

CURSO DE CARACTERIZAÇÃO DE BENS CULTURAIS

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

Aula 4: Interação de Partículas com a matéria -Espectroscopias - PIXE, PIGE, RBS, ERDA, NRA, IOL

#### 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.

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Instituto de Física Universidade de São Paulo



PRÓ-REITORIA DE CULTURA E EXTENSÃO UNIVERSITÁRIA Interação de feixe de íons com a matéria - MeV elétrons secundários luz amostra íons elétrons secundários espalhados Feixe Feixe incidente transmitido (MeV/u.m.a.) núcleos de recuo (ERDA) íons retro- espalhados (RBS) raios X raios  $\gamma$ (PIGE) (PIXE)

カムモノたたして

Manfredo Harri Tabacnikş



### LAMFI – Laboratório de Análise de Materiais por feixe iônicos



Semelhante ao acelerador do Louvre - Paris



LOUVRE-FRANÇA •Acelerador Pelletron, •Linha de feixe externo LAMFI - USP Laboratório para Análise de Materiais por Feixes Iônicos Acelerador Pelletron 1.7 MV Fonte de íons RF Alphatross e SNICS



#### C M IN M . . . /

### Nuclear Physics News International

Volume 19, Issue 1 January–March 2009



FEATURING: Laboratory Portrait INFN-LABEC— Nuclear Techniques for Cultural Heritage and Environmental Applications

Taylor & Francis

LABEC - Laboratory of nuclear techniques for Cultural Heritage

Criado em 2000 pelo Instituto Italiano Nacional de Física Nuclear

3MV Tandetron (acelerador para analises IBA- Ion Beam Analysis e AMS(Accelerator Mass Spectrometry)

Opera em parceria com o Departamento de Física da Universidade de Firenze (Itália) que possui mais de 25 anos de experiência com aceleradores (formalmente usado para pesquisas básicas)



Figure 1. Layout of the present Tandem accelerator hall at LABEC.

> Em janeiro/março de 2009



## Princípios Básicos da Física Atômica

O modelo mecânico extremamente simples do átomo é o modelo de Bohr que foi baseado nos experimentos de espalhamentos de Rutherford. Os elétrons negativos são "ligados" pela atração coulombiana do núcleo positivo, e somente certas orbitas para os elétrons são permitidas: os estados quânticos são caracterizados pelos raios e pela energia do estado e somente uma quantidade limitada de elétrons é permitida em um estado quântico.

#### Transições entre órbitas:

 Possível emissão ou absorção de luz ou radiação
Transições dos elétrons entre as órbitas
Radiação emitida depende da diferença de energia entre as órbitas







transição ótica Desexcitação





### Transições óticas

### O espectro de linhas

A análise espectroscópica da luz emitida pela descarga em gases e vapores nos revelou uma intrincada estrutura de linhas, cada uma possuindo um determinado comprimento de onda específico.



http://www.labdid.if.usp.br

# Método IOL

#### (Ion Luminescence = Luminescência com Ions)

v lu

### Produção de luz

E

• Ionização dos átomos da amostra devido a energia depositada na irradiação

- Recombinação dos elétrons e átomos ionizados.
  - Desexecitação e emissão de luz



A luminescência pode ser causada pelo próprio material da amostra (intrínseco) ou por impurezas presentes (extrínseco)

Arqueometria: Ionoluminescence and Cathodoluminescence in Marbles of Historic and Architectural Interest" (M. Corazza et al. Archaeometry 43(4) (2001) 439)"





Como resultado temos a excitação e isso pode ser representado pela criação de uma vacância (ou buraco) em uma das camadas internas completas. Atenção: nesse caso, estamos assumindo que o e<sup>-</sup> tenha sido expulso do átomo, mas ele poderia ir para um estado ligado desocupado, acima da última camada. O que não pode acontecer é dele ir para um estado já ocupado por outro e<sup>-</sup> (Pauli).

A desexcitação radioativa do sistema se dá quando um *e*- de uma camada de energia mais elevada ocupa o buraco e emite um fóton de energia

$$hv = E_2 - E_1$$

# Método PIXE

### (Particle Induced X-ray Emission)





Não Destrutivo Superficial: 25,5 μm em Bronze (prótons c/ 2,4MeV)

У.

<mark>∛</mark>∕

Y

¥

ծ

¥

 $\mathbf{\lambda}$ 

- 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 ~ 5%

1 V

### Principais transições de emissão de raios-X







### Caracterização de Processos de Cunhagem de Moedas Brasileiras Antigas





#### 1857 a 1950



Coleção Particular Trabalho de Iniciação Científica: Pedro Iwai





### **Espectro PIXE**



### Caracterização de produtos de corrosão por PIXE de estatuetas metálicas MAE/USP





Fotos de quatro tipos de produtos de corrosão na Peça A (Lupa estereoscópica, MAE-USP) As estatuetas eram 2 "Edans masculinos" da sociedade secreta Ogboni do grupo étnico Ilobu-Iorubá Nigéria, África, XX

M.A. Rizzutto NIM B240 (2005)549

Laboratório de Conservação e Restauro, Museu de Arqueologia e Etnologia (MAE/USP)



Silvia Cunha Lima (MAE/USP)







#### Estatueta Metálica da Coleção Africana MAE-USP

#### ldentificação material de corrosão em peças metálicas MAE (Museu de Arqueologia e Etnologia/USP)





Silvia Cunha Lima (MAE/USP)





#### "Edan" Masculino Sociedade Secreta Ogboni Grupo Ilobu-Iorubá - Nigeria



Silvia Cunha Lima (MAE/USP)

Laboratório de Conservação e Restauro, Museu de Arqueologia e Etnologia (MAE/USP)

#### Concentração relativa (%)

Amostra	S	Cu	Zn	Pb
Estatueta B - Testa	4.22	20.3	2.57	69.5
Estatueta B - Costas	2.47	37.8	3.66	51.7
Estatueta B - Nádega	0.81	74.8	9.63	11.6

#### Liga - Cu e Zn

Temp de fusão do Zn < Cu = uso de forno menores Área de corrosão verde – rel de Zn eCu mais alta corrosão seletiva dos compostos com cobre





### ANÁLISE DE PIGMENTOS PINTURAS NO LAMFI P.R. Pascholatti, Pinacoteca, M. Rizzo

Pintura em óleo sobre madeira Pintor Brasileiro Século XX



Óleo sobre tela, 120 x 130cm Autor desconhecido

Paleta, e caixa de pintura do pintor brasileiro Almeida Júnior (1850-1899) Pinacoteca





Óleo sobre tela, Pintor Italiano desconhecido começo do séc. XX 17 x 24cm



### Gráficos radar obtidos para diferentes pigmentos





### COMPOSIÇÃO ELEMENTAR DOS PIGMENTOS COM PIXE

Analise com o sistema de PIXE externo Dois detectores de raios-X Ampetc X-Ray: •220 eV FWHM para medidas de carga\_\_\_\_\_ (folha de Au) – semi-quantificação •160 eV FWHM para medidas PIXE 21 pontos





Desembarque e combate

PINACOTECA/SP

Pintura a óleo sobre tela 40x76cm Autor desconhecido Sec. XIX

E. Kajiya



### Provenance studies using PIXE analysis of trace elements





### Provenance of statuette rubies





Research laboratory of the museums of France (LRMF)





### PIXE x XRF Limites de detecção





## Outras técnicas elementares

Podemos usar técnicas de espalhamento ATÔMICAS

RBS

**ERDA** 

Rutherford BackScattering

Espalhamento elástico frontal





### Artefato arqueológico pré-Inca – SIPÁN





#### **Cultura Mochica**

Norte do Peru, 1 AC - 7 DC.

1987 encontrada a *Tomba do Rei de Sipan* (Walter Alva)









análise PIXE parte preta



#### Espessura da camada de materiais

Aplicação arqueológica

espectro RBS H+ 2.4 MeV

### A cultura Mochica

Chocalho



#### norte do Peru, 1 AC e 7 DC.



relative concentration Análise (perfil em profundidade)





feixe de H<sup>+</sup>, 2,4 MeV (alcance ~20 μm)

J. Phys. D. Applied Phys. 36 (2003) 842-48

### Limites de detecção PIXE e RBS em filmes finos (< 1 mg/cm<sup>2</sup>)





