordine di 1.5-2 μA .

La sorgente a sputtering si basa essenzialmente sullo stesso principio visto per la sorgente utilizzata nel sistema AMS, ed è efficacemente utilizzata per la produzione di fasci ionici di elementi pesanti quali B, Si, Al, Cu, Fe, Ge. La sorgente consente anche di produrre fasci di H^- di intensità fino a 20 μA , utilizzando come target TiH.

Le specie ioniche prodotte nella sorgente vengono selezionate da un magnete analizzatore a 90° e quindi iniettate nell'acceleratore. Un ulteriore magnete selettore di alta energia (*magnete di switching*) consente di separare i diversi stati di carica in uscita dall'acceleratore e di indirizzare il fascio nelle diverse linee sperimentali.

3.2 La tecnica RBS (*Rutherford Backscattering Spectrometry*)

Nel caso di interazione colombiana di tipo elastico tra una particella incidente di massa M_p ed un nucleo bersaglio di massa M_t del materiale irradiato, la particella incidente viene diffusa ad un angolo θ ed il rapporto K (detto *fattore cinematico*) tra l'energia E_s della particelle retrodiffusa dalla superficie del materiale e l'energia E_0 della particella incidente può essere ricavata imponendo la conservazione dell'energia e della quantità di moto:

$$K = \frac{E_s}{E_0} = \left[\frac{(M_t - M_p \cos^2 \theta)^{1/2} + M_p \cos \theta}{M_p + M_t} \right]^2 \quad (3.2)$$

La figura 17 riporta l'andamento del fattore cinematico K in funzione della massa del nucleo target per un angolo θ di scattering pari a 170° e nel caso in cui vengano utilizzate particelle di He di energia pari a 2 MeV come proiettili.

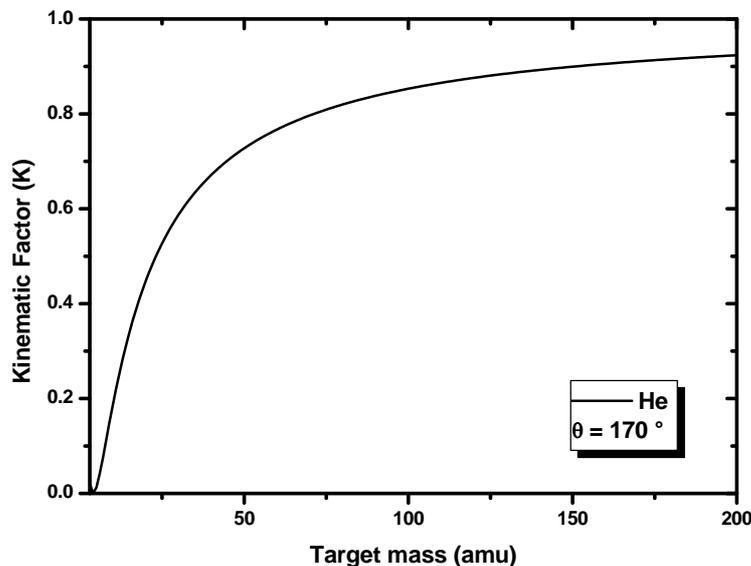


Figura 17: Andamento del fattore cinematico K per particelle di Elio di energia pari a 2 MeV e per un angolo di scattering di 170° .

Se l'interazione tra la particella incidente (M_p , Z_p , E_0) e la particella bersaglio (M_T , Z_T) è di tipo esclusivamente coulombiano la sezione d'urto del processo può essere scritta come:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = \left(\frac{Z_p Z_T e^2}{4\pi\epsilon_0 4E}\right)^2 \frac{4 \left[\sqrt{(M_T^2 - M_p^2 \sin^2 \theta)} + M_T \cos \theta \right]^2}{M_T \sin^4 \theta \sqrt{M_T^2 - M_p^2 \sin^2 \theta}} \quad (3.3)$$

Misure sperimentali mostrano che si hanno deviazioni dai valori dati dalla (3.3) sia a bassi che ad alti valori dell'energia delle particelle incidenti.

La relazione (3.2) consente di calcolare l'energia delle particelle retrodiffuse che interagiscono con i nuclei degli atomi bersagli in corrispondenza della superficie del materiale irradiato.

Nel caso in cui l'interazione avvenga in profondità nel materiale occorre tener conto della perdita di energia subita dalla particella sia prima che dopo l'interazione elastica con il nucleo target (Figura 18).

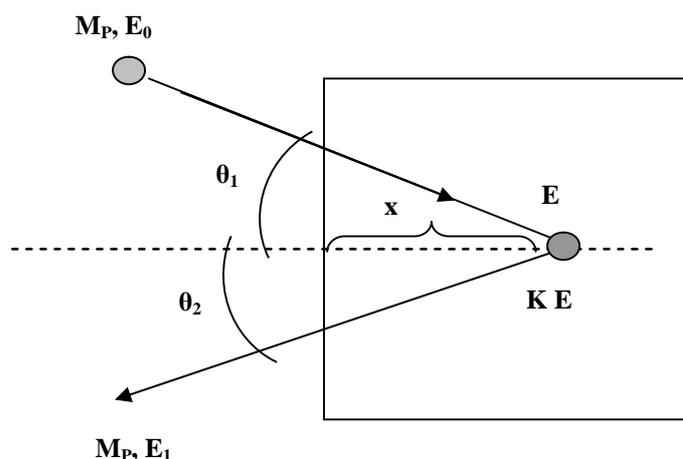


Figura 18: Rappresentazione schematica del processo di retrodiffusione elastica.

Avendo indicato con E_0 l'energia iniziale della particella incidente, la sua energia E dopo aver attraversato un tratto $\frac{x}{\cos \theta_1}$ posto ad una profondità x nel materiale sarà data da:

$$E = E_0 - \int_0^{\frac{x}{\cos \theta_1}} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{in} dx \quad (3.4)$$

dove il termine $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{in}$ rappresenta lo *stopping power* ossia la perdita specifica di energia per unità di lunghezza lungo il percorso di ingresso.

Le particelle subiscono quindi l'interazione elastica con il nucleo bersaglio e fuoriescono dal materiale dopo aver attraversato un tratto $\frac{x}{\cos \theta_2}$ energia E_1 data da:

$$E_1 = KE - \int_0^{\frac{x}{\cos \theta_2}} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{out} dx \quad (3.5)$$

Da cui si ottiene che:

$$KE_0 - E_1 = K \int_0^{\frac{x}{\cos \theta_1}} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{in} dx + \int_0^{\frac{x}{\cos \theta_2}} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{out} dx \quad (3.6)$$

Nell'ipotesi si assuma un valore costante del termine $\left(\frac{dE}{dx}\right)$ sia lungo il percorso di entrata che di uscita della particella la relazione (3.6) diventa:

$$KE_0 - E_1 = \left[\frac{K}{\cos\theta_1} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{in} + \frac{1}{\cos\theta_2} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{out} \right] x \quad (3.7)$$

Indicando quindi con ΔE la differenza tra l'energia (KE_0) di una particella retrodiffusa in corrispondenza della superficie del materiale e l'energia E_1 di una particella retrodiffusa da una profondità x la relazione (3.7) diviene:

$$KE_0 - E_1 = [S]x \quad (3.8)$$

Dove:

$$S = \left[\frac{K}{\cos\theta_1} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{in} + \frac{1}{\cos\theta_2} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{out} \right] \quad (3.9)$$

La relazione (3.8) consente, allora, di convertire la scala di energia di uno spettro RBS in scala di spessore una volta noto il termine $[s]$ detto *fattore di perdita di energia*.

La figura 19 mostra la linea sperimentale per analisi RBS-Channeling in funzione presso il CEDAD [20].



Figura 19: La linea sperimentale per analisi RBS-Channeling del CEDAD

3.2.1 RBS: Esempio

La Figura 20 mostra lo spettro RBS ottenuto analizzando con particelle α di energia pari a 2.25 MeV e con un angolo di scattering $\theta=160^\circ$ un campione costituito da un film sottile di composizione $Fe_{43,5}Ni_{30}Nb_3Cu_1Si_{13,5}B_9$ depositato su un substrato di SiO_2 con la tecnica dell'ablazione laser.

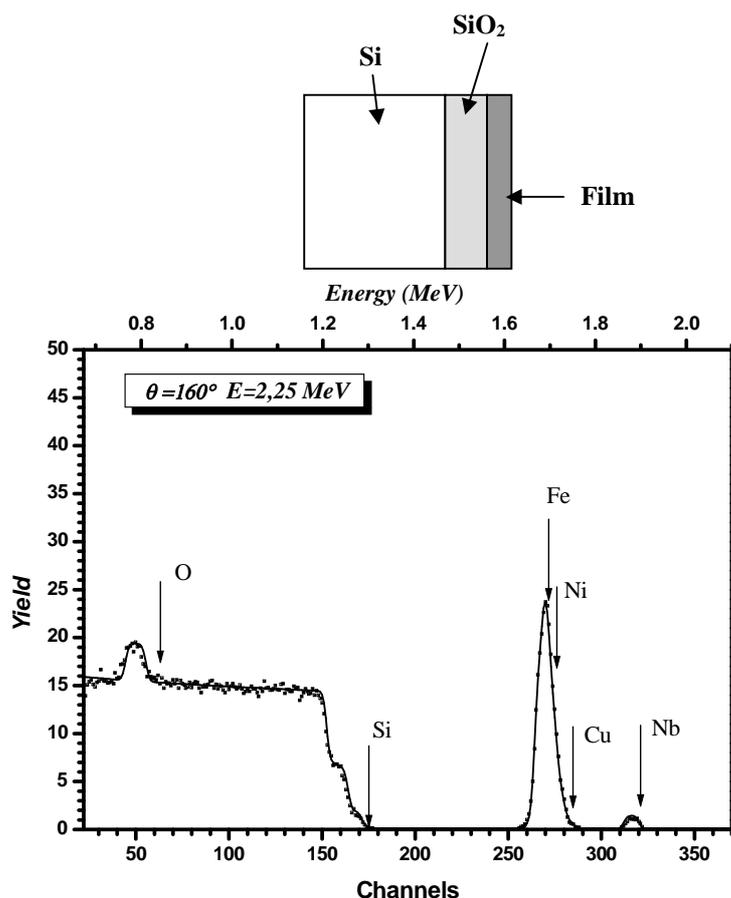


Figura 20: Spettro RBS di un campione costituito da un film sottile di $\text{Fe}_{43,5}\text{Ni}_{30}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ depositato per ablazione laser su un substrato di SiO_2 .

L'analisi dello spettro consente di determinare la stechiometria del film e lo spessore del film stesso (33 nm).

3.3 La tecnica PIXE (Particle Induced X-Ray Emission)

La tecnica PIXE (Particle Induced X-Ray emission) è una tecnica di analisi composizionale multielementale che si basa sulla rivelazione dei raggi X caratteristici emessi da un materiale quando questo viene irraggiato con un fascio di particelle cariche con energia dell'ordine del MeV (tipicamente protoni) [21,22].

L'emissione di raggi X caratteristici è dovuta alla ionizzazione per effetto della particella incidente di una shell atomica interna. La vacanza creata nella shell viene "riempita" da un elettrone di una shell atomica più esterna e la differenza di energia tra i due livelli viene rilasciata sotto forma di fotoni X di energia caratteristica (Figura 21).

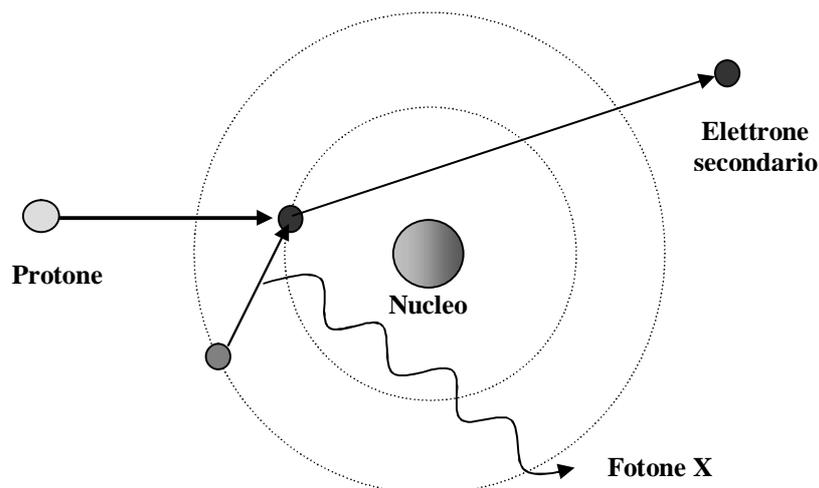


Figura 21: Rappresentazione schematica del principio di base della tecnica PIXE, Particle Induced X-Ray Emission.

Caratteristiche fondamentali della tecnica PIXE sono quelle di essere *multielementale* e *quantitativa*.

Il principio di base della tecnica PIXE è, quindi, assai simile a quello della microanalisi con sonda elettronica ma con un diverso agente di ionizzazione: elettroni nel caso della microsonda, protoni nel caso della PIXE. La differenza dell'agente ionizzante ha però importanti conseguenze sulle potenzialità delle due tecniche in termini di *limiti di rilevabilità* e *profondità di analisi*.

Limiti di rilevabilità. Sia nel caso della microsonda elettronica che della tecnica PIXE i fotoni X caratteristici devono essere distinti dalla radiazione X di frenamento (Brehmstrahlung) prodotta dalla particelle "sonda" per effetto del loro frenamento nel materiale. In termini classici, d'altronde, l'intensità della radiazione di frenamento è proporzionale al quadrato della accelerazione subita dalla particella e quindi al reciproco del quadrato della massa. Essendo quindi la massa del protone pari a 1836 volte la massa dell'elettrone ne consegue, nel caso della tecnica PIXE, una riduzione della radiazione di frenamento, in prima approssimazione, pari a $(1836)^2$ volte. In realtà tale abbattimento del fondo di frenamento è ridotto dal fatto che protoni di energie dell'ordine di 3-4 MeV subiscono molte più interazioni di elettroni di energia pari a 30-50 keV. Ciononostante una riduzione significativa del fondo di frenamento resta e ciò si traduce in una sensibilità di circa 2 ordini di grandezza migliore per la tecnica PIXE rispetto alla microsonda elettronica.

Profondità di analisi. La Figura 22 mostra la simulazione ottenuta con il software SRIM (*The Stopping and Range of Ions in Matter*) dell'interazione di un fascio di protoni di energia pari

a 3 MeV con una matrice di rame. Il range dei protoni nel materiale è di circa 35 μm ed è quindi circa 10 volte superiore al range di elettroni di energia pari a 20-30 keV. Ne consegue che lo spessore analizzato con analisi PIXE è superiore a quello analizzato con tecniche di microsonda elettronica. Va tuttavia osservato che lo spessore analizzato è ridotto, soprattutto per elementi leggeri, dai fenomeni di autoassorbimento della radiazione X caratteristica nell'attraversamento del materiale, rimanendo, tuttavia significativamente superiore a quello analizzato con la microsonda elettronica.

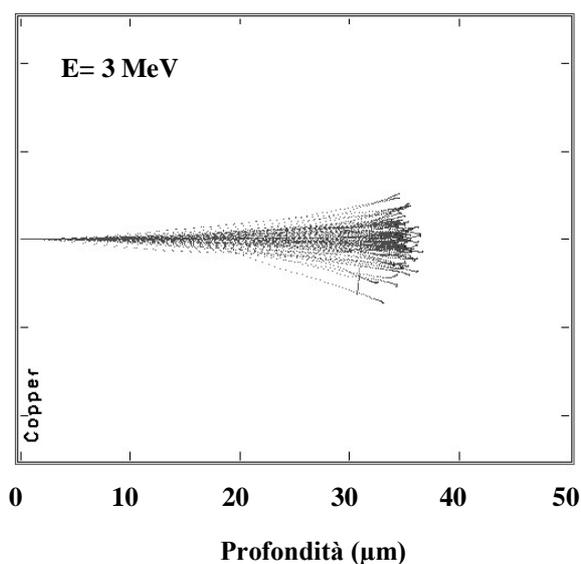


Figura 22: Simulazione SRIM dell'interazione di un fascio di protoni da 3 MeV con un target di Rame.

Un altro significativo vantaggio della tecnica PIXE consiste nella possibilità di estrarre il fascio sonda in aria in modo da effettuare analisi a pressione atmosferica. Tale possibilità riveste particolare importanza nel caso dell'analisi di campioni:

- Di dimensioni tali da non consentirne l'inserimento nelle usuali camere sperimentali.
- Che non possano sopportare condizioni di pressione inferiore alla pressione atmosferica.

Esempi tipici di campioni di questo tipo sono quelli di interesse per i beni culturali in cui la possibilità di effettuare analisi in aria si traduce in una significativa riduzione dell'invasività e della distruttività dell'analisi.

3.3.1 PIXE: Esempio

La Figura 23 mostra lo spettro PIXE di un manufatto in oro dell'età del Bronzo (1300 – 1100 BC) rinvenuto, insieme ad altri manufatti analoghi, durante gli scavi archeologici condotti dal Dipartimento di Beni Culturali dell'Università del Salento a Roca Vecchia, sulla costa adriatica della penisola salentina, nel comune di Melendugno (Le).

Le analisi sono state effettuate presso il CEDAD dell'Università Salento, utilizzando un fascio di protoni da 3 MeV, estratto in aria attraverso una finestra di alluminio e rilevando la radiazione caratteristica mediante un rivelatore Si(Li) con un'area attiva di 30 mm² ed una risoluzione in energia di 140 eV a 5.9 keV (Mn K_α).

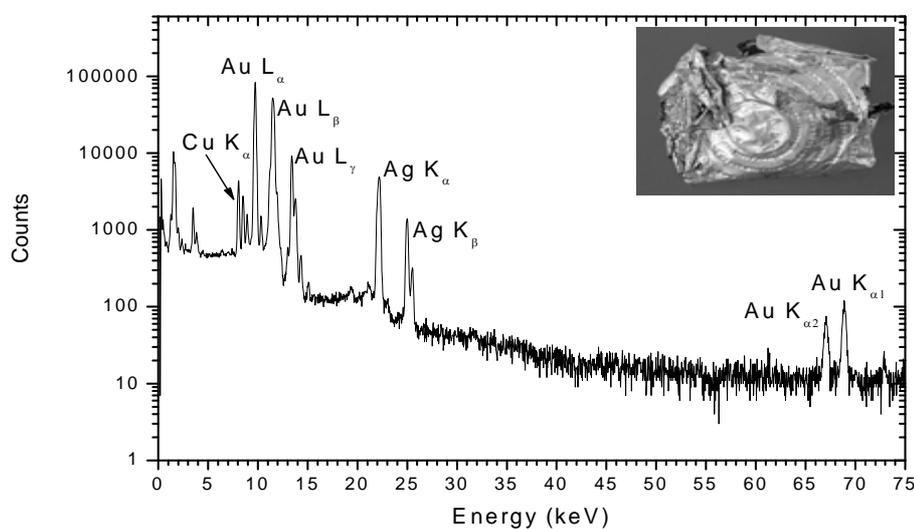


Figura 23: Spettro PIXE ottenuto in modalità di fascio esterno su un manufatto in oro dell'età del Bronzo rinvenuto a Roca Vecchia, Melendugno, Lecce

Le analisi hanno consentito di determinare, in modo non distruttivo, che tutti i campioni analizzati hanno una concentrazione di oro superiore all'80% e sono tra loro composizionalmente omogenei indicando una probabile comune manifattura e provenienza della materia prima [23].

4 Conclusioni

Gli acceleratori di particelle con tensioni di accelerazione di qualche MV trovano importanti applicazioni in numerosi campi di ricerca. In particolare la possibilità di integrare sullo stesso acceleratore sistemi per la spettrometria di massa ad alta risoluzione, l'analisi con fasci di

particelle e l'impiantazione ionica consente di disporre di set-up sperimentali con un elevato grado di versatilità.

Sono state in particolare descritte le potenzialità del sistema AMS/IBA in funzione presso il CEDAD in campi di ricerca quali l'archeologia, le scienze ambientali, e la scienza dei materiali.

Ringraziamenti

Il CEDAD, Università degli Studi del Salento, è stato realizzato nell'ambito dell'Iniziativa 24 del Piano Coordinato delle Università di Catania e Lecce, finanziato dal MIUR e cofinanziato dall'Unione Europea e nell'ambito del progetto S.I.D.Art. (Sistema Integrato per la Diagnostica dei Benti Artistici).

Un particolare ringraziamento va a tutto lo staff del CEDAD, in particolare a Gianluca Quarta e Lucio Maruccio.

BIBLIOGRAFIA

- [1] M. SUTER, *25 years of AMS- a review of recent developments*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B223-224 (2004) 139-148.
- [2] H.D. BETZ, *Charge states and charge-changing cross sections of fast heavy ions penetrating through gaseous and solid media*, Review of Modern Physics, 44, 465-593, 1972.
- [3] G. BONANI, P.EBERHARDT, H.J. HOFMANN, TH.R. NIKLAUS, M. SUTER, H.A. SYNAL, W. WOLFLI, *Efficiency improvements with a new stripper design*, Nucl. Instr. And Meth. B52 (1990) 338-344.
- [4] R.C. FINKEL, M.SUTER, *AMS in the earth sciences: technique and applications*, Advances in analytical Geochemistry, Vol. 1, 1-114, 1993.
- [5] M. STUIVER, H.A. POLACH, *Discussion: Reporting of ^{14}C data*, Radiocarbon, Vol. 19, No.3, 1977, 355.
- [6] J. VAN DER PLICHT, *Calibration at all ages?*, in Proceedings of the 4th Symposium Radiocarbon and Archaeology, Oxford University School of Archaeology, Monograph 62, Oxford, 2004.
- [7] T. W. STAFFORD, P.E. HARE, L. Currie, A.J.T. Jull, D.J. Donahue, *Accelerator radiocarbon dating at the molecular level*, Journal of Archaeological Science, 1991, 18, 35-72.
- [8] L. CALCAGNILE, G.QUARTA, M.D'ELIA, *High resolution accelerator-based mass spectrometry: precision accuracy and background*, Applied Radiation and Isotopes, Elsevier, The Netherlands, Vol 62/4 pp 623-629.
- [9] L.R. KILIUS, J.C. RUCKLIDGE, G.C. WILSON, H.W. LEE, K.H. CHANG, A.E. LITHERLAND , W.E. KIESER, R.P. BEUKENS, M.P. GORTON, *Charge ratio mass spectrometry of heavy elements*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. B5 (1984) 185- 191.
- [10] A.E.LITHERLAND, *Accelerator mass spectrometry*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B5 (1984) 100-108.
- [11] G. QUARTA, M.D'ELIA, L. CALCAGNILE, *The influence of injection parameters on mass fractionation phenomena in radiocarbon analysis*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol. 217/4 pp. 644-648, 2004 , Elsevier, The Netherlands.
- [12] L.CALCAGNILE, G.QUARTA, M.D'ELIA, A.RIZZO, A. GOTTDANG, M.KLEIN, D.J.W. MOUS, *A new accelerator mass spectrometry facility in Lecce, Italy*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Elsevier, Vol 223-224C pp 16-20, 2004, , Elsevier, The Netherlands.

- [13] L. CALCAGNILE, G.QUARTA, M.D'ELIA, A.GOTTDANG, M.KLEIN, D.J.W. MOUS, *Radiocarbon precision tests at the Lecce AMS facility using a sequential injection system*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol. 215/3-4, pp.561-564,2004 , Elsevier, The Netherlands.
- [14] M.D'ELIA, L.CALCAGNILE, G.QUARTA, A.RIZZO, C.SANAPO, M.LAUDISA, U.TOMA, A. RIZZO, *Sample preparation and blank values at the AMS radiocarbon facility of the University of Lecce*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol 223-224C pp 278-283, 2004, Elsevier, The Netherlands.
- [15] E.INGRAVALLO, *Il Sito Neolitico di Serra Cicoria (Nardò-Lecce): note preliminari*, in Origini, Preistoria e Protostoria delle Civiltà antiche, Monsignor Editore, 2004.
- [16] G.QUARTA, M.D'ELIA, E.INGRAVALLO, I. TIBERI, L.CALCAGNILE, *The Neolithic site of Serra Cicoria: results of the AMS radiocarbon dating*, Radiocarbon, Vol. 47, Nr.2, 2005, 1-4, University of Arizona (USA).
- [17] G.QUARTA, M.D'ELIA, D.VALZANO, L.CALCAGNILE, *New bomb pulse radiocarbon records from annual tree rings in the northern hemisphere temperate region*, Radiocarbon, Vol. 47, pp. 1-4, (2005), University of Arizona (USA).
- [18] G.QUARTA, M.D'ELIA, G.A. RIZZO, L.CALCAGNILE, *Radiocarbon dilution effects induced by industrial settlements in Southern Italy*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Elsevier, The Netherlands.
- [19] G. PAPPALARDO, A. MUSUMARRA, G.CALVI, C. MARCHETTA, J. DE SANOIT, *Feasibility study of a portable PIXE system using a ^{210}Po alpha source*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol 109-110, 214-217, 1996, Elsevier, The Netherlands.
- [20] S. LUBY, E. MAJKOVA, A.P. CARICATOM M.FERNANDEZ, A. LUCHES Z. FRAIT, D. FRAITOVA, R. MALYCH, *Pulsed excimer laser deposited Co- and Fe-based magnetic films for fast magnetic sensors*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 272-276, Part 2, 1408-1409, 2004.
- [21] S.A.E. JOHANSSON, J.L. CAMPBELL, *PIXE: A novel technique for elemental analysis*, John Wiley & Sons, 1988.
- [22] P.A. MANDÒ, *PIXE (Particle-induced X-ray Emission)*, Encyclopedia of Analytical Chemistry, Ed. R.A. Meyers, John Wiley & Sons.
- [23] K.BUTALAG, G.DEMORTIER, G.QUARTA, D. MUSCOGIURI, L.CALCAGNILE, C.PAGLIARA, G.MAGGIULLI, C.MAZZOTTA, *Checking the homogeneity of gold artefacts of the final Bronze age found in Roca Vecchia, Southern Italy by Proton Induced X-Ray Emission*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Elsevier, The Netherlands.