

# CUIDADOS COM PICOS ESPÚRIOS NO USO DE ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X PARA A ANÁLISE DE PEÇAS METÁLICAS PRÉ-HISPÂNICAS DO MUSEU DE ARQUEOLOGIA E ETNOLOGIA DA USP

Augusto Câmara Neiva (\*); Jérémie Nicolae Dron (\*); Rocio del Pilar Bendezú Hernández (\*); Hercílio Gomes de Melo (\*); Sílvia Cunha Lima (†)

(\* Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da USP

(†) Laboratório de Conservação e Restauro do Museu de Arqueologia e Etnologia da USP

## Introdução

A espectroscopia de fluorescência de raios X é uma técnica analítica elementar não-destrutiva que permite a análise de ligas, pigmentos, rochas, cerâmicas e inúmeros outros materiais que compõem o acervo cultural da humanidade, tornando-se assim uma ferramenta importante, em especial se realizada *in situ*, para identificação de materiais e de seus eventuais produtos de corrosão, para determinação de origem, processamento e uso, compreensão de seus processos de deterioração, definição de métodos de preservação e restauração, autenticação, etc.

Um espectrômetro semi-portátil de fluorescência de raios-X foi montado com o objetivo principal de analisar ligas e produtos de corrosão de peças artísticas, etnológicas e arqueológicas. Optou-se por uma fonte de raios X de tungstênio, com 60 kV, que permite a análise de elementos pesados através de suas linhas K, em detrimento de uma maior eficiência para os elementos leves. O instrumento foi usado para a análise qualitativa de ligas e ocasionais produtos de corrosão de diversas peças metálicas pré-hispânicas do Museu de Arqueologia e Etnologia da Universidade de São Paulo. O presente trabalho discute principalmente os cuidados tomados para a interpretação dos espectros obtidos, com especial atenção à identificação de radiação espúria gerada pelo colimador de Zr do detector<sup>1</sup> e pelo colimador primário de chumbo.

## Materiais e Métodos

O espectrômetro consiste basicamente de um tubo de raios-X com anodo de W, com saída máxima de 60 kV e 1.5 mA, e um detector de raios-X tipo *Si-drift* com sistema Peltier de refrigeração, configurado para energias de até cerca de 34 keV. Foi instalado um colimador de chumbo para o feixe incidente, com diâmetro interno de 4 mm, que reduz o ângulo original do feixe de 8° para 2°. Para o detector, que possui originalmente um colimador de zircônio, foram feitos dois colimadores adicionais com diâmetro interno de 1,3 mm, um deles de alumínio e o outro de chumbo. Eles podem ser usados simultaneamente ou separadamente.

Na análise das peças, foram utilizados diferentes arranjos experimentais para verificar se os picos de Zr e Pb observados eram provenientes apenas dos colimadores ou também das peças. Deu-se atenção também à identificação de picos-soma e picos-escape. Para cada peça, foram feitos ensaios em diferentes regiões.

Para determinação das áreas dos picos, utilizou-se o software QXAS-AXIL. No caso de picos-soma, a área foi determinada por meio de rotina desenvolvida em planilha Excel.

## Resultados

Estudos dos diferentes arranjos experimentais com amostras de ferro puro e prata pura indicaram que uma das configurações utilizadas — o uso de uma barreira de prata — eliminava apenas os picos espúrios de Pb, como esperado. O uso de colimadores adicionais, por sua vez, eliminava também os picos de Zr, sob o custo de uma diminuição muito grande da taxa de contagens.

Confirmou-se também, como esperado, a diminuição da área relativa de picos-soma e de picos-escape com a diminuição da intensidade do feixe incidente.

Na análise inicial da coleção, foi possível identificar a presença ou não de Zr e Pb nas peças, e também, por exemplo, de Fe (cujos picos se sobrepõem aos picos-escape de Cu). Em diversas peças da coleção, identificou-se a presença apenas de Ag, Au e Cu. Em outras, identificou-se a presença adicional de Pb, Fe, Ca, As, Bi e Zn. Todas as peças identificadas como de origem Chimu continham alguns destes elementos adicionais. As peças sem origem identificada ou de origem Inca podiam apresentá-los ou não.

## Conclusões

Verificou-se que o espectrômetro montado permite a identificação de elementos a partir do Al (se presente em elevados teores), mas que é especialmente adequado para elementos mais pesados.

Foram desenvolvidos arranjos e técnicas experimentais que permitem a verificar se picos de Pb e de Zr provêm apenas dos colimadores ou se provêm também das peças sob análise.

A análise de diversas peças da coleção pré-hispânica do MAE permitiu identificar os elementos majoritários e minoritários das mesmas.

## Referências

- (1) Ferretti, Marco. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, **2004**, Vol. 226, pgs 453-460.

## E-Mail do Autor

acneiva@usp.br