



**CHEMICKÉ ANALÝZY A STRATIGRAFIE
BAREVNÝCH VRSTEV VZORKŮ NÁTĚRŮ
ODEBRANÝCH Z MŘÍŽE NA ZÁMKU LEŠNÁ**

ZPRÁVA

Mgr. Martin Hložek, Ph.D.

2018

Předané vzorky

Restaurátoři předložili k analýzám odebrané vzorky nátěrů z povrchu kovových mříží na zámku Lešná. Vzorky byly zality do epoxidové pryskyřice a byly vyhotoveny nábrusy, na kterých sledujeme stratigrafii barevné vrstvy pomocí videomikroskopu Keyence 700. Jednotlivé barevné vrstvy u každého vzorku byly analyzovány pomocí skenovacího elektronového mikroskopu s energiově-disperzním mikroanalyzátozem (SEM-EDX), kterým bylo stanoveno chemické složení. Analytické práce se uskutečnily v laboratořích strukturních a fázových analýz Fakulty strojního inženýrství VUT Brno na elektronovém mikroskopu PHILIPS XL 30. Vzorky byly fotograficky dokumentovány pomocí SEM a lokálně bylo proměřováno chemické složení.

Skannovací elektronová mikroskopie (SEM)

Skannovací elektronová mikroskopie (SEM, Scanning Electron Mikroskopy) je instrumentální metoda, která je zejména určena k pozorování zvětšených povrchů nejrůznějších objektů. Ke zobrazení předmětu metodou skenování elektronové mikroskopie lze využít sekundární elektrony (metoda SEI, Secondary Electron Imaging), odražené elektrony (metoda BEI nebo BSE, Back Scattered Electron Imaging). Přístroj pracující s touto metodou nazýváme elektronový mikroskop. Tento přístroj lze do jisté míry považovat za analogii světelného mikroskopu v dopadajícím světle, ale na rozdíl od něho je výsledný obraz tvořen pomocí sekundárního signálu - odražených nebo sekundárních elektronů. Díky tomuto principu je zobrazení v SEM považováno za nepřímou metodu. Velkou předností SEM v porovnání se světelným mikroskopem je jeho velká hloubka ostrosti, v důsledku které lze z dvojrozměrných fotografií ze SEM nalézt i jistý trojrozměrný aspekt. Další předností těchto mikroskopů je, že v komoře preparátů vzniká při interakci urychlených elektronů s hmotou vzorku kromě výše zmíněných signálů ještě řada dalších, např. rtg. záření, Augerovy elektrony, katodoluminiscence, které nesou mnoho dalších informací o vzorku. Při jejich detekci je možné určit např. prvkové složení preparátu v dané oblasti a při porovnání s vhodným standardem určit i kvantitativní zastoupení jednotlivých prvků.

Energiově-disperzní mikroanalýza (EDX)

Elektronová mikroanalýza (EDX, Energy Dispersive X-ray spectroscopy) využívá emise rentgenova záření, které vzniká po dopadu proudu rychlých elektronů na pevný materiál a k identifikaci chemického složení tohoto materiálu. Detekce rentgenova záření může být u této metody založena na energii rtg. kvant (energiově-disperzní analýza). Chemické složení nátěrů bylo stanoveno lokální elektronovou mikroanalýzou na stejném přístroji. Detailní analýza prvkového složení jednotlivých nátěrů je také běžnou součástí měření v elektronovém mikroskopu. Mikroanalýzy vzorků byly provedeny na analytickém komplexu PHILIPS-EDAX. Byla použita bezstandardová analýza s dobou načítání spektra 100 s a urychlovacím napětím 25 kV.

Vzorek 1



Stratigrafie vzorku 1



1. Šedý nátěr
2. Tmavě šedý nátěr
3. Červený nátěr

1. Šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	21,62
Al	6,07
Si	2,75
S	5,03
Ca	0,65
Ba	38,48
Fe	25,40

Tab. 1. SEM-EDX analýza nátěru 1.

Interpretace

Nátěr obsahuje hojné množství barytu (BaSO_4 - bílé žilky) a oxid železnatý (způsobuje šedé zbarvení), dále v menším množství SiO_2 a Al_2O_3 .

2. Tmavě šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	65,88
Mg	5,20
Al	1,17
Si	5,70
P	0,73
Ca	19,37
Zn	1,95

Tab. 2. SEM-EDX analýza nátěru 2.

Interpretace

Nátěr obsahuje oxid hořečnatý (MgO) jako sušidlo, SiO_2 a Al_2O_3 , dále křídou a zinkovou bělobu.

3. Červený nátěr

Elements	Wt [%]
O	36,78
S	8,93
Ca	0,71
Ba	36,58
Fe	16,99

Tab. 3. SEM-EDX analýza nátěru 3.

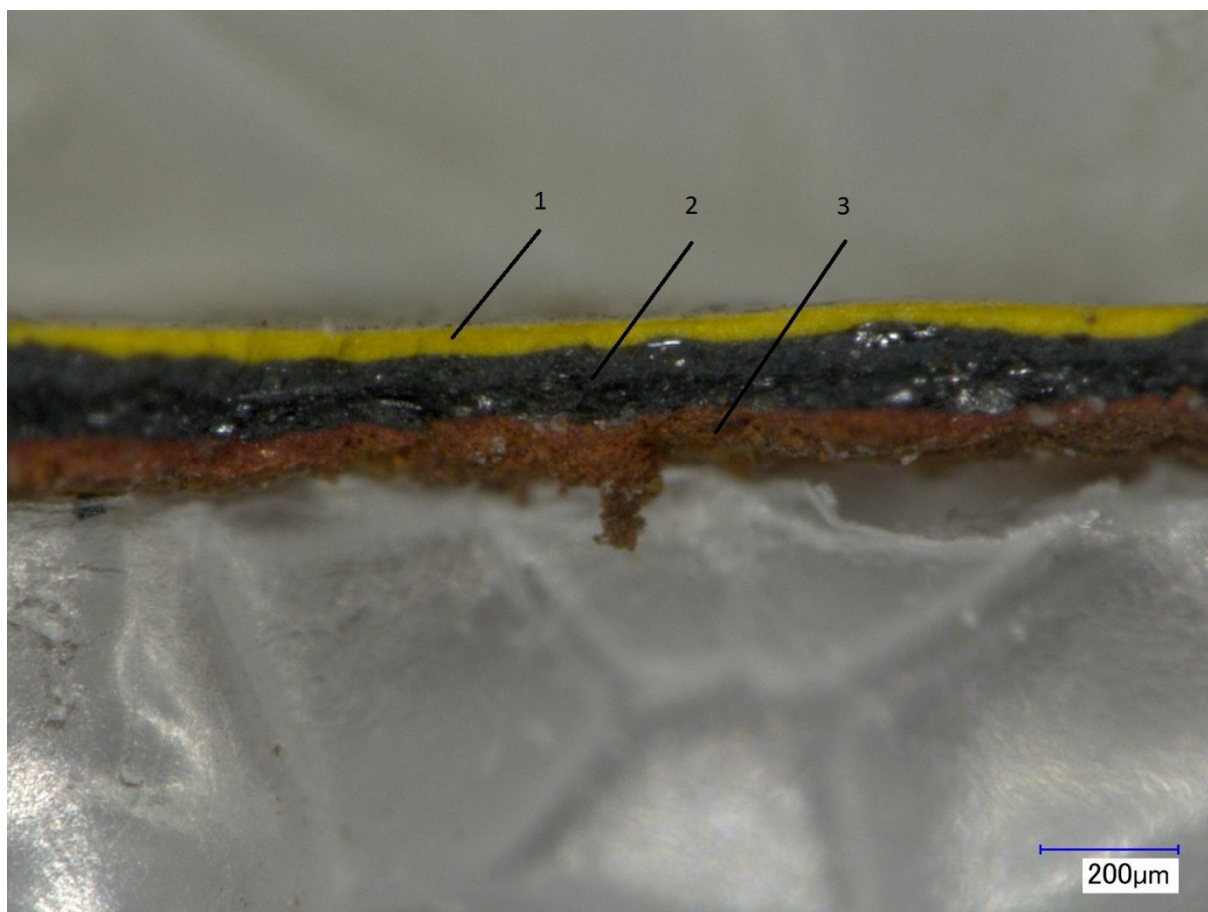
Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO_4) a oxid železitý (způsobuje červené zbarvení).

Vzorek 2



Stratigrafie vzorku 2



1. Žlutý nátěr
2. Šedý nátěr
3. Korozní produkty

1. Žlutý nátěr

Elements	Wt [%]
O	37,64
Al	1,38
Si	0,65
Pb	37,11
Ca	1,91
Ba	12,15
Ti	1,56
Cr	4,04
Mn	0,40
Fe	3,17

Tab. 1. SEM-EDX analýza nátěru 1.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO_4), oxid železitý a chromovou žluť (PbCrO_4), dále obsahuje malé množství titanové běloby, SiO_2 , Al_2O_3 a CaO .

2. Šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	25,85
Al	0,69
Si	1,17
Pb	21,61
Ca	0,41
Ba	48,18
Fe	2,09

Tab. 2. SEM-EDX analýza nátěru 2.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO_4), pravděpodobně suřík a oxid železnatý (způsobuje šedočerné zabarvení), dále obsahuje malé množství SiO_2 , Al_2O_3 a CaO .

Vzorek 3



Stratigrafie vzorku 3



1. Šedý nátěr pokrytý nečistotami
2. Červený nátěr
3. Světle šedý nátěr
4. Korozní produkty železa

1. Šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	12,45
Al	1,00
Si	1,30
S	8,67
Ca	60,79
Fe	15,80

Tab. 1. SEM-EDX analýza nátěru 1.

Interpretace

Nátěr obsahuje oxid železnatý (způsobuje šedé zbarvení), sádro (CaSO₄), dále v menším množství SiO₂ a Al₂O₃.

2. Červený nátěr

Elements	Wt [%]
O	12,24
S	4,36
Ba	27,67
Fe	55,72

Tab. 2. SEM-EDX analýza nátěru 2.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO₄) a oxid železitý (způsobuje červené zbarvení).

3. Světle šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	19,22
Al	5,47
Si	3,71
S	5,68
Ca	1,65
Ba	45,49
Fe	19,78

Tab. 3. SEM-EDX analýza nátěru 3.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO₄ - bílé žilky), křídou a oxid železnatý (způsobuje šedé zbarvení), dále v menším množství SiO₂ a Al₂O₃.

Vzorek 5



Stratigrafie vzorku 5



1. Šedý nátěr
2. Červený nátěr
3. Korozní produkty železa

1. Šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	17,08
Al	2,51
Si	3,43
S	6,12
Ba	50,41
Fe	20,44

Tab. 1. SEM-EDX analýza nátěru 1.

Interpretace

Nátěr obsahuje hojné množství barytu (BaSO_4) a oxid železnatý (způsobuje šedé zabarvení), dále obsahuje malé množství SiO_2 , Al_2O_3 .

2. Červený nátěr

Elements	Wt [%]
O	21,16
Al	1,70
Si	1,54
S	1,38
Ba	8,81
Fe	65,40

Tab. 2. SEM-EDX analýza nátěru 2.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO_4) a hojné množství oxidu železitého (způsobuje červené zabarvení), dále obsahuje malé množství SiO_2 , Al_2O_3 .

Vzorek 6



Stratigrafie vzorku 6



1. Šedý nátěr
2. Červený nátěr
3. Zelený nátěr
4. Stopy oranžového nátěru
5. Korozní produkty železa

1. Šedý nátěr

Elements	Wt [%]
O	28,10
Al	3,27
Si	2,61
S	7,53
Ca	1,15
Ba	47,56
Fe	9,79

Tab. 1. SEM-EDX analýza nátěru 1.

Interpretace

Nátěr obsahuje SiO_2 a Al_2O_3 , dále pravděpodobně křídou, baryt (BaSO_4) a oxid železnatý (způsobuje šedočerné zbarvení).

2. Červený nátěr

Elements	Wt [%]
O	52,15
Mg	4,61
Al	1,96
Si	4,69
P	0,95
S	0,68
Ti	17,66
Fe	13,73
Zn	2,78

Tab. 2. SEM-EDX analýza nátěru 2.

Interpretace

Nátěr obsahuje SiO_2 a Al_2O_3 , dále titanovou bělobu, oxid hořečnatý (MgO) jako sušidlo, zinkovou bělobu, stopy fosforu a oxid železitý (způsobuje červené zbarvení).

3. Zelený nátěr

Elements	Wt [%]
O	19,03
Si	0,79
Pb	78,94
Ca	1,25

Tab. 3. SEM-EDX analýza nátěru 3.

Interpretace

Nátěr obsahuje především sloučeniny olova a malé množství vápníku. Není zcela jasné, jaká složka zabarvuje do zelena (patrně přidáno organické barvivo).

4. Stopy oranžového nátěru

Elements	Wt [%]
O	29,71
S	10,37
Pb	23,26
Ba	33,72
Cr	2,93

Tab. 4. SEM-EDX analýza stop nátěru 4.

Interpretace

Nátěr obsahuje baryt (BaSO_4) a chromovou žlut' (PbCrO_4) a patrně i suřík, který spolu s chromovou žlutí zabarvuje do oranžového odstínu.