

Indagini Non Distruttive

Analisi di Fluorescenza a Raggi X (XRF)



Astrik Gorghinian

FASI DELL'INDAGINE

- **Ispezione:** per esempio per mezzo di radiazione elettromagnetica
- **Valutazione:** comparazione con un modello



Diagnostica: metodi d'ispezione

➤ NON DISTRUTTIVO

*Analisi che non comporta
ALCUNA alterazione
dell'oggetto*

➤ NON INVASIVO

*Analisi condotta su un
campione
rappresentativo, i
prelievi sono dell'ordine
del micro grammo*

Tecniche fotografiche speciali

Riflettografia IR

Olografia

Thermografia

Esempi di Analisi
NON Distruttive

Gammagrafia

Ultrasuoni

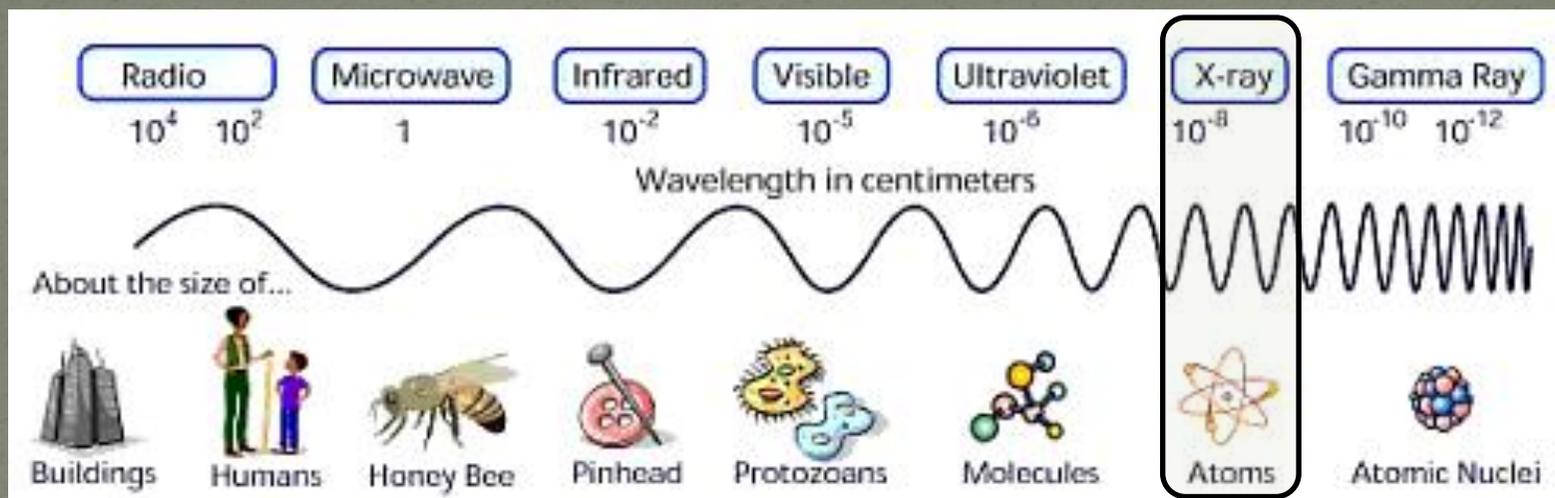
Tomografia

Radiografia

Fluorescenza a Raggi X

XRF

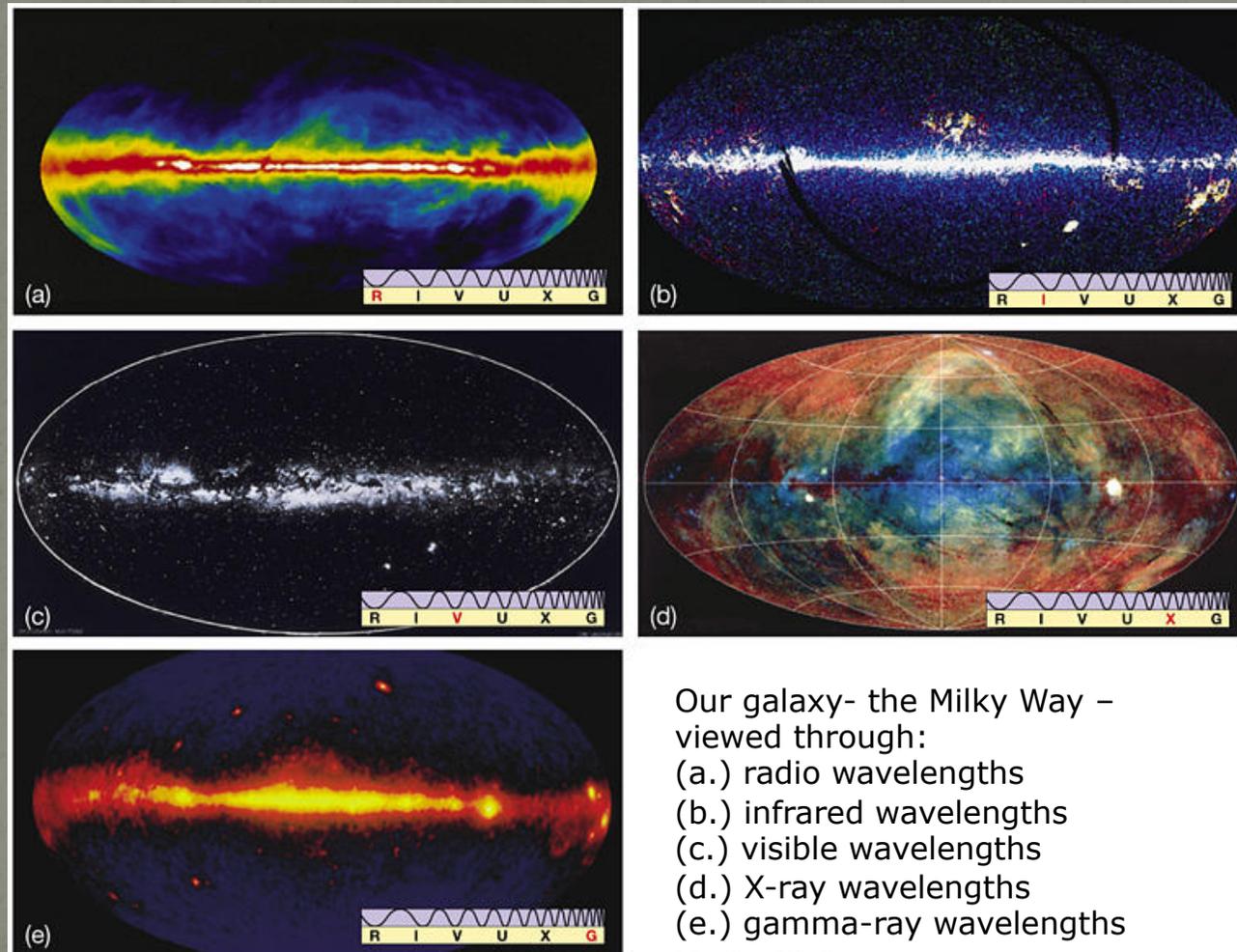
Spettro Elettromagnetico



Region	Wavelength (Angstroms)	Wavelength (centimeters)	Frequency (Hz)	Energy (eV)
Radio	$> 10^9$	> 10	$< 3 \times 10^9$	$< 10^{-5}$
Microwave	$10^9 - 10^6$	$10 - 0.01$	$3 \times 10^9 - 3 \times 10^{12}$	$10^{-5} - 0.01$
Infrared	$10^6 - 7000$	$0.01 - 7 \times 10^{-5}$	$3 \times 10^{12} - 4.3 \times 10^{14}$	$0.01 - 2$
Visible	$7000 - 4000$	$7 \times 10^{-5} - 4 \times 10^{-5}$	$4.3 \times 10^{14} - 7.5 \times 10^{14}$	$2 - 3$
Ultraviolet	$4000 - 10$	$4 \times 10^{-5} - 10^{-7}$	$7.5 \times 10^{14} - 3 \times 10^{17}$	$3 - 10^3$
X-Rays	$10 - 0.1$	$10^{-7} - 10^{-9}$	$3 \times 10^{17} - 3 \times 10^{19}$	$10^3 - 10^5$
Gamma Rays	< 0.1	$< 10^{-9}$	$> 3 \times 10^{19}$	$> 10^5$

Pluri-lunghezze d'onda **La Via** **Lattea**

<https://kaiserscience.wordpress.com/physics/electromagnetism/light-is-an-em-field/>



Our galaxy- the Milky Way –
viewed through:
(a.) radio wavelengths
(b.) infrared wavelengths
(c.) visible wavelengths
(d.) X-ray wavelengths
(e.) gamma-ray wavelengths

Copyright © 2005 Pearson Prentice Hall, Inc.

Raggi X applicati ai Beni Culturali

Diagnostica
NON
Distruttiva

Diagnostica
NON
invasiva

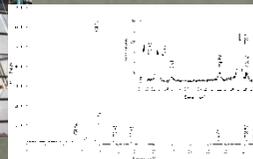
Radiografia



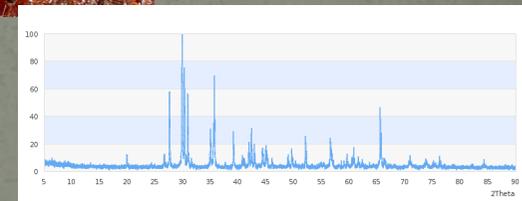
Tomografia



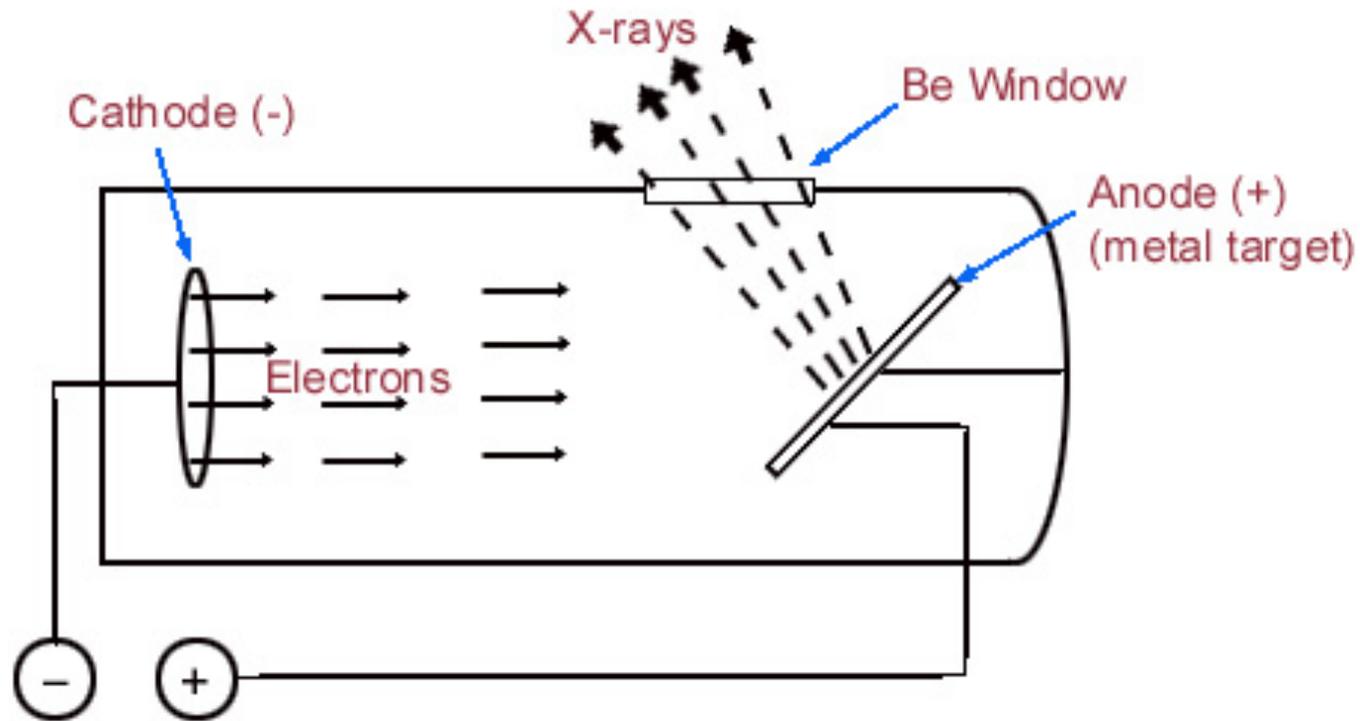
Fluorescenza a
Raggi X



Diffrazione



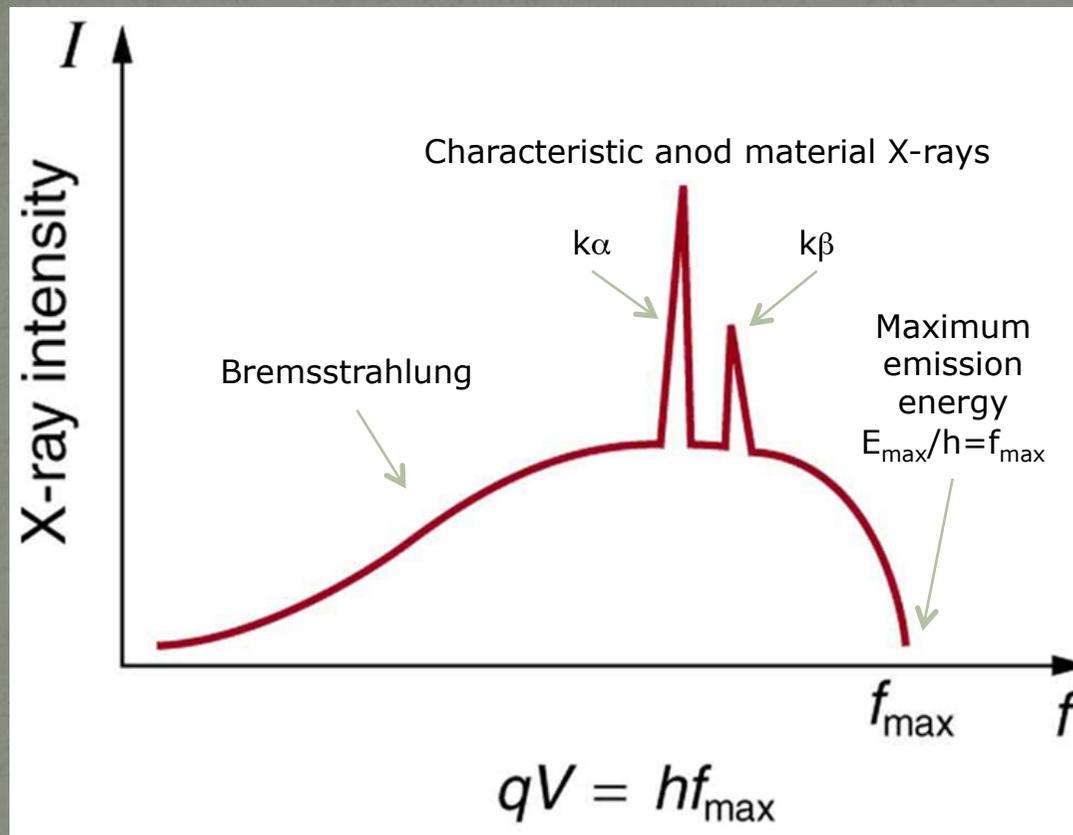
Schema di un tubo a raggi X



voltage 1-60 kV

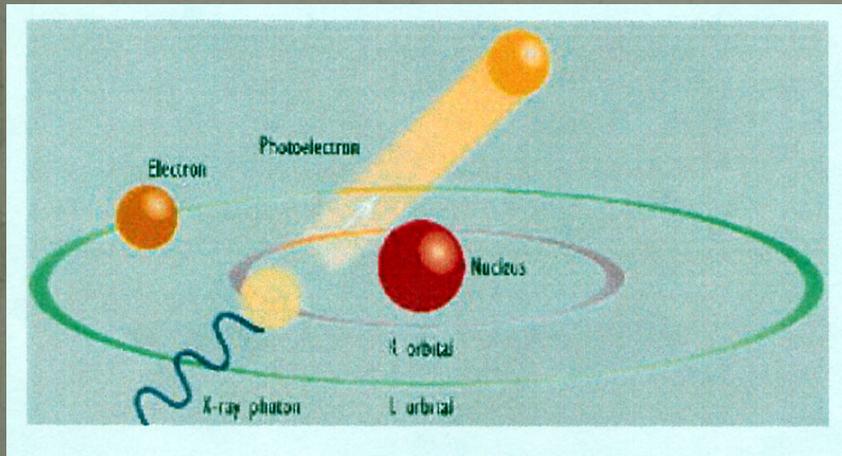
Current: some hundreds of μA

Spettro di un tubo a raggi X

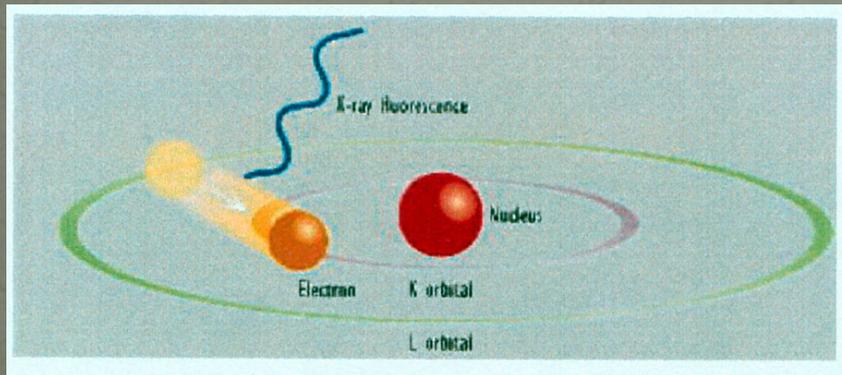


Spettro ottenuto quando elettroni energetici colpiscono un materiale.
La parte continua dello spettro corrisponde all'emissione detta di bremsstrahlung,
mentre i picchi corrispondono alle linee caratteristiche del materiale dell'anodo.
Entrambi sono processi atomici che producono fotoni energetici noti come raggi X.

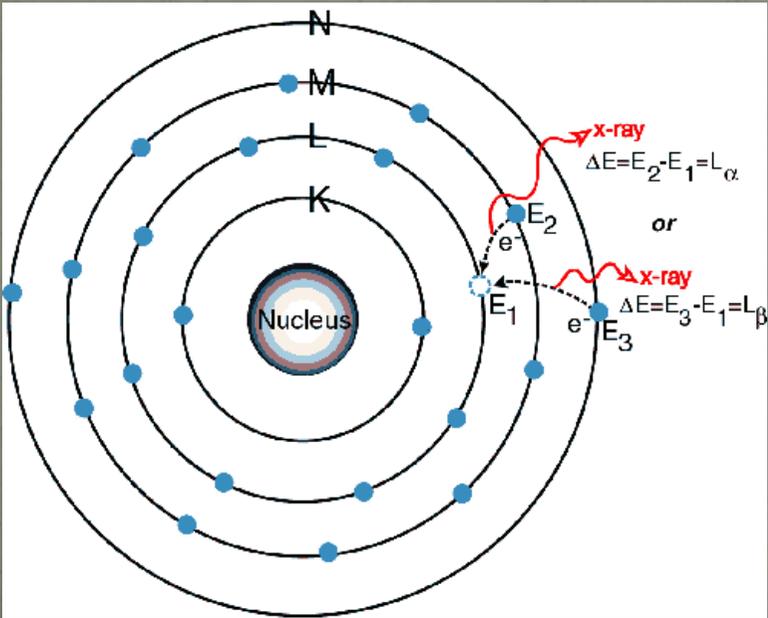
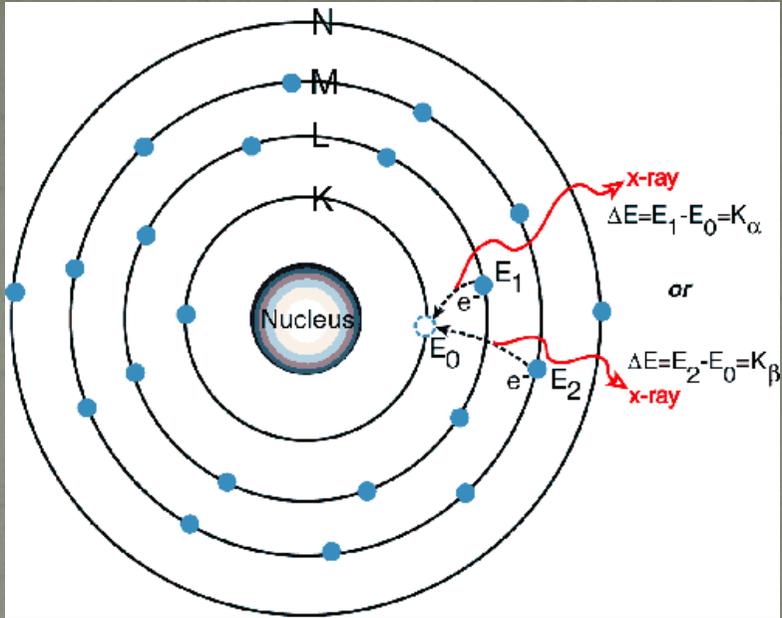
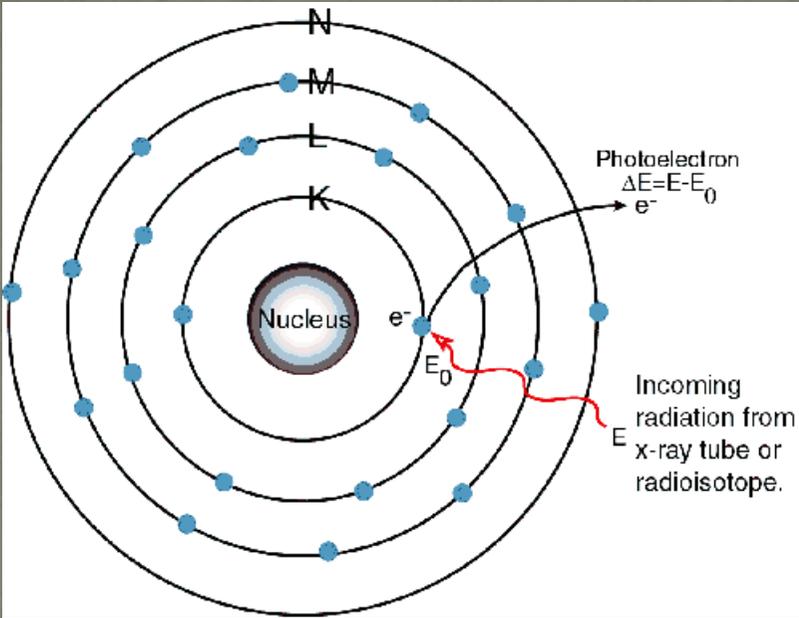
FLUORESCENZA A Raggi X (XRF)



Un fascio di RX che investe un campione, trasferisce una parte della sua energia agli e^- delle orbite più interne in quantità note e caratteristiche dell'atomo a cui appartengono, producendo l'espulsione di un e^- (effetto fotoelettrico)



Nell'atomo eccitato si induce una transizione elettronica con conseguente emissione di radiazione RX di energia ed intensità legate all'**abbondanza** ed al **tipo di elemento** presente nel campione investito.



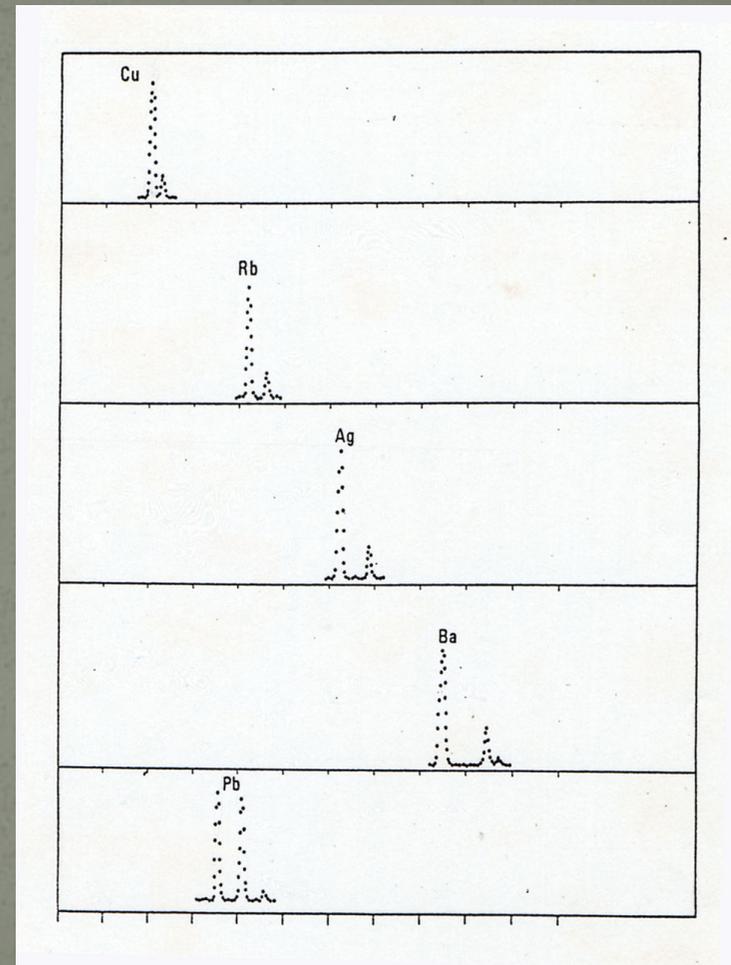
Z	kα keV	kβ keV	Lα keV	Lβ keV
Cu	8.04	8.90	0.93	0.95
Ag	22.01	24.94	2.98	3.15
Pb	74.22	84.92	10.55	12.61

Spettro XRF

Il risultato dell'indagine è un grafico noto come **Spettro XRF**: in questo diagramma il **numero** dei fotoni caratteristici Raggi X emessi dall'elemento sono riportati in funzione dell'**energia**.

Z	k α keV	k β keV	L α keV	L β keV
Cu	8.04	8.90	0.93	0.95
Ag	22.01	24.94	2.98	3.15
Pb	74.22	84.92	10.55	12.61

Fotoni emessi (Conteggi)

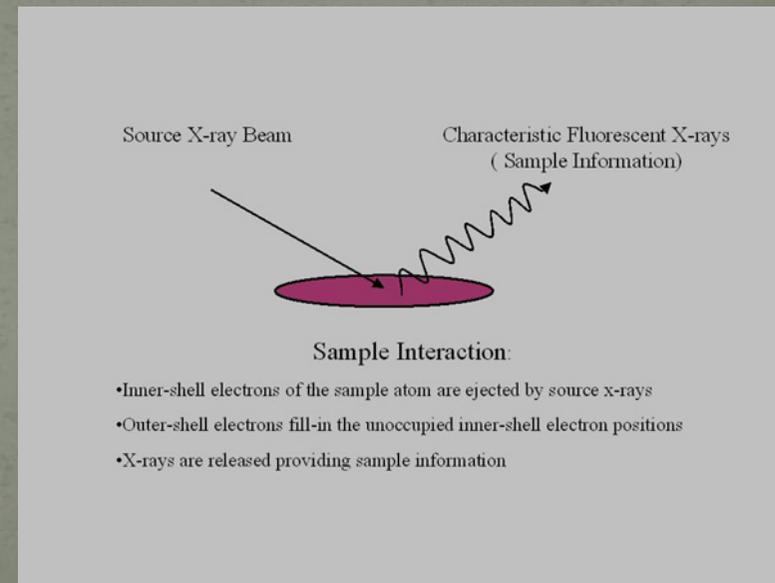


XRF

Energia dei fotoni (keV)

Misure XRF

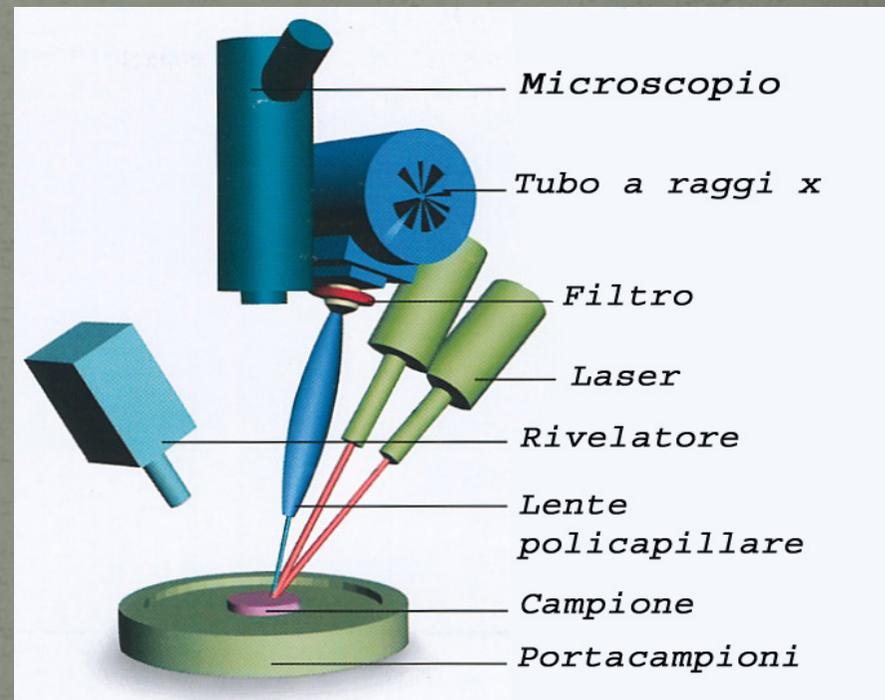
- Le misure sono eseguite in tempi brevi (qualche centinaio di secondi)
- Le informazioni sono relative ad **uno strato superficiale** del campione (da frazioni di qualche mm per i metalli a qualche cm per i legni)
- L' **area** investigata ha le stesse dimensioni dello "spot" del fascio : a seconda dell'esigenze, questo parametro può essere ridotto da **qualche cm²** a **frazioni di mm²**.



Spettrometro XRF ai LNF



Unisantis XMF 104



Geometria della misura

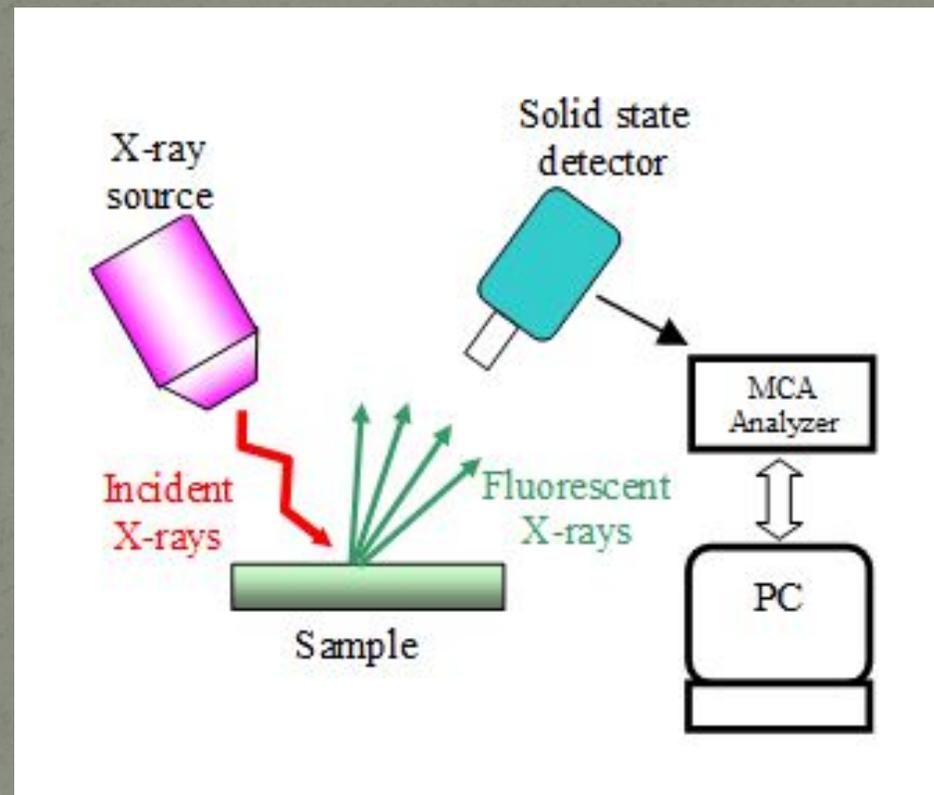
Informazioni (XRF)

- Identificazione Qualitative degli elementi chimici presenti nel campione con peso percentuale < qualche percento
- Determinazione Quantitativa degli elementi chimici presenti nel campione \pm qualche percentuale d'errore

Apparato strumentale

- Tubo a Raggi X (energia ≤ 60 keV)
- Campione
- Rivelatore a semiconduzione Si(Pin) raffreddato Peltier
- Amplificatore di segnale
- Analizzatore multicanale MCA (convertitore analogico/digitale)
- Sistema di acquisizione ed elaborazione dati

Apparato sperimentale





Dipinti



Metalli



Ceramica

Applicazione XRF

Pietre e gemme



Smalti e vetri

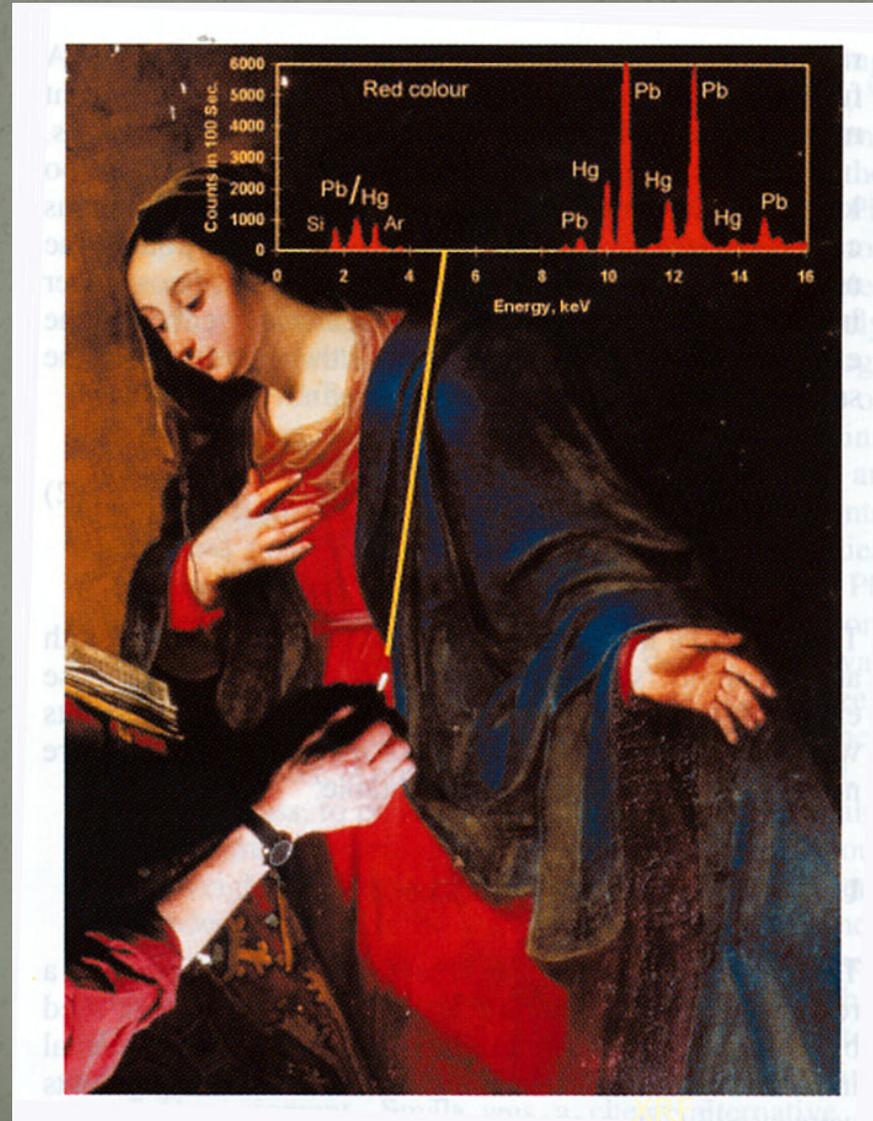


XRF dipinti

*Analisi
Qualitativa*

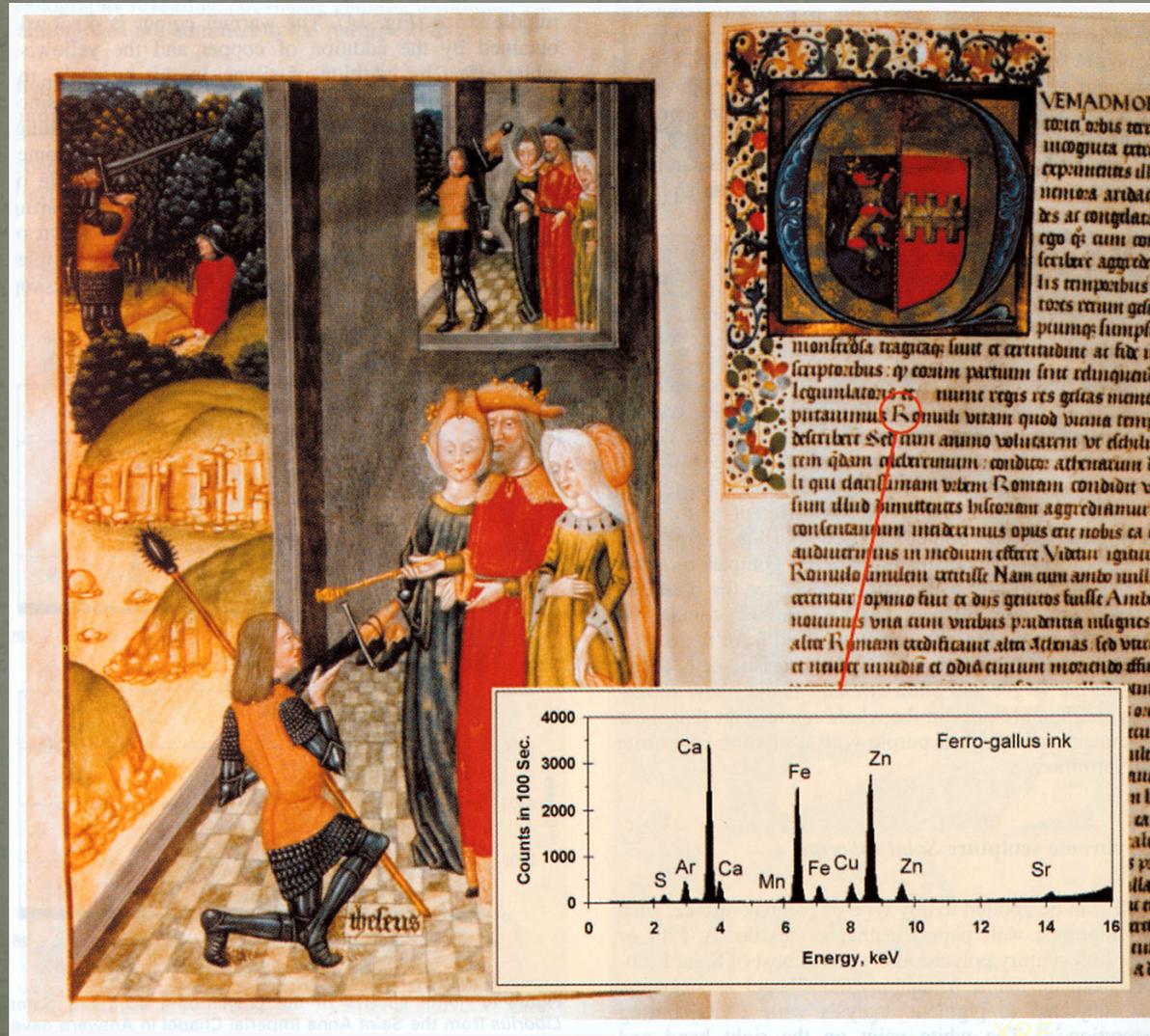
Vermilione:
Cinabaro HgS

Biacca:
imprimitura



Van den Heuvel
Annunciazione
Saint Nicholas
Church , Ghent

XRF inchiostro



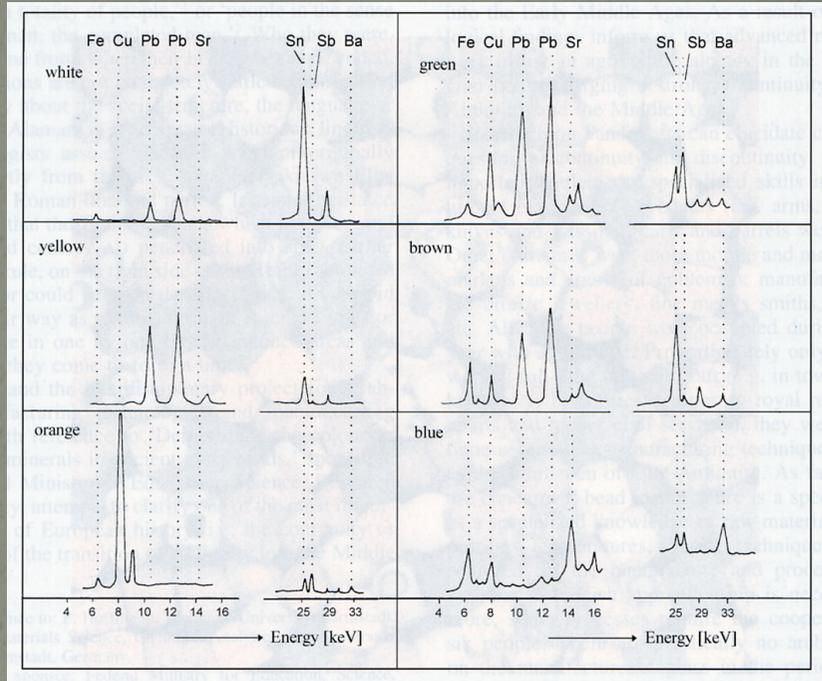
Collezione
Raffaello de
Mercatellis
Manoscritto n.109
Libreria Universitaria,
Ghent

Analisi Qualitativa
Inchiostro Ferro-gallico
Sali di Fe+Zn in acido
gallico

XRF VETRO



perline
Tombe Merovinge



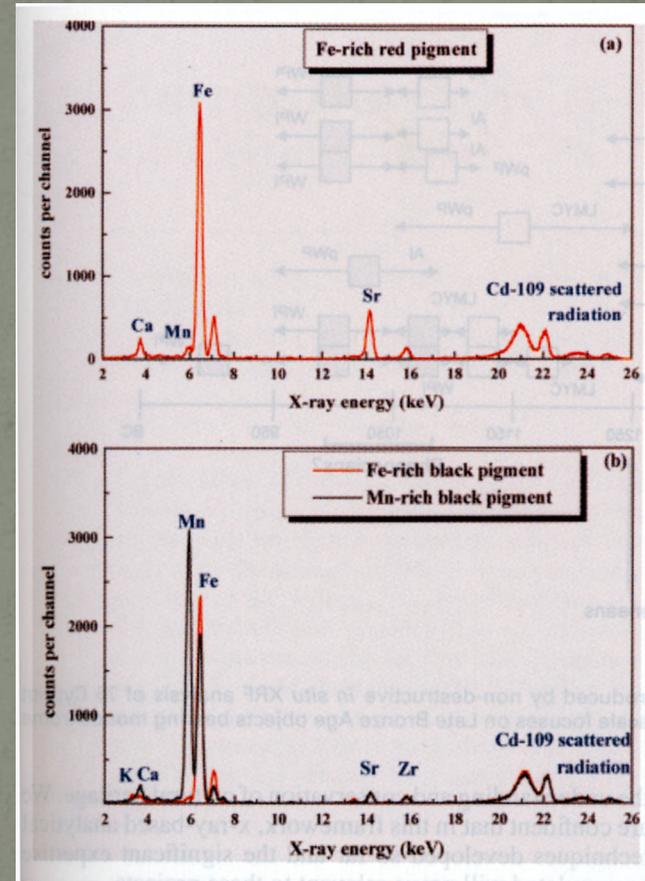
Analisi Qualitativa
Elements cromofori

XRF

XRF terracotta



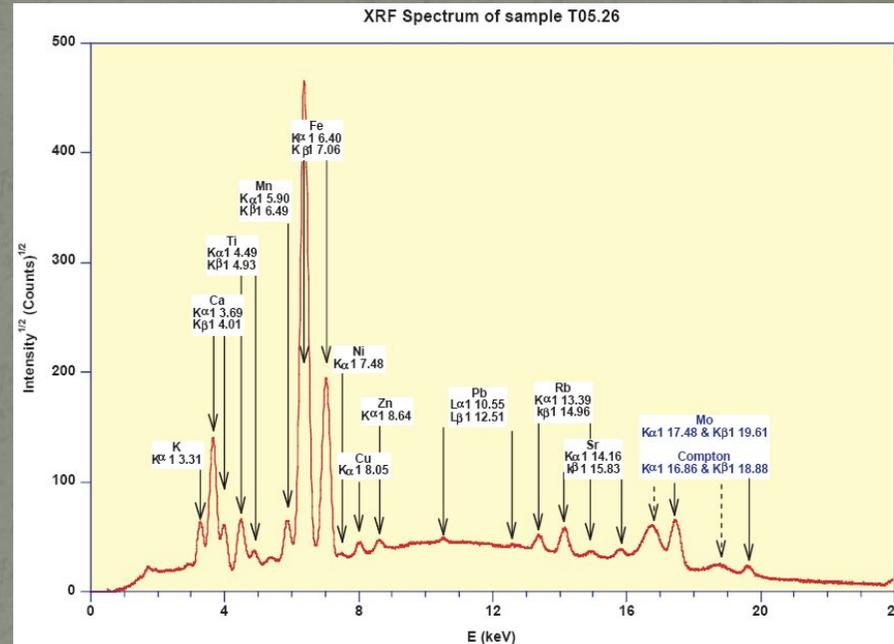
Terracotta ciproarcaica
Museo di Nicosia



XRF ceramica



Ceramica a vernice nera
Lavinium (Pratica di Mare)

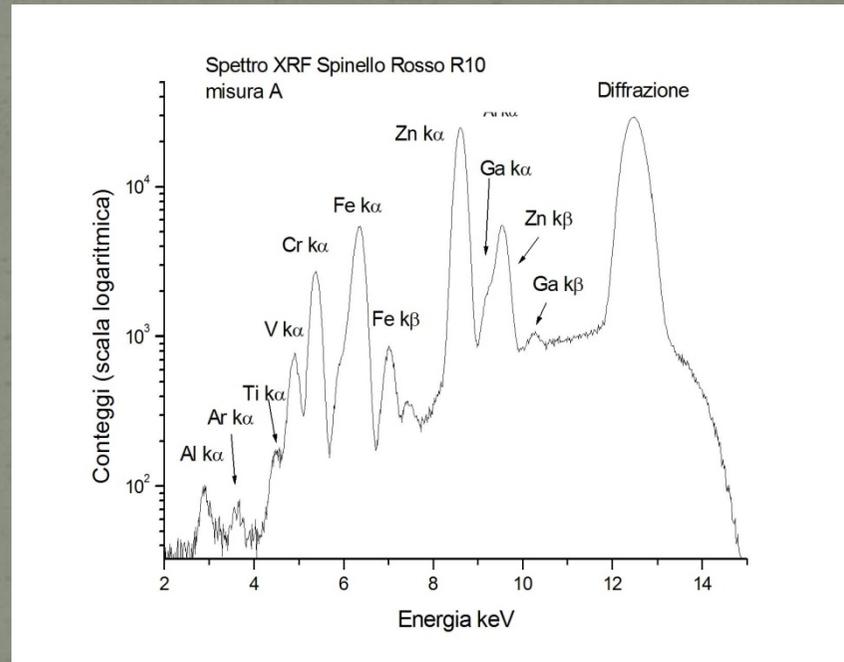


Analisi Quantitativa
Determinazione della concentrazione degli elementi

XRF gemme



Spinello
rosso
 MgAl_2O_4



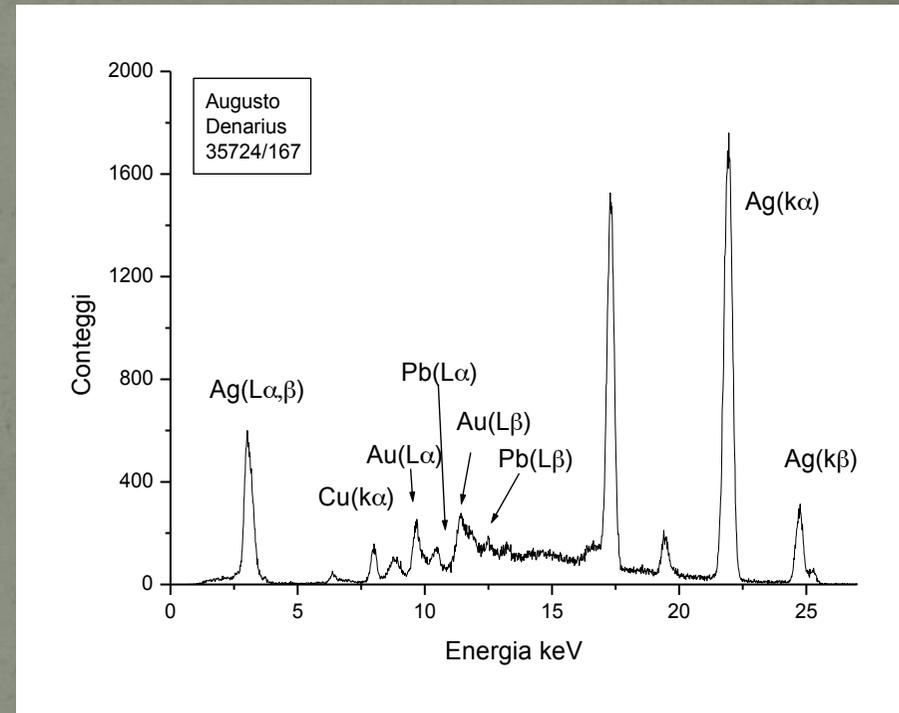
Analisi Quantitativa
Determinazione degli elementi in tracce

XRF metalli : monete

Denarius
Brundisium/Roma
29-27 BC
35724/167 – 3.67 g



Museo Archeologico Nazionale di Firenze
Monetiere



*Analisi Quantitativa
della lega*

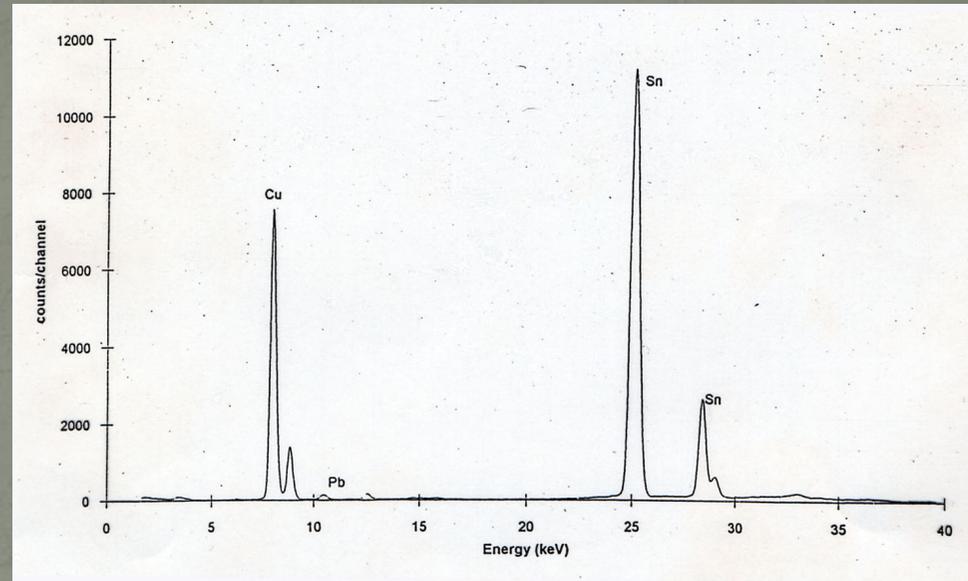
XRF metalli: statue

Leghe di diversa composizione

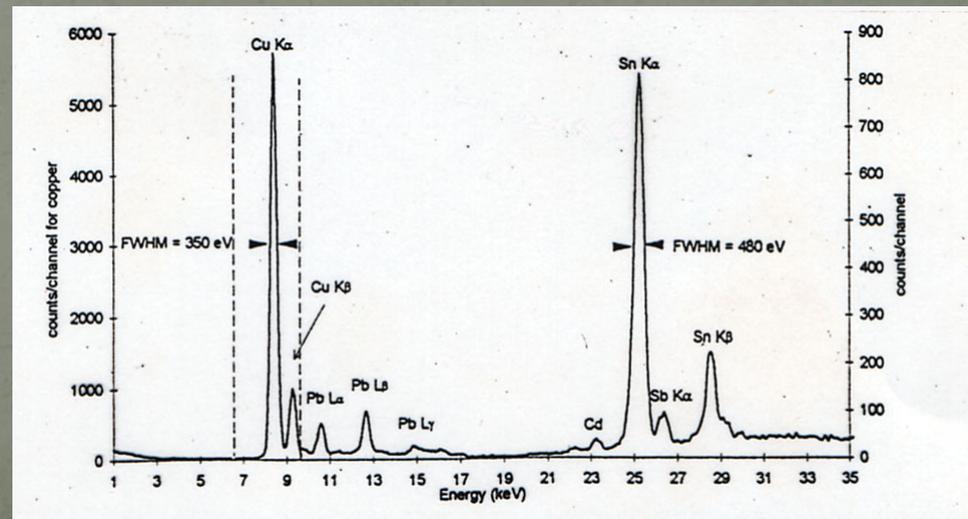
Analisi Quantitativa
della lega

Spettro tipico di un
bronzo nuragico

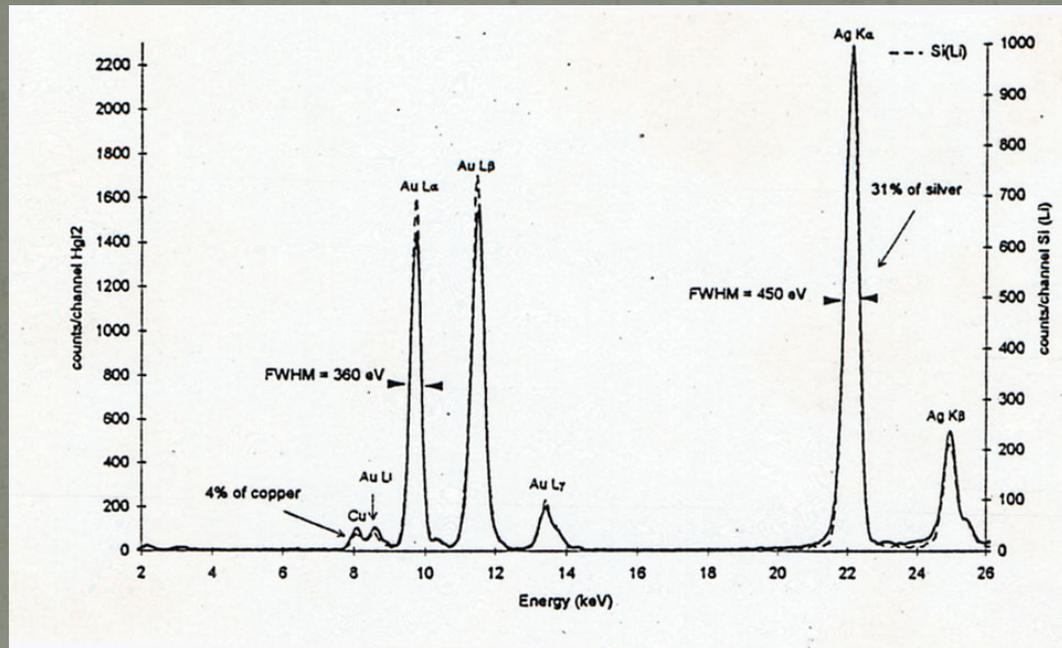
(Pb <1%)



Spettro di un oggetto
di bronzo rinvenuto
nell'Isola di Vivara
(Na)



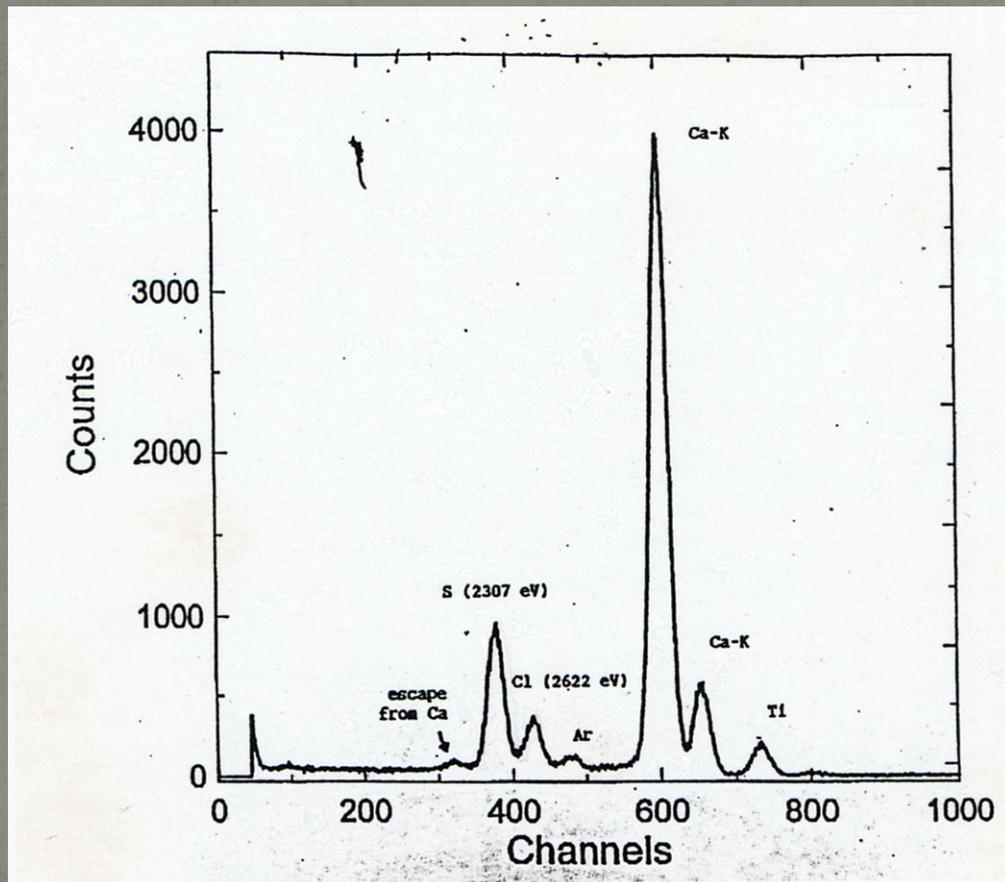
XRF metalli: gioielli



*Analisi Qualitativa
della lega*

gioielli etruschi (Collezione Castellani)
Museo Nazionale di Villa Giulia

XRF inquinamento: affreschi



Analisi Qualitativa

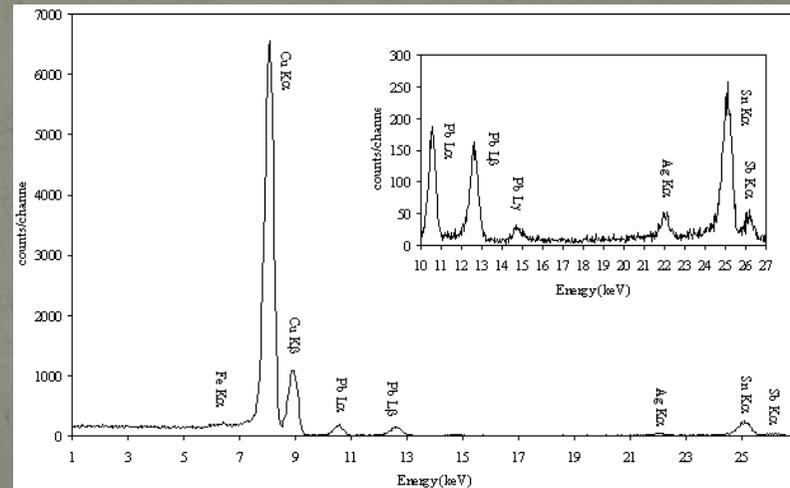
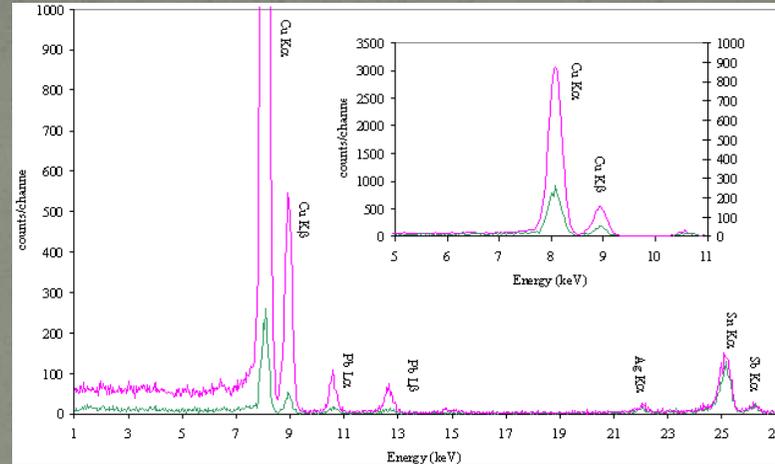
Studio della
deposizione di S e
Cl su affreschi,
Causati
dall'inquinamento
atmosferico

Rivelazioni fino a
0.1% di S o Cl

XRF corrosione e patina: bronzi



Cellini – *Perseus*
Piazza della Signoria, Firenze

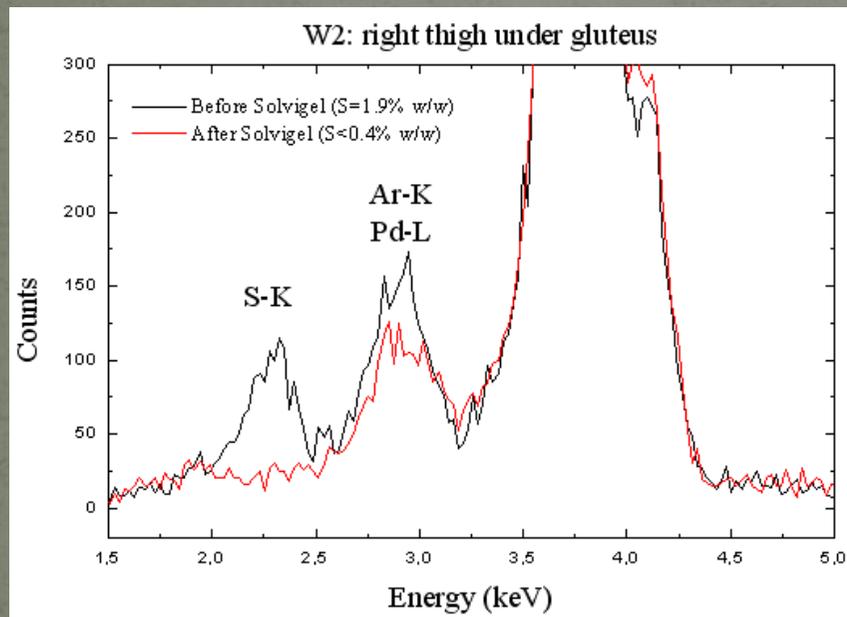


Analisi Qualitativa
Studio di Patine

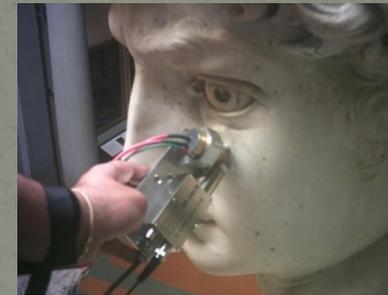
XRF

XRF restauro/conservazione: marmo

Efficienza dei solventi a rimuovere lo zolfo



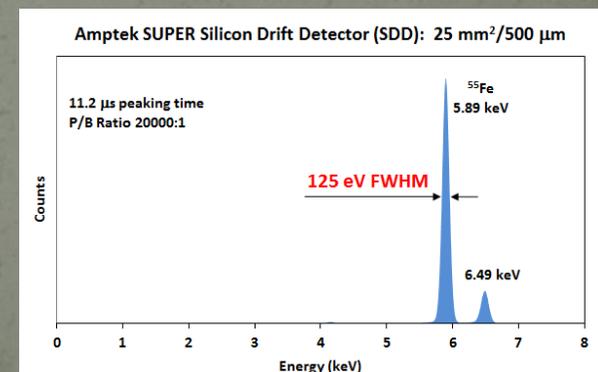
Analisi Quantitativa
Studio di pulizia di superfici

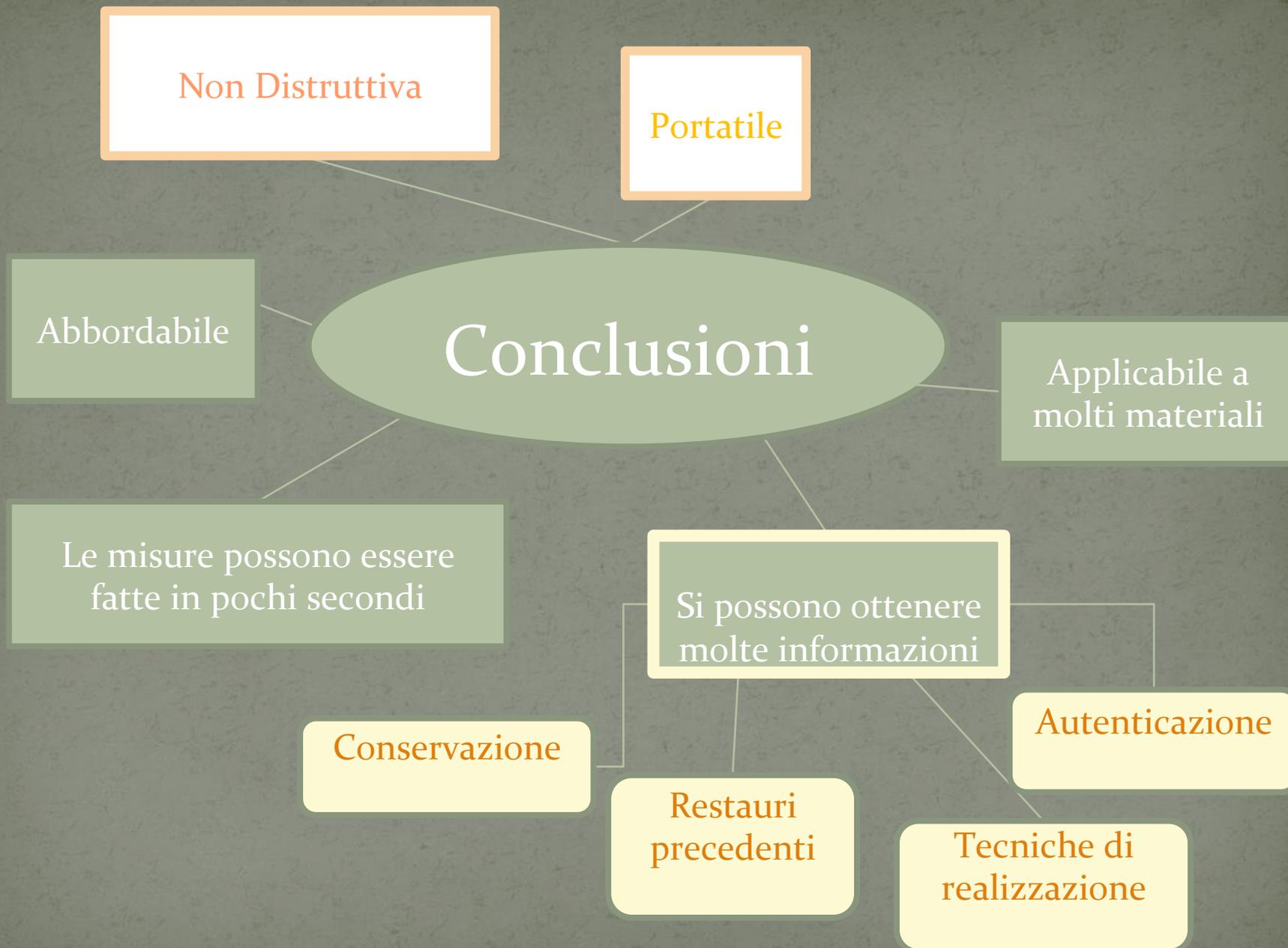


Michelangelo
Davide
Galleria dell'Accademia, Firenze

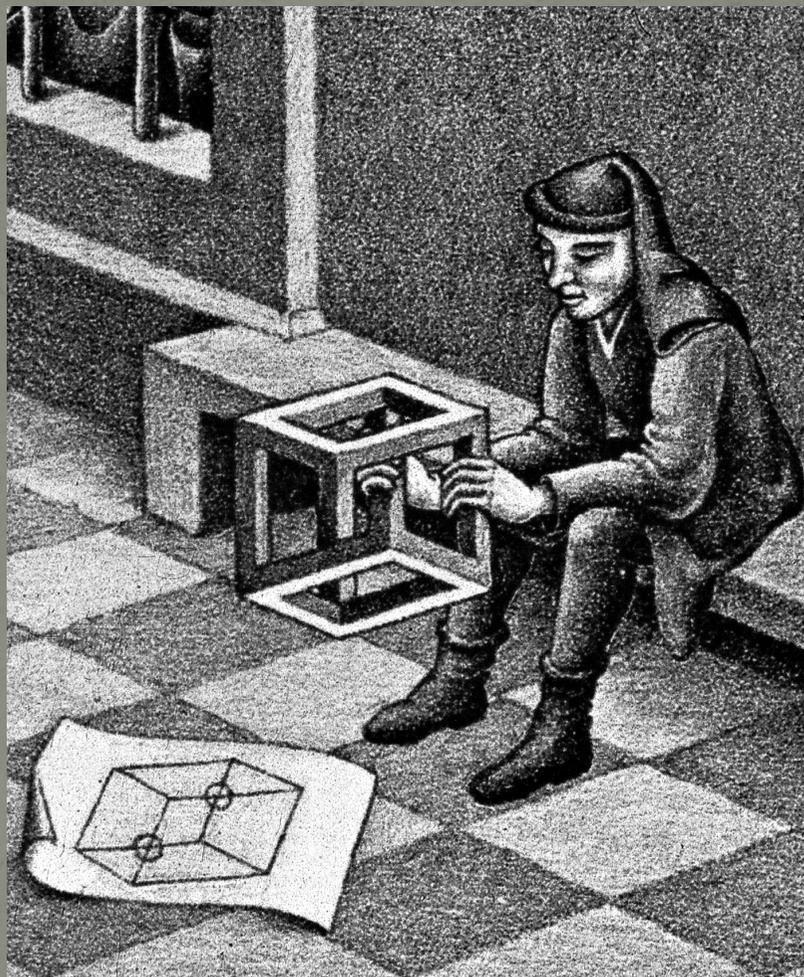
XRF Limiti

- Non sono rivelabili Elementi Chimici Leggeri (sostanze organiche)
- Analisi di superficie: per studiare in profondità si devono adottare altre tecniche
- Risoluzione del rivelatore (>100 eV)





Grazie per la vostra **attenzione**



http://padlet.com/astrikgorghinian/XRF_en

http://padlet.com/astrikgorghinian/XRF_it

M.C. Escher
Cubo Impossibile
(Necker's Cube)

Bibliografia

∟

- <https://kaiserscience.wordpress.com/physics/electromagnetism/light-is-an-em-field/>
- <https://courses.candelallearning.com/colphysics/chapter/29-3-photon-energies-and-the-electromagnetic-spectrum/>
- P. Craddock, *Science Investigation of copies, fakes and forgeries*, 2009 Elsevier
- <http://xdb.lbl.gov/>
- Kate Seymour , *Standard non-destructive techniques used to document and examine artworks employed within the conservation field*, 2010 International Symposium on Cultural Heritage Conservation: Non-destructive testing technology application (Taiwan), December 6th and 7th 2010

Esercizi

- Match up spectra

<http://LearningApps.org/watch?v=pctiw05yt16>

- Match up x- ray element

<http://LearningApps.org/watch?v=p2suf942ki6>

- Cloze

<http://LearningApps.org/watch?v=pu2f5umhn16>