

CABENS

2011

CURSO DE CARACTERIZAÇÃO DE BENS CULTURAIS

Aplicação de métodos físicos e químicos ao estudo e caracterização de objetos de arte e arqueológicos

03 a 14 de outubro de 2011

**Curso do programa de extensão universitária
PROEXT2009**

MEC/Ministério Ciência/IPHAN/MTE
Programa/Projeto realizado com o apoio do
MEC/SESu.



Instituto de Física
Universidade de São Paulo



PRÓ-REITORIA DE
CULTURA E EXTENSÃO
UNIVERSITÁRIA



Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo



Métodos Analíticos

Quanto ao tipo

- Destrutivos (análise de fragmentos)
- Não destrutivos
 - Preserva a amostra - pode ser re-analisada
 - Preserva a amostra e o objeto
- Micro-destrutivos (dano invisível a olho nu, micrométrico)
 - Corte estratigráfico



Métodos Analíticos

Quanto às amostras

- **Múltiplos e diferentes materiais** (pedras, rochas, tecido, couro, madeira, papel, ossos (marfim), pergaminhos, vidro...)
- **Estrutura tridimensional** complexa (ligas metálicas, jóias, adereços, armas..)
- Coberta com uma ou **várias camadas de pigmentos** (pinturas, estátuas de madeira, manuscritos..) e eventualmente uma camada protetora (verniz).
- **Superfície deteriorada** (corrosão, oxidação, etc..)

Metodologias Propostas

ETAPA 1 : Exame Visual

Imagens com luz visível,
IR,UV, radiografia

Exames com microscópio
óptico

ETAPA 2 : Análises não destrutivas

Análises “in situ” portáteis
XRF, Raman,
Difração de raio X

Exames no laboratório
PIXE, PIGE, RBS,IOL

ETAPA 3 : Análises Microscópicas
semi-destrutivas

Amostras de pontos
estratégicos

Exames com SEM-EDS, TEM,
IR, FTIR, cromatografia

Sondas Analíticas



luz, IR, UV

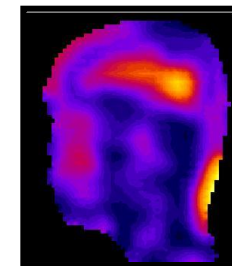
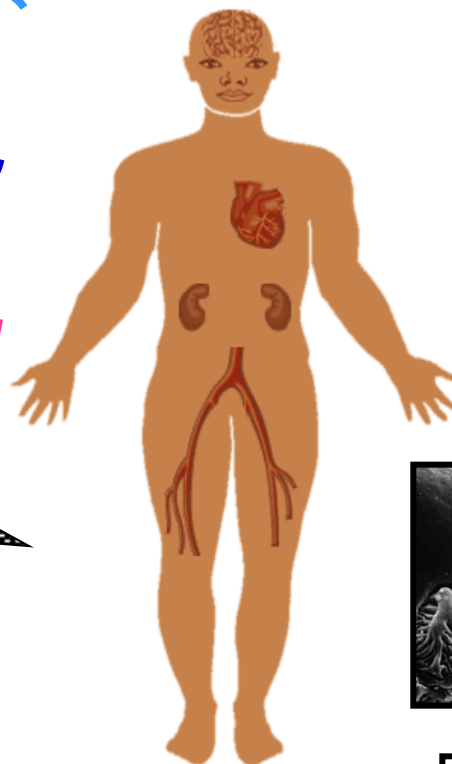
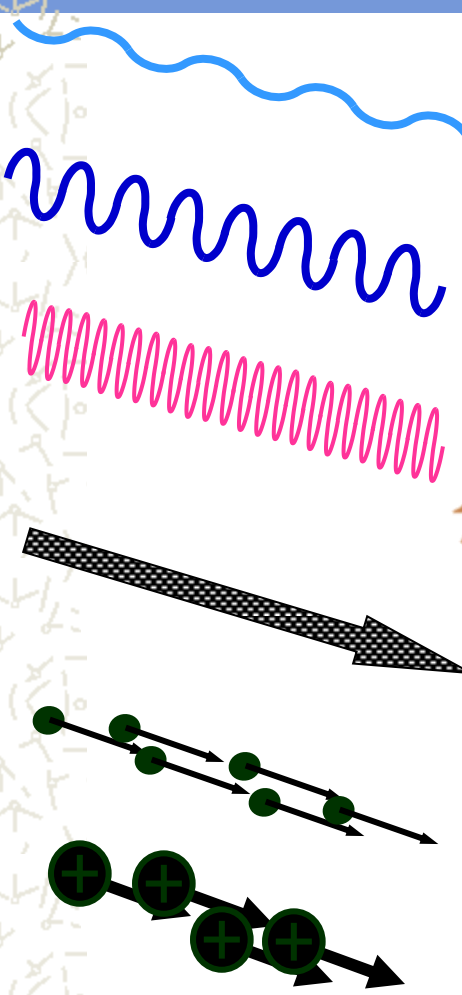
raios-X

raios- γ

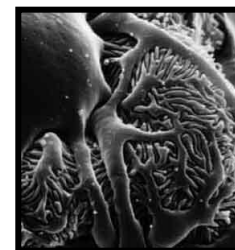
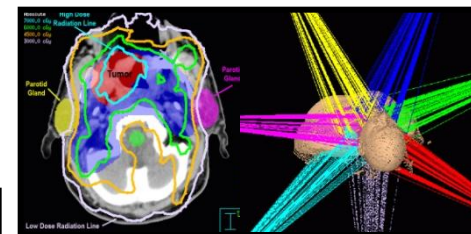
elétrons

neutrons

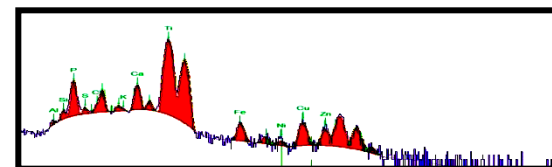
íons



www.cs.ucl.ac.uk



Kidney podocyte
www.lbl.gov/lifesciences/labs/auer_lab.html



Sondas analíticas e detecção do sinal

luz, IR, UV

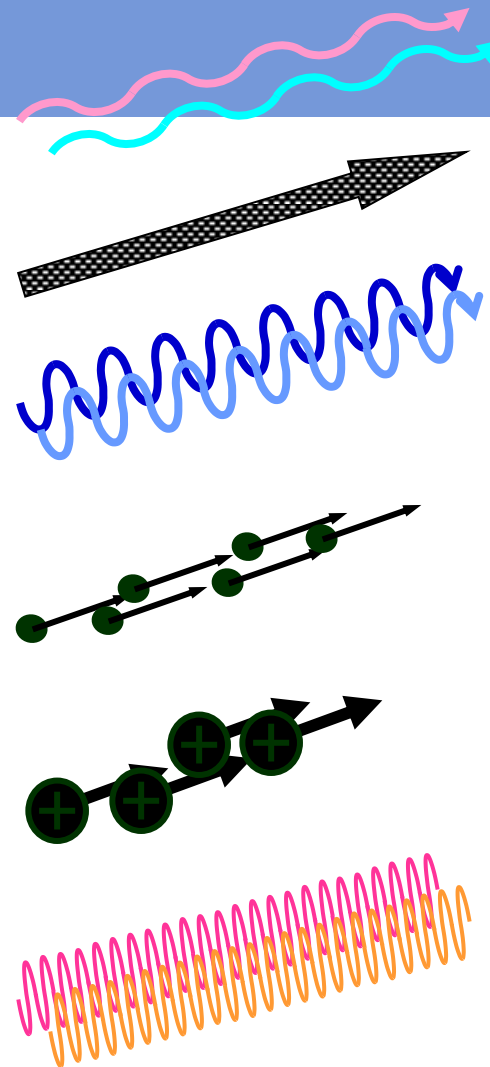
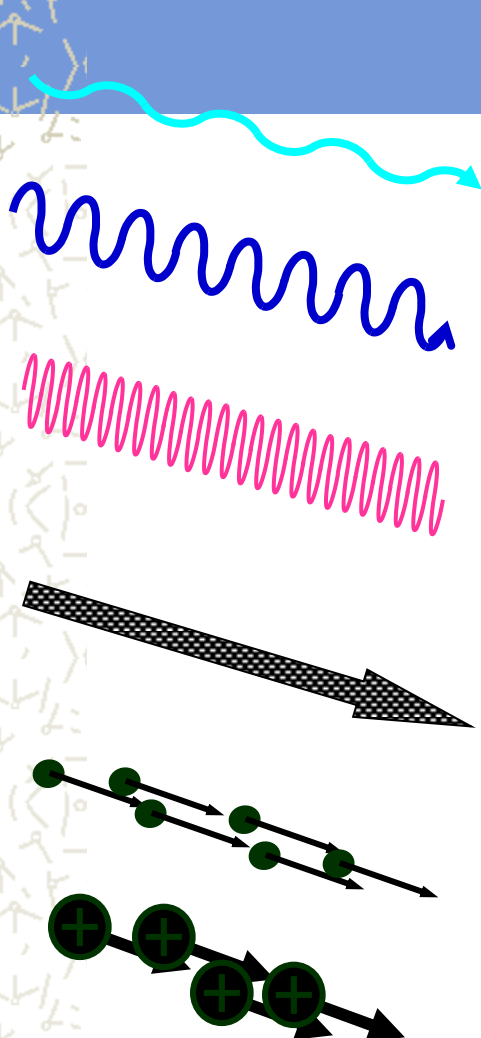
raios-X

raios- γ

elétrons

neutrons

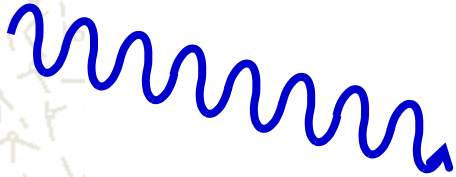
íons



DETECTOR

Raios-X, elétrons e íons...

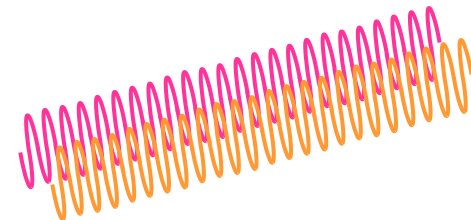
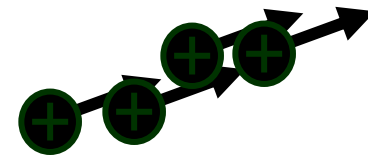
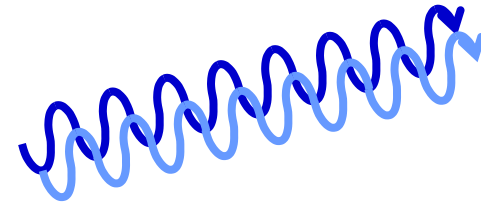
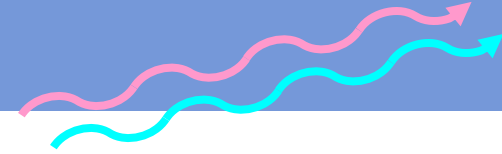
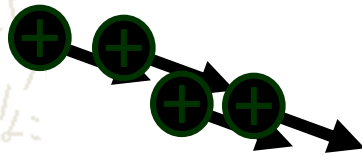
raios-X



elétrons

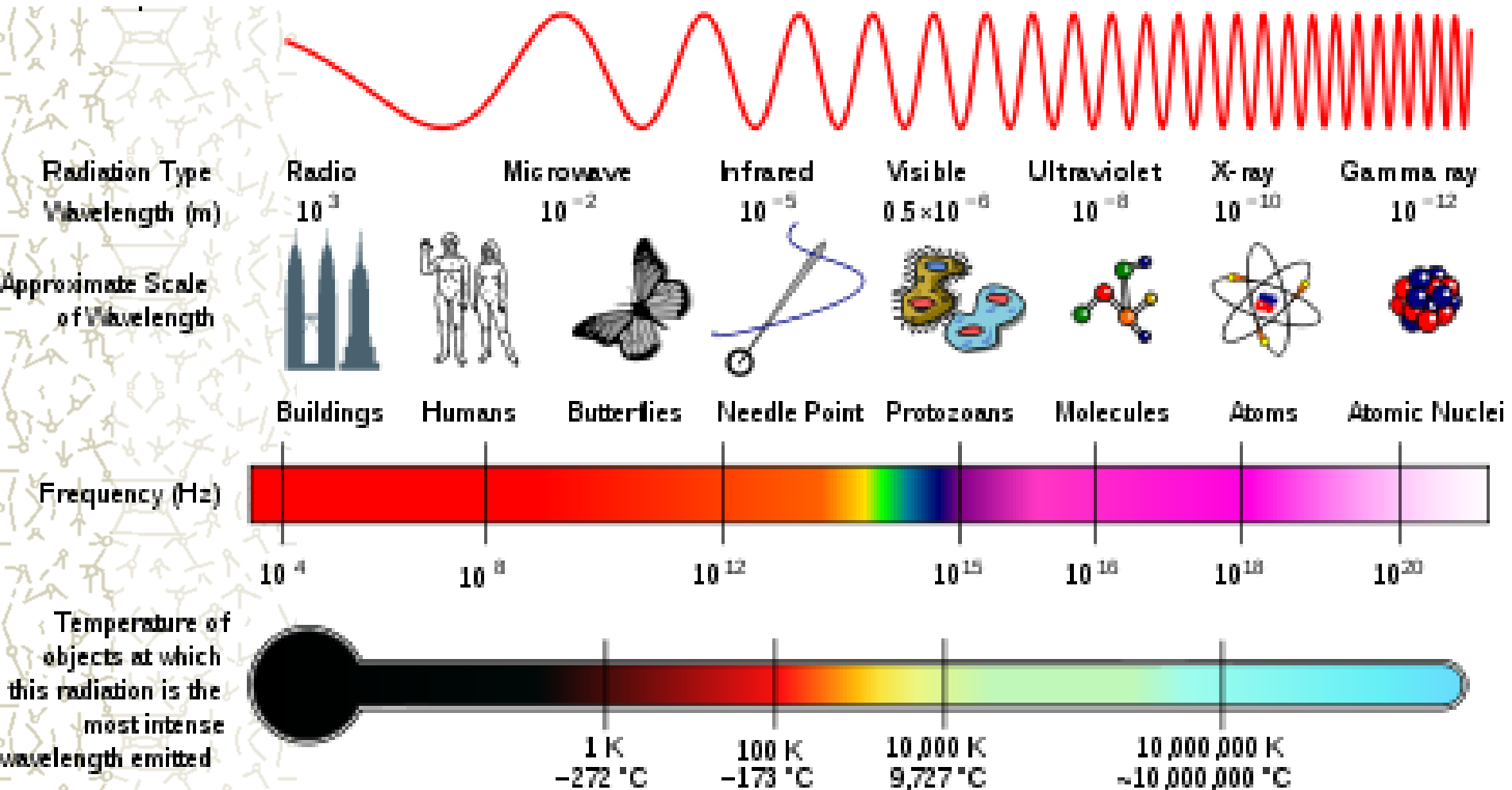


íons



DETECTOR

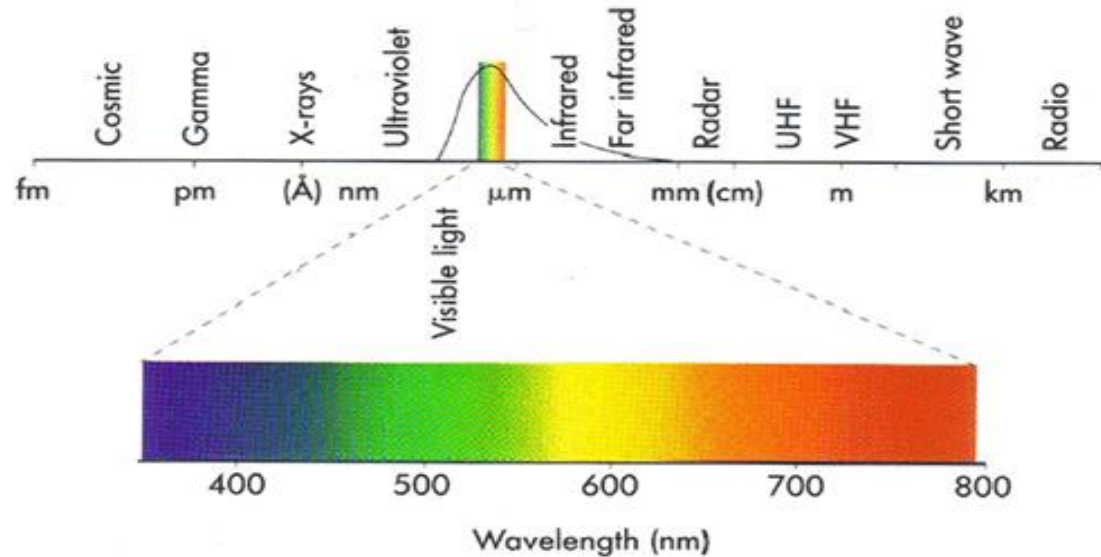
Radiação Eletromagnética





Espectro eletromagnético visível

No diagrama abaixo vemos que apenas uma pequena faixa entre 380 nm e 780 nm do espectro solar recebida pela superfície da terra é visível aos olhos.



Cada elemento tem suas próprias características de transições que dependem dos números quânticos da orbita e da carga Z (número de eletrons e prótons) do elemento. Estas transições podem ser analisadas através da espectroscopia para determinar sua concentração elementar.

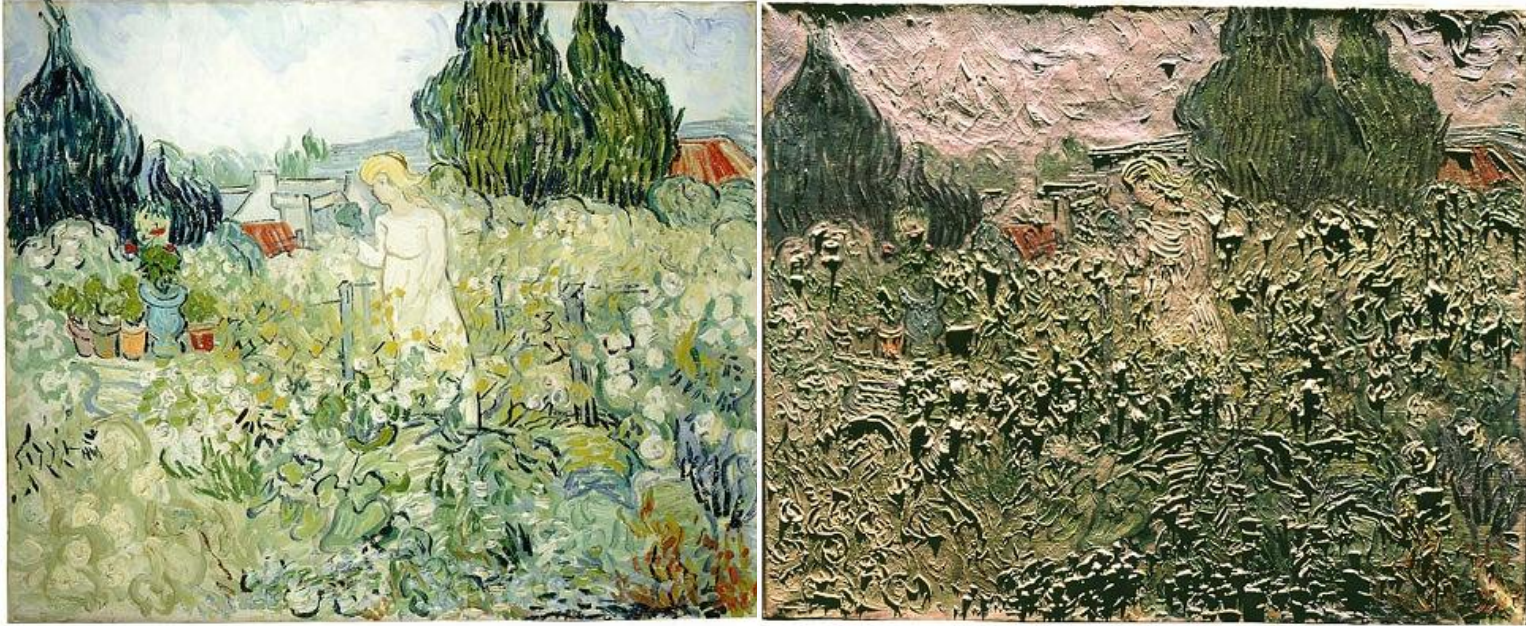
Etapa 1

ETAPA 1 : Exame Visual

Imagens com luz visível,
IR, UV, radiografia

Exames com microscópio
óptico

Luz visível: iluminação de topo x rasante)



Van Gogh.

Jean-Claude Dran, Centre de recherche et de restauration des Musées, 2001

- Visível (400 - 780 nm):

Fotografia para documentação.

Iluminação de topo ou rasante (para realçar detalhes)



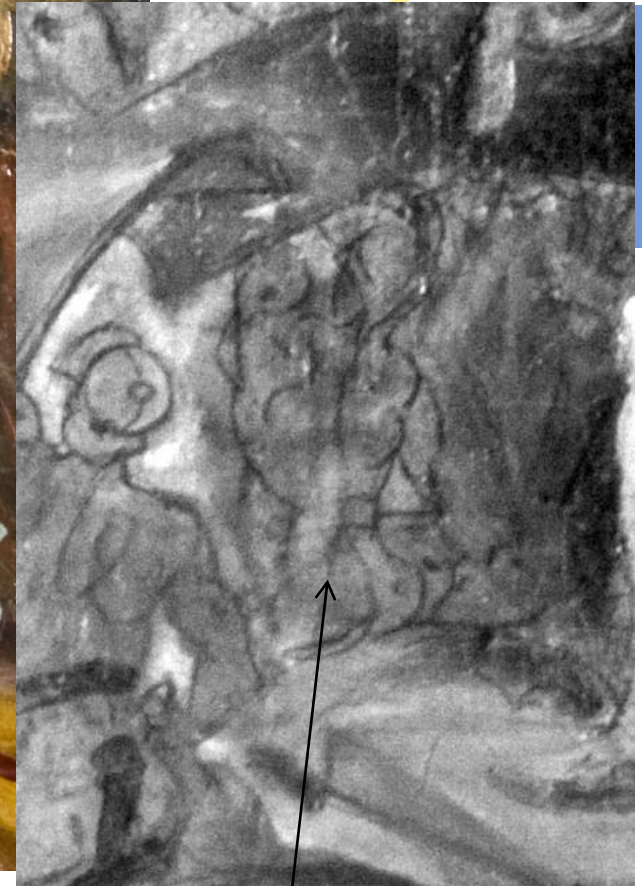
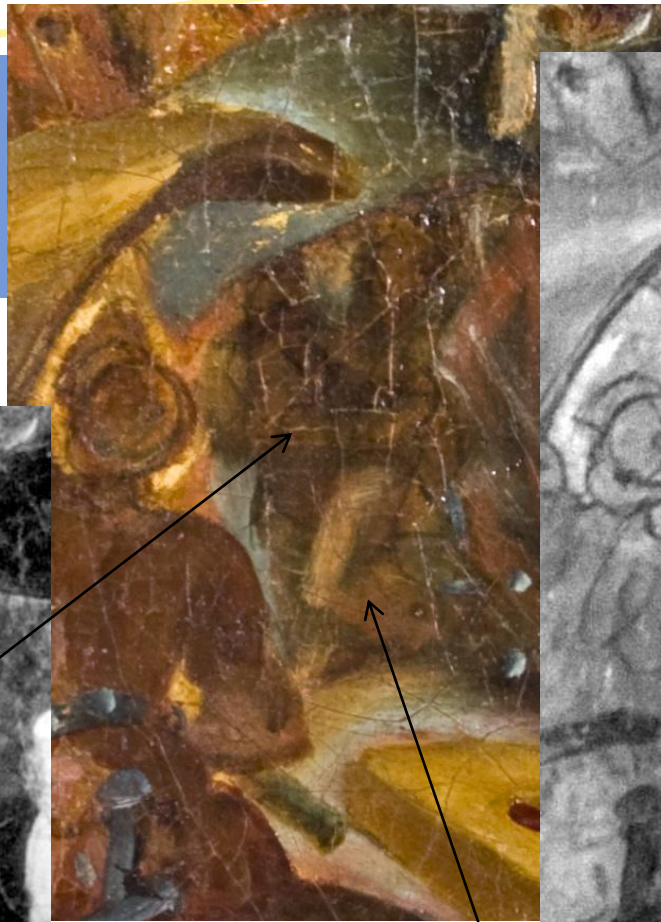
Medidas de Reflectografia com Infravermelho (IR)



- **Infravermelho próximo 380nm – 1000nm de comprimento de onda**

Pintura óleo sobre tela, "Desembarque e Combate", artista desconhecido do começo do século XIX
Acervo da Pinacoteca do Estado de São Paulo (RM0139)

Detalhe 1: mais superficial mostra detalhes dos desenhos



Detalhe 2: imagem mais profunda mostrando o desenho inicial detalhado feito pelo artista, a figura final é diferente

E. Kajiya

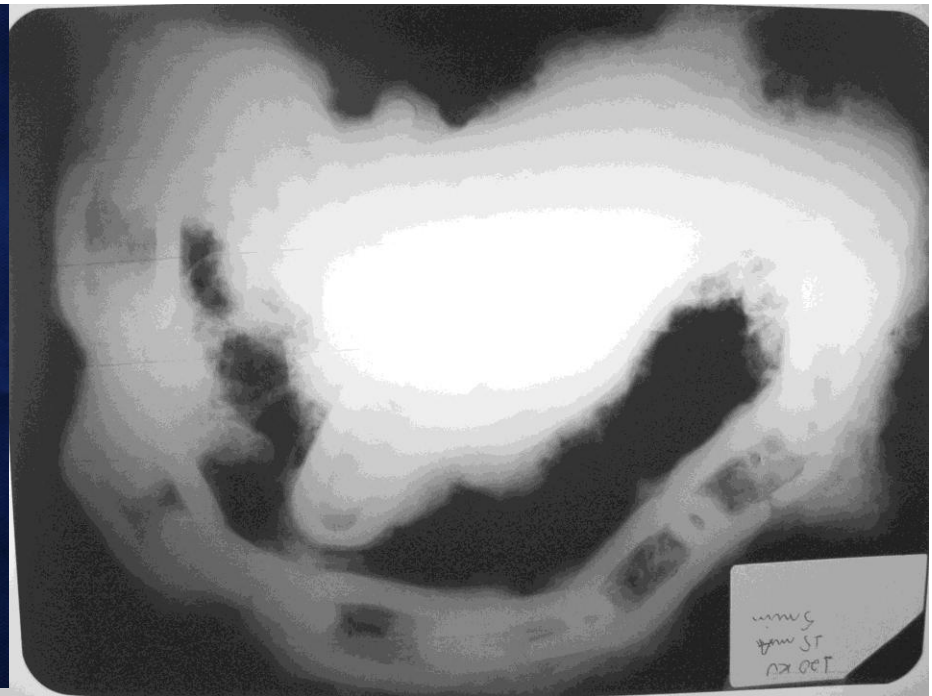
Luz (fluorescência UV)



- UV (320 - 400 nm) Fluorescência UV.

Cena do Calvário. Provável Van Dick. Coleção particular.
M. Rizzo (Mrizzo Restaurações)

Raios-X (radiografia)



peça encontrada, pela marinha, no fundo do mar com uma massa de argila ao redor

R. S. Guimarães – Marinha –
MAE/USP

Radiografia (IF-USP)
exibe o conteúdo interno

Raios-X (acelerador)



Bruxelas, 30 julho de 2008 - Uma equipe de pesquisadores da Holanda e da Bélgica reconstruiu com exatidão sem precedentes uma pintura oculta sob a obra "Patch of Grass" (1887), do holandês Vincent Van Gogh, por meio do uso de uma nova técnica que emprega raios X aplicados com um acelerador de partículas (revista o globo)

Etapa 1

ETAPA 2 : Análises não destrutivas

Análises “in situ” portáteis
XRF, Raman,
Difração de raio X

Exames no laboratório
PIXE, PIGE, RBS, IOL

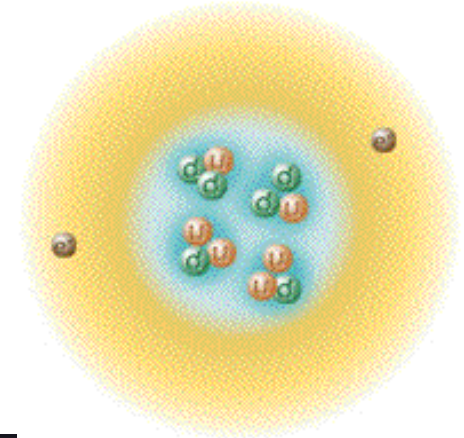


Entendimento do Universo Físico

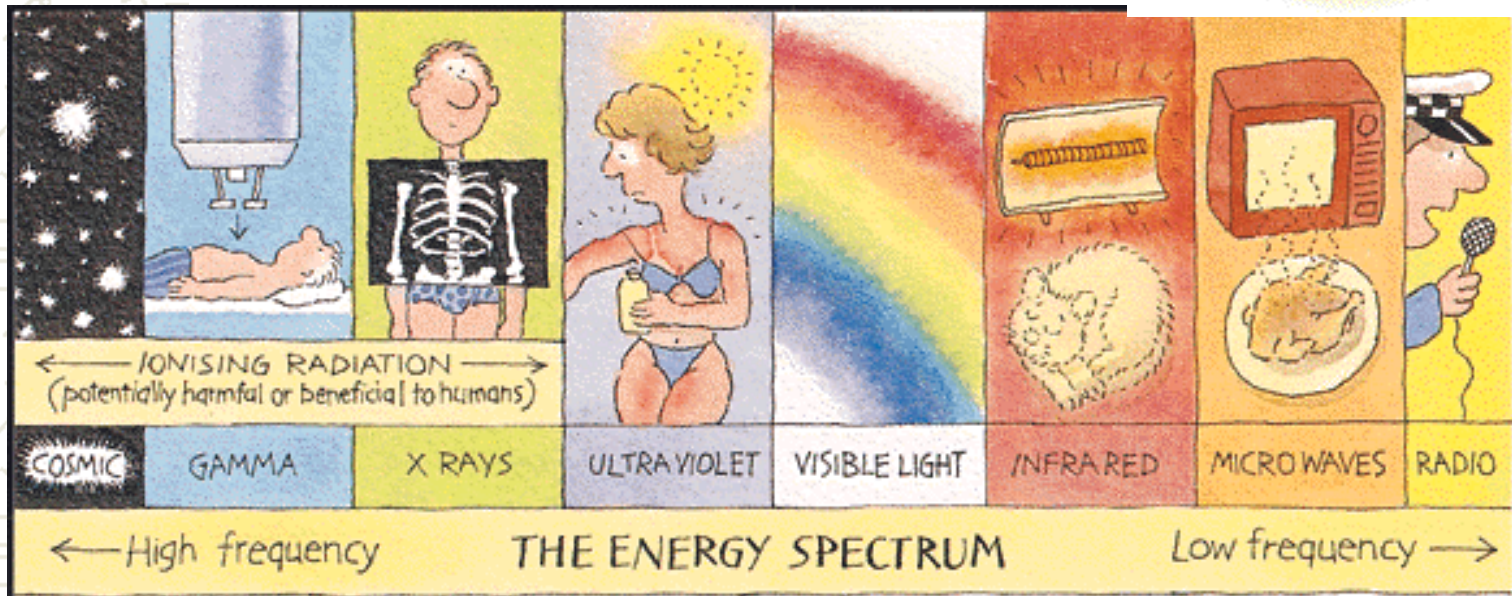
Matéria :

Elementos → Átomos →

Prótons, neutrons e elétrons → Quarks, partículas elementares



Radiação eletromagnética





ANÁLISE DOS ÁTOMOS

Para usar os métodos de espectroscopia atômica precisamos excitar os átomos do material que queremos analisar. E o decaimento do material para o estado fundamental resulta na emissão de fótons com energias características que podem ser observados por diferente métodos espectroscópicos

EXCITAR COMO???

Com radiação
ou
Com partículas



Propósitos das Técnicas de Análise de Materiais

Análise de diferentes materiais:

- ✓ Pedras (mármore)
- ✓ Cerâmicas
- ✓ Vidros
- ✓ Obsidianas
- ✓ Texturas
- ✓ Pigmentos
- ✓ Metais
- ✓ Pinturas

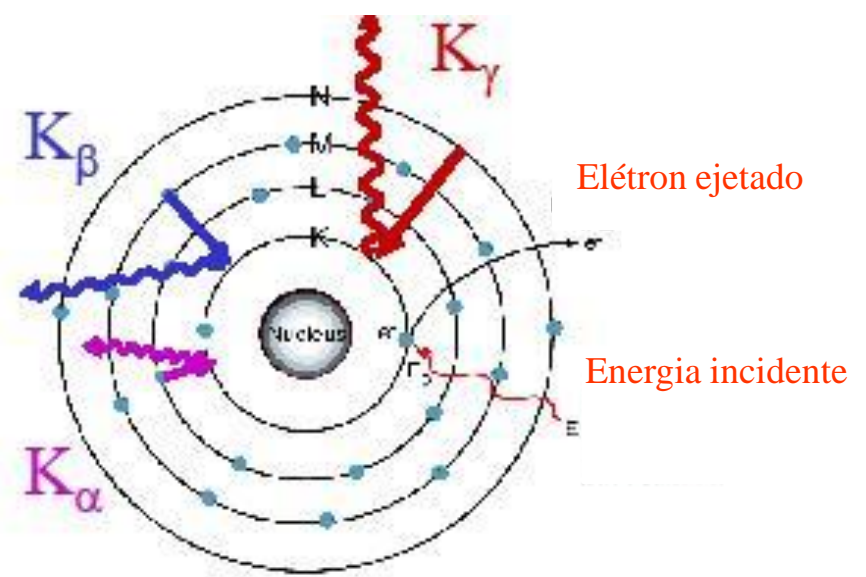
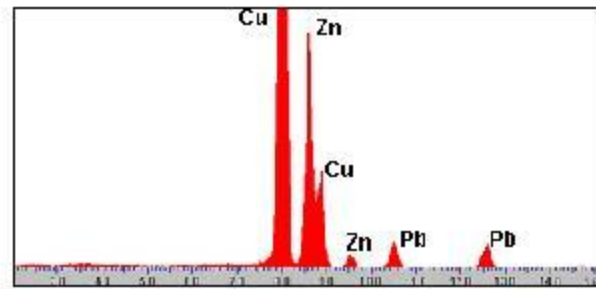
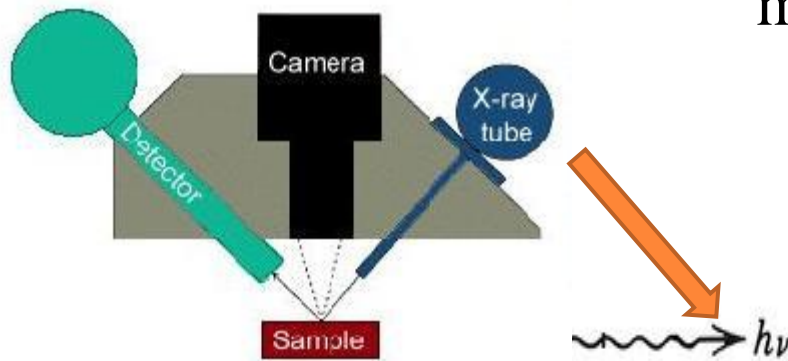
Propósitos das Técnicas de Análise de Materiais

☀ Identificar características como:

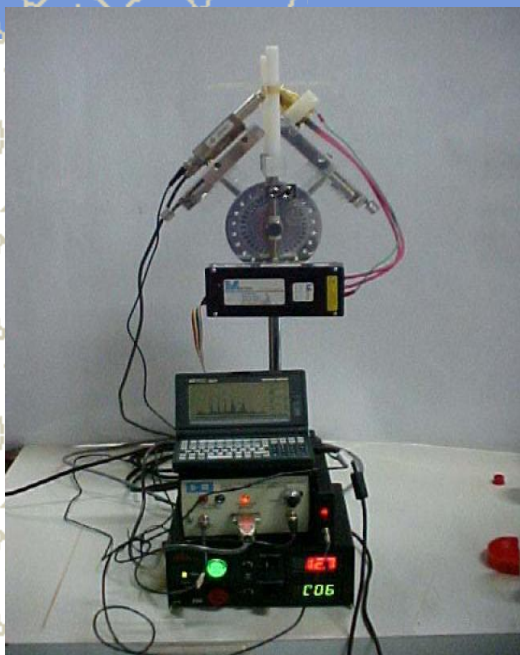
- ✓ Concentrações dos minerais
- ✓ Elementos traços
- ✓ Elementos principais
- ✓ Isótopos
- ✓ Dureza
- ✓ Composição estrutural
- ✓ Profundidade dos elementos
- ✓ Metalurgia
- ✓ Componentes metálicos
- ✓ Ligas

XRF – FLUORESCENCIA DE RAIOS-X

Fluorescência de raios-X é baseada na excitação do material por uma fonte de raios-X e conseqüente emissão de raios-X do material



Sistemas portáteis de Raios-X



“home-made”
UEL –
Prof. C. Appoloni

xmet^{3000TX}



Espectrômetro XRF
portátil
www.metorex.com

Espectrômetro XRF
portátil
www.bruker.com



“home-made”
USP – Poli
Prof. C. A. Neiva



“home-made”
COPPE -UFRJ
Cristiane Calza



Processo de restauração do David de Michelangelo Accademia – Firenze - Italia

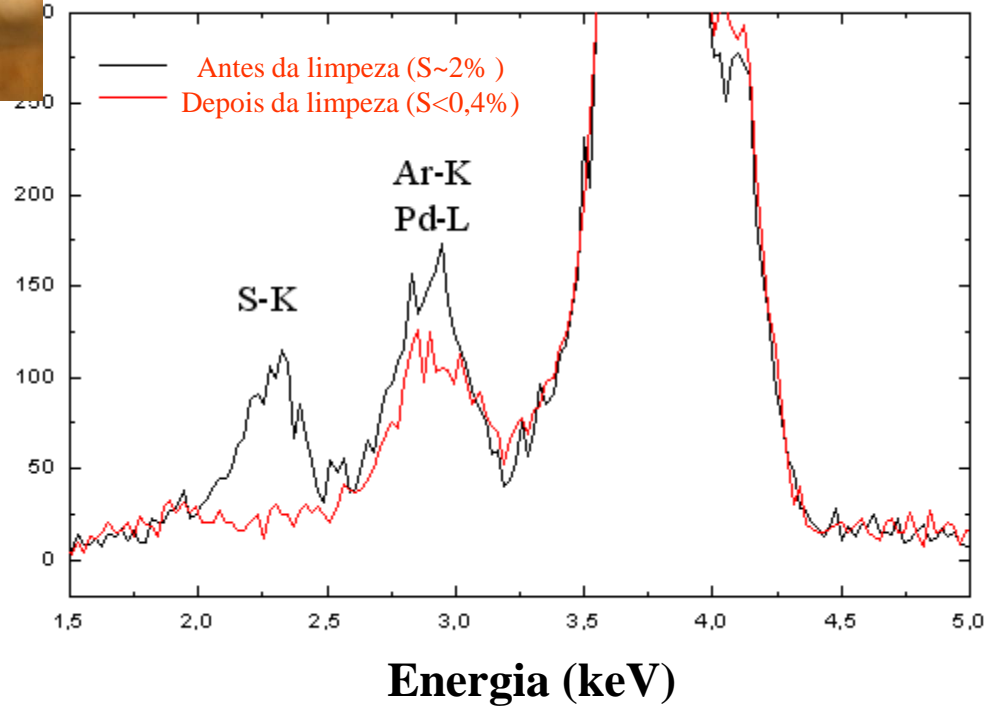


Tubo de raios-X

Detector de raios-X
tipo Si PIN



Contagens



Medidas acopladas XRF + outras técnicas

- ✦ **A primeira pesquisa feita no Brasil (C. Appoloni) foi em 1993. Estudo de uma seleção de fragmentos de cerâmica tupi-guarani arqueológica da coleção do Museu Histórico da UEL**
- ✦ **EDXRF (fluorescência de raios X por dispersão em energia), GT (transmissão de raios gama) e RBS (retroespalhamento Rutherford - no Pelletron)**



Fig. 1 - Photography of the fragment code number C-67



Fig. 2 - Photography of the fragment code number C-35

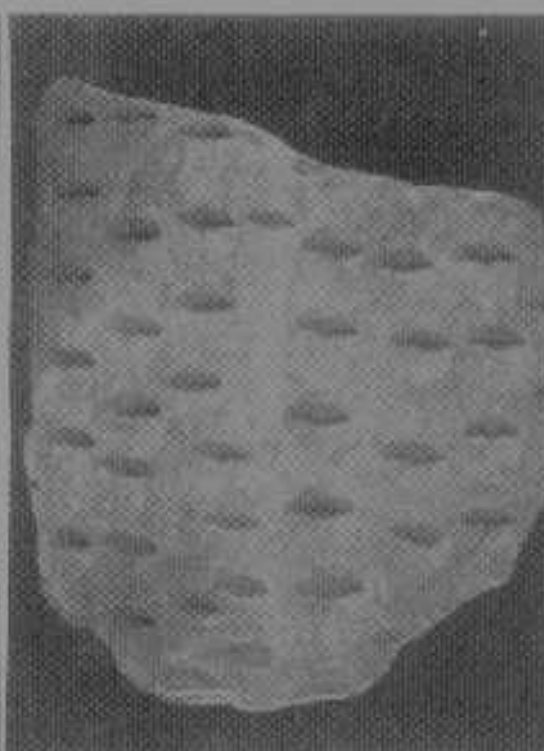
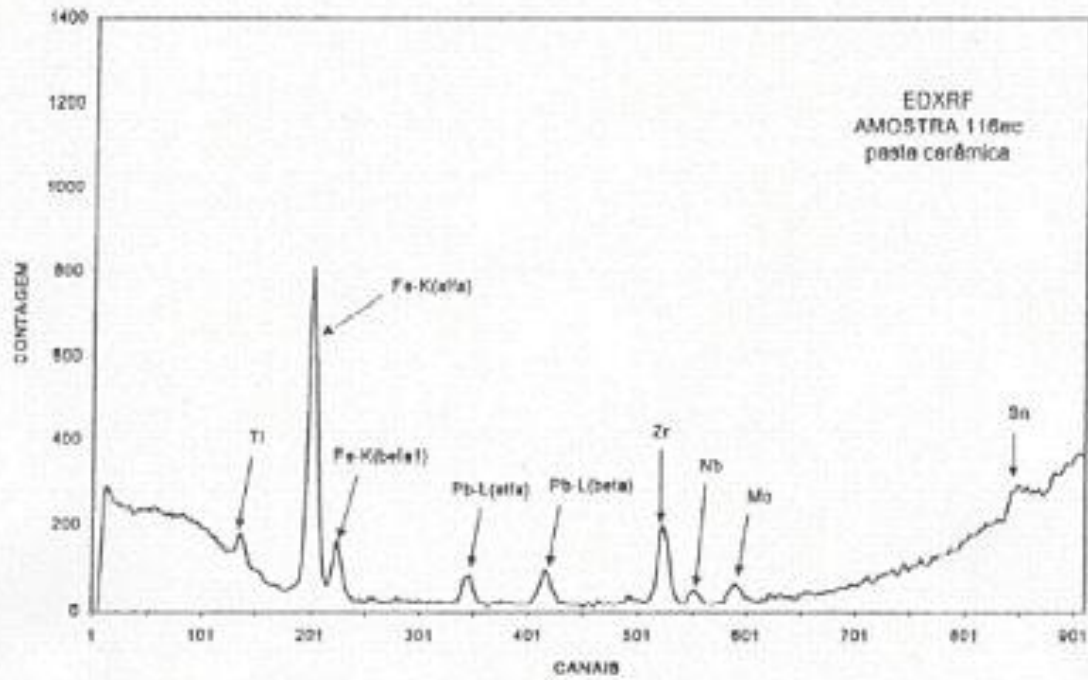
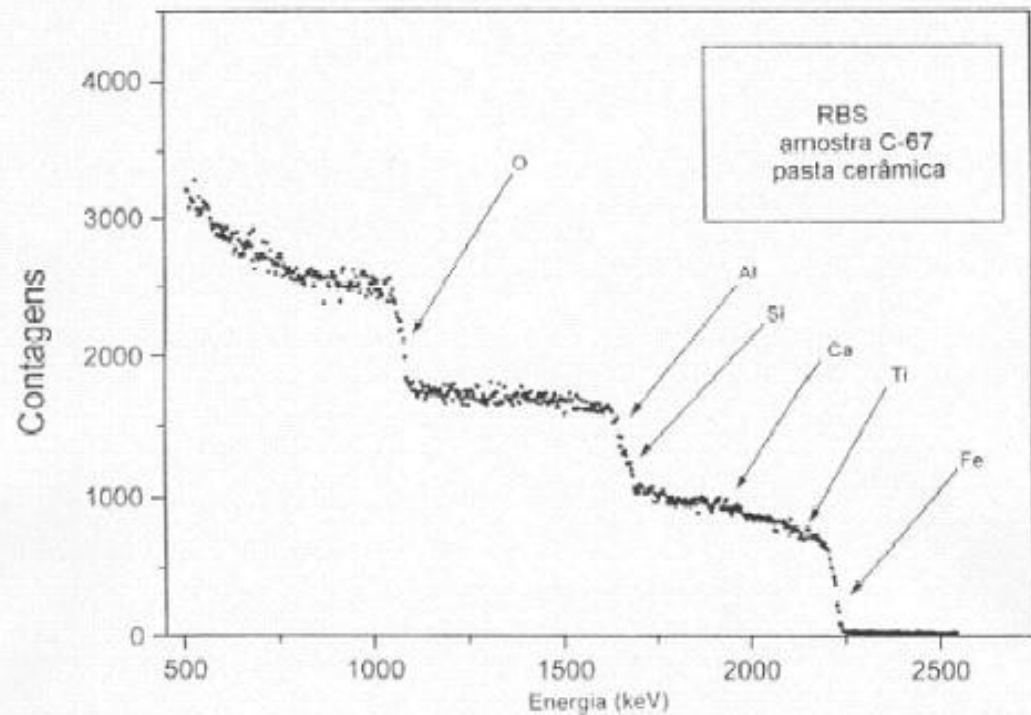


Fig. 3 - Photography of the fragment code number C-84d



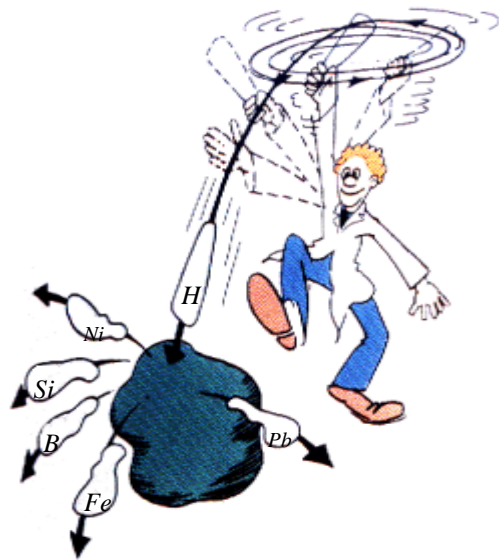
Prof. Carlos Appoloni (UEL)



Excitação com Partículas

Aceleradores

...investigar os materiais.



Com muita energia



LAMFI – LABORATÓRIO DE ANÁLISE DE MATERIAIS POR FEIXES IÔNICOS IF - USP

1992 LAMFI instalação do acelerador e início do trabalhos de análise de materiais com feixes iônicos

2000 GFAA – Grupo de Física Aplicada com Aceleradores

2003 Construção do arranjo experimental de feixe externo:

- Materiais Biológicos: dentes, ossos, sedimentos, água de rio, Flúor em água
- Bens Culturais (estatuetas metálicas, pinturas)

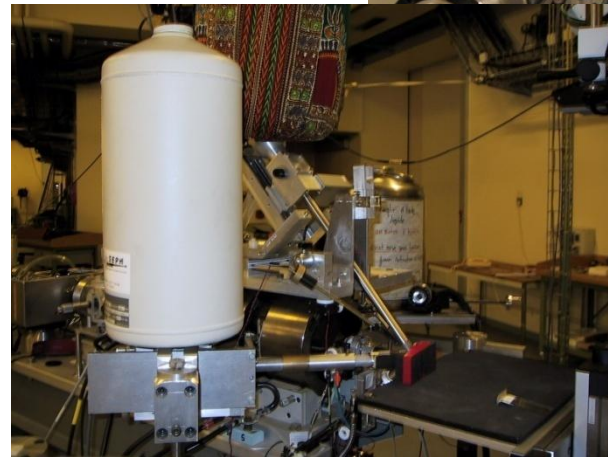
LAMFI – Laboratório de Análise de Materiais por feixe iônicos

Semelhante ao acelerador do Louvre - Paris



LOUVRE-FRANÇA

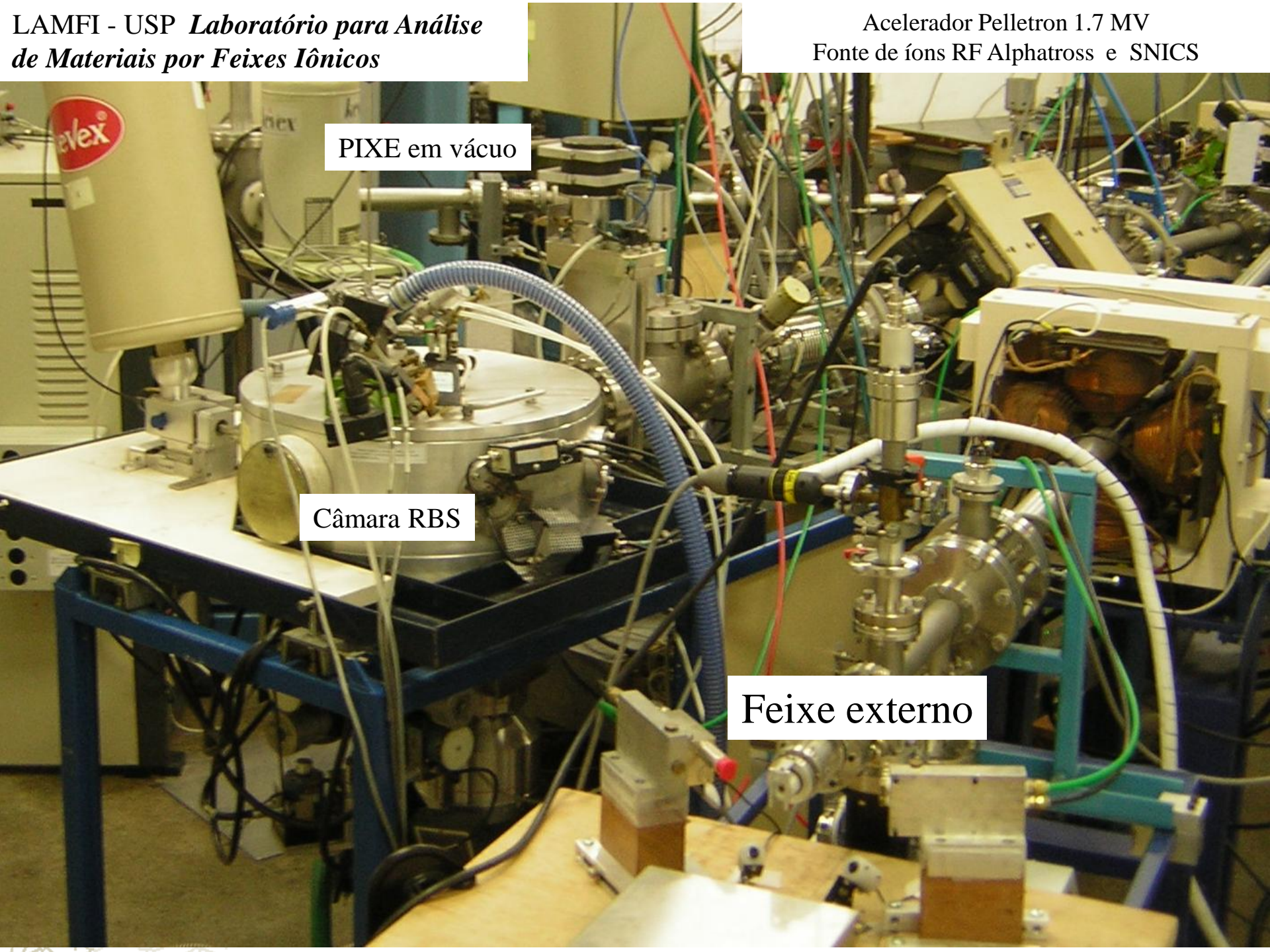
- **Acelerador Pelletron,**
- **Linha de feixe externo**



PIXE em vácuo

Câmara RBS

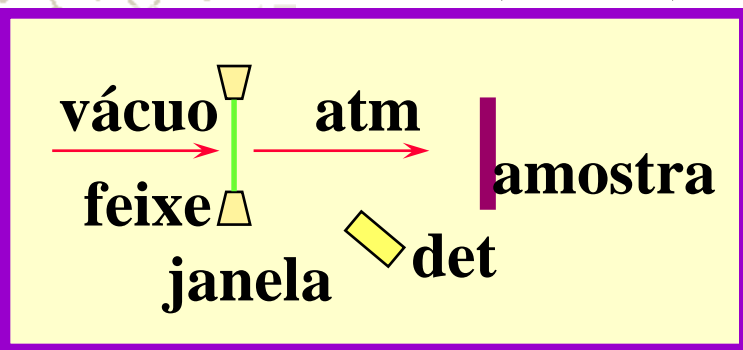
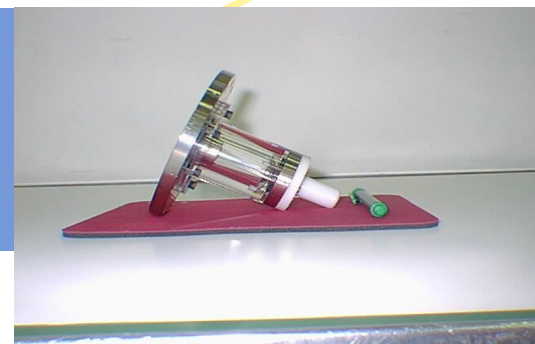
Feixe externo



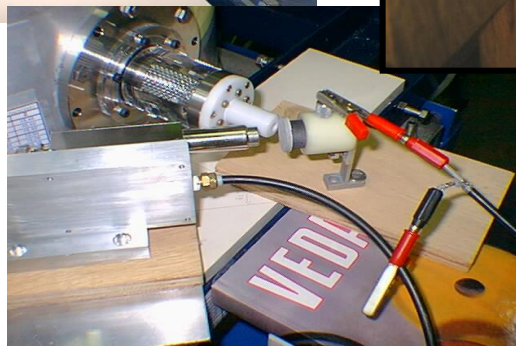
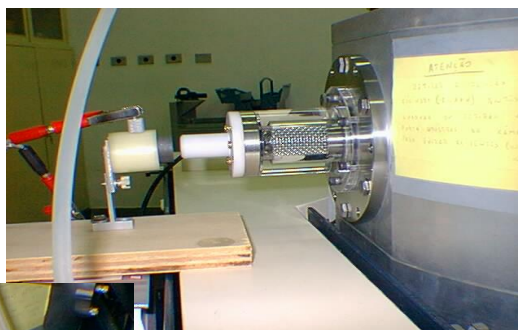
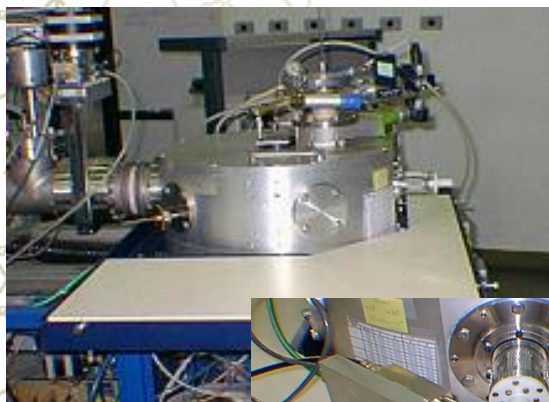


Feixe Externo - LAMFI








Arranjo experimental do sistema de feixe externo (LAMFI).



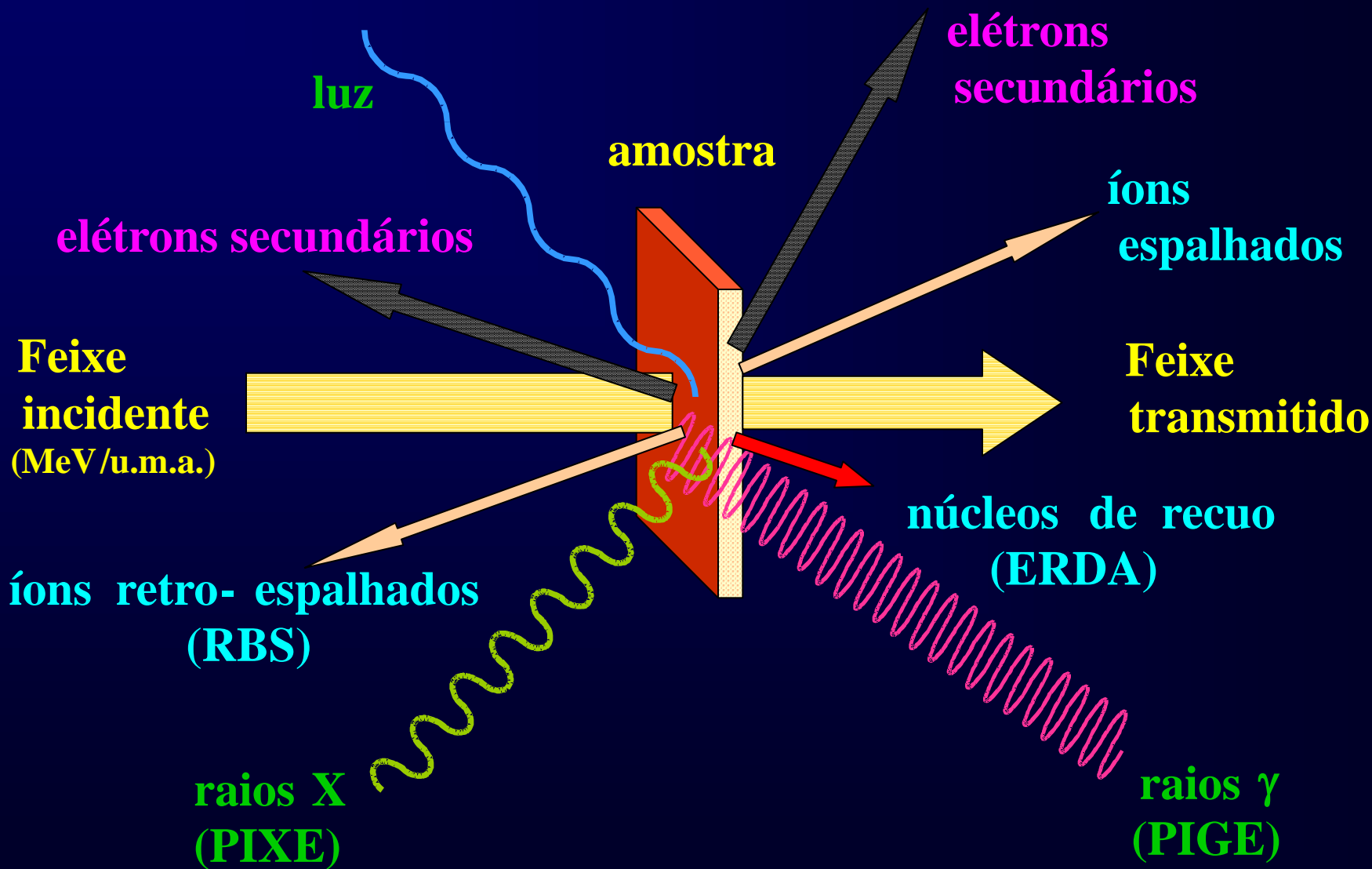
8 μm folha de Kapton
2.4 MeV \rightarrow \rightarrow ~2.2 MeV
 ^1H



Vantagens de uso do arranjo experimental de feixe externo:

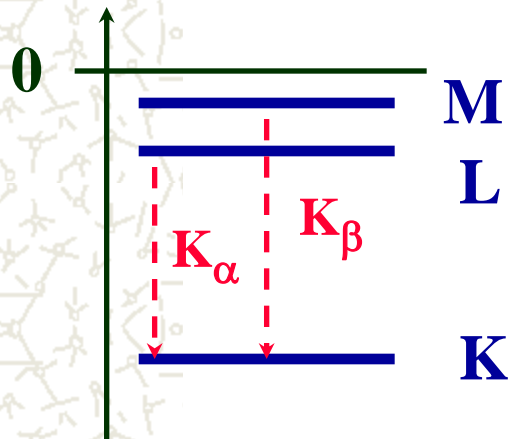
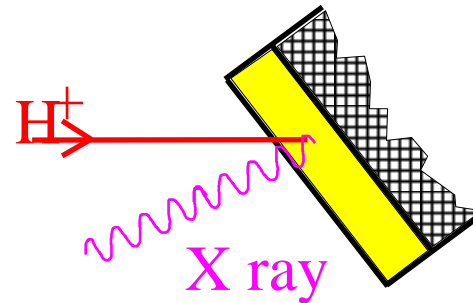
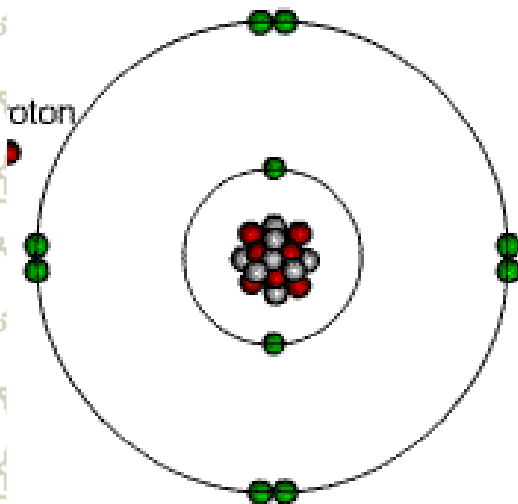
-  Medidas imediatas ---> sem preparação
-  Objetos de diferentes tamanhos e forma complexas
-  Fácil de manusear e mover os objetos
-  Sem problemas de carga em isolantes -> não necessita de resfriamento
-  Redução dos efeitos térmicos ---> sem danos (ar)
-  Sem problemas de ressecamento da amostra
-  Possibilidade de medidas de pequenos pontos = 1 mm

Interação de feixe de íons com a matéria - MeV



Método PIXE

(Particle Induced X-ray Emission)



Não Destrutivo

Superficial:

25,5 μm em Bronze (prótons c/ 2,4MeV)

100 μm em Celulose (prótons c/ 2MeV)

Alta Sensibilidade: ppm

Rápido: 10-20 min

Identificar e quantificar elementos com $Z > 10$

Alta resolução para elementos vizinhos

Preciso: erro $\sim 5\%$