

Onderzoekstechnieken, uitgevoerd bij de Rijksdienst Cultureel Erfgoed in Amsterdam

Kijken

Het kijken met het blote oog is altijd het uitgangspunt bij onderzoek en de basis van waaruit verder onderzoek plaatsvindt. Naast normaal licht en kunstlicht staan de onderzoeker hierbij verschillende andere lichtbronnen en technische hulpmiddelen ter beschikking.

Strijklicht

Strijklicht wordt met name bij schilderijenonderzoek toegepast om de textuur van het oppervlak te onderzoeken. Doordat de lichtbron van de zijkant over het oppervlak 'strijkt' zijn door de schaduwwerking gemakkelijk hogere en lagere delen te zien.

Doorvallend licht

Een lichtbron die achter of onder het object wordt geplaatst schijnt daar doorheen. Hierdoor zijn dunnere plekken (verfverlies), barsten en scheuren die met het blote oog moeilijk waarneembaar zouden zijn, gemakkelijk op te sporen.

Ultraviolet licht (UV)

Sommige pigmenten, bindmiddelen en vernissen lichten in ultraviolet licht op. Dit verschijnsel wordt fluorescentie genoemd. De mate en kleur van de fluorescentie geeft een indicatie voor het toegepaste materiaal. Sommige materialen, zoals vernissen, lichten in UV-licht sterk op (fluoresceren) en zijn daardoor goed te onderscheiden. UV-licht kan ook dienen om latere restauraties te onderscheiden. Deze lichten vaak namelijk heel anders op dan de oorspronkelijke verflaag.

Röntgenfotografie

Röntgenfotografie wordt met name bij schilderijenonderzoek ingezet om het materiaal ónder het zichtbare oppervlak te bekijken. Röntgenstraling heeft een kortere golflengte dan zichtbaar licht en dringt daarom gemakkelijk door lichte weefsels heen, maar wordt tegengehouden door materialen met een grotere dichtheid. Pigmenten met zware metalen bijvoorbeeld absorberen dus meer röntgenstraling dan andere pigmenten en zijn op röntgenfoto's lichter of zelfs helemaal wit. Röntgenfotografie kan veranderingen tijdens het schilderproces en bijvoorbeeld overschilderingen zichtbaar maken.

Toepassing: kijken onder het oppervlak van objecten, onderzoek naar schildersdoeken
Gebruikt voor: schilderijen, metalen objecten, meubelen

Dwarsdoorsneden

Uit een object wordt voor verder onderzoek een microscopisch klein monster genomen. Hierbij wordt erop gelet dat alle verschillende na elkaar aangebrachte materiaallagen in het monster aanwezig zijn. Het monster wordt ingebed in een blokje kunsthars en vervolgens loodrecht aangeslepen zodat een dwarsdoorsnede van de lagen ontstaat.

Hiermee kan de samenstelling en opbouw van een object worden geanalyseerd. Aangezien het nemen van een monster een definitieve verwijdering betekent, wordt deze 'invasieve' techniek spaarzaam toegepast.

Microscopie

Na kijken met het blote oog is de volgende stap het bestuderen van de details of het oppervlak. Om details aan het oppervlak van een object te bestuderen is een zgn. stereomicroscop gangbaar. Voor grotere objecten wordt een zogenaamde operatiemicroscop gebruikt, een microscoop met een flexibele microscoparm waarmee alle kanten van het object kunnen worden onderzocht. Dit type microscoop vergroot meestal tot ca. 40x.

Met een zgn. onderzoeksmicroscop kunnen monsters van objecten nader worden onderzocht. Naast gewoon – zichtbaar – licht kan hierbij ook UV-licht worden gebruikt. Dit type microscoop heeft een maximale vergroting van 1000x waarmee details tot ongeveer 0,001 mm (=1 micron) nog te onderscheiden zijn. Voor nóg kleinere deeltjes is een elektronenmicroscop nodig.

PLM: gepolariseerd Licht Microscopie

Te onderzoeken pigmentdeeltjes, doorgaans 1,0 tot 0,02 mm groot, of vezels, worden in de microscoop van onderaf belicht met gepolariseerd licht (licht dat bestaat uit golven die slechts in één vlak vibreren). Zo is de morfologie en de kleur van de deeltjes of vezels goed waarneembaar. Ook gekruiste polarisatoren worden gebruikt, waarbij het gepolariseerde licht dat door het monster schijnt, wordt tegengehouden door een 'filter' boven het monster. Hiermee kunnen de karakteristieke optische eigenschappen van een materiaal, zoals dubbelbreking, worden vastgelegd.

Toepassing: vezelanalyse, pigmentanalyse

Gebruikt voor: schilderijen, textiel

Spectroscopie

Spectroscopie is de verzamelnaam voor wetenschappelijke technieken om stoffen te onderzoeken aan de hand van hun spectrum: hun wisselwerking met elektromagnetische straling van verschillende energie. Spectroscopische technieken worden toegepast om de samenstelling van een monster te bepalen. Bij onderzoek naar atomen en moleculen, kan straling van verschillende golflengten van het elektromagnetisch spectrum (infrarood, ultraviolet of röntgen) een rol spelen.

FORS: Optische Vezel Reflectie spectroscopie

Bij deze vorm van spectroscopie zendt een bundel optische vezels (bv. glasvezel) licht van de spectrometer naar een materiaal dat niet in de spectrometer kan worden geplaatst. Op die manier kan de samenstelling van het materiaal worden geanalyseerd.

Toepassing: kleurstofanalyse

Gebruikt voor: textiel, inkten, meubels

FT-IR: FourierTransformatie - InfraRood spectroscopie

Infraroodspectroscopie is een vorm van spectroscopie die gebruikmaakt van het infrarode deel van het elektromagnetisch spectrum. Met behulp van infraroodspectroscopie is de structuur

van een molecuul te bepalen. De bundel infraroodlicht wordt door een interferometer geleid, die gebruik maakt van de interferentie van lichtgolven, daarna wordt de bundel naar het monster geleid waar interactie plaatsvindt. Dit is waar specifieke frequenties van energie, kenmerkend voor de componenten in het monster worden geabsorbeerd. Het door de detector gemeten signaal wordt met behulp van de *fouriertransformatie* (wiskundige omzetting naar frequenties) omgezet in het infraroodspectrum. Hieruit wordt met behulp van een computer het infraroodspectrum berekend en weergegeven. Dit infraroodspectrum zegt iets over de functionele groepen van de componenten in het onderzochte monster. Identificatie vindt vaak plaats aan de hand van referentiematerialen.

Toepassing: bindmiddelanalyse, identificatie van harsen, wassen en vernissen, identificatie van synthetische polymeren

Gebruikt voor: plastics, moderne kunst, schilderijen, meubels, degradatie onderzoek

Raman-spectroscopie

Spectroscopische techniek gebaseerd op de 'inelastische strooiing' ofwel Raman-verstrooiing van monochromatisch licht (laser) na interactie met een materiaal. Raman-spectroscopie wordt gebruikt om de structuur van moleculen op te helderen, als aanvulling op of als volwaardig alternatief van infraroodspectroscopie (FTIR) voor de identificatie van componenten in monsters.

Toepassing: identificatie van synthetische polymeren, synthetische kleurstoffen en organische pigmenten

Gebruikt voor: plastics, textiel, inkt, meubels, schilderijen

XRF - Röntgen Fluorescentie Spectrometrie

Een niet-destructieve elementanalyse waarbij het monster (vast of vloeibaar) wordt bestraald met röntgenstraling en dan bij langere golflengte röntgenstraling uitzendt die karakteristiek is voor de elementen die in het monster aanwezig zijn.

Toepassing: alle objecten

Gebruikt voor: elementanalyse

XRD – Röntgen Diffractie Spectrometrie

Een niet-destructieve elementanalyse waarbij het monster wordt bestraald met röntgenstraling. Kristallijne stoffen breken deze straling waardoor een karakteristiek brekingspatroon kan worden waargenomen, waarmee de stof kan worden geïdentificeerd.

Toepassing: alle objecten

Gebruikt voor: kristalstructuur-identificatie

EDX: Energie-Dispersieve Röntgenanalyse

Materiaal-analytische meetmethode gebaseerd op röntgenspectroscopie. De atomen in het monsteroppervlak worden bestraald met een sterk gefocusseerde elektronenbundel. Door het elektronenbombardement zendt het monster röntgenstraling uit. De energie hiervan wordt bepaald door de elementsamenstelling van het monster en kan worden opgevangen door een

energie-dispersieve detector. Ieder chemisch element heeft een specifiek energiespectrum.

Toepassing: pigmentanalyse, beitsanalyse, materiaalidentificatie, residu-analyse, verdeling van elementen over het oppervlak.

Gebruikt voor: schilderijen en beschilderde oppervlakken, textiel, hout, metaal, glas.

SEM-EDX: Scannende Elektronen Microscopie met Energie-Dispersieve Röntgenanalyse

Een scannende elektronenmicroscopie met energie-dispersieve röntgenanalyse bestraalt een gedeelte van een object of van een monster met een sterk gefocuseerde elektronenbundel. De interacties tussen de elektronenbundel en de atomen waaruit het materiaal bestaat produceren allerlei soorten informatie. De secundaire elektronen leveren informatie op over de topografie van het oppervlak, een secundair elektronenbeeld (SE-beeld). Het oppervlak kan sterk worden vergroot, tot 300.000x. De teruggekaatste elektronen geven informatie over de chemische samenstelling. Daarnaast zendt het monster door het elektronenbombardement röntgenstraling uit. De energie hiervan wordt bepaald door de elementsamenstelling van het monster en kan worden opgevangen door een energie-dispersieve detector. Ieder chemisch element heeft een specifiek energiespectrum.

Toepassing: pigmentanalyse, corrosieproducten, residu-analyse, vezelanalyse, zoutanalyse, oppervlaktestudie, schade analyse, weergave van de verdeling van chemische elementen over het oppervlak

Gebruikt voor: alle materialen en objecten

Massaspectrometrie

Een massaspectrometer kan individuele moleculen uit een monster scheiden op basis van hun massa. Daartoe worden de moleculen in de gasfase of vloeibare fase geïoniseerd, waarna de ionen in een elektrisch veld worden versneld en vervolgens in een magnetisch veld komen. Daar volgen ze een cirkelvormige baan, er vindt ruimtelijke scheiding plaats op basis van massa/ladingsverhouding en de stoffen kunnen afzonderlijk worden gedetecteerd.

Toepassing: bindmiddelanalyse, identificatie van harsen, wassen en vernissen, identificatie van additieven, kleurstofanalyse, organische pigmentenanalyse (natuurlijk en synthetisch)

Gebruikt voor: schilderijen, meubels, plastics, residuonderzoek, textiel, inkt.

SEC: 'Size Exclusion' chromatografie

Scheidingsmethode waarbij moleculen in oplossing worden gescheiden op basis van hun afmetingen en hun moleculaire gewicht. Vaak gebruikt bij grote moleculen, zoals polymeren.

Toepassing: bepalen molecuulgrootte van polymeren

Gebruikt voor: papier

Gaschromatografie

In een gaschromatograaf worden stoffen in gas- of dampfase bij hoge temperatuur gescheiden op hun selectieve verdeling tussen de stationaire (stilstaande) en de mobiele (gas)fase. De stoffen hechten zich (deels) aan de stationaire fase waardoor ze worden vertraagd. Elk element uit het monster dat in de gasfase wordt gebracht zal in meer of mindere mate worden meegevoerd - en is daarmee detecteerbaar. Identificatie vindt plaats met behulp van een massaspectrometer, vaak aan de hand van referentiematerialen.

Toepassing: bindmiddelanalyse, identificatie van harsen, wassen en vernissen, identificatie van additieven

Gebruikt voor: schilderijen, meubels, plastics, residuonderzoek

Vloeistofchromatografie

Analytische scheidingsmethode die gebruik maakt van het verschil tussen stoffen in affiniteit ('aanhechtingskracht') met de stationaire fase (kolom met pakking) en de mobiele fase (vloeistof) in de opstelling. Elk element uit het monster dat in de vloeistof wordt gebracht zal in meer of mindere mate worden meegevoerd - en is daarmee detecteerbaar.

HPLC-PDA: 'High Performance' vloeistofchromatografie - Photodiode Array Detector

HLPC is een vorm van vloeistofchromatografie (scheidingsmethode) waarbij het te onderzoeken monster onder hoge druk door een sterk gepakte kolom wordt gepompt. Door de hoge druk en het goede contact met de stationaire fase wordt een relatief grote snelheid bereikt van de scheiding en een hogere dichtheid. Scheiding vindt plaats door het verschil tussen stoffen in affiniteit ('aanhechtingskracht') met de stationaire fase (kolom met pakking) en de mobiele fase (vloeistof) in de opstelling. Elk element uit het monster dat in de vloeistof wordt gebracht zal in meer of mindere mate worden meegevoerd - en is daarmee detecteerbaar. Identificatie vindt vaak plaats aan de hand van referentiematerialen.

Toepassing: kleurstofanalyse, organische pigmentenanalyse (natuurlijk en synthetisch)

Gebruikt voor: textiel, meubels, schilderijen, inkten

Overige onderzoekstechnieken en combinaties van technieken

DSC: Differentiële Scanning Calorimetrie

Differentiële scanning calorimetrie (DSC) is een thermo-analytische techniek waarbij het verschil in de hoeveelheid warmte die nodig is om de temperatuur van een monster en referentie te verhogen, wordt gemeten als functie van de temperatuur. DSC wordt veel gebruikt voor het bepalen van de thermische overgangen van polymeren zoals smeltpunt en glasovergangstemperatuur.

Toepassing: synthetische polymeren

Gebruikt voor: plastics, moderne kunst

LC-MS: VloeistofChromatografie - MassaSpectrometrie

Een chemische analysetechniek die de mogelijkheden combineert van de scheidingstechniek HPLC (vloeistofchromatologie) en massaspectrometrie. Met deze krachtige en zeer gevoelige techniek kunnen stoffen in complexe mengsels van chemicaliën worden geanalyseerd.

Toepassing: kleurstofanalyse, organische pigmentenanalyse (natuurlijk en synthetisch), bindmiddelanalyse

Gebruikt voor: textiel, meubels, schilderijen, inkten

Py-GCMS: Pyrolyse – GasChromatografie-MassaSpectrometrie

Scheikundige analysemethode waarbij een monster wordt verhit, waarna de (kleinere) gasmoleculen kunnen worden gescheiden in een gaschromatograaf en vervolgens gedetecteerd met massaspectrometrie.

SPME-GC-MS: VasteFase Micro Extractie - GasChromatografie - MassaSpectrometrie

SPME wordt voornamelijk gebruikt voor het bemonsteren van vluchtige organische componenten in water. Na de extractie van de componenten vindt detectie plaats met behulp van vloeistof- of gaschromatografie in combinatie met massaspectrometrie.

Toepassing: identificatie van vluchtige componenten

Gebruikt voor: boeken, indoor air pollution

Round robin test

Analyse of experiment dat onafhankelijk diverse keren wordt herhaald, vaak om de reproduceerbaarheid te testen of ter verificatie van een analysemethode. Dit kan door diverse onafhankelijke wetenschappers in aparte laboratoria de test te laten uitvoeren met dezelfde methode en andere materialen of met een verscheidenheid aan methoden en materialen.

Terahertz Imaging

Een niet-destructieve analysetechniek gebaseerd op elektromagnetische straling, bestaande uit golven met een frequentie tussen 0.3 en 3 terahertz (THz). Terahertz Imaging wordt succesvol ingezet bij de analyse van verflagen en -coatings, het opsporen van beschadigingen in keramiek en composietmaterialen en bij onderzoek naar handschriften en de structuur van schilderijen.

UV-VIS spectrofotometrie

Een analysetechniek waarbij de concentratie van een bepaalde stof in een monster wordt bepaald door de absorptie te meten van zichtbaar licht (VIS = visible, zichtbaar lichtspectrometrie) of van ultraviolet licht (UV-spectrometrie). Een PDA-detector werkt volgens hetzelfde principe.