

LABORATORIO: CNR-ISPC

NOME STRUMENTO

XRF a Riflessione Totale/ Incidenza Radente sviluppato presso il laboratorio XRAYLab di CNR-ISPC

INFORMAZIONI GENERALI

La XRF a riflessione totale o incidenza radente (TXRF/GI-XRF) è una tecnica analitica non-distruttiva che permette di isolare la superficie e gli strati immediatamente sottostanti del campione in oggetto. La versatilità della configurazione sperimentale permette di modificare la geometria di indagine in modo da adattarsi alle caratteristiche del campione e/o del quesito diagnostico. La configurazione in T-XRF sfrutta la riflessione totale per ottenere informazioni sulla composizione chimica della superficie dei campioni, ed è adatta solo a campioni piani e con superficie liscia. Operando una scansione angolare del campione in esame si sondano profondità diverse (configurazione GI-XRF), e si possono distinguere le composizioni chimiche di strati superficiali o sepolti, anche per campioni con superfici non riflettenti e con irregolarità.

La tecnica TXRF/GI-XRF è non distruttiva, può essere applicata in situ ed è indicata per tutte quelle applicazioni in cui l'analisi elementare di materiali (tipicamente inorganici) è rivolta a studi di provenienza, natura dei materiali e loro stato di conservazione (ricerca delle associazioni chimiche elementari). La tecnica è anche particolarmente adatta allo studio di materiali stratificati e alla ricerca di inclusioni/contaminanti in traccia.

La configurazione in riflessione totale (TXRF) sfrutta il confinamento del campo elettrico della radiazione incidente che non penetrando nel campione eccita solo gli atomi lungo la superficie del campione. In questo modo viene quindi isolato il contributo della superficie. Smalti ed invetriature superficiali possono quindi venire studiati separatamente dal nucleo degli oggetti. Per ottenere invece informazioni stratigrafiche si sfrutta la relazione univoca tra la profondità di penetrazione della radiazione incidente e l'angolo di incidenza. All'aumentare dell'angolo di incidenza aumenta la profondità sondata, raccogliendo quindi il segnale di fluorescenza in scansione angolare (GIXRF) si riesce a risolvere la composizione chimica dei diversi strati. I tempi di acquisizione dipendono fortemente dalle caratteristiche dei campioni da studiare e dal quesito diagnostico. Per ricerca di contaminanti in traccia (nella scala dei ppb) potrebbe essere necessario accumulare anche per più di 1h per punto. Per determinare il profilo stratigrafico (con spessori nella scala dei micron) potrebbe essere sufficiente operare una scansione angolare di pochi minuti per punto di indagine.

Guida sintetica per la scelta della tecnica TXRF/GI-XRF di ISPC

Materiali: materiali di natura inorganica con superficie (quasi) liscia e/o riflettente.

Casi ottimali di applicazione: opere pittoriche di piccole dimensioni, metalli, ceramica dipinta o invetriata, smalti, vetri e ossidiane

Posizionamento del campione: verticale

Tipologia di analisi: non-distruttiva e in-situ

Tempi di misura: variabile in base al quesito. Studio stratigrafico, circa 10 minuti a punto di indagine; ricerca di elementi in ultra-traccia circa 50 minuti a punto di indagine.

Risoluzione massima: dell'ordine di qualche nanometro

Limiti di rivelazione: 0.1 parti per milione

Caratteristiche e parametri della sorgente X: a) Sorgente monocromatica con anodo di Ag ad elevata brillantezza, 50kV e 0.88mA (potenza 44W); b) Sorgente monocromatica con anodo di Cu ad elevata brillantezza, 50kV 0.88mA.

Dimensione del fascio: 660 micron con sorgente di Ag, 180 micron con sorgente di Cu

Sistema di rivelazione: SDD detector con risoluzione 120 eV@5.9keV

Altre tecniche presenti nello strumento: XRD in trasmissione, GE-XRF, XRF.

DETTAGLI TECNICI

Lo spettrometro TXRF/GI-XRF di XRAYLab di CNR-ISPC è dotato di due diverse sorgenti X di eccitazione, monocromatizzate tramite ottiche di Montel, una con anodo di rame e l'altra con anodo di argento. Sfruttando la doppia diffrazione la radiazione K-alfa dell'anodo è selezionata in entrambe le sorgenti, ottenendo in uscita un fascio altamente monocromatico, leggermente convergente (con diametro di 180 micron al fuoco) nel caso della sorgente al rame e parallelo (con lato di 660 micron) per quella all'argento. Le due sorgenti a disposizione hanno anche flussi molto diversi, con il tubo di rame circa 100 volte più efficiente rispetto all'argento. Per gli elementi leggeri (dal silicio al cobalto tramite le linee K) risulta quindi conveniente utilizzare la sorgente al rame, mentre la sorgente con anodo di argento è utilizzata per studiare elementi più pesanti. Il segnale di fluorescenza viene raccolto da un SDD con area attiva di 25 mm² (collimata a 17 mm²), spessore di 450 micron e protetto da una finestra di berillio di spessore 8micron. La risoluzione in energia è di 120eV alla linea K-alpha del manganese (5.9keV) mentre la capacità di conteggio è superiore ad 1Mcps. L'allineamento e la scansione del campione in esame avvengono tramite l'utilizzo di assi lineari e di rotazione motorizzati. In particolare, sono in dotazione due assi di rotazione ad alta precisione (passo dell'ordine del millesimo di grado) motorizzati e controllati tramite CPU, che permettono di modificare l'orientamento sia della superficie del campione e dell'asse del detector rispetto alla direzione del fascio, indipendentemente l'uno dall'altro. Gli assi di movimentazione lineare vengono utilizzati per il preciso allineamento della posizione del campione rispetto al fascio. Per espletare al meglio questa operazione il sistema è anche dotato di una camera a raggi X che permette di visualizzare il fascio e verificare il corretto allineamento.

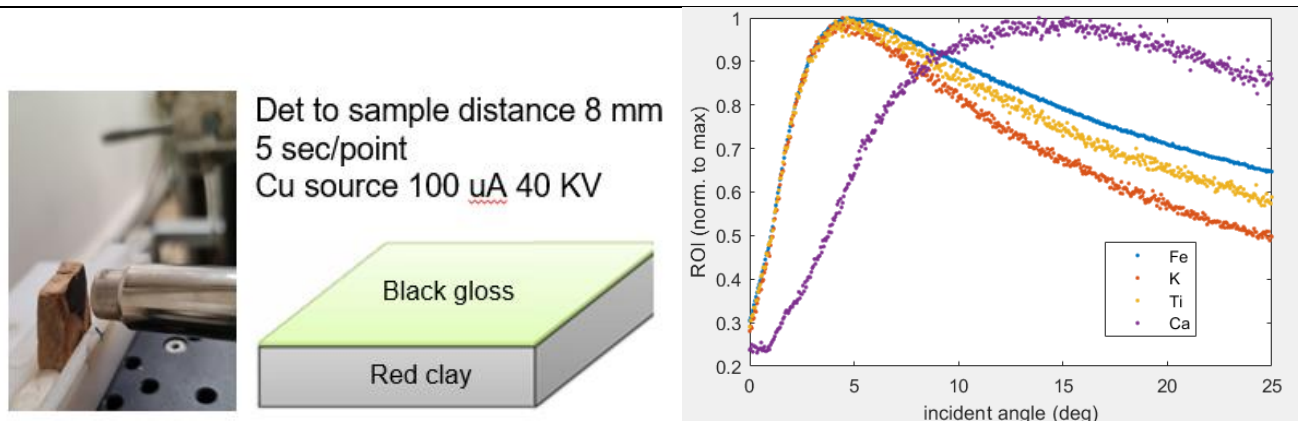


Fig. 1 GI-XRF: ceramica attica. Operando la scansione angolare del frammento mostrato in figura si separano le composizioni stratigrafiche elementari dello strato di vernice nera attica, ricco in ferro, titanio e potassio, dal corpo ceramico, ricca in calcio.