



INTERFACULTAIR INSTITUUT
ELEKTRONENMICROSCOPIE
DER RIJKSUNIVERSITEIT TE GRONINGEN

Boom

Groningen, 10 april 1975

AAN: Drs. D. Stapert
Biologisch-Archeologisch Instituut
der Rijksuniversiteit Groningen
Poststraat 6
GRONINGEN 8001

VAN: Dr. G. Boom
Laboratorium voor Fysische Metaalkunde
der Rijksuniversiteit Groningen
Nijenborgh 18
GRONINGEN 8002

Betreft onderzoek vuurstenen, zowel erkend authentieke artefacten en natuurlijke stukken, als stukken uit collecties afkomstig van of toegeschreven aan Tj. Vermaning; 1 - 21 maart 1975.

I. ALGEMEEN

In eerste instantie werd getracht met behulp van electronenmicrosonde-metingen kwalitatief en ruw semi-kwantitatief de samenstelling uit chemische elementen van vuursteenmateriaal aan verse breukoppervlakken van twee herkomstplaatsen te bepalen, ter inventarisatie van wat er voor elementen bij vuursteensoorten verwacht zouden kunnen worden.

Daarna werden oppervlakken bekeken en spectraal gemeten van drie stukken afkomstig van of toegeschreven aan Tj. Vermaning. Van één dezer stukken werd ook het verse breukoppervlak van een terplaatse gemaakte breuk bekeken en gemeten.

Voorts werden oppervlakken gemeten en bekeken van vijf erkend authentieke oppervlakken, waaronder één met windlak, één met 'witte patina', en één natuurlijk brok vuursteen met windlak.

Eén 'Vermaningstuk' en een natuurlijk windlakstukje (geen artefact) werd met kraanwater en toiletzeep goed gewassen en weer bekeken en gemeten.

Van een natuurlijk vuursteenachtig brokje werd een krabbertjes-vormige scherf afgeslagen, gemeten en bekeken; daarna gepolijst op een lappenschijf met polijstvet, en na reinigen opnieuw bekeken en gemeten. Vervolgens werd gepoetst met siliconenwas, gevolgd door bekijken en meten

Tenslotte werden vergelijkingsstoffen gemeten: siliconenvet, siliconenwas, wrijfwas met siliconen, silicium (zuiver), en huid, en als laatste het plasticdeel van een veelgebruikte kogelpuntpen.

vervolg op p.2.

II. APPARATUUR

Voor het verkrijgen van de gegevens werd gebruik gemaakt van een JBOL JSM-U3 aftastelectronenmicroscop, voorzien van een kristal-spectrometer en van een EDAX energiedispersieve spectrometer, beide spectrometers voor element-analyse door middel van analyse van de door de electronenbestraling opgewekte röntgenstraling.

De kristalspectrometer eist, dat het te onderzoeken materiaal een vlak en glad oppervlak heeft, waaraan in dit geval niet voldaan kan worden. Een verdere eis is, dat de positie van het oppervlak ten opzichte van de optische as van de spectrometer binnen enkele micrometers ingesteld kan worden. Voor kleine stukjes (afslagen) zou daaraan voldaan kunnen worden, maar voor grotere stukken zoals de hieronder vermelde vuistbijl uit Anderen (8 cm x 12 cm en $2\frac{1}{2}$ cm dik) is dit misschien mogelijk na vervaardiging van een speciale houder, die in deze inleidende onderzoeken nog niet bestond en nog niet is ontworpen. De kristalspectrometer heeft een zeer goede piek-achtergrond (signaal-ruis) verhouding, en een zeer goed scheidend vermogen (scheidend van naast elkaar gelegen karakteristieke röntgenpieken). De hoeveelheid (intensiteit) röntgenstralen, nodig voor een redelijk snelle analyse is tamelijk hoog; de gevoeligheid dus laag. Voor analyses is een tamelijk hoge invallende electronenstroom derhalve nodig: 10^{-7} tot 10^{-8} A. Deze stroom moet via het preparaat worden afgevoerd, opdat geen lokale oplading ontstaan zal. In de meeste gevallen is het daarom nodig een dunne geleidende laag op het te analyseren oppervlak aan te brengen, bv. koolstof of aluminium. Dit aanbrengen van een oppervlaktevreemde stof is uiteraard niet aantrekkelijk, wanneer men iets wil weten van de stoffen, welke op de oppervlakte aanwezig zijn. De kristalspectrometer heeft normaliter de mogelijkheid alle chemische elementen te analyseren welke een atoomnummer 4 (beryllium) of hoger hebben. Ten tijde van dit onderzoek was het blok met kristallen voor analyse van lichte elementen defect, en het nieuwe blok niet aangekomen.

De EDAX energiedispersieve spectrometer werkt op geheel andere wijze. De detector van dit systeem staat veel dichterbij het preparaat, en ontvangt al voldoende straling bij een preparaatstroom van 10^{-9} tot 10^{-11} A. Het bleek voor deze spectrometer onnodig te zijn een geleidende laag op het preparaatoppervlak aan te brengen. De EDAX detector is een halfgeleiderplaatje, dat direct de röntgenstraling ontvangt. De positiegevoeligheid van deze detector zowel in hoogte van het preparaat als in het horizontale vlak is gering, hoewel uiteraard direct optisch zicht moet bestaan, en 'schaduwwerking' kan optreden. De piek-achtergrond verhouding is een factor 50-100 slechter, en het scheidend vermogen een factor 17 slechter. Overlappen van naast elkaar gelegen pieken komt veelvuldig voor. Met name bij overlapping van een kleine piek door een veel grotere naastgelegen piek heeft de kleine piek de neiging te verdrinken in de voet van de grote, en dus onzichtbaar te worden. Een verdere beperking is, dat het lichtste element, dat nog kan worden gevonden door de EDAX spectrometer het element natrium is (atoomnummer 11). Daar staat tegenover, dat de EDAX een heel spectrum voor een in te stellen energiegebied gelijktijdig opneemt, en opslaat in één van zijn twee geheugens. De aanwezigheid van een tweede geheugen schept de mogelijkheid daarin een vergelijkingspectrum te bewaren. Beide geheugens kunnen gelijktijdig op het videoscherm verschijnen en dus worden gefotografeerd. De inhoud van de geheugens kan in tabelvorm op een verreschrijver worden uitgevoerd, of in grafiekvorm worden weergegeven. Een storing in het rekendeel van de spectrometer (de EDAX Micro Edit) verhinderde dit meestal. Al deze mogelijkheden bestaan niet bij de kristalspectrometer,

welke slechts één röntgenpick per meetperiode (teltijd) meet, dan versteld moet worden tot de volgende pick. Het opnemen van een geheel spectrum -om ook onverwachte elementen te kunnen vinden- is daarbij een kwestie van uren. In de rekeneenheid van de EDAX is in een geheugen opgeslagen de tabel van posities van röntgenlijnen, welke ook kunnen worden aangeduid op de videomonitor; deze posities zijn voor de kristalspectrometer getabelleerd, maar behoeven frequente verificatie.

Een nadeel van de geringe positieselectiviteit van de EDAX spectrometer is, dat ook elementen voorkomend in de 'omgeving' van de met electronen aangestraalde plaats -de te analyseren plaats- tot fluorescentie kunnen worden gebracht door bv. witte straling van voldoende energie. De ten tijde van het onderzoek gemonteerde detector was te leen, ter tijdelijke vervanging van de eigen detector welke voor reparatie bij de leverancier in de Verenigde Staten was. De gemonteerde detector is in hoge mate positie-ongevoelig. In bijna elk gemeten spectrum komen lijnen van koper en zink voor, waarschijnlijk afkomstig van de messing preparaathouder of wand van de preparatuimte. Soms toondenspectra alleen koper: van de roodkoperen anticontaminatie-vin welke in enkele gevallen gebruikt kon worden, maar meestal moest worden gedemonteerd om ruimte te maken voor de stenen. Soms zijn zilverlijnen in de spectra te vinden, wanneer het nodig was de te meten stukken vuursteen met zilververf tegen wegglijden te behoeden.

Een verder nadeel van de energie-dispersieve methode is, dat bij hoge telsnelheden voor een röntgenlijn -bij wat hogere invallende electronenstroom ter bekorting van de meettijd- de detector soms twee röntgenkwanta van die lijn als een enkele meet en dus op een plaats met de dubbele energie doet ontstaan. Deze 'sompiek' heeft verder geen betekenis.

Het is een algemeen voorkomend probleem in electronenmicroscopen en electronenmicrosondes, dat vervuiling van de bestraalde preparatdelen optreedt. Deze contaminatie ontstaat doordat damp van de vacuumolie van de pompen in het vacuum aanwezig is, ook wel condensert op het preparaat, en tot een soort polymerisatie wordt gebracht door opvallende-energierijke electronen. De bestraalde preparatdelen worden bedekt door een blijvend en tijdens de bestraling steeds in dikte toenemende contaminatielaag, welke tot lokale opladingsverschijnselen kan leiden. De laag is tamelijk slecht geleidend. Ook vermindert het scheidend vermogen van het microscoop daar ter plaatse, door electronenverstrooiing. Een dergelijk laagje is veelal ook met een lichtoptisch microscoop te zien. De laag is tevens een extra absorberende laag, welke vooral voor de detectie en meting van lichte elementen (natrium, magnesium, aluminium, enz.; in deze reeks afnemend) hinderlijk is.

III. DE AFTASTFOTO'S

Omdat het in dit onderzoek ging om het mogelijk aantonen van een oppervlaktelaag, en tevens om het aantonen van eventueel alle elementen, werd het compromis gekozen van 15 kV versnellingsspanning. Voor het afbeelden van oppervlaktelagen zou een lagere spanning beter zijn, maar dat is minder prettig voor het aantonen van middelzware elementen (bv. ijzer).

Daar opladingsverschijnselen mogelijk de aanwezigheid van minder goed geleidende lagen zouden kunnen aanduiden, werden praktisch alle aftastfoto's gemaakt met secundair geëmitteerde electronen. Deze langzame electronen worden vrij sterk door oppervlakteladingen beïnvloed en geven dan een contrastverschijnsel in het beeld. Het bleek, dat

zowel vorse breukoppervlakken als met water en zeep gereinigde oppervlakken, zowel als originele oppervlakken (ongewassen) soms wel, soms geen oplading vertoonden. Het siliconen kranenvot bleek goed af te beelden te zijn, hoewel het glimmerige beeld wel oplading aanduidde. Bij één object, namelijk het Deens neolithisch bijltje, was de oplading zó sterk, dat met name bij de lagere vergrotingen een beeld ontstond waarvan de relatie met de werkelijkheid problemen opleverde. In dat geval werd gebruik gemaakt van alleen de door het preparaat teruggestrooide electronen. Deze snelle electronen hebben een energie ongeveer gelijk aan die der invallende bundel en worden veel minder door oppervlakteladingen beïnvloedt dan de 1.000 tot 10.000 maal minder energierijke secundair geëmitteerde electronen.

Alle aftastfoto's op een enkele na werden in stereoparen gemaakt daar te verwachten was dat microreliëf geschikte informatie zou kunnen opleveren. Indien dat achteraf gewenst blijkt te zijn, is ook reliëf(diepte)meting mogelijk op een meetstereoscoop. Voor deze meting is kennis van de vergroting en van de kantelhoek, d.w.z. kanteling om de stereo-as, nodig.

Er werden een kleine 100 stereoparen opgenomen. Het beeld dat tijdens de waarneming op de kathodestraalbuis van het aftastmicroscoop te zien is, heeft een beduidend slechtere kwaliteit en dient als zoekerbeeld. Bestuderen van objecten kan eerst als de foto's beschikbaar zijn. Van de foto's zijn stereodiapositieven gemaakt, die beschouwing en discussie in grotere groepen toeschouwers mogelijk maken.

IV. DE SPECTRA

De spectra verzameld in de EDAX analysator werden gefotografeerd (102 foto's) en behoudens een enkele bovendien in tabelvorm (DATA LIST) op de verreschrijver uitgevoerd.

De foto's zijn gemaakt van de videomonitor. Er bestaan negatieven van. De 'vergroting' in horizontale en verticale maat is afzonderlijk instelbaar; het in het geheugen opgeslagen spectrum wordt daar niet door beïnvloed. Rieken met een grotere hoogte dan de ingestelde verticale schaalwaarde worden op de monitor 'opgevouwen'; ze tellen dan weer van onderen af en er lijken dus soms 'lege' kanalen te zijn. De verticale schaal staat als VS aangeduid; het getal daarachter geeft het aantal tellen voor volle schaal weer. De horizontale schaal staat als getallen in keV onder de horizontale as ($\emptyset 5$ betekent dan 5 keV of 5000 eV) en geeft de energie der röntgenstraling aan. De analysator sorteert de energieën in kanalen. De breedte per kanaal hangt af van het verlangde energiegebied voor het spectrum. Deze breedte staat als HS boven de grafiek. In het meestal gebruikte gebied van 0 tot 20 keV voor het hele spectrum bedraagt de HS 50 eV per kanaal. Er zijn per geheugen 400 kanalen beschikbaar. Waar op de foto's rechts bovenaan een getal verschijnt vóór de aanduiding INT, daar betekent dat getal op geen der foto's iets.

De breedte van een karakteristieke röntgenlijn wordt bij de energiedispersieve spectrometer in hoofdzaak bepaald door de apparatuur en niet door de werkelijke straling. Deze 'EDAX-breedte' der lijnen neemt toe naarmate de positie van de lijn hoger in het energiegebied ligt. Een goede maat voor de relatieve hoeveelheid van een chemisch element aanwezig in het bestraalde deel van het monster is het aantal tellen, verzameld boven de achtergrondstraling in een energiegebied met de piek als midden -de centroid- en met een breedte gelijk aan 1,2 maal de lijnbreedte op halve hoogte van de piek veroorzaakt door

het beschouwde element. De Micro Edit beschikt weliswaar over een programma dat de achtergrond verwijdert, doch dit programma is aan kritiek onderhevig. Bovendien kost de werking van het programma 200 seconden tijd. Voor een volledige documentatie zou het spectrum zoals gemeten (basisgegevens) samen met het gecorrigeerde spectrum moeten worden weergegeven. Hoewel een enkele keer gedaan, is er toch in het algemeen van afgezien, ten eerste wegens de kritiek op het programma, ten tweede wegens de grote lengte van tijd daarvoor nodig, en ten derde omdat overeenkomsten en verschillen tussen twee spectra makkelijk te zien zijn wanneer een vergelijkings-spectrum in één der twee geheugen wordt bewaard en meeafgebeeld. Door dit bewaren is uiteraard één geheugen permanent bezet.

Terugkomend op de breedte der gemeten röntgenlijnen en het daardoor overlappen van naast elkaar gelegen lijnen: de Micro Edit bezit programma's welke redelijk scheiding van lijnen langs rekenkundige weg tot stand kunnen brengen. Een defect in de Micro Edit maakte het gebruik van deze programma's praktisch steeds onmogelijk. Bovendien kost dit programma een veelvoud van 200 seconden per spectrum aan tijd, en heeft een tweede geheugen nodig. Was het defect niet opgetreden, dan was waarschijnlijk toch afgezien van het gebruik van deze programma's.

Behoudens een enkele uitzondering waarin een puntanalyse werd uitgevoerd, werden de spectra opgenomen terwijl de bundel een stuk oppervlak aftastte, ter uitmiddeling van lokaal mogelijk sterk variërende samenstellingen.

Om enigermate een kwantificatie van de gemeten spectra te bereiken werd een overigens wel aanvechtbare methode gekozen, waarbij zo goed mogelijk de hoogte van de verzamelde/aantallen in de diverse centroidkanalen (voor de diverse elementen) werd gecorrigeerd voor achtergrond. Aangezien de hoogte van de achtergrond afhangt van de samenstelling van het monster, is deze correctie onzeker. Om de spectra enigermate te kunnen standarisieren is de achtergrondhoogte van het kanaal met energie 5200 eV achteraf rekenkundig op 400 tellen gebracht. Op die plaats werd nergens een lijn gevonden. Zoals gezegd: de achtergrondhoogte wordt beïnvloedt door de samenstelling van het monster. De enig goede methode is vergelijking van de piek- en de achtergrondhoogte voor elke piek - dus voor elk element - met dezelfde maat voor een spectrum opgenomen van een standaard met bekende samenstelling. Dat standaardspectrum moet onder exact dezelfde condities en posities opgenomen zijn. Deze vergelijkingsgegevens moeten dan door een gecompliceerd rekenprogramma voor allerlei fysische invloeden worden gecorrigeerd. Wegens de zeer grote omvang van het hiervoor benodigde werk werd daar al bij voorbaat van afgezien.

De piek-achtergrondverhouding is een maat voor de detecteerbaarheid van die piek. Bovendien is deze verhouding onafhankelijk van de teltijd en electronenintensiteit. Deze verhouding is wel weer vrij sterk afhankelijk van de samenstelling van het monster omdat de achtergrond daarvoor gevoelig is, en door fluorescentie ook piekhoogtes kunnen veranderen. Verschilt de samenstelling der monsters niet sterk, dan is de piek-achtergrondverhouding een betrekkelijk goede vergelijkingsgrootte tussen verschillende monsters. De onderhavige monsters zijn in grote mate gelijk.

De gebruikte teltijd is soms kort genomen, ter bespoediging van het opnemen van een spectrum (met vaak een silicium sompiek als tol). Soms is het spectrum met lage waarden van de invallende electronenstroom opgenomen tijdens het maken der foto's van het oppervlak. Zoals gezegd vond achteraf rekenkundig 'standarisatie' plaats. De

juistere methode welke gebruik maakt van absoluut gelijke stroomsterkte, teltijd en ruimtelijke posities was voor dit geval uitgesloten, daar de diverse metingen zo gespreid in de tijd en met verschillende afnamehoeken werden gedaan.

V. DE RESULTATEN

Eerst werd getracht met de kristalspectrometer te werken, althans in die gevallen waar kleine afgeslagen brokjes steen met de vereiste nauwkeurigheid binnen het microscoop konden worden gepositioneerd. De voor de kristalspectrometer benodigde hoge electronenstroom kan slechts worden verkregen ten koste van verlies van 'scherpte' in het beeld.

- Foto 1308 illustreert dit; het is een beeld gemaakt met teruggestrooide electronen, van een verse breuk van vuursteen uit Grand Pressigny, Frankrijk, met gele kleur. [600 x]
- 1311 is een beeld, gemaakt met de Al K-straling; deze vuursteen is betrekkelijk aluminiumrijk (witte plekken) en de concentratie is sterk plaatsafhankelijk (inhomogeen). [600 x]
- 1312 is een Si K-beeld; vergelijking met 1311 laat zien, dat veelal hoge Al-concentraties lokaal lage Si-concentraties meebrengen. Verder illustreert deze foto het positie-effect van de kristalspectrometer: alleen centraal is er een min of meer constante röntgenhelderheid, naar de hoeken toe en vooral linksonder en rechtsboven een sterke daling in de detectoropbrengst. Daarom werden alle volgende spectra met de EDAX spectrometer opgenomen. [600 x]
- 1309-1313 is een stereopaar met een electronendetector loodrecht boven het preparaat; afbeelding, hoewel beter van scheidend vermogen dan 1308, is toch weinig fraai. De kantelhoek tussen beide foto's is 15° . [600 x]

Het EDAX spectrum⁽¹⁾ toont Al, Si, K, Ca, Ti en Fe aan. Titaan is in de mineralogie een bekend element in silikaten, daar het silicium in het rooster kan vervangen, en ook veelvuldig gevonden wordt. De gele kleur van de vuursteen wordt waarschijnlijk door ijzer veroorzaakt.

Een verse breuk van donkere vuursteen van Rijckholt, Nederland, werd niet gefotografeerd, maar wel gemeten. Het spectrum toonde naast Si alleen Ca. (2)

Een verse breuk van een grijs gedeelte in dezelfde Rijckholt steen is te zien op het stereopaar:

- 1315-1317, kantelhoek 15° [450 x]; oplading -glimmerige plekken- is te zien.
- 1314-1316, ook 15° [1500 x], laat duidelijk de korrels en brokjes zien, en illustreert daarmee, dat van een enigermate constante afnamehoek geen sprake is. Ook hier is weer oplading te zien in de vorm van nagenoeg horizontale lichte strepen.

Het spectrum⁽³⁾ geeft naast Si hier meer Ca dan in het donkere deel.

Het 'Vermaningstuk' Hogersmilde 1966/VI 18 werd opgeofferd. Een rand werd afgebroken en met zilververf (montage en geleiding -hier nog noodzakelijk geacht- op de (messing)houder geplakt.

- 1323-1324, kantelhoek 6° [60 x], laat door de vierkante contaminatieplek het geanalyseerde gebied zien. Een halfcirkelvormige donkere plok^(k_{Ca}) aan de rand toont^(rand) dat reeds andere vervuiling (door aanpakken?) aanwezig is.

Det 1966/VI 18 heb ik bij de Contra-experte in Recuworden Rimmu bestudeerd.

1320-1322, 15° [450 x], toont hoeveel gladder deze steensoort breekt en hoeveel homogener hij is (gevolg en oorzaak?) dan die van Rijckholt of Grand Pressigny.

1319-1321, 15° [1500 x] toont dit nader.
Het spectrum⁽⁴⁾ toont iets Na naast Si.

Het originele oppervlak van de zijkant van hetzelfde stuk Hogersmilde 1966/VI 18 is te zien op het stereopaar:

1325-1330, 5° [60 x]. Het contaminatievierkantje toont het geanalyseerde gebied.

Het spectrum⁽⁵⁾ gaf naast Si, vrij veel Na, S, Cl, K, vrij veel Ca, Ti en Fe.

Het originele oppervlak van een nieuwe afslag van hetzelfde stuk Hogersmilde 1966/VI 18 werd nu loodrecht op de bundel gemonteerd.

1333-1336, 8 $\frac{2}{3}$ ° [450 x], laat op het 'wollig' afgebeelde (door een vuillaag van één of andere oorsprong) oppervlak ook een donkerder veld met kristalletjes zien.

1332-1335, 8 $\frac{2}{3}$ ° [1500 x], en

1331-1334, zelfde hoek [4500 x] laten de kristallen zien.

Het spectrum (6) gemaakt tijdens het opnemen van bovenstaande foto's toont naast Si meer Na dan in (5), veel meer Cl en K, minder Ca en geen Fe, wel S.

Een eindje verder op hetzelfde oppervlak waren kristallen van een iets andere vorm aanwezig:

1338-1341, 9° [1500 x] en

1337-1340, 9° [4500 x].

Foto 1342 laat de contaminatiestip op het grootste kristal zien, veroorzaakt door puntanalyse van dit kristal. [4500 x]

Het verkregen spectrum (7) toonde naast weinig Si (wellicht door fluorescentie?) zeer veel Na en Cl naast K.

Een puntanalyse gemaakt op het oppervlak tussen de kristallen (spectrum 8) toonde alleen Si.

Foto 1343 [4500 x] toont midden op de schilfer een wit ietwat kruisvormig vervuilingsplekje gemaakt door puntanalyse. Het spectrum (9) gaf naast veel Si ook Na, vrij veel S, Cl, K en Ca.

Een nieuw stukje van hetzelfde stuk Hogersmilde 1966/VI 18 werd met koud kraanwater en toiletzeep gewassen. De vettige glans die er tevoren op gezeten had, was verdwenen. Er werden geen kristallen meer op aangetroffen.

1346-1349, 15° [450 x], laat het oppervlak zien, dat tamelijk vlak is.

1345-1348, 15° [1500 x] en

1344-1347, 15° [4500 x] laten zien, dat er afrondingen op hoge punten

zijn -ook te zien op 1343-, met daarnaast in wat dieper

gelegen delen dezelfde soort 'korreligheid' als van 1319-1321.

Het spectrum (10) geeft alleen Si.

1351-1353, 15° [450 x] en

1350-1352, 15° [1500 x] zijn foto's van hetzelfde gewassen oppervlak, een eindje verder.

Terugkerend naar het originele (ongewassen) oppervlak van Hogersmilde 1966/VI 18, werd een haartje gevonden, dat met kristallen 'vastgeplakt' zat.

1356-1357, 15° [450 x] geeft een overzicht en

1354-1355, 15° [1500 x] een vergroting. De punt midden op het haartje in

het midden van het beeldveld toont de puntanalyseplaats van spectrum (13), waarin naast Si ook Al, S en Ca, en grote hoeveelheden Na, K en Cl voorkomen.

vervolg op p.8.

Het originele oppervlak van de vuistbijl Rolde 1923/X 27

staat op het volgende stel foto's:

1384-1388, 10° [41 x], toont de grote scherpste van de ribben.

1383-1387, 10° [132 x], toont geen specifieke afronding van ribben, noch van de punt, waar drie ribben bij elkaar komen. Het stereopaar:

1382-1386, 10° [468 x], en sterker nog

1381-1385, 10° [1330 x], laat zien, dat er wel afrondingen zijn op microschaal, maar dat die afrondingspatronen op ribben en zijvlakken op vrijwel gelijke wijze bestaan.

Het spectrum (19) van dit oppervlak geeft naast Si, wat S, Cl, K, Ti, vrij veel Ca en Fe.

1358-1360, 20° [4500 x] toont hetzelfde oppervlak een eindje verder. er zijn geen kristallen op te zien. De kristallen zijn blijkbaar tamelijk lokaal aanwezig.
Het spectrum (14) horend bij bovenstaande foto's toont op een klein beetje Na na alleen Si.

Het originele oppervlak van een krabbertje Zeyen 1952-I 5995 Ze op 1362-1366, 8° [137 x], laat een vrij scherpe ribbe zien met afbrokkelplekken;
1364-1366, 8° [410 x], toont dat ook op fijnere schaal geen afslijping van die ribben tot min of meer vlakke of afgeronde vormen heeft plaats gehad: de oppervlakken buiten de ribben tonen hetzelfde uiterlijk met dezelfde soort afrondingen.
Het spectrum (15) toont naast Si enig S, K en Ca.

Het originele oppervlak van een stuk Hijken (Vermaning), waar op de achterzijde een potloodnummer 402 stond, toont wat deeltjes en haartjes, waar analyses op zijn gedaan.

Foto 1368 [1370 x] toont in het midden een schilfer met een kleine witte contaminatiepunt. Het spectrum (16) toont naast Si ook S en Ca. Het lichtkleurige haartje is tijdens de opname kennelijk (door oplading) versprongen.

Foto 1369 [410 x] toont in het midden een ander deeltje waarop een puntanalyse is gedaan. Het spectrum (17) geeft naast Si ook Al, S, P, Cl en vrij veel Ca. Dit (klei?)deeltje is centraal te zien, een klein stukje beneden het midden van het beeldveld tegen de oplopende ribbe, te zien op

1373-1377, 8° [40 x]. Deze ribbe is afgerond op een andere wijze dan het naast- en lagerliggende oppervlak.
1372-1376, 8° [115 x] en
1371-1375, 8° [485 x] en
1370-1374, 8° [1180 x] tonen een vrij grote gelijkenis met het oppervlak van Hogersmilde 1966/VI 18, althans op de ribbe.

vuistbijn
→
Rode

Het spectrum (18) gaaf eigenlijk alleen Si, naast een beetje K, Ca en Fe

Het originele oppervlak van de handspits Etten K 1948/I 168 met 'witte patina' toont ook geen ribbe-aantasting. Het oppervlak is pokdalig: 1393-1398, 10° [48 x], toont dat het hele oppervlak 'rond' is, en dat er geen verschil lijkt te bestaan tussen de vlakken en de ribben.

1392-1397, 10° [144 x], laat de gelijkmatige aard van het (verveerde?) oppervlak zien.
1391-1396, 10° [480 x] en ook
1394-1395, 10° [1440 x], laten vermoeden, dat deze putterigheid op zo kleine schaal de oorzaak zou kunnen zijn van de witte kleur door lichtbrekingseffecten.

Het spectrum (20) toont naast Si wat S, Cl, K, Ca en Fe.

Op de spits was een betrekkelijk recente breuk, die geen witte patina meer had, doch lichtbruin van kleur was. Er werd een analyse gemaakt. Het spectrum (21) daarvan toonde naast dezelfde hierbovengenoemde elementen -hoewel in wat andere hoeveelheden- ook een beetje Na, vrij veel Al en wat Ti.

Het originele oppervlak van een vuistbijn uit Anderen, met windlak: 1404-1408, 10° [63 x], toont een gelijksoortig oppervlak: overal wat afgerond, maar er zijn wat 'krassen'.
1403-1407, 10° [180 x], toont die krassen duidelijker; er zijn twee hoofdrichtingen, die een hoek van zowat 60° met elkaar maken.
1402-1406, 10° [626 x], laat zien, dat binnen een hoofdrichting ook wat variaties optreden tot zo'n 10°. De krassen lopen over

hogere en lagere delen rustig door. Bij hogere vergroting: 1401-1405, 10° [1180 x], zijn de afgesbten vlakken goed te zien, terwijl diepere kloofjes onaangetast zijn gebleven.

Het spectrum (22) van dit oppervlak toont naast Si, wat Cl, K en Fe.

Op een betrekkelijk recente breuk, waar windlak ontbrak, gaf spectrum (23) naast -wat minder van- deze elementen ook S, Ca en Ti.

Het originele oppervlak van het stuk Hogersmilde 1965/X 66 (Vermaning) toont een verschil met de vorige niet-Vermaning stukken, daar de punt van dit stuk, een een verder naar binnen gelegen ribbe zeer sterk zijn afgeplat. Het oppervlak op die plaatsen heeft een geheel ander uiterlijk dan het oppervlak buiten die plaatsen.

1413-1417, 10° [45 x], en

1412-1416, 10° [129 x] laat dat verschil goed zien.

1411-1413, 10° [444 x] toont bij hogere vergroting een merkwaardig oppervlak op de ribbe, met nog net iets van het buiten-ribbe oppervlak.

Het spectrum (24), gemiddeld over de oppervlakken want opgenomen tijdens het fotograferen geeft naast Si ook Al, wat S, vrij veel Cl, nog meer K en vrij wat Fe.

Dicht bij een andere ribbe op hetzelfde stuk lagen wat haartjes en brokjes, zoals de

foto 1418 [1290 x] toont. Het spectrum (25) van dit deeltje toont weinig Si (fluorescentie?), met nogal wat Al, S, K, en Ca, naast Ti en vrij veel Fe.

1422-1426, 10° [45 x], laat datzelfde brokje ook herkennen, in de linkeronderhoek. Dit stereopaar laat weer een paar ribben zien. Er zijn tamelijk diepgelegen ribben die scherp zijn; verder buitenste punten, die hetzelfde oppervlak tonen als al eerder op de punt van dit stuk gezien werd; en tenslotte wat verder van de buitenste punten afgelegene ribbedeelstukken, die een afronding te zien geven zoals al eerder op het stuk Hijken gefotografeerd werd.

1421-1425, 10° [129 x], toont de laatste twee soorten ribbe-oppervlakken, samen met een deel zijvlakoppervlak. Er lijkt een verschil te zijn tussen het afknottingsoppervlak op de punt en het andere ribbeoppervlak. Het eerste toont wat meer oplading. Dat verschil tussen ribbeoppervlakken is ook nog net te zien op

1420-1424, 10° [450 x]. Andere brokken die aan de voet van de helling liggen tonen hun oplading door hun lichte bovenlagen.

1419-1423, 10° [1290 x] laat alleen het regelmatigere ribbe-afrondingsoppervlak zien.

Het originele oppervlak van een natuurlijk brokje vuursteen (geen artefact), met een windlak-laag (verder aangeduid als "windlak natuur"):

1435-1440, 10° [51 x], ziet er op ribbe en zijkanten net zo uit als de vuistbijl Anderen met windlak, doch heeft geen krassen. Er is ook hier geen verschil tussen ribbeoppervlak en zijvlakoppervlak.

1434-1439, 10° [147 x], laat dat bij hogere vergroting zien. Er blijken wel rechte en evenwijdige sporen van breuken of iets dergelijks op het oppervlak te bestaan, zoals ook bij de kleinere vergroting al te zien was. Voorts zitten er wat fossieltjes (?) in

1433-1438, 10° [416 x], maakt duidelijk, dat de wat lichter getinte vlekken uit kristalletjes bestaan, wat nog duidelijker is op

1432-1437, 10° [1470 x] en op

1431-1436, 10° [4160 x]. Deze kristallen lijken veel op die van het stuk Hogersmilde 1966/VI 18, o.a. foto's 1338-1341.

Het spectrum (27) van zo'n kristal toont weer veel Na, Cl en K, naast Si, en ook S en Ca.

Het spectrum (26) opgenomen tijdens het aftasten met zodanig lage vergroting, dat de kristallen een onbelangrijk deel van het oppervlak besloegen, toonde eingenlijk alleen Si, naast een weinig van de al gevonden Cl en K, met aanduidingen van Na, Ca, Ti en Fe.

Hetzelfde brok "windlak natuur" werd geboend met lauw kraanwater en toiletzeep, en er werd getracht hetzelfde stuk oppervlak terug te vinden 1447-1452, 10° [45 x], laat zien, dat dit doel niet werd bereikt.

Getuige de opladingsverschijnselen is ofwel het geleidingsvermogen van het oppervlak sterk verlaagd door wegwassen van de dunne geleidende zoutenlaag, óf de toiletzeepresten zijn niet voldoende weggespoeld. Scheuren in het oppervlak zijn ook hier weer te zien, zoals ook in:

1446-1451, 10° [129 x]. Het glad-afgeslepen karakter van het oppervlak wordt nog duidelijker bij hogere vergroting:

1445-1450, 10° [453 x],

1444-1449, 10° [1290 x], en

1443-1448, 10° [4530 x], waar ook de veelvuldig aanwezige putje te zien zijn. Er zijn verder geheel vlakke stukken van een lichtere tint te zien, met een oppervlak dat op gelijke hoogte ligt als de andere vlakke stukken. Ook zijn er lager gelegen, niet afgeslepen oppervlakken welke hun slechte geleidingsvermogen tonen door een glimmerige afbeelding.

Het spectrum (28) van dit geassen oppervlak toont alleen Si, met een grote piek-achtergrondverhouding.

In een poging te zien wat het effect zou zijn voor ^{de} afbeelding van een hogere versnellingspanning, werden twee stereoparen bij 25 kV gemaakt:

1454-1456, 10° [162 x] en

1453-1455, 10° [1610 x] laten iets minder oplading zien, maar er is verder weinig verschil. Daar het onderzoek gericht was op bekijken van oppervlaktelagen, werd verder steeds met 15 kV gewerkt.

De verse breuk van het stukje "windlak natuur" werd bekeken en gemeten om een vergelijking te hebben met het oppervlak.

1461-1466, 10° [42 x] toont de breuk. Er zitten stukjes in de steen, die minder electronen emitteren, en dus donkerder zijn. Het gemiddelde atoomnummer van die brokjes is in zulke gevallen veelal lager dan in lichtere omgevende delen. Een analyse werd niet gemaakt van die stukjes. De inhomogeniteit blijkt o

1460-1465, 10° [126 x] en

1459-1464, 10° [420 x] en

1458-1463, 10° [1260 x] en ook

1457-1462, 10° [4200 x] tot op microschaal te bestaan. Er lijken ook allerlei 'draden' van vooralsnog onbestemde soort door de steen te lopen. Lichte oplading is hier en daar te zien.

Het spectrum (29) toont naast Si weinig K en wat meer Fe.

Geprobeerd werd van siliconen kranenvet een afbeelding te maken en een spectrum op te nemen. Verwacht werd, dat veel oplading afbeelding moeilijk zou maken. Volgens de specificatie van dit "Dow Corning" vet bestond het uit een silicon-vloeistof en een silica-vuller.

1469-1472, 10° [42 x], toont, dat afbeelding weinig moeite gaf, hoewel het glimmerige oppervlak wel oplading toont. Het afgetaste vlakje voor opname van het spectrum laat uitdroging zien, waardoor het uiterlijk anders wordt, maar afbeelding niet slechter.

1468-1471, 10° [126 x], en
 1467-1470, 10° [420 x], laten hogere vergrotingen zien. Bij deze
 laatste vergroting is het spectrum opgenomen.

Dat spectrum (30) toont naast een vermoeden van S alleen Si.

Van zuiver silicium werden geen aftastfoto's gemaakt, maar wel een spectrum. Silicium verbindt zich graag met zuurstof, en het is waarschijnlijk, dat de oppervlakte wat zuurstof zal bevatten.

Het spectrum (31) toont Si met een zeer grote piek-achtergrondverhouding en er is een klein Cl-piekje. Het silicium is lange tijd (maanden) in de gewone laboratoriumlucht bewaard, slechts afgedekt door een glaasje. Een directe verklaring van de Cl-piek is dit niet.

Een brokje vuursten ergens (door een kind) gevonden, toont op zijn oppervlak allerlei deeltjes. Helaas zijn de foto's van die deeltjes mislukt.

Het spectrum (32) van één zo'n deeltje laat naast Si veel Al, K en Fe zien, naast vrij wat S, Cl, Ca en Ti.

Een ander deeltje toont (spectrum 33) veel P, S, K, en Fe, naast relatief weinig Si, maar bovendien is er Na, Mg, weinig Al, Cl, Ca en Ti. Het voorkomen van deze elementen is blijkbaar normaal voor deeltjes op oppervlakken.

Een verse breuk van een soortgelijk (ook door een kind gevonden) brokje vuursteen werd bekeken en gemeten. De aftastfoto's zijn ook hier mislukt, maar de andere zijde van de breuk is ook gefotografeerd, op foto's 1510-1521.

Het spectrum (34) toont alleen Si, met slechts vermoedens van aanwezigheid van Cl en K.

Het hier direct bovengenoemde breukoppervlak werd op een lappenschijf gepolijst met 'polijstvet' (zie hieronder). Daarna werd het vuilgeworden oppervlak met aceton, tetrachloorkoolstof, lauw water, zeep en een borstelje en tenslotte met aceton-schoongemaakt.

1502-1507, 10° [39 x], toont een overzicht. Er is hier en daar nogal oplading.

1501-1506, 10° [117 x], toont een ribbe.

1500-1505, 10° [390 x], toont de afslijping van de ribbe; de oplading hoort blijkbaar voornamelijk bij dieper gelegen delen en holtes.

1499-1504, 10° [1170 x], laat de afslijping nog duidelijker zien. Dit oppervlak toont veel overeenkomst met 1443-1448: de "vindlak natuur" na boenen met toiletzeep, zoals

1498-1503, 10° [3900 x], nog duidelijker toont.

Het spectrum (35) toont naast normale hoeveelheid Si ook een weinig Na, S, Cl, K en Ca.

De verse breuk op de andere zijde van de breuk behorend bij het hier direct boven vermelde breukoppervlak werd bekeken en gemeten, om te compenseren voor het mislukken van de foto's van dat oppervlak zoals het was vóór het polijsten en reinigen.

1515-1521, 10° [46 x], laat de scherpte van randen zien bij een verse breuk van dit materiaal. Er zijn kleine schilfertjes die óf bij de breuk zijn ontstaan, of als insluitsels in de steen aanwezig zijn.

1514-1520, 10° [129 x],

1513-1519, 10° [457 x], en

1511-1518, 10° [1290 x], laten brokkeligheid en schilfers ook op microschaal zien. Deze verse breuk geleidt electriciteit

12

getuige de glimmerige opladingseffecten blijkbaar slecht. 1510-1516, 10° [4570 x], heeft minder last van oplading. De grote scherpte van de ribbe valt op.

Het spectrum (36) geeft naast Si alleen wat Fe. De kleur van deze steen in geelbruin.

Er werd een spectrum (37) van het 'polijstvet' gemaakt, ter vergelijking met spectrum (35) van het oppervlak dat met polijstvet werd bewerkt. Dit vet wordt in grote roodbruine blokken (ca. 8 cm x 8 cm x 16 cm) verkocht. In de instrumentmakerij wordt zo'n blok tegen de roterende lappenschijf aangehouden, en daarna houdt men het te polijste werkstuk ertegenaan. Een stukje van dit vet werd op een grafietplak gelegd en spectraal gemeten (de EDAX kan koolstof (grafiet) niet meten; het heeft atoomnummer 6).

Het spectrum (37) toonde veel Si, betrekkelijk veel Al, naast vrij wat S, Cl, K, Ca, Ti en Fe. Ook was er een Ag-piek te zien, wat de verdenking opleverde dat de al voor andere metingen gebruikte grafietplak vuil was.

De grafietplak werd gereinigd door het circa een half uur op kamertemperatuur in pro analyse salpeterzuur te leggen, af te spoelen met gedemineraliseerd water gedurende circa 10 minuten, en te drogen met gedestilleerde aceton.

Op de gereinigde grafietplak werd spectrum (38) opgenomen. Hoewel koolstof zelf, dus de karakteristieke piek niet door de EDAX gemeten wordt, treedt er ook op grafiet een achtergrond op welke wel gemeten wordt. Op dit achtergrondspectrum was een Si-piek te zien -hoewel klein- en een betrekkelijke grote Fe-piek. De grafietplak is gemaakt door afdraaien op een draaibank met een stalen beitel, gevolgd door vlakschuren op carborundum (SiC) schuurpapier, zodat die plekken wel begrijpelijk zijn. De duur van de inwerking van het salpeterzuur lijkt dus onvoldoende te zijn geweest. Wanneer de electronenbundel op materiaal valt, dan is de indringdiepte in dat materiaal slechts enkele micrometers (bij 15 keV electronen). De geproduceerde röntgenstraling kan wat verder doordringen, en kan alleen door fluorescentie wat straling van de grafietplak-elementen maken. Dat zullen dan zeer kleine piekjes zijn.

Een nieuwe kruimel polijstvet, diep uit het verse blok gehaald, werd op de gereinigde grafietplak gelegd en gemeten.

Het spectrum (39) toonde vrijwel dezelfde samenstelling, met geheel dezelfde elementen. Alleen was er nu een aanduiding van mogelijke aanwezigheid van V, Cr en Mn.

Gedacht werd nu aan een glansverhogende substantie zoals siliconenwas, waarmee de scherfbreuk van foto's 1498-1507 tot hoogglans gebracht zou kunnen worden. Als eerste werd gedacht aan siliconenwas voor autolakken bv. "Quick Wax" van Valma. Een vers likje werd spectraal gemeten.

Het spectrum (40) toonde Si, iets Cl en Fe, en een aanduiding van Al.

Dezelfde scherfbreuk van foto's 1498-1507 werd op een nieuwe, nog niet gebruikte lappenschijf met "Quick Wax" gepoetst tot fraaie hoogglans. De zo verkregen hoogglans glimt sterker dan de patina van de hierboven beschreven stukken, met uitzondering van die van Hijken en Hogersmilde, en lijkt sterk op de glans van de windlak van de vuistbijl Anderen en van "windlak natuur". De overeenkomst met de glans van de stukken van Hijken en Hogersmilde was niet vast te stellen, daar deze stukken op het moment van deze proef niet meer ter beschikking stonden.

Vervolgens werd geprobeerd deze glans met lauw water, toiletzeep en een borsteltje te verwijderen. Daarbij werd een deel van het glimmende oppervlak bedekt met een papierstrook. Het bleek inderdaad mogelijk de glans te verwijderen; het verschil met het afgedekte deel was groot. De proef werd nogmaals door een andere persoon herhaald, met hetzelfde resultaat. Door de lappenschijf werd ook enige mechanische polijstwerking uitgeoefend: de hogere ribben en ribbels kregen een weinig glans, die permanent is.

Ook wrijvend met "Quick Wax" en een doekje bleek -hoewel minder goed- een hoogglans te kunnen worden aangebracht. Zonder verder reinigen werd dit oppervlak bekeken en gemeten. Getracht werd zo goed mogelijk dezelfde plaats terug te vinden als van foto's 1498-1507.

1527-1532, 10° [39 x], geeft een overzicht. Door een ongelukkig toeval is de kwaliteit van de foto nogal matig door sluiering van de film tijdens de filmbehandeling.

1526-1531, 10° [117 x], laat wat vlokkige vlekken links van de hoge ribbe zien. Dat is waarschijnlijk was welke tegen lokale oneffenheden is blijven zitten.

1525-1530, 10° [390 x] toont duidelijk de verdergaande afslijping van de hoge ribbe door de polijstende werking van de lappenschijf er ontstaan al gesloten vlakken, met daarin hier een daar putten. In de lager gelegen gedeelten, voornamelijk links op de foto, heeft minder slijping plaats gehad.

1524-1529, 10° [1170 x], laat dit nog beter zien. Hier en daar zijn glimmerige brokken; waarschijnlijk was.

1523-1528, 10° [3900 x], geeft hetzelfde beeld.

Het spectrum (41) geeft Si met een grote piek-achtergrondverhouding, en wat Ca en Fe. De aanwezigheid van de laatste twee elementen is wat onverwacht. Het gebruikte doekje was reeds meerdere malen gewassen, en het is niet uitgesloten, dat het Ca afkomstig is van kalk in het weefsel, waar wellicht ook Fe in zit.

Een andere wassoort, Albert Heyn "Witte wrijfwas met siliconen", werd gemeten. Het spectrum (42) toont een vrij kleine Si piek en wat Fe.

Het originele oppervlak van een Deens neolithisch, geslepen, bijltje 1964/VIII 10 werd bekeken en gemeten.

1540-1545, 10° [43 x], laat zien dat dit oppervlak zeer sterke oplading vertoont; zo sterk zelfs, dat interpretatie van het beeld problemen schept. Bij hogere vergroting gaat het wat beter:

1539-1544, 10° [125 x]. De groeven geven sterke oplading. Deze en de vorige kleinere vergroting laten zien, dat de contaminatie -ontstaan bij de hogere vergrotingen- zelfs verplaatsing van de bundel kan veroorzaken met als gevolg de suggestie van een hoogteverschil door contrastverandering.

1543-1548, 10° [432 x], geeft al minder interpretatieprobleem. Het gegroefde en verweerde (putterige) oppervlak is goed te zien.

1542-1547, 10° [1245 x], en

1541-1546, 10° [4320 x], tonen dat nog beter, hoewel 1546 slecht is.

Veel betere beelden werden verkregen -op een iets andere plaats- door alleen gebruik te maken van snelle, teruggestrooide electronen. Deze ondervinden minder invloed van oplading. Het signaal is echter zwakker, en er moet met een circa 10 maal zo hoge invallende electronenstroom worden gewerkt. Dat gaat ten koste van het scheidend vermogen.

1559-1564, 10° [45 x], toont de groeven (van het slijpen?) welke in het diepere kuiltje niet doorlopen. De sterke variatie in groefvorm, groefdiepte en -richting valt op.

- 1558-1563, 10° [128 x], laat zien dat het oppervlak wat verweerd er uit ziet, en dat de groefranden onregelmatig zijn afgerond.
- 1557-1562, 10° [453 x], toont dat nog beter; er is een hoogteverschil te zien iets onder het midden van de foto. Deze stap is evenwijdig aan de onderrand van de foto, en is daarom verdacht: het lijkt waarschijnlijk, dat het de rand van een gecontamineerd veld is, ontstaan bij het bekijken van het oppervlak en uitzoeken van een geschikte fotoplaats vóór het maken van deze foto's. Op het volgende stereopaar:
- 1556-1561, 10° [1275 x], is dezelfde stap te zien, maar niet in dezelfde verhouding met de vergroting hoger. Dit is aanleiding om aan bundelplaats-beïnvloeding te denken, zoals bij het secundair electronen beeld. Mogelijk is de bundelbeïnvloeding door oplading, of wel de oplading zelf minder bij hogere vergrotingen wanneer immers een kleiner vlakje met dezelfde aftasttijd, dus lagere lineaire snelheid wordt afgetast. De afronding en ververing vindt men ongeveer gelijk op de 'uitstekende' oppervlakdelen als in de lagere delen zoals kuiltjes, en bodems van groeven.
- 1555-1560, 10° [4530 x], duidt daar ook op. De algemene 'donzigheid' van het beeld doet vermoeden, dat er op het oppervlak een laag met gering gemiddeld atoomnummer aanwezig is. Het scheidend vermogen is hier niet de oorzaak, zoals uit de kleine, doch goed gedefinieerde ronde deeltjes te zien is. Het is niet uit te sluiten, dat de contaminatielaag deze donzigheid (mede) veroorzaakt.

Het spectrum (43) van dit bijltje toont naast Si, ook Na, Al, S, Cl, K, Ca en Fe.

Het is opvallend, dat naast uiteraard Si -vuursteen is voor het grootste deel SiO₂ - veelal de elementen Na, S, Cl, K, Ca, en Fe te vinden zijn, en soms Mg, P en Ti. Ti is een veel voorkomende begeleider van SiO₂, maar wat de rest als oorsprong kan hebben was niet duidelijk. Gaandeweg ontstond het idee, dat de meeste van deze elementen op de steenoppervlakken kunnen zijn gekomen door hun aanwezigheid op de handen van al diegenen, die de stukken hebben vastgehouden.

In hoofdstuk 7 van het boek Physiology and Biochemistry of the Skin van S. Rothman (referentie gekregen van Dr. E. Bleumink, Dermatologische Kliniek, Academisch Ziekenhuis Groningen) wordt het voorkomen van deze elementen op de menselijke huid behandeld. In zweet komen voor: Na, Cl, iets K, soms Mg, en ook P en S; in afbraakproducten van huid en huidvet: K, Ca en Fe. Het ontbreken van deze elementen op de gewassen stenen lijkt daarmee verklaard. Het optreden van Al in sommige spectra is niet opzienbarend getuige de grote hoeveelheden aanwezig in de vuursteen van Grand Pressigny.

Een stukje hoornige duimhuid welke niet kort tevoren gewassen was werd gemeten. Het spectrum (45) bevatte Na, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti en Fe ! Met die hand was kort tevoren een aantal diapositieven inglas ingeramd, en het lag voor de hand de plakstrookjes nader te bezien.

Een rafel van het witte deel van een half zwart half wit diaplakstrookje gaf een spectrum (46) waarin wat Na, veel Al en Si, S, Cl, veel K, Ca, Ti en Fe werd gevonden. Titaanwit is hier mogelijk de oorsprong van het Ti; het is een veelgebruikte verfstof.

Een stukje hoornige huid van de vinger van een andere persoon, die de plakstrookjes niet had gebruikt, gaf een spectrum (47) met Na, een

aanduiding van Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, geen Ti, wel Fe.

Tot slot werd het plastic deel van een veelgebruikte kogelpuntpen spectraal gemeten. Het spectrum (48) toonde weer dezelfde elementen: Na, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Fe.

Het lijkt dus waarschijnlijk, dat het hierboven geopperde idee steek houdt.

In een vroeger stadium van het onderzoek was gedacht aan natronwaterglas (Na₂SiO₃) als mogelijke oorzaak van eventueel kunstmatig aangebrachte glans. Het bleek mogelijk op het oppervlak van een stukje vuursteen een glans aan te brengen, maar het was een meer glasachtige glans. Bij boenen met water en zeep ging de waterglaslaag er niet af, maar bleek wit op te drogen. Vóór het boenen had de laag 24 uur te drogen gelegen. Het aftastmicroscop liet een overal gescheurde laag -als drogende klei- zien.

Het spectrum (44) van de gewassen laag op het vuursteen als drager toonde veel Na, iets Mg, zeer veel Si, verder K en Ca.

van een wetenschappelijk instituut.

VI. CONCLUSIE

Het doel van het onderzoek, namelijk oppervlakte(laag?) analyses uit te voeren voor het mogelijk vaststellen van een onderscheid tussen erkend authentieke artefacten en natuurlijke oppervlakken enerzijds, en stukken uit collecties gevonden door en toegeschreven aan Tj. Vermaning anderzijds is niet bereikt. Met het ongewapend oog was er wel een verschil in uiterlijke glans waar te nemen. Microscopisch noch spectraal was dit verschil te vinden.

Wel is aangetoond, dat door wassen met water en zeep, eventueel met behulp van een borsteltje, de glans van enkele aan die bewerking onderworpen 'Vermaning' stenen verdween, terwijl er noch bij de patina van een krabbertje uit Zeyen, noch bij de natuurlijke windlak enig verschil werd geconstateerd in glans vóór en na het wassen.

Het bleek mogelijk een in het laboratorium afgeslagen scherf van een vuursteen(?) brokje met behulp van een lappenpolijstschiif en Valma Quick Wax siliconen autowas te voorzien van een hoogglans, welke sterk op windlak lijkt. Deze glans is gemakkelijk met water en zeep -en een borsteltje- te verwijderen. Bij hogere vergroting valt de gelijkenis van dit oppervlak met dat van een brok "windlak natuur" op. Ook op de laatste -eveneens na wassen- zitten 'wasachtige' plekken.

Wordt een met siliconenwas tot hoogglans gepoetst scherfoppervlak spectraal gemeten, dan is deze bewerking uit de analyse niet te herkennen. Het is waarschijnlijk, dat poetsen met een andere wassoort dan siliconenwas evenmin uit het spectrum zal blijken.

Het is onwaarschijnlijk, dat waterglas tot de soort glans kan leiden, die op patina of windlak lijkt. Boenen met water en zeep levert een wit worden van het oppervlak op door microscopische scheurtjes.

Op de originele oppervlakken van zowel Vermaningstukken als van andere stukken en natuurlijke oppervlakken bleken deeltjes aanwezig te zijn, welke aluminium bevatten, naast kalium, calcium, enz. Kleimineralen zijn vooral kalium-aluminium-silikaten, met nog een veelheid van andere mogelijke elementen daarin.

Patina: verschil in gradatie niet in soort!

Op eigenlijk alle ongewassen voorwerpen, stenen of een gebruikt voorwerp zoals een pen, worden steeds dezelfde elementen gevonden. Deze elementen worden ook op de menselijke huid aangetroffen. Het lijkt derhalve waarschijnlijk, dat die elementen afkomstig zijn van de handen van degenen, die de voorwerpen hebben vastgehouden.

Twee van de drie Vermaningstukken welke vóór de inbeslagnamen werden bekeken toonden wel merkwaardige, karakteristieke afrondingen op ribben, met een karakter, dat bij de andere hier bekeken stukken niet gevonden werd. Soms was er sprake van afvlakken van ribben, met daarnaast, een eindje verderop op de ribbe, een anderssoortige en fijnere afronding.

Het lijkt waarschijnlijk, dat windlak een gevolg is van mechanische polijstwerking. Het oppervlak van het brok "windlak natuur" gelooft sterk op dat van een scherfribbe welke op een roterende lappopolijstschijf was gepolijst. Een proef genomen met polijsting van het oppervlak van een in de tuin gevonden vuursteenachtig brokje, met behulp van een rubber polijstdop en diamantpolijstpasta leverde een mooi transparante, glasachtige oppervlakte, die onder het lichtoptisch microscoop eigenlijk geen verschil liet zien met de windlak van de vuistbijl Anderen. Wel waren in het oppervlak van de laatste wat (verwerings?)putjes van diverse omvang aanwezig, en was de oppervlaktelaag licht bruinekleurd.

De witte oppervlaktelaag - 'witte patina' - aanwezig op de handsplitten Etten K 1948/I 168 vertoonde spectraal geen uitzonderlijke eigenschappen. Wel bleek dit oppervlak tamelijk veel en ook zeer kleine putjes te hebben, welke tesamen wellicht door lichtbrekingseffecten tot de witte (in daglicht of lamplight) kleur aanleiding kunnen geven. Een natronwaterglaslaag met microscopische scheuren was eveneens wit, terwijl de laag glasachtig en kleurloos was vóór de scheuren in de laag kwamen. Een verder onderzoek van 'witte patina' is niet uitgevoerd.

Born
11-41-75

* windlak bestaat niet eens!