

## Srdcem první české AMS laboratoře je zařízení MILEA

V pondělí 9. května 2022 byla v komplexu urychlovačů Ústavu jaderné fyziky Akademie věd České republiky v Řeži u Prahy za přítomnosti předsedkyně Akademie věd Evy Zažímalové a ministryně pro vědu, výzkum a inovace Heleny Langšádlové slavnostně otevřena první česká laboratoř urychlovačové hmotnostní spektrometrie (AMS) (obr. 1). Představujeme ji s důrazem na její „technické srdce“ – zařízení MILEA.



Obr. 1 Zleva: předsedkyně AV ČR Eva Zažímalová, ministryně ČR pro vědu, výzkum a inovace Helena Langšádlová a ředitel ÚJF AV ČR Petr Lukáš při slavnostním otevření řežské laboratoře urychlovačové hmotnostní spektrometrie

### Metoda AMS

AMS je dnes jednou z nejcitlivějších metod stanovení ultrastopových koncentrací dlouhodobých radionuklidů. Detekční limity AMS jsou až o šest řádů nižší než u konvenčních radiometrických metod. Na rozdíl od těchto metod totiž AMS přímo počítá atomy ve vzorku a nemusí proto čekat, až se některé z nich radioaktivně přemění a emitují ionizující záření. Vzorky tedy mohou být i řádově menší, případně velmi staré, musí jen obsahovat dostatečný počet jader měřeného izotopu. Radiouhlíkovým datováním s využitím AMS lze například určit stáří i jediného makového zrnka. Vzhledem k malým požadavkům na velikost vzorku je AMS téměř nedestruktivní metodou, a proto mimořádně vhodnou k proměření archeologických předmětů či jiných cenných artefaktů a přírodnin. Rovněž doba měření se u AMS oproti předchozím metodám výrazně zkracuje, ze dnů na několik hodin.

### Princip a postup měření urychlovačového hmotnostního spektrometru

AMS zařízení tvoří v sériovém zapojení iontový zdroj generující záporně nabitě ionty, dva hmotnostní spektrometry a elektrostatický tandemový urychlovač mezi nimi. Po desetiletích experimentování se základní technické řešení ustálilo v roce 1977, který se dnes považuje za čas zrodu současné AMS jako vysoce citlivé relativní analytické metody pro měření poměrů izotopů.

Základní princip je poměrně jednoduchý: stejně nabitě ionty jsou urychlovány elektrostatickým urychlovačem na rychlost v řádu setin rychlosti světla, poté jsou rychlostním filtrem vybrány ionty se stejnou rychlostí. Ionty pak letí do magnetického pole kolmo k jeho siločarám, kde se pohybují po kruhové dráze, jejíž poloměr je určen jejich hybnostmi. Protože mají stejnou rychlost, je rozdíl v poloměru dráhy dán pouze rozdílem v jejich hmotnostech. Různé izotopy jednoho prvku lze tedy velmi dobře prostorově oddělit.

Popišme si celý princip detailněji při postupu měření pevného vzorku. Ten je vlišan do katody a vložen do iontového zdroje. V něm je vystaven proud urychlených iontů cesia, které vzorek postupně odpraší a odprašené částice ionizují. Při tom vzhledem k přítomnosti par kovového cesia vznikají záporně nabitě atomární i molekulární ionty. Ty sada elektrod extrahuje dále ve formě iontového svazku, urychleného napětím několika desítek kilovoltů. Následující částí AMS je injektor: nízkoenergetický (LE) hmotnostní spektrometr. V něm je z původního svazku vybrána frakce iontů o zvoleném poměru hmotnosti ( $m$ ) a náboje ( $z$ ), která vstupuje do urychlovače obvykle s jedním elementárním záporným nábojem a energií několika desítek keV. Iontový proud svazku vstupujícího do urychlovače je využit pro výpočet účinnosti iontového zdroje a transmitance celé trasy.

Tandemové elektrostatické urychlovače obecně (patří mezi ně například i Tandetron 4130 MC s cesiovým odprašovacími zdrojem, pracující v ÚJF od roku 2005, na němž proběhly i některé experimenty související s budováním řežské AMS laboratoře) využívají pro svou činnost změny náboje urychlovaných iontů mezi svou první a druhou částí. Záporné ionty jsou urychlovány na hodnotu, která odpovídá kladnému napětí na terminálu – elektrodě uprostřed urychlovače. Zde musí proletět tzv. stripperem, kterou tvoří komora se zředěným plynem, u zařízení MILEA (obr. 2) héliem, u jiných AMS zařízení ale může jít o jiný plyn nebo i o tenkou fólii. Srážkami urychlených iontů s látkovým prostředím ztratí jednotlivé ionty jeden či několik elektronů. Tak získají kladný náboj a jsou následně urychlen od terminálové kladné elektrody k výstupu z urychlovače.

Náboj kladných iontů vzniklých ve stripperu závisí na protonovém čísle prvku a energií, na kterou byly původní ionty urychleny. Je proto potřeba zvolit takové terminálové napětí a konfiguraci stripperu (tlak a druh plynu, případně u jiných zařízení tloušťku fólie), aby měl výstupní svazek vhodné parametry pro následnou druhou hmotnostní analýzu.



Obr. 2 Zařízení MILEA, instalované koncem roku 2021, je umístěno ve třetím patře přestavěné budovy

Iontový svazek z urychlovače vstoupí do vysokoenergetické (HE) části zařízení, kterou je analyzátor – hmotnostní spektrometr pro vysoké energie. Podle dosahovaných energií a vlastností analyzovaných izotopů se skládá z jednoho nebo více magnetů (třídí podle poměru  $m/z$ ), degradační folie, elektrostatického analyzátoru (třídí podle energie), iontové optiky a detektorů jednotlivých izotopů. Jak v LE, tak v HE části AMS zařízení jsou hmotnostně spektrometrickými a iontově optickými členy potlačovány interference izobarických či jiných rozptýlených iontů. Interferujících částic je ve vzorku často o 10 až 16 řádů více než částic měřeného izotopu. Jako poslední „filtr“ je pro konečnou detekci částic použit plynový detektor. Ten změří celkovou energii detekovaného iontu a měrné ztráty jeho energie ( $dE/dx$ ) při průletu plynem, díky čemuž lze dále rozlišit mezi izotopem analyzovaného prvku a jeho izobarem.

### MILEA od Ionplus: kompaktní a úsporná

AMS systém MILEA (Multi-Isotope Low-Energy AMS, tedy víceizotopový nízkoenergetický urychlovačový hmotnostní spektrometr) je výrobkem švýcarské společnosti Ionplus AG, která jej vyvinula v roce 2017 ve spolupráci se Švýcarským federálním technologickým institutem (ETH) v Curychu, jehož „spin-off“ firmou Ionplus je. MILEA je velmi kompaktní – s půdorysem jen asi 6,7 m × 3,6 m a hmotností kolem 15 tun – a provozně úsporná. Obojí souvisí také s jejím nižším pracovním napětím 300 kV, v duchu současných trendů v oblasti AMS. Vybavena je urychlovačem s heliovým stripovacím plynem, dvěma elektrostatickými analyzátorů, třemi magnetickými analyzátorů, sadou prvků iontové optiky a pokročilou ionizační komorou. Tyto součásti a tvorba negativních iontů v iontovém zdroji společně umožňují potlačit izobarické a další interference a měřit radionuklidy s dlouhým poločasem přeměny, které se vyskytují ve velmi nízkých izotopových poměrech. V případě izotopu  $^{14}\text{C}$  a v uhlíkové izotopické směsi převládajícího izotopu  $^{12}\text{C}$  je tento poměr u požadovaného vzorku menší než 10–15. Pro izotopy uranu je požadovaný poměr  $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$  zařízení MILEA menší než 5–10–13.

MILEA je založena na vakuově izolovaném urychlovači a iontovém zdroji předchozího menšího zařízení Ionplus MICADAS, určeném pro radiouhlíkové datování (jeho název je zkratkou z Mini Carbon Dating System), využívá však urychlovač o vyšším terminálním napětí až 300 kV, který je vakuově izolovaný a obejde se bez pohyblivých částí i bez potřeby izolace plyným hexafluoridem síry  $\text{SF}_6$ . MILEA, stejně jako MICADAS, používá hybridní cesiový odprašovací zdroj negativních iontů, určený nejen pro pevné vzorky, ale i pro plyný  $^{14}\text{CO}_2$ . Nízkoenergetická (LE) část spektrometru nového přístroje navíc obsahuje achromatickou kombinaci  $90^\circ$  elektrostatického a magnetického deflektoru.

Uspořádání vysokoenergetické (HE) části je založeno na AMS TANDY z ETH v uspořádání  $90^\circ$  magnetický,  $120^\circ$  elektrostatický a  $110^\circ$  magnetický deflektor. Sedm Faradayových detektorů a integrátorů na straně HE pokrývá celý rozsah měřených proudů od 1 pA do 300  $\mu\text{A}$ . Vylepšená nízkošumová plynová ionizační komora E-Eres na výstupním konci, díky svému vysokému rozlišení a dvouparametrovému sběru dat, umožňuje účinnou separaci a identifikaci rušivých částic. Zařízení také umožňuje rychlou výměnu vzorků (měnič vzorků má 40 pozic) a změnu nastavení pro měření různých izotopů beze ztráty vakua či změny teploty iontového zdroje. Švýcarský výrobce využil při konstrukci zařízení MILEA komponenty od špičkových subdodavatelů evropských i mimoevropských – jednou z klíčových součástí je i vakuová komora od společnosti Vakuum Praha (obr. 3).

V kombinaci s řízením ACS (Accelerator Control Software) je MILEA v současnosti jedním z nejkompaktnějších, ale i uživatelsky nejpřístupnějších víceizotopových AMS systémů na světě.

K vybavení nové řežské AMS laboratoře patří i další zařízení pro zpracování vzorků, přípravu terčů pro AMS a pro doplňující analýzy. Jde zejména o rozhraní pro přímé měření poměru  $^{14}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2$  v plyných vzorcích (umožňuje měřit vzorky uhlíku

o hmotnosti pouhých desítek mikrogramů), hmotnostní spektrometr pro analýzy stabilních izotopů (IRMS), preparativní plynový chromatograf, prvkový analyzátor a tzv. čistota laboratoř, tedy místnost s velmi čistým režimem provozu a minimální prašností podle mezinárodních standardů.



Obr. 3 Švýcarský výrobce Ionplus využil pro konstrukci zařízení MILEA komponentů od špičkových subdodavatelů, včetně vakuové komory od společnosti Vakuum Praha

### Tři hlavní oblasti výzkumu

Multidisciplinární výzkum, který bude v AMS laboratoři probíhat, můžeme rozdělit do tří hlavních oblastí. Výzkum využívající  $^{14}\text{C}$ , tedy radioaktivního izotopu uhlíku, se zaměří na radiouhlíkové datování v archeologii, geologii a paleoekologii do 55 000 let v minulosti, dále na měření emisí  $^{14}\text{C}$  v okolí jaderných elektráren, ověření podílu uhlíku z obnovitelných zdrojů v motorových palivech, spalínách, potravinách, léčivech či kosmetice. Analýzy  $^{14}\text{C}$  jsou hlavní náplní práce většiny světových AMS laboratoř a v nejbližším období budou převládat i u řežské AMS.

Výzkum v oblasti  $^{14}\text{C}$  naváže na činnost současné laboratoře s mezinárodním kódem CRL, kterou na okraji areálu pražské nemocnice Bulovka v současnosti společně provozují ÚJF AV ČR a Archeologický ústav AV ČR Praha (ARÚP). CRL byla založena v roce 2004 a již od roku 2011 zaváděla postupy přípravy vzorků pro metodu AMS. Při samotném měření vzorků byla dosud ale odkázána na zahraniční AMS laboratoře: zejména na ATOMKI-HAS v maďarském Debrecíně, ale intenzivní spolupráce zaměřená na analýzy  $^{14}\text{C}$  a dalších radionuklidů probíhala v rámci projektu RAMSES i s AMS centrem na Univerzitě Komenského v Bratislavě (CENTA), s již zmíněným ETH v Curychu, s vídeňskou laboratoří VERA, pracovištěm v arizonském Tucsonu či s dalšími světovými laboratořemi, včetně Číny.

Druhou velkou oblastí činnosti AMS laboratoře bude výzkum zdrojů a chování aktinoidů – zejména izotopů uranu (U) a plutonia (Pu) – a štěpných produktů (zejména izotopu jódu  $^{129}\text{I}$ ) v životním prostředí. V tomto případě jde především o monitorování antropogenních činností, zejména v oblasti palivového cyklu jaderných elektráren, přepracování jaderného paliva a výroby a testování jaderných zbraní a odhalení případného nedovoleného nakládání s jadernými materiály, podle ustanovení Záruk o nešíření jaderných zbraní a materiálů. Zřejmě nejčastěji bude měřen izotop uranu  $^{236}\text{U}$ , jehož lze využít i ke studiu oceánských proudění, výzkumu procesů míchání povrchových a podzemních vod a perspektivně také při hledání nových ložisek uranu či studiu šíření globálního spadu.

A konečně třetí hlavní oblastí bude výzkum kosmogenních radionuklidů beryllia  $^{10}\text{Be}$  a hliníku  $^{26}\text{Al}$ , které jsou určitými „radiometrickými hodinami“ pro události posledních několika milionů let: celého období čtvrtohor v archeologii, klimatologii, geografii a geologii. Výzkum se soustředí na stanovení rozsahů

i typů lokálních i globálních procesů, jako jsou eroze, ukládání sedimentů, utváření půd a vývoj krajiny, změny klimatu a modelování případných předpovědí budoucího vývoje. Do této oblasti výzkumu patří i určování stáří meteoritů.



Obr. 4 Pro umístění AMS laboratoře byla přestavěna a nadstavěna část komplexu urychlovačů ÚJF AV ČR v Řeži (vysoká šedá budova uprostřed)

### Řežská AMS je výsledkem projektu RAMSES

Vybudování a zahájení provozu řežské AMS laboratoře (obr. 4) je výstupem projektu RAMSES – Výzkum ultrastopových izotopů a jejich využití v sociálních a environmentálních vědách urych-



Obr. 5 Strojovna, s pokročilým ekologickým řešením klimatizace a vytápěním budovy, zabírá celé jedno patro a využívá rekuperace odpadního tepla ze zařízení MILEA

lovačovou hmotnostní spektrometrií. Projekt RAMSES (reg. č. CZ.02.1.01/0.0/0.0/16\_019/0000728) je financován z prostředků Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy ČR, a Evropské unie – Evropských strukturálních a investičních fondů, Operačního programu Výzkum, vývoj a vzdělávání. Příjemcem projektu je ÚJF AV ČR, jeho partnery jsou ARÚP AV ČR a Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT v Praze. Celkové náklady projektu činí téměř 400 milionů Kč. Zároveň je AMS laboratoř volným rozšířením infrastruktury řežského Centra urychlovačů a jaderných analytických metod (CANAM).

Přestavba se zvýšením budovy pro řežskou AMS, zahájená v roce 2017, byla provedena ve vysokém standardu: strojovna s pokročilým ekologickým řešením klimatizace a vytápěním budovy například využívá rekuperace odpadního tepla ze zařízení MILEA, které je umístěno ve třetím patře, tedy ve zvýšené části budovy (obr. 5). Dvě desítky beden se všemi součástmi urychlovače dorazily sice do Řeže již v září 2020, vzhledem ke koronavirové pandemii a s ní souvisejícími restrikcemi ale byla instalace švýcarskými techniky dokončena až koncem loňského roku a letos tedy laboratoř začíná pracovat. Po zahájení tzv. fáze udržitelnosti projektu RAMSES v příštím roce bude poskytovat i komerční analýzy.

*Fotografie:  
Archiv ÚJF AV ČR*