

**UNIVERSITATEA “DUNĂREA DE JOS” din GALAȚI - Școala Doctorală**  
**Domeniul de doctorat : Inginerie industrială**  
**Subdomeniul de doctorat : Materiale și metode avansate de studiu a sistemelor complexe**

**Titlul tezei de doctorat :**

**Contribuții privind caracterizarea microstructurală a ceramicilor de patrimoniu folosind tehnici nedistructive**

Contributions to the microstructural characterization of ceramics heritage using non-destructive techniques

**- REZUMAT -**

**Conducător de doctorat :**  
**Prof. Dr. MORARU LUMINIȚA**

**Student doctorand:**  
**GUGIU FLORICA**  
Căsătorită SZENDREI

NOIEMBRIE 2011

ROMÂNIA  
MINISTERUL EDUCAȚIEI, CERCETĂRII, TINERETULUI ȘI SPORTULUI  
UNIVERSITATEA DUNĂREA DE JOS DIN GALAȚI

Strada Domnească nr. 47, cod poștal 800008  
Galați, România  
E-mail: rectorat@ugal.ro



Tel: (+4) 0236-130.109; 0236-130.108; 336-130.104  
Fax: (+4) 0236 - 461.353  
www.ugal.ro

Către

Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați vă face cunoscut că în data de 18.11.2011 ora 13<sup>00</sup>,  
în sala SA 101, corp clădire 5, va avea loc susținerea  
publică a tezei de doctorat intitulată: "CONTRIBUȚII PRIVIND CARACTERIZAREA MICROSTRUCTURALĂ  
A CERAMICILOR DE PATRIMONIU FOLOSIND TEHNICI NEDISTRUCTIVE", elaborată de domnul/doamna  
GUGIU FLORICA(SZENDREI), în vederea conferirii titlului științific de doctor în Domeniul de doctorat -  
Inginerie Industrială.

Comisia de doctorat are următoarea componență :

**Presedinte:** Prof.univ.dr.ing. Lucian-Paul GEORGESCU  
Decan - Facultatea de Științe și Mediu  
Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați

**Conducător  
de doctorat:** Prof.univ.dr.fiz. Luminia MORARU  
Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați

**Referent 1:** Prof.univ.dr. Paul STERIAN  
Universitatea POLITEHNICA București

**Referent 2:** Prof.univ.dr. Ion V. POPESCU  
Universitatea VALAHIA Târgoviște

**Referent 3:** Prof.univ.dr.fiz. Mirela PRAISLER  
Prorector-Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați

Cu această ocazie vă transmitem rezumatul tezei de doctorat și vă invităm să participați la susținerea  
publică. În cazul în care doriți să faceți eventuale aprecieri sau observații asupra conținutului lucrării, vă rugăm să le  
transmițeți în scris pe adresa Universității, str. Domnească nr. 47, 800008 - Galați, Fax - 0236 / 461353.

**RECTOR,**  
Prof.dr.ing. Viorel MINZU

**SECRETAR DOCTORAT,**  
Ing. Luiza AXINTE

## CUPRINS

### STRUCTURA LUCRĂRII ȘTIINȚIFICE

#### *Cuvânt înainte*

#### **Introducere**

Motivația și importanța cercetării

Stadiul actual general al metodelor de analiză nedistructivă

Bibliografie

### **CAP. 1 PREZENTARE ISTORICĂ A MATERIALULUI CERAMIC**

#### **1.1 Repere geografice**

1.1.1 Ceramica de Barboși

1.1.2 Ceramica de Cucuteni

#### **1.2 Descrierea arheologică a fragmentelor de ceramică analizate**

1.2.1 Ceramica de Barboși

1.2.2 Ceramica de Cucuteni

#### **1.3 Concluzii**

Bibliografie

### **CAP. 2 ANALIZA CU ULTRASUNETE APLICATĂ LA STUDIUL CERAMICII ARHEOLOGICE**

#### **2.1 Caracterizarea mediului poros**

#### **2.2 Teorii și modele utilizate**

2.2.1 Propagarea ultrasunetelor prin mediul poros

2.2.2 Analiza nedistructivă cu ultrasunete a ceramicii

#### **2.3 Studii experimentale proprii**

2.3.1 Determinarea porozității deschise (metoda Arhimede)

2.3.2 Determinarea parametrilor acustici

#### **2.4 Rezultate și discuții**

#### **2.5 Concluzii**

Bibliografie

### **CAP. 3 TEHNICA SEM APLICATĂ LA STUDIUL DISTRIBUȚIEI PORILOR ÎN CERAMICA ARHEOLOGICĂ**

#### **3.1 Stadiul actual al cercetării în microscopia cu electroni**

#### **3.2 Studii experimentale proprii**

#### **3.3 Date experimentale proprii**

3.3.1 Ceramica de Barboși

3.3.1.1 Rezultate statistice pentru datele experimentale obținute prin analiza SEM

3.3.2 Ceramica de Cucuteni

3.3.2.1 Rezultate statistice pentru datele experimentale obținute prin analiza SEM

### **3.4 Discuții**

### **3.5 Concluzii**

## **CAP.4 ANALIZA DISTRIBUȚIEI PORILOR ÎN PROBE CERAMICE FOLOSIND TEHNICI DE PRELUCRARE A IMAGINILOR**

### **4.1 Analiza granulometrică a porilor**

4.1.1. Stadiul actual al cercetării

4.1.2. Granulometria particulelor

4.1.3. Curbe de distribuție granulometrică

4.1.4 Studii experimentale proprii

4.1.5 Rezultate și discuții

### **4.2 Numărul lui Euler: o metodă pentru analiza statistică a porozității ceramicii**

4.2.1 Despre topologie și numărul lui Euler

4.2.2 Date experimentale

4.2.3 Discuții

4.2.4 Concluzii

Bibliografie

## **CONCLUZII GENERALE**

## **STUDII ȘI DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE**

## **LISTĂ LUCRĂRI PROPRII**

## *Cuvânt înainte*

Pentru neavizați, noțiunea de arheologie poate să pară mai mult istorie decât ceea ce este ea: în fond, o știință distinctă.

Istoricii timpurilor mai recente se folosesc de documente scrise, la care adaugă obiectele existente pentru a ilustra viața și istoria popoarelor din vremurile mai apropiate.

Pentru un arheolog, documentele scrise sunt puține, dacă acestea există. În multe cazuri, artefactele fizice reprezintă tot ceea ce arheologii pot să aibă la îndemână pentru a încerca să reconstruiască trecutul. Interpretarea semnificației artefactelor găsite a devenit aproape indispensabilă fără ajutorul arheometriei.

Știința interdisciplinară a arheometriei poate fi definită ca aplicarea și folosirea științelor naturale (matematica, fizica, chimia, biologia, geologia) în studiile de arheologie și de istoria artei.

În țara noastră arheometria s-a născut după 1970, deși se poate afirma că, disparat, de la sfârșitul secolului XIX au existat studii antropologice, paleozoologice, petrografice, metalografice, care au sprijinit cercetarea arheologică românească.

## **STRUCTURA LUCRĂRII ȘTIINȚIFICE**

Lucrarea de doctorat are 4 capitole, un capitol Introductiv unde sunt prezentate premisele și fundamentele științifice care au stat la baza alegerii acestei teme de cercetare, importanța și motivarea cercetării științifice și o bibliografie bogată actualizată pe tema care face obiectul tezei. Capitolele 2, 3 și 4 au secțiuni dedicată datelor experimentale proprii, bibliografie și concluzii proprii. Există un capitol al Concluziilor finale și al direcțiilor de cercetare viitoare.

În prima parte a lucrării numită **Cuvânt înainte** se arată că arheometria este o știință interdisciplinară care folosește științele naturale (fizică, chimie, matematică, etc.) în studiile de arheologie și are ca scop reconstituirea trecutului prin analiza și măsurarea unor caracteristici ale artefactelor găsite. În țara noastră este o știință relativ nouă care a început să se contureze după anul 1970.

În **Introducere** se arată aspectele privind necesitatea, oportunitatea și obiectivele generale ale tezei și se prezintă premisele și fundamentele științifice care au stat la baza alegerii acestei teme de cercetare, importanța și motivarea cercetării științifice. Deasemenea se prezintă stadiul actual general al metodelor de analiză nedistructivă, evidențiindu-se metodele fizice care pot fi folosite în analiza artefactelor.

**Capitolul 1**, numit *Prezentare istorică a materialului ceramic* este structurat pe prezentarea reperelor geografice și istorice ale culturilor și locurilor de proveniență ale probelor de ceramică veche și pe descrierea arheologică a acestora. Fragmentele ceramice autentice provin din site-urile arheologice Tirighina-Barboși și Cucuteni-Cetățuie. În paralel s-au analizat și probe ceramice false care au fost realizate respectând metodele de lucru din trecut.

**Capitolul 2**, intitulat *Analiza cu ultrasunete aplicată la studiul ceramicii arheologice* analizează caracteristicile mediului poros, teoriile și modelele utilizate în literatura de specialitate pentru propagarea ultrasunetelor prin mediul poros și analiza cu ultrasunete a ceramicii și prezintă rezultatele experimentale proprii ale măsurărilor efectuate pentru determinarea porozității deschise și a parametrilor acustici ale probelor studiate.

Folosind modelul structurii solide (teoria Biot) și modelul propagării undei ultrasonore (propus de Ishihara) în materialele ceramice vechi s-au stabilit corelațiile care există între viteza de propagare a undei, proprietățile elastice ale mediului și caracteristicile fizice ale mediului poros (porozitate, tortuozitate).

Experimental s-au determinat densitatea, porozitatea deschisă, tortuozitatea folosind metoda Arhimede și s-au efectuat măsurători asupra vitezei de propagare și a atenuării undelor ultrasonore în probele ceramice. Deasemenea s-a exprimat porozitatea în funcție de modulul Young, în raport cu valoarea caracteristică a unui cristal perfect. Cu cât porozitatea este mai mică, valoarea modulului Young crește și implicit viteza ultrasonoră este mai mare. Astfel, prin intermediul modulului de elasticitate s-a stabilit interdependența dintre porozitate și viteza de propagare a ultrasunetelor prin material ca metodă de analiză nedistructivă.

**Capitolul 3**, *Tehnica SEM aplicată la studiul distribuției porilor în ceramica arheologică* continuă analiza porilor în imaginile obținute prin microscopie electronică prin scanare. Au fost analizate două tipuri de ceramică: primul grup format din 28 probe de ceramică veche autentică și al doilea grup format din 11 probe de ceramică falsă care vizual imită ceramica de Cucuteni.

Pentru fiecare probă de ceramică s-au realizat:

- analiza SEM a structurii,
- 50 de măsurători a mărimii porilor în programul AutoCAD,
- histograma de porozitate,
- curba de probabilitate a densității Gauss

Deasemenea s-au realizat histograma de porozitate și curba de probabilitate a densității Gauss cumulat pentru toate probele de ceramică autentică și pentru toate probele de ceramică falsă. Se urmărește punctul de maxim al acestor curbe dat de valoarea medie a măsurătorilor efectuate și aplatizarea curbei Gauss care este data de valoarea deviației standard,  $\sigma$ .

Valoarea medie evidențiază tendința centrală, simetria și omogenitatea seriilor de valori statistice.

Deviația standard măsoară dispersia datelor în cazul unei distribuții normale de tip gaussian. Cu cât valoarea lui  $\sigma$  este mai mare, cu atât curba este mai aplatizată. Când  $\sigma$  ia valori mici, curba este mai înaltă.

În acest capitol s-a demonstrat potențialul tehnicii SEM pentru caracterizarea ceramicii vechi.

**Capitolul 4**, intitulat *Analiza distribuției porilor în probe ceramice folosind tehnici de prelucrare a imaginilor* se referă la aplicarea analizei granulometrice pentru măsurarea porilor. Până în prezent această metodă a fost folosită pentru măsurarea granulației unei probe.

S-a descris metoda pentru procesarea digitală a imaginilor SEM în vederea îmbunătățirii măsurătorilor calitative ale structurii porilor. În acest scop dimensiunea porilor este combinată cu pixeli.

Scopul acestei analize este de a explora potențialul granulometriei digitale pentru calculul numărului Euler și caracterizarea structurii porilor din ceramica. Astfel se realizează descrierea cantitativă a caracteristicilor porilor în imaginile SEM, care mai departe ne dă informații privind tehnicile de modelare și ardere.

Numărul lui Euler al unei imagini binare este un element topologic fundamental, care rămâne invariant sub diverse transformări ale imaginii și care descrie structura unui obiect, indiferent de forma sa geometrică specifică. Valorile negative ale numărului lui Euler indică faptul că numărul de găuri (și anume porozitatea) este mai mare decât numărul de obiecte (sau structura solidă).

Rezultatele obținute demonstrează că valoarea numărului lui Euler poate fi folosită pentru a face diferențierea între cele două seturi de ceramică autentică și falsă.

Rezultatele cercetării au fost comunicate în 14 lucrări științifice, din care 2 lucrări ISI și 4 lucrări B+. Restul sunt publicate în proceedings ale unor conferințe din țară și străinătate, precum și în reviste de specialitate.

## Motivația și importanța cercetării

În acest studiu cu titlul **“Contributii privind caracterizarea microstructurala a ceramicilor de patrimoniu folosind tehnici nedistructive”**, pornind de la modele fizice existente în literatura de specialitate, am adaptat metoda de analiză cu ultrasunete și microscopia electronică pentru controlul nedistructiv al ceramicii.

Acestea urmăresc lărgirea domeniilor de cercetare arheologică în vederea creării unor baze de date, care să fie asociate unor sisteme de programe, unele existente, altele în studiu, menite să ofere noi posibilități de clasificare a datelor, de prelucrare a informației, de ordonare cronologică în serii cronologice sau culturale, de reconstituire și modelare a mediului și vieții comunităților etno-culturale.

Cercetările care fac obiectul acestui studiu științific fac parte dintr-un studiu științific foarte amplu ce urmărește construirea unei baze de date exhaustive care să cuprindă diferite caracterizări fizico-chimice a probelor ceramice de patrimoniu în scopul combaterii traficului ilegal de obiecte de patrimoniu. Cercetările au fost efectuate în cadrul proiectului ARHEOPOLICE/ONCSIS PN II-PC-81-041 derulat în perioada 2007-2010.

Tema de cercetare propusă se încadrează în categoria cercetare aplicativă și utilizează, pe lângă metodele tradiționale ale arheologiei, metode moderne de analiză, toate nedistructive în abordare, în scopul protejării eșantioanelor de lucru care aparțin patrimoniului național.

Direcțiile de cercetare au urmărit determinarea porozității probelor ceramice de patrimoniu, corelarea acestor valori cu viteza de propagare a undelor ultrasonore în mediu solid poros și pentru a îmbunătăți estimarea valorilor porozității am utilizat mediu de programare MATLAB.

Ca originalitate a metodelor de studiu abordate menționăm că am reușit să aplicăm cu succes modelele matematice ce descriu comportarea propagării undelor ultrasonore în medii solide cu porozități ridicate la probele ceramice ce au un nivel de porozitate ce poate fi încadrat ca nivel mediu. Valorile determinate ale porozității au fost verificate prin studiul propagării undelor ultrasonore și corelate cu comportamentul cvasielastice al structurii rigide a probelor ceramice.

O abordare nouă în analiza valorii porozității și a distribuției acesteia în funcție de mărimea porilor deschiși o reprezintă metodele de analiză dezvoltate în mediu de propagare și simulare MATLAB prin adoptarea cu succes a metodelor folosite în diagnoza medicală a maladiilor hepatice. În acest context, s-a propus ca metodă de analiză globală a valorilor



porozității probelor ceramice utilizarea numărului lui Euler, rezultatele fiind confirmate de studiile privind porozitatea.

Așa cum am menționat, metodele de investigare propuse în această lucrare științifică de doctorat vor fi corelate cu studii spectrometrice asupra ceramicilor de patrimoniu (SEM-DX, FTIR, RAMAN) în scopul de a se construi un sistem expert și o bază de date națională ce va conține descriptori variați ai probelor ceramice de patrimoniu: descriptori arheologici, macrofotografii, parametri fizici, chimici și spectrometrici.

## Întroducere

### Stadiul actual general al metodelor de analiză nedistructivă

**Metoda carbonului radioactiv C14.** Metoda constă în măsurarea izotopilor radioactivi ai carbonului, din resturile carbonizate ale unor materii organice aflate în depunerile arheologice. Pentru acestea se folosesc probe de cărbune, oase sau resturi organice, care sunt transformate în gaze. Aceste gaze sunt introduse în aparate (tub ce măsoară scintilația) cu ajutorul cărora poate fi măsurat izotopul 14 al carbonului (C14).

**Metoda arheomagnetică,** se bazează pe faptul că lutul ars are o proprietate importantă: aceea de a memora, pe durata răcirii, câmpul magnetic al locului în care are loc procesul de ardere. Drept urmare, metoda arheomagnetică poate fi utilizată numai pentru obiectele din lut ars care au rămas pe loc după ardere ca, de exemplu, oale găsite în cuptoare de ars ceramica sau pe vetre, pereții din lut ai unei locuințe care a ars și apoi s-a prabușit pe loc.

**Metoda datării prin luminiscentă** se bazează pe proprietățile anumitor minerale de a stoca energia radiațiilor nucleare. Un fond radioactiv este omniprezent în natură, și cu cât aceste minerale sunt expuse pentru un timp mai îndelungat, cu atât stochează mai multă energie. Prin stimulare (termică sau optică), o parte din această energie poate fi eliberată sub formă de emisie fonică, fenomenul numindu-se luminiscentă.

**Difracția de raze X** este o tehnică analitică non distructivă folosită la identificarea și determinarea calitativă și cantitativă a diferiților compuși cristalini, cunoscuți sub denumirea de "faze", compuși care sunt prezenți în materialele solide și în pulberi.

Această metodă se utilizează cu succes la determinarea componentelor minerale din probele ceramice.

Principiul fizic folosit în măsurătorile efectuate se bazează pe reflexia normală a razelor X pe suprafața planurilor reticulare din rețeaua cristalină a substanțelor prezente în probele de ceramică.

**Microscopia electronică.** Electronii generați de un tun electronic și supuși la tensiuni de accelerare sunt focalizați și dispersați pentru a forma o imagine prin trecerea lor prin câmpuri electrostatice sau electromagnetice.

Semnalele rezultate în urma interacției fasciculului primar cu proba sunt: electronii secundari, electronii retrodifuzati (retroîmprăștiați), electronii Auger, electronii transmiși (în cazul probelor foarte subțiri), radiațiile X, catodoluminiscenta și tensiunea electromotoare indusă. Mărimea semnalelor obținute, depinde de trei factori: grosimea probei investigate, compoziția chimică a acesteia și tensiunea de accelerare a electronilor.

**Analiza cu ultrasunete.** Aplicarea ultrasunetelor în diferite domenii beneficiază de proprietățile acestora: lungimea de undă mică, dirijarea lor prin reflexie în diferite direcții, capacitatea de difracție și refracție.

Producerea și propagarea ultrasunetelor presupune, în primul rând, existența unor medii continue și deformabile. Pentru a studia proprietățile mediilor cristaline trebuie studiată relația dintre diferitele constante elastice ale mediului și starea de solicitare la care este supus mediul cristalin, aflat în echilibru static sau dinamic.

Viteza de propagare a undelor ultrasonore în gaze,  $c$ , în intervalul de frecvențe de până la câțiva megaherți, pentru o anumită temperatură  $T$  și presiune  $p$ , poate fi considerată independentă de frecvență, deoarece variația acesteia nu depășește 3%. În domeniul frecvențelor mai înalte, variația vitezei în raport cu frecvența nu mai poate fi neglijată.

În solide, dacă mediul de propagare este nelimitat, viteza de propagare este de forma:

$$c = \sqrt{\frac{E(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad (2)$$

unde  $E$  reprezintă modulul de elasticitate longitudinal (sau modulul lui Young) și  $\mu$  este coeficientul lui Poisson. Relația (2) indică dependența vitezei de propagare a undelor acustice longitudinale în solide, de densitatea și proprietățile elastice ale mediului.

**Spectroscopia** este o denumire generică dată unei clase de procedee și tehnici experimentale prin care se urmărește și se cuantifică efectul absorbției sau emisiei de energie de către o probă supusă analizei chimice calitative și/sau cantitative. Scopul spectroscopiei este acela ca dintr-un spectru să se obțină informații despre proba analizată precum: structura internă, compoziția chimică, cinetică.

### **Bibliografie:**

[1] C. Cosma, V. Benea, Alida Timar, M. Gligor, Simona Varvara, Datarea prin luminiscentă stimulată termic(tl) și optic (osl).

Aplicatii în arheologie, [www.bcum.uab.ro/.../Mihai\\_Gligor\\_Apulum\\_XLV\\_Termoluminiscenta.pdf](http://www.bcum.uab.ro/.../Mihai_Gligor_Apulum_XLV_Termoluminiscenta.pdf);

[2] Dorel Micle – Datarea în arheologie. Note de curs;

[3] [www.scribd.com/doc/57678478/Microscopie-electronica](http://www.scribd.com/doc/57678478/Microscopie-electronica)

[4] Joseph Goldstein, Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis, Plenum Press, 1981;

[5] Ludwig Reimer, Image formation in low-voltage scanning electron microscopy, L Reimer - 1993 - books.google.co

[6] [www.fizica.unibuc.ro/mdeo/AD/docs/sem-19-11-2010.pdf](http://www.fizica.unibuc.ro/mdeo/AD/docs/sem-19-11-2010.pdf)

[7] R.F. Egerton, Physical Principles of Electron Microscopy, Springer-Verlag gmbh & Co. KG, 2005;

[8] Luminița Moraru, Ultrasunetele-curs;

[9] [www.phys.ubbcluj.ro/.../MN-TESTARE%20CU%20ULTRASUNETE.ppt](http://www.phys.ubbcluj.ro/.../MN-TESTARE%20CU%20ULTRASUNETE.ppt)-testarea cu ultrasunete;

[10] [istorie.uab.ro/publicatii/colectia\\_auash/annales.../13%20ovidiu\\_cotoi.pdf](http://istorie.uab.ro/publicatii/colectia_auash/annales.../13%20ovidiu_cotoi.pdf);

[11] [prehistoire.e-monsite.com/rubrique,mestesuguri-neolitice,11...](http://prehistoire.e-monsite.com/rubrique,mestesuguri-neolitice,11...) Meșteșugurile în neolitic;

[12] Mirela Praisler, "Curs de spectroscopie", Litografia Universitatii "Dunarea de Jos" Galati, 1996 ;

[13] Mirela Praisler, 1999, "Spectroscopie", Editura Fundatiei Universitare "Dunarea de Jos" Galati, 1999, ISBN 973-99424-2-3;

[14] Constantin Gheorghies, Controlul structurii materialelor cu radiații X, Aplicații practice, oct. 2005;

[15] Constantin Gheorghies, Controlul structurii fine a metalelor cu radiații X, Editura Tehnică, București-1990;

[16] Valeria Suciu, Marcel-Valeriu Suciu, Studiul materialelor, Editura Fair Partners, 2008, ISBN 978-973-1877-01-3, p.185-190;

[17] Adam Lőrinczi, Contribuții la investigarea fenomenelor fotostructurale în materiale calcogenice, Teză de doctorat, Universitatea din București, I.O.D. - Institutul de Fizică Atomică, 2004.

## CAPITOLUL 1

### PREZENTARE ISTORICĂ A MATERIALULUI CERAMIC

#### 1.1 Repere geografice

##### 1.1.1 Ceramica de Barboși

Fortificația romană de tip *castellum*, de la Bărboși – Galați, pomenită de Ptolemeu, care o plasa la gura Siretului, pe malul stâng al Dunării, sub numele de Dinogeția, a fost ridicată pe un promontoriu, la cca. 44 m deasupra luncii Siretului, la cca 300 m nord de actuala gară Barboși și la Sud de șoseaua Galați – Tecuci, respectiv Galați – Brăila.

În urma cercetărilor efectuate, N. Gostar a fost primul care a dedus existența în timp și a unui castru a cărui incintă credea că se întindea de la marginea terasei superioare și până în lunca actuală al Siretului, ridicat la o data ulterioară construcției *castellum*-ului.

În cursul cercetărilor, desfășurate pe parcursul mai multor ani, în incinta presupusului castru investigațiile au pus în evidență, în partea vestică, pe versant, existența unei necropole birituale (datată între prima jumătate a sec. II și până la domnia lui Claudiu II Gothicul) și a unor complexe de locuire, considerate de către S.Sanie contemporane cu castrul.

Situl arheologic este amplasat pe marginea sudică a Platoului Țiglina, care este în fapt o terasă înaltă în zona de confluență a Siretului cu Dunărea, în extremitatea sudică a municipiului Galați.

### 1.1.2 Ceramica de Cucuteni

Cultura Cucuteni, una dintre cele mai vechi civilizații din Europa, a precedat cu câteva sute de ani toate așezările umane din Sumer și Egiptul Antic. Cultura Cucuteni se întindea pe o suprafață de 350 000 kilometri pătrați, pe teritoriul actual al României, Republicii Moldova și Ucrainei.

Cucuteni este o comuna din județul Iasi unde sapaturile efectuate între 1885 și 1910 au scos la iveala vestigii neolitice datând din anii 4.000 - 3000 î.Hr.

## 1.2 Descrierea arheologică a fragmentelor de ceramică analizate

### 1.2.1 Ceramica de Barboși

Fragmentele ceramice provin din cercetările arheologice întreprinse de Universitatea "Dunărea de Jos", în perioada 1 aprilie 2006 – 20 august 2006. Au avut ca obiectiv investigarea unei zone de 800,83 mp, aflată în aria rezervației arheologice Cartierul Dunărea Galați, Micro 20, zona blocurilor C7-F1, în vederea descărcării de sarcină arheologică.

### 1.2.2 Ceramica de Cucuteni

Fragmentele ceramice analizate provin dintr-un lot recoltat în urma unei cercetări de suprafață efectuată în așezarea cucuteniană de la Cucuteni – Cetățuie. Fragmentele originale, împreună cu cele rezultate din vasele construite experimental respectând toate procedurile de obținere a pastei, metode de ardere și pictare, au fost puse la dispoziția proiectului ARHEOPOLICE, în vederea calibrării sistemului expert de combatere a falsurilor.

### 1.3 Concluzii

Încărcătura istorică a sitului Tirighina fascinează și stârnește curiozitatea cu enigmatice ascunse de tăcerea pietrelor sale. Acolo a fost un castru roman de prin secolele II-IV e.n. construit pe locul unei cetăți dacice.

Nivelele de cultură dacică stratificate cu așezări preromane indică existența conviețuirii în mai multe perioade de timp.

Uneltele descoperite, urmele de metalurgie și cuptoarele de ars ceramică dovedesc că zona Tirighina-Barboși a fost un important centru meșteșugăresc și negustoresc.

Cândva, pe teritoriul actual al Moldovei, a existat cea mai mare civilizație din preistoria europeană, numită cultura Cucuteni, după satul cu același nume din apropierea Iașiului, unde în anul 1884 s-au descoperit primele vestigii.

Am putea spune cu certitudine că este o populație care a dat naștere civilizației europene găsim continuitatea în cultura românească. Ceramica meșterilor populari din satele românești mai păstrează încă elemente ale acestei culturi misterioase care depășește chiar și civilizația europeană.

Artefactele aparținând acestor populații surprind prin simbolismul și valoarea lor artistică.

Ceramica este una dintre cele mai vechi materiale prelucrate de om și un mare procent al artefactelor arheologice descoperite sunt ceramice.

Din acest motiv am folosit pentru studiu probele ceramice și am extins posibilitatea folosirii metodelor nedistructive de analiză asupra acestor materiale cu porozitate redusă.

Probele ceramice aparținând sitului arheologic de la Tirighina prezintă culori diferite, de la cărămiziu până la diferite nuanțe de cenușiu ca urmare a condițiilor de ardere diferite. În general se observă o slabă prelucrare a materialului.

Fragmentele ceramice de Cucuteni sunt făcute dintr-o pastă fină, cu excepția probelor 45 și 47 care evidențiază o pastă grosieră, cu impurități. Proba 47 conține degresant sub formă de nisip și scoică pisată spre deosebire de celelalte probe care sunt făcute din pastă fără degresant. Probele prezintă, în general, variație de culoare în secțiune ceea ce ne arată că arderea a fost incompletă și neuniformă. Culoarea variază de la portocaliu și cărămiziu ca urmare a unei arderi oxidante intense până la cenușiu ca urmare a unei arderi secundare semireducătoare.

## **Bibliografie (Capitolul 1):**

- [1] Ștefan Cucoș, *Faza Cucuteni B în zona subcarpatică a Moldovei*, Bibliotheca Memoriae Antiquitatis, VI, Piatra-Neamț, 1999;
- [2] Linda Ellis, *The Cucuteni- Tripolye Culture. A Study in Technology and the Origins of Complex Society*, în BAR International Series, 217, Oxford, 1984;
- [3] Mircea Petrescu-Dîmbovița, Mădalin-Cornel Văleanu, *Cucuteni-Cetățuie. Monografie arheologică. Săpăturile din anii 1961-1966*, Editura „Constantin Matasă”, Piatra-Neamț, 2004;
- [4] Hubert Schmidt, CUCUTENI DIN MOLDOVA-ROMANIA, Așezarea fortificată cu ceramică pictată, din epoca pietrei și cuprului și până în apogeul epocii bronzului, Editura Tehnopress, Iași, 2007;
- [5] Comunicări prezentate la primul simpozion Cucuteni-5000 redivivus, Științe exacte și mai puțin exacte, Ediția II, 2-3 octombrie 2007, Editura UTM Chișinău;
- [6] Barbu Slătineanu, Paul H. Stahl, Paul Petrescu, *Arta populară în Republica Populară Română. Ceramica*, Editura de Stat pentru Literatură și Artă, București, 1958;
- [7] Mihaela Denisia Liusnea, Niculina Dinu, *Raport arheologic privind campania de cercetare preventivă din 2006, Galați, Cartier Dunărea*, în Cronică Cercetărilor Arheologice din România, Institutul de Memorie Culturală, București, 2007, p. 160-162;
- [8] M. Brudiu, *Săpăturile de salvare din castellum de pământ (sec. II-III e.n.)*, în MCA, 14, 1980, p. 314-320 ; Idem, *Un castellum roman descoperit la Galați și semnificația lui*, în Danubius, X, 1981, p. 59-72 ;
- [9] S. Sanie, *Civilizația romană la est de Carpați și romanitatea pe teritoriul Moldovei (sec. II î.e.n. – III e.n.)*, Editura Junimea, Iași, 1981, p. 75-127;
- [10] Au fost cartate 81 de morminte aparținând celei mai mari necropole romane din Sudul Moldovei, suprafața acesteia fiind de aprox. 5 ha;
- [11] Ovidiu Cotoi, *Observații privitoare la tehnologia și materiile prime utilizate la prepararea pastei ceramicii Cucuteni C*, în Annales Univeritatis Apulensis, SH, 11/1, 2007, p. 153-160;
- [12] Năstase Marin, *Castru roman sau cetatea regelui Aiete*, Supliment al cotidianului “Viața liberă”, 5,12,19,26 noiembrie și 3 decembrie 2010.

## **CAPITOLUL 2**

### **ANALIZA CU ULTRASUNETE APLICATĂ LA STUDIUL CERAMICII ARHEOLOGICE**

#### **2.1 Caracterizarea mediului poros**

În general, putem defini *mediul poros* ca un material care are goluri interioare ce pot comunica între ele. Aceste goluri poartă numele de interstiții, spații poroase sau pori. Forma și dimensiunile lor sunt variabile și sunt distribuite aleatoriu în interiorul materialului respectiv (de la interstițiile moleculare la golurile extrem de mari, numite caverne). Datorită

neuniformității mediului poros definirea parametrilor caracteristici se face pe baza unor valori medii.

Caracteristicile fizice ale probelor de ceramică ce pot fi analizate sunt: densitatea, porozitatea, indicele porilor și compactitatea.

**Densitatea absolută  $\rho$**  se definește prin raportul:  $\rho = \frac{m}{V}$

în care:  $m$  – masa probei (kg),  $V$  – volumul absolut (fara goluri sau pori;  $m^3$ ).

**Densitatea aparentă  $\rho_a$**  reprezintă raportul dintre masa  $m$  a unui material poros și volumul sau aparent  $V_a$ , adică:  $\rho_a = \frac{m}{V_a}$

în care:  $V_a$  – volumul aparent al probei incluzând volumul porilor și al golurilor interioare.

Masa materialului se determină prin cântărire, iar volumul aparent, după diferite metode în funcție de forma materialului prin:

- măsurarea directă a dimensiunilor probei pentru materialele cu o formă geometrică regulată;
- măsurarea volumului de apă dislocuit pentru materialele de formă geometrică neregulată;

**Porozitatea** caracterizează gradul de neumplere al volumului unui material cu substanță solidă. În funcție de natura porilor se deosebesc două tipuri de porozități: totală și aparentă (deschisă).

**Porozitatea totală** se definește ca raportul dintre volumul total al porilor închisi și deschiși  $V_p$  și volumul aparent al materialului  $V_a$ , adică:  $P_t = \frac{V_p}{V_a}$

**Porozitatea aparentă (deschisă)** reprezintă totalitatea porilor deschiși (comunicați cu exteriorul) care se găsesc în unitatea de volum (sau masă) de material. Această porozitate se determină numai pe cale experimentală. Dacă se notează cu  $m_1$  masa probei în stare uscată, cu  $V_a$  volumul aparent și cu  $m_2$  masa în stare saturată cu apă, atunci volumul de pori deschiși din proba respectivă este:

$$V_{pd} = \frac{m_2 - m_1}{\rho_{apă}} \quad (5)$$

Porozitatea aparentă, exprimată în funcție de volum  $p_{av}$  sau de masă  $p_{am}$ , este:

$$p_{av} = \frac{V_{pd}}{V_a}; \quad \% p_{av} = \frac{V_{pd}}{V_a} \cdot 100; \quad p_{am} = \frac{V_{pd}}{m_1} \left[ \frac{m^3}{kg} \right] \quad (6)$$

În cazul probelor de ceramică avem porozitate închisă și porozitate deschisă sau aparentă. În calculul *porozității aparente* se ia în considerare doar volumul porilor aflați în intercomunicație.

## 2.2 Teorii și modele utilizate

Ceramica veche este clasificată ca material solid poros: propagarea undei ultrasonore se face prin aerul din pori dar și prin partea solidă. În mod real, ambele faze (aer și partea solidă) sunt în mișcare la nivel microscopic.

Folosind teoria Biot, structura poate fi considerată aproape imobilă pentru o gamă largă de frecvențe acustice și am folosit modelul structurii solide pentru studiul propagării sunetului în materialele ceramice vechi.

Variația vitezei ultrasunetelor în materialele poroase depinde în aceeași măsură de porozitate și de geometria porilor (tortuozitate). Dependența vitezelor ultrasunetelor de porozitate și proprietățile elastice ale materialului poros a fost subiectul unei cercetări ample în ultimele decenii care conduce la un număr mare de relații teoretice ce corelează porozitatea cu vitezele ultrasunetelor.

Sayers și Smith au rezolvat aceste ecuații numerice pentru solidul poros dar au constatat că acestea dau rezultate eronate în cazul porozităților mari. Ei au propus o nouă abordare autocoerentă analitică și au obținut un comportament rezonabil la porozitate mare. Teoria autocoerentă și metodele diferențiale au fost folosite pe scară largă în stabilirea relațiilor între porozitate și modulele de elasticitate în solidele poroase.

Totuși aplicarea acestor metode materialelor reale creează anumite dificultăți. În primul rând, porii în materialele reale au formă neregulată iar forma și morfologia lor se schimbă în funcție de procesul de sinterizare.

Pentru a caracteriza propagarea ultrasunetelor în materialele cu două faze au fost utilizate pe scară largă teoriile de împrăștiere multiple ale lui Waterman și Truell [2] și Ying și Truell [3], analiza luând în considerare împrăștierea sferice.

Teoria propagării undei în aerul saturat din porii materialelor a fost propusă de Biot [1,3] și Goransson [5]. Mecanismul propagării sunetului în materialele poroase este dependent de tipul structural al porilor și de modelul aplicat vibrației structurii solide.

Panneton și Gros [6] au propus o tehnică pentru măsurarea porozității deschise a materialelor când densitatea fazei solide este necunoscută. Această metodă se bazează pe măsurarea masei aparente și a masei reale a solidului poros, în condițiile în care diferența de masă evidențiată și corelată cu volumul fazei solide a fost pusă în evidență folosind principiul lui Arhimede.

Modulul Young în cazul materialelor ceramice este estimat folosind viteza sunetului în material.



## 2.2.1 Propagarea ultrasunetelor prin mediul poros

Propagarea ultrasunetelor prin medii poroase depinde de cinci parametrii care descriu geometria structurii poroase: porozitate, tortuozitate, rezistivitatea la curgere, lungimea caracteristică a curgerii vâscoase, lungimea caracteristică a transferului termic. În plus, propagarea sunetului în medii poroase depinde de proprietățile impuse de geometria materialului poros, de proprietățile aerului din pori și de proprietățile mecanice a structurii rigide.

Într-o aproximație bună aerul din pori poate fi considerat un gaz ideal. Parametrii care descriu proprietățile aerului sunt: densitatea aerului  $\rho_0$  la temperatură și presiune standard, viteza sunetului  $c_0$  în aer, vâscozitatea aerului  $\eta$  (Pa·s), numărul Prandtl  $N_{pr}$  și raportul căldurilor specifice (coeficient adiabatic)  $\gamma$ .

Proprietățile mecanice ale structurii ceramice sunt definite de proprietățile elastice macroscopice: modulul Young  $E$ , coeficientul Poisson  $\nu$  împreună cu densitatea  $\rho$  a structurii ceramice [1].

Multe modele teoretice, pentru descrierea propagării undei acustice în mediu poros, folosesc ipoteza de bază că materialul poros are în volumul porilor un tip fluid a cărui comportare ține cont de efectele vâscozității. În această situație mecanismele de absorbție care apar datorită efectelor termice și vâscoase se produc în porii materialelor.

În aproximația structurii solide rigide, viteza sunetului prin materialul poros s-a demonstrat a fi [31,33]:

$$c = \frac{c_0}{\sqrt{\alpha_\infty}} (1 - \theta) \quad (10)$$

unde unghiul de pierdere este definit ca:

$$\theta = \frac{\delta}{2} \left( \frac{1}{\Lambda} + \frac{\gamma-1}{\sqrt{N_{pr}\Lambda'}} \right) \quad (11)$$

$\Lambda$  și  $\Lambda'$  [m] sunt lungimile caracteristice curgerii vâscoase și termice și  $\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\omega\rho_0}}$  cu  $\omega$  [rad/sec] frecvența unghiulară și  $N_{pr}$  numărul lui Prandtl.

Tortuozitatea sau factorul de formă structural a materialului ține seama de modul în care sunt distorsionați porii. Tortuozitatea s-a determinat prin măsurarea vitezei de fază a unui impuls ultrasonor care traversează o placă de material poros.

Mulți autori calculează tortuozitatea cu ajutorul timpului de zbor cu [7,8]:

$$c = \left( \frac{1}{c_0} + \frac{\Delta t}{d} \right)^{-1} \quad (15)$$

unde  $\Delta t$  este diferența timpului de zbor (adică diferența dintre timpul cât semnalul se propagă prin aer și timpul cât semnalul se propagă prin probă). Astfel tortuozitatea este dată de:

$$\alpha_{\infty} |_{TOF} = \left( 1 + \frac{c_0 \Delta t}{d} \right)^2 \quad (16)$$

Aici, intervalul de timp a fost calculat prin măsurarea intervalului între maximul și minimul unei semilungimi de undă.

Un model al propagării undei ultrasonore în ceramica poroasă a fost propus de Ishihara și colaboratori [16], ținând cont de procesul de interacțiune undă-pori. Următoarele ipoteze sunt făcute în stabilirea procedurii analitice:

- Porii sunt uniform distribuiți și uniform orientați, deci materialul poate fi considerat izotrop la scară microscopică.
- Porii sunt sferici și au raza  $r$ ,
- Porii sunt umpluți cu aer a cărui masă este neglijabilă.
- Materialele ceramice prezintă textură cu o distribuție a porilor uniformă, relativ omogenă și orientată.

Figura 8 prezintă o undă ultrasonoră, în coliziune cu un por sferic. Unda poate fi împrăștiată de pori ori se propagă pe marginile porului ocolindu-l. Dacă o undă intră în coliziune cu un por, ea va înainta tangent la marginea porilor cu o anumită probabilitate. Unda tangentă are un timp întârziat comparative cu unda directă fără coliziune. Undele ultrasonore care se propagă prin solidul poros interacționează cu un număr mare de pori.

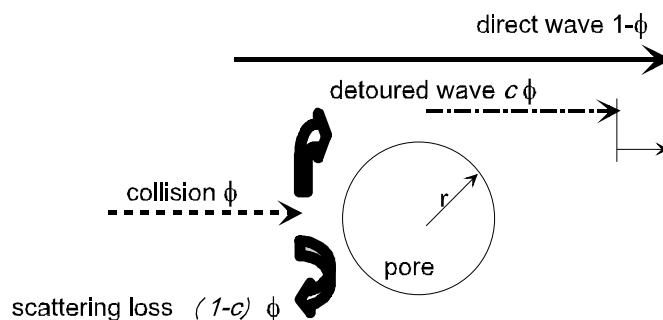


Fig.8 Model de propagare al undei ultrasonore prin solidul poros [34]

Aici c notează proporția ce reprezintă unda ocolitoare și  $\Phi = \frac{\pi r^2}{p^2}$  este probabilitatea incidenței undei ultrasonore pe por. Unda ocolitoare are un timp de întârziere  $\Delta t$  în comparație cu unda directă.

$$\Delta t = \frac{2\pi r/4}{V_c} - \frac{r}{V_p} \quad (17)$$

unde  $V_c$  și  $V_p$  sunt vitezele undelor ocolitoare și directe și  $r$  este raza porului.

Ca rezultat al analizei propagării este evaluat modulul Young,  $E$ , a corpului poros, ca o mărime normalizată în funcție de modulul Young,  $E_i$ , a unui policristal perfect [35].

$$\frac{E}{E_i} = \frac{1-f}{\hat{e} + \frac{3f(\pi\beta/\alpha - 2)\hat{u}^2}{8\hat{h}}} \quad (21)$$

Teoria fizicii acustice permite determinarea relației între viteza undei longitudinale,  $V_L$ , viteza undei transversale,  $V_T$  și coeficientul Poisson [36]

$$\mu = \frac{1-2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2\left(1-\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2\right)} \quad \text{ori} \quad \frac{V_T}{V_L} = \sqrt{\frac{1-2\mu}{2(1-\mu)}} \quad (22)$$

### 2.2.2 Analiza nedistructivă cu ultrasunete a ceramicii

Cercetările raportate în acest studiu s-au axat pe analiza materialelor ceramice vechi prin utilizarea unui sistem de măsurare noncontact. S-a studiat relația dintre porozitate și parametrii acustici ale probelor ceramice măsurate prin metode de investigare nedistructive. Astfel în cazul probelor ceramice analizate rezultatele raportate respectă datele furnizate de literatura de specialitate: viteza undelor ultrasonore scade cu creșterea porozității [10,11,12,20].

Viteza de propagare a undelor acustice este direct influențată de parametrii elastici ai mediului de propagare. În cazul mediilor omogene, vitezele de propagare a undelor longitudinale  $V_L$  și transversale  $V_T$  depind de modulul de elasticitate  $E$  (modulul lui Young) al mediului [21]:

$$V_L = \sqrt{\frac{E(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad V_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\mu)}} \quad (23)$$

unde  $\rho$  este densitatea și  $\mu$  coeficientul lui Poisson. Relațiile (23) indică dependența vitezei de propagare a undelor acustice longitudinale și transversale în solide de proprietățile elastice ale mediului. Deoarece modulul de elasticitate depinde de porozitate atunci și parametrii acustici vor fi influențați de porozitate. Ould Naffa et al. [13] au arătat că viteza undelor ultrasonore scade și atenuarea crește cu creșterea porozității. Având în vedere ca modulul de elasticitate depinde de porozitate, este posibil să existe și o relație între porozitate și parametrii ultrasonici. Se așteaptă ca viteza inițială să scadă și atenuarea să crească când porozitatea crește. Recent, Hernandez a obținut estimări extrem de precise ale porozității folosind metode ultrasonore nedistructive [14,27].

Sunt făcute următoarele ipoteze în dezvoltarea procedurii analitice [15,16,17]:

- a. Porii sunt distribuiți la întâmplare și orientați astfel încât materialul poate fi considerat izotrop la o scară microscopică.
- b. Porii sunt plini cu aer a cărui masa este neglijabilă. Teoria acusticii fizice furnizează relația dintre viteza undelor longitudinale,  $V_L$ , viteza unei transversale,  $V_T$ , și coeficientul lui Poisson:

Ecuția (22) arată că pentru o anumită valoare a coeficientului Poisson  $\mu$ , raportul  $\frac{V_T}{V_L}$  rămâne constant pentru toate materialele fără a ține cont de geometria porilor sau structura lor. Pe lângă valoarea porozității, geometriile diferite ale porilor afectează vitezele de propagare ale undelor ultrasonore [18,19] dar, este logic să presupunem că geometria porilor afectează atât vitezele undelor longitudinale cât și pe cele transversale în manieră identică. Pentru un material al cărui coeficient Poisson nu variază cu porozitatea, relația (22) arată că  $V_T$  variază liniar cu  $V_L$ .

Valoarea coeficientului Poisson pentru majoritatea materialelor are valorile cuprinse între  $0,22 < \mu < 0,3$ . În acest caz raportul dintre viteza undelor longitudinale și viteza unei transversale este:  $\frac{V_T}{V_L} = 0,6$

## 2.3 Studii experimentale proprii

### 2.3.1 Determinarea porozității deschise (metoda Arhimede)

Densitatea și porozitatea deschisă sau aparentă a probelor ceramice autentice și false au fost calculate folosind metoda Arhimede pentru determinarea volumului.

Etapele metodei de lucru sunt următoarele:

- Se determină masa probei ( $m_1$ ) cu ajutorul balanței de mare precizie PS.1200/C/2.
- Se introduce apă distilată într-un cristalizor de diametru ( $d$ ), diametrul este măsurat cu ajutorul unui șubler.
- Se determină cu ajutorul balanței masa cristalizorului cu apă distilată ( $M_1$ ).
- Se vizualizează nivelul lichidului în cristalizor ( $h_1$ ) cu ajutorul unui catetometru.
- Proba se introduce complet în apă distilată și se citește noua indicație a firului reticular al catetometrului, după imersare ( $h_2$ ).
- Se determină masa sistemului cristalizor, apă distilată și probă ( $M_2$ ).
- Se determină volumul probei prin efectuarea diferenței între volumul apei din cristalizor cu probă imersată și fără.
- Se calculează porozitatea.

**Notații:**

$m$  = masa probei în aer;

$m'$  = masa probei udă;

$d$  = diametrul cristalizorului;

$h_1$  = înălțimea lichidului în cristalizor;

$h_2$  = înălțimea lichidului în cristalizor după introducerea probei;

$V_t$  = volumul total al probei;

$\rho_a$  = densitatea apei;

$\rho$  = densitatea probei;

$\Delta m$  = masa apei absorbită în pori;

$P$  = porozitate (procentual);

$V_p$  = volumul porilor din probă.

**Relații de calcul:** 
$$P = \frac{V_p}{V_t} \cdot 100 = \frac{4(m' - m)}{\pi d^2 \rho_a (h_2 - h_1)} \cdot 100 \quad (25)$$

unde

$$V_p = \frac{\Delta m}{\rho_a}$$

$$\Delta m = m' - m$$

$$V_t = \frac{\pi d^2}{4} \cdot (h_2 - h_1)$$

$$\rho = \frac{m}{V_t}$$

### 2.3.2 Determinarea parametrilor acustici (date experimentale proprii)

Mijloacele care au fost utilizate pentru realizarea acestui studiu au fost următoarele :

- generator de unde ultrasonore continue
- traductori, cu frecvența de lucru  $f=813$  kHz
- lichidul de cuplaj este ulei de transformator cu proprietăți dielectrice. Viteza de propagare a undelor us continuu în mediu de cupaj folosit are valoarea  $v_{lichid}=1710$  m/s.
- Osciloscop TESLA BM 584
- Dispozitiv micrometric pentru măsurarea distanței dintre traductori – precizia de  $10^{-6}$  m .
- Balanță PS 1200/C/2 cu precizia  $d=0,01$  g
- Catetometru

S-au efectuat măsurători asupra vitezei de propagare a undelor ultrasonore longitudinale în probele ceramice. S-au utilizat unde ultrasonore continue și două traductoare cu caracteristici identice, unul folosit ca emițător și celălalt ca receptor. Atât traductoarele cât și proba au fost imersate într-un lichid de cuplaj.

Traductorii au aria activă de formă circulară cu diametrul de 12,5 mm și frecvența de operare de 813 kHz. Lărgimea de bandă în jurul frecvenței de operare este 60% (480 kHz).



Fig. 12 Instalația folosită la determinarea parametrilor acustici

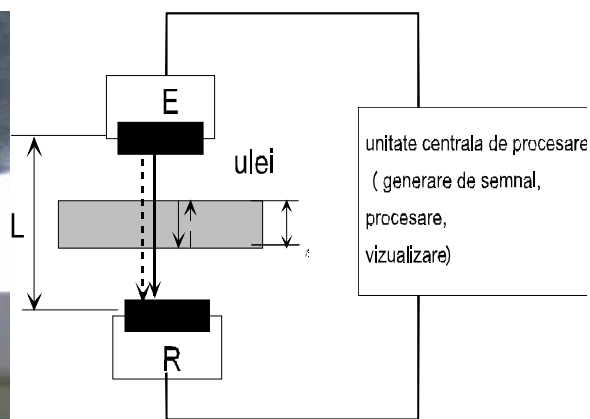


Fig.13 Schema instalației de măsurare (E emițător, R receptor)

#### Relații de calcul:

1. Modificând distanța dintre emițătorul și receptorul de ultrasunete cu valoarea  $\Delta x$  se măsoară deplasarea semnalului  $\Delta t$  pe axa timpului a osciloscopului în momentul în care

impulsul trece din maxim în minim. Măsurătorile se realizează folosind prima semiperioadă a semnalului deoarece următoarele sunt afectate de fenomenul de interferență. În acest caz distanța dintre traductoare este  $\Delta x = \frac{\lambda}{4}$ .

2. Se calculează raportul  $A = \frac{\Delta x}{\Delta t}$  care reprezintă corecția de viteză la propagarea undelor us în mediul lichid.

3. Pentru măsurarea vitezei undelor us în probele ceramice, distanța dintre emițător și receptor rămâne fixă la valoarea  $L$ . Se introduc probele ceramice solide (pentru care se impune alegerea unei perechi de fețe plane și paralele) de grosime  $\mathbf{l}$ , respectând paralelismul cu suprafețele celor două traductoare.

4. Timpul de zbor a impulsului us în lichid (fără proba solidă) este:

$$t_1 = \frac{L}{A} \quad (26)$$

5. După introducerea probei ceramice acest timp de zbor devine:

$$t_2 = \frac{L - \mathbf{l}}{A} + \frac{\mathbf{l}}{c} \quad (27)$$

6. Deplasarea semnalului din maxim în minim  $\Delta t$  pe axa timpului a osciloscopului este:

$$\Delta t = t_1 - t_2 = \frac{L}{A} - \frac{L - \mathbf{l}}{A} - \frac{\mathbf{l}}{c} \Rightarrow c = \frac{\mathbf{l}}{\frac{1}{A} - \Delta t} \quad (28)$$

unde  $\mathbf{l}$  este grosimea probei,  $A$  corecția de viteză,  $\Delta t$  timpul de propagare a us în proba ceramică.

Măsurătorile sunt exacte în limitele câmpului us omogen, adică trebuie respectată condiția  $L \ll \frac{R^2}{\lambda}$ , unde  $R$  este raza emițătorului și  $\lambda$  este lungimea de undă în mediul lichid.

## 2.4 Rezultate și discuții

### Ceramica de Barboși

Tabelul 1. Valorile medii ale densității și porozității pentru probele ceramice originale și false

PROBE CERAMICE ORIGINALE - BARBOSI			
DENSITATE;	r (g/cm <sup>3</sup> )	POROZITATE;	P (%)

minim	1,27	minim	1,42
maxim	2,58	maxim	6,50
mediu	1,94	mediu	3,82
<b>PROBE CERAMICE FALSE - BARBOSI</b>			
minim	1,81	minim	1,11
maxim	7,82	maxim	25
mediu	3,64	mediu	7,32

$$\rho = \frac{m}{V_t} \quad P = \frac{V_p}{V_t} \cdot 100 = \frac{4(m' - m)}{\pi d^2 \rho_a (h_2 - h_1)} \cdot 100$$

Pentru probele de ceramică originale densitatea are valori cuprinse între 1,27 g/cm<sup>3</sup> și 2,58 g/cm<sup>3</sup> cu o valoare medie de 1,94 g/cm<sup>3</sup>. Porozitatea are valori cuprinse între 1,42% – 6,50% cu o valoare medie de 3,82%.

Pentru ceramica falsă densitatea are valori cuprinse între 1,81 g/cm<sup>3</sup> și 7,82 g/cm<sup>3</sup> cu o valoare medie de 3,64 g/cm<sup>3</sup>. Porozitatea are valori cuprinse între 1,11% - 255 cu o valoare medie de 7,32%.

Tabelul 2. Valorile măsurate ale vitezei longitudinale a undei ultrasonore prin fiecare probă de **ceramică autentică** și valorile calculate ale vitezei transversale și ale porozității

Cod	Porozitate (%)	$V_L$ (m/s)	$V_T = 0,6V_L$ (m/s)
GA 001	5,50	< 1000	-
GA 002	2,00	4830	2898
GA 004	1,42	5110	3066
GA 011*	4,86	4800	2880
GA 011	5,70	< 1000	-
GA 015	4,88	4780	2868
GA 019	6,50	< 1000	-
GA 021	2,34	5650	3390
GA 025	3,14	5350	3220
GA 026	2,72	5550	3330
GA 041	4,65	5220	3130
GA 042	5,16	3610	2160
GA 044	4,70	< 1000	-
GA 045	4,53	5240	3144



GA 061	1,71	<b>5850</b>	3510
GA 063	3,24	<b>5260</b>	3150
GA 068	1,92	<b>5800</b>	4050

Tabelul 3. Valorile măsurate ale vitezei longitudinale a undei ultrasonore prin fiecare probă de **ceramică falsă** și valorile calculate ale vitezei transversale și ale porozității

Cod	Porozitate (%)	$V_L(m/s)$	$V_T = 0,6V_L(m/s)$
GF 071	5,54	< <b>1000</b>	-
GF 086	25	< <b>1000</b>	-
GF 087	2,30	<b>4100</b>	2460
GF 090	1,11	<b>5600</b>	2736
GF 098	2,66	<b>3920</b>	2352

Din rezultatele obținute, pentru valorile măsurate ale vitezei ultrasonore longitudinale, se observă că valorile cele mai mari s-au obținut la o porozitate mică, iar valorile scad odată cu creșterea porozității. Rezultatele obținute sunt în concordanță cu datele din literatura de specialitate.

Conform formulei (21) între porozitate și modulul de elasticitate există o relație de proporționalitate directă, ceea ce rezultă și din graficul următor (fig.14).

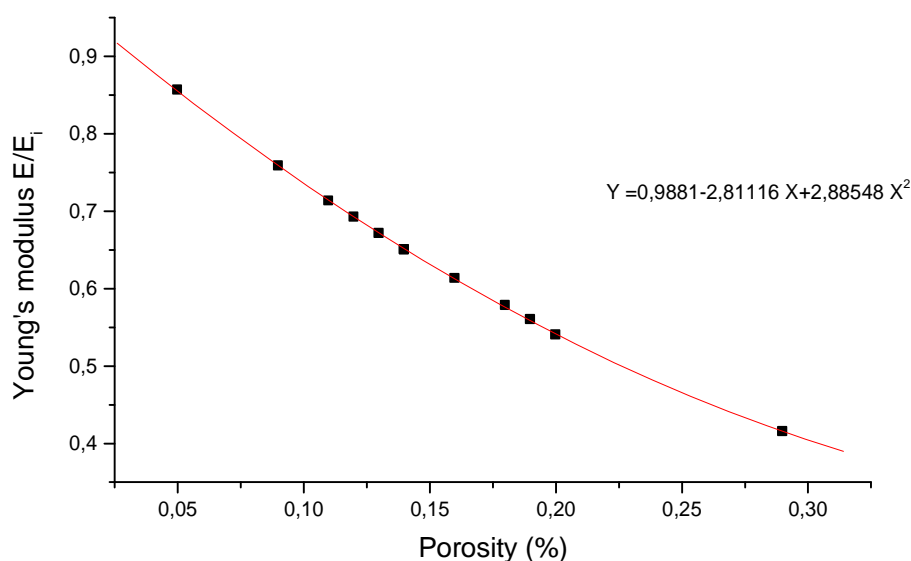


Fig. 14 Porozitatea exprimată în funcție de modulul Young,  $E$ , în raport cu valoarea caracteristică a unui cristal perfect,  $E_i$ , pentru ceramica de Barboși

Raportul dintre valoarea normalizată a modulului lui Young este doar o funcție de porozitate și variază în funcție de viteza longitudinală. Viteza a fost folosită ca mijloc non-distructiv pentru a determina modulele de materiale.

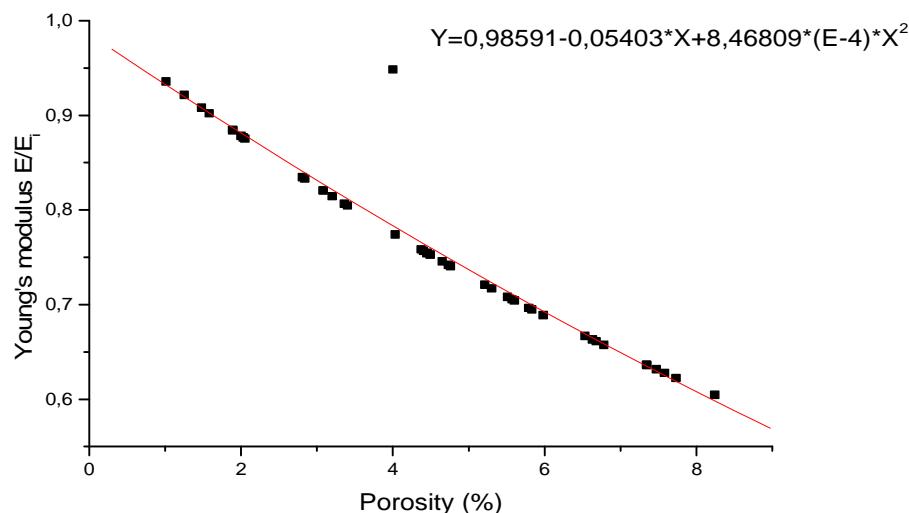
Viteza de propagare a undelor ultrasonore prin materialele ceramice depinde atât de porozitate cât și de geometria porilor, adică de tortuozitate. Aceasta a fost calculată folosind timpul de zbor conform formulelor (16) și (28).

### Ceramica de Cucuteni

Tabelul 4. arată valorile măsurate ale vitezei ultrasonore și tortuozității mostrelor de ceramică autentică

Cod	$d(mm)$	$P (%)$	$c(m/s)$	$\Delta t(\mu s)$	$\alpha_{\% _{TOF}}$	$r (g/cm^3)$
GA 002	6,00	<b>2,00</b>	<b>4830</b>	2,266	<b>0,886</b>	<b>2,14</b>
GA 004	8,55	<b>1,42</b>	<b>5110</b>	3,326	<b>0,883</b>	<b>1,64</b>
GA 011*	10,30	<b>4,86</b>	<b>4800</b>	3,876	<b>0,886</b>	<b>1,69</b>
GA 015	12,50	<b>4,88</b>	<b>4780</b>	4,693	<b>0,886</b>	<b>1,94</b>
GA 021	7,00	<b>2,34</b>	<b>5650</b>	2,854	<b>0,878</b>	<b>1,94</b>
GA 025	13,40	<b>3,14</b>	<b>5350</b>	5,330	<b>0,880</b>	<b>1,94</b>
GA 026	8,50	<b>2,72</b>	<b>5550</b>	3,439	<b>0,879</b>	<b>3,13</b>
GA 041	10,10	<b>4,65</b>	<b>5220</b>	3,971	<b>0,882</b>	<b>2,09</b>
GA 042	8,40	<b>5,16</b>	<b>3610</b>	2,584	<b>0,905</b>	<b>2,31</b>
GA 045	8,60	<b>4,53</b>	<b>5240</b>	3,387	<b>0,881</b>	<b>1,29</b>
GA 061	6,05	<b>1,71</b>	<b>5850</b>	2,503	<b>0,876</b>	<b>1,30</b>
GA 063	23,30	<b>3,24</b>	<b>5260</b>	9,194	<b>0,881</b>	<b>1,97</b>
GA 068	8,70	<b>1,92</b>	<b>5800</b>	3,587	<b>0,877</b>	<b>2,09</b>

Valoarea minimă a tortuoziității, 0,876, corespunde unei porozități de 1,71% și unei viteze de 5850 m/s iar valoarea maximă a tortuoziității, 0,905, corespunde unei porozități de 5,16% și unei viteze de 3610 m/s.



*Fig.15 Porozitatea exprimată în funcție de modulul Young, E, în raport cu valoarea caracteristică a unui cristal perfect, E<sub>i</sub>, pentru ceramica de Cucuteni*

Graficul din Fig. 15 evidențiază, ca și în cazul ceramicii de Barboși, legătura dintre porozitate și modulul Young.

Pornind de la legătura care există între porozitate, modulele elastice și viteza ultrasonoră, am demonstrat că viteza ultrasonoră în probele ceramice se modifică în funcție de porozitate.

## 2.5 CONCLUZII

Testarea ultrasonică a fost folosită pe scară largă ca o metodă nedistructivă pentru detectarea defectelor interne. Caracteristicile de propagare ale undelor ultrasonore în ceramică sunt, datorită structurii sale poroase relativ diferite de cele din materialele metalice. Deoarece caracteristicile depind de condiția poroasă internă, este considerat a fi posibil să se evalueze porozitatea și tortuoziitatea prin aplicarea metodei UT.

Probele de ceramică veche cât și falsurile realizate după acestea au fost analizate în scopul determinării porozității și vitezei de propagare a undelor ultrasonore longitudinale. Datele experimentale vor fi corelate cu alte date provenite de la alte tipuri de determinări

fizico-mecanice în scopul corelării caracteristicilor probelor cu perioada în care au fost produse.

### **Bibliografie:**

- [1] M.A. Biot, (1992), Acoustics, elasticity, and thermodynamics of porous media, Twenty-one papers, Acoustical Society of America;
- [2] F. Fahy, (2001), Foundation of Engineering Acoustic, Academic Press, London;
- [3] M.A. Biot, (1956), Theory of propagation of elastic wave in a fluid-saturated porous solid. I Low frequency range, Journal of Acoustical Society of America, Vol. **28**, pp 168-178;
- [4] M.A. Biot, (1956), Theory of propagation of elastic wave in a fluid-saturated porous solid. II Higher- frequency range, Journal of Acoustical Society of America, Vol. **28**, No.2, pp 179-191;
- [5] P. Goransson, (1995), Acoustic finite element formulation of a flexible porous material-a correction for inertial effects, Journal of Sound and Vibration, **185**, no. 4, pp 559-580;
- [6] R. Panneton, E. Gros, (2005), A missing mass method to measure the open porosity of porous solids, Acta Acustica, **91**, no. 2, pp. 342-348;
- [7] P. Bonfiglio, F. Pompoli, (2007), Frequency Dependent Tortuosity Measurement By Means Of Ultrasonic Tests, Proceedings of 14<sup>th</sup> International Congress on Sound & Vibration, ICSV 14, Cairns Australia;
- [8] J.F.Figueroa, J.S. Lamancusa, (1992), A method for accurate detection of time of arrival: Analysis and design of an ultrasonic ranging system, J. Acoust. Soc. Am. 91 (1), pp486-494;
- [9] J.S. Lamancusa, F. Figueroa F, (1990), Ranging errors caused by angular misalignment between ultrasonic transducer pair, J. Acoust.Soc. Am. 87, 1327-1335;
- [10] T. Shibata and M. Ishihara, (2001), Ultrasonic Signal Characteristics by Pulse-echo Technique and Mechanical Strength of Graphite Materials with Porous Structure, Nucl. Eng. and Des, 203, pp133-141;
- [11] J. Takatsubo et al., (1994), Study on the propagation mechanism of ultrasonic waves in porous ceramics, pp 2136-2131, Japanese Soc. Of Mech. Eng. 60, no 577;
- [12] M.C. Bhardwaj, (1998), "Non-contact ultrasonic characterization of ceramic and composites", Symposium on NDE of Ceramics, 99<sup>th</sup> Meeting of American Ceramic Society, Cincinnati, OH;
- [13] S. Ould Naffa, M. Goueygou, B. Piwakowski, F. Buyle-Bodin, (2002), Detection of chemical damage in concrete using ultrasound, Ultrasonics 40, 247-251.
- [14] J.R. Hernandez, (1995)"A Dynamic Comparative Study of the Ceramic Industry", Science and Supercomputing at CINECA - 1995 report, Eds. Giovanni Erbacci and Marco Voli, Bologna, Italy, pp. 624-626,
- [15] L.P. Martin, D. Dadon, M. Rosen, (1996), J Am Ceram Soc 79:1281;
- [16] Ishihara M., Shibata T., Hanawa S., (1999), Preliminary investigation on the in-service inspection of graphite components in the HTTR using ultrasonic testing, Transaction of the 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology SMI-RT-15, Seoul, Korea,
- [17] Shibata T., Ishihara M., (2003), Nondestructive Evaluation Method on Mechanical Property Change of Graphite Components in the HTGR by Ultrasonic Wave Propagation with Grain/Pore Microstructure, Transactions of the 17th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 17) Prague, Czech Republic,
- [18] Rice R.W. (1998) Porosity of Ceramics, Marcel Dekker Inc, New York;
- [19] Lopez-Arce P. , Benavente D., Garcia-Guinea J, (2005), Durability Improvement of Ancient Bricks by Cementation of Porous Media, J. American Ceramic Soc, **88**, no 9 pp 2564 – 2572;

- [20] Phani K.K., (2008), Prediction of ultrasonic wave velocities in sintered materials based on the ultrasonic properties of green or partially sintered compacts, *J Mater Sci* 43:1811–1817,
- [21] Gorea Maria, Kristaly Ferenc, (2007), Study of the distribution and shape of the pores in silica porcelain, București, *Revista de Chimie*, Vol 58, nr. 2, p 146-150. 0.389;
- [22] Gorea Maria, (2006), CERAMICĂ. Materii prime argiloase. Ed. Casa Cărții de Știință, Cluj Napoca, ISBN 973-686-817-6, p 183;
- [23] Matsumoto K., Matsuyama Y., Tayurskii D.A. , Tajiri K., (2004), Porosity Dependence of Sound Propagation in Liquid-4He-Filled Aerogel, *JETP Letters*, Vol. 80, No. 2, 2004, pp. 109–113;
- [24] Fellah Zine El Abidine, Depollier. C., Berger. S., Lauriks Walter, Trompette P., Chapelon J.Y., (2003), Determination of transport parameters in air-saturated porous materials via reflected ultrasonic waves, *Journal of the acoustical society of america* vol:114 issue:5 pages:2561-2569;
- [25] Hoffrén H., Hægström E., Kohout T., Karppinen T., Eskelinen J., Kivekäs L., Voutilainen M. Pesonen L. J., and Timonen J. (2004), Characterization of porous rock samples;
- [26] Aoki K. Kamakura T., (2008), Propagation characteristics of airborne ultrasonic waves in porous materials, *Acoust. Sci. & Tech.* 29,
- [27] Goueygou M., (2003), Relationship between porosity, permeability and ultrasonic parameters in sound and damaged mortar, *International Symposium (NDT-CE 2003), Non-Destructive Testing in Civil Engineering 2003*,
- [28] Sellen N., Marie-Annick Galland M-A., Hilbrunner O., (2002), Identification of the characteristic parameters of porous media using active control, 8th AIAA/CEAS Aeroacoustics Conference & Exhibit<br><font color="green">Fire, Breckenridge, Colorado,
- [29] Cultrone G., Sdraba I., Sebastian E., (2005), Mineralogical and physical characterization of the bricks used in the construction of the “Triangul Bastion”, Riga (Latvia), *Applied Clay Science*, Volume 28, Issues 1-4, Pages 297-308,
- [30] Moraru L., **Szendrei F.**, (28-30 aprilie 2010), “Ultrasonic properties of ancient ceramic materials with porous structure”, A doua Conferință Națională de: “Științe aplicate în studiul mediului înconjurător și materialelor” cu participare internațională, Târgoviște,
- [31] Moraru L., Praisler M., **Szendrei F.**, Domnisoru D., Chiselev Ana-Maria, (28-29 may 2009), “Measuring porosity and tortuosity of Romanian ancient ceramic”, Annual symposium of the Institute of solid mechanics and Symposium of Acoustics, Bucharest,
- [32] **Szendrei F.**, Moraru L., (28-29 noiembrie 2009), “O metoda nedistructiva pentru caracterizarea mecanică a materialelor ceramice cu structura poroasa”, ISAP-Galați,
- [33] McLaughlin R (1977) *Int J Engg Sci* 15:237,
- [34] Medii poroase. Proprietăți, [math.ubbcluj.ro/~tgrosan/Cap1.pdf](http://math.ubbcluj.ro/~tgrosan/Cap1.pdf)

## **CAP. 3 TEHNICA SEM APLICATĂ LA STUDIUL DISTRIBUȚIEI PORILOR ÎN CERAMICA ARHEOLOGICĂ**

### **3.1 Stadiul actual al cercetării în microscopia cu electroni**

Microscopul electronic utilizează pentru investigarea probelor, în locul unui fascicul de lumină, un fascicul de electroni.

Inventarea microscopului electronic a survenit în urma confirmării experimentale a ipotezei lui de Broglie, conform căreia particulelor li se poate asocia o undă, a cărei lungime depinde invers proporțional de viteza acestora. Astfel, accelerând un fascicul de

electroni, lungimea de undă a acestora poate fi redusă suficient pentru a permite investigarea unor obiecte de dimensiuni mai mici decât lungimea de undă a luminii vizibile.

Principiul de bază al funcționării SEM-ului este acela al aplicării unei tensiuni între o probă conductivă și un filament ceea ce duce la emisie de electroni de la filament la proba analizată. Măsurătorile se fac într-o incintă vidată de la  $10^{-4}$  Torr până la  $10^{-10}$  Torr. Electronii sunt orientați până la probă cu ajutorul unor lentile magnetice. Rezoluția imaginilor obținute depinde de curentul fascicolului de electroni și de dimensiunea finală a spotului de electroni ce poate fi ajustat cu una sau mai multe lentile condensoare.

Imaginea SEM obținută este rezultatul intensității emisiei electronilor secundari din probă.

### **3.2 Studii experimentale proprii**

Analiza **SEM** (microscopie electronică prin scanare) este o metodă prin care se obțin imagini, prin detecția electronilor secundari, cu energie scăzută, emisi de pe suprafața mostrei de ceramică, datorită excitării acesteia de către fasciculul principal de electroni. Datorită faptului ca imaginea produsă de microscopul cu scanare se bazează pe procese de suprafață și nu pe transmisie, metoda permite vizualizarea probelor mai mari, și are o adâncime de penetrare mult mai mare, producând astfel imagini care sunt o bună reprezentare tridimensională a probei.

Scanarea cu microscopul electronic (SEM), de fapt nu realizează o vizualizare a unei imagini reale a probei, ci mai degrabă o hartă electronică a ei care este afișată pe un tub catodic de rază (CRT). Rata de scanare pentru fasciculul de electroni poate fi mărită astfel încât poate fi vizualizată o imagine 3-D virtuală a probei. Imaginea poate fi captată pe o fotografie.

Din asimetria structurii și din micrografii se pot estima porozitatea și distribuția mărimii porilor.

În studiile noastre experimentale pentru analiza probelor de ceramică s-a folosit Microscopul electronic de baleiaj Quanta 200. Acesta are o sursă de electroni din tungstem.

### **3.3 Date experimentale proprii**

#### **3.3.1 Ceramica de Barboși**

Au fost analizate două grupuri de ceramică: primul grup de probe format din ceramică veche autentică, certificată de specialiști cu experiență în antichități (symbol GA). Al doilea grup de probe format din ceramică falsă (symbol GF) care pare similar primului grup, dar

nu a putut fi identificată prin caracteristici vizuale. Ipoteza a fost că aceste probe ar putea fi imitații.

Analizele mostrelor autentice și false au arătat deosebiri între structura lor poroasă, indicând că au fost fabricate cu tehnici complet diferite și/sau în locuri diferite, în ciuda asemănării lor aparente.

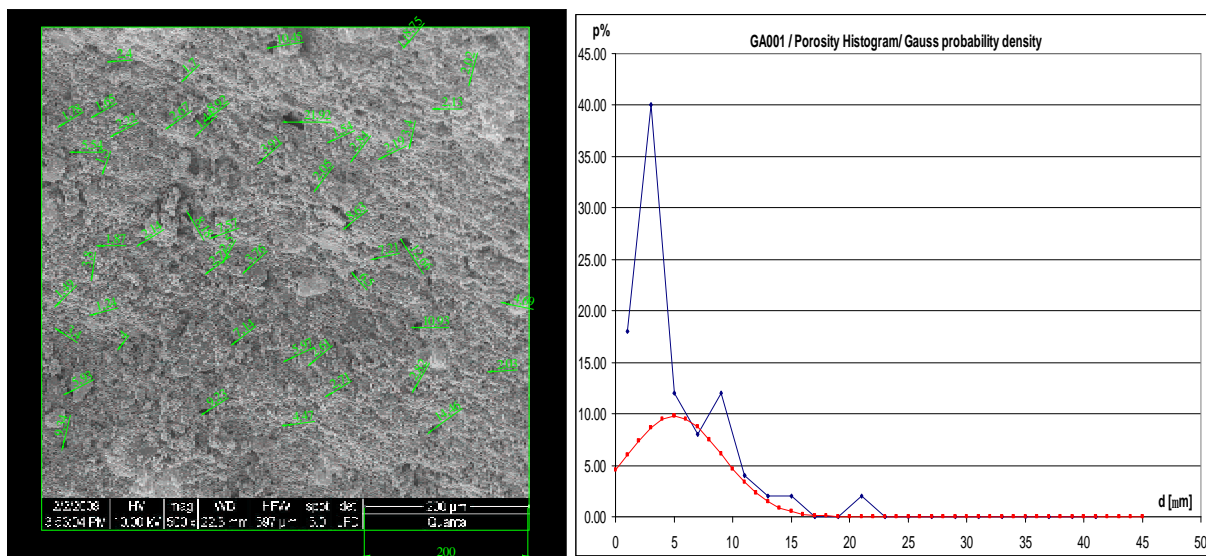
Au fost analizate paisprezece probe de ceramică veche autentică și șapte probe de ceramică falsă.

Pentru fiecare probă de ceramică s-au realizat:

- analiza SEM a structurii,
- 50 de măsurători a mărimii porilor
- histograma de porozitate,
- curba de probabilitate a densității Gauss.

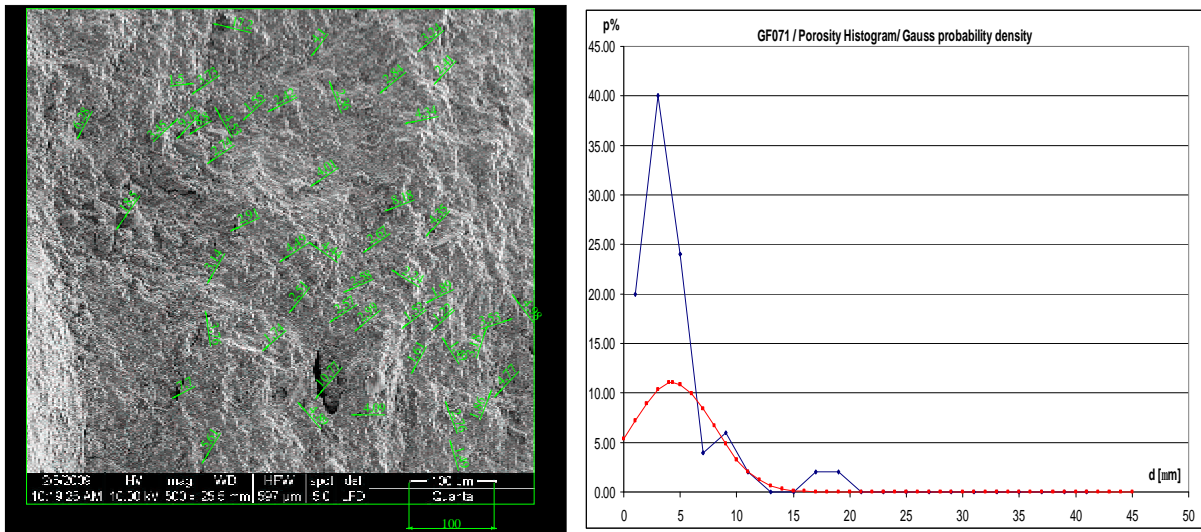
Mărimia porilor este măsurată considerând diametrul circular sau sferic al porilor de rază  $r$ .

#### GA 001



*Exemplu imagine SEM, histogramă de porozitate și curbă de distribuție Gauss pentru proba autentică GA 001 (ceramica de Barboși)*

## GF 071



*Exemplu imagine SEM, histogramă de porozitate și curbă de distribuție Gauss pentru proba falsă GF 071 (ceramica de Barboși)*

### 3.3.1.1 Rezultate statistice pentru datele experimentale obtinute prin analiza SEM

Pentru interpretarea mai comoda a rezultatelor obtinute din masuratori am preferat reprezentarea grafica sub forma de histograma.

Rezultatele unui mare număr de determinări experimentale directe și independente asupra unei mărimi  $x$  care variază continuu se supun legii de distribuție Gauss, pentru care funcția de distribuție este de forma:

$$f_x(x) = \frac{1}{s \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(x-m)^2}{2s^2}}$$

Cu ajutorul ei am analizat:

- un sir de masuratori, strict în aceleasi conditii experimentale, efectuate asupra aceleiasi marimi  $x$ , care în cazul nostru este reprezentată de dimensiunea porilor;
- rezultatele unor masuratori asupra unei colectivitati de obiecte (probe ceramice) caracterizate prin porozitate, pentru determinarea unei caracteristici a acesteia.

Valoarea medie (media matematică) a valorilor  $x_1, x_2, x_3, \dots, x_i, \dots, x_n$  este egală cu suma lor împărțită la numărul total de determinări  $n$  (50 de pori mășurați pentru fiecare probă de ceramică):

$$m = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_i + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum x_i}{n}$$



unde  $x$  reprezintă dimensiunea porului măsurat.

Acest parametru evidențiază tendința centrală, simetria și omogenitatea seriilor de valori statistice.

Deviația standard ori abaterea medie pătratică este o măsură a impreciziei unui set de date, exprimă cât sunt de depărtate datele de media lor. Este cel mai comun parametru statistic care masoara dispersia datelor în cazul unei distributii normale de tip gaussian.

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - m)^2}{n}}$$

În tabelul 7 sunt prezentate valorile medii statistice și deviația standard pentru dimensiunile porilor, bazate pe analiza SEM, cumulat pentru toate mostrele de ceramică autentice și false.

Tabelul 7 valorile medii statistice și deviația standard pentru dimensiunile porilor

Sample	GA001	GA002	GA004	GA011	GA011	GA015	GA019	GA025	<b>GA</b>
Mean ( $\mu\text{m}$ )	5.03	3.68	3.85	5.15	5.06	6.41	6.26	3.95	<b>4.92</b>
Std.dev( $\mu\text{m}$ )	4.06	2.75	3.01	3.79	3.48	4.81	5.65	3.04	<b>3.82</b>

Sample	GF071	GF080	GF087	GF091	<b>GF</b>
Mean ( $\mu\text{m}$ )	4.31	3.30	2.26	1.60	<b>2.84</b>
Std.dev( $\mu\text{m}$ )	3.50	1.17	0.89	0.97	<b>1.38</b>

În figura 21 și 22 sunt prezentate hitograma de porozitate și distribuția Gauss pentru dimensiunea porilor pentru toate mostrele de ceramică autentică sau falsă[22].

În cazul mostrelor de ceramică autentică, distribuția porilor după dimensiune se întinde pe o gamă largă de valori între 1 - 40 $\mu\text{m}$ .

În cazul mostrelor false de ceramică distribuția dimensiunii porilor este grupată în jurul categoriei înguste de valori, 1 - 15 $\mu\text{m}$ .

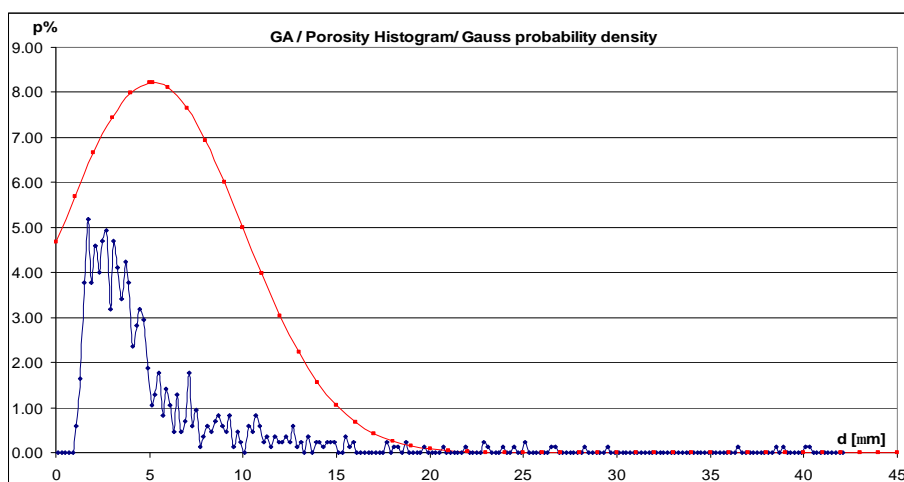


Fig.21 Distribuția Gauss a dimensiunilor porilor pentru toate probele ceramice autentice

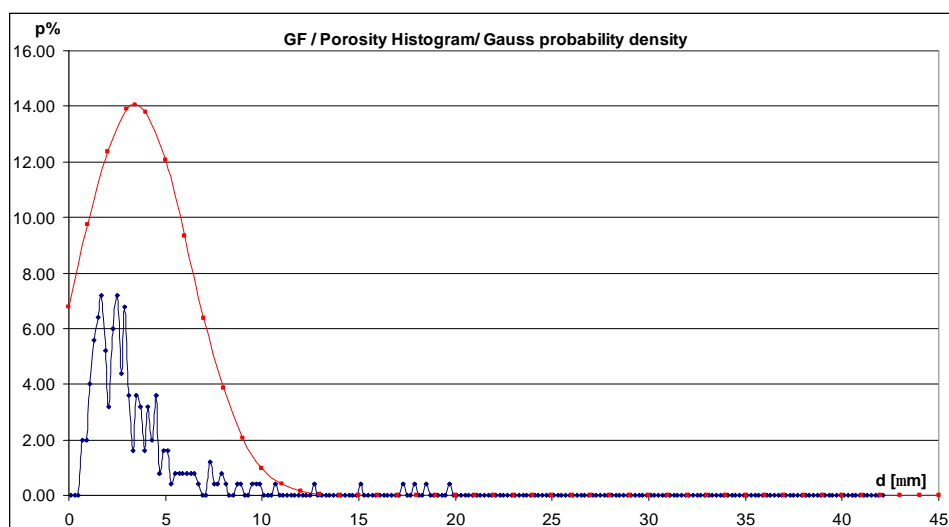


Fig. 22 Distribuția Gauss a dimensiunilor porilor pentru toate probele ceramice false

Imaginile SEM din primul grup de mostre (mostre autentice cu simbol GA) diferă semnificativ de acelea ale mostrelor din al doilea grup (mostre false cu simbol GF) indicând condiții diferite de obținere.

Mostrele de ceramică veche autentică prezintă considerabil mai mulți pori ceea ce indică o slabă prelucrare a argilei. Este observată o interconectare mai mare a porilor ca urmare a eliberării gazelor formate în timpul arderii materialului organic. Mostrele de ceramică falsă prezintă pori mai mici și mostra GF080 arată un considerabil tip de pori de formă aciculară ceea ce indică o mai bună prelucrare și ardere a lutului.

Când iau în considerare probabilitatea de distribuție Gauss a grupului GF, fiecare dintre mostre prezintă forme diferite a curbelor de distribuție pentru mărimile porilor în comparație cu acelea din primul grup GA.

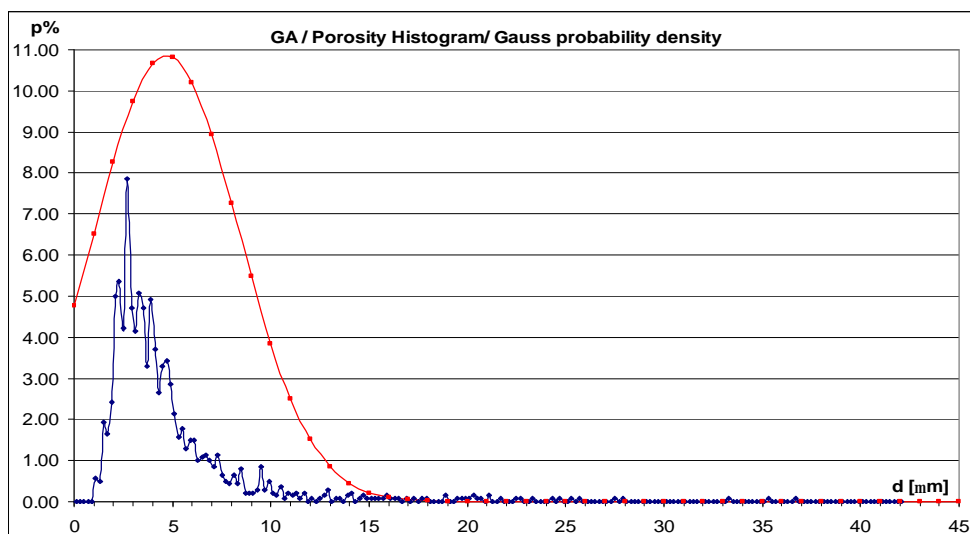
### 3.3.2 Ceramica de Cucuteni

Au fost analizate două grupuri de ceramică: primul grup format din 28 probe de ceramică veche autentică și al doilea grup format din 11 probe de ceramică falsă care vizual imită ceramica de Cucuteni.

Imaginile obținute pe baza analizei SEM au fost transferate în programul AutoCAD, pentru scanare digitală și măsurare a dimensiunilor porilor. Dimensiunea echivalentă a porilor se calculează luând în considerare diametrul  $d$  circular sau sferic al porilor de rază  $r$ . Pentru fiecare probă de ceramică s-au făcut 50 de măsurători aleatorii a porilor de pe câmpul imaginii SEM.

*Tabelul 8 Valoarea medie a dimensiunii porilor și deviația standard pentru probele de ceramică autentică (Cucuteni)*

GA		rezolutive	esantionare 0.2 $\mu\text{m}$
		media [ $\mu\text{m}$ ]	deviația standard [ $\mu\text{m}$ ]
		<b>4.71</b>	<b>3.67</b>
1	GA001	4.17	4.33
2	GA002	3.98	2.19
3	GA003	6.14	4.94
4	GA004	4.28	3.28
5	GA005	5.44	3.09
6	GA006	4.41	2.40
7	GA007	4.15	2.42
8	GA008	4.60	3.80
9	GA009	5.82	5.61
10	GA010	3.76	1.25
11	GA011	4.74	5.30
12	GA012	4.96	4.80
13	GA013	5.20	5.19
14	GA014	4.22	3.12
15	GA015	3.89	3.18
16	GA016	4.89	4.34
17	GA017	4.01	2.87
18	GA018	4.94	2.46
19	GA019	5.40	2.75
20	GA020	3.28	1.33
21	GA021	5.38	3.20
22	GA022	5.20	3.71
23	GA023	4.44	2.22
24	GA024	4.32	1.61
25	GA025	6.62	5.90
26	GA026	4.61	3.07
27	GA027	4.68	2.36
28	GA028	4.30	3.67



*Fig. 25 Distribuția Gauss a dimensiunilor porilor pentru toate probele ceramice autentice*

Tabelul 9 Valoarea medie a dimensiunii porilor și deviația standard pentru probele de ceramică false

		rezoluție	esantionare 0.2 μm
		media [μm]	deviația standard [μm]
<b>GF</b>		<b>3.64</b>	<b>2.21</b>
29	GF058	3.24	1.30
30	GF059	4.04	1.66
31	GF060	3.18	1.80
32	GF061	4.51	2.23
33	GF062	4.34	3.31
34	GF063	3.27	2.01
35	GF064	3.46	1.22
36	GF065	3.09	0.94
37	GF066	5.14	3.93
38	GF067	3.27	1.30
39	GF068	2.44	0.85

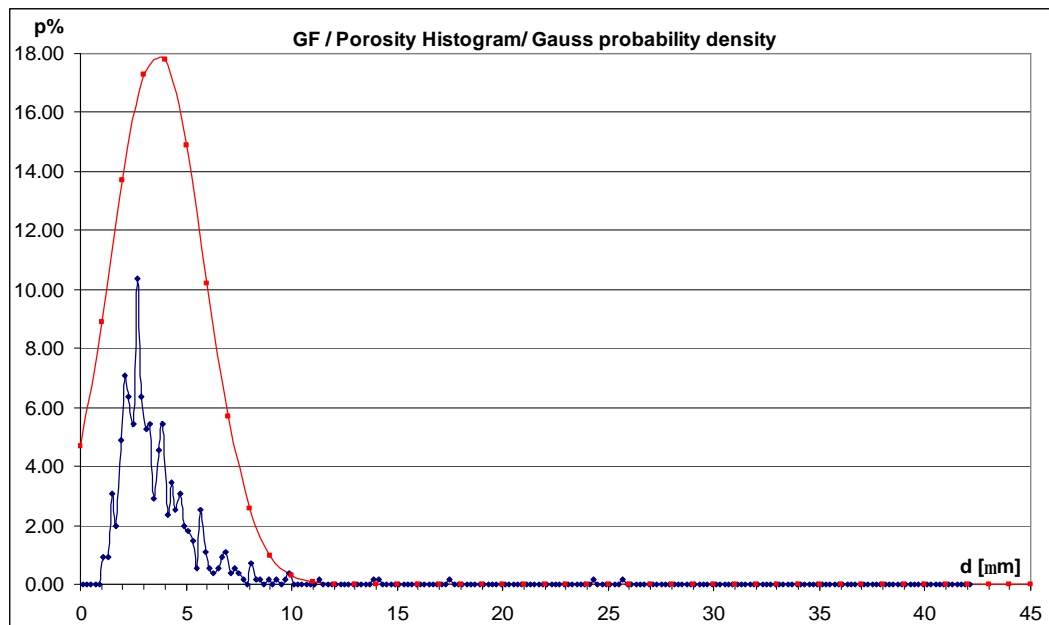


Fig. 27 Distribuția Gauss a dimensiunilor porilor pentru toate probele ceramice false

### 3.4 Discuții

Microscopul electronic cu scanare produce imagini prin detecția electronilor secundari, cu energie scăzută, emiși de pe suprafața specimenului datorită excitării acestuia de către raza principală de electroni. Imaginea produsă de microscopul cu scanare se bazează pe procese de suprafață și nu pe transmisie, este capabil să vizualizeze probe mai mari, și are o adâncime de penetrare mult mai mare, producând astfel imagini care sunt o bună reprezentare tridimensională a probei.

Imaginile obținute pe baza analizei SEM au fost transferate în programul AutoCAD, pentru scanare digitală și măsurare a dimensiunilor porilor. Dimensiunea echivalentă a porilor se calculează luând în considerare diametrul  $d$  circular sau sferic al porilor de rază  $r$ . Pentru fiecare probă de ceramică s-au făcut 50 de măsurători aleatorii a porilor de pe câmpul imaginii SEM.

Graficul unei curbe de repartiție Gauss, ne arată că, spre centru probabilitățile sunt cu atât mai mari cu cât suntem mai aproape de medie, iar spre margini probabilitățile scad apropiindu-se de zero pe măsură ce ne îndepărtăm din ce în ce mai mult de medie.

Distribuția gauss arată că se respectă o anumită regulă în dimensiunea porilor. Cei foarte mari și cei foarte mici sunt puțini. Majoritari sunt cei cu dimensiuni medii (valoarea medie proximativă între foarte mic și foarte mare).

Se observă că această curbă depinde de doi parametri,  $\mu$  și  $\sigma$ , și ea este perfect determinată în momentul în care se cunosc aceștia. Deoarece curba descrie repartiția unei populații, cei doi parametri reprezintă **media** ( $\mu$ ) și **abaterea standard** ( $\sigma$ ) ale populației respective.

Graficul funcției Gauss are punctul de maxim pentru  $x = \mu$ , respectiv  $4,71\mu\text{m}$  pentru probele autentice și  $3,64\mu\text{m}$  pentru probele false.

Aplatizarea curbei Gauss este dată de valoarea deviației standard,  $\sigma$ . Cu cât valoarea lui  $\sigma$  este mai mare, cu atât curba este mai aplatizată. Când  $\sigma$  ia valori mici, curba este mai înaltă.

Valoarea medie evidențiază tendința centrală, simetria și omogenitatea seriilor de valori statistice.

Pentru ceramica de Barboși autentică valoarea medie a dimensiunii porilor este  $4,92\mu\text{m}$  iar deviația standard este  $3,82\mu\text{m}$ . Pentru probele false valoarea medie a dimensiunii porilor este  $2,84\mu\text{m}$  iar deviația standard este  $1,38\mu\text{m}$ .

Pentru ceramica de Cucuteni autentică valoarea medie a dimensiunii porilor este  $4,71\mu\text{m}$  iar deviația standard este  $3,67\mu\text{m}$ . Pentru probele false valoarea medie a dimensiunii porilor este  $3,64\mu\text{m}$  iar deviația standard este  $2,21\mu\text{m}$ .

Deviația standard ori abaterea medie pătratică este o măsură a impreciziei unui set de date, exprimă cât sunt de depărtate datele de media lor. Este cel mai comun parametru statistic care masoara dispersia datelor în cazul unei distributii normale de tip gaussian.

### 3.5 Concluzii

Analiza SEM a facilitat studiul porozității ceramicii vechi prin oferirea de mai multă acuratețe, timp scurt de lucru, pentru profilele din toate tipurile de ceramică, precum și pentru noile descoperiri în tehnicile de obținere a ceramicii. Profilele SEM fac posibilă testarea explicațiilor teoretice pentru tehnicile de obținere ale ceramicii. Acest lucru poate fi efectuat cu fiecare piesă de ceramică.

Noi demonstrăm potențialul tehnicii SEM pentru caracterizarea ceramicii vechi. Această analiză nedistructivă oferă o modalitate de a obține informații cu privire la proces și chiar uneori datarea artefactelor vechi.

Autenticitatea mostrelor poate fi identificată cu succes prin porozitate, mărimea porilor și distribuția mărimilor porilor. Aceasta înseamnă că, în grupurile de probe pe care le-am studiat statistic, avem diferență de porozitate, care a fost determinată de materialele folosite în fabricare și/sau compoziția lotului.

#### **Bibliografie** (Capitolul 3):

- [1] L. Moraru, F. Szendrei, "Ancient pottery analysis using SEM image processing", European Journal of Science and Theology, June 2010, Vol.6, No.2, pp69-79 ISSN 1841-046 (History & Philosophy Of Science; Religion).(ISI)
- [2] Moraru L., **Szendrei F.**, Domnișoru D., "Digital analysing of the SEM image of the porous ancient ceramic", 3<sup>th</sup> International Conference Advanced Composite Materials Engineering – Comat 2010, 27-29 October 2010, Brașov, pp 143-146.
- [3] Domnișoru D., Praisler M., Moraru L., **Szendrei F.**, "The analysis of pores characteristics for Cucuteni ceramics", 3<sup>th</sup> International Conference Advanced Composite Materials Engineering – Comat 2010, 27-29 October 2010, Brașov, pp 85-91.
- [4] Moraru L., **Szendrei F.**, "A NDT technique for mechanical characterization of ancient ceramic materials with porous structure", Internațional Symposium on Applied Physics- ÎSAP1 Materials Science, Environment and Health Galați, Romania, 28-29 november 2009.
- [5] Moraru L., **Szendrei F.**, "Microstructural characterization of ancient pottery for authentication using SEM image processing", 10<sup>th</sup> Internațional Balkan Workshop on Applied Physics, 6-8 iulie 2009, **Constanța**.
- [6] Principiile fizice ale microscopiei electronice, [www.scribd.com/doc/57678478/Microscopie-electronica](http://www.scribd.com/doc/57678478/Microscopie-electronica)
- [7] Goldstein Joseph, Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis Image, Springer, 2003.
- [8] Reiner Ludwig, Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer-Verlag (01/01/1999), ISBN: 3642083722
- [9] Scanning electron microscopes, [www.tescan.com/faq.php?id=20](http://www.tescan.com/faq.php?id=20)
- [10] Tipuri de microscopie, [www.fizica.unibuc.ro/mdeo/AD/docs/sem-19-11-2010.pdf](http://www.fizica.unibuc.ro/mdeo/AD/docs/sem-19-11-2010.pdf)

[11] Vasiliu Florin, Bojin Dionisie, Microscopie electronică, Editura științifică și enciclopedică, București, 1985.

[12] [www.scritube.com/.../MATERIALE-CERAMICE-COMPOZITE-B55...](http://www.scritube.com/.../MATERIALE-CERAMICE-COMPOZITE-B55...)

[13] Apostol Irina, Studii și cercetări privind materialele folosite în electronic pe bază de titanat de bariu dopat, Teză de doctorat, 2011, pag. 49-58.

## **CAP.4 ANALIZA DISTRIBUȚIEI PORILOR ÎN PROBE CERAMICE FOLOSIND TEHNICI DE PRELUCRARE A ÎMAGINILOR**

### **4.1 Analiza granulometrică a porilor**

Acest studiu este o abordare multidisciplinară a studiilor de ceramică arheologică și se referă la aplicarea analizei granulometrice pentru măsurarea porilor. Până în prezent această metodă a fost folosită pe scară largă pentru măsurarea granulației unei probe. Astfel putem obține informații referitoare la tehnologiile vechi de ardere dar și la proveniența materiilor prime. Metoda prezentată este bazată pe măsurarea digitală individuală a porilor. Această metodă a fost aplicată cu succes pentru specimene ceramice din cultura Cucuteni.

Scopul acestei analize este de a explora potențialul granulometriei digitale în evaluarea structurii porilor din ceramica veche. Este posibilă descrierea cantitativă a caracteristicilor porilor în imaginile SEM, ceea ce ne oferă date despre tehnicile de fabricare.

Mărimea porilor este corelată cu pixeli și permite determinarea diferențelor între ceramica veche autentică și ceramica falsă. Utilizarea tehnicii este ilustrată pe ambele specimene autentice și false.

### **4.2 Stadiul actual al cercetării**

#### **4.2.1. Granulometria particulelor**

Granulometria realizează repartiția procentuală pe dimensiuni a particulelor componente dintr-o probă.

#### **4.2.2. Curbe de distribuție granulometrică**

Compoziția granulometrică se ilustrează cel mai sugestiv pe cale grafică. Astfel, reprezentarea șirului (mulțimea perechilor de clase și fracții granulometrice): se numește

poligon de frecvență sau histogramă, iar reprezentarea șirului (mulțimii) se numește poligon cumulativ. Cele două reprezentări sunt prezentate în figura 29.

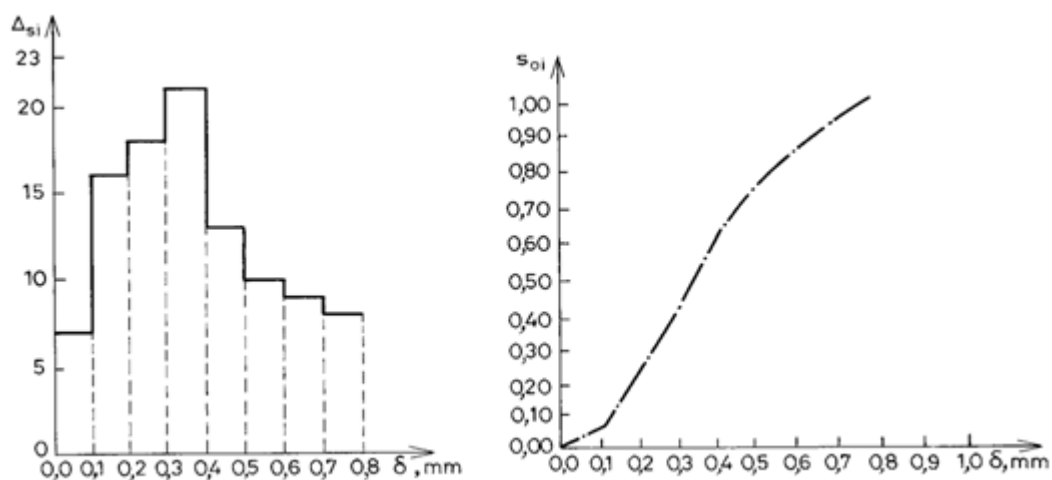


Fig. 29 Reprezentarea grafică a compoziției granulometrice.  
a) poligon de frecvență; b) poligon cumulativ.

Înformațiile obținute din curbele de frecvență și de frecvență cumulativă se referă la: intervalul de dimensiuni ale agregatului, (amplitudinea distribuției), valoarea "medie" (de frecvență maximă), fracția de granule mai mari sau mai mici decât o anumită valoare a diametrului, uniformitatea distribuției s.a.

### 4.3 Studii experimentale proprii

Au fost analizate două tipuri de ceramică: primul grup a constat din probe de ceramică autentică veche, certificată de către specialiști cu experiență în antichitate. Al doilea grup de probe a constat din ceramică falsă (simbol GF), care a apărut similar cu primul grup.

Probele au fost analizate cu ajutorul tehnicii SEM și imaginile sunt procesate folosind mediul de simulare Matlab R 2009. Modelele porilor sunt structuri complexe din cauza proiecției geometrice și a tehnicii fotografice.

Scopul nostru a fost de a calcula distribuția dimensiunii porilor într-o imagine. Pentru rezultate exacte, imaginile SEM au fost transformate în imagini binare.

Imaginile SEM digitalizate (binare) sunt, în unele cazuri, îmbunătățite prin modificarea contrastului sau iluminării în vederea reducerii cantității de informații. Prin digitizare, imaginea SEM este convertita într-o imagine compusa din unitati digitizate (pixeli în cadrul spatiului 2D, voxelii în spatiul 3D) carora în general le este asociata o



valoare, valoarea de gri, cuprinsa uzual între 0 și 255, reprezentând intensitatea spotului luminos convertit. Mărimea porilor este corelată cu pixeli (cel mai mic element al unei imagini care poate fi procesat individual).

Zgomotul excesiv sau zonele mari de luminozitate sunt eliminate prin intermediul unor filtre. Acestea permit obținerea de imagini cu nivel similar de luminozitate, contrast și zgomot.

Pentru analiza probelor de ceramică s-a folosit Microscopul electronic de baleiaj Quanta 200 tip FEI [9]. Toate imaginile sunt achiziționate cu aceeași mărime (500x).

Au fost analizate șapte fragmente de ceramică autentică și șapte fragmente de ceramică falsă. Figurile 30-33 conțin imagini SEM, imagini SEM binare a probelor ceramice și corelația dintre dimensiunea porilor și numărul de pixeli alocat pentru fiecare por. Rezultatele sunt următoarele:

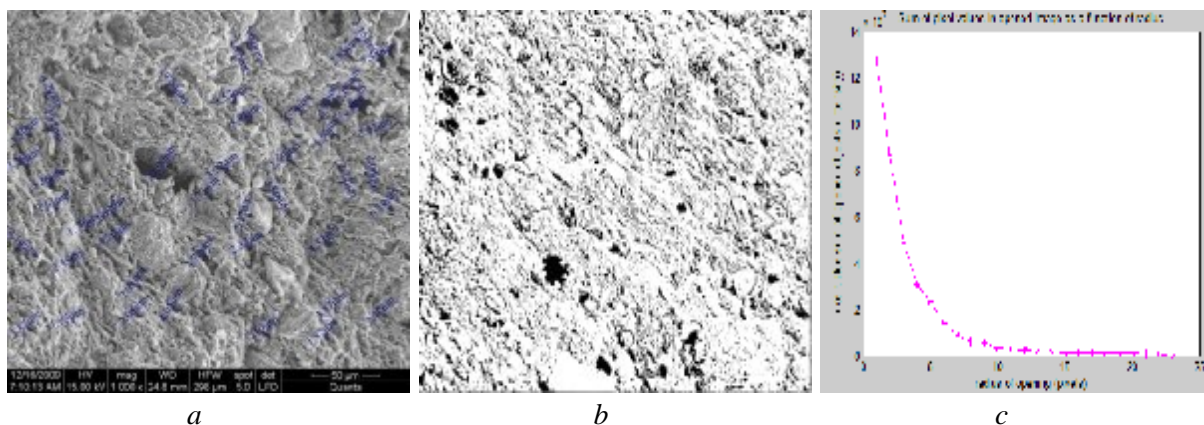


Fig.30 a) imagine SEM, b) imagine binară SEM a probei de ceramică autentică (proba nr. 15), c) distribuția porozității derivată din imaginea digitală SEM

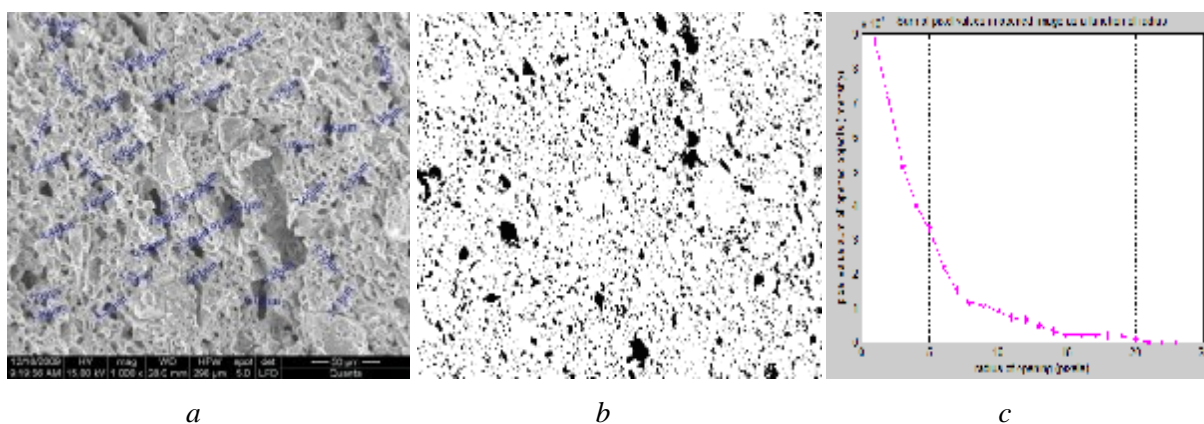


Fig.31 a) imagine SEM, b) imaginea binară SEM a probei de ceramică autentică (proba nr. 19), c) distribuția porozității derivată din imaginea digitală SEM

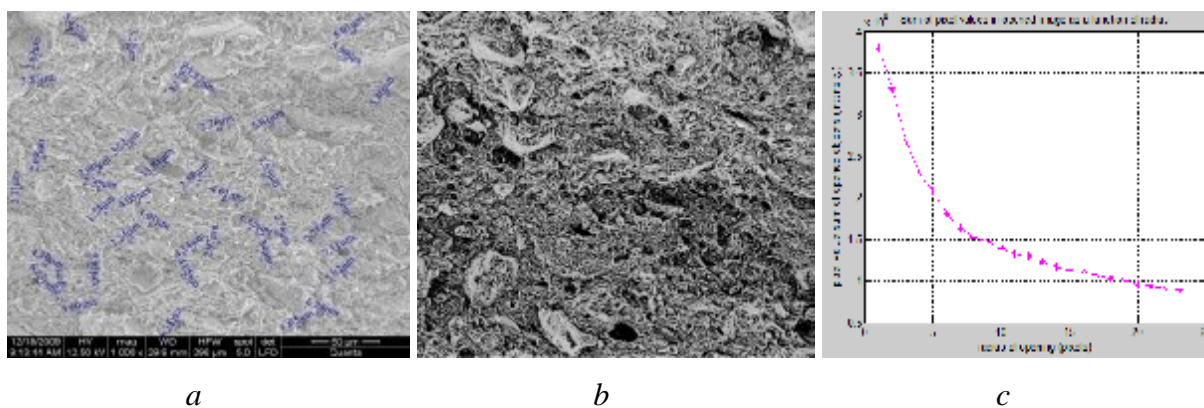


Fig. 32 a) imagine SEM, b) imaginea binară SEM a probei de ceramică falsă ( GF nr. 61), c) distribuția porozității derivată din imaginea digitală SEM

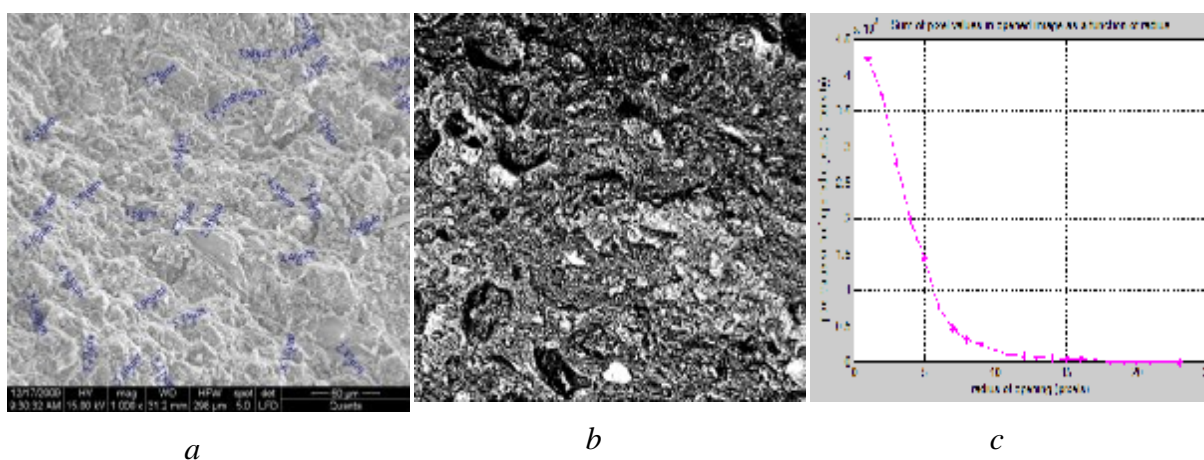


Fig. 33 a) imagine SEM, b) imaginea binară SEM a probei de ceramică falsă ( GF nr. 62), c) distribuția porozității derivată din imaginea digitală SEM

#### 4.4 Rezultate și discuții

SEM a facilitat studiul ceramicii vechi cu mai mare precizie și a deschis noi perspective în procesul de analiză al ceramicii. Analiza imaginii furnizează date cu privire la distribuția pixelilor în concordanță cu dimensiunea porilor. Analiza SEM relevă bule de aer în structura ceramicii, o constatare care indică manipularea necorespunzătoare a lutului. Profilele SEM fac posibilă explicația teoretică a tehnicilor de fabricare. Acest lucru poate fi efectuat cu fiecare probă de ceramică.

Imaginea digitală SEM a probelor de ceramică autentică (nr.15 și nr.19) diferă de imaginea digitală SEM a probelor de ceramică falsă (GF 61 și GF 62), indicând condiții diferite de obtinere.

Probele de ceramică autentică prezintă pori mai mici ceea ce indică o bună prelucrare a lutului. Este observată o mai mare interconectare a porilor din cauza eliberii gazelor în

timpul procesului de ardere. Probele de ceramică falsă prezintă pori mai mari care indică o slabă prelucrare și ardere a lutului.

Când considerăm legătura dintre mărimea porilor și pixeli, probele de ceramică falsă prezintă mărimi de pori mai mari în comparație cu probele de ceramica autentică.

Această metodă poate permite identificarea cu succes a ceramicii antice în ceea ce privește autenticitatea, prin porozitate și dimensiunile porilor.

Grupurile de probe pe care le-am studiat, statistic, au porozitate diferită. Aceasta este determinată de materiale folosite la fabricarea lor și / sau de compoziția lor.

## **4.5 Numărul lui Euler: o metodă pentru analiza statistică a porozității ceramicii**

### **4.5.1 Despre topologie și numărul lui Euler**

Topologia este o ramură a matematicii și, în sens larg, descrie relațiile spațiale existente între obiecte.

#### **Descriptori topologici:**

- 1) *Numarul de gauri* într-o regiune
- 2) *Numarul de componente conectate*
- 3) *Numarul lui Euler* (numit și factor de conectivitate) este definit ca diferența dintre componentele conectate și găuri. Numărul lui Euler este un parametru topologic, care descrie structura unui obiect, indiferent de forma sa geometrică specifică.

Pentru calculul numărului lui Euler este utilizat setul de instrumente comerciale de prelucrare a imaginii MATLAB [17].

### **4.5.2 Date experimentale**

Valorile numărului lui Euler pentru cele 14 probe de ceramică analizate variază între -7628 - 3649. Acest interval de variație ne arată că numărul lui Euler are o putere discriminatorie pentru screening-ul probelor. Pentru probele false toate numerele Euler sunt negative și intervalul de valori este mai omogen. Pentru probele autentice numărul lui Euler are valori pozitive și negative. Nici una dintre cele 14 probe nu are același număr Euler.

*Table 10. Valorile numărului Euler pentru probele autentice*

Probe	GA11	GA 14	GA 15	GA 17	GA 18	GA 19	GA 21
Numărul Euler, E	-2750	3649	-3222	-5112	1988	-7628	-2003

*Table 11. Valorile Numărului Euler pentru probele false*

Probe	GF58	GF 61	GF 62	GF64	GF66	GF 67	GF 68
Numărul Euler, E	-	-3404	-1746	-4648	-5634	-4510	-2958

### 4.5.3 Discuții

Am descris metoda pentru procesarea digitală a imaginilor SEM în vederea îmbunătățirii măsurătorile calitative ale structurii porilor. În acest scop dimensiunea porilor este combinată cu pixeli.

Scopul acestei analize este de a explora potențialul granulometriei digitale pentru calcul numărului Euler și caracterizarea structurii porilor din ceramica. Astfel se realizează descrierea cantitativă a caracteristicilor porilor în imaginile SEM, care mai departe ne dă informații privind tehnicile de modelare și ardere.

Numărul lui Euler al unei imagini binare este un element topologic fundamental, care rămâne invariant sub diverse transformări ale imaginii (ca translația, rotația, scalarea, și-foaia de cauciuc) și care descrie structura unui obiect, indiferent de forma sa geometrică specifică.

Valorile negative ale numărului lui Euler indică faptul că numărul de găuri (și anume porozitate) este mai mare decât numărul de obiecte (sau structura solidă).

Rezultatele obținute demonstrează că valoarea numărului lui Euler poate fi folosită pentru a face diferențierea între cele două seturi de ceramică autentică și falsă. Mai mult folosind acest parametru se poate caracteriza fiecare probă separat în corelație cu datele furnizate de arheologi.

Această abordare arheometrică va fi mult mai relevantă în momentul în care se vor construi biblioteci de date în care să existe imagini digitale ale structurii pentru un număr semnificativ mai mare de probe arheologice. Doar în acest caz se poate aborda integrat

analiza fizică (prin diferite metode) cu analiza statistic de procesare a imaginilor și eventual corelarea lor prin intermediul Rețelelor Neuronale Artificiale.

Perspectivile sunt atractive, dar lipsesc bibliotecile de probe și date.

## 4.6 Concluzii

Obiectivul acestui studiu a fost de a face analiza științifică a porilor pentru a stabili o metodă care să ne permită să diferențiem eșantioanele de ceramică veche de cele false.

SEM este o tehnică aplicată pe scară largă, dar rareori utilizată în scopuri arheometrice, adică pentru ceramică sau sticlă.

Eroarea principală care reiese din analiză se referă la imaginea de achiziție și la reglarea luminozității la microscop și aparatul de fotografiat. De asemenea, există erori care rezultă din competențele operatorului SEM în tehnologia de măsurare. Metoda de procesare a imaginilor prezentate în acest studiu ne permite să depășim aceste erori.

Am demonstrat potențialul tehnicii SEM și a procesării imaginii pentru caracterizarea ceramicii vechi. Această analiză non-distructivă oferă o modalitate de a obține informații cu privire la procesul și chiar, uneori, la datarea artefactelor antice.

### **Bibliografie** (capitolul 4):

- [1] [R.C. Gonzalez, R.E. Woods, Digital Image Processing, Addison-Wesley, Reading, MA, 1993.
- [2] W.K. Pratt, Digital Image Processing, John Wiley & Sons, 1978.
- [3] A.B. Venkatarangan, Geometric and statistical analysis of porous media, Ph.D. Dissertation, Department of Applied Mathematics and Statistics, SUNY at Stony Brook, NY, USA, 2000.
- [4] S.B. Gray, Local properties of binary images in two dimensions, IEEE Transactions on Computers 5 (1971) 551–561.
- [5] A. Bishnu, B. B. Bhattacharya, M. K. Kundu, C.A. Murthy, T. Acharya, A pipeline architecture for computing the Euler number of a binary image, Journal of Systems Architecture 51 (2005) 470–487
- [6] M. Minsky, S. Papert, Perceptrons, MIT Press, Cambridge, USA, 1968.
- [7] <http://www.mathworks.com/access/helpdesk/help/toolbox/images/bweuler.shtml>.
- [8] Gordan M., Prelucrarea digitală a imaginilor, Note de curs, 2009
- [9] [www.miv.ro/ro/documentatie/pi/PIlab03.pdf](http://www.miv.ro/ro/documentatie/pi/PIlab03.pdf)
- [10] Moraru L., Cotoi O., Szendrei F., “Euler number: a method for statistical analysis of ancient pottery porosity” - European Journal of Science and Theology, September 2011, Vol.7, No.3, page 99.(ISI)
- [11] Moraru L., Szendrei F., “Granulometry analysis of ancient pottery”- ANNALS OF “DUNAREA DE JOS” UNIVERSITY OF GALATI MATHEMATICS, PHYSICS, THEORETICAL MECHANICS, FASCICLE II, YEAR II (XXXIII) 2010, No.2, ISSN 2067 – 2071, page.156-159. (B+)

## CONCLUZII GENERALE

Obiectivul acestui studiu este analiza științifică a compoziției și a porozității în mostrele de ceramică veche provenind din zonele Barboși și Cucuteni, analiză care să ne permită o diferențiere între mostrele de ceramică veche autentică și falsă.

Ca metode de analiză nedistructivă am folosit analiza cu ultrasunete și microscopia electronică prin scanare.

Direcția și activitățile de cercetare vizează nivelul actual al cercetării în domeniu, adaptarea teoriilor și modelelor privind mediul poros, propagarea ultrasunetelor prin materialele poroase, determinarea porozității deschise, determinarea parametrilor acustici, pentru studiul ceramicii.

Metodele de analiză a materialelor poroase se referă în general la cele cu porozitate mare. De aceea am adaptat aceste metode de analiză pentru ceramica veche care este un material cu o porozitate mică.

S-a lucrat pe grupuri de ceramică veche autentică și ceramică falsă. Datele experimentale obținute a evidențiat diferențe de porozitate și tortuozitate între cele două grupuri cu toate că ceramica falsă imita foarte bine ceramica autentică.

Imaginile obținute pe baza analizei SEM au fost transferate în programul AutoCAD, pentru scanare digitală și măsurare a dimensiunilor porilor. Datele obținute au fost prelucrate statistic, funcția de distribuție Gauss arătând că se respectă o anumită regulă în dimensiunea porilor.

Deasemenea este descrisă o metodă pentru procesarea digitală a imaginilor SEM în vederea îmbunătățirii măsurătorile calitative ale structurii porilor.

Pentru aceasta imaginea SEM este convertită într-o imagine compusă din unități digitizate (mărimea porilor este corelată cu pixeli). Analiza imaginii binare furnizează date cu privire la suma valorii de pixeli pentru pori ca funcție de raza porilor (pixeli).

Când considerăm legătura dintre mărimea porilor și pixeli, probele de ceramică falsă prezintă mărimi de pori mai mari în comparație cu probele de ceramica autentică.

Această metodă poate permite identificarea cu succes a ceramicii antice în ceea ce privește autenticitatea, prin porozitate și dimensiunile porilor. Acest lucru înseamnă că grupurile de probe pe care le-am studiat, statistic au porozitate diferită, care este determinată de materiale folosite la fabricarea lor și / sau de compoziția lor.

Multe informații rămân scrise în microstructura probelor de ceramică. Semnăturile de porozitate pot furniza date despre autenticitatea probelor.

Datele obținute vor putea fi folosite pentru:

- caracterizare (modelarea fiecărui caz; sensibilitate în recunoașterea altor probe din aceeași perioadă istorică / civilizație / cultură);
- identificare (puterea de discriminare permite excluderea probelor care nu fac parte din categoria respectivă, inclusiv falsuri);
- identificarea ceramicii de “import”, aparținând altor culturi, a falsurilor și replicilor (în contextul dezvoltării unei “piete negre” a bunurilor culturale, bazată pe braconarea unor situri arheologice, în vederea obținerii de piese care sunt traficate ilegal);
- obținerea unor indicatori fini arheologici pentru periodizarea și cronologia ceramicii din cadrul siturilor și, eventual, civilizațiilor arheologice.

### **STUDII SI DIRECTII VIITOARE DE CERCETARE**

Domeniile arheometriei sunt largi, iar succesele începutului au fost încurajatoare. Constatăm că până acum au avut loc 34 de simpozioane internaționale de arheometrie, la care au fost și 3-4 participări românești.

Cerințele urgente sunt legate de instruirea tuturor generațiilor de specialiști din domeniul arheologiei:

- învățarea unui limbaj de specialitate care să permită dialogul arheologului cu specialiștii din diferite domenii;
- crearea unor laboratoare de arheometrie dotate cu aparatură și specialiști de înaltă clasă, orientați spre cercetarea interdisciplinară;
- introducerea între disciplinele universitare a cunoștințelor de matematică și informatică, pentru facultățile cu caracter socio-uman;
- crearea unor seminarii cu caracter interdisciplinar (seminar de arheometrie, seminar de etnoarheologie, seminar de cronologie și datări, seminar de geologie-arheologie) având caracter național sau zonal;
- dotarea sistematică și constantă a cercetării arheologice cu calculatoare (în acest moment există doar câteva fericite situații, în întreaga țară, în care arheologii folosesc calculatoare altfel decât pe post de mașină de scris și memorat texte dactilografiate).

Acestea urmăresc lărgirea domeniilor de cercetare arheologică în vederea creării unor baze de date, care să fie asociate unor sisteme de programe, unele existente, altele în studiu, menite să ofere noi posibilități de clasificare a datelor, de prelucrare a informației, de ordonare cronologică în serii cronologice sau culturale, de reconstituire și modelare a mediului și vieții comunităților etno-culturale.

## LISTA CU LUCRARI PROPRII

1. Moraru M., **Szendrei F.**, “ Ancient pottery analysis using SEM image processing” - European Journal of Science and Theology, June 2010, Vol.6, No.2, ISSN 1841-046 , pages 69-78. (ISI)
2. Moraru M., Cotoi O., **Szendrei F.**, “Euler number: a method for statistical analysis of ancient pottery porosity” - European Journal of Science and Theology, September 2011, Vol.7, No.3, page 99. (ISI)
3. Moraru L., **Szendrei F.**, “Granulometry analysis of ancient pottery”- ANNALS OF “DUNAREA DE JOS” UNIVERSITY OF GALATI MATHEMATICS, PHYSICS, THEORETICAL MECHANICS, FASCICLE II, YEAR II (XXXIII) 2010, No.2, ISSN 2067 – 2071, page.156-159. (B+)
4. Moraru L., **Szendrei F.**, “A NDT technique for mechanical characterization of ancient ceramic materials with porous structure”, Journal of Science and Arts, Year 10, No. 2 (13), pp. 345-348, 2010, ISSN 1844 – 958. (B+)  
<http://www.josa.ro/ro/index.html?http%3A//www.josa.ro/ro/josa.html>
5. **Szendrei F.**, “Microstructural Characterization of ancient ceramics”- ANNALS OF “DUNAREA DE JOS” UNIVERSITY OF GALATI MATHEMATICS, PHYSICS, THEORETICAL MECHANICS, FASCICLE II, SUPPLEMENT, YEAR I (XXXII) 2009, No.1, PAGES 7-13.  
Proceedings of the Scientific Workshop Session, Doctoral School of Applied Sciences Galați, June 4<sup>th</sup>-5<sup>th</sup>, 2009.
6. Moraru L., Praisler M., **Szendrei F.**, Domnisoru D., Chiselev A.M., “Porosity and tortuosity of romanian ancient ceramic”, EUROMAT 2009, European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes, **Glasgow**, United Kingdom, September, 7<sup>th</sup>-10<sup>th</sup> 2009.
7. Moraru L., **Szendrei F.**, Nicolae M.C., Chiselev A.M., Onose L., . “Study of porosity formation and evolution in aluminum”, EUROMAT 2009, European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes, **Glasgow**, United Kingdom, September, 7<sup>th</sup>-10<sup>th</sup> 2009.
8. Moraru L., Praisler M., **Szendrei F.**, Domnisoru D., “Characterization of porous materials using ultrasonic waves”, Annual Symposium of the Institute of Solid Mechanics – SISOM, 28-29 May, 2009, **Bucharest**. (4U)
9. Moraru L., **Szendrei F.**, “Microstructural characterization of ancient pottery for authentication using SEM image processing”, 10<sup>th</sup> Internațional Balkan Workshop on Applied Physics, 6-8 iulie 2009, **Constanța**.
10. Szendrei F., “Analiza SEM aplicată la studiul ceramicii cucuteniene și prelucrarea digitală a imaginilor”, „AGORA. ISTORIE VECHĂ ȘI ARHEOLOGIE LA DUNĂREA DE JOS (III)”, 5 aprilie, 2011.



11. Moraru L., **Szendrei F.**, “Ultrasonic properties of ancient ceramic materials with porous structure”, A doua conferință națională de “științe aplicate în studiul mediului înconjurător și materialelor” cu participare internațională , 28-29 aprilie 2010, **TÂRGOVIȘTE**.
12. Moraru L., **Szendrei F.**, Domnișoru D., “Digital analysing of the SEM image of the porous ancient ceramic”, 3<sup>th</sup> International Conference Advanced Composite Materials Engineering” – Comat 2010, 27-29 October 2010, Brașov, pp 143-146.
13. Domnisoru D., Praisler M., Moraru L., **Szendrei F.**, “The analysis of pores characteristics for Cucuteni ceramics”, 3<sup>th</sup> International Conference Advanced Composite Materials Engineering” – Comat 2010, 27-29 October 2010, Brașov, pp 85-91.
14. Moraru L., **Szendrei F.**, “Structural features of archaeological pottery” The 9<sup>th</sup> International Conference OPROTEH-2011, Bacău, May 24-26, 2011.