Introductie

Röntgenfluorescentiespectrometrie (vanuit het Engels afgekort tot XRF) is een elementanalyse-techniek om de anorganische samenstelling van een (bodem)monster of object vast te stellen.

In het kort

Doel: vaststelling chemische samenstelling van een bodemlaag of artefact.
Bruikbaar voor: bodem en sediment, keramiek, non-ferro metalen, glas, faience.
Nodig: met een HH-XRF is het mogelijk bodems direct in het veld te analyseren. Omdat de metingen van HH-XRF worden beïnvloed door het vochtgehalte is het echter beter om monsters te nemen, die te drogen en dan in het lab te meten met HH-, P- of lab-XRF. Met P-XRF kunnen ook metingen gedaan worden aan boorkernen. Artefacten kunnen in labs of depots direct, non-destructief worden gemeten met HH- of P-XRF.

Het monster wordt blootgesteld aan röntgenstraling en vervolgens wordt de teruggezonden straling gemeten. Ieder element heeft herkenbare golflengtes van teruggezonden straling en zo kan de samenstelling bepaald worden. Van oudsher is XRF een labmethode waarbij monsters voorafgaand aan de meting worden verpoederd of gesmolten. In de laatste decennia zijn ook apparaten beschikbaar gekomen die draagbaar zijn (“portable” of “P”) of zelfs uit de hand kunnen meten (“handheld” of “HH”). Deze uitvoeringen kunnen non-destructief worden ingezet: de bodem of het object wordt niet aangetast.



Afbeelding 1. P-XRF analyse van een koperplaat uit een scheepswrak in een depot



Afbeelding 2. P-XRF analyse van het zwaard van Ommerschans - foto Rijksmuseum van Oudheden

Kansen en beperkingen

Metingen met P-XRF kunnen worden toegepast op bijna alle materialen:

- Bij bodemmateriaal kunnen analyses informatie geven over de samenstelling, en variaties daarin, als gevolg van sedimentaire en antropogene processen en bodemvorming.
- Bij keramiek kunnen HH-XRF metingen informatie verschaffen over de gebruikte grondstoffen. Soms is het mogelijk om kleibronnen te identificeren, of om het gebruik van specifiek toeslagmateriaal aan te tonen (zoals plantassen in metallurgische

keramiek).

- Bij non-ferro metalen kunnen keuzes voor specifieke grondstoffen worden aangetoond (b.v. verschillende soorten koperlegeringen) en kunnen chemische groepen worden gecorreleerd met (chrono-) typologische eenheden.
- Bij glas kan worden onderzocht welke grondstoffen gebruikt zijn om het basisglas te maken. Bij glas, faience en geglazuurd keramiek kan worden bepaald welke anorganische pigmenten gebruikt zijn voor specifieke kleuren, en om bijvoorbeeld glas ondoorzichtig te maken. Deze stoffen kunnen worden gelinkt aan typo-chronologische groepen, en geven informatie over hergebruik of recycling.

De grootste beperking van XRF is dat de meting plaatsvindt aan het oppervlak van een monster of artefact. Het is daarom belangrijk om monsters of artefacten schoon en vlak te houden. Er moet rekening worden gehouden met effecten van corrosie, uitloging en verontreinigingen, die de samenstelling aan het oppervlak veranderen. De secundaire röntgenstraling van lichte elementen zoals Na, Mg, Al, P en S heeft een lage energie en is daardoor bijna uitsluitend van het oppervlak afkomstig. Voor deze elementen wordt daarom aangeraden de monsters voor te bereiden door ze te poederen of te smelten.



Afbeelding 3. P-XRF analyse van een koperplaat uit een scheepswrak in een depot

Hoe neem je een monster

- Een specialist kan de HH-XRF direct in het veld gebruiken, maar vocht of geroerde grond bemoeilijken de metingen.
- Bodemmateriaal moet gedroogd en gehomogeniseerd worden.
- Metingen aan artefacten gebeuren direct aan het object. Bij gecorrodeerd metaal is het aan te raden – mits toegestaan door de eigenaar van het object – corrosie weg te schuren met fijn schuurpapier. Door per object meerdere metingen uit te voeren kunnen de effecten van de corrosie op de samenstelling in beeld worden gebracht.
- Keramiek kan het beste aan de buitenzijde worden geanalyseerd op een schoongemaakt of licht geschuurd vlak oppervlak. Zo wordt voorkomen dat er aangekoekt materiaal wordt gemeten of in geval van grove magering, een hoog aandeel kwarts op de breuk.
- Objecten dienen niet gewassen te worden met zeep, aangezien dat voor een verontreiniging met fosfaat kan zorgen.
- Kleinere objecten en grondmonsters (15 cm doorsnede) worden bij voorkeur gemeten in een loodbeklede standaard. Dit voorkomt blootstelling aan strooi-straling en zorgt voor een stabiele

meetopstelling.
- Om eventuele afwijkende metingen te verklaren wordt een foto gemaakt van het geanalyseerde oppervlak.

Combineren met andere methoden

HH-XRF wordt steeds meer toegepast in de archeologie. Voor bodem- en sedimentonderzoek is een combinatie met de andere specialismen als micromorfologisch onderzoek, diatomeeën onderzoek en paleobotanie geschikt voor het onderzoeken van landschaps- en vindplaats-vormende processen. In artefactonderzoek kan HH-XRF succesvol worden gecombineerd met andere chemische technieken (ICP-MS, SEM-EDX etc.), onderzoek met stabiele isotopen (m.n. Nd, Sr, Pb), microscopisch onderzoek (b.v. aardewerkpetrografie) en m-CT scanning om (veranderingen in) grondstoffenkeuze, -herkomst en vervaardigingstechnieken te onderzoeken.

Hoe interpreteer je de resultaten

Het onderzoek dient altijd te worden uitgevoerd onder toezicht van een specialist omdat de geringe straling die vrij komt bij het gebruik van de techniek valt onder strikte veiligheidsnormen. De resultaten zelf dienen geïnterpreteerd te worden door een specialist met kennis van de chemische samenstelling van bodems of artefacten, de waarden en variaties daarin en de implicaties voor archeologische vraagstellingen.

Resultaten delen

Alle onderzoeksresultaten, verkregen bij de specialist, dienen als primaire data in de basisrapportage te worden weergegeven, eventueel in een bijlage. De gebruikte meeten kalibratiemethodes, methode van monstername en behandeling, hoeveelheden monsters en metingen, data-precisie, en eventuele overwegingen/aanpassingen zijn van belang voor vervolgonderzoek, maar ook voor de vergelijking met onderzoek op andere sites en voorwerpen.

Lees verder

- Roxburgh M., S. Heeren, H. Huisman & B. van Os, 2017: De koperlegeringen van Romeinse fibulae en hun betekenis, In: S. Heeren & L.
- v.d. Feijst (red.) Prehistorische, Romeinse en middeleeuwse fibulae uit de Lage Landen, 243-258.

Huisman H., et al, 2019: Maken en handelen: merovingische kralen uit het sittard-kemperkoul grafveld geanalyseerd, Paleo Actueel 30, 65-74.

- Van Os, B., 2014: XRF-onderzoek van een TRB-terrineamfoor, In: N.Bouma, Sporen van bewoning en begraving uit de late prehistorie en Middeleeuwen in Oosterdalfsen te Dalfsen, ADC-rapport 3678, 73.

Tekst: Yvonne Lammers