

Dipartimento di Scienze della Terra - Università di Parma

16 Aprile 2008

# La tecnica SEM-EBSD ed alcune sue applicazioni nello studio dei materiali geologici: dalla petrografia all'archeometria



Dr. Luca Peruzzo

CNR - Istituto di Geoscienze e Georisorse - Sez. Padova

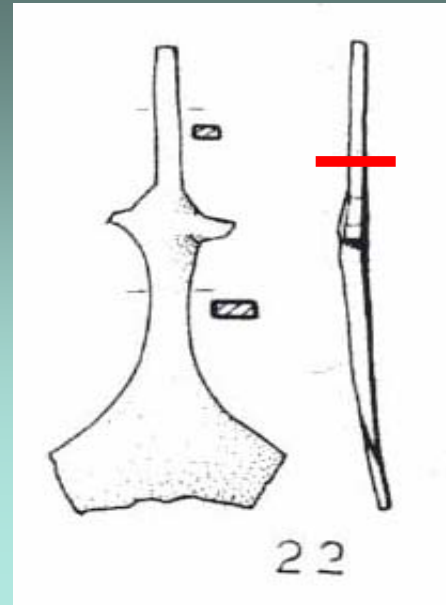
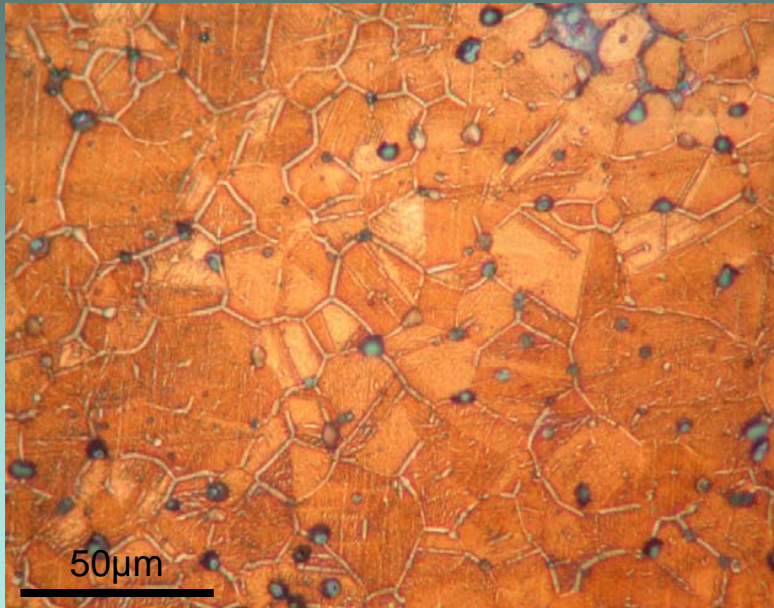
## APPLICAZIONI - alcuni esempi

- microstrutture in rocce e minerali: granati
- microstrutture in metalli: bronzi
- riconoscimento di fase: pigmenti

# Il sito

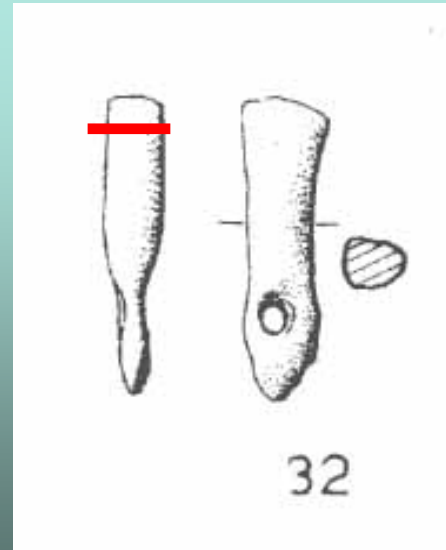
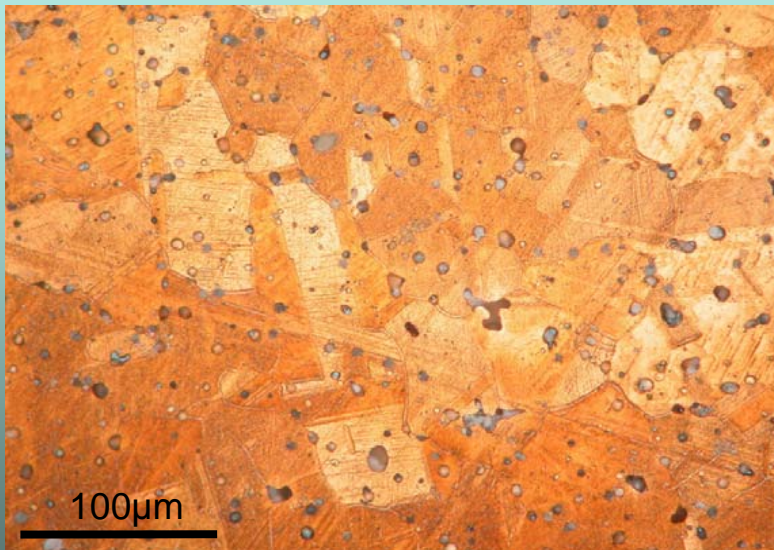
Frattesina di Fratta Polesine (RO)  
ca. XII-VIII sec. a.C.





**Campione FR08:**  
manico di un  
frammento di  
pinzetta.

Alt. cm 5.2



**Campione FR20:**  
barra a sezione  
circolare con  
estremità appiattita  
e forata.

Alt. cm 2.7

# EBSD Strategia

## Fasi Cu-Sn considerate:

$\alpha$ , CuSn, Fm-3m, a = 0.369

$\beta$ , Cu<sub>10</sub>Sn<sub>3</sub>, P6<sub>3</sub>/m, a = 0.7331, c = 0.7870

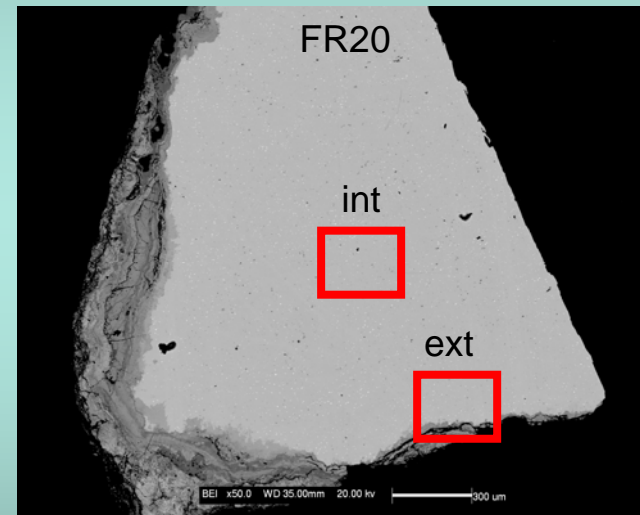
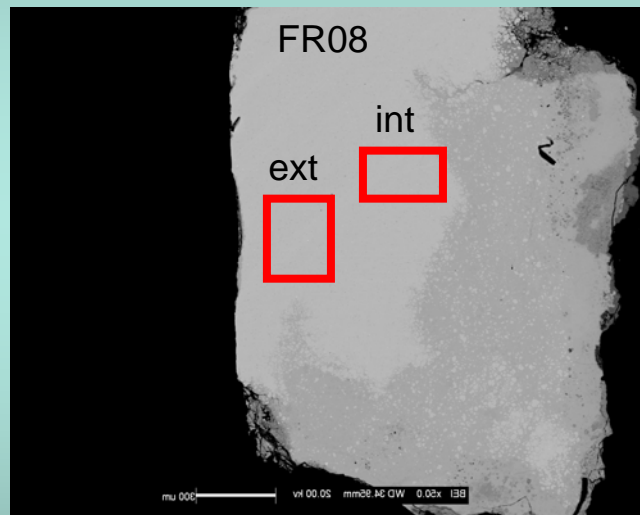
$\epsilon$ , Cu<sub>3</sub>Sn, Cmcm, a = 0.5529, b = 4.775, c = 0.4323

$\eta$ , Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>, P6<sub>3</sub>/mmc, a = 0.4190, c = 0.5086

Dopo una prima discriminazione si è scelto di considerare solo la **fase  $\alpha$**  risultata nettamente **prevalente**

# EBSD Strategia

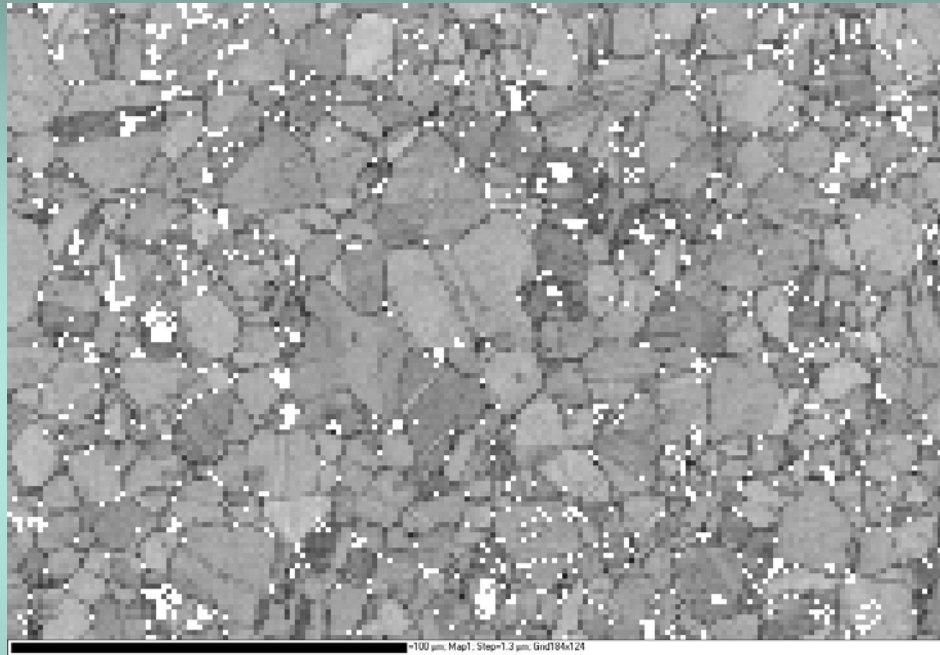
Per entrambi i campioni sono state analizzate **due aree**: una **interna**, approssimativamente al **centro** della sezione, e una **esterna**, in prossimità della **superficie** del reperto.



La **deformazione** plastica dovuta alla **lavorazione** e gli effetti della **tempera** possono infatti aver agito in maniera non uniforme sulla struttura interna del manufatto.

# Campione FR08

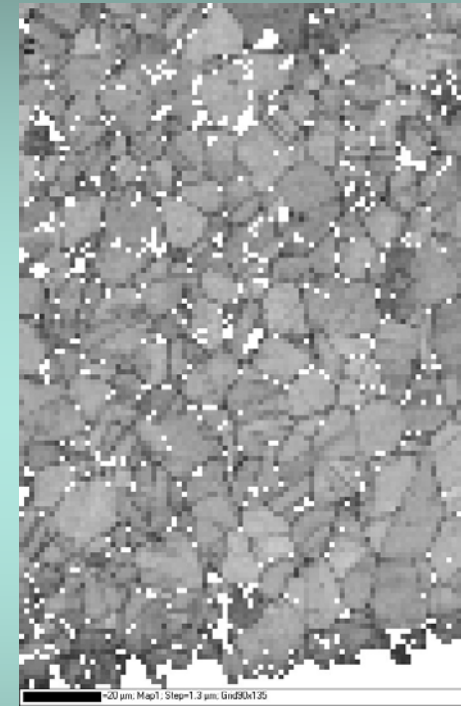
interno



100µm

step: 1.3µm

esterno



# Campione FR08

interno



100μm

step: 1.3μm

esterno

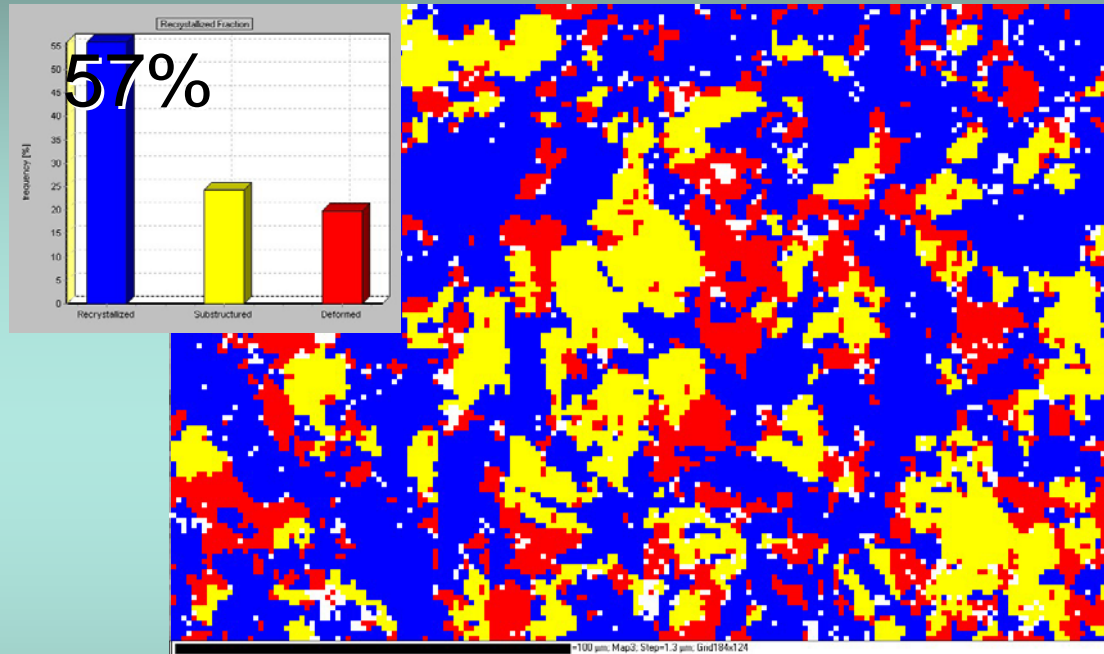




# Campione FR08

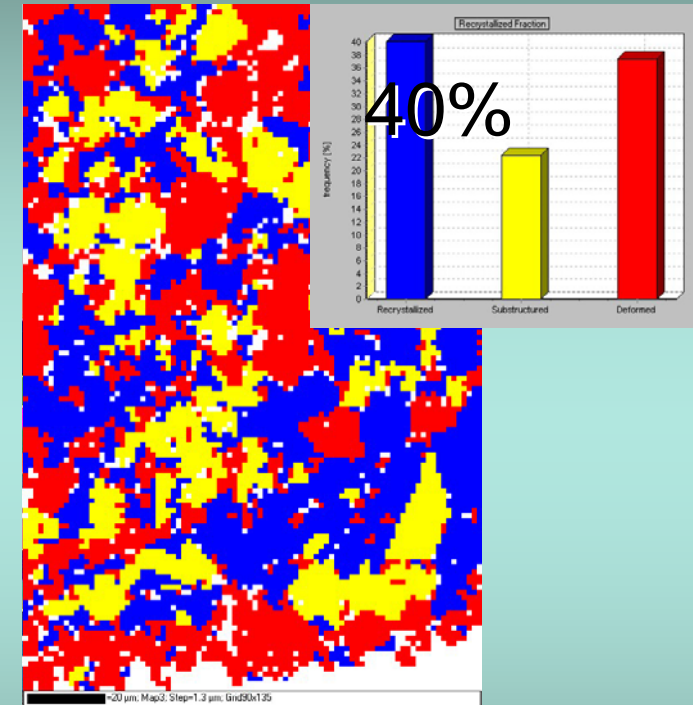
interno

esterno



100μm

step: 1.3μm



Interno ed esterno non mostrano sostanziali differenze tessiturali

La dimensione dei grani delle due zone è simile:

la lavorazione (processo di deformazione e di tempera) ha agito in maniera pressoché uniforme su tutto il campione.

Grani di dimensione minuta, di tipo poligonale con bordi rettilinei, numerosi geminati a bordi rettilinei:

l'oggetto è stato deformato plasticamente in maniera spinta e ha subito un processo di tempera ottimale.

Percentuale elevata di grani **ricristallizzati**:

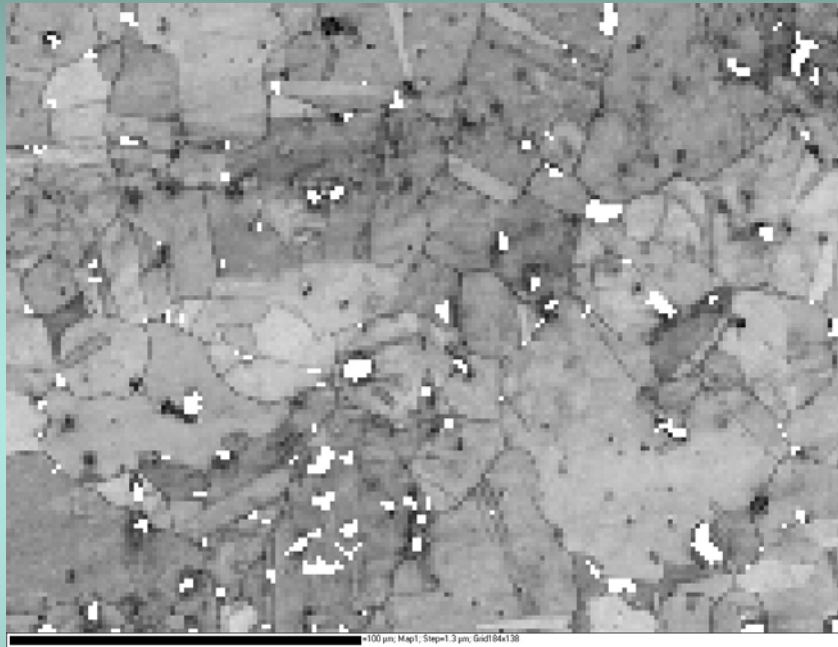
il processo di tempera è stato funzionale, eliminando lo stress accumulato nella fase di deformazione.

Percentuale grani **ricristallizzati**: interno > esterno

Fotografia di come si è sviluppato il processo di ricristallizzazione (= tempera): dall'interno verso l'esterno.

# Campione FR20

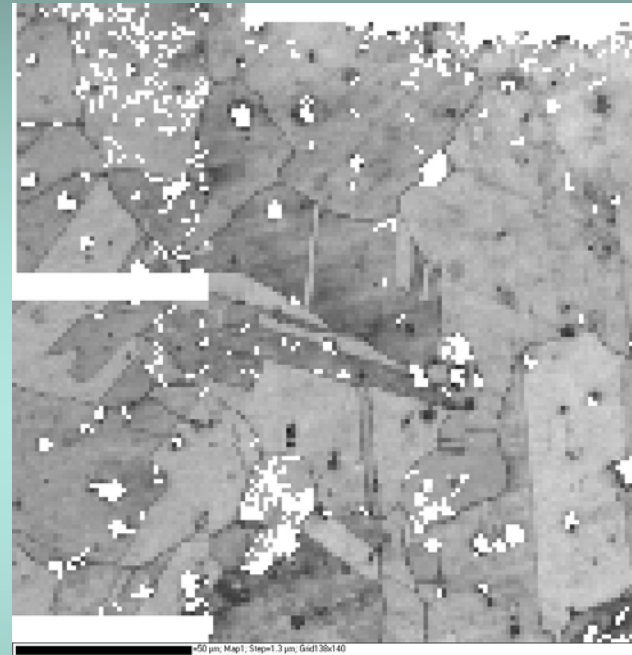
interno



100µm

step: 1.3µm

esterno



50µm

# Campione FR20

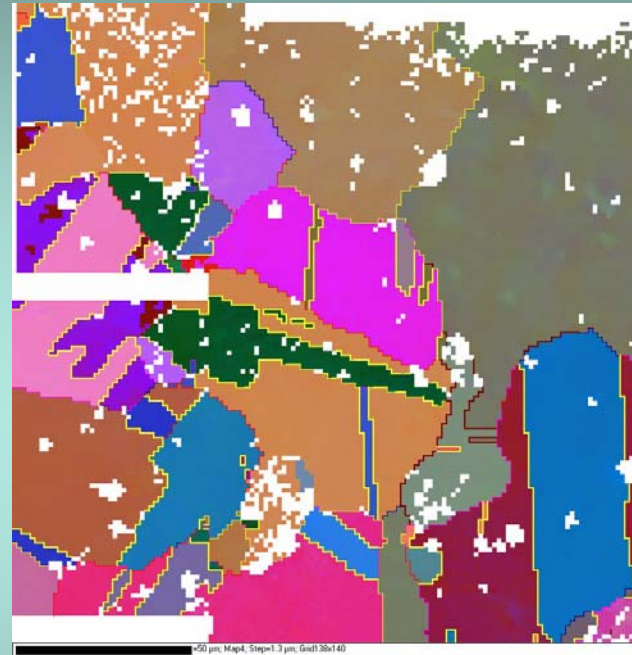
interno



100μm

step: 1.3μm

esterno

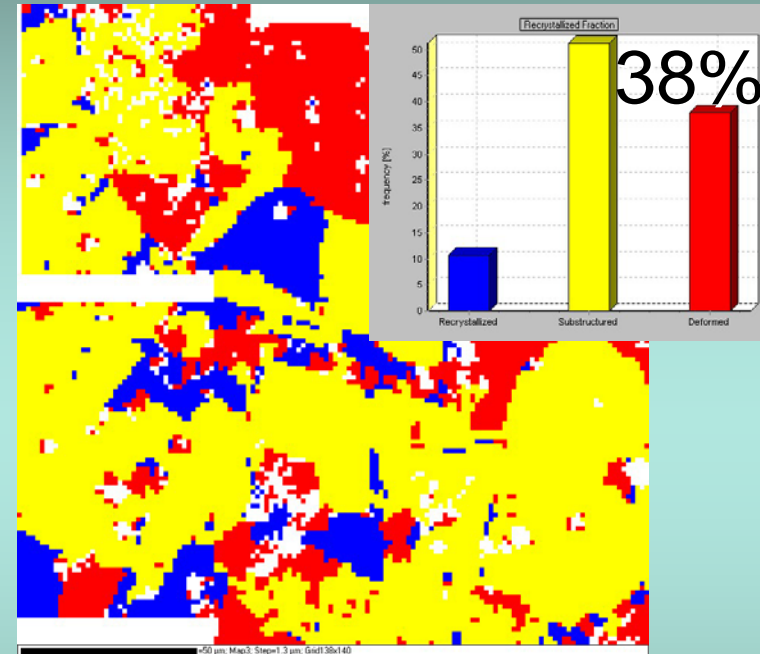
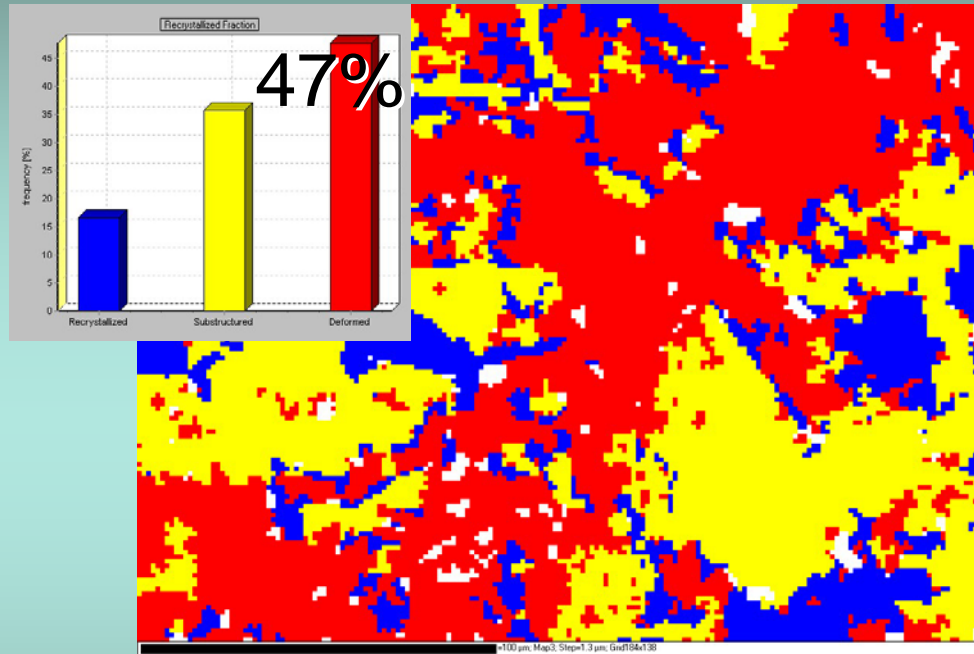


50 μm, Mag4, Step=1.3 μm, Grid 38x140

# Campione FR20

interno

esterno



Interno ed esterno non mostrano sostanziali differenze tessiturali

La dimensione dei grani delle due zone è simile:

la lavorazione (processo di deformazione e di tempera) ha agito in maniera pressoché uniforme su tutto il campione

A differenza di FR08, grani più grandi, non poligonali, con bordi arrotondati, pochi geminati:

Processo produttivo diverso: la deformazione plastica non è stata spinta, mentre il processo di tempera è stato prolungato

Percentuale elevata di grani **deformati**.

Nella porzione interna i grani deformati sono localizzati a formare dei **cluster allungati**. Nella porzione esterna i grani deformati sono quelli più **superficiali**.

L'insieme dei dati sembra indicare che, a seguito di un lungo processo di tempera, la deformazione plastica ha concluso la lavorazione.

# **CONCLUSIONI**

**EBSD: tecnica che consente di caratterizzare con estrema precisione un materiale da un punto di vista cristallografico e microstrutturale.**

**È stata messa a punto una nuova metodologia di analisi per i materiali metallici antichi.**

L'analisi tessiturale congiuntamente all'analisi della frazione ricristallizzata/deformata hanno indicato per i due campioni **due differenti processi produttivi.**

FR08 - **buona** lavorazione: l'oggetto è stato deformato plasticamente in maniera spinta ed ha subito un processo di tempera ottimale che ha eliminato efficacemente lo stress accumulato nella fase di deformazione.

FR20 - lavorazione più **grossolana**: il processo di tempera è stato prolungato e la deformazione plastica non è stata spinta ed ha concluso la lavorazione.



# PROPOSITI

## **Raffinare la messa a punto della metodologia:**

ad es. aumentando la casistica, migliorando la discriminazione delle fasi (inserendo i parametri cristallografici esatti da diffrattometria RX), ecc.

## **Sfruttare le notevoli potenzialità del software:**

sarà possibile elaborare ulteriormente **l'enorme quantità di dati** a disposizione, ad es. proiettando distintamente le orientazioni deformato/cristallizzato e geminati o effettuando analisi di misorientazione dei grain-boundaries (CSL), con lo scopo di ottenere una **migliore caratterizzazione delle proprietà meccaniche dei metalli antichi e dei loro processi produttivi.**

**Alcune immagini sono tratte da**

**<http://www.hkltechnology.com>**

**<http://www.oxford-instruments.com>**