

Journée de l'Association de Cristallographie d'Aix-Marseille – ACAM

Art, Patrimoine et Cristallographie

4 Mai 2022



Photo de la journée « Art & cristallographie », *sculpture sur glace représentant un cristal de quartz*,
Marseille 2014



Journée de l'Association de Cristallographie Aix-Marseille – ACAM

Art, Patrimoine et Cristallographie

4 Mai 2022

Faculté de Luminy, Auditorium de l'Hexagone, Marseille

Programme

09h00 – 09h30 Accueil
09h30 – 09h50 Bienvenue – Présentation ACAM – Perspectives - Le bureau - Evelyne Salançon (CINaM), Gerlind Sulzenbacher (AFMB), Michel Giorgi (Spectropole, AMU)

L'art, la science et le numérique (animé par C. Abergel, IGS)

09h50 – 10h30 L. De Luca (MAP) « *Vers une cathédrale de données et de connaissances pluridisciplinaires en science du patrimoine* »

10h30 - 11h00 L. Patout (IM2NP), « *Retour sur le concours de croissance cristalline : 3CAM2 : année scolaire 2020-21* »

11h00 - 11h20 Pause café

Patrimoine culturel (animé par V. Gontero-Lauze, CIELAM)

11h20- 12h00 P. Martinetto (Inst. Néel) « *La cristallographie pour l'étude des objets et œuvres du patrimoine culturel : mesures non invasives de fluorescence et diffraction des rayons X sur des sculptures de la fin du Moyen âge* »

12h00 - 12h20 P. Bromblet (CICRP) « *Rôles des argiles gonflantes dans la desquamation en plaque des pierres sur les parements du palais des papes (Avignon)* »

12h20 -12h30 Inauguration de l'exposition « Minéraux » (O. Grauby, CINaM & B. Devouard, CEREGE)

12h30 - 14h00 Pause déjeuner (La boîte savoureuse)

14h00 - 14h40 G. Panczer (ILM) « *Les cristaux gemmes du livre d'heures de François 1er (Louvre) : étude par spectrométries portatives* »

14h40 - 15h00 F. Boulc'h (Madirel) « *Analyse cristallographique d'une recette médiévale dédiée à la préparation du minium* »

15h00 - 15h20 J.-M. Vallet (CICRP), « *Nature du contraste chromatique des gravures rupestres du Mont Bégo* ».

15h20 - 15h40 T. de Seauve (CICRP), « *RECONVERT 2 : Reconversion par irradiation laser de pigments anciens dégradés* ».

15h40 - 16h00 Pause Café

Collaboration artiste & scientifique (animée par N. Mangelinck - IM2NP)

16h00 – 16h40 S. Zaragosi (EPOC) & D. Allouche (artiste), « *Collaboration artiste/scientifique, un échange créateur* »

16h40 - 17h00 G. Wagner (artiste), « *Exposition et Présentation d'oeuvres numériques autour de la cristallographie* »

17h00- 18h00 Table ronde

La cristallographie pour l'étude des objets et œuvres du patrimoine culturel : mesures non invasives de fluorescence et diffraction des rayons X sur des sculptures de la fin du Moyen Âge

P. Martinetto, N. Blanc, P. Bordet, J. -L. Hodeau, O. Leynaud, V. Poline, A. Pratt
Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

Depuis une quinzaine d'années, des instruments mobiles utilisant des sources de rayons X sont développés pour l'analyse non invasive d'objets et œuvres du patrimoine culturel et viennent ainsi compléter les informations obtenues avec d'autres techniques analytiques basées sur l'interaction lumière/matière déjà mises en œuvre sur site [1, 2]. Ces instruments ont bénéficié de développements technologiques récents, à la fois en termes d'optiques de focalisation et de détection, souvent initiés dans les installations de rayonnement synchrotron, et permettent aujourd'hui d'obtenir des données de qualité comparables à celles obtenues avec des appareils de laboratoire, sans avoir à prélever d'échantillons ou à travailler sur des objets de petite taille et déplaçables.

Nous montrerons dans cette présentation l'intérêt de réaliser, au sein d'un même instrument, des mesures conjointes de spectroscopie de fluorescence et de diffraction des rayons X sur poudre. La combinaison de ces deux techniques d'analyse élémentaire et structurale permet d'identifier plus facilement les matériaux et leurs produits de dégradation, de quantifier les mélanges et dans certains cas d'évaluer des épaisseurs de couches picturales. Nous présenterons l'instrument MobiDiff, récemment conçu et réalisé à l'Institut Néel, en étroite collaboration avec le LAMS, déjà auteur d'un premier prototype : DiffiX, dernière version d'un instrument développé et optimisé au cours des 10 dernières années [3, 4], et qui a été utilisé pour caractériser de nombreuses surfaces artistiques colorées et peintes [5 - 8]. La collecte des données de diffraction exigeant de respecter des critères géométriques stricts (géométrie fixe entre la source, la surface analysée et le détecteur), la taille de l'instrument et les possibilités de positionnement ont été optimisées pour permettre des mesures sur des objets en volume de formes complexes. Nous présenterons les résultats d'une étude récente visant à analyser la polychromie et plus particulièrement les décors en léger relief, dits « brocards appliqués » d'un corpus de sculptures en bois polychrome produites dans les anciens Etats de Savoie à la fin du Moyen Age [9, 10].

[1] Ricciardi, P. (2016). *Anal. Methods*, 30, 5894-5896.

[2] Colomban, Ph. (2012). *J. Raman Spectrosc.*, 43, 1529-1535.

[3] Gianoncelli, A., Castaing, J., Ortega, L., Dooryhée, E., Salomon, J., Walter, Ph., Hodeau, J.-L., Bordet, P. (2008). *X-Ray Spectrometry*, 37, 418-423.

[4] Castaing, J., Dubus, M., Gianoncelli, A., Moignard, B., Walter, P. (2016). *Technè*, 43, 79-83.

[5] Beck, L., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Lebon, M., Moignard, B., Plassard, F. (2014). *Talanta*, 129, 459-464.

[6] Szmelter, I., Walter, Ph., Rousselière, H. (2015). *Opuscula Musealia*, 2, 61-73.

[7] de Viguierie, L., Glanville, H., Ducouret, G., Jacquemot, P., Anh Dang, P., Walter, Ph. (2018). *C. R. Physique*, 19, 543-553.

[8] Martinetto, P., Blanc, N., Bordet, P., Champdavoine, S., Fabre, F., Guiblain, T., Hodeau, J.-L., Lelong, F., Leynaud, O., Prat, A., Pouyet, E., Uher, E., Walter, Ph. (2021). *J. Cult. Herit.*, 47, 89-99.

[9] Bouquet, F., Lelong, F., Marin, S., Martinetto, P., Pinto, A. (2020). *Artistes et artisans dans les Etats de Savoie au Moyen Age - De l'or au bout des doigts*, Editions Silvana Editoriale, 74-92, 199 p.

[10] Lelong, F., Pouyet, E., Champdavoine, S., Guiblain, T., Martinetto, P., Walter, Ph., Rousselière, H., Cotte, M. (2021). *CeROArt*, org/10.4000/ceroart.7802.

Rôles des argiles gonflantes dans la desquamation en plaque des pierres sur les parements du palais des papes (Avignon).

Philippe Bromblet^a, Jérémie Berthonneau^a et Paola Scaramuzza^{b,c}

^a CICRP Belle de Mai, 21 rue Guibal, 13 003 Marseille, France

^b Faccio Engineering S.R.L, Via Astichello 18, 35 133 Padova, Italy

^c Agence Pierre-Antoine Gatier, 30 rue Guynemer, 75 006 Paris, France

Résumé

Le palais des papes montre dans les chaînages d'angle, les ébrasements des baies et dans les voussures, une alternance de pierres calcaires jaunes et grises. Les pierres grises sont systématiquement affectées par une desquamation superficielle en plaques alors que les pierres jaunes ne montrent quasiment jamais ce type d'altération ou uniquement de manière très atténuée. Ce type de dégradation est généralement attribué à des cristallisations de sels solubles sous la surface de la pierre. Les deux types de pierre ont été étudiés par analyse pétrographique en lame mince et analyse minéralogique (diffraction des rayons). Par comparaison avec des échantillons de carrière conservés au CICRP (Bromblet, 2019), les analyses permettent de confirmer et préciser la provenance de ces matériaux d'origine locale (carrière de Villeneuve-lez-Avignon et carrière de Barbentane). La desquamation affecte des pierres très exposées aux pluies. Une telle configuration n'est pas propice à la concentration des sels solubles mais favorise plutôt le lessivage et l'érosion superficielle. Les dosages en sels solubles indiquent que les cristallisations salines sont absentes ou en très faibles teneurs dans les pierres dégradées et ne peuvent être incriminées dans le mécanisme de formation des plaques. Les analyses minéralogiques permettent d'identifier et de quantifier dans la pierre grise de Barbentane de fortes teneurs d'argiles gonflantes de type smectite. La desquamation en plaques qui affecte les pierres grises du palais des papes n'est donc pas provoquée par des cristallisations de sels solubles mais résulte d'un mécanisme de dilatation hydrique superficielle lié au comportement des argiles gonflantes, ainsi que des travaux de recherche récents l'ont montré sur plusieurs types de molasses calcaires provençales (Berthonneau 2014, Berthonneau et al. 2016). Les pierres de Villeneuve et de Barbentane ne sont plus exploitées depuis longtemps. Les pierres de substitution qu'il va falloir utiliser pour la restauration de ces façades doivent être choisies d'après leur teinte et leur texture pour s'harmoniser avec les pierres originales. On veillera aussi qu'elles ne contiennent pas dans leur cortège minérale d'argiles gonflantes susceptibles d'entraîner une reprise de cette desquamation en plaque problématique.

The spalling decay of building bioclastic limestones of Provence (South East of France): from clay minerals swelling to hydric dilation, Berthonneau J., Bromblet P., Cherblanc F., Ferrage E., Vallet J.M. and Grauby O., Journal of Cultural Heritage, 2016, 17, 53-60p. [doi:10.1016/j.culher.2015.05.004](https://doi.org/10.1016/j.culher.2015.05.004)

Impact of swelling clays on the spalling decay of building limestones: insights from X-ray diffraction profile modeling, Berthonneau J., Grauby O., Ferrage E., Vallet J-M., Bromblet P., Dessandier D., Chaudanson D. and Baronnet A., European journal of Mineralogy, oct 2014, vol.26, p.643-656.

Caractérisation de la molasse grise sensible à la desquamation en plaques mise en œuvre sur les façades. Bromblet P., rapport CICRP, 2019, 13p.

Analyse cristallographique d'une recette médiévale dédiée à la préparation du minium

Amélie Demoulin¹, Jean Rouquerol¹, Carine Perrin², Valérie Gontero³ et Florence Boulc'h¹

¹ Laboratoire Matériaux Divisés, Interfaces, Réactivité, Electrochimie (Université d'Aix-Marseille / CNRS)

² Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence (Université d'Aix-Marseille / CNRS)

³ Centre Interdisciplinaire d'Etude des Littératures d'Aix-en-Provence (Université d'Aix-Marseille)

Nous travaillons actuellement à l'authentification d'un manuscrit du XV^e siècle conservé dans le fonds ancien de la Bibliothèque Méjanès d'Aix-en-Provence (fig. 1a). Il s'agit du manuscrit 1800, qui contient *Les Remèdes de l'une et l'autre Fortune* de Pétrarque, dans sa traduction française par Jean Daudin. Les études physico-chimiques sont menées selon deux approches complémentaires, la première *in-situ* au sein de la bibliothèque à l'aide des techniques spectroscopiques portables, la seconde *ex-situ* au sein de nos laboratoires de recherche. Grâce à l'ensemble des mesures menées *in-situ*, nous avons précédemment révélé l'identité du commanditaire de ce manuscrit et décrit la palette de l'enlumineur [1]. Afin de corroborer ces analyses et de décrire au mieux les techniques d'élaboration des matériaux décelés sur le manuscrit, nous préparons en laboratoire différents pigments selon les conditions opératoires médiévales.

Dans le cas du minium, nous nous appuyons sur la recette très succincte décrite par Théophile au XIV^e siècle [2]: « broyez la céruse [...] ; mettant dans deux ou trois vases neufs, placez sur les charbons ardents ; ayez un fer mince recourbé [...] avec lequel vous puissiez remuer de temps en temps cette céruse. Vous ferez cela jusqu'à ce que le minium devienne entièrement rouge ». Cependant, quel est le composé rouge décrit par Théophile que nous formons en chauffant la céruse de couleur blanche ? Est-ce bien le minium assimilé à l'oxyde de plomb Pb_3O_4 ? Ou est-ce un composé autre ?

Afin de répondre à ces questions, nous avons étudié cette préparation par analyse thermique à vitesse de transformation constante. En effet, cette méthode est spécialement adaptée à l'étude des mécanismes successifs de décomposition des poudres (fig. 1b). Chaque étape de décomposition est ensuite caractérisée par une transition de phase cristalline grâce à un diffractomètre de rayons X équipé d'une chambre en température (fig. 1c). Nous proposons de vous présenter, lors de cette journée, l'ensemble de ces résultats afin de mettre en évidence l'apport de la cristallographie à l'étude des manuscrits médiévaux enluminés.

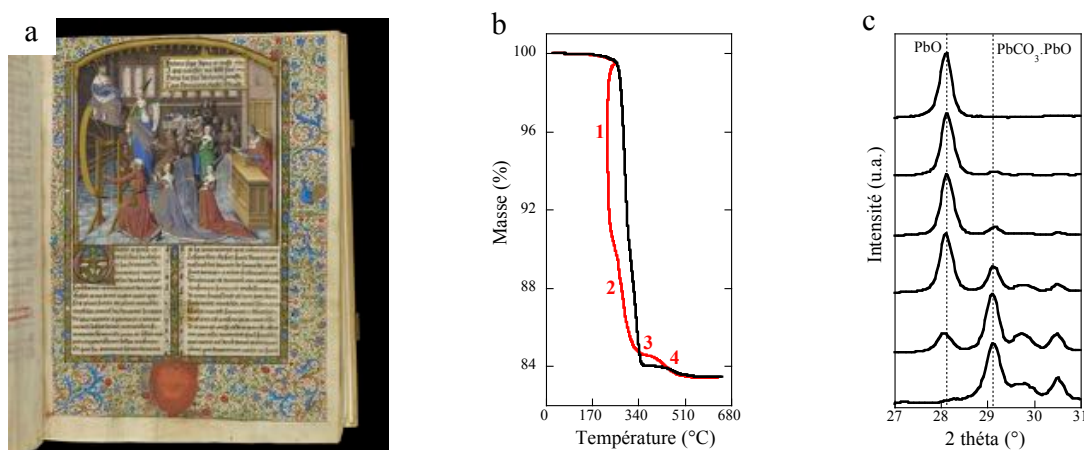


Figure 1

(a) Le folio 6 du manuscrit *Les Remèdes de l'une et l'autre Fortune* (35 × 26 cm) (crédit photo : Odile Guillon, CICRP)

(b) L'analyse thermique réalisée à vitesse de décomposition constante (en rouge) met en évidence les mécanismes successifs de transformation de la céruse ($PbCO_3$) contrairement à l'analyse thermique réalisée à vitesse de montée en température constante (en noir). Le mécanisme est caractérisé par quatre étapes différenciées (numérotées de 1 à 4).

(c) L'analyse par diffraction de rayons X de l'étape 2 de ce mécanisme révèle la transition cristalline $PbCO_3 \cdot PbO_{(s)} = 2PbO_{(s)} + CO_{2(g)}$. L'ensemble des diffractogrammes est enregistré au sein de la chambre à 330°C. Dix minutes environ séparent chaque enregistrement.

[1] L. De Viguier, S. Rochut, M. Alfeld, P. Walter, S. Astier, V. Gontero et F. Boulc'h. *Heritage Science* 6 (2018) 11

[2] Théophile, *Essai sur divers arts*. Traduction par C. de L'Escalopier. Nouvelle édition par E. de Bussac (2011)

Nature du contraste chromatique des gravures rupestres du Mont Bégó

Jeremie Berthonneau¹, Jean-Marc Vallet¹, Philippe Bromblet¹, François Martin², Franck Sumera³, et Olivier Grauby⁴

¹ Centre Interdisciplinaire de Conservation et de Restauration du Patrimoine (CICRP Belle de Mai), 21 rue Guibal, 13003 Marseille, France

² Université Paul Sabatier, CNRS – UMR 5563 GET, 14 avenue Edouard Belin, 31400 Toulouse, France

³ UMR 7299 CCJ-SRA (Centre Camille Jullian-Service Régional de l'Archéologie), 13100 Aix en Provence, France

⁴ Aix-Marseille Université, CNRS – UMR 7325 CINaM, campus de Luminy, Case 913, 13288 Marseille Cedex 9, France

Résumé :

Les vallées du Mont Bégó (Parc National du Mercantour) sont parsemées de plusieurs milliers de pétroglyphes majoritairement datés entre 1800 et 1500 av. J.-C. La méthode employée pour la réalisation de ces gravures a consisté en une succession de perforations par percussion d'une très fine couche rouge recouvrant les affleurements rocheux pour mettre au jour la méta-pélite permienne verdâtre sous-jacente, créant ainsi un contraste chromatique accentuant la lisibilité des gravures. Or, cette couche présente de nombreuses figures d'altération allant jusqu'à la disparition de certaines gravures par desquamation en plaques, décoloration ou recouvrement biologique.

Dans le but d'assurer la pérennité du site, un programme de recherche a été initié par le Service Régional d'Archéologie de PACA, le CICRP, le CINaM et le Musée de Tende afin de définir les conditions nécessaires à la conservation des gravures. En premier lieu, il s'est agi de déterminer comment cette couche rouge s'est formée. Une étude minéralogique et pétrographique multi-échelles du contraste chromatique a donc été conduite sur des échantillons prélevés *in situ* à proximité des gravures. Elle a permis de déterminer que la couche rouge résulte de la mobilisation, sous forme d'(hydr)oxydes, du fer structural des phyllosilicates (phengites et ripidolites) constitutif du matériau rocheux.

Les événements ayant conduit à la mobilisation du fer et à la formation de ce contraste chromatique sont en cours d'étude. Ils pourront permettre de préciser les préconisations faites en termes de conservation des gravures.

RECONVERT 2 : Reconversion par irradiation laser de pigments anciens dégradés

Théa de Seauve^a, Vincent Detalle^b, Alexandre Semerok^c, Sébastien Aze^d, Olivier Grauby^e, Sophie Bossonnet^f, Kevin Ginestar^f, Jean-Marc Vallet^a

^a Centre Interdisciplinaire de Conservation et Restauration du Patrimoine (CICRP), 21 rue Guibal, 13003 Marseille, France

^b C2RMF, Palais du Louvre – Porte des Lions, 14, quai François Mitterrand, 75001 Paris, France

^c Université Paris-Saclay, CEA, Service d'Études Analytiques et de Réactivité des Surfaces, 91191, Gif-sur-Yvette, France

^d Sinopia, 1820 Chemin des Tuilières, 13290 Aix-en-Provence, France

^e Aix-Marseille Université, CNRS – UMR 7325 CINaM, campus de Luminy, Case 913, 13288 Marseille Cedex 9, France

^f Université Paris-Saclay, CEA, Service de la Corrosion et du Comportement des Matériaux dans leur Environnement, 91191, Gif-sur-Yvette, France

Abstract :

Au cours du temps et sur de nombreuses œuvres du patrimoine culturel on observe que les pigments inorganiques connaissent des dégradations chromatiques considérées comme irréversibles. Si la majorité des travaux de recherche menés sur ce sujet porte sur la compréhension des mécanismes mis en œuvre conduisant à ces transformations, les études sur une possible reconversion sont plus rares. Le projet RECONVERT 2 propose une approche expérimentale combinant des sources laser continues et un changement local de l'environnement afin de maîtriser la réaction de reconversion envisagée. Les possibilités de reconversion de pigments dégradés à base de plomb (minium Pb_3O_4 , blanc de plomb $PbCO_3$ et $2 PbCO_3 \cdot Pb(OH)_2$) et de mercure (cinabre HgS) sont examinées pour le cas des peintures murales, pouvant être affectées sur de grandes surfaces. L'objectif de ce projet est de développer, dans le respect des principes de la conservation, un procédé de restauration innovant et de faible coût. La réactivité des produits de dégradation dans différentes conditions sont étudiées en ATG afin de déterminer des protocoles de reconversion transposable au chauffage laser. Des essais d'irradiation sont effectués sur des échantillons modèles et des prélèvements issus de biens culturels. Les échantillons sont caractérisés en DRX, μ -Raman et MEB-EDX avant et après restauration. Enfin, un protocole d'analyse en MET des échantillons de cinabre noircis, présentant une structure en couche, est mis en place.

Dove Allouche

Dove Allouche est né en 1972, il vit et travaille à Paris. Photographe, graveur et dessinateur, il est fortement influencé par les notions de temps et d'espace et expérimente divers procédés de reproductions. Ses œuvres ont été exposées récemment au Palais de Tokyo ou au Centre Pompidou.

(Extrait du site : <https://www.cnap.fr/node/62048>)



Vue de l'exposition, "Versailles - Visible / Invisible", galerie des Cotelles, Grand Trianon, 2019

(extrait du site de France Culture)

Gabi Wagner

Originnaire d'Allemagne, Gabi est une artiste graveur installée à Marseille depuis presque quinze ans. Toujours en quête de nouvelles techniques, elle nous livre un travail graphique et expérimental, oscillant entre la photographie, la gravure, le collage et la peinture. L'invention de formes abstraites et l'association des techniques donnent à son travail une dimension résolument avant-gardiste avec une touche mystique.

(Extrait du site : <https://wilo-grove.com/talents/gabi-wagner/>)

