

STRUMENTAZIONE MOLAB: XRD imaging

LABORATORIO: CNR-ISPC

NOME STRUMENTO

Scanner per XRD imaging sviluppato da XRAYLab di CNR-ISPC

INFORMAZIONI GENERALI

La diffrazione a raggi X (XRD) consente di determinare le fasi mineralogiche caratterizzanti i materiali oggetto di studio. A differenza delle tecniche analitiche elementari come la tecnica XRF, la tecnica XRD fornisce informazioni sulla natura dei composti chimici (anche in miscele complesse) e sulla loro struttura. Data la natura cristallina di differenti tipologie di materiali antichi, la tecnica XRD è particolarmente indicata nelle analisi di campioni archeologici e di interesse storico artistico e dei loro prodotti di degrado. Il principale limite della tecnica XRD generalmente applicata in situ o in laboratorio è quello di essere puntuale e di fornire solo informazioni locali. Il laboratorio XRAYlab di ISPC ha recentemente sviluppato un innovativo sistema di imaging XRD mobile in grado di fornire le immagini della distribuzione delle fasi cristalline su campioni macroscopici. Tali informazioni risultano cruciali ai fini di una migliore conoscenza dei materiali e delle tecniche di manifattura e per lo studio dei processi di degrado.

Il sistema mobile XRD mapping sviluppato da XRAYLab di ISPC opera la diffrazione di campioni policristallini in geometria radente e a raggi paralleli con il vantaggio di tenere la sorgente X, rivelatore e il campione fissi e senza l'esigenza di operare la scansione angolare degli angoli di Bragg. Questa configurazione sperimentale permette di ottenere pattern XRD accurati, meno affetti da shift angolari e una più elevata risoluzione. La tecnica è non-invasiva e non è necessaria alcuna preparazione dei campioni.

Guida alla scelta della tecnica XRD di ISPC

Campioni: materiali policristallini

Casi ottimali di applicazione: pitture su qualsiasi supporto, metalli, patine di corrosione e degrado.

Posizionamento del campione: verticale, orizzontale

Tipologia di applicazione: non distruttiva e in situ (anche su ponteggi con elevata stabilità).

Tempi di misura: Tempi di misura 8h per una area 10x10cm con step da 1s.

Caratteristiche e parametri della sorgente X: anodo di Cu, 50kV e 0.6mA (potenza 30W)

Dimensione del fascio sul punto di misura: shape rettangolare di 0.2x1mm

Risoluzione angolare dei pattern di diffrazione: circa 0.2 gradi

Caratteristiche del rivelatore: Si-strip (1280 strips) con copertura angolare in 2theta 15-60 gradi.

Altre tecniche presenti nello strumento: acquisizione simultanea di immagini delle fasi (XRD) e immagini elementari (XRF) nello stesso punto di misura

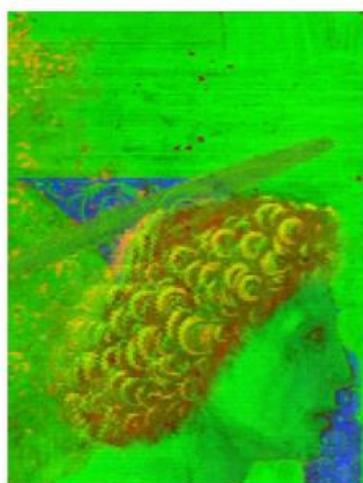
DETTAGLI TECNICI:

Il sistema di imaging XRD sviluppato dal laboratorio XRAYLab di ISPC è un sistema mobile ottimizzato per operare *in situ*. Il sistema consiste di 3 assi lineari XYZ con corsa pari a

50x50x20cm sui quali viene montata di una testa la misura XRD/XRF. Questa è equipaggiata con una sorgente X microfocus da 30W con anodo di Cu accoppiata ad un'ottica policapillare collimata con una slitta rettangolare. Le dimensioni del fascio sul punto di misura sono pari a 0.2x1mm. La rivelazione del pattern di diffrazione diffuso dai campioni avviene mediante un rivelatore Si-strip sensibile alla posizione e all'energia che copre un range angolare da 15 a 60 gradi in 2theta. Durante le misure è possibile acquisire simultaneamente il pattern XRD e lo spettro XRF per lo stesso punto di misura. Questa modalità viene ottenuta mediante un rivelatore SDD ancillare per XRF posizionato sempre sulla testa di misura e che opera in parallelo, mediante elettronica dedicata, al rivelatore Si-strip della diffrazione. Infine, sulla testa di misura è presente un sensore laser che monitora istante per istante la distanza del fascio dal campione e corregge dinamicamente la posizione seguendo la morfologia della superficie in esame. Le misure XRD/XRF avvengono mediante una scansione (area massima 50x50cm) ste-by-step con un tempo di acquisizione per step pari a 1s. L'analisi dei dati XRD e XRF e la produzione delle immagini della distribuzione delle fasi (XRD) e degli elementi (XRF) avviene mediante software proprietario programmato sul sistema.



XRF



XRD

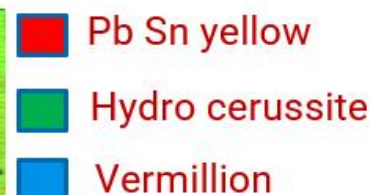
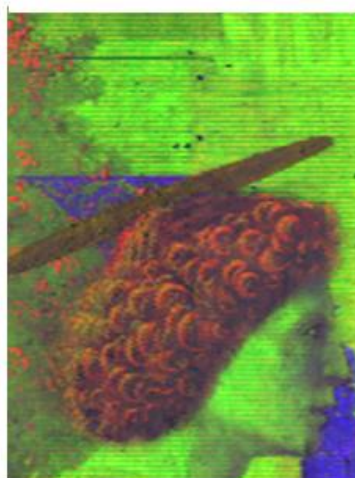


Figura: Lo scanner per XRD mapping in opera presso la Galleria Nazionale dell'Umbria di Perugia nelle analisi di un dipinto di Piero della Francesca. Sotto vengono mostrati i risultati del mapping simultaneo XRD e XRF

MAGGIORI INFORMAZIONI:

- F.P. Romano, et al., The new version of the portable XRD system of the LANDIS laboratory, *Il Nuovo Cimento* 121 (2005) 881-885.
- G. Gatto Rotondo, et al., Non-destructive characterization of fifty various species of pigments of archaeological and artistic interest by using the portable X-ray diffraction system of the LANDIS laboratory of Catania (Italy), *Microchemical Journal* 96 (2010) 252–258.
- F.P. Romano et al., The compositional and mineralogical analysis of fired pigments in Nasca pottery from Cahuachi (Peru) by the combined use of the portable PIXE-alpha and portable XRD techniques, *Microchemical Journal* 99 (2011) 449–453.
- L. Pappalardo, et al., The complementary use of PIXE-alpha and XRD non-destructive portable systems for the quantitative analysis of painted surfaces, *X-Ray Spectrometry*, 37 (2008) 370–375.

Referente: Paolo Romano francescopaolo.romano@cnr.it