

Schoonmaken van gipsen afgietsels

Evaluatieonderzoek van verschillende schoonmaak-
materialen beoordeeld met Macrofotografie,
elektronenmicroscopie, digitale microscopie en GC-MS op het
achterblijven van schade en residuen.

Afstudeerverslag

Afstudeerrichting Chemie

Daniël Gortworst
14-05-2012

Examennummer: 11- AC - 03

Schoonmaken van gipsen afgietsels

Evaluatieonderzoek van verschillende schoonmaakmaterialen beoordeeld met Macrofotografie, elektronenmicroscopie, digitale microscopie en GC-MS op het achterblijven van schade en residuen.

Afstudeerverslag



Daniel Gortworst

Examennummer: 11-AC-03

Amsterdam, 14 mei 2012

School of Health
Laboratoriumonderwijs
Chemie

Boelelaan 1109, Amsterdam

Begeleider: Dhr. G. Heijne

Handtekening:

.....



Rijksdienst voor het Cultureel Erfgoed
*Ministerie van Onderwijs, Cultuur en
Wetenschap*

Afdeling: Kennis Roerend Goed

Hobbemastraat 22, Amsterdam

Begeleider: Dr. I. Joosten

Handtekening:

.....

Samenvatting

Welk schoonmaakmateriaal (Agar, Sponge Eraser®, saliva, art gum of Akapad®) kan het best gebruikt worden voor het schoonmaken van zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zoals gips zonder afwerklaag, gelet op de ontstane schade en de aanwezigheid van residuen, zoals gevonden met een digitale camera, een elektronenmicroscopie, een digitale microscoop en een GC-MS?

In dit onderzoek is onderzocht op welke manier de schoonmaakmaterialen geobserveerd konden worden met macrofotografie, elektronenmicroscopie en digitale microscoop. Daarnaast is onderzocht op welke manier er een residuanalyse van de schoonmaakmaterialen kon worden gedaan. Met de ontstane methoden is onderzocht hoe geschikt de verschillende schoonmaakmaterialen waren voor het schoonmaken van gipsen afgietsels zonder afwerklaag.

Voor dit onderzoek zijn vlakke gipsen plaatjes gegoten. Vervolgens zijn de gipsen plaatjes schoongemaakt met de schoonmaakmaterialen, door er bij elke stap er met een beweging (1-richtings of 2-richtings) over het gipsen oppervlak te gaan.

Met behulp van de ontstane methoden zijn er voor- en na-observaties uitgevoerd. Door de voor- en na-opnamen van de macrofotografie en de elektronenmicroscopie te vergelijken, kon worden bepaald of er een visuele verandering op visuele schaal en op microscopische schaal heeft plaats gevonden.

Door omstandigheden moest de bevestiging van de aangepaste tafel van de digitale microscoop terug naar de eigenaar. Doordat dit zich heeft afgespeeld in een laat stadium, was er geen noodoplossing aanwezig. Hierdoor zijn er geen voor- en na-opnamen gemaakt met de digitale microscoop.

De residuanalyse was uitgevoerd door extracties te maken van de schoonmaakmaterialen met hexaan. Vervolgens zijn de extracties geïnjecteerd met de ontstane methode en is er in het chromatogram gezocht op m/z-waarden die enkel in dat chromatogram voorkwamen en dus typerend waren voor het schoonmaakmateriaal. Wanneer er geen typerende m/z-waarde was gevonden, werd geconcludeerd dat het schoonmaakmateriaal geen residuen bevat.

De schoonmaakmaterialen die typerende m/z-waarden bevatten, werden gebruikt voor het schoonmaken van gipsen plaatjes. Vervolgens werd de bovenlaag van de gipsen afgietsels geschraapt en in hexaan geplaatst. Na injectie werd er in het chromatogram gezocht op de typerende m/z-waarden van de schoonmaakmaterialen. Wanneer er pieken overeen kwamen, kon worden geconcludeerd dat er residuen in het gips waren achtergebleven.

Uit het onderzoek is gebleken, dat de art gum op visuele schaal en op microscopische schaal veel schade aanricht. Al na één beweging liet de art gum een glansverschil achter op het oppervlak. Op microscopische schaal waren er deuken in het oppervlak zichtbaar. De art gum liet geen residuen achter in het gips.

De Sponge Eraser liet ook op visuele schaal en op microscopische schaal schade achter op het oppervlak. Op visuele schaal was er een kras ontstaan op de plek waar de schoonmaakbewegingen hebben plaatsgevonden. Op microscopische schaal was zichtbaar, dat de gipsnaalden door het water waren samengesmolten. Uit de extracties bleek, dat de Sponge Eraser geen residuen bevatte.

De Akapad® liet op visuele schaal en op microscopische schaal geen schade achter op het oppervlak. Door gebrek aan tijd kon niet worden onderzocht na hoeveel stappen er schade zou ontstaan. De Akapad® liet geen residuen achter in het gips.

De saliva liet op visuele schaal geen schade achter, maar op microscopische schaal wel. In de opnamen was zichtbaar dat, de gipsnaalden aan elkaar waren gesmolten. De saliva is niet meegenomen tijdens de residuanalyse.

Ook de agar liet op visuele schaal geen schade achter, maar op microscopische schaal wel. Op de opnamen was zichtbaar, dat er deuken in het oppervlak ontstonden. Van de agar zijn er geen residuen aangetroffen in het gips.

Geconcludeerd kan worden dat de Akapad® het meest geschikt is voor het schoonmaken van zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zoals gips. De resultaten van dit onderzoek zijn niet bindend, maar dienen als leidraad bij het schoonmaken van zachte, poreuze, watergevoelige oppervlakten.

Lijst van gebruikte afkortingen

DoF	Dept of Field
DoM	Degree of Magnification
GC	Gaschromatograaf
GC-MS	Gaschromatograaf met aangekoppelde massaspectrometer
HV	Hoog vacuüm
kV	Kilovolt
Pa	Pascal
SEI	SecundairyElectron Imaging
SEM	Scanning Electron Microscope

Inhoudsopgave

1.0	Inleiding	1	
1.1	Probleemstelling	1	
1.2	Verantwoording	1	
1.3	Theoretisch kader	1	
1.3.1	Gekozen schoonmaakmaterialen	2	
1.3.2	Eigenschappen gips	3	
1.3.3	Apparatuur	5	
1.3.3.1	Elektronenmicroscop	5	
1.3.3.2	HIROXp	8	
1.3.3.3	GC-MS	9	
2.0	Materialen en methoden	10	
2.1	Materialen	10	
2.2	Methoden	10	
2.2.1	Macrofotografie	10	
2.2.2	Elektronenmicroscop	11	
2.2.3	Digitale microscoop	12	
2.2.4	GC-MS	12	
3.0	Resultaten	14	
3.1	Methodeontwikkeling macro-opnamen	14	
3.2	Methodeontwikkeling opnamen elektronen microscoop	16	
3.3	Methodeontwikkeling opnamen digitale microscoop	18	
3.4	Methodeontwikkeling residuanalyse GC-MS	21	
3.5	Resultaten schoonmaakmaterialen	24	
3.5.1	Art gum	24	
3.5.2	Sponge Eraser	27	
3.5.3	Akapad®	29	
3.5.4	Saliva	32	
3.5.5	Agar 2%	33	
3.5.6	Agar 4%	36	
4.0	Discussie en conclusie	39	
4.1	Discussie	39	
4.2	Conclusie	40	
5.0	Geraadpleegde literatuur	41	
6.0	Bijlagen		
6.1	Handleiding voor het maken van gipsen plaatjes	43	

1.0

Inleiding

1.1

Probleemstelling

Welk schoonmaakmateriaal (Agar, Sponge Eraser®, saliva, art gum of Akapad®) kan het best gebruikt worden voor het schoonmaken van zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zoals gips zonder afwerklaag, gelet op de ontstane schade en de aanwezigheid van residuen, zoals gevonden met een digitale camera, een elektronenmicroscoop, een digitale microscoop en een GC-MS?

1.2

Verantwoording

Sinds enkele jaren is er in musea hernieuwde aandacht voor collecties gipsafgietsels (kopieën van originele beelden) die in de voorgaande decennia uit de museale opstelling waren verdwenen [1-2]. Zo werden in 2008 bij de tentoonstelling “*Beeldschoon. Meesterwerken in gips.*” een aantal gipsafgietsels gepresenteerd van topstukken van de beeldhouwkunst uit de oudheid [3].

In Europa is een groot aantal collecties gipsen beelden, afgietsels van bekende en beroemde sculpturen uit de Klassieke Oudheid, maar ook de Middeleeuwen en de Renaissance in binnen- en buitenland aanwezig en is nog nooit aan het publiek getoond [4]. In het midden van de twintigste eeuw, toen de nadruk kwam te liggen op het tonen van originele objecten, verdwenen de meeste afgietsels naar depots, werden vernietigd of vernield. Na een jarenlange verwaarlozing zijn veel afgietsels nu vuil en kapot en worden daardoor niet meer tentoongesteld.

In dit onderzoek is onderzocht hoeveel schade en residuen de verschillende schoonmaakmaterialen achterlaten wanneer zij worden gebruikt voor het schoonmaken van gipsen afgietsels. Om de gipsen afgietsels niet te beschadigen, is er in het onderzoek gebruik gemaakt van vlakke gipsen plaatjes, die gegoten zijn door Rozemarijn van Beemen (Post Graduate Conservation Trainee aan de UVA) (bijlage 1). Om de invloed van de schoonmaakmaterialen te bepalen, zijn de gipsen plaatjes voor en na een aantal schoonmaakkbewegingen geobserveerd en vergeleken. De schoonmaakttesten zijn uitgevoerd in samenwerking met glas- en keramiekrestaurator Frederike Burghout. De observatie vond plaats door gebruik te maken van een compact camera en microscopie apparatuur. Hierbij stond een elektronenmicroscoop (JEOL 5910LV) en een digitale microscoop van het merk HIROX (KH-7700) ter beschikking.

Naast de invloed van de verschillende schoonmaakmaterialen op het gipsen oppervlak, is er ook residuanalyse toegepast op de schoonmaakmaterialen en op de schoongemaakte gipsen plaatjes voor het aantonen van eventueel achtergebleven residuen van het schoonmaakmateriaal.

De invloed van de verschillende schoonmaakmaterialen op het gipsen oppervlak en de residuanalyse zijn gebruikt om een oordeel te geven over de verschillende schoonmaakmaterialen. Deze oordelen zijn gebruikt om te bepalen welke schoonmaakmateriaal of materialen het beste gebruikt kunnen worden voor het schoonmaken van zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zoals gips zonder enige afwerklaag.

Dit onderzoek is vooral van waarde voor glas- en keramiekrestaurators. Zij kunnen dit onderzoek gebruiken als leidraad bij het schoonmaken van gipsen afgietsels die geen afwerklaag bevatten eventuele meerwaarde van dit onderzoek is dat dit onderzoek ook gebruikt kan worden als leidraad voor het schoonmaken van andere zachte, poreus, watergevoelige oppervlakken.

1.3

Theoretisch kader

Dit onderzoek valt onder het chemisch werkdomein. In dit evaluatieonderzoek wordt onderzocht welk schoonmaakmateriaal of materialen het meest geschikt is of zijn, voor het schoonmaken van een zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zonder enige afwerklaag.

Om dit onderzoek in grotere lijnen te begrijpen, wordt er in dit theoretisch kader achtergrondinformatie verstrekt over de volgende onderwerpen:

- Gekozen schoonmaaktechnieken
- Eigenschappen gips;
- Samenstelling en werking SEM;
- Werking digitale microscoop;
- Werking GC-MS;

1.3.1 Gekozen schoonmaaktechnieken

Voor het schoonmaken van de gipsen plaatjes, is er gekozen voor twee verschillende technieken. Ten eerste een droge techniek. Bij deze technieken worden er materialen gebruikt, die geen water bevatten.

Ten tweede, een techniek met semi-natte materialen. Bij deze techniek worden er materialen gebruikt, die water bevatten, of waar water aan toegevoegd moet worden. Bij deze twee technieken wordt er gebruik gemaakt van de volgende materialen:

1.3.1.2 Zachte kwast (droog)

Een zachte kwasten worden grotendeels gebruikt voor het verwijderen van het grove losse vuil [5]. Een kwast bestaat uit voornamelijk uit samengebonden vezels (Figuur 1). De vezels waren vroeger afkomstig van dieren of planten. Tegenwoordig worden vooral kunststofvezels gebruikt. De haren dienen om het vuil vast te houden.



Figuur1: Zachte kwasten

1.3.1.3 Art gum (droog)

De art gum is een gum die gemaakt is van rubber of van kunststof (Figuur 2) [5-6]. Een gum kan worden gebruikt voor het verwijderen van lijnen of teksten, die gemaakt zijn met een potlood of vulpotlood en voor het verwijderen van vuil. Het verwijderen van vuil kan worden gedaan door de gum, met een mechanische beweging, over het oppervlak heen te halen. Hiermee wordt het oppervlak licht geschuurd. Bij het schuren van het oppervlak breekt de gum langzaam af. De afgeschuurde deeltjes kunnen vervolgens grotendeels worden weggeblazen.



Figuur2: Gum

1.3.1.4 Akapad® (droog)

De Akapad® is een spons met twee verschillende kanten¹ (Figuur 5)[5,7]. De ene kant bestaat uit een blauwe body, die gebruikt kan worden voor het vasthouden van de Akapad. De andere kant is een actieve gele kant, die gebruikt kan worden voor het schoonmaken van het gipsen oppervlak. De actieve gele kant is gemaakt van gevulkaniseerd latex.

Het schoonmaken met behulp van een Akapad® gebeurt op dezelfde manier als met een gewone gum. Door met een mechanische beweging over het gipsen oppervlak te gaan wordt het vuil van het oppervlak afgeschuurd. Met behulp van de blauwe body kan er gedoseerd druk worden gezet op het gipsen oppervlak. Ook bij de Akapad® breekt tijdens het schuren langzaam materiaal af. Het afgeschuurde materiaal kan vervolgens grotendeels worden weggeblazen of met een (zeer) zachte kwast worden weggeveegd.



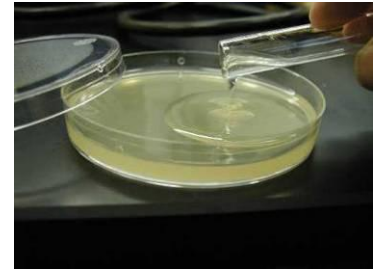
Figuur3: Akapad®

¹http://www.conservationresources.com/Main/section_30/section30_07.htm (laatst bekeken 16-12-2011)

1.3.1.5 Agar (semi-nat)

Agar is een witachtige, smaak- en reukloze, onvertakte polysacharide, die uit de celwanden van sommige soorten algen gewonnen wordt. Agar is een polymeer, die is opgebouwd uit subeenheden van de suiker galactose.

Wanneer men Agar oplost in heet water en het vervolgens laat afkoelen is het te gebruiken als gelatine (Figuur 4). Dit proces is thermoreversibel. Dit betekent dat wanneer de gelatine wordt verwarmt het weer vloeibaar wordt.



Figuur4: opgelost Agar

Door de (nog) vloeibare Agar op het gipsen oppervlak te brengen en het te laten afkoelen, hecht het vuil zich aan het water. Wanneer het water volledig is opgedroogd, kan men de gelatine van het gipsen oppervlak halen en is vuil, dat aan het Agar gehecht is, verdwenen.

1.3.1.6 Sponge Eraser® (semi-nat)

De Sponge Eraser® is een spons een die gebruikt kan worden voor het verwijderen van vuil (Figuur 5) [5]. Door de Sponge Eraser® nat te maken en vervolgens uit te knijpen, kan de vochtige spons worden gebruikt voor het opvangen van vuil.

Door de structuur van de spons en de mechanische beweging, wordt het vuil gevangen in de structuur van de spons.



Figuur5: Sponge Eraser®

1.3.1.7 Saliva (semi-nat)

Saliva, ook wel bekend als speeksel, is een waterige vloeistof die wordt geproduceerd door de speekselklieren in de mond. Het speeksel bestaat grotendeels uit water en bevat daarnaast ook elektrolyten, slijm, enzymen, antistoffen en eiwitten. Met name de verschillende enzymen die in speeksel zitten, maken het tot een goed product om objecten mee te reinigen.

Door saliva te gebruiken op het gipsen oppervlak, kan stof worden verwijderd van het oppervlak. Nadeel van saliva is, dat het grotendeels uit water bestaat. Hierdoor ontstaat er snel schade aan het gipsen oppervlak. Na het schoonmaken met saliva, moet het oppervlak droog gemaakt worden met bijvoorbeeld een doek of een wattenstaafje.

1.3.2 Eigenschappen van gips

De chemische benaming voor gips is calciumsulfaat [8,9]. Calciumsulfaat komt in de natuur voor in twee vormen: met of zonder water in het kristalrooster.

Het in de natuur voorkomende gipsgesteente met water in het kristalrooster wordt calciumsulfaat-dihydraat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) genoemd en zonder water in het kristalrooster wordt het calciumsulfaat anhydriet genoemd [10]. Beide mineralen zijn over de hele wereld en in grote hoeveelheden te vinden en ontstaan in zeewater met behulp van geologische processen.

1.3.2.1 Ontstaan

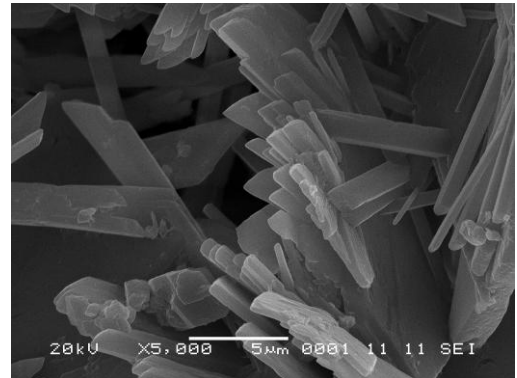
In zeewater zijn verschillende stoffen, waaronder zouten, opgelost [8-9]. Tijdens het geologische proces wordt het zeewater langzaam verdampt, waardoor de concentratie opgeloste stoffen in het zeewater toeneemt. Op een gegeven moment is er zoveel water verdampt, dat de concentratie opgeloste stoffen te hoog wordt (verzadigd) en de stoffen neerslaan. Een voorbeeld van een stof die neerslaat bij een verzadiging is calciumsulfaat.

Omdat er voor het neerslaan van stoffen relatief veel water moet verdampen, kan dit geologisch proces enkel in gebieden plaats vinden met ondiep zeewater en een warm klimaat.

1.3.2.2 Producteren

Gips wordt al eeuwen gebruikt als bouw materiaal of als grondstof. De voorkeur voor gips is afkomstig van het gemak waarmee het water gedeeltelijk of volledig uit het kristalrooster van gipsgesteente kan worden gehaald. Dit proces wordt *dehydratatie* genoemd.

Tijdens het dehydrateren krijgt het gips een meer kristallijne structuur (Figuur 6). Door het gips te dehydrateren en vervolgens het omgekeerde proces (hydrateren) toe te passen, ontstaat er een relatief sterkere binding dan het gipsgesteente had doordat het gips een meer kristallijne structuur gekregen heeft door het dehydrateren [8-9].

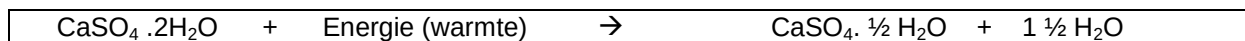


Figuur 6: Kristalstructuur gips

Voor het dehydrateren van gips is energie vereist [8-9]. De benodigde energie is in algemeen in de vorm van warmte. Na het proces kan het eindproduct in twee vormen voorkomen afhankelijk van de hoeveelheid toegevoegde energie.

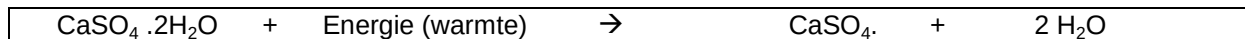
Wanneer het gipsgesteente wordt verwarmd tot 150°C, kan het 75% van zijn kristalwater verliezen [8]. Bij dit proces wordt voornamelijk het calciumsulfaat hemihydraat gevormd (Formule 1).

Formule 1:



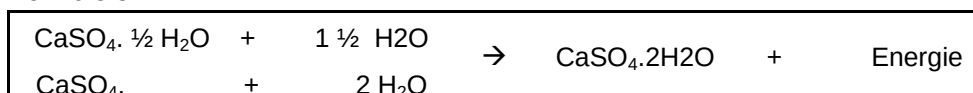
Wanneer het gipsgesteente wordt verwarmd tot 300°C, verliest het gipsgesteente al zijn kristalwater. Bij dit proces wordt enkel het anhydriet gevormd (Formule 2).

Formule 2:



Wanneer het gipsgesteente is gedehydrateerd, noemt men het gips *gebrant gips*. Wanneer het gebrande gips wordt gehydrateerd, wordt het dihydraat weer gevormd (formule 3). De hydratatie van gebrand gips is een exotherm proces. Dit betekent dat er bij de reactie energie vrijkomt in de vorm van warmte.

Formule 3:



Gips is wereldwijd verkrijgbaar, relatief goedkoop en gemakkelijk in gebruik [8-9]. Deze eigenschappen maken het product dat voor veel doeleinden gebruikt kan worden. Gips wordt onder andere veel gebruikt in:

- Modelleren;
- Tandafdrukken;
- Schoolkrijt;
- Vulstof voor verf, lijm en tandpasta;
- Gietmateriaal voor kunstvoorwerpen;

Maar gips wordt op de grootste schaal gebruikt in de bouw als pleisterlagen en door de eigenschappen van het gips wordt het ook veel toegepast in de restauratie.

1.3.2.3 Inwerking van water op (droog) gips

Gips is zeer hygroscopisch. Dit komt door de waterige samenstelling van het kristal en door de hoge poreusheid van de vaste stof. De poreusheid van gips hangt af van de hoeveelheid water die is gebruikt bij het aanmaken. Gips wordt over het algemeen bereid met een verhouding van 80% (m/v), terwijl er in werkelijkheid maar 17% nodig is om te kunnen kristalliseren, waarna het overtollige water langzaam verdampft [9,11]. Het verdampte water verlaat het gips en hierdoor ontstaan er poriën in het gips.

Vocht kan door de poriën het gips binnendringen en in het gips circuleren[9]. Hierdoor kan het gips ook oplossen in het vocht. Door het oplossen van gipskristallen wordt de mechanische cohesie tussen de kristallen aangetast.

Daarnaast kan ook een hoeveelheid vocht in het gips mechanische schade aanbrengen. Door de wisselende hoeveelheid vocht kan het gips afwisselend gaan uitzetten of krimpen. Hierdoor ontstaan er barsten in het gips [9].

1.3.3 Apparatuur

Om het gipsoppervlak goed te observeren, moet er een beeld van het gipsoppervlak gemaakt worden en zo nodig een aantal maal vergroot. Daarnaast moet het beeld digitaal beschikbaar zijn, zodat voor en na goed met elkaar vergeleken kunnen worden. Hiervoor is er een techniek nodig waarbij twee keer dezelfde plaats geselecteerd kan worden.

Met deze eisen aan de apparatuur is er een selectie gemaakt van de mogelijke apparaten en vergeleken met de inventarisatie van de apparatuur die het instituut bezit. Hierdoor is er gekozen voor de volgende apparaten voor het observeren en vergelijken van het oppervlak:

- Elektronenmicroscop;
- Digitale microscoop;

Naast het observeren en vergelijken van het oppervlak, moet er ook worden bepaald of er residuen van de schoonmaaktechniek achterblijven en welke residuen dat zijn. Met deze eisen en de apparaten die het instituut bezit, is er gekozen voor:

- GC-MS;

1.3.3.1 Elektronenmicroscop

SEM is de Engelse afkorting van een *Scanning Electron Microscope*[12-13]. Een elektronenmicroscop schiet elektronen af op het object, dit in tegenstelling tot een lichtmicroscop, die licht (fotonen) uitzendt op het object. Naast de verschillende bronnen, heeft de elektronenmicroscop enkele voordelen ten opzichte van een lichtmicroscop:

- Hogere "Depth of Field" (DOF);
De DOF is een begrip afkomstig uit de fotografie. De DOF is de afstand tussen het voorste en achterste voorwerp in een foto, waarbij allebei de voorwerpen nog scherp afgebeeld kunnen worden [12]. Wanneer een apparaat een grotere DOF heeft, kunnen twee objecten die zich, in de diepte, op een verdere afstand van elkaar bevinden, nog scherp worden weergegeven.
- Hogere Resolutie;
De resolutie is een maat voor het scheidend vermogen van het apparaat. Het scheidend vermogen is de kleinste hoek of boog tussen twee objecten, die nog gescheiden waargenomen kan worden [12]. Wanneer een apparaat een hogere resolutie heeft, kan het

apparaat kleinere hoeken of bogen, van twee objecten, beter gescheiden van elkaar waarnemen.

- “Degree of Magnification” (DoM);
De DoM geeft de maat van vergroting van een apparaat aan. Waarbij een lichtmicroscop een maximale vergroting heeft van 500 of 1000 keer, kan een elektronenmicroscop wel tot 500.000 keer vergroten [12].

1.3.3.1.1 Samenstelling SEM

De SEM is opgebouwd uit verschillende onderdelen met elk zijn eigen functie (Figuur 7).

De elektronenbron (A)

Als elektronenbron in een SEM wordt het meest gebruik gemaakt van een wolframfilament [12-13]. Een filament is een houder waar twee elektrodes op zijn gemonteerd. De elektrodes zijn met elkaar verbonden door een wolframdraad. De wolframdraad heeft hierbij een V-vorm.

Wanneer er spanning op de elektrodes wordt gezet, wordt het wolframdraad verhit [12-13]. Hierdoor gaan de atomen in het metaal harder vibreren en ontstaat er warmte. Die warmte die ontstaat wordt afgegeven aan de elektronen, waardoor de elektronen meer energie bevatten. Wanneer de elektronen in de hoogste toestand raken, kunnen zij het metaal verlaten [14]. Het verlaten van de elektronen vindt vooral plaats op de punt van het V-vormige wolframdraad, omdat de temperatuur daar het hoogst is.

Het filament bevindt zich in een houder genaamd de Wehnelt cilinder [12-13]. De Wehnelt cilinder heeft een kleine opening bij de punt van het V-vormige wolframdraad. Hierdoor kunnen de vrijgekomen elektronen naar buiten. De cilinder heeft een elektrostatische functie. De cilinder zorgt ervoor dat de vrijgekomen elektronen worden gebundeld tot een straal.

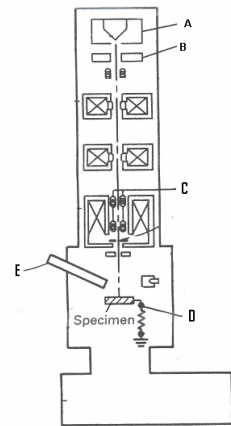
De anode(B)

De anode bevindt zich vlak achter het filament [12-13]. De anode heeft ten opzichte van de kathode een positieve potentiaal. Hierdoor worden de vrijgekomen elektronen naar de anode toe “getrokken”. Doordat er een potentiaalverschil is tussen de Wehneltcilinder en de anode ontstaat er een spanningsveld tussen. Dit krachtveld zorgt ervoor dat de vrijgekomen elektronen versneld worden. Het potentiaal van het krachtveld is een maat voor de snelheid waarmee de elektronen versneld worden. Daarom wordt die spanning de *versnelspanning* genoemd. De versnelspanning wordt uitgedrukt in kilovolt (kV).

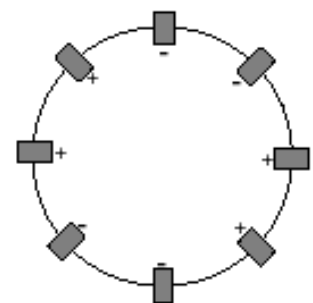
De scanspoelen (C)

Wanneer de elektronen gebundeld zijn, moeten zij gericht worden op het oppervlak. Het richten op het oppervlak wordt gedaan met scanspoelen (Figuur 8) [12-13].

De scanspoelen zijn in een cirkel gepositioneerd [12-13]. Door elke spoel een verschillend potentiaal te geven, kan de elektronenbundel worden gericht. Doordat elke spoel eigen potentiaal heeft, “duwt” de ene spoel van zich af, terwijl de andere spoel de bundel meer naar zich toe “trekt”.



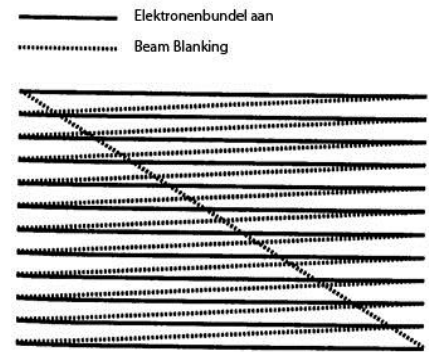
Figuur 7: Schematische weergave SEM



Figuur 8: scanspoelen

Door de potentialen van de spoelen steeds te veranderen, wordt de bundel steeds naar een andere plaats gericht. De SEM richt de bundel volgens een zig-zag patroon (Figuur 9) [12-13]. Enkel op de horizontale lijnen worden de elektronen op het oppervlak geschoten. Wanneer de elektronenbundel een diagonale lijn moet maken om op de volgende horizontale lijn te komen, wordt de Beam Blanking geactiveerd. De elektronen komen dan tijdelijk terecht op de apertuur.

Wanneer de SEM de laatste horizontale lijn heeft “gescand”, gaat de elektronenbundel terug naar de eerste horizontale lijn. Alle horizontale lijnen bij elkaar wordt een *frame* genoemd.



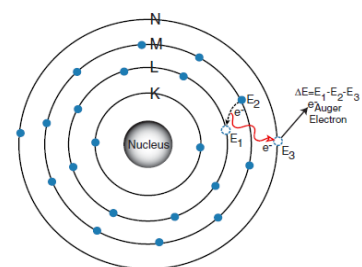
Figuur 9: Zig-zag patroon SEM

De tafel (D)

Op de tafel ligt het object dat men wil onderzoeken. Wanneer het object wordt gebombardeerd met elektronen, dringen de elektronen door in het oppervlak. Het gebied waarin de elektronen zijn doorgedrongen heeft de vorm van een “druppel” [12-13]. Hierbij is de druppel in verschillende lagen te verdelen. Bij elke laag vindt er een andere reactie met de elektronen plaats.

In de bovenste laag van de druppel vindt de reactie plaats van de *Auger elektronen*. Wanneer een oppervlak wordt gebombardeerd met elektronen, vindt bij een klein deel van de elektronen een foto-elektrisch effect plaats [12-13]. Hierbij wordt de totale hoeveelheid energie van een elektron

overgedragen aan een atomaire elektron. Het atomaire elektron wordt hierdoor “losgeslagen”. Meestal wordt het elektron losgeslagen uit de K-schil van het atoom. Omdat er nu een elektron in de schil te weinig is, moet deze worden opgevuld door een elektron uit een andere schil. De elektronen uit de andere schillen hebben een hogere lading, waardoor het elektron energie verliest als het zich verplaatst naar de K-schil. Wanneer deze energie wordt opgevangen door een elektron uit een hogere schil, kan dit elektron ook worden “losgeslagen”. Men spreekt dan van een Auger elektron (Figuur 13).



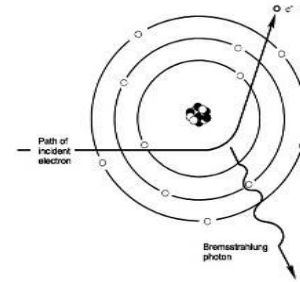
Figuur 10: ontstaan Auger elektronen

De elektronen die getroffen zijn door het foto-elektrisch effect, komen zowel in de eerste laag van de “druppel voor, als in de tweede [12-13]. De atomaire elektronen die daardoor uit de K-schil zijn “losgeslagen” worden de *secundaire elektronen* genoemd. De secundaire elektronen geven informatie over de vorm (morfologie) van het object.

Wanneer de elektronen niet worden getroffen met het foto-elektrisch effect, kunnen zij tegen een atoom “opbotsen” [12-13]. Hierbij worden de versnelde elektronen van richting veranderd. De versnelde elektronen raken bij de “botsing” niet of nauwelijks energie kwijt en behouden dus hun energie. De hoeveelheid elektronen dat van richting veranderd wordt, hangt af van het atoomnummer van het atoom waar het tegen botst. Bij een hoger atoomnummer worden meer elektronen van richting veranderd. Men spreekt dan van *teruggekaatste elektronen*. De teruggekaatste elektronen geven informatie over de samenstelling van het object.

De elektronen die niet worden getroffen met het foto-elektrisch effect en niet van richting worden veranderd door een atoom, kunnen de reacties vormen tot en met de onderste laag van de “druppel” [12-13]. Het zijn de röntgenstralen. De röntgenstralen kunnen worden gecreëerd door twee verschillende reacties. Zij worden de *karacteristieke röntgenstralen* genoemd en de *continue*. De röntgenstralen geven meer informatie over de elementen die aanwezig zijn in de “druppel”.

De karakteristieke röntgenstralen ontstaan wanneer een atomaire elektron de energie van een versneld elektron opneemt en uit het atoom wordt “weggeslagen” [12-13]. Omdat er nu een elektron te weinig is, wordt deze opgevuld door een elektron uit een hogere schil en moet daarvoor een deel van zijn energie loslaten in de vorm van röntgenstralen.



Figuur 11: Ontstaan Bremsstrahlung

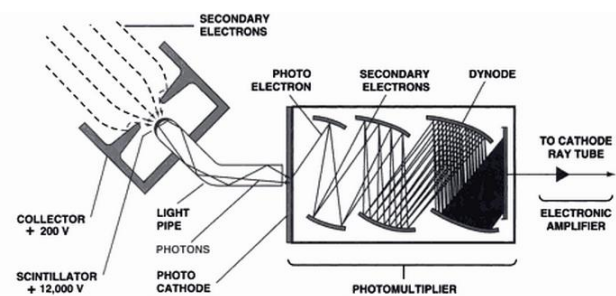
De continue röntgenstralen worden gecreëerd doordat een versneld elektron wordt afgeremd door de magnetische velden van de nucleï [12-13]. Door het afremmen verliest het elektron energie in de vorm van röntgenstralen. De continue röntgenstraling wordt ook wel *Bremsstrahlung* genoemd, wat remstraling betekend (Figuur 11).

De detector (E)

Wanneer de elektronen de reacties zijn aangegaan met het oppervlak, worden zij gedetecteerd door de detector (Figuur 12) [12-13].

De detector bestaat uit een scintillator, lichtbuis en een fotomultiplicatorbuis [12-13].

De scintillator zet de vrijgekomen elektronen om in een lichtsignaal. Doordat zich om de scintillator een opvanger bevindt met een relatief positieve potentiaal, worden de elektronen naar de scintillator toe geleid.



Figuur 12: Detector

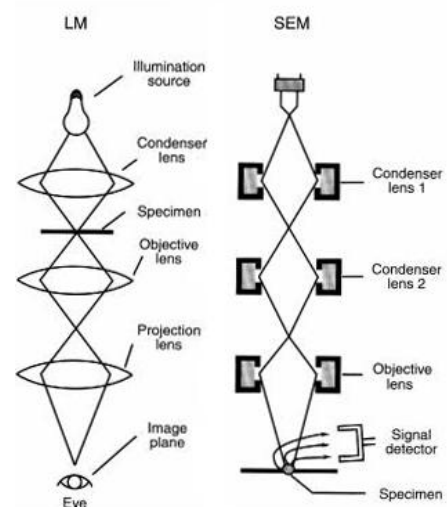
Via de lichtbuis worden zij naar de fotomultiplicatorbuis gebracht [12-13]. In de fotomultiplicatorbuis botsen de fotonen tegen een aantal dynodes op en worden vervolgens weerkaatst naar de volgende dynode. Bij elke botsing met een dynode wordt het aantal fotonen verdubbeld. Na een aantal dynodes worden de fotonen omgezet in een beeld dat op het beeldscherm zichtbaar is.

De gedetecteerde elektronen worden synchroon aan de plaats, die de scanspoelen aan de elektronenbundel geven, weergegeven op het beeldscherm

1.3.3.2 De digitale microscoop (HIROX)

De HIROX is in feite een lichtmicroscoop. Een lichtmicroscoop bestaat uit de zelfde onderdelen als een elektronenmicroscoop, alleen is de volgorde van de onderdelen anders.

Een lichtmicroscoop kent een lichtbron in plaats van een elektronenbron en die bevindt zich onder het object dat men wil bekijken (Afbeelding 13). Het licht wordt gefocust door glazen condensorlenzen en wordt door een doorzichtige opening door de tafel heen geleid. Wanneer men een (dun) object op de opening legt, wordt het licht dat op het object schijnt, enigszins tegengehouden door het object. Het overige licht wordt gefocust door de objectief en geprojecteerd op het netvlies door de projectielens. Het netvlies registreert dat het licht enigszins is tegengehouden. De plaatsen waar het licht enigszins is tegengehouden,



Afbeelding 13: Verschillen lichtmicroscoop en elektronenmicroscoop

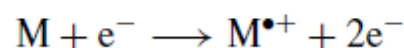
worden door de hersenen omgezet naar een beeld. Op deze manier is het mogelijk om het object waar te nemen.

Het voordeel van een digitale microscoop is dat er, met behulp van multifocus, een 3D-weergave van het object kan worden gemaakt [15]. Hierdoor kan men het oppervlak beter observeren en kan er een hoogteprofiel worden gemaakt. Met behulp van deze informatie kan er beter geobserveerd worden.

1.3.3.3 De GC-MS

Met behulp van een Gas Chromatograaf (GC) wordt het monster in de gasfase gebracht en worden de verschillende stoffen van elkaar gescheiden [16-18]. Wanneer de stoffen van elkaar gescheiden zijn, worden zij overgebracht naar massaspectrometer (MS)

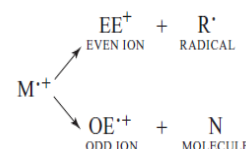
De massaspectrometer bombardeert de moleculen met elektronen (Figuur 14) [16-18]. Hierdoor worden de moleculen omgezet in radicale kationen. Doordat radicale kationen erg instabiel kunnen zijn, kunnen zij uiteen vallen in fragmenten (Figuur 15). Over het algemeen kan een radicaal kation uiteen vallen in twee soorten.



Figuur 14: Bombardement van molecuul met elektronen

Bij de eerste soort valt het radicaal kation uiteen in een positief ion en een radicaal. In het andere geval fragmenteert het radicaal kation naar een nieuw radicaal kation en een molecuul.

Wanneer de moleculen gefragmenteerd zijn, moeten zij gescheiden worden voor het detecteren [16-18]. Het scheiden van de fragmenten wordt gedaan met behulp van een quadropool. Een quadropool bestaat uit vier staven (polen). Doordat twee schuin tegenover elkaar staande polen dezelfde lading hebben (positief of negatief), raakt het fragment in een spiraal. De lading van de polen blijft niet telkens hetzelfde, maar verandert constant.



Figuur 15: Fragmentatie van gebombardeerd molecuul

De fragmenten hebben niet allemaal dezelfde massa en sommige zijn dus zwaarder en andere weer lichter [16-18]. Doordat de lading van de polen steeds verandert, worden de fragmenten aangetrokken en weer afgestoten. De lichtere moleculen worden veel makkelijker afgestoten en aangetrokken, terwijl dat bij de zwaardere moleculen moeilijker gaat. Door de potentialen van de polen te verhogen of te verlagen, kunnen de fragmenten op massa gefilterd worden. Wanneer er hogere potentialen op de polen staan, “knallen” de lichtere fragmenten sneller tegen de polen aan, omdat zij harder worden aangetrokken of afgestoten. Wanneer een lager potentiaal op de polen staat, “knallen” de zwaardere moleculen juist eerder tegen de polen aan, omdat zij minder snel van richting kunnen veranderen.

Door verschillende combinaties van potentialen te gebruiken, kunnen fragmenten met een bepaalde massa het einde van de quadropool behalen.

Wanneer de fragmenten het einde van de quadropool gehaald hebben, worden zij gedetecteerd door de detector. De detector telt het aantal signalen en plaatst dit in een massa spectrum aan de hand van de zojuist gebruikte potentiaalinstellingen

2.0 Materialen en methode

2.1 Materialen

Voor het observeren en vergelijken van de verschillende schoonmaakmaterialen gelet op de achterblijvende schade geobserveerd met macrofotografie, elektronenmicroscopie en HIROX® worden de volgende materialen gebruikt:

- De schoonmaakmaterialen zoals beschreven in 1.3.1.
- Molda 3 gips, Saint GabainFormula

En wordt er gebruik gemaakt van de volgende apparatuur:

- Sony Cybershot® DSX-HX1 compactcamera
- JEOL 5910LV SEM
- HIROX KH-7700

Voor het uitvoeren van de residuanalyse met GC-MS na het schoonmaken op de gipsen plaatjes worden de volgende materialen gebruikt:

- De schoonmaakmaterialen zoals beschreven in 1.3.1.
- Molda 3 gips, Saint GabainFormula
- Hexaan

En wordt er gebruik gemaakt van de volgende apparatuur:

- GC 8000 top, Interscience

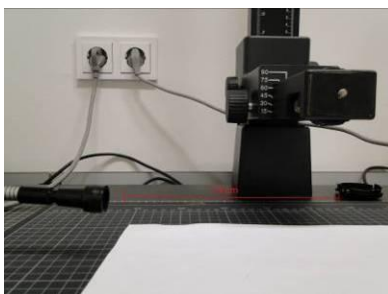
MS Voyager, Thermoquest

2.2 Methode

2.2.1 Macrofotografie

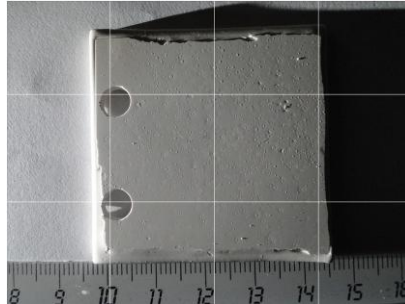
Voor de macrofotografie is er gebruik gemaakt van een Sony Cybershot® DSX-HX1 compact camera. De camera is bevestigd op een Kaiser® fototafel artikelnummer: 5519. Als lichtbron is er gebruik gemaakt van een Euromex CK-1.

De camerahouder is op de laagste hoogte geplaatst en de lens bevond zich hierdoor op een afstand van 2,5 cm ten opzichte van het gipsen plaatje. De lichtbron is aan de linkerkant van het gipsen plaatje geplaatst en de lamp bevond zich op 13 cm afstand ten opzichte van het gipsen plaatje (Afbeelding 16). De lamp werd gebruikt op de hoogste lichtintensiteit (10).



Afbeelding 16: Opstelling macrofotografie

De camera bevatte bij het maken van foto's een raster voor het maken van rechte foto's. Twee kruispunten van het raster zijn gebruikt om de foto telkens op dezelfde plaats te maken (Afbeelding 17). Hierbij is er gebruik gemaakt van de macrofunctie van de camera in de 'Easy'-modus.



Afbeelding 17: Referentiepunten op camera

Na het maken van de foto's zijn de foto's bewerkt met behulp van Adobe® Photoshop CS4 voor het uitknippen van het gipsen oppervlak en vervolgens het contrast te verhogen. Het contrast verhogen is gedaan om de morfologie van het gipsen oppervlak beter naar voren te laten komen.

2.2.2 Elektronenmicroscop

De elektronenmicroscop is gebruikt met de SecondaryElectron Imaging (SEI) detector bij hoog vacuüm (HV) en met de backscattered detector bij laag vacuüm (LV)

De versnelspanning bij de SEI-detector is ingesteld op 3,0 kV met een spotsize van 50. De tafel (Z-as) is ingesteld op een hoogte van 20 mm ten opzichte van de backscatterd detector. De werkafstand wordt hierdoor tussen 15 en 18 mm, afhankelijk van de hoogte van een gipsen plaatje. Alle opnames zijn gemaakt in 'Scan3' met een frametijd van 10 seconde.

De versnelspanning bij de backscattered detector is ingesteld op 20 kV met een spotsize van 50 en een druk van 30 Pascal (Pa). De tafel (Z-as) is ingesteld op een hoogte van 20 mm ten opzichte van de backscattered detector. De werkafstand werd hierdoor tussen de 15 en 18 mm. Alle opnames zijn gemaakt in 'Scan3' met een frametijd van 10 seconde.

Om dezelfde plek voor en na het schoonmaken terug te vinden is er een aluminium plaatje, wat zich in de houder bevindt, aangepast (Afbeelding 18). Gaten zijn op dezelfde plaats in het gips geboord met een kolomboor, zodat de bouten in de geboorde gaten vallen. Door de waarden van de verschillende assen te bewaren, kan de plek worden teruggevonden.



Afbeelding 18: Aangepast plaatje

2.2.3

HIROX

De HIROX® is gebruikt met lichtmodus F (Factory6) en de shutter speed is ingesteld op 'auto'. De lichtbron is aan een statief bevestigd met een klem en de lichtbron is op een afstand van 10 cm geplaatst ten opzichte van het gipsen plaatje. Vervolgens is de lichtintensiteit op 'max' gezet.

De 3D-visualisaties zijn gemaakt door gebruik te maken van de 'Full-auto synthesis'-functie. Door de laagste en hoogste plek aan te geven in de actuele weergave, bepaald de HIROX® zelf de focusstappen.



Afbeelding 19: Aangepaste tafel voor HIROX®

Om dezelfde plek op het gips terug te vinden is er een vervangende tafel aangepast, zodat hij op de tafelhouder kan worden bevestigd (Afbeelding 19). Door de waarde van de verschillende assen te noteren, kan de plek worden teruggevonden.

2.2.4

GC-MS

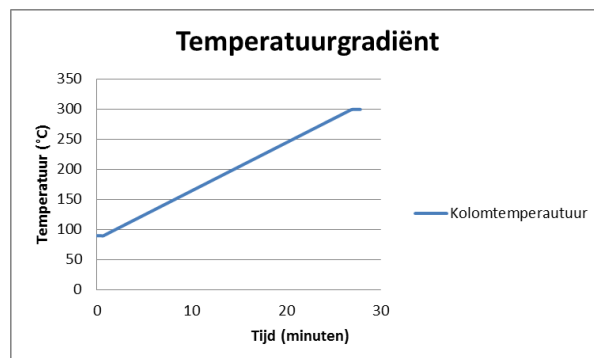
Van de art gum, Akapad® en Sponge Eraser® is een blokje uitgesneden en gewogen van 27 cm³ en van het gips en agar is een volle spatelpunt genomen en gewogen. Vervolgens is alles overgebracht naar 200 mL vials. Aan elke vial is 0,5 mL hexaan toegevoegd en 5 µL interne standaard (27 mg dibroombenzeen in 4 mL hexaan) en zijn de vials in een oven van 50°C geplaatst voor 30 minuten. Vervolgens zijn de vials afgekoeld naar kamertemperatuur.

Wanneer de vials op kamertemperatuur waren, is de hexaan overgebracht naar 500 µL vials. Daarna zijn de vials verwarmd naar 50°C en is de hexaan geconcentreerd naar 50 µL met behulp van stikstof.

Vervolgens is er van elke oplossing 1 µL geïnjecteerd in de GC-MS. De GC-MS maakte gebruik van de volgende instellingen (Tabel I en Grafiek 1):

Tabel I: Instellingen GC-MS.

Inlet	
Injectie	Split
temperatuur	260°C
splitflow	1:20
Split-ratio	1:25
Kolom	
type	SLB5 20 mtr x 0,18 mm x 0,18 µm
Flow	0,8 ml/min
Oven	
starttemperatuur	90°C
Tijd	0,5 minuut
toename	8°C/min
eindtemperatuur	300°C
Tijd	1 minuut
MS-Detector	
temperatuur	220°C
m/z interval	33-500
scantijd	0,2 sec
Standby tijd	2 minuten



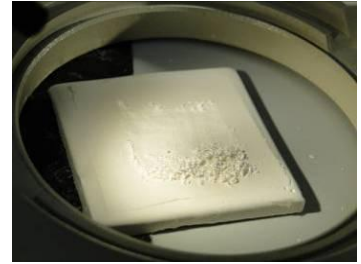
Grafiek 1: Temperatuurverloop GC-MS

Bij elk chromatogram is er gezocht naar m/z-waarden die typerend waren voor de residuen. Wanneer er geen typerende waarden waren gevonden, werd er geconcludeerd dat het

schoonmaakmateriaal geen residuen hadden. Door op deze m/z-waarden te zoeken in het chromatogram van de schoongemaakte gipsen plaatjes met schoonmaakmaterialen die additieven bevatte, kon worden bepaald of het schoonmaakmateriaal residuen achterliet in het gips.

De extracties van de schoongemaakte gipsen plaatjes zijn gedaan door de bovenlaag van 4 cm^2 ($2\text{ cm} \times 2\text{ cm}$) af te schrapen (Afbeelding 20). Vervolgens is het schraapsel overgebracht naar 2 mL vials en is er 0,5 mL hexaan en 10 μL interne standaard ($0,23\text{ }\mu\text{g}$ methyl stearaat / μL dichloormethaan) aan de vials toegevoegd. Er is gekozen voor een andere interne standaard omdat methyl stearaat een minder vluchtige stof was en de stof meer stabiel was dan dibroombenzeen.

Na enkele minuten schudden is de hexaan overgebracht naar 500 μL vials en zijn de vials verwarmd naar 50°C en geconcentreerd naar 50 μL met behulp van stikstof.



Afbeelding 20: Geschraapt gipsen plaatje

3.0

Resultaten

3.1

Methodeontwikkeling macro-opnamen

Om de veranderingen op het oppervlak van het gipsen plaatje na de schoonmaak niet alleen op microscopische schaal te observeren, wordt er ook gebruik gemaakt van macro-opnamen. De macro-opnamen werden gebruikt om het gipsen oppervlak na het schoonmaken te tonen, zoals men dat zou zien met het blote oog.

Het maken van macro-opnamen is gedaan met een stereomicroscoop, camcorder en een compact-camera.

3.1.1

Stereomicroscoop

De gebruikte stereomicroscoop was een SZH10 'Research microscope' van het merk Olympus. De stereomicroscoop was bevestigd op een SZ-STU2 en de lens was een DF-plan 0,75x. Beide waren van het merk Olympus. De gebruikte camera was een DFC-280 van het merk Leica. De lichtbron was een KL 1500 LCD van het merk Zeiss. De lichtintensiteit stond op de hoogst mogelijke waarde (6) en het diafragma stond volledig open (E). Foto opstelling weergegeven in afbeelding 21.



Afbeelding 21: Opstelling stereomicroscoop

De vergroting werd geregeld met een knop genaamd de 'Zoom ratio'. De Zoom ratio heeft een interval van 0,7 tot 7 opgedeeld in 10 stappen. Door de zoom ratio te vermenigvuldigen met de vergroting van de lens en de vergroting van het oculair (10x) kan de uiteindelijke vergroting worden berekend die door het oculair zichtbaar is. Of deze vergroting ook gelde voor de Leica camera moest worden onderzocht.

Voor het werken met de Leica camera moest er gebruik worden gemaakt van het programma 'Leica Application Suite (LAS)'.

In de 'Live video' was het actuele beeld van de camera zichtbaar. Door de hoogte van de lens te veranderen, kon het beeld worden scherp gesteld. Wanneer er vervolgens op 'Acquire' werd gedrukt, kwam er een beeld naar voren waar de juiste vergroting gekozen moest worden. Wanneer de vergroting gekozen was, versprong het beeld en werd de opname gemaakt (Afbeelding 22)



Afbeelding 22: Stereomicroscoop opname

De gemaakte opname was anders dan het beeld zichtbaar tijdens de Live video. Ook was de opname minder scherp. De vergroting van de opname is dus niet gelijk aan de vergroting van het oculair.

Uit de documentatie van de camera(VOET) kon niet de vergroting van de cameralens worden gehaald.

Na verder onderzoek bleek, dat de gebruikte camerastandaard (Olympus MTV-3) niet geschikt was voor dit soort camera's (voet). De DFC-280 bevat een sensor met een diagonaal van 8,7 mm. Dit komt overeen met een ½ inch. Volgens de bron geeft een camera sensor met een diagonaal van ½ inch of 1/3 inch of lager resulteert in een onvolledig beeld, hetgeen waar in bovenstaande foto ook last van is.

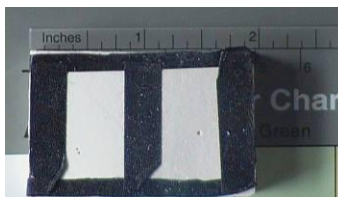
3.1.2 Fotocamera

Voor het maken van macro-opnamen stonden twee camera's ter beschikking; de Samsung SMX-F400BP en de de Sony Cybershot® DSX-HX1. Beide camera's zijn gebruikt met een standaard van het merk Kaiser fototafel artikelnummer: 5519. De camerahouder was op de laagst mogelijke hoogte geplaatst. Als lichtbron werd er gebruik gemaakt van een Euromex CK-1. De bron werd op een afstand van 13 cm geplaatst ten opzichte van het gipsen plaatje. De lichtintensiteit werd op de hoogst mogelijke waarde ingesteld (10).

3.1.2.1 Samsung SMX-F400PB

De Samsung SMX-F400PB is een camcorder, maar kan ook foto's maken. De camcorder bezit een 1/6 inch sensor en maakt foto's met 0,68 megapixels (voet).

Door de lage hoeveelheid megapixels, het ontbreken van een macro-functie en andere achterhaalde specificaties maakt de SMX-F400PB geen scherpe foto's (afbeelding 23) en maakt deze camera ongeschikt voor het maken van macro-opnamen.

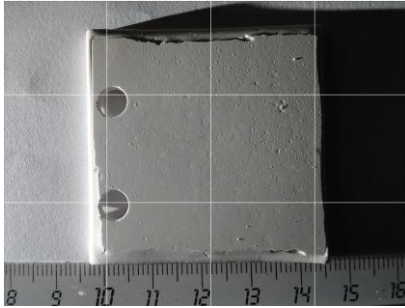


Afbeelding 23: Opnamen gipsen plaatje

3.1.2.2 Sony Cybershot® DSX-HX1

De Sony Cybershot® is een compactcamera met een sensor van 1/2,4 inch en maakt foto's met 9,1 megapixels. De camera bezit een automatische focusfunctie (voet).

Op het scherm van de camera kwam een raster tevoorschijn wanneer er een foto werd gemaakt. Het kruispunt van twee rasterlijnen is gebruikt als referentiepunt. In totaal werden er twee referentiepunten gebruikt. De referentiepunten werden geplaatst op de twee geboorde gaten van de gipsen plaatjes.



Afbeelding 24: Referentiepunten camera



Afbeelding 25. Bewerkt gipsen plaatje

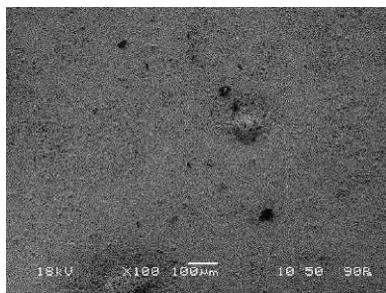
Om de morfologie van de gipsen plaatjes meer naar voren te laten komen, zijn de foto's bewerkt met Adobe Photoshop CS4 (Zie handleiding bijlage). De liniaal is gebruikt om de juiste lengte van de metingschaal aan te geven. Het resultaat is weergegeven in afbeelding 25.

3.2 Methodeontwikkeling elektronenmicroscop

Voor de elektronenmicroscop zijn verschillende parameters onderzocht, waaronder de invloed van de werkafstand en de druk op de opnamen van de verschillende detectoren. Daarnaast is er ook een methode bedacht om de geobserveerde plek van voor het schoonmaken weer gemakkelijk terug te vinden.

3.2.1 Invloed druk op opname bij laag vacuüm

Door opnamen te maken bij verschillende drukwaarden met afnemende versnellingen met de backscattered detector, kon worden geconstateerd dat met een lagere drukwaarde de opnamen bij een lagere versnelling scherper waren. (zie afbeeldingen 26 en 27). Wanneer er een versnelling werd gebruikt van 20 kV was het verschil tussen de opnamen minimaal.



Afbeelding 26: 19 kV bij 90 Pa

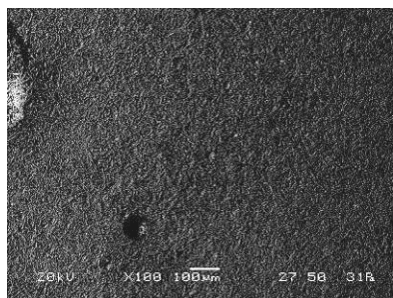


Afbeelding 27: 15 kV bij 30 Pa

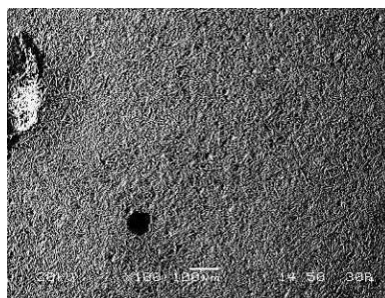
Het verschil tussen de opnamen bij 30 Pa en 15 Pa was heel gering. Hieruit bleek een druk van 30 Pa de beste mogelijkheid gaf voor het maken van opnamen bij laag vacuüm

3.2.2 Invloed werkafstand op opname bij laagvacuum

Door opnamen te maken bij verschillende werkafstanden met de backscattered detector bij 20 kV kon worden geconstateerd dat een kleinere werkafstand zorgde voor een scherpere opname met meer details (zie afbeeldingen 28 en 29). Wanneer de werkafstand kleiner werd, trad er meer oplading op. Uit de verschillende opnamen is gebleken, dat een werkafstand van rond de 15 mm de beste verhouding gaf tussen scherpte, details en oplading.



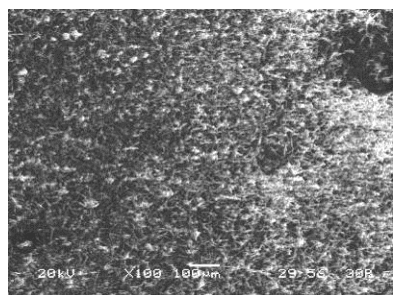
Afbeelding 28: werkafstand 27 mm



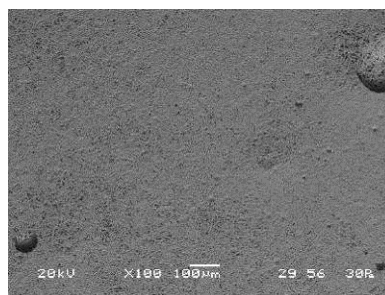
Afbeelding 29: werkafstand 14 mm

3.2.3 Invloed detector op opname bij laag vacuüm

Bij laag vacuüm kon er gekozen worden tussen de backscattered detector en de laag vacuüm secundaire detector (Afbeelding 30). Beide detectoren gaven verschillende informatie over het oppervlak. De laag vacuüm secundaire detector moest op een grotere werkafstand worden gezet, omdat er met 20 kV een 'explosie' aan secundaire elektronen vrij kwam. Voor de vergelijking van de twee detectoren is de dezelfde opname gemaakt met de backscattered detector (Afbeelding 31). Hieruit werd geconcludeerd dat de laag vacuüm secundaire detector geen toevoegende waarde heeft.



Afbeelding 30: LSEI detector



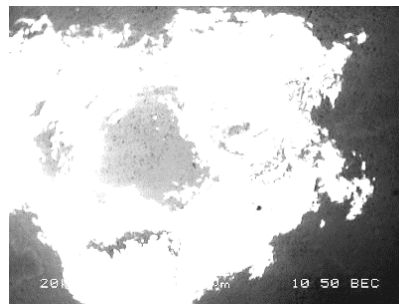
Afbeelding 31: backscattered detector

3.2.4 Invloed detector op opname bij hoog vacuüm

Bij hoog vacuüm kon er gekozen worden tussen de backscattered detector en de secundaire elektronen detector.

De backscattered detector gaf zoveel oplading, dat alle details van het oppervlak niet meer zichtbaar waren (afbeelding 32). Hierbij zijn er opnamen gemaakt bij 20, 10 en 7 kV. Hieruit kon geconcludeerd worden dat de backscattered detector bij hoog vacuüm onbruikbaar is.

De secundaire elektronen detector gaf tussen de 20 en 10 kV zoveel oplading, dat de scherpte en de details van het oppervlak verloren gingen. Beneden de 10 kV werd de oplading minder, naarmate de versnelspanning lager werd. Onder de 3 kV werd het steeds lastiger om het beeld te focussen. Daarbij ging het aantal details in het oppervlak omlaag naarmate de versnelspanning omlaag ging. Uiteindelijk is gebleken dat 3,0 kV de beste verhouding geeft tussen oplading, scherpte en het aantal zichtbare details.



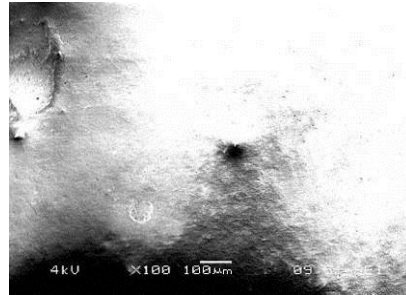
Afbeelding 32: Backscattered detector

3.2.5 Invloed werkafstand op opname bij hoog vacuüm

De invloed van de werkafstand op de opname van de secundaire detector is tegelijk onderzocht met de invloed van versnелspanning op de opname. Hieruit is gebleken, dat de oplading toeneemt naarmate de werkafstand kleiner werd, echter nam het aantal details in de opname toe (Afbeelding 33 en 34). Uiteindelijk is bepaald dat een werkafstand van 15 mm gebruikt zal worden als werkafstand.



Afbeelding 33 Opname werkafstand 24 mm



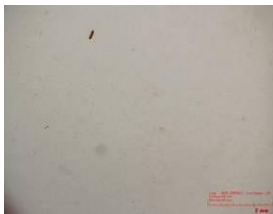
Afbeelding 34: Opname werkafstand 9 mm

3.3 Methodeontwikkeling digitale microscoop

Voor de digitale microscoop is onderzocht wat voor invloed de verschillende lichtmodi, de shutter speeds, het gebruik van filters en strijklicht hadden op de opnamen. Daarnaast is onderzocht wat voor invloed de verschillende 3D-modi hadden op de 3D-visualisatie en wat de invloed was van coaxiaal licht en non-coxiaal licht.

3.3.1 Invloed lichtmodus op opname

De lichtmodus van de digitale microscoop kon ingesteld van modus 'A' tot en met 'P'. Hierbij zijn de modi 'G' tot en met 'P' opslagplaatsen voor eigen ingestelde waarden. Hierdoor was er alleen gekeken naar de lichtmodi 'A' (afbeelding 35 en 37) tot en met 'F' (afbeelding 36 en 38) met coaxiaal en non-coxiaal licht, zonder gebruik te maken van filters.



Afbeelding 35
Lichtmodus 'A' non-coxiaal



Afbeelding 36
Lichtmodus 'F' non-coxiaal



Afbeelding 37
Lichtmodus 'A' coaxiaal



Afbeelding 38
Lichtmodus 'A' coaxiaal

Uit de opnamen kon worden opgemaakt dat lichtmodus 'F' de beste resultaten gaf met non-coxiaal licht. Daarnaast kon worden geconstateerd dat de opnamen met coaxiaal licht geen enkele toevoegende waarde had boven de opnamen met het non-coxiale licht.

3.3.2 Invloed shutter speed op opname

De shutter speed kon ingesteld worden op meer dan acht waarden. De onderzochte shutter speeds zijn 1/8300, 1/4400, 1/2500, 1/1000, 1/500, 1/250, 1,125 en 'auto'. De opnamen zijn gemaakt en vergeleken met lichtmodus 'F' en met non-coaxiaal licht (Afbeeldingen 39 en 40). Ook is er geen gebruik gemaakt van filters. De lichtintensiteit van de lamp was ingesteld op 'max'.

Uit de opname kon worden opgemaakt dat een shutter speed van 1/1000 de beste lichtwaarden geeft. Wanneer de shutter speed op 'auto' werd gezet, werd de shutter speed ook ingesteld op 1/1000. Hieruit kan geconcludeerd worden dat de shutter speed het best op 'auto' ingesteld kan worden.



Afbeelding 39 shutter speed 1/8300



Afbeelding 40 shutter speed 1/1000

3.3.3 Invloed filters op opname

Voor de lens (MXG-2500REZ) van de digitale microscoop zijn een achttal filters te verkrijgen (Afbeelding 41). Twee daarvan zijn polarisatiefilters.



Afbeelding 41: Filters voor lens MXG-2500REZ

De filters konden geplaatst worden bij de lichtbron of bij de lens. Elk filter had zijn eigen effect op de opname als het bij de lichtbron werd geplaatst of bij de lens. In veel gevallen had het filter zowel een effect bij de lichtbron als bij de lens.

Het effect bij de lichtbron was afhankelijk van welk soort licht er gekozen werd. Alle filters hadden enkel effect wanneer er gebruik werd gemaakt van coaxiaal licht. Het effect van het filter bij non-coaxiaal licht was alleen zichtbaar wanneer het filter bij de lens werd geplaatst. Overzicht van de invloed van de verschillende filters is weergegeven in (tabel II).

Tabel II: Invloed verschillende filters digitale microscoop.

Filter	Coaxiaal	Non-coaxiaal	Kan samen met	geschikt
AD-2SS1	XXX	XX	AD-2SP1 & AD-2SP2	Nee
AD-2SS2	XX	XX		Nee
AD-2SS3	XXX	XX		Nee
AD-2SS4	XXX	XX		Nee
AD-2SR1	XX	XX		Nee
AD-2SP1	X			Nee
AD-2SP2	XXX	XX		Nee

X: Voor gebruik bij Lichtbron

XX: Voor gebruik bij lens

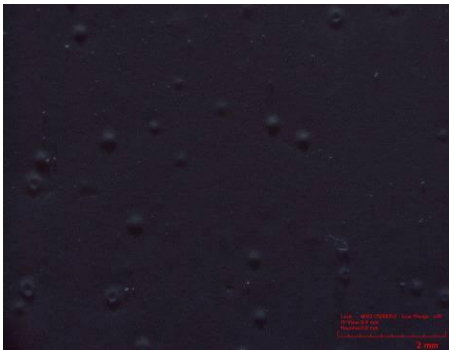
XXX: Voor gebruik bij lichtbron en lens

3.3.4 Invloed strijklicht op opname

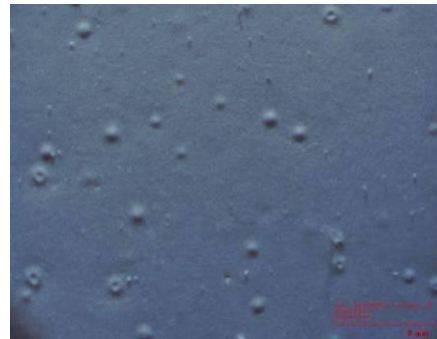
Het gebruik van strijklicht is toegepast door de lichtbron in een klem op een statief te plaatsen en vervolgens de klem op dezelfde hoogte te plaatsen als het gipsen plaatje.

Op de opnamen werd de morfologie van de gipsen plaatjes zichtbaar. De opnamen werden gemaakt lichtmodus F, shutter speed 'auto' en er werd geen gebruik gemaakt van filters. De lichtintensiteit van de lichtbron was op 'max' gezet.

Om de invloed van het strijklicht te bepalen, is de lichtbron op 5, 10, 15 en 20 cm afstand van het gipsen plaatje geplaatst (Afbeeldingen 42 en 43). Uit de opnamen van de verschillende afstanden is gebleken dat strijklicht met een afstand van 10 cm ten opzichte van het gipsen plaatje, de morfologie van het gipsen oppervlak het beste naar voren laat komen.



Afbeelding 42 afstand 20 cm



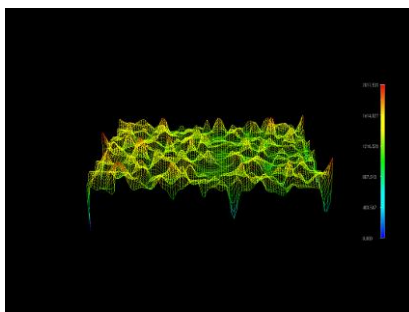
Afbeelding 43: afstand 10 cm

3.3.5 Invloed 3D-modus op 3D-visualisatie

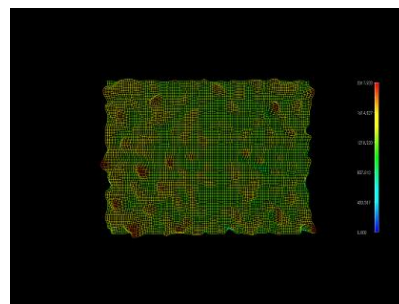
Voor het maken van 3D-visualisaties kon er gekozen worden tussen drie verschillende modi; 'Handy Synthesis', 'Semi-auto Synthesis' en 'Full-auto Synthesis'. Elke modi maakte zijn 3D-visualisatie op een andere manier. Alle 3D-modi zijn opgenomen in lichtmodus 'F', met shutter speed 'auto', zonder filters en met gebruik van strijklicht. De lichtintensiteit was ingesteld op 'max'.

3.3.5.1 Handy Synthesis

Bij de 'Handy Synthesis' moest de lens met de hand van onderfocus naar overfocus gedraaid worden. Nadeel van deze methode was, dat er bij het maken van de 3D-visualisatie er veel artifacten (storingen) ontstonden. Bij de 'Handy Synthesis' ontstonden er zoveel artifacten dat de 3D-visualisatie niet representatief was voor het gipsen oppervlak (Afbeelding 44 en 45).



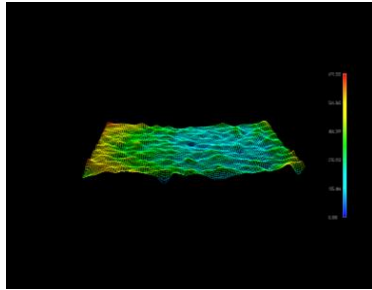
Afbeelding 44 Zijaanzicht 3D-visualisatie



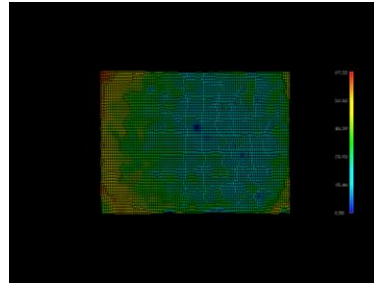
Afbeelding 45: Bovenaanzicht 3D-visualisatie

3.3.5.2 Semi-auto Synthesis

Bij de 'Semi-auto Synthesis moest met behulp van de gemotoriseerde hoogte as de onderfocus en de bovenfocus worden aangegeven. Vervolgens moest aangegeven worden hoeveel opnamen er gemaakt moesten worden. Aan de hand van het aantal opnamen werd de stapgrootte voor de gemotoriseerde as bepaald. Bij deze 3D-modus ontstonden minder artifacten dan bij de 'Handy Synthesis, maar er waren nog wel artifacten aanwezig (Afbeelding 46 en 47).



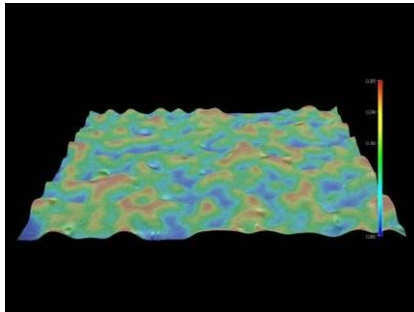
Afbeelding 46 Zijaanzicht 3D-visualisatie



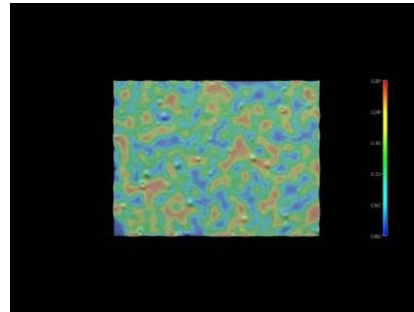
Afbeelding 47: Bovenaanzicht 3D-visualisatie

3.3.5.3 Full-auto Synthesis

Bij de 'Full-auto Synthesis moest enkel de plaats worden aangegeven waar het laagste en het hoogste punt zich op de opname bevonden. Aan de hand van die informatie bepaalde de digitale microscoop zelf de onder- en bovenfocus en werd zelf het aantal opnamen en de stapgrootte van de gemotoriseerde as bepaald. Bij deze 3D-modus ontstonden geen artifacten (Afbeeldingen 48 en 49). Hieruit kon worden geconcludeerd dat de 'Full-auto Synthesis' de beste modus was voor het maken van 3D-visualisaties



Afbeelding 48 Zijaanzicht 3D-visualisatie



Afbeelding 49: Bovenaanzicht 3D-visualisatie

3.4 Methodeontwikkeling GC-MS

Voor de ontwikkeling van een methode voor de residuanalyse van de schoonmaakmaterialen op de gipsen plaatjes is de methode van een eerder soortgelijk onderzoek [18].

3.4.1 Opwerking

Allereerst zijn er extracties genomen van de schoonmaakmaterialen. Van de Sponge Eraser®, Akapad en art gum is er een klein blokje uitgesneden ter grootte van 27 mm^3 (3 mm x 3 mm x 3

mm). Van het gips en het agar is een volle spatelpunt genomen. De schoonmaakmaterialen zijn gewogen en overgebracht naar 2 mL vials en is er 0,5 mL hexaan toegevoegd.

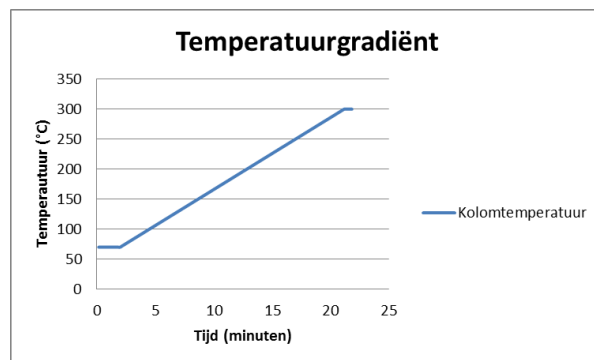
Na toevoeging van 5 µL interne standaard (27 mg dibroombenzeen in 4 mL hexaan) zijn de vials afgesloten en 30 minuten in een oven geplaatst bij 50°C. Vervolgens zijn de vials afgekoeld tot kamertemperatuur. Na afkoeling is de hexaan overgebracht in 500 µL vials en is de hexaan verwarmd tot 50°C. Met behulp van stikstof is de hexaan geconcentreerd naar 50 µL.

3.4.2 Methoden

In de eerste run werd er gebruik gemaakt van de volgende instellingen (Zie tabel III en Grafiek 2):

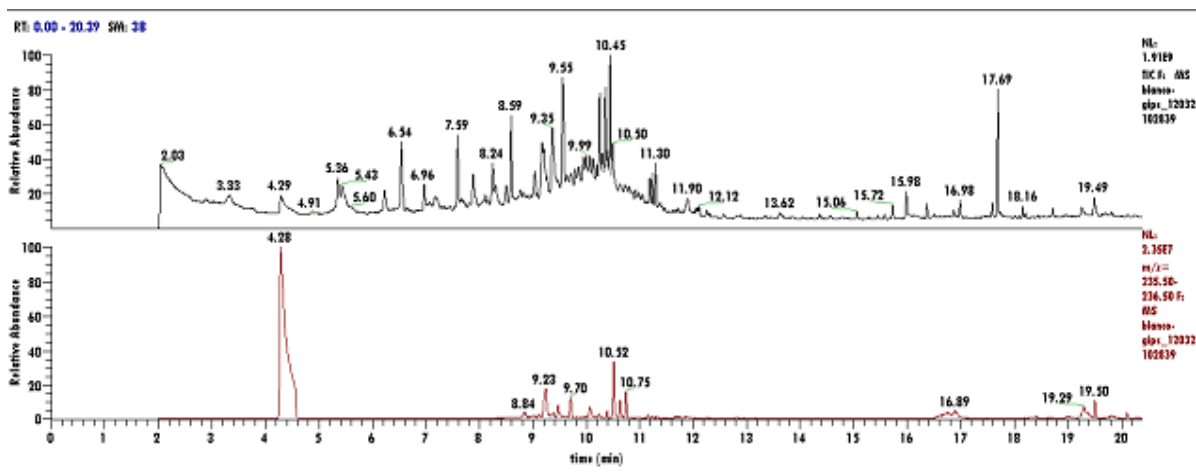
Tabel III: Instellingen GC-MS run1.

Inlet	
Injectie	Splitless
temperatuur	260°C
Kolom	
Type	SLB5 20 mtr x 0,18 mm x 0,18 µm
Flow (helium)	0,9 mL/min
Oven	
starttemperatuur	70°C
Tijd	2 minuten
toename	12°C/min
eindtemperatuur	300°C
Tijd	1 minuut
MS-Detector	
temperatuur	220°C
m/z interval	33-500
scantijd	0,2 sec
Standby tijd	2 minuten



Grafiek 2: Temperatuurverloop GC-MS.

Uit het chromatogram blijkt dat er veel pieken inzitten (Afbeelding 50). Uit het massaspectrum blijkt dat het om alkanen gaat. Vermoedelijk afkomstig van de hexaan. Door de hoge pieken van de hexaan is de piek van de dibroombenzeen relatief klein.



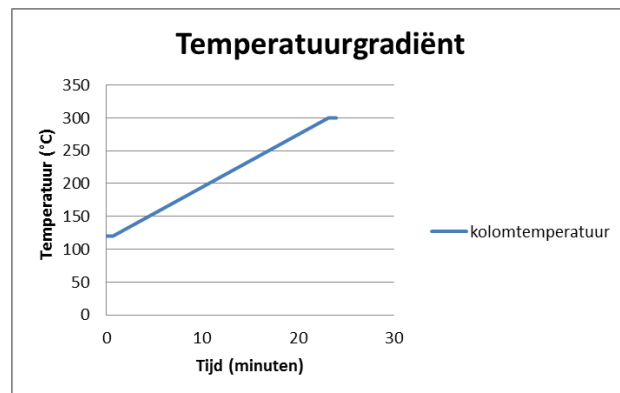
Afbeelding 50 Chromatogram run1 met daaronder chromatogram m/z 236

Om merendeel van de alkaanpieken uit het chromatogram te halen is de starttemperatuur verhoogd naar 120°C en is de injectiemodus omgezet naar split. Om de interne standaard er later uit te laten komen is de flow verlaagd naar 0,8 ml/min en is de splitflow ingesteld op 1:20. De

split-ratio wordt hierdoor 1:25. De toename van de temperatuur werd verlaagd naar 8,0 °C/min. Voor aanpassingen zie tabel IV en grafiek 3. Alle veranderingen zijn dikgedrukt.

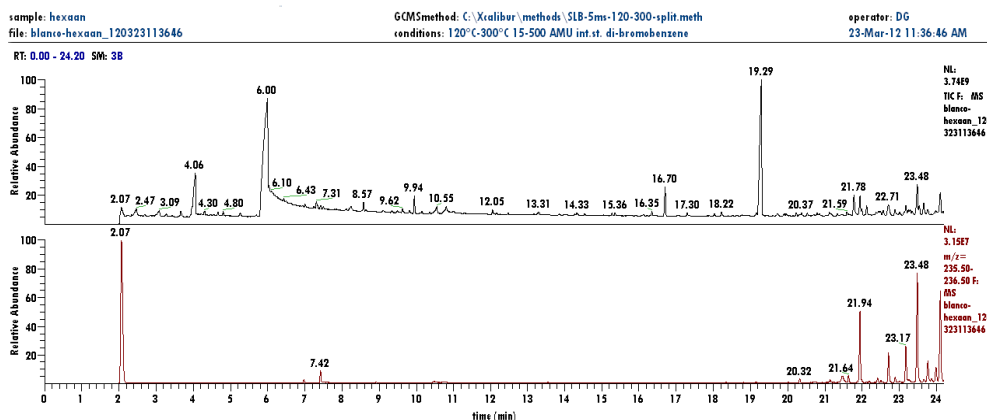
Tabel IV: Grafiek instellingen run 2.

Inlet	
Injectie	Split
temperatuur	260 °C
splitflow	1:20
Split-ratio	1:25
Kolom	
type	SLB5 20 mtr x 0,18 mm x 0,18 µm
Flow (helium)	0,8 ml/min
Oven	
starttemperatuur	120 °C
Tijd	0,5 minuut
toename	8 °C/min
eindtemperatuur	300 °C
Tijd	1 minuut
MS-Detector	
temperatuur	220 °C
m/z interval	33-500
scantijd	0,2 sec
Standby tijd	2 minuten



Grafiek 3: Temperatuurverloop GC-MS

Uit het chromatogram blijkt, dat de alkaanpieken waren afgenomen. Echter, wanneer er werd gezocht in het chromatogram op de massa van de interne standaard, bleek dat de interne standaard eruit kwam op het tijdstip dat de detector aan werd gezet. Voor chromatogram, zie afbeelding 51. Daarnaast bleek de massa van de interne standaard ook aan het eind nog een paar keer naar voren te komen.

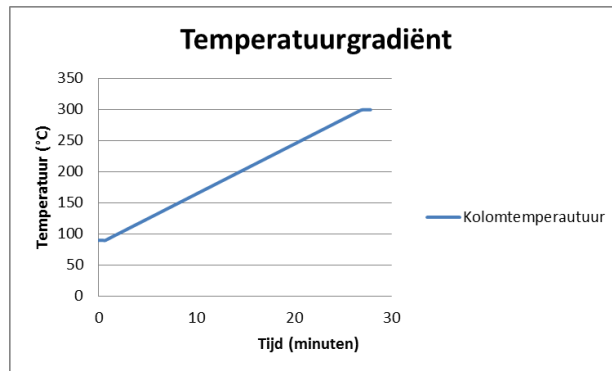


Afbeelding 51: Chromatogram run 2 met daaronder m/z 236

Om de interne standaard later uit de kolom te laten komen is de starttemperatuur van de kolom verlaagd naar 90°C. De toename van de kolomtemperatuur is gelijk gebleven en de tijd dat de kolomtemperatuur op de start- en eindtemperatuur bleef is ook gelijk gebleven. Overzicht van de nieuwe instellingen weergegeven in tabel V en Grafiek 4.

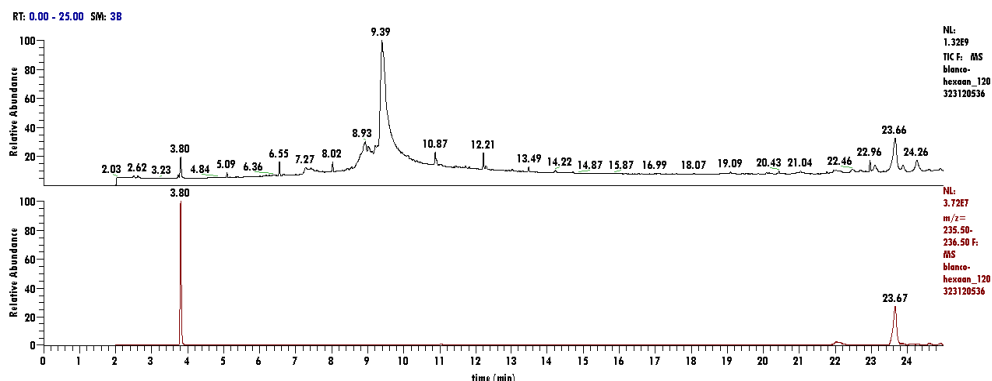
Tabel V: Instellingen GC-MS run 3.

Inlet	
Injectie	Split
temperatuur	260°C
splitflow	1:20
Split-ratio	1:25
Kolom	
type	SLB5 20 mtr x 0,18 mm x 0,18 µm
Flow (helium)	0,8 ml/min
Oven	
starttemperatuur	90°C
Tijd	0,5 minuut
toename	8°C/min
eindtemperatuur	300°C
Tijd	1 minuut
MS-Detector	
temperatuur	220°C
m/z interval	33-500
scantijd	0,2 sec
Standby tijd	2 minuten



Grafiek 4: Temperatuurverloop GC-MS

Uit het chromatogram bleek, dat de interne standaard nu later uit de kolom kwam. (3.80 min) en dat de hexaanpieken relatief het zelfde zijn gebleven. Wanneer in het chromatogram werd gezocht op de massa van de interne standaard bleek aan het eind van het chromatogram nog steeds pieken te zitten. Na vergelijking met de bibliotheek bleek het te gaan om een alkaan. Voor chromatogram zie afbeelding 52.



Afbeelding 52: Chromatogram run 3 met daaronder chromatogram van m/z 236

3.5

Resultaten schoonmaakmaterialen

3.5.1

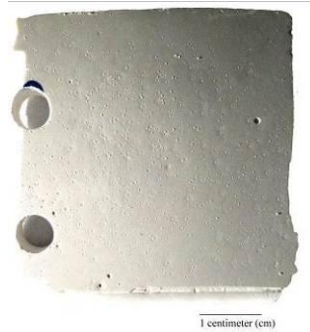
Art gum

De Art is gebruikt met een 1-richtings beweging. Na elke beweging is er een macro-opname gemaakt en zijn er opnamen gemaakt met de elektronenmicroscop op drie verschillende plaatsen met de backscattered detector en de secundaire elektronen detector. In totaal is het gipsen plaatje vier keer schoongemaakt met een 1-richtingsbeweging. De hoeveel bewegingen per stap waren een, twee en vier keer. Na elke beweging werd het gipsen plaatje schoongeveegd met een zachte kwast.

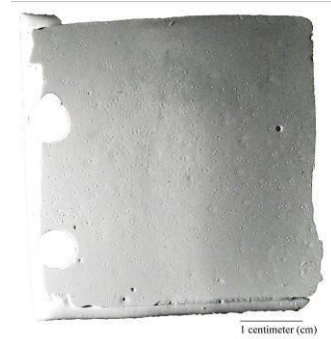
3.5.1.1

Macro-opnamen

In de macro-opnamen was na één beweging al een glansverschil zichtbaar (Afbeeldingen 53 en 54). Na twee en vier bewegingen werd het glansverschil alleen maar groter. Op de opnamen was daardoor duidelijk de paats van schoonmaken waar te nemen.



Afbeelding 53: Vooropname gipsen plaatje

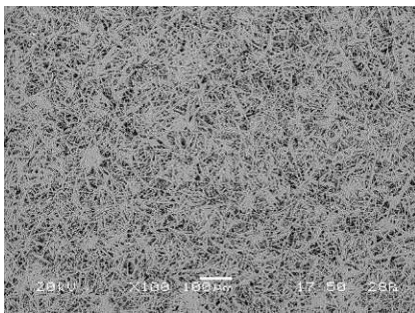


Afbeelding 54: Opname na vier bewegingen

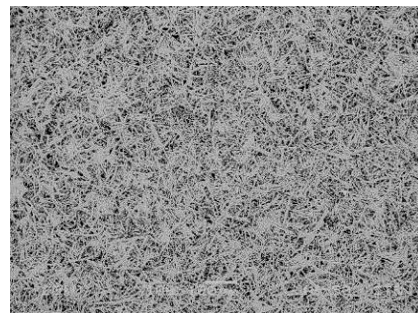
3.5.1.2

Opnamen elektronenmicroscop

Op de opnamen van de backscattered detector was duidelijk zichtbaar dat de gipsnaalden uit elkaar werden gedrukt (Afbeeldingen 55 en 56). Bij observatie van de rest van het plaatje, bleek dat er kleine groeven in het gips ontstonden. Vermoedelijk afkomstig van gipsbrokken, die door de schoonmaakbewegingen werden losgedrukt en vervolgens over het oppervlak werden mee geduwd.

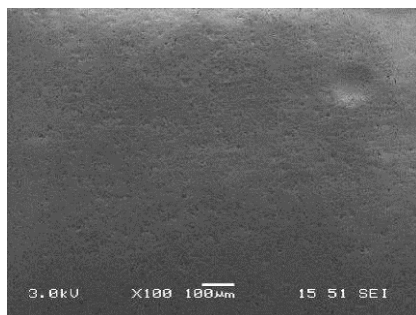


Afbeelding 55: Vooropnamebackscattered

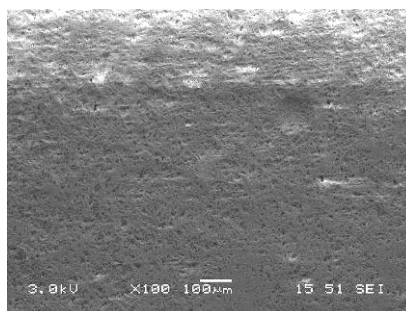


Afbeelding 56: Opname na vier bewegingen

Bij de secundaire elektronen detector was na één beweging al zichtbaar dat het oppervlak op sommige plaatsen meer of minder gingen opladen. Dit betekende dat de morfologie was veranderd waardoor de elektronen anders reageren. Na vier bewegingen waren duidelijk meer deuken in het oppervlak zichtbaar (Afbeeldingen 57 en 58).



Afbeelding 57: Vooropname secundair

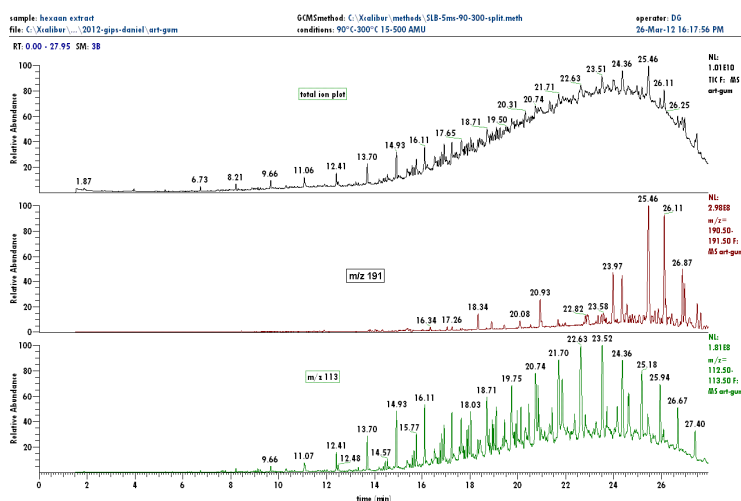


Afbeelding 58: Opname na vier bewegingen

3.5.1.3

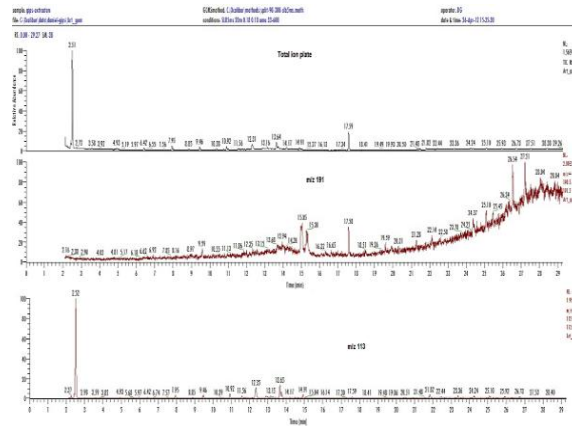
GC-MS

Met behulp van het chromatogram is er in het massaspectrum gezocht naar m/z -waarden, die in mindere mate voorkomen (Afbeelding 59). Hieruit zijn de m/z -waarden 191 en 113 uitgekomen. Wanneer er in het chromatogram gezocht werd op de m/z -waarden, werd er een chromatogram met pieken op plaatsen waar de m/z -waarde voorkwamen. De retentietijd van de pieken is hierbij genomen als marker.



Afbeelding 59: Gevonden markers in chromatogram

Wanneer er in het chromatogram werd gezocht op de m/z -waarden, bleek dat de pieken niet overeen kwamen of dat er geen pieken aanwezig waren (Afbeelding 60). Wanneer de massaspectra van de aanwezige pieken werd vergeleken met de bibliotheek, bleek dat het ging om een weekmaker. De weekmaker was ook aanwezig in de blanco.



Afbeelding 60: chromatogram met markers na schoonmaak

3.5.2

Sponge Eraser®

De Sponge Eraser is voor gebruik onder de kraan gehouden en vervolgens uitgeknepen totdat ergeen water meer uitkwam. De Sponge eraser is vervolgens gebruikt met een 1-richtings beweging. Na de beweging is het plaatje vijf minuten ten droge gelegd. Na elke beweging is er een macro-opname gemaakt en zijn er opnamen gemaakt met de elektronenmicroscop op drie verschillende plaatsen met de backscattered detector en de secundaire elektronen detector. In totaal is het gipsen plaatje vier keer schoongemaakt met een 1-richtingsbeweging. De hoeveel bewegingen per stap waren een, twee en vier keer. Na elke beweging werd het gipsen plaatje schoongeveegd met een zachte kwast.

3.5.2.1

Macro-opnamen

In de macro-opnamen was pas na vier bewegingen een duidelijk glansverschil waarneembaar (Afbeeldingen 61 en 62). Vermoedelijk afkomstig doordat er twee bewegingen achter elkaar zijn gemaakt. De plaats van het schoonmaken was hierdoor duidelijk zichtbaar. Het glansverschil was ook op verdere afstand met daglicht zichtbaar.



Afbeelding 61: Vooropname gipsen plaatje



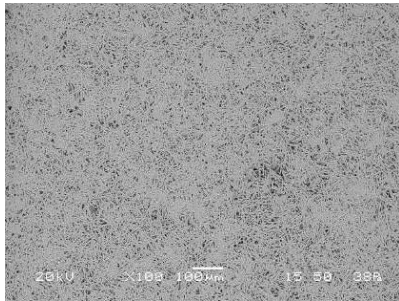
Afbeelding 62: opname na vier bewegingen

3.5.2.2

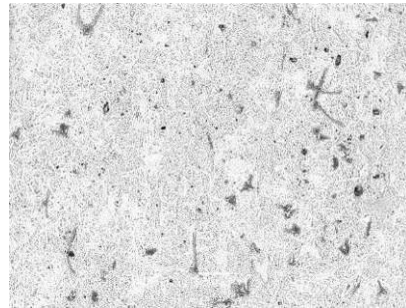
Opnamen elektronenmicroscop

In de opnamen van de backscattered detector was zichtbaar dat het uiterlijk van het oppervlak zichtbaar veranderd was na vier schoonmaakbewegingen (Afbeeldingen 63 en 64). Bij observatie

van de rest van het oppervlak, bleek dat over de gehele lijn van het glansverschil het uiterlijk veranderd te zijn. Daarnaast waren over het gehele oppervlak nog deeltjes zichtbaar van de Sponge Eraser

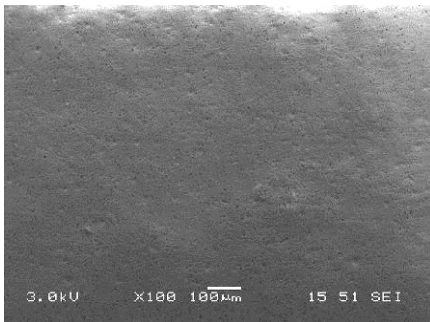


Afbeelding 63: Vooropname backscatterd

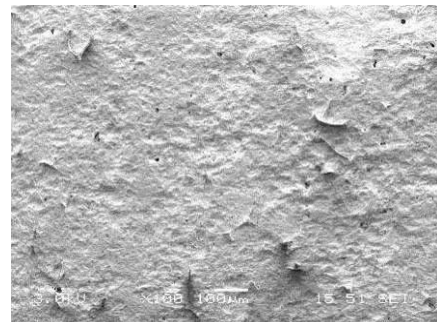


Afbeelding 64: Opname na vier bewegingen

In de opnamen van de secundaire elektronen detector was na één beweging al een verschil waar te nemen in oplading van het oppervlak, echter was er geen sprake van een visuele verandering van het oppervlak. Pas na vier bewegingen was er duidelijk een visuele verandering waarneembaar en ontstond er in het gehele oppervlak meer oplading (Afbeeldingen 65 en 66). Ook waren de restanten van de Sponge Eraser duidelijk zichtbaar.



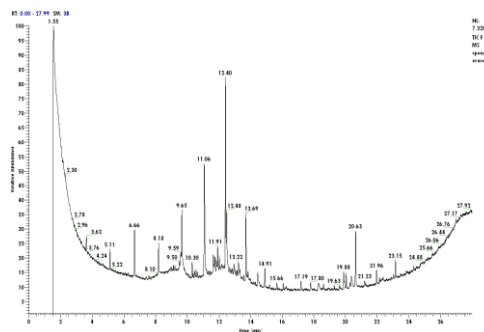
Afbeelding 65: Vooropname secundair



Afbeelding 66: Opname na vier bewegingen

3.5.2.3 GC-MS

Met behulp van het chromatogram was er gezocht naar m/z-waarden die in mindere mate voorkwamen (Afbeelding 67). Hierbij zijn er geen m/z-waarden gevonden. De pieken die zich in het chromatogram bevonden allemaal alkanen.



3.5.3

Akapad®

De Akapad® is gebruikt met een 2-richtings beweging. Na elke beweging is er een macro-opname gemaakt en zijn er opnamen gemaakt met de elektronenmicroscop op drie verschillende plaatsen met de backscattered detector en de secundaire elektronen detector. In totaal is het gipsen plaatje vier keer schoongemaakt met een 2-richtingsbeweging. De stappen voor het schoonmaken waren een, twee en vier keer. Na elke stap is het plaatje schoon geveegd met een zachte kwast.

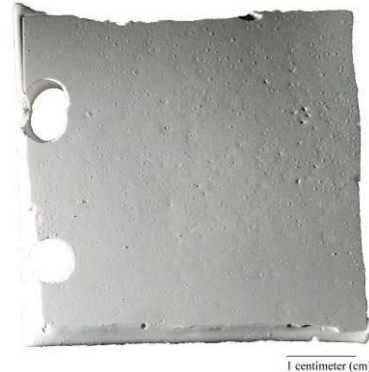
3.5.3.1

Macro-opnamen

In de macro-opnamen was na één beweging geen visuele verandering waar te nemen. Ook na de tweede beweging was er nog niks zichtbaar. Wel waren er een aantal restanten van de Akapad® achtergebleven op het gipsen plaatje. Na vier bewegingen was nog steeds geen visuele verandering waarneembaar (Afbeeldingen 68 en 69). Door gebrek aan tijd, kon de akapad® niet op meer bewegingen worden onderzocht.



Afbeelding 68: Vooropname gipsen plaatje



Afbeelding 69: Opname na vier bewegingen

3.5.3.2

Opnamen elektronenmicroscop

Op de opnamen van de backscattered detector was zichtbaar, dat de naalden uit elkaar werden gedrukt. Na één beweging was er op het oppervlak een kras zichtbaar. Vermoedelijk door een klein losgekomen gipsbrokje wat over het oppervlak is meegedrukt. Na twee bewegingen waren er geen extra krassen bijgekomen. Wel was zichtbaar dat de gipsen naalden verder uit elkaar werden gedrukt.

Na vier bewegingen waren er op de opnamen kleine gaatjes zichtbaar (Afbeeldingen 70 en 71). Deze zijn niet zichtbaar met de macro-opnamen.



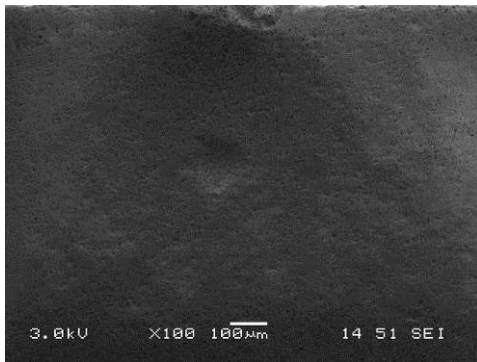
Afbeelding 70: Vooropname backscattered



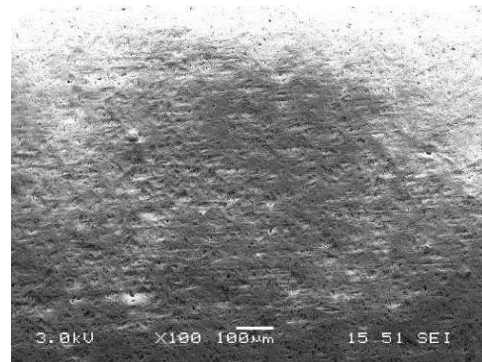
Afbeelding 71: opname na vier bewegingen

Op de opnamen van de secundaire elektronen detector was ook na één beweging de kras duidelijk zichtbaar. Daarbij waren er ook al deuken rondom de kras zichtbaar. Ook op andere plaatsen ontstonden er al deuken.

Na twee en vier bewegingen waren de deuken groter geworden en ontstond er in de opnamen meer oplading (Afbeeldingen 72 en 73). De deuken waren nog te klein om waar te nemen met de macro-opnamen. Ook was er op het gipsen oppervlak nog geen glansverschil zichtbaar.



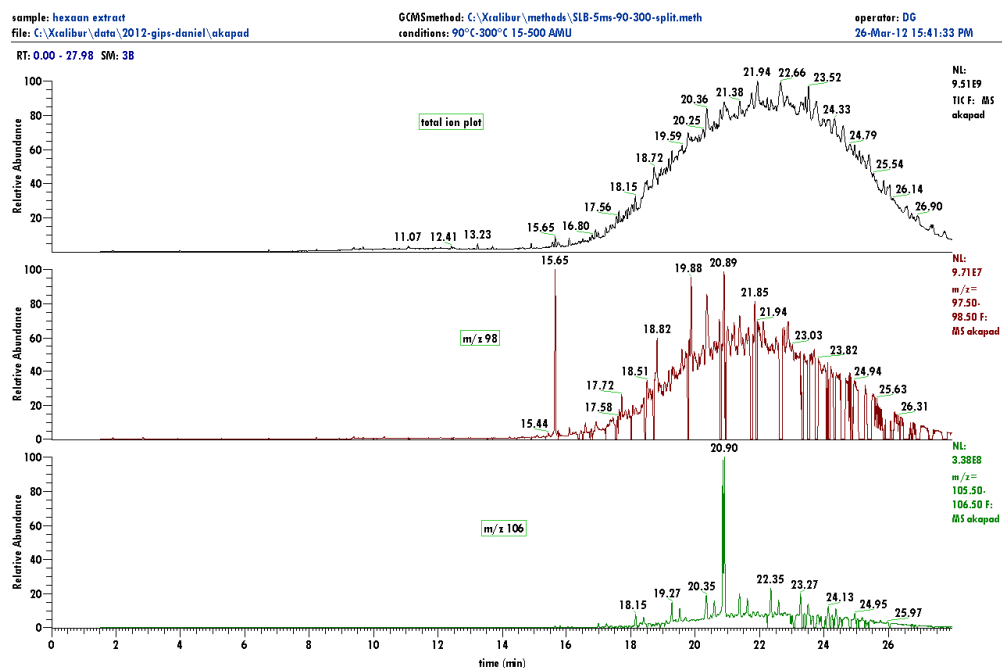
Afbeelding 72: Vooropname secundair



Afbeelding 73: Opname na vier bewegingen

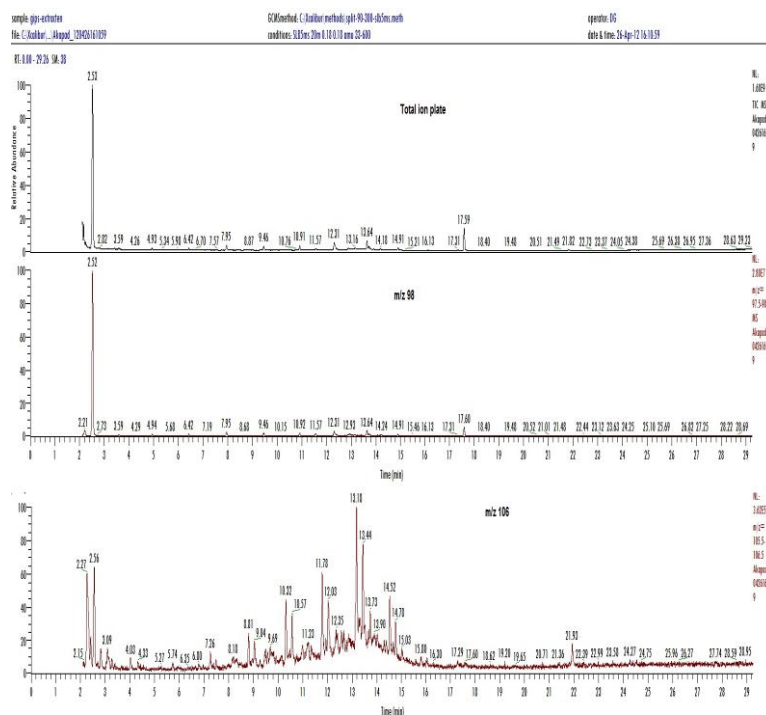
3.5.3.3 GC-MS

Met behulp van het chromatogram was er in het massaspectrum gezocht naar m/z -waarden, die in mindere mate voorkomen (Afbeelding 74). Hieruit zijn de m/z -waarden 98 en 106 uitgekomen. Wanneer er in het chromatogram gezocht werd op de m/z -waarden, werd er een chromatogram met pieken op plaatsen waar de m/z -waarde voorkwamen. De retentietijd van de pieken is hierbij genomen als marker.



Afbeelding 74: Gevonden markers in chromatogram

Wanneer er in het chromatogram werd gezocht op de m/z-waarden, bleek dat de pieken niet overeen kwamen of dat er geen pieken aanwezig waren (Afbeelding 75). Wanneer de massaspectra van de aanwezige pieken werd vergeleken met de bibliotheek, bleek dat het ging om een weekmaker en enkele alkaanpieken. De weekmaker was ook aanwezig in de blanco.



Afbeelding 75: Chromatogram met markers

3.5.4

Saliva

De saliva werd verzameld door een wattenstokje enkele seconden in de mond te houden. Vervolgens is het wattenstokje gebruikt met een 1-richtings beweging. Na elke beweging is het plaatje vijf minuten ten droge gelegd en vervolgens waren er opnamen gemaakt met de elektronenmicroscop op drie verschillende plaatsen met de backscattered detector en de secundaire elektronen detector. In totaal is het gipsen plaatje twee keer schoongemaakt met een 1-richtingsbeweging. De stappen voor het schoonmaken waren een en twee keer.. Na elke stap is het plaatje schoon geveegd met een zachte kwast.

3.5.4.1

Macro-opnamen

In de macro-opnamen was na één beweging geen visuele verandering waarneembaar. Wel was er nog een lichte vochtplek aanwezig op de plaatsen waar de beweging langs is gekomen.

Na twee bewegingen was er nog steeds geen visuele verandering waarneembaar (Afbeeldingen 76 en 77). Wel bleef de vochtplek langer zichtbaar, maar na tien minuten was de vochtplek volledig weg.



Afbeelding 76: Vooropname gipsen plaatje



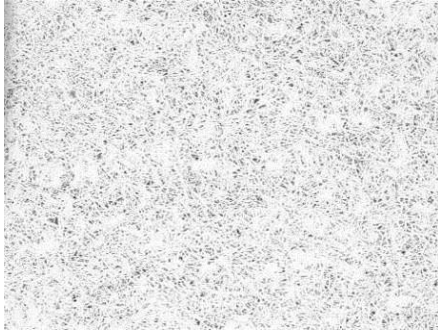
Afbeelding 77: Opname na twee bewegingen

3.5.4.2

Opnamen elektronenmicroscop

In de opnamen van de backscattered detector was na één beweging al een visuele verandering zichtbaar. De gipsnaalden waren aan elkaar vast geplakt. Vermoedelijk doordat de bovenlaag van het licht oploste in het speeksel.

Na twee bewegingen waren meer naalden aan elkaar geplakt en ontstonden er ook kleine gaatjes tussen de samengeplakte gipsnaalden (Afbeeldingen 78 en 79). De samengeplakte naalden en de kleine gaatjes er tussen, waren niet zichtbaar op de macro-opnamen.



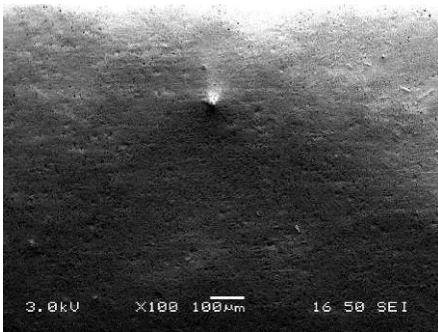
Afbeelding 78: Vooropname backscattered



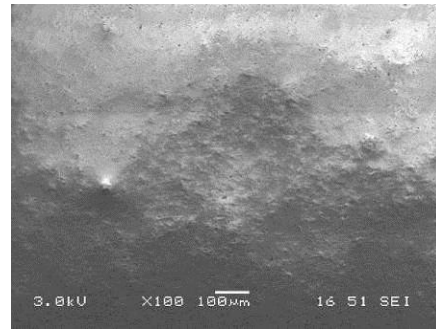
Afbeelding 79: Opname na twee bewegingen

Op de opnamen van de secundaire elektronen detector was ook na één beweging een duidelijke visuele verandering waarneembaar. Door de grote hoeveelheid oplading, waren er problemen met het maken van de opname. Op de opname was zichtbaar dat de morfologie van het landschap was veranderd.

Ook bij de opname van de tweede beweging waren er problemen met opnemen, vanwege de grote hoeveelheid oplading. Op de uiteindelijke opname was een duidelijke visuele verandering zichtbaar ten opzichte van de opname van de één beweging (Afbeeldingen 80 en 81).



Afbeelding 80: Vooropname secundair



Afbeelding 81: Opname na twee bewegingen

3.5.5

Agar 2%

De 2% oplossing van de agar werd bereid door 1 gram agar toe te voegen aan 49 ml water in een bakje van 200 mL wat bestendig was voor een magnetron.. Vervolgens was het bakje in de magnetron geplaatst en werd de oplossing verwarmd tot koken. Wanneer het kookte werd de oplossing afgekoeld, totdat de gel niet meer van de kwast af viel. Vervolgens werd de gel met een kwast op het gipsen plaatje gesmeerd.

Na 10 minuten werd de gellaag voorzichtig van het oppervlak afgehaald en is het plaatje 20 minuten ten droge gelegd. Vervolgens waren er macro-opnamen gemaakt en opnamen met de elektronenmicroscop. In totaal waren er drie gellagen op het gips aangebracht en na tien minuten verwijderd.

3.5.5.1

Macro-opnamen

Op de macro-opnamen was na de eerste gellaag geen visuele verandering waarneembaar. Wel waren er nog kleine stukjes gellaag op het gipsen oppervlak zichtbaar. Ook de rand van de gellaag was nog zichtbaar bij daglicht.

Na twee gellagen was er ook geen visuele verandering zichtbaar. Wel bleven er meer kleine stukjes gellaag achter op het gips. Ook na de derde gellaag was er geen visuele verandering zichtbaar (Afbeeldingen 82 en 83). Wel was er enige schade aan het oppervlak aangericht, doordat de gellaag niet goed loskwam.



Afbeelding 82: Vooropname gipsen plaatje



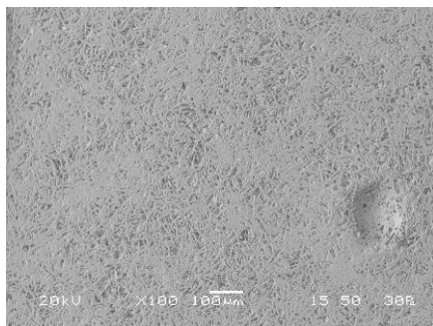
Afbeelding 83: Opname na drie gellagen

3.5.5.2 Opnamen elektronenmicroscop

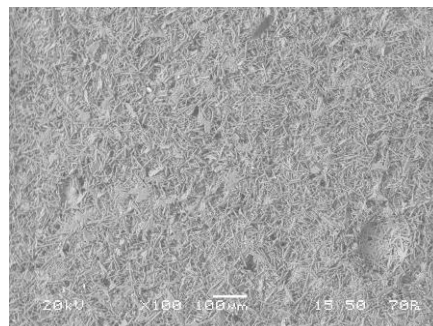
In de opnamen van de backscattered detector was al na de eerste gellaag een visuele verandering waarneembaar. De afstand tussen de naalden werd groter en gaten waren zichtbaar in de opname.

In de opname van de tweede gellaag waren er minder visuele veranderingen zichtbaar. Sommige gaten werden groter, terwijl andere gaten juist dicht bij elkaar waren gedrukt.

In de opname van de derde gellaag waren enkele deuken in het oppervlak zichtbaar (Afbeeldingen 84 en 85).



Afbeelding 84: vooropname backscattered

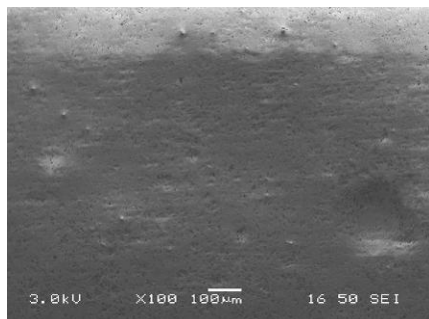


Afbeelding 85: Opname na drie gellagen

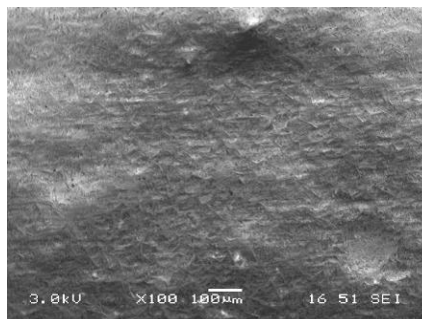
In de opnamen van de secundaire elektronen detector was na de eerste gellaag een visuele verandering waarneembaar. In de opname ontstond veel oplading. In de opname waren kleine deuken zichtbaar.

In de opname van de tweede gellaag waren de deuken duidelijk groter geworden. Ook was er in opname meer oplading.

Bij de opname van de derde gellaag waren er enkele problemen met het maken van de opname, vanwege de grote hoeveelheid oplading (Afbeeldingen 86 en 87). In de opname was zichtbaar dat de deuken nogmaals groter waren geworden.



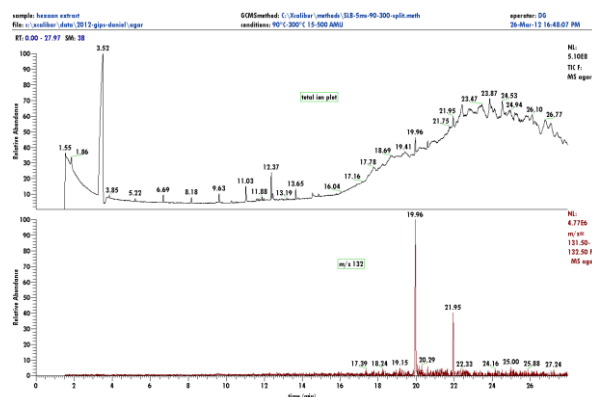
Afbeelding 86: Vooropname secundair



Afbeelding 87: Opname na drie gellagen

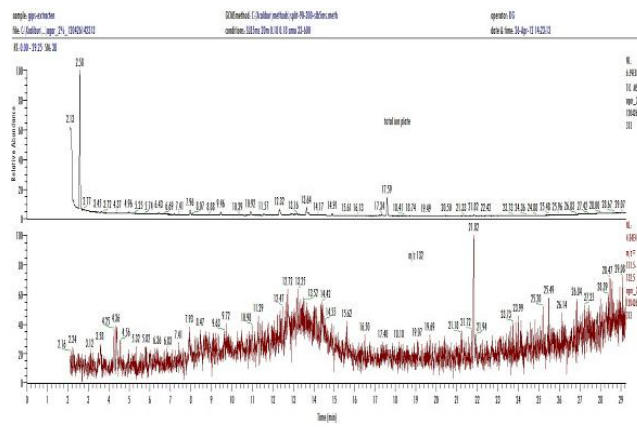
3.5.5.3 GC-MS

Met behulp van het chromatogram was er in het massaspectrum gezocht naar m/z -waarden, die in mindere mate voorkomen. Hieruit was de m/z -waarde 132 uitgekomen (Afbeelding 88). Wanneer er in het chromatogram gezocht werd op de m/z -waarde, werd er een chromatogram met pieken op plaatsen waar de m/z -waarde voorkwam. De retentietijd van de pieken is hierbij genomen als marker.



Afbeelding 88: gevonden marker in chromatogram

Wanneer er in het chromatogram werd gezocht op de m/z -waarde, bleek dat er een piek overeen kwam (Afbeelding 89). Wanneer de massaspectra van de aanwezige piek werd vergeleken met de bibliotheek, bleek dat het ging om een weekmaker. De weekmaker was ook aanwezig in de blanco. Daarnaast waren er nog enkel alkaanpieken in het chromatogram aanwezig.



Afbeelding 89: Marker in chromatogram

3.5.6

Agar 4%

De 4% oplossing van de agar werd bereid door 2 gram agar toe te voegen aan 48 ml water in een bakje van 200 mL wat bestendig was voor een magnetron.. Vervolgens was het bakje in de magnetron geplaatst en werd de oplossing verwarmd tot koken. Wanneer het kookte werd de oplossing afgekoeld, totdat de gel niet meer van de kwast af viel. Vervolgens werd de gel met een kwast op het gipsen plaatje gesmeerd.

Na 10 minuten werd de gellaag voorzichtig van het oppervlak afgehaald en is het plaatje 20 minuten ten droge gelegd. Vervolgens waren er macro-opnamen gemaakt en opnamen met de elektronenmicroscop. In totaal waren er drie gellagen op het gips aangebracht en na tien minuten verwijderd.

3.5.6.1

Macro-opnamen

In de macro-opnamen van de eerste gellaag was geen visuele verandering zichtbaar. Net als bij de agar oplossing van 2% bleven er kleine stukjes gellaag achter op het gips en was de rand van de gellaag nog zichtbaar bij daglicht.

Ook in de tweede en derde gellaag waren er geen visuele veranderingen zichtbaar (Afbeelding 90 en 91). Ook bleven er nog kleine stukjes gellaag achter op het gips.



Afbeelding 90: Vooropname gipsen plaatje

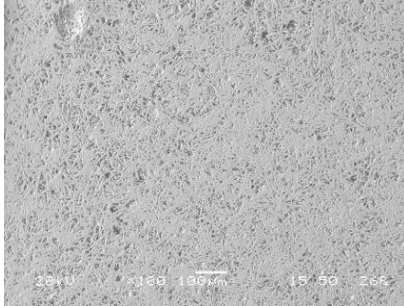


Afbeelding 91: Opname na drie gellagen

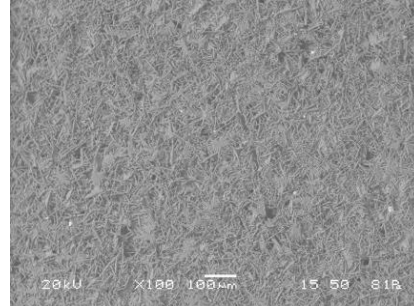
3.5.6.2 Opnamen elektronenmicroscop

In de opname van de backscattered detector van de eerste gellaag was een visuele verandering van het oppervlak zichtbaar. De visuele veranderingen waren gelijk aan de veranderingen bij de eerste gellaag van de 2% oplossing van de agar.

Ook in de tweede en derde laag vonden dezelfde visuele veranderingen plaats als bij de 2% oplossing van de agar (Afbeelding 92 en 93). enkel de mate waarin de veranderingen plaats vonden, waren kleiner dan bij de 2% oplossing.



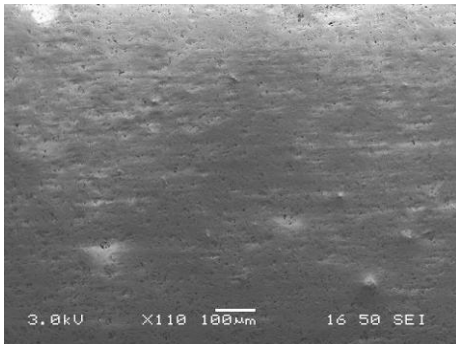
Afbeelding 92: Vooropname backscattered



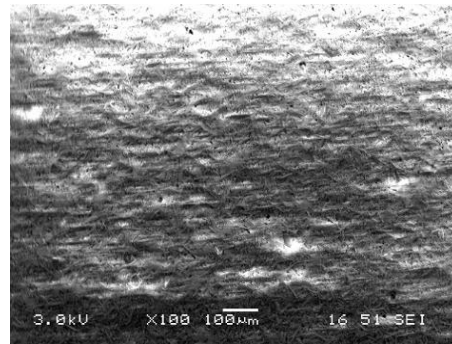
Afbeelding 93: Opname na drie gellagen

In de opname van de secundaire electronen detector was na de eerste gellaag een visuele verandering waarneembaar. De veranderingen waren identiek aan die van de 2% oplossing van de agar. Ook in de daarop volgende lagen waren de veranderingen identiek (Afbeeldingen 94 en 95).

wanneer de rest van het oppervlak geobserveerd werd en vergeleken met het oppervlak van de 2% oplossing, bleken de veranderingen bij de 4% oplossing in mindere mate voor te komen dan bij de 2% oplossing.



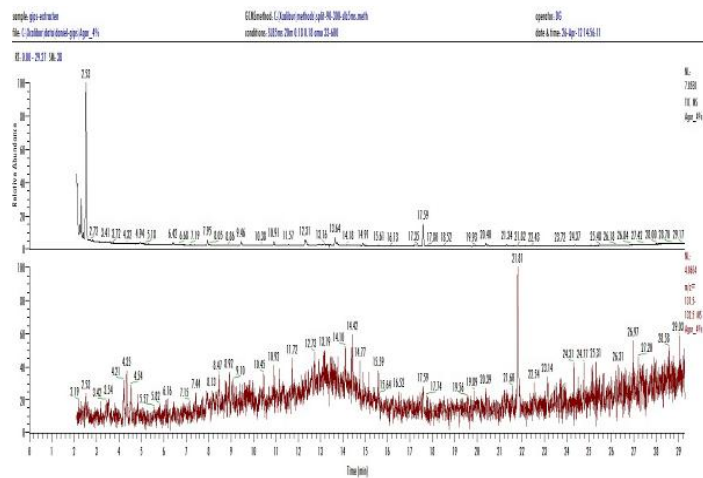
Afbeelding 94: Vooropname secundair



Afbeelding 95: Opname na drie gellagen

3.5.6.3 GC-MS

Ook het chromatogram van de 4% was identiek aan die van de 2% oplossing van agar (Afbeelding 96). Wanneer er in het chromatogram werd gezocht op de m/z-waarde van 132, kwam dezelfde piek tevoorschijn. Ook deze piek bleek de weekmaker te zijn.



Afbeelding 96: Marker in chromatogram

4.1

Discussie

Over het algemeen waren de resultaten van de verschillende schoonmaakmaterialen naar verwachting. De enige die beter scoorde dan de verwachting, was de Akapad. De resultaten gevonden in dit onderzoek zijn niet bindend. De gevonden resultaten dienen als leidraad voor het schoonmaken van zachte, poreuze, watergevoelige oppervlakten zoals gips.

Uit de voor en na-opnamen bleek, dat de art gum al na één beweging een glansverschil achterliet op het gipsen plaatje, die met het blote oog ook zichtbaar was. Uit de opnamen van de elektronen- microscoop bleek dan ook, dat er op microscopische schaal visuele veranderingen zichtbaar waren.

In dit onderzoek is er enkel gebruik gemaakt van de rubberen art gum, maar op de markt is ook een synthetische art gum beschikbaar. In dit onderzoek was er gekozen voor de rubberen variant, omdat deze zachter is dan de synthetische. Geadviseerd wordt om geen gebruik te maken van art gums voor het schoonmaken van gipsen afgietsels. Wil men wel gebruik maken van een art gum, wordt geadviseerd om de rubberen variant te nemen.

De Sponge Eraser behoort tot de semi-vochtige schoonmaakmaterialen. Bekend is dat gips oplost in water en dat daardoor natte schoonmaakmaterialen geen optie waren voor het schoonmaken van gipsen afgietsels.

Uit de opnamen van de elektronenmicroscoop blijkt, dat het oppervlak visueel wordt veranderd door het water. Na vier bewegingen was ook een duidelijke lijn op het oppervlak zichtbaar. Vermoedelijk is deze lijn daar gekomen, doordat er in de laatste stap twee bewegingen achter elkaar zijn uitgevoerd. Door het gebrek aan tijd, is dit vermoeden niet onderzocht. Dit vermoeden wordt aanbevolen voor verder onderzoek.

Uit de voor- en na-opnamen bleek, dat de akapad geen schade achterliet op visuele schaal. Wanneer er gekeken werd naar de opnamen van de elektronenmicroscoop, waren er relatief weinig visuele veranderingen zichtbaar. Door het gebrek aan tijd, kon niet worden onderzocht na hoeveel bewegingen de Akapad op visuele schaal schade achterliet. Op dit moment kan gezegd worden, dat de akapad te gebruiken is voor vier tweerichtingsbewegingen. Hoeveel keer de Akapad gebruikt kan worden voordat er schade op visuele schaal ontstaat, wordt aanbevolen voor verder onderzoek.

De saliva is een semi-vochtig schoonmaakmateriaal wat per persoon anders is. Een van de verschillen is de pH. De pH van de saliva hangt af, van wat de persoon gedronken of gegeten heeft. In dit onderzoek is er voor gebruik koffie gedronken.

Uit de opnamen van de elektronenmicroscoop is gebleken, dat de saliva al na één beweging visuele veranderingen op het oppervlak achterliet. Uit de macro-opnamen is gebleken, dat er op visuele schaal geen veranderingen zichtbaar waren.

Door het tekort aan tijd, kon niet worden onderzocht na hoeveel bewegingen er een visuele verandering op visuele schaal zichtbaar is. Geadviseerd wordt om dit te onderzoeken. Een andere aanbeveling is, om te onderzoeken wat de invloed is van de pH van de saliva op gips.

Het laatste onderzochte schoonmaakmateriaal was de Agar. Uit de opnamen van de elektronenmicroscopie is gebleken, dat het oppervlak al na één gellaag veranderd. Op de macro-opnamen is weinig zichtbaar van de veranderingen, die op microscopische schaal zichtbaar zijn. Door het gebrek aan tijd kon niet worden onderzocht na hoeveel lagen er een verandering op visuele schaal zichtbaar is. Dit wordt aangeraden voor verder onderzoek.

Wanneer de opnamen van de 2% en de 4% met elkaar vergeleken werden, was zichtbaar dat de veranderingen bij de 4% kleiner waren dan de 2%. Vermoedelijk kwam dit, doordat de 2% meer water bevat dan de 4%.

Uit de GC-MS resultaten is gebleken, dat geen enkel schoonmaakmateriaal residuen achterlaat in het gips. Deze uitspraak kan niet 100% gegarandeerd worden.

De extracties zijn uitgevoerd met hexaan. Het zou kunnen zijn, dat het schoonmaakmateriaal additieven bevat, die slecht of niet oplossen in hexaan. Het zou dus kunnen zijn, dat er residuen zijn achtergebleven in het gips, maar door de hexaan niet gemeten kunnen worden. Door het gebrek aan tijd, is er geen onderzoek gedaan naar de extracties van residuen met verschillende oplosmiddelen. Dit onderzoek wordt aanbevolen voor verder onderzoek.

Naast het aantonen van eventuele residuen, is het de vraag of de residuen ook kwaad kunnen. Omdat er in dit onderzoek geen residuen zijn aangetroffen, heeft deze kwestie geen prioriteit. Wanneer in de toekomst blijkt, dat er wel residuen in het gips zijn aangetroffen, heeft deze kwestie wel prioriteit. Aanbevolen wordt dan ook, om te onderzoeken wat de invloed van residuen is, wanneer zij achterblijven in het gips.

Bij de start van dit project is er gekozen, om gebruik te maken van gipsen plaatjes zonder vuil. Hier is expliciet voor gekozen, omdat vuil moeilijk is na te bootsen. Daarnaast is er ook alleen gekeken, naar de invloed van het schoonmaakmateriaal op het gips.

Omdat de schoonmaakmaterialen gebruikt worden voor het schoonmaken van vuile beelden, moet worden onderzocht wat de invloed is van de schoonmaakmateriaal op vuil gips. Dit zou kunnen worden gedaan door gebruik te maken van gipsen afgietsel die door musea afgestoten zijn.

Naast het introduceren van vuil, bevatten de meeste gipsen afgietsels ook een afwerklaag. Geadviseerd wordt om te bepalen welke afwerklaagen er over het algemeen gebruikt waren. Vervolgens kan er met deze informatie gipsen plaatjes worden gemaakt met een afwerklaag en kan worden onderzocht wat de invloed van een schoonmaakmateriaal is, op een gipsen oppervlak met een afwerklaag.

Naast het introduceren van vuil en afwerklaagen, is geen enkele gipsen afgietsel volledig vlak. Voor vervolgonderzoek wordt ook aangeraden om onderzoek te doen naar het schoonmaken van gipsen oppervlakten met reliëf.

4.2

Conclusie

Uit het onderzoek is gebleken, dat de Akapad® het best gebruikt kan worden voor het schoonmaken van zacht, poreus, watergevoelig oppervlak zoals gips afwerklaag, gelet op de ontstane schade en de aanwezigheid van residuen, zoals gevonden met een digitale camera, een elektronenmicroscopie en een GC-MS.

- [1] Rheeden van, H. (2001). The Rise andfall of the plastercollection at The Hague Academy of Fine Arts (1920-1960). *Journal of the History of Collections* 13 (2), 215-229.
- [2] Meurs, M (2000). De gipscollectie van het Rijksmuseum. Opkomst en verval van eenhulpmiddelvoor het Nederlandsekunstonderwijs. *Bulletin van het Rijksmuseum* 48 (3), 201-237.
- [3] Rijksmuseum van Oudheden (2009). *Jaarverslag 2008*. Leiden: Rijksmuseum van Oudheden.
- [4] Haskel, F. & Penny, N. (1981). *Taste and the Antique. The Lure of Classical Sculpture, 1500-1900*. 1st edition. New Haven: Yale University Press.
- [5] Duhl, S. &Nitzberg, N. (1992). 14. Surface cleaning. *Paper Conservation Catalog* 8th Edition, 1-40.
- [6] InstituutCollectie Nederland (ICN). *Gompoedersvoorpapierrestauratie*; Amsterdam, the Netherlands, 1999.
- [7] InstituutCollectie Nederland (ICN). *Research into the effects of WishabSpezialschwamm on paper*; Amsterdam, the Netherlands, 2001.
- [8] Vereniging NBVG (2006). *Alles over gips*. Utrecht: Vereniging NBVG.
- [9] Dooijes, R. (2005). *De reiniging van giepselafgietsels*. 1^e Editie. Amsterdam: InstituutCollectie Nederland.
- [10] Ashurst, J. (1983). *Mortars, plasters and renders in conservation*. 2nd edition. Sheffield: The Ecclesiastical Architects & Surveyors Association (EASA).
- [11] Badde, A. (2009). *Dust on Busts. Dust on Plaster Surfaces: Focussing on the Portraits Busts in the Rococo Hall of the Duches Anna Amalia Library in Weimar*. 1st Edition. Newcastle upon Tyne: Northumbria University.
- [12] Bozzola, J.J. &Russel, I.D. (1999). *Electron Microscopy*. 2nd Edition. Canada: Jones and Barlett Publishers.
- [13] Todokoro,H ; Makato, M. Scanning Electron Microscope. U.S. Patent 5,872,358, Feb. 16, 1999.
- [14] Murphy, E.L. and Good, R.H. (1956). ThermionicEmission, Field Emission, and the TransitionRegion. *Physrev.* 102 (6), 1464-1473.
- [15] Stanek, S; Schaaf-Fundneider; Reitschuler, H. TechnologischeStudien; 8/2011; Kunsthistorisches Museum; Wien; Augustus 2011; 10-41.
- [15] McMaster, M.C. (2008). *GC/MS. A Practical User's Guide*. 2nd Edition. New Jersey: John Wileys& sons inc.

- [16] Hoffman de, E. & Stroobant, V. (2007) *Mass Spectrometry. Principles and Applications*. 3rd Edition. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- [17] Bramer van, S. (1998). *An Introduction to Mass Spectrometry*. 1st Edition. Chester: Widener University.
- [18] Berg, van de, K.J; Joosten, I; Daudin-Schotte, M. (2009) *Application of dry cleaning methods on varnished modern paintings*. 1e Editie. Amsterdam, Instituut Collectie Nederland.

6.1

Het gieten van gipsen plaatjes

Voor het onderzoek wordt er gebruik gemaakt van zelfgegoten testplaatjes. Voor de samenstelling van de gipsen proefstukken is er gekozen voor gips van het merk 'Molda 3 Normal'. Dit is een type modelgips dat is geproduceerd door Saint Gobain Formula. Deze keus is afkomstig uit eerder onderzoek.

Uit dat onderzoek is gebleken dat Molda 3 Normal het meest wordt gebruikt in gerenommeerde gipsgieterijen in Europa. Zij geven als reden hiervoor de fijnkorreligheid en het zachte karakter. Deze eigenschappen zorgen ervoor dat als het gips uitzet door uitharding, er minder snel schade zal ontstaan.



Figuur 1: Molda 3 Normal

6.1.1

Benodigheden

Voor het gieten van de gipsen testplaatjes wordt er gebruik gemaakt van de volgende onderdelen:

- Molda 3 Normal;
- Demiwater;
- Minimaal 2 mengkommen;
- Plasticine;
- Stoofoven (optioneel);
- Aceton;
- Bekerglas;
- Bovenweger;

6.1.2

Werkwijze

Stap 1: het maken van een mal

De randen van de mal worden gemaakt van plasticine. De plasticine wordt geleverd als lange draden die enkel nog in de juiste lengte gesneden moet worden. Voor de rand worden er twee ronde draden op elkaar geplakt, omdat de rand anders niet hoog genoeg is (Figuur 2).



Figuur 2: Rand van plasticine

Met de wanden wordt er een raam gemaakt wat bestaat uit 12 kleine vierkanten (Figuur 3). De vierkanten hebben een afmeting van ongeveer 15 cm x 15 cm. In dit geval maakt het niet uit als de vierkanten wat kleiner zijn of wat groter.



Figuur 3: Raamwerk van plasticine

Een nadeel van het gebruik van plasticine is dat de plasticine bij elk gebruik steeds brosser wordt. De wanden breker hierdoor sneller in kleinere delen. Dit heeft tot gevolg dat het maken van een raam meer werk kost.

Stap 2: bereiden van het gipsmengsel

In de volgende stap wordt het gipsmengsel bereid. Voor dit onderzoek is er gekozen voor een verhouding van 3:2 (gips:water). Na de eerste keer is gebleken dat er 1200 gram gips en 800 ml demiwater nodig is.

Voor het afwegen van het gips wordt er gebruikt gemaakt van mengkommen. Dit zijn kommen gemaakt van siliconen. De mengkommen hebben een inhoud van afgerond 600 ml. Om het makkelijk te houden wordt er 2 maal 600 gram gips afgewogen (Figuur 4) en 2 maal 400 ml demiwater. De volgorde is hierbij belangrijk.

Allereerst wordt 400 ml demiwater afgewogen met een bekerglas en vervolgens wordt hierbij gedoseerd (niet te langzaam) het gips aan toegevoegd (Figuur 5).



Figuur 3: 2 mengkommen met 600 gram gips



Figuur 5: Gedoseerd gips toevoegen aan het water

Als al het gips is toegevoegd wordt er met een (schone) vork de klodders uit elkaar gedrukt totdat er geen klodders meer zijn. Om merendeel van de luchtballen eruit te halen wordt de kom langzaam gezwenkt en wordt er voorzigt met de kom op de tafel geslagen. Vervolgens wordt het mengsel enkele minuten laten staan om het mengsel wat dikker te laten worden (Figuur 6).



Figuur 6: Uitdikken van het gipsmengsel

Stap 3: gieten van het gips

Als het gipsmengsel iets dikker is geworden kan het in de vierkanten van het raam gegoten worden. Voordat er gegoten wordt, wordt de binnenkant van het vierkant eerst ontvet met aceton. Vervolgens kan het gips worden gegied.

Het gieten wordt gedaan door het gips op één plek in het vierkant te gieten (Figuur 7). Het gips verdeelt zich hier zelf over het vierkant. Wanneer het volledig vierkant is bedekt kan er door worden gegaan met de volgende vierkanten.

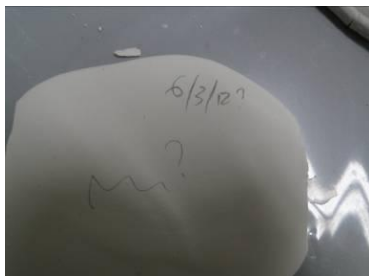


Figuur 8: Alle vierkanten gevuld met gips

Stap 4: verwijderen van de gegoten testplaatjes

Na 3 uur kunnen de plaatjes worden verwijderd uit het raam. Dit gebeurt door de randen voorzichtig los te maken. Wanneer er gips wordt meegetrokken is het gips nog niet droog genoeg om de plaatjes te verwijderen.

Bij het voorzichtig losmaken van de wanden moet er gezorgd worden dat de wanden zo veel mogelijk heel blijven. Wanneer er minimaal 2 wanden zijn verwijderd, kan het gipsen plaatje worden verwijderd. Voordat de gipsen plaatjes worden verwijderd, wordt er op de bovenkant de datum van gieten geplaatst (Figuur 9). Wanneer de wanden zijn losgemaakt worden zij op dezelfde plaats terug gelegd om een mogelijke puzzel te voorkomen (Figuur 10).



Figuur 9: Datum van gieten op bovenkant plaatje



Figuur 10: De wanden op dezelfde plaats terugleggen om een puzzel te voorkomen

Als alle plaatjes verwijderd zijn, worden zij geplaatst in een stoofoven bij een temperatuur van rond de 45 °C (Figuur 11).

Stap 5: Schoonmaken van de mengkommen

Wanneer het raam is gevuld met gips moet de mengkom een dag blijven staan om het overige gips te laten uitharden. Vervolgens kan de mengkom in allerlei vormen gedrukt worden om het harde gips los te maken van de mengkom (Figuur 11). Wanneer het overgrote deel is verwijderd, worden de laatste restanten weggehaald met een natte doek. De mengkom wordt vervolgens nog nageveegd met een droge doek.



Figuur 11. Vervormen van de mengkom.