

Università degli Studi di Cagliari

Progetto Lauree Scientifiche Scienza dei Materiali
Attività Laboratori regionali
AA 2009/2010



Scheda 3: Analisi non distruttive in fluorescenza X: applicazione nel campo dei beni culturali

Analisi elementare di un reperto archeologico mediante Spettrofotometro di Fluorescenza di Raggi X portatile.

Responsabile

Prof.ssa Carla Cannas – ccannas@unica.it

Breve descrizione degli scopi dell'esperimento

Il fenomeno della fluorescenza di raggi X può essere sfruttato per indagare sulla composizione elementare di un materiale. Durante questa esperienza verrà mostrato uno spettrofotometro di fluorescenza di raggi X portatile. Gli studenti affronteranno problematiche legate alle comuni tecniche di caratterizzazione, quali la taratura di uno strumento con un campione standard e la preparazione di un campione per l'analisi. Successivamente, avranno modo di utilizzare lo strumento per l'analisi qualitativa non-distruttiva di un reperto archeologico, di un quadro o di un vaso.

Fasi

- 1) Fluorescenza di Raggi X
 - 2) Spettrofotometro di fluorescenza di raggi X portatile
 - 3) Analisi elementare non distruttiva
-

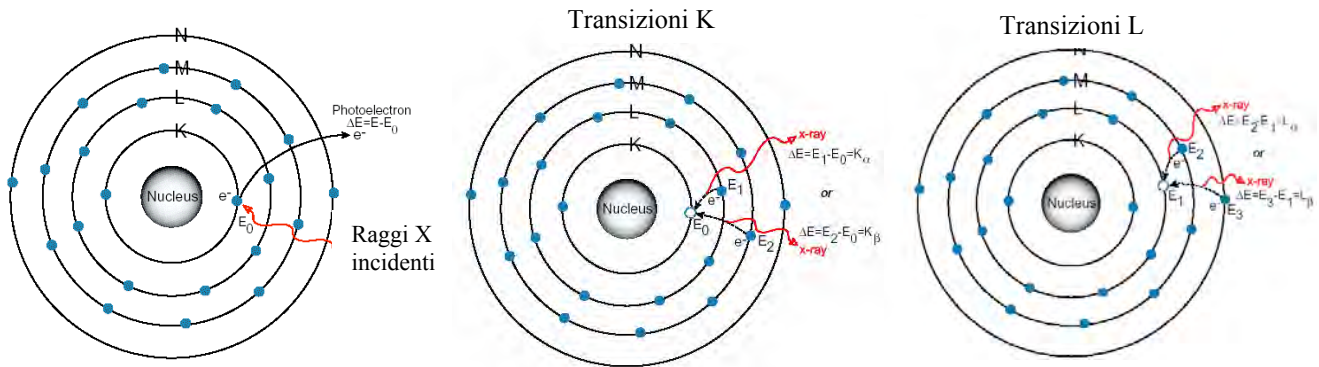
Disclaimer

Alcune figure sono state copiate da siti internet e da libri e sono stati compiuti tutti gli sforzi per identificare gli autori delle opere grafiche originali per inserire la citazione; ove ciò non sia stato possibile gli autori dichiarano la propria disponibilità a farlo immediatamente su segnalazione all'indirizzo: Paolo Ruggerone <paolo.ruggerone@dsf.unica.it>

Introduzione e background

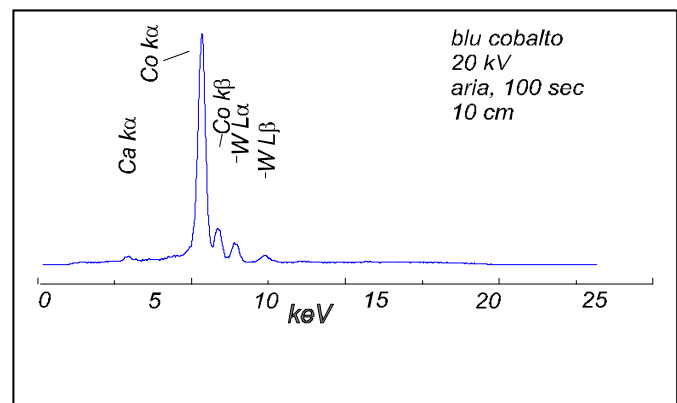
La fluorescenza è un fenomeno che si accompagna al bombardamento di un materiale con radiazioni o particelle ad elevata energia. L'espulsione di elettroni dei gusci interni produce l'emissione di radiazioni caratteristiche per ciascun materiale. In particolare, quando i raggi X prodotti da una sorgente (tubo X o radioisotopo) colpiscono un campione, questi possono essere o assorbiti dagli atomi che lo costituiscono o diffusi attraverso la materia.

Il principio fisico su cui si basa la fluorescenza di raggi X è legato all'effetto fotoelettrico; se la radiazione X ha sufficiente energia, il suo assorbimento può comportare l'espulsione di elettroni dagli strati più interni, creando delle lacune. Queste lacune rappresentano una condizione instabile per l'atomo. Affinché l'atomo ritorni ad una situazione di stabilità, è necessario che gli elettroni degli strati più esterni vadano a colmare le lacune create per effetto della radiazione X. Nel processo di riarrangiamento degli elettroni viene emessa una radiazione X caratteristica la cui energia è la differenza tra le due energie di legame dei rispettivi strati. La radiazione X emessa prodotta da tale processo è detta radiazione di fluorescenza X. Le transizioni tipiche di ciascun elemento vengono indicate con K, L, M, N in funzione degli strati dai quali sono generati.



La dipendenza lineare esistente tra la radice quadrata della frequenza di una determinata riga (K o L) e il numero atomico dell'elemento responsabile della radiazione (Legge di Moseley) permette l'identificazione degli elementi presenti in un campione.

La spettrofotometria di fluorescenza di raggi X consente quindi di rivelare e analizzare la radiazione X emessa dal campione in esame, consentendo di determinare la presenza e la concentrazione di diversi elementi in un campione. In figura viene riportato un tipico spettro XRF caratterizzato dalla presenza di picchi a diversi valori di energia espressa in KeV e con intensità diverse. Nella maggior parte dei casi le transizioni elettroniche riguardano gli strati K e L.



La spettrofotometria a raggi X risulta pertanto un metodo di indagine qualitativo sulla composizione elementare, ma può essere impiegato anche per analisi quantitative. In genere, vengono rilevati tutti gli elementi chimici aventi peso atomico superiore o uguale a quello del sodio.

L'analisi qualitativa è possibile mediante l'identificazione delle righe X caratteristiche di emissione di uno spettro, mentre l'analisi quantitativa richiede una opportuna elaborazione dei dati di intensità delle diverse righe X emesse correlati con le analoghe emissioni di campioni standard contenenti quantità conosciute dell'elemento da stimare.

Fluorescenza dei Raggi X per l'analisi dei beni culturali

Da circa mezzo secolo la fluorescenza X (XRF) è una delle tecniche chiave nello studio dei materiali di interesse archeologico e storico-artistico. Le metodologie scientifiche per l'analisi dei beni culturali hanno iniziato, negli ultimi anni, a non essere più solo finalizzate esclusivamente alla conservazione e al restauro, e si sono dimostrate di interesse specifico nello studio dell'opera d'arte, permettendo una conoscenza più approfondita del *modus operandi* dell'artista, non solo nell'ambito dei materiali a lui disponibili, ma anche del loro impiego, consentendo, quindi, di cogliere aspetti stilistici che lo possano meglio inquadrare nel contesto artistico del suo tempo.

La fluorescenza di raggi X deve la sua importanza in tale campo al fatto di riunire in sé alcune caratteristiche che la rendono insostituibile.

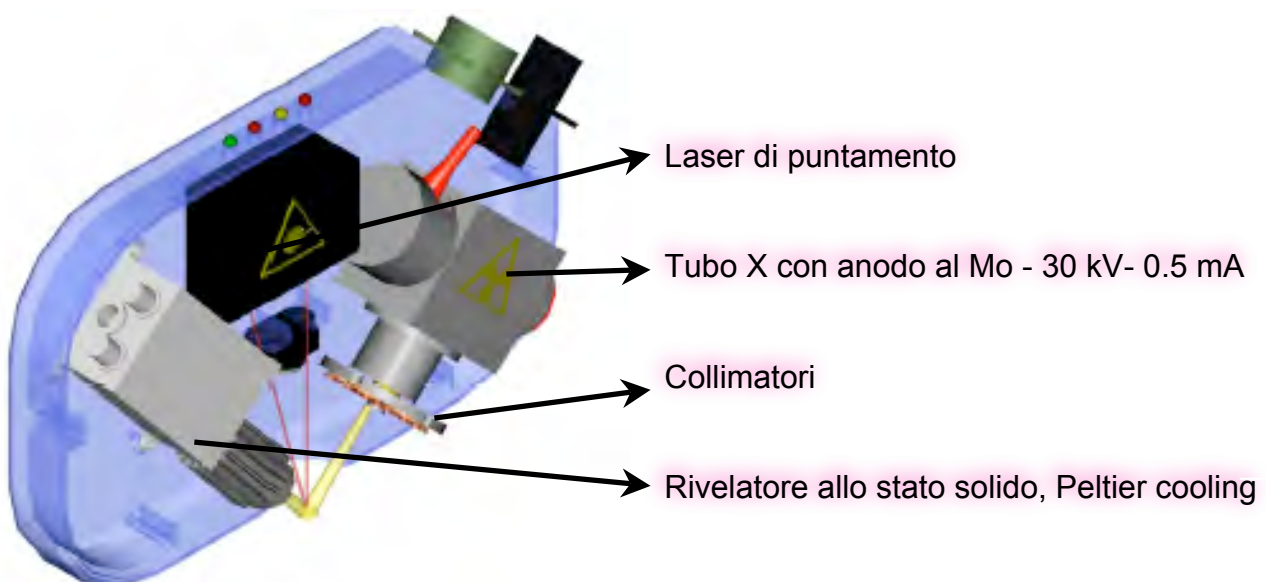
La prima è che si tratta di una tecnica di analisi elementare che permette, perciò, non solo di identificare molti materiali, ma anche di affrontare i problemi legati alla provenienza e alle tecnologie di fabbricazione.

La seconda caratteristica riguarda la non-distruttività e presenta vantaggi fin troppo ovvii in un campo in cui molti degli oggetti studiati sono unici e di grande rilevanza artistica.

L'ultima importante caratteristica è la relativa facilità con cui si possono realizzare strumenti portatili, trasferibili all'interno di musei e laboratori di restauro per analizzare oggetti inamovibili perché troppo fragili o troppo grandi.

Lavoro sperimentale

Spettrofotometro XRF portatile



Analisi in situ non-distruttive in fluorescenza X (figure):



Lavoro Sperimentale

Procedura

-Preparazione di un campione da usare come standard (miscela meccaniche di elementi con ampie differenze in termini di numero atomico, quali *Ca*, *Cu*, *Br*, *Zr* ecc.)

Ogni strumento di analisi chimica per fluorescenza X ha bisogno di una taratura per poter essere utilizzato proficuamente come mezzo di indagine e soprattutto per poter individuare in modo inequivocabile la posizione dei picchi di fluorescenza di raggi X. Per questo motivo prima di ogni analisi XRF è necessario riprendere uno spettro di una miscela solida con elementi chimici noti, se possibile, sia qualitativamente che quantitativamente.

-Taratura dello strumento con campione standard

-Attribuzione dei segnali di fluorescenza

-Costruzione della retta di taratura

-Posizionamento del reperto a composizione incognita mediante il fascio laser

-Analisi qualitativa del reperto mediante confronto dei dati sperimentali con quelli di una banca dati.