

## FÍSICA CON ARTE: UNA EXPERIENCIA PRÁCTICA

*David Martín y Marero*

*Director Científico de la Unidad de Microanálisis de Materiales. Parque Científico de Madrid*

¿Existe un microscopio que nos permita discernir los elementos que hay en los pigmentos de una pintura de Velázquez, sin que la misma sufra daño alguno? ¿Y si ese pigmento ocupa el tamaño de sólo un punto de tinta? En ambos casos la respuesta es positiva y ese microscopio está a disposición de los museos de toda España. A través de la Unidad de Microanálisis de Materiales (UMAM) de la Fundación Parque Científico de Madrid (FPCM), se tiene acceso tanto a la instrumentación necesaria como a la experiencia profesional imprescindible para la cuantificación de la cantidad de aquellos elementos necesarios para obtener información histórica, arqueológica, artística, geográfica y tecnológica sobre el origen de las piezas analizadas.

La Fundación es un actor decisivo en la dinamización del sistema regional madrileño de Investigación, Desarrollo e Innovación, comúnmente conocido como “I+D+i”. Su objetivo es transformar el conocimiento científico y la capacidad de desarrollo tecnológico de los diferentes agentes de la región en progreso sostenible y en bienestar social. Las herramientas que la FPCM utiliza para fomentar dicha transferencia de conocimiento son básicamente la promoción de plataformas científico-tecnológicas de calidad y la creación y desarrollo de empresas innovadoras de base tecnológica.

Si bien la Fundación es un parque generalista, los principales sectores tecnológicos donde desarrolla su actividad son las ciencias de la vida (biotecnología, biomedicina y agroalimentación); tecnologías de la información; nuevos materiales; y, nanotecnología. Asimismo, la FPCM es una entidad colaboradora y abierta a todo tipo de agentes, empresas e instituciones, tanto de ámbito nacional como internacional, que compartan su misma filosofía y objetivos. Una de las plataformas científicas y tecnológicas del Parque es la Unidad de Microanálisis de Materiales, la cual gestiona hasta el 40% del tiempo de haz de iones del Centro de Microanálisis de Materiales (CMAM) de la Universidad Autónoma de Madrid (UAM).

El CMAM es una iniciativa de los catedráticos de la Facultad de Ciencias de la UAM: Prof. Dr. D. Fernando López Agulló y Prof. Dr. D. Aurelio Climent Font. Posteriormente, se consiguió incorporar al laboratorio un científico holandés de reconocido prestigio en haces de iones, el Prof. Dr. D. Dirk Otto Böerma, impartándose así un decisivo impulso al despegue del Centro. El laboratorio inició su andadura en octubre de 2002 y fue oficialmente inaugurado por el Rector el 24 de marzo de 2003. Desde entonces se ha puesto en marcha o se está completando la instalación de las líneas experimentales programadas al igual que su programa científico y de colaboración técnica con Centros Públicos de Investigación, Centros Tecnológicos, Industrias e Instituciones. El equipamiento esencial del Centro es un acelerador electrostático tándem de 5 MV (5 millones de voltios) de nueva generación. Se trata de una instalación de tecnología avanzada que coloca a nuestro país en una posición destacada en el concierto internacional. Su operación y mantenimiento exige un fuerte apoyo técnico de personal cualificado en tecnologías de alta tensión (millones de voltios), en técnicas nucleares, tecnología de vacío, instrumentación electrónica sofisticada, sistemas informáticos, etc.

Los principales objetivos del Centro son:

- Llevar a cabo investigación puntera propia o en colaboración con otros Centros en todas las

áreas de aplicación de las técnicas de haces de iones: Ciencia de Materiales, Microelectrónica y Optoelectrónica, Nanotecnología y Nanociencia, Ciencias del Medio Ambiente, Física Nuclear, Arqueología, Patrimonio Histórico, Medicina y Biología. Participar en proyectos científicos internacionales y mantener una posición de liderazgo científico a nivel europeo.

- Difundir las técnicas de haces de iones en la comunidades científica y tecnológica de España y prestar apoyo instrumental y servicio a otros Centros públicos y a la industria.
- Formar jóvenes investigadores capaces de usar y explotar las técnicas analíticas de haces de iones.
- Formar personal técnico cualificado en el mantenimiento y desarrollo de instrumentación avanzada, de Instalaciones Singulares y de Grandes Instalaciones.

El equipo experimental consta del acelerador propiamente dicho, el cual permite a los iones alcanzar la energía necesaria para cada aplicación específica y de varias líneas de haz:

1. Una línea de propósito múltiple o línea Estándar (para Ciencia de Materiales, semiconductores, guías de onda, células fotovoltaicas, nanoestructuración y Física Fundamental);
2. Una línea de microhaz externo para Patrimonio Histórico (Arte y Arqueometría) y que está en funcionamiento desde 2004;
3. Línea de ERDA con Tiempo de Vuelo (para la identificación de elementos ligeros contiguos de la Tabla Periódica)
4. La línea de PIXE para Ciencias Ambientales y Biomedicina, (en construcción);
5. La línea de Superficies que permite el crecimiento y caracterización “in situ” de películas delgadas (en construcción);
6. La línea de microhaz interno para Medicina y Biología (en fase de pruebas);
7. El Espectrógrafo Magnético (en desarrollo);
8. La línea de Implantación, que a diferencia de las otras, no se utiliza para caracterización, sino para implantación de iones con el propósito de modificar las propiedades eléctricas, magnéticas u ópticas de diversos materiales; y
9. La línea de Física Nuclear, establecida a partir de un Convenio con el CSIC y como su nombre indica especializada en la medida de secciones eficaces de reacciones nucleares;

En cada una de las líneas de extensión ya operativas o en construcción, se encuentra habitualmente un tubo de vacío con todos sus elementos asociados, rendijas regulables para colimar el haz definiendo así su tamaño, y una estación de análisis. Dicha estación suele ser una cámara de vacío (excepto en el caso del microhaz externo) con un portador de muestras móvil, normalmente montado sobre un goniómetro con motores paso a paso. En la cámara o en sus inmediaciones se dispone de detectores de diversos tipos: detectores de silicio para partículas cargadas, silicio/litio para rayos X, de germanio para rayos X o rayos Gamma, etc. Cada detector cuenta con su cadena de adquisición de datos (preamplificador, amplificador, unidad de memoria, ordenador, cableado especial, etc.). La Figura 1 muestra una panorámica de la Sala Experimental del CMAM.

En general, las técnicas de análisis con haces de iones, llamadas técnicas IBA por sus siglas en inglés (“Ion Beam Analysis”), se vienen utilizando de forma sistemática desde hace varias décadas y en la actualidad están bien establecidas. El acelerador constituye por lo tanto un gran microscopio que en vez de utilizar luz utiliza iones en su lugar. Por lo tanto, la ciencia objeto de estudio depende de la muestra colocada. En particular, el acelerador permite la confluencia de dos ramas del saber humano en apariencia muy lejanas, como son la Física y el Arte. Para conservadores de museos, historiadores y arqueólogos, o historiadores del arte, el estudio de piezas prehistóricas, históricas y del Patrimonio Cultural, constituye una de sus principales fuentes de información. Este estudio les permite obtener información sobre la autenticidad de las obras, sobre la realización de restauraciones, así como también permite la identificación de los materiales de fabricación y las técnicas utilizadas.

Las técnicas IBA presentan muchas ventajas para el estudio de objetos de arte, pues son rápidas, muy sensibles, así como de carácter cualitativo y cuantitativo. Sin embargo, la característica en la cual destacan para la caracterización de muestras de origen artístico o histórico es en su carácter no destructivo, aspecto esencial debido a la unicidad de las piezas objeto de estudio. Aunque los haces de iones interactúan con el aire y por lo tanto para muchas aplicaciones en Ciencia de Materiales, Física o Nanotecnología, es más eficiente colocar la muestra en una campana de vacío, su recorrido en el aire puede alcanzar varios milímetros. Esto permite que la técnica pueda ser utilizada en condiciones atmosféricas y como consecuencia, es posible estudiar objetos de formas y tamaños diversos, incluyendo diferentes áreas de objetos de gran tamaño como cuadros.



Figura 1. Vista del interior de la sala experimental con el acelerador al fondo y las líneas de haz emergiendo del imán conmutador. La magnitud del campo magnético generado en este imán determina la deflexión que experimentará la trayectoria de los iones y por lo tanto la línea a la cual irán.

Las técnicas con haces de iones son de caracterización elemental, es decir, permiten discernir y cuantificar los elementos atómicos presentes en la muestra, la relación cuantitativa entre ellos y de esta forma la composición química. Su sensibilidad es tal, que los elementos *traza* también aparecen en los análisis. Otra característica de la técnica es su capacidad de averiguar la profundidad a la que se encuentra cada elemento y por lo tanto la distribución en profundidad de la composición elemental, así como el espesor de cada capa en la que está estructurado el material, proporcionando información valiosa para conocer las técnicas y materiales utilizados en la fabricación, la procedencia de las materias primas, etc.

Por contra y como toda técnica, también presenta sus desventajas. No proporciona información directa sobre el estado químico de los elementos; el análisis realizado es sólo superficial, llegando sólo a unas cuantas decenas de micras, con la consiguiente modificación de los resultados del análisis en casos de alteraciones superficiales; y, aunque pequeño pero no nulo, el posible deterioro de materiales orgánicos sensibles al calor o a la radiación. Afortunadamente, este último inconveniente no suele ser importante debido a la utilización de haces de iones de diámetro micrométrico.

El principio básico de funcionamiento de las técnicas con haces de iones es la aceleración de iones (átomos a los cuales se les ha extraído o agregado electrones, con lo cual se convierten en partículas cargadas susceptibles de experimentar una fuerza en presencia de un campo eléctrico) hasta energías de millones de electrón voltios (MeV) y en dirección a la muestra. Al alcanzar la muestra e interactuar con ésta, se producen distintos fenómenos con la emisión de diversas partículas cuyas cantidades son contadas en detectores realizados a partir de materiales semiconductores como el silicio.

Si las partículas emitidas son los mismos iones lanzados contra la muestra (de forma similar a la bola blanca en la interacción de bolas de billar) estaremos utilizando RBS; si se mide el número de partículas de la muestra (de forma similar a las otras bolas de billar) estaremos utilizando ERDA; cuando se miden los rayos X emitidos por la interacción, estamos en presencia de PIXE; y finalmente, la emisión de rayos Gamma constituye PIGE. Como es habitual, la elección de la o las técnicas experimentales, se realiza según la información que se desee obtener: elementos presentes en la muestra y su perfil de concentración, profundidad a la que se encuentran, etc. Para un análisis más exhaustivo, la utilización de varias técnicas simultáneamente suele ser más eficiente, tal y como se puede realizar con la instrumentación presente en el CMAM.

Una somera descripción de las tres técnicas IBA más utilizadas en Arte, nos permitirá identificar la necesaria para nuestra investigación.

#### *a) PIXE o “Particle Induced X-ray Emission”*

Es una técnica ampliamente utilizada en arqueometría gracias a la baja intensidad de corriente necesaria, lo cual evita cualquier deterioro de la muestra, al hecho de que no se necesita ningún tratamiento previo de la muestra y porque se pueden llevar a cabo medidas en condiciones atmosféricas, es decir, se puede utilizar para grandes piezas. Permite la determinación en minutos de la composición elemental de la muestra y presenta una altísima sensibilidad del orden de partes por millón en la mayoría de los casos, siendo ideal para la detección de elementos traza. Permite asimismo el análisis simultáneo de todos los elementos presentes en la muestra, excepto aquellos con número atómico menor que 11 (Na), por motivos técnicos. Para la irradiación del material, se emplean normalmente protones (núcleos de hidrógeno) o partículas alfa (núcleos de helio) de 2 a 3 MeV.

Cuando los átomos de la muestra son bombardeados con los protones o las partículas alfa, los electrones de sus capas más internas son excitados y “suben” hasta las capas exteriores, dejando el sitio vacante y el átomo en un estado excitado. A continuación, el átomo excitado vuelve rápidamente a su estado fundamental o de más baja energía, mediante la transición de los electrones de las capas externas a las vacantes que habían quedado en las capas internas. Cada una de las transiciones posibles tiene una energía bien definida que depende de la distancia energética entre capas y de la especie elemental, de tal forma que cuando un electrón “cae” a una capa interna, libera un rayo X característico de la transición entre los niveles en que ha realizado el salto. Un detector de un material semiconductor (silicio o germanio generalmente) cuenta el número de rayos X emitidos y a partir de allí es posible cuantificar el cantidad presente del elemento que posee diferencia de niveles energéticos correspondientes a la energía de los rayos X detectados. La Figura 2 muestra un objeto del Patrimonio Cultural Español durante su estudio a través de la Unidad de Microanálisis de la Fundación.

#### *b) PIGE o “Particle Induced Gamma Ray Emission”*

Aunque todos los elementos presentan niveles de energía entre los cuales los electrones pueden realizar transiciones, los elementos ligeros poseen niveles cuyas transiciones dan lugar a rayos X de baja energía. Estos rayos X son incapaces de atravesar las ventanas colocadas frente a los detectores, de allí que en la técnica PIXE sólo se pueda llegar a detectar el Na. Para elementos más ligeros, se suele utilizar la detección de rayos Gamma, técnica PIGE. En esta técnica se hace incidir la partícula cargada, generalmente protones, contra el blanco objeto de estudio, generándose una reacción nuclear que incluye como subproducto la emisión de rayos Gamma. Al igual que en el caso de las capas electrónicas del átomo, algunas de las propiedades del núcleo atómico se pueden comprender mediante la existencia de capas o niveles energéticos nucleares, los cuales son susceptibles de excitarse al interaccionar con un ión incidente y al volver al estado fundamental, emitir rayos Gamma.



Figura 2. Figura pequeña de porcelana cedida por el Museo Arqueológico Nacional durante su estudio con la línea del Microhaz Externo utilizando la técnica PIXE. En esta imagen el haz se encuentra a la altura del pedestal de la imagen, así como los detectores de rayos X.

La cantidad de fotones (fotón: mínima cantidad de energía para una longitud de onda dada) Gamma emitidos, que en general son de mayor energía que los fotones de los rayos X, son contados por un detector, de donde se obtiene la concentración del elemento bajo estudio. Por lo tanto, la técnica PIGE tiene como principal ventaja su utilización para el estudio de elementos de bajo peso atómico, obteniéndose sensibilidades de partes por millón en el caso de elementos como el litio, el berilio, el flúor o el sodio, complementando de esta forma el análisis PIXE. Otra ventaja adicional es su prácticamente nula atenuación al atravesar el material, debido a su gran energía, cosa que no ocurre con los rayos X en la técnica PIXE. Como desventajas principales, las muestras pueden activarse después del experimento y la técnica es sólo apropiada para algunos isótopos.

### c) RBS o “Rutherford Backscattering Spectroscopy”

El RBS es una técnica que proporciona información de la composición y distribución en profundidad de los elementos. El símil más adecuado es el del juego de billar, donde los haces incidentes hacen el papel de la bola blanca. En este caso, se lleva a cabo la detección de los iones que han incidido sobre la muestra y posteriormente son dispersados por los átomos del blanco en dirección al detector. A mayor masa del átomo del blanco, con mayor energía será dispersado el ión incidente. Este hecho permite diferenciar las masas atómicas que componen el blanco. El ión incidente, además de la energía cedida en el proceso de colisión, pierde energía tanto en el camino de entrada como en el de salida, después de la colisión. Esta pérdida de energía permite averiguar a qué profundidad dentro del material se ha producido la colisión.

Aunque la técnica de RBS se ha orientado principalmente a estudios relacionados con Ciencia de Materiales, estudio de películas delgadas, semiconductores y nanoestructuración, para el estudio de objetos artísticos, resulta muy útil para complementar los análisis realizados con PIXE y PIGE ya que permite, determinar la distribución elemental en profundidad, estudiar muestras estratificadas o formadas por capas de distinta composición o recubiertas, o desenmascarar elementos ocultos a PIXE o PIGE, en especial los de compuestos orgánicos. Entre sus ventajas se encuentra el bajo tiempo de análisis; una elevada sensibilidad para elementos pesados, del orden de centésimas de punto porcentual, análisis y detección simultánea de todos los elementos; y el obviar la utilización de estándares debido a la tabulación de las secciones eficaces. Por contra, la profundidad alcanzable al estudio es muy superficial, limitándose a unas pocas micras; dificultad para distinguir elementos con masas atómicas cercanas; y poca sensibilidad general para elementos ligeros.

Por lo tanto, RBS es adecuado para la cuantificación de elementos pesados en una matriz de elementos ligeros. Cuando es necesario distinguir elementos ligeros en una matriz de elementos

ligeros, se utilizan dispersiones inelásticas, y los iones retrodispersados muestran una sección eficaz muy alta (alto número de cuentas en el detector) para valores muy determinados de la energía del haz incidente. Estos valores específicos de las energías están tabulados y producen resonancias, dejando al descubierto el elemento que se desea cuantificar. Esta última técnica se denomina “Non-RBS” o no Rutherford. El caso paradigmático es la detección de oxígeno mediante partículas alfa utilizando la energía de resonancia de 3,035 keV.

En resumen, los avances actuales en Física Atómica y Nuclear han puesto al servicio de la comunidad de estudiosos del Arte, la Historia, Arqueología y demás Ciencias Sociales, nuevas técnicas no destructivas, únicas en su género y lo que es más importante, al alcance de cualquier grupo de investigación, museo, o entidad pública o privada. De esta forma, la Universidad Autónoma de Madrid, pone al servicio de la sociedad que la sostiene sus laboratorios de naturaleza única y la Fundación Parque Científico de Madrid actúa de catalizador de la transferencia de conocimiento.