

АННОТИРОВАННЫЙ ОТЧЁТ

о результатах НИР по гранту за 2021 год

Конкурс 2021 года на соискание грантов для
поддержки научно-исследовательской работы
аспирантов и молодых сотрудников ИГУ.

Направление: Химия и химические технологии

Шифр гранта: № 091-21-311

1. Наименование НИР по гранту: Оценка неоднородности химического состава древней керамики с использованием различных вариантов рентгенофлуоресцентных спектрометров

2. Структурное подразделение (кафедра, лаборатория):
Химический факультет, кафедра Аналитической химии

3. Исполнитель НИР: Мухамедова Мария Михайловна

4. Координаты исполнителя НИР: e-mail: m.mukhamedova2017@yandex.ru
телефон: 89996449721

5. Ожидаемые результаты в соответствии с заявленным планом работы
Цель - оценить неоднородность химического состава образцов древней керамики с использованием различных вариантов рентгенофлуоресцентных спектрометров.

Планируется получить данные о распределении основных породообразующих (Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe) и ряда микроэлементов (Ni, Ga, Cu, Zn, Rb, Sr, Zr, Ba) в разных частях одного фрагмента, по срезу фрагмента, а также в разных участках одного реконструированного керамического изделия. Для оценки неоднородности состава предполагается статистическая обработка результатов измерений с помощью дисперсионного анализа.

На основе полученных данных будет сделан вывод о влиянии неоднородности формовочной массы керамики неолита Байкальской Сибири на результаты рентгенофлуоресцентного анализа, выполненного с помощью различных спектрометров.

6. Основные полученные научные результаты

Для проведения экспериментов были выбраны фрагменты керамики из разных топологических групп со стоянки Поповский луг (Посольская, Гладкостенная, Усть-Бельская), расположенной в Качугском районе Иркутской области.

Каждый отобранный фрагмент керамики был разделен на небольшие изолированные части (массой до 500 мг), которые измельчены в порошок. Таким образом из одного керамического фрагмента получено несколько проб (8-15). Также был выбран фрагмент керамики, который был полностью измельчен – для оценки погрешностей измерения и пробоподготовки (рис. 1. Приложение к отчету). Пробы приготовлены в виде прессованных из порошков таблеток, суспензий, растворов после кислотного разложения, стекол, приготовленных сплавлением с боратными флюсами. Далее их независимо проанализировали с помощью спектрометров с волновой дисперсией РФА ВД (S8 Tiger) и полным внешним отражением РФА ПВО (S2 Picofox).

Получены данные о распределении основных породообразующих (Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe) и ряда микроэлементов (Ni, Ga, Cu, Zn, Rb, Sr, Zr, Ba) в разных частях одного фрагмента. В таблице 1 (приложение) приведены погрешности неоднородности для сплавленных излучателей, приготовленных из одного фрагмента.

Для оценки неоднородности состава проведена статистическая обработка результатов измерений с помощью дисперсионного анализа, которая показала, что керамика, действительно, является неоднородной по своему составу.

Наиболее значимо неоднородность проявилась для P, Ca и Mn. Показано, значения CV зависят от способа подготовки проб и анализа, а также от типа керамики, и могут достигать до 50 %, что необходимо учитывать при исследовании элементного анализа керамики ограниченной массы.

Для изучения распределения элементов по срезу фрагмента, использовали микро-рентгенофлуоресцентный спектрометр M4 Tornado. Для этого фрагмент помещали в шашку из эпоксидной смолы и проводили элементное картирование. Полученные карты элементов на примере K, Ca и Si показаны на рисунке 2 в приложении к отчету. Данные микро-РФА находятся в согласии с данными о фазовом минеральном составе керамики.

Для изучения распределения элементов в пределах керамического изделия (горшка) использован спектрометр СТХ (портативный РФА), позволяющий проводить неdestructивные анализы керамических изделий. Измерения проведены в разных точках сосуда (днище, придонная часть, венчик). Статистическая обработка данных показала на примере приведённых ниже значений, что керамика неоднородна и имеет достаточно большие разбросы между собой в пределах одного большого керамического фрагмента (горшка).

Al₂O₃ -5,68, K₂O-6,84, CaO-16,90, TiO₂-8,02, MnO-50,28, Fe₂O₃-6,31, Ni-15,38, Zn-47,05, Rb-11,05, Sr-11,00, Zr-10,89.

7. Предполагаемое использование результатов, в том числе в учебном процессе

Результаты исследования будут использованы для дальнейших научных исследований Института Земной коры СО РАН, сотрудничества с археологами НИЦ «Байкальский регион» и в учебном процессе при изучении дисциплины Рентгеноспектральный анализ на химическом факультете, а также некоторые полученные результаты будут использованы в написании ВКР бакалавра, выпускающегося с кафедры Аналитической химии в 2022 году.

8. Перечень публикаций по результатам работы (статьи, доклады) с приложением оттисков или рукописей, направленных в печать.

По результатам НИР отправлены тезисы и принято участие в стендовом докладе на школе-конференции для молодых учёных в онлайн формате «1st International Summer School on Total-reflection X-Ray Fluorescence (ISS-TXRF)» 20th– 24th of September 2021, University of Bari (Italy). Рукопись прилагается к письму.

Также отправлены тезисы на участие в конференции «Химия и химическая технология», который будет проходить в Томске с 16-19 мая 2022, планируется выступление с докладом в очном формате. Доклад принят для опубликования в сборнике РИНЦ. Соответствующее письмо и рукопись прилагаются.

Подготовлена статья, которая отправлена в журнал «Journal of Archaeological Science: Reports». Рукопись прилагается, ссылка на грант указана.

Приложение к отчёту.

Рисунок 1. Разделение фрагментов.

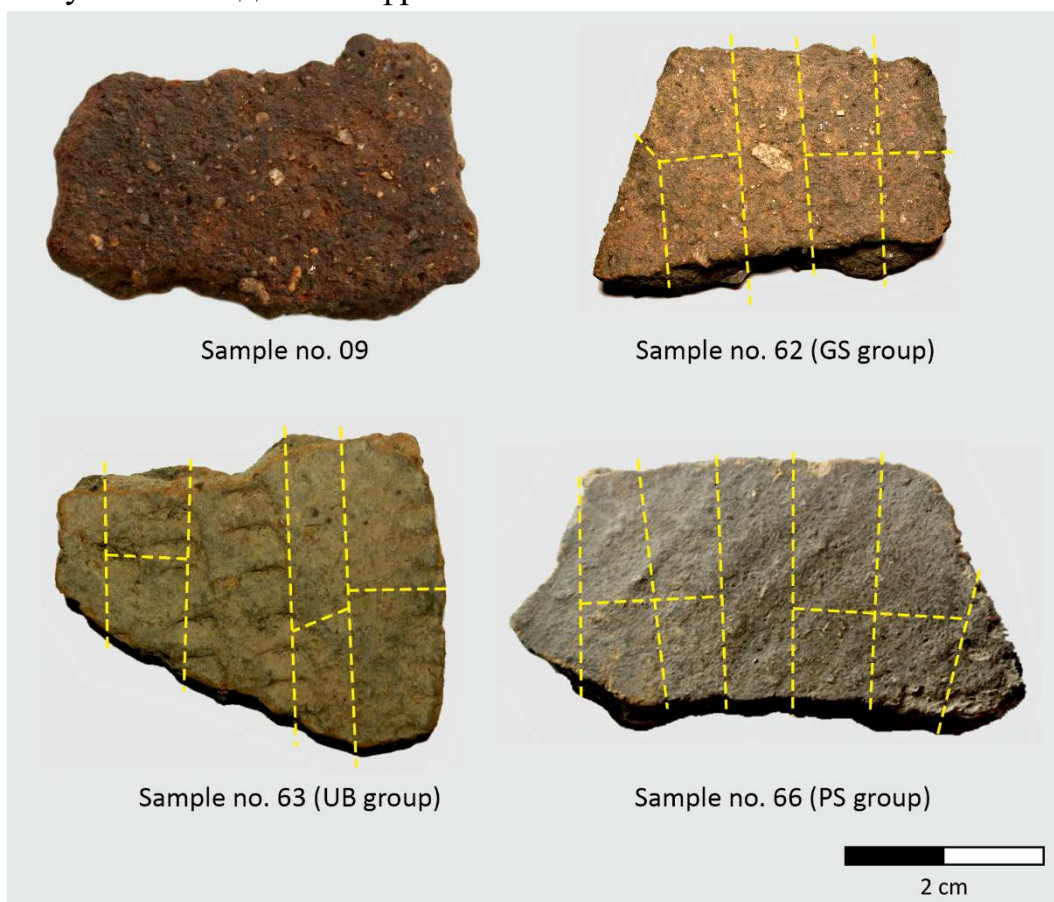


Таблица 1. Суммарные погрешности в пределах одного способа пробоподготовки (CV_S , %)

	GS (no. 62)	UB (no. 63)	PS (no. 66)
Compound	WDXRF	WDXRF	WDXRF
Na ₂ O	4.1	3.1	14
MgO	5.7	1.5	1.9
Al ₂ O ₃	3.1	3.9	0.7
SiO ₂	1.4	1.9	0.5
P₂O₅	17	15	5
K ₂ O	5.5	4.7	1.4
CaO	2.5	5.9	16
TiO ₂	3.4	2.9	1.1
MnO	14	51	7.9
Fe ₂ O ₃	13	2.8	1.6
Sr	7.9	6.7	12
Zr	8.6	7.2	4.7
Ba	11	7.4	5.8

Рисунок 2. Элементное картирование на примере К, Са и Si

