

Laboratoire M.S.M.A.P. SARL

Microanalyse

Sciences des Matériaux Anciens et du Patrimoine - Etude des objets d'art

**Statue en pierre polychrome représentant une Vierge à l'enfant
(15^{ème} siècle)**

Notre-Dame du Cros, Caune en Minervois (11)



Analyse : **B. DUBOSCQ**

Docteur en géologie du quaternaire
et Préhistoire.
Ingénieur en microanalyse

N. POIRIER

Ingénieur en Archéométrie

REMARQUE

Cette étude, réalisée en respect de la déontologie scientifique, se propose de rechercher et d'apporter des éléments d'analyse concernant la technique de fabrication du bien culturel, l'altération du matériau qui le constitue, et les dépôts ou éventuels traitements présents à sa surface.

La démarche analytique est fondée sur l'observation de l'objet, l'analyse physico-chimique de prélèvements suivant les techniques et les protocoles succinctement décrits dans le rapport, qui sont employées de longue date par les spécialistes de l'étude scientifique des matériaux anciens.

La comparaison des résultats obtenus avec les éléments bibliographiques actuellement à la disposition de la communauté scientifique permet de conclure en faveur ou non de l'ancienneté de l'œuvre étudiée, au regard de sa provenance et de son âge supposés.

Ces travaux sont effectués indépendamment de toute recherche historique, iconographique et stylistique concernant l'œuvre étudiée. Les indications de provenance, d'époque ou d'attribution de l'œuvre relèvent de la responsabilité du commanditaire et ne sont mentionnées dans le rapport qu'à titre indicatif. Toutefois, ces données fournies sont prises en compte dans le débat conduisant à la conclusion finale du rapport.

M.S.M.A.P.

OBJECTIFS

Étude de quatre prélèvements de polychromie. Statue en pierre représentant une Vierge à l'enfant (15^{ème} siècle). Notre-Dame du Cros, Caune en Minervois (11).

Il s'agit d'une étude préalable à la restauration de la statue, réalisée pour l'*Atelier Langlois*. L'objet de cette étude est d'établir une stratigraphie précise des échantillons afin de mettre en évidence les différentes phases de polychromie.

MOYENS MIS EN ŒUVRE

Stéréomicroscope ; Microscope optique inversé ; Microscope électronique à balayage (M.E.B.) avec imagerie en mode électrons secondaires (E.S., contrastes topographiques) et rétrodiffusés (E.R.D., contrastes chimiques), couplé à une analyse élémentaire en dispersion d'énergie de rayons X (E.D.X.).

PRÉLÈVEMENTS

L'étude a été menée à partir de quatre prélèvements de polychromie :

- V1** : prélèvement de polychromie réalisé au niveau du visage de la Vierge.
- V2** : prélèvement de polychromie réalisé au niveau du manteau bleu de la Vierge.
- V3** : prélèvement de polychromie réalisé au niveau du pli intérieur de la robe rouge de la Vierge.
- J1** : prélèvement de polychromie réalisé au niveau de la robe bleue de Jésus.

Les prélèvements ont été enrobés dans une résine époxy afin de réaliser une microsection. Les microsections ont été recouvertes de carbone pour permettre l'étude par MEB. Cette opération est en partie à l'origine du pic du carbone (C) observé sur les spectres d'analyse X élémentaire.

RÉSULTATS

Les résultats et les analyses sont illustrés dans les pages suivantes. Un tableau synthétique de proposition de correspondance stratigraphique est présenté en page 2.

Phases de polychromie	Prélèvement V1	Prélèvement V2	Prélèvement V3	Prélèvement V4
Décor 6	Couche picturale blanc-rosé (c. 8) : blanc de plomb + sulfate de baryum + blanc de zinc + minium + rare rouge de chrome et outremer	Couche picturale bleue (c. 8) : pigment bleu organique + sulfate de baryum + blanc de plomb + blanc de zinc + oxyde de fer	Couche picturale rouge (c. 9) : sulfure de mercure + charges aluminosilicatées	Couche picturale rouge-bleu (c. 6) : sulfure de mercure + outremer + sulfate de baryum + blanc de zinc + blanc de plomb
Décor 5 (à partir du début du 19 ^{ème} siècle)		Couche picturale jaune (c. 7) : jaune de chrome + sulfate de baryum + blanc de plomb + noir de charbon + noir d'os	Couche picturale rouge (c. 8) : minium	
Décor 4	Couche blanche (c. 7) : blanc de plomb + minium altéré Couches blanches (c. 5 et 6) : blanc de plomb	Couche picturale blanche à rouge (c. 6) : blanc de plomb + minium + ocre	Couches picturales bleues (c. 6 et 7) : bleu de Prusse + blanc de plomb + calcite	Couche picturale verte (c. 5) : acétate de cuivre ?+ blanc de plomb
	Préparation brune (c. 4) : minéraux aluminosilicatés + silice + blanc de plomb + oxyde de fer + noir de charbon	Préparation brune (c. 5) : minéraux aluminosilicatés + silice + blanc de plomb + oxyde de fer + noir de charbon	Préparation brune (c. 5) : minéraux aluminosilicatés + silice + blanc de plomb + oxyde de fer + noir de charbon	Préparation brune (c. 4) : minéraux aluminosilicatés + silice + blanc de plomb + oxyde de fer + noir de charbon Couches de préparation brune (c. 2 et 3) : calcite + silice + aluminosilicates + ocre + blanc de plomb + noir de charbon Préparation blanche (c. 1) : craie + calcite broyée + blanc de plomb
Décor 3	Couche picturale blanc-rosé (c. 3) : nombreuses phases de calcite + blanc de plomb + ocre	Couche picturale blanche (c. 4) : blanc de plomb + charge de calcite	Couche picturale bleue (c. 4) : bleu de Prusse + blanc de plomb + calcite	
Décor 2 (à partir du début du 18 ^{ème} siècle)	Couche de consolidation brune Couche picturale blanc-rosé (c. 2) : blanc de plomb + minium + calcite	Dorure ? complètement disparue Support de dorure à la mixtion ? (c. 3) : blanc de plomb + calcite + ocre + liant abondant Préparation blanche (c. 2) : blanc de plomb	Couche picturale bleue (c. 3) : bleu de Prusse + blanc de plomb + calcite Préparation blanche (c. 2) : blanc de plomb	
Décor 1 d'origine (15 ^{ème} siècle) Support (P)	Couche picturale blanc-rosé (c. 1) : blanc de plomb + sulfure de mercure + charges aluminosilicatées	Dorure ? complètement disparue Support de dorure à la mixtion ? (c. 1) : blanc de plomb + calcite + ocre + liant abondant	Dorure ? presque complètement disparue Support de dorure à la mixtion? (c. 1) : blanc de plomb + calcite + ocre + liant abondant	

Tableau synthétique de proposition de correspondance stratigraphique

PRÉLÈVEMENT V1 : visage de la Vierge

1. Observations préliminaires

La face interne de prélèvement (Fig. 1a) montre une première couche blanc-rosé craquelée et lacunaire (c. 1), sous laquelle nous observons une fine couche d'un matériau brunâtre et translucide (Fig. 1a, flèches). Une seconde couche blanc-rosé (c. 2) est localisée par-dessus la première.

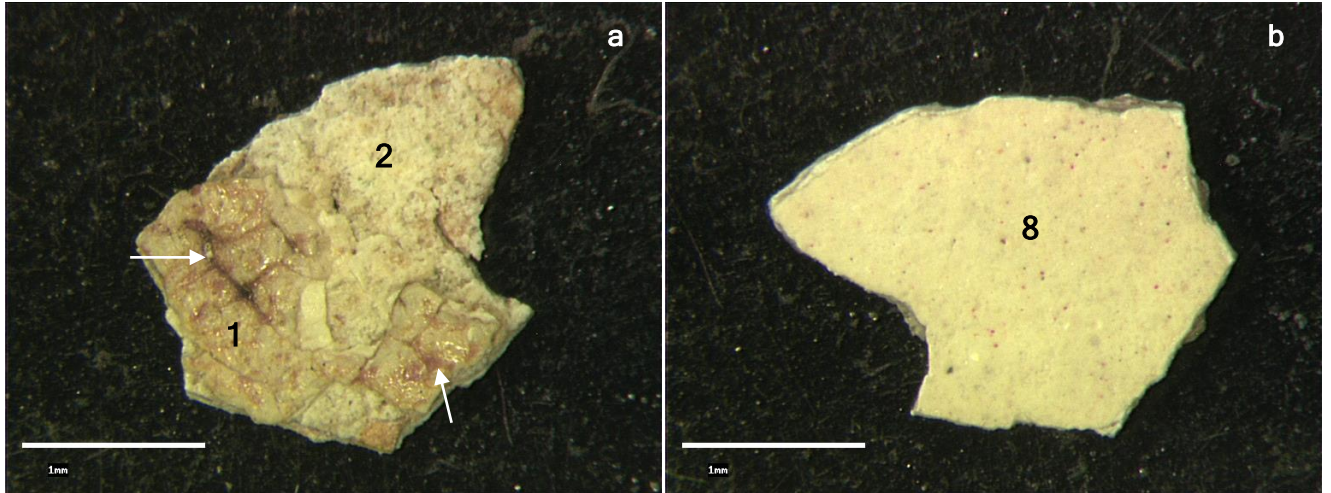


Figure 1 : Vues d'ensemble (stéréomicroscope, x30, a- face interne, b- face externe) du prélèvement V1.

En face externe, on observe la couche picturale blanc-rosé (c. 8) correspondant à la carnation actuelle de la Vierge.

2. Étude stratigraphique par microscopie optique inversée et par MEB-EDX

L'étude stratigraphique permet de mettre en évidence une superposition de huit couches principales (Fig. 2) :

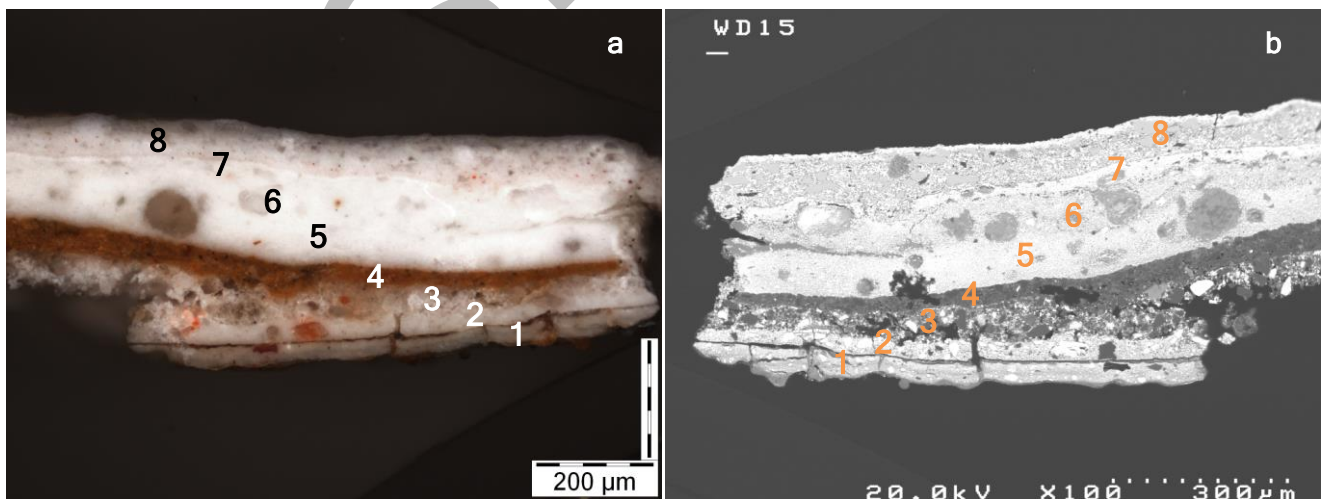


Figure 2 : Vues de détail (même champ, x100, a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, b-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

1. Une première couche blanc-rosé lacunaire
2. Une seconde couche blanc-rosé lacunaire
3. Une troisième couche blanc-rosé
4. Une couche brune

5. Une première couche blanche
6. Une seconde couche blanche
7. Une troisième couche blanche
8. Une quatrième couche blanc-rosé

La première couche blanc-rosé lacunaire (c. 1) apparaît fissurée (Fig. 3a). Elle se compose principalement de blanc de plomb (Fig. 3b, Pb, 3c) et de quelques charges aluminosilicatées (Fig. 3b, flèches).

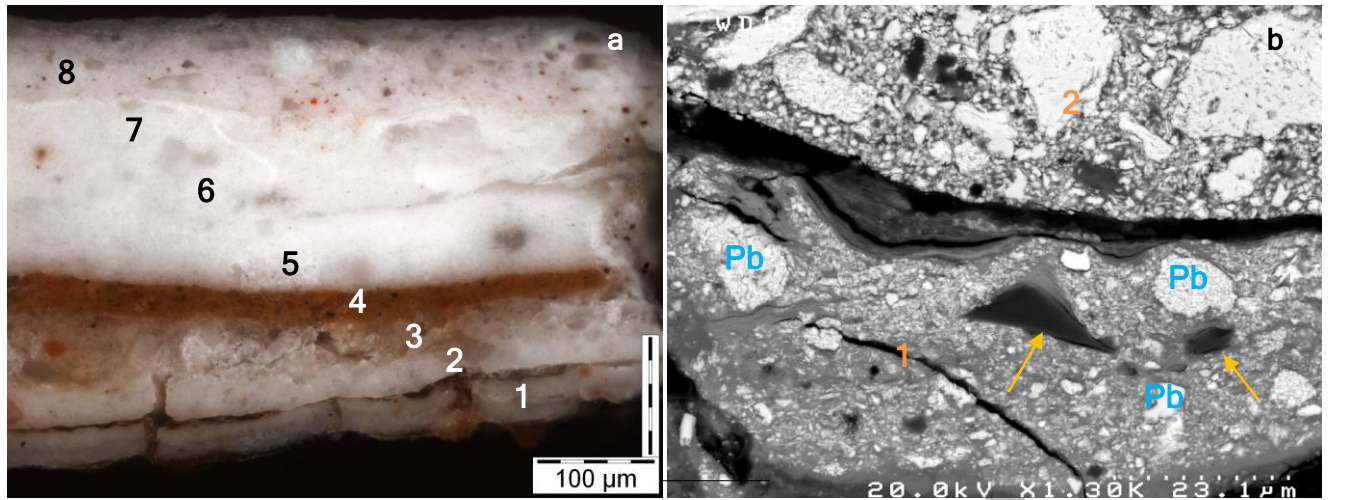
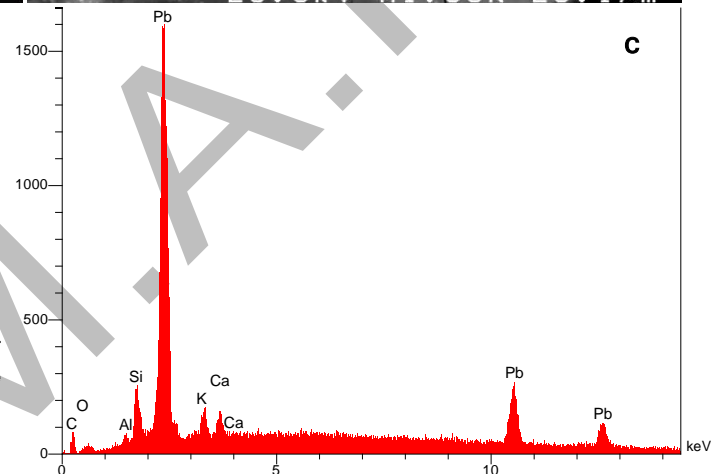


Figure 3 : Vues de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x200, b-, MEB, ERD, x1300) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (c-) de la couche 1.

On note la présence de quelques particules rouges (Fig. 4a, flèche rouge), pour lesquelles l'analyse chimique montre le soufre et le mercure comme éléments constitutifs principaux (Fig. 4b).

Ces caractéristiques permettent d'identifier l'utilisation d'un pigment de **sulfure de mercure** (vermillon ?, cinabre ?).



La nature de cette couche composée principalement d'un pigment de blanc de plomb et légèrement teintée par des particules de sulfure de mercure permet d'identifier un premier décor de carnation.

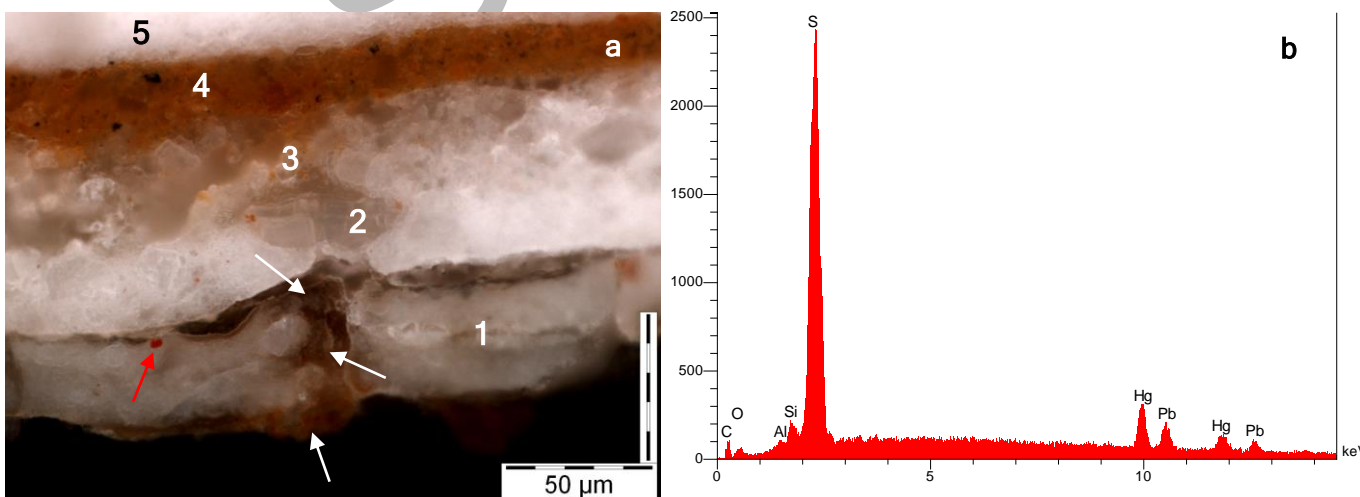


Figure 4 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X (b-) d'une particule de sulfure de mercure.

Le matériau brun et translucide observé au stéréomicroscope (Fig. 1a, flèches blanches) est visible sur la microsection (Fig. 4a, flèches blanches). Il est présent en face interne de l'échantillon, mais se retrouve également sur et dans les fissures de la couche 1.

En face interne (Fig. 5), il se compose majoritairement de plomb, de fer et de calcium (Fig. 5c). Les fortes teneurs en plomb semblent correspondre à l'utilisation d'un liant présent en grande quantité (Fig. 5b).

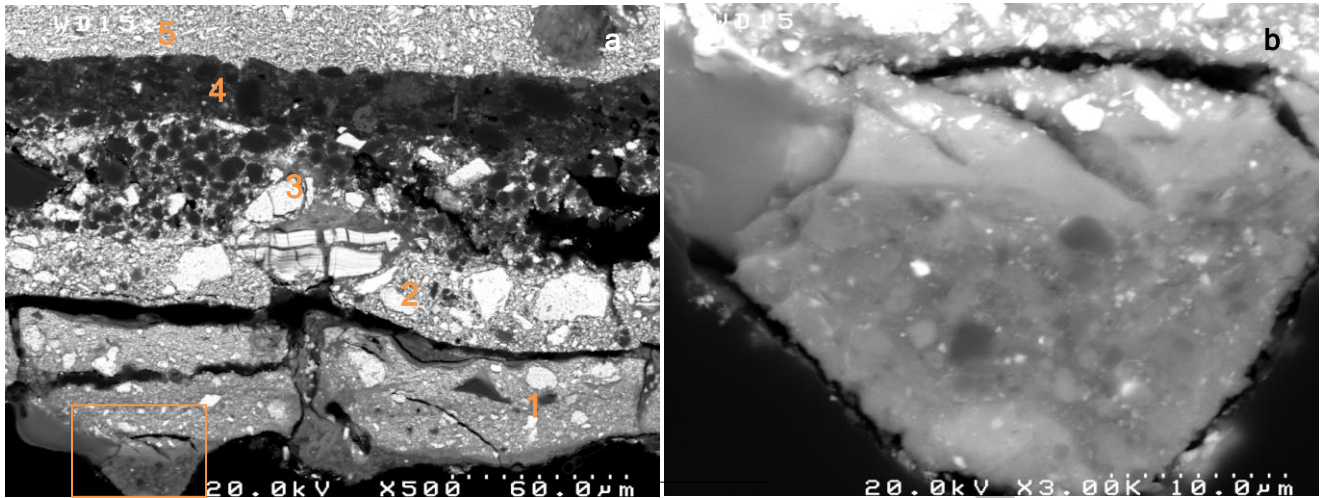
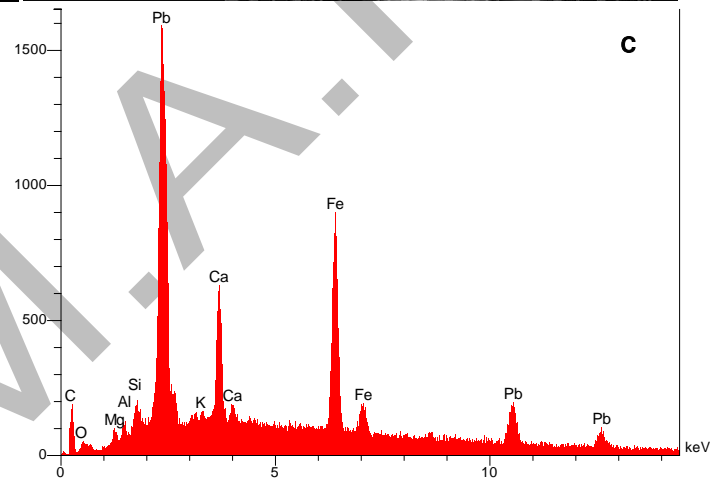


Figure 5 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x500) de la microsection du prélèvement, vue de détail (b-, MEB, ERD, x3000) et spectre d'analyse X globale (c-) du produit brun translucide en face interne. Le cadre localise la figure 5b.

L'analyse de ce composé, localisé entre la couche 1 et la couche 2 (Fig. 6a) montre également un matériau à forte teneur en plomb associé au calcium (Fig. 6b). On note ici l'absence de fer.



Les variations de composition chimique du matériau peuvent être dues à des phénomènes d'interaction avec les éléments constitutifs des couches adjacentes.

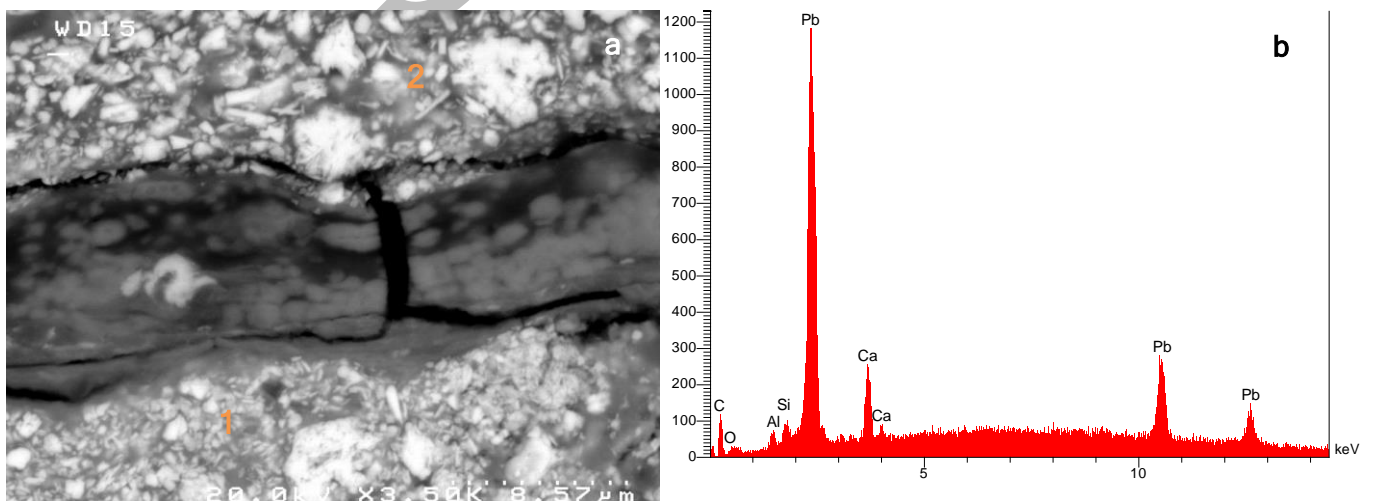


Figure 6 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x3500) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (b-) du produit brun translucide entre les couches 1 et 2.

Ce composé, qui a été appliqué par-dessus la couche 1 après que celle-ci se soit fissurée, correspond vraisemblablement à un produit de consolidation.

La **seconde couche blanc-rosé lacunaire (c. 2)** a donc été appliquée lors d'une phase de travail postérieure au décor de carnation originelle de la couche 1.

Elle est majoritairement composée de **blanc de plomb** (Fig. 7a, **Pb**, 7b). Quelques particules de **minium** (Fig. 7a, **M**) sont également présentes.

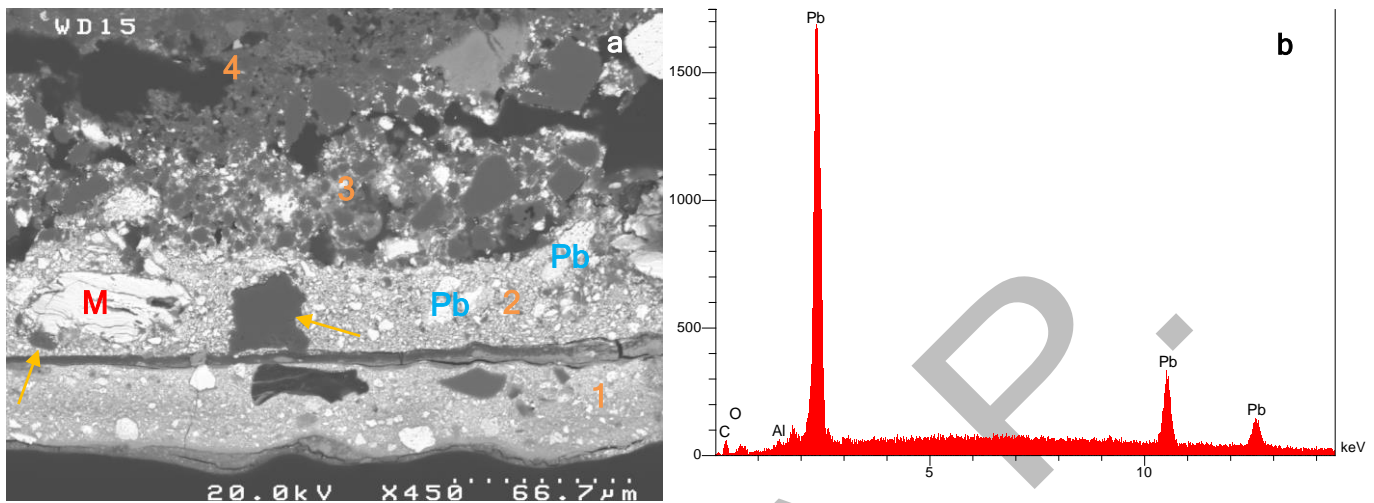


Figure 7 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x450) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (b-) de la couche 2.

Les particules à plus faibles contrastes chimiques (Fig. 7a, flèches) correspondent à des charges de calcite.

La **troisième couche blanc-rosé (c. 3)** comporte de **nombreuses phases de calcite** (Fig. 8a, **Ca**, 8b) incorporées dans une matrice de **blanc de plomb** (Fig. 8a, **Pb**). De rares particules d'**ocre** ont également été identifiées.

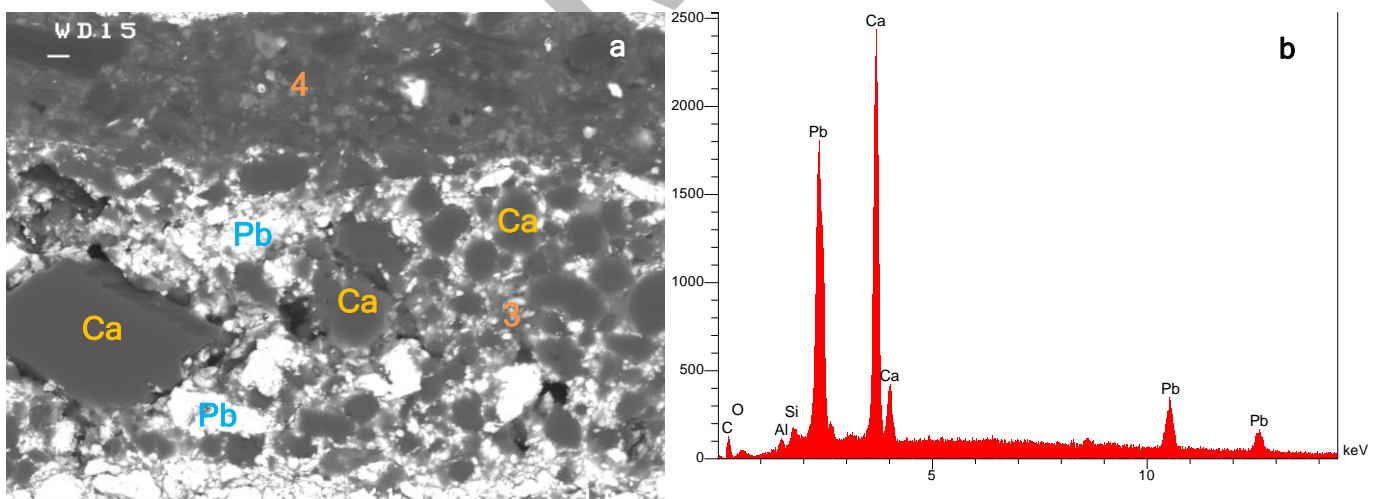


Figure 8 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x1300) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (b-) de la couche 3.

Ces deux couches teintées peuvent correspondre à un deuxième et un troisième décor de carnation.

La couche brune (c. 4) est composée d'un mélange de minéraux aluminosilicatés, de silice, de blanc de plomb, d'oxyde de fer et de noir de charbon (Fig. 9).

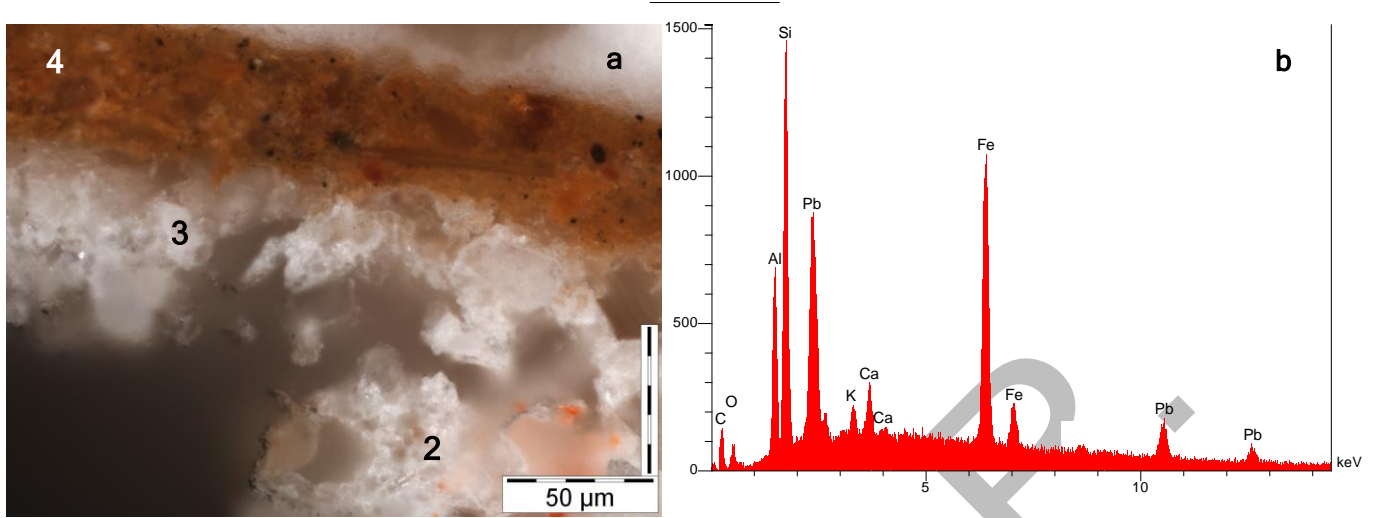


Figure 9 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (b-) de la couche 4.

Cette couche, qui est présente dans l'ensemble des prélèvements étudiés, s'apparente à une préparation colorée. L'étude des échantillons V2 et V3 indique qu'elle correspond au début de la quatrième phase de polychromie.

Les trois couches blanches (c. 5, 6 et 7) sont composées de blanc de plomb.

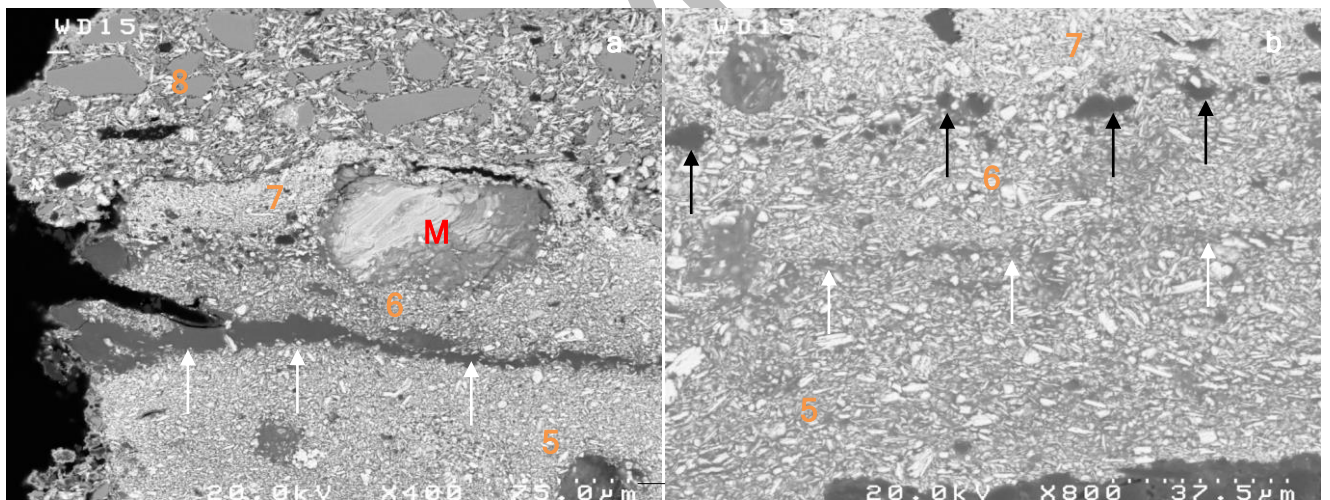
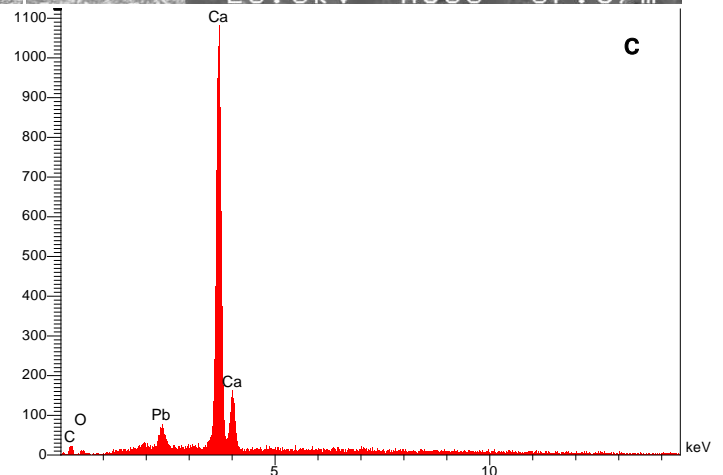


Figure 10 : Vues de détail (MEB, ERD, a- x400, b- x800) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X (c-) d'un matériau riche en calcium entre les couches 6 et 7.

Elles sont délimitées par une fine couche d'un matériau amorphe localisé entre les couches 5 et 6 (Fig. 10a et b, flèches blanches) qui traduit un phénomène de ressuage du liant de la couche 5, et par un alignement plus ou moins continu de phases riches en calcium (Fig. 10b, flèches noires, 10c) entre les couches 6 et 7.



La limite entre ces trois couches apparaît cependant diffuse et permet de supposer qu'elles ont été mises en œuvre lors de la même phase de travail.

Une particule de *minium* altéré (Fig. 10a, M) est d'ailleurs localisée entre les couches 6 et 7 et indique que la couche 7 constituant le décor de carnation devait être teintée par des particules de minium.

La quatrième couche blanc-rosé (c. 8) correspond au décor actuellement visible.

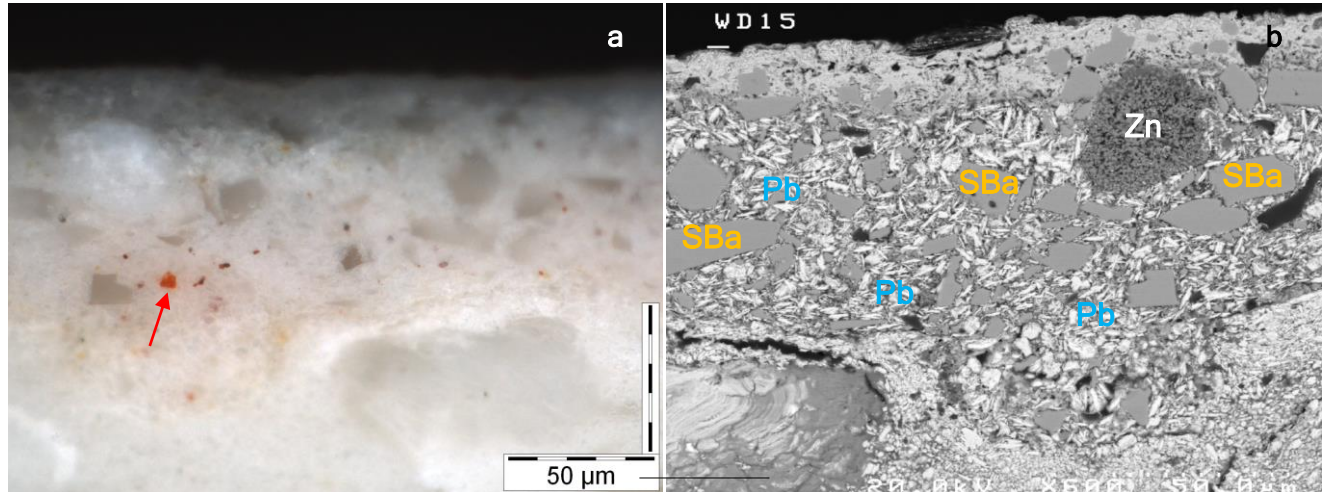


Figure 11 : Vues de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500, b-, MEB, ERD, x600) et spectre d'analyse X globale (c-) de la couche 8.

L'analyse chimique globale de la couche (Fig. 11c) montre le plomb en élément constitutif principal, associé au soufre, au baryum et au zinc. Le pic du soufre est superposé au pic de plus basse énergie du plomb.

Les fortes teneurs en plomb sont à associer à l'utilisation en grande quantité de **blanc de plomb** (Fig. 11b, Pb).

Les nombreuses particules anguleuses à contraste atomique plus faible au MEB-ERD (Fig. 11b, SbA) ont été identifiées comme du **sulfate de baryum** (Fig. 12a).

Le sulfate de baryum est un pigment blanc ou une charge utilisés depuis le début des années 1780.

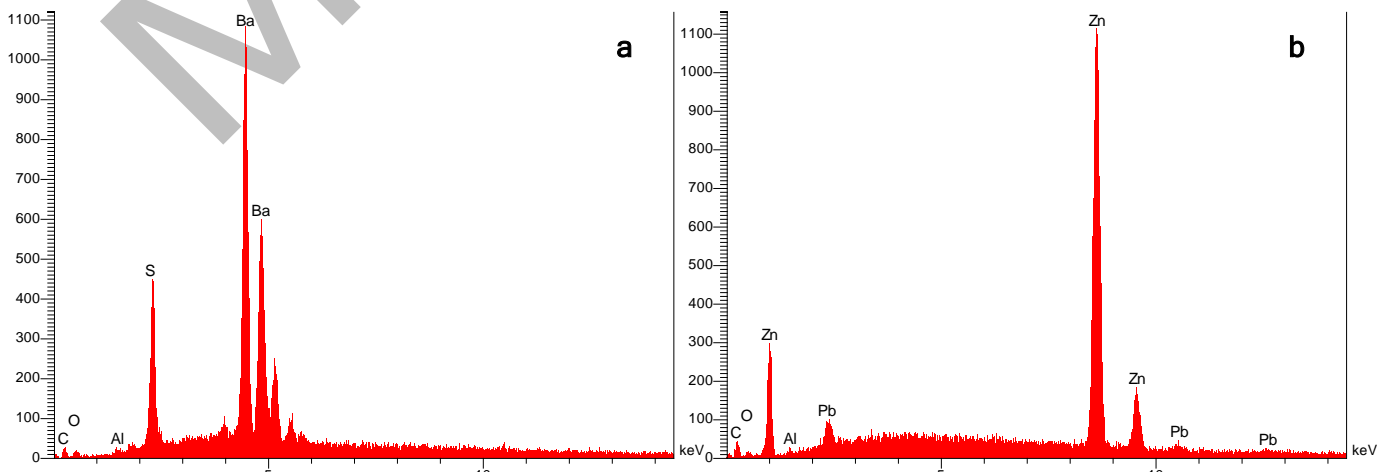


Figure 12 : Spectres d'analyse X (a-) d'une particule de sulfate de baryum et (b-) d'une particule de blanc de zinc.

Le zinc détecté correspond à l'utilisation de **blanc de zinc** (Fig. 11b, Zn, 12b).

Le blanc de zinc est synthétisé à partir de la fin du 18^{ème} siècle et employé comme pigment à partir du premier tiers du 19^{ème} siècle.

La coloration rosée de la couche est principalement due à l'utilisation de **minium**. Quelques particules rouges de **chromate de plomb** (Fig. 11a et 13a, flèches, 13b) ont également été mises en évidence.

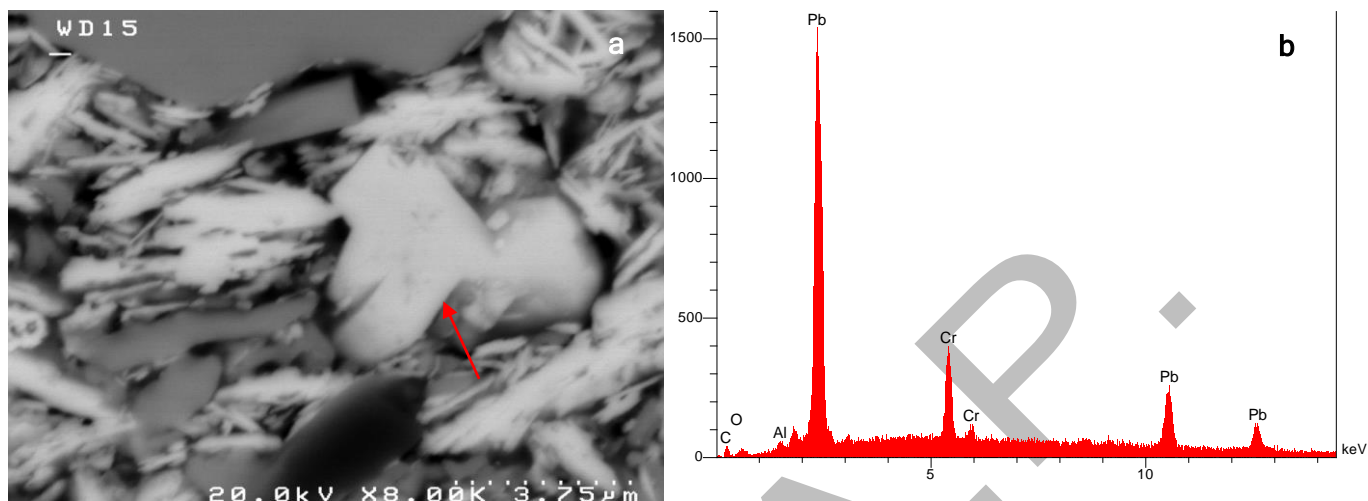


Figure 13 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x8000) de la couche 8 et spectre d'analyse X (b-) d'une particule de chromate de plomb.

Le rouge de chrome (chromate de plomb) est synthétisé pour la première fois en 1809 et utilisé à partir du début du 19^{ème} siècle.

De rares particules bleues (Fig. 14a, flèche) d'**outremer** (thiosulfate d'aluminosilicate de sodium, Fig. 14b) ont également été identifiées.

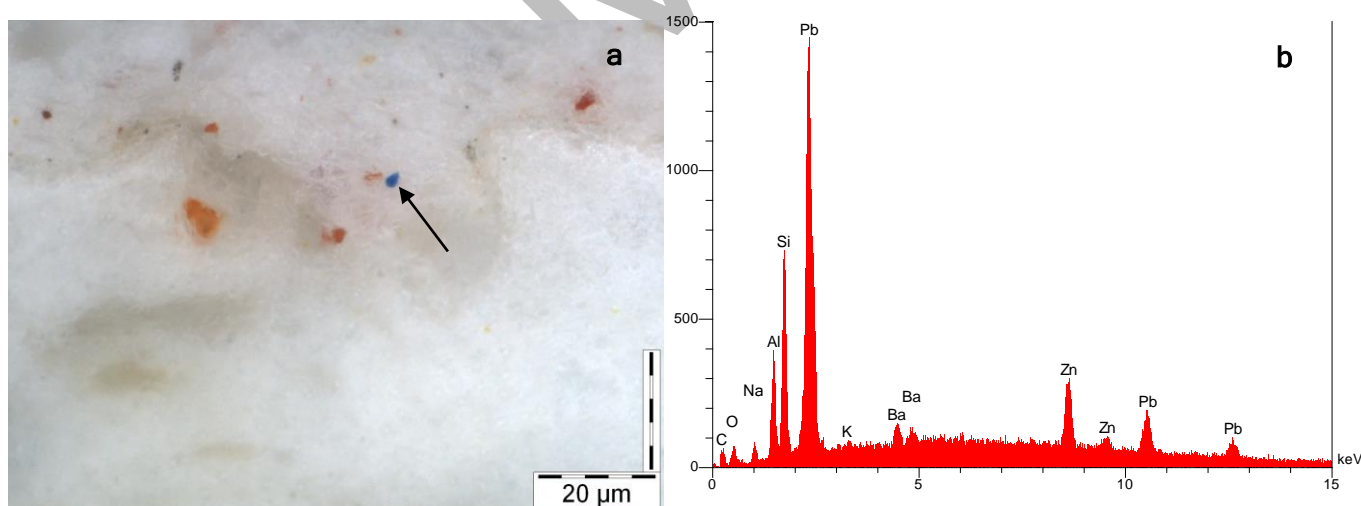


Figure 14 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x1000) et spectre d'analyse X (b-) du pigment bleu.

Le bleu outremer est utilisé sous sa forme naturelle (lapis-lazuli) depuis l'antiquité, puis synthétisé pour la première fois en 1814 et commercialisé à partir de 1828. Rien ne permet ici de différencier l'utilisation d'un outremer naturel d'un outremer synthétique.

L'utilisation de pigments blancs de sulfate de baryum et de blanc de zinc et la présence de quelques particules bleues d'outremer permettent de rapprocher cette couche à la sixième phase de polychromie (Cf. étude des prélèvements V2 et V4).

La couche présente un phénomène d'altération superficielle (Fig. 15).

L'existence de structures à morphologie ovoïde caractéristique (Fig. 15, flèches) indique que le phénomène s'est produit en présence de microorganismes.

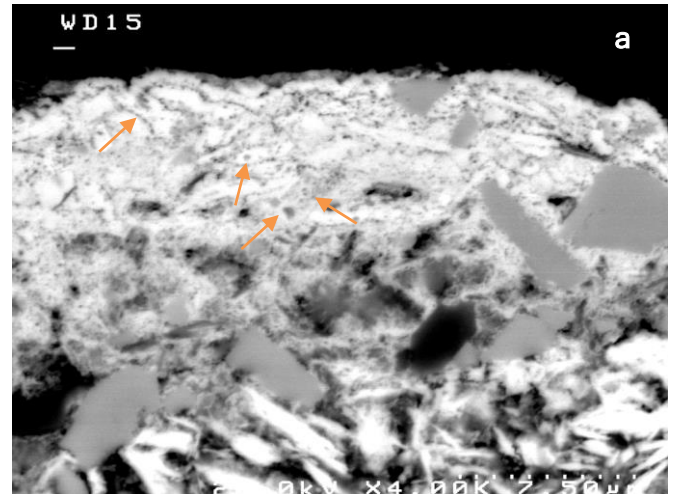


Figure 15 : Vue de détail (MEB, ERD, x4000) de la couche 8.

PRÉLÈVEMENT V2 : manteau bleu de la Vierge

1. Observations préliminaires

L'observation au stéréomicroscope de la face interne du prélèvement (Fig. 16a) montre une couche blanche (c. 2).

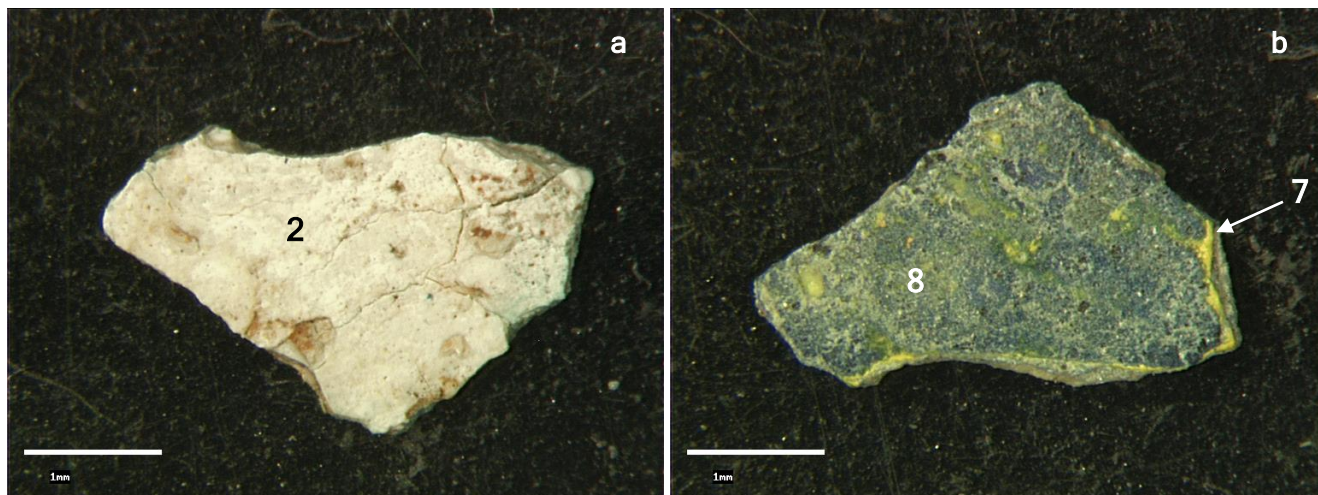


Figure 16 : Vues d'ensemble (stéréomicroscope, x23, a- face interne, b- face externe) du prélèvement V2.

La face externe du prélèvement (Fig. 16b) montre la couche picturale bleu foncé (c. 8) actuellement visible, ainsi qu'une couche picturale jaune sous-jacente (c. 7).

2. Étude stratigraphique par microscopie optique inversée et par MEB-EDX

L'étude stratigraphique permet de mettre en évidence une superposition de huit couches principales (Fig. 17) :

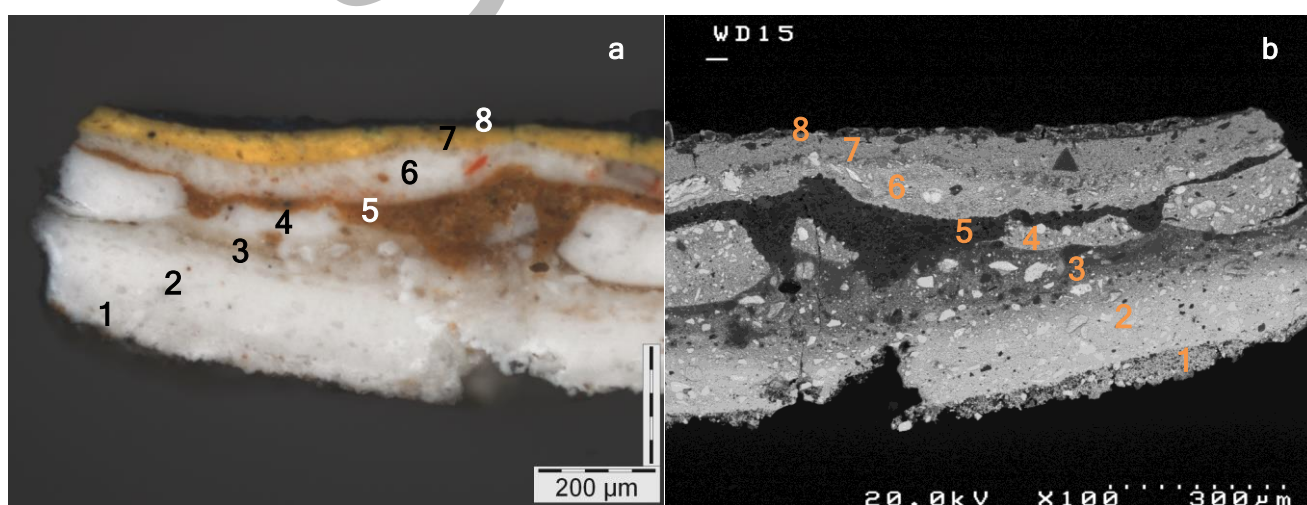


Figure 17 : Vues de détail (même champ, x100, a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, b-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

- | | |
|---|---|
| 1. Une première couche grisâtre lacunaire | 5. Une couche brune |
| 2. Une première couche blanche | 6. Une couche picturale blanche à rouge |
| 3. Une deuxième couche grisâtre | 7. Une couche picturale jaune |
| 4. Une deuxième couche blanche lacunaire | 8. Une couche picturale bleu foncé |

La première couche grisâtre lacunaire (c. 1) est composée majoritairement de **blanc de plomb** (Fig. 18b, Pb, 18c) avec une **charge importante de calcite** (Fig. 18b, Ca), quelques particules d'**ocre** (Fig. 18b, O) et comporte un liant abondant.

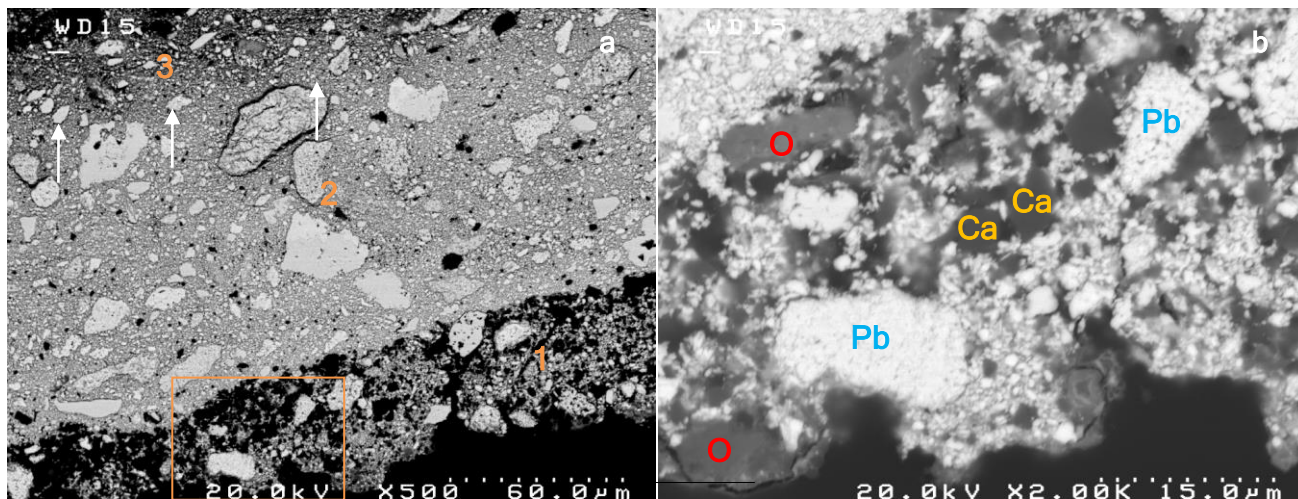
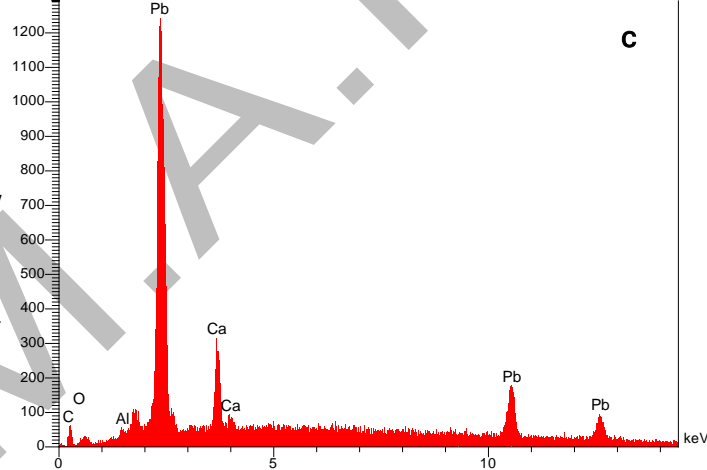


Figure 18 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x500) de la microsection du prélèvement, vue de détail (b-, MEB, ERD, x2000) et spectre d'analyse X globale (c-) de la couche 1. Le cadre localise la figure 18b.

Cette couche est de nature identique à la couche 1 du prélèvement V3, qui, on le verra, correspond vraisemblablement à un support d'orure. La dorure aurait ici complètement disparue. Nous émettons l'hypothèse qu'il s'agit d'une dorure à la mixtion dans la mesure où cette couche support n'est pas colorée et ne correspond à la composition habituelle du support de dorure à la détrempe (couche argileuse colorée par des oxydes de fer).



La première couche blanche (c. 2) est exclusivement composée de **blanc de plomb** avec une très faible charge de calcite et *constitue le début de la seconde phase de travail.*

Cette couche, que l'on retrouve en même position stratigraphique dans le prélèvement V3, peut-être considérée comme une préparation avant application de la couche 3. On observe d'ailleurs une limite diffuse entre les couches 2 et 3 (Fig. 18a, flèches).

La seconde couche grisâtre (c. 3) est constituée en majorité de **blanc de plomb** avec une **charge importante de calcite**. On note également la présence de quelques particules d'**ocre**.

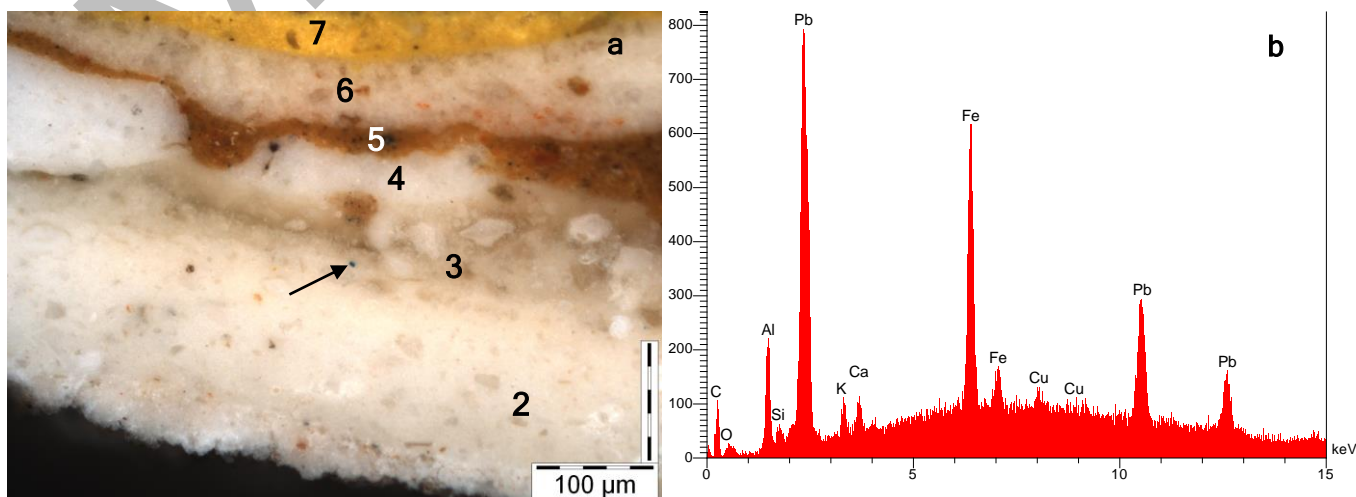


Figure 19 : Vue de détail (a-, microscope inversé, lumière polarisée, x200) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X (b-) de la particule bleue.

La couche est de nature similaire à la couche 1. On peut donc supposer qu'il s'agit d'une préparation de dorure à la mixtion. La feuille d'or aurait une nouvelle fois complètement disparu.

Un grain bleu (Fig. 19a, flèche) a été identifié au sein de la couche. L'analyse chimique (Fig. 19b) montre une teneur importante en fer, associé à l'aluminium et au potassium, avec des traces de cuivre.

La deuxième couche blanche lacunaire (c. 4) est composée principalement de **blanc de plomb** avec des **charges de calcite** (Fig. 20b, flèches). Le décollement de la couche (Fig. 20a, flèches) indique qu'elle a été mise en place lors d'une troisième phase de polychromie, postérieurement à la couche 3.

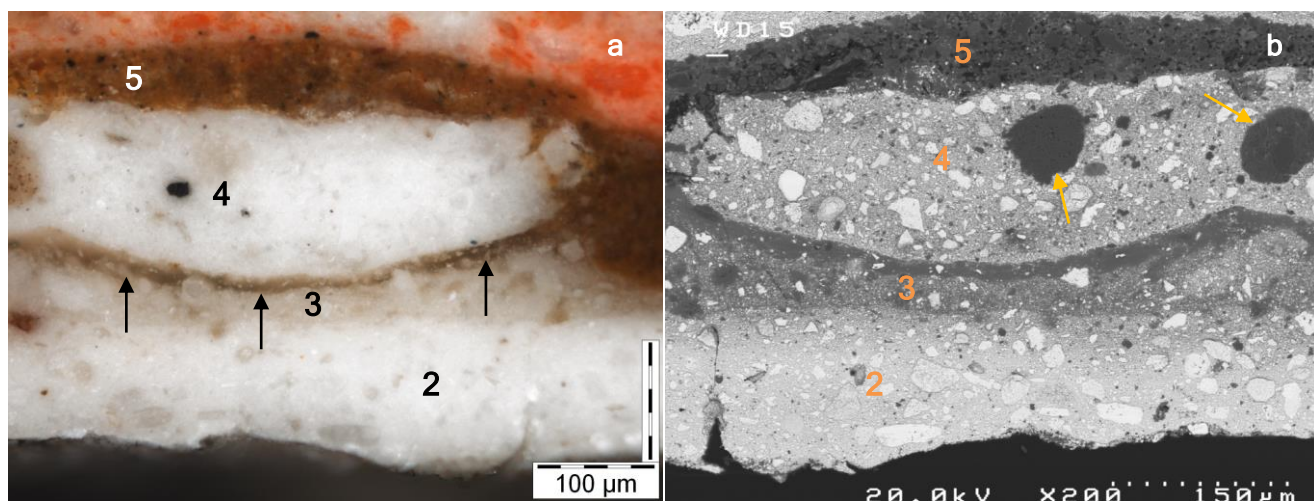


Figure 20 : Vues de détail (même champ, x200, a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, b-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

Quelques particules bleues (Fig. 21a, flèche) ont également été mises en évidence au sein de cette couche. L'analyse chimique (Fig. 21b) montre un matériau de nature similaire à celui précédemment décrit dans la couche 3 : composé riche en fer (et soufre ?), aluminium et potassium avec des traces de cuivre.

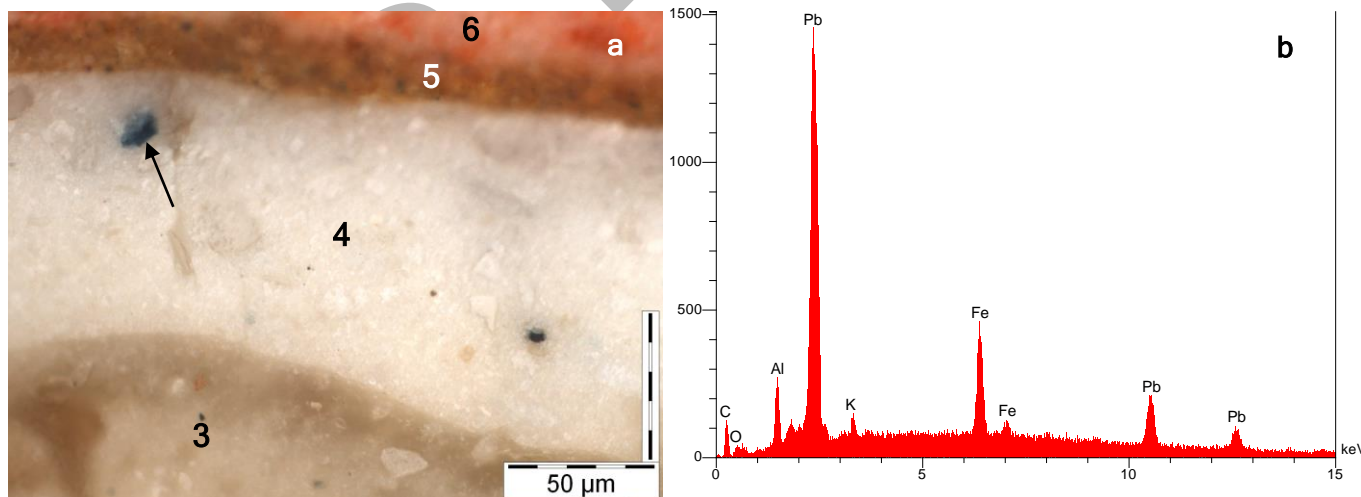


Figure 21 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X (b-) de la particule bleue.

Les particules bleues mises en évidence au sein des couches 3 et 4 du prélèvement V2 ont une composition chimique élémentaire identique au pigment bleu composant les couches 3 et 4 de l'échantillon V3 (Fig. 30b). Ces dernières ont également été mises en œuvre lors de la deuxième et de la troisième phase de polychromie.

L'analyse Raman (Fig. 31) a permis d'identifier l'emploi de **bleu de Prusse** (ferrocyanure ferrique de potassium).

Le bleu de Prusse est utilisé depuis le début du 18^{ème} siècle.

La couche brune (c. 5) est de nature identique à la couche 4 du prélèvement V1 : mélange de **minéraux aluminosilicatés**, de **silice**, de **blanc de plomb**, d'**oxyde de fer** et de **noir de charbon**. Il s'agit là aussi d'une couche de préparation avant application d'un nouveau décor peint (décor 4).

La couche picturale blanche à rouge (c. 6) est composée de **blanc de plomb** (Fig. 22b, Pb) et de particules rouges de **minium** (Fig. 22b, M) en partie altérées (décolorées). Quelques particules d'**ocre** (Fig. 22b, O) ont également été identifiées.

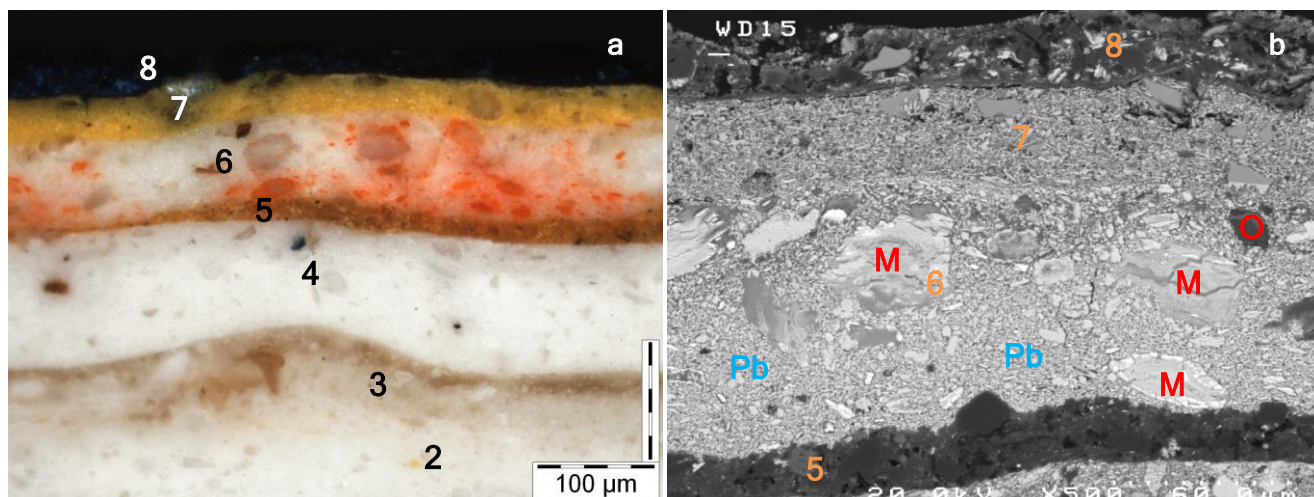


Figure 22 : Vues de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x200, b-, MEB, ERD, x500) de la microsection du prélèvement.

La couche picturale jaune (c. 7) constitue la cinquième phase de polychromie.

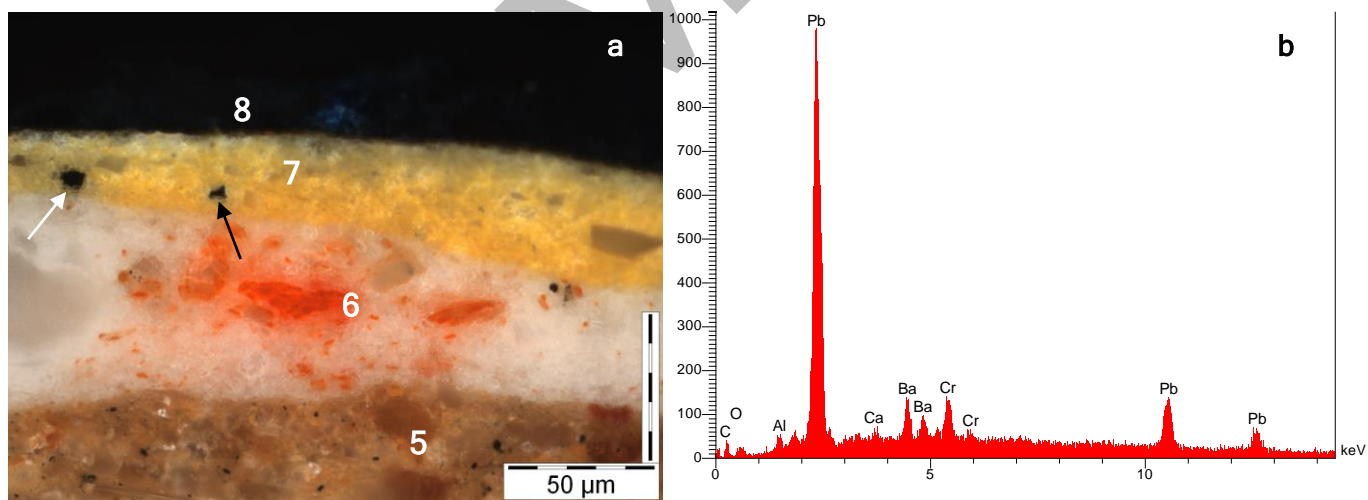
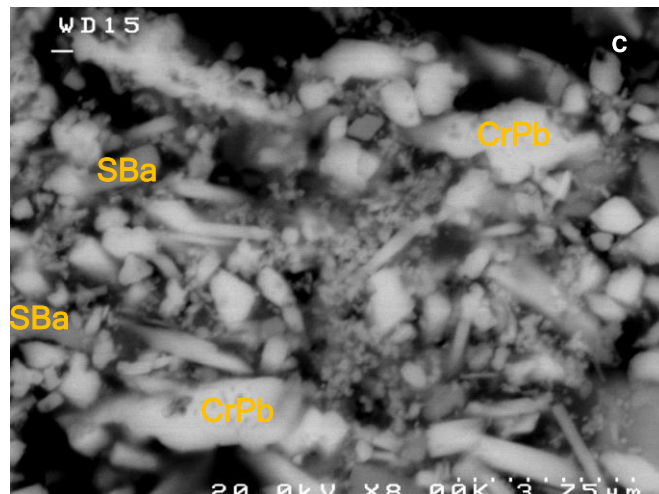


Figure 23 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500) de la microsection du prélèvement, spectre d'analyse X globale (b-) et vue de détail (c-, MEB, ERD, x8000) de la couche 7.

L'étude détaillée de la couche au MEB-EDX permet de mettre en évidence la présence d'un pigment de **jaune de chrome** (chromate de plomb) (Fig. 23b et 23c, CrPb) et de particules de **sulfate de baryum** (Fig. 23b et 23c, SBa) dans une matrice de **blanc de plomb**.

On note également l'emploi de **noir de charbon** (Fig. 23a, flèche noire) et de **noir d'os** (Fig. 23a, flèche blanche).



Le jaune de chrome est commercialisé à partir du début des années 1800.

La sixième et dernière phase de polychromie est constituée par la **couche bleu foncé (c. 8)**, qui compose le décor de la robe actuellement visible.

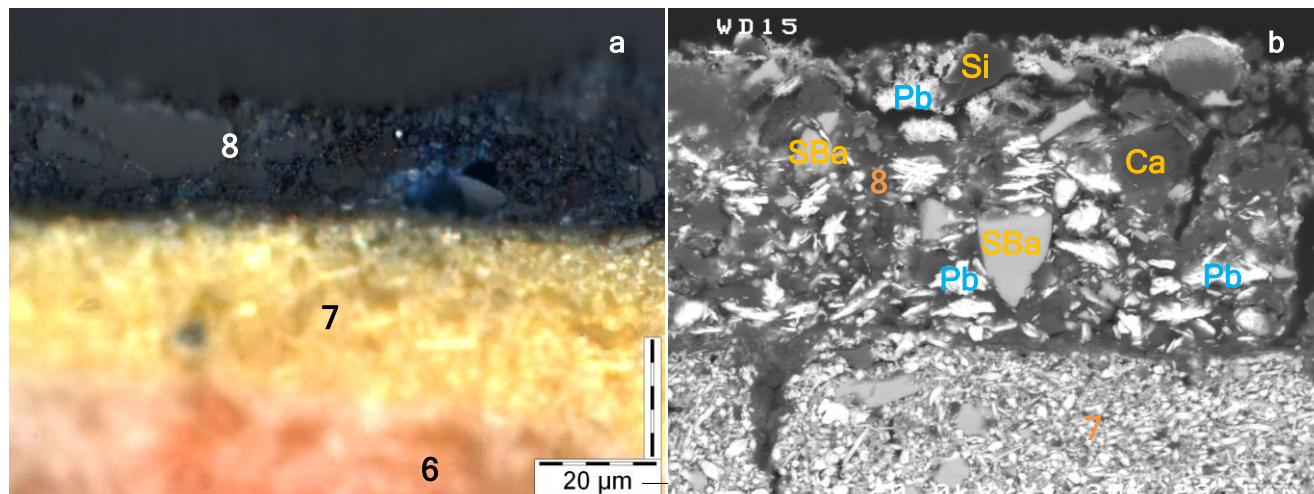
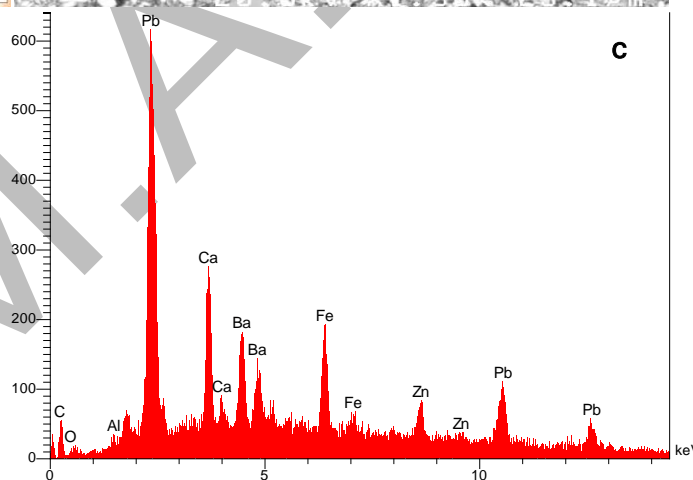


Figure 24 : Vues de détail (a-, microscope optique inversé, lumière réfléchie, x1000, b-, MEB, ERD, x1300) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (c-) de la couche 8.

L'étude de la couche au MEB-EDX permet d'identifier la présence de particules de **sulfate de baryum** (Fig. 24b, SBa) et de **blanc de plomb** (Fig. 24b, Pb) ainsi que des pigments de **blanc de zinc** et d'**oxydes de fer**, en plus faible quantité.

On note également une charge de calcite (Fig. 24b, Ca) et de silice (Fig. 24b, Si).



Le pigment bleu n'a pu être identifié par MEB-EDX. Il s'agit probablement d'un pigment organique.

Une analyse Raman, qui n'était pas nécessaire pour les couches superficielles dans le contexte de cette étude aurait pu permettre de déterminer la nature du pigment organique à l'origine de la couleur bleue.

On note, comme pour le prélèvement précédent, un phénomène d'altération superficielle de la couche en présence de microorganismes.

PRÉLÈVEMENT V3 : pli intérieur, robe rouge de la Vierge

1. Observations préliminaires

La face interne du prélèvement (Fig. 25a) permet d'observer le support de pierre (P) ainsi qu'une couche grisâtre (c. 1).

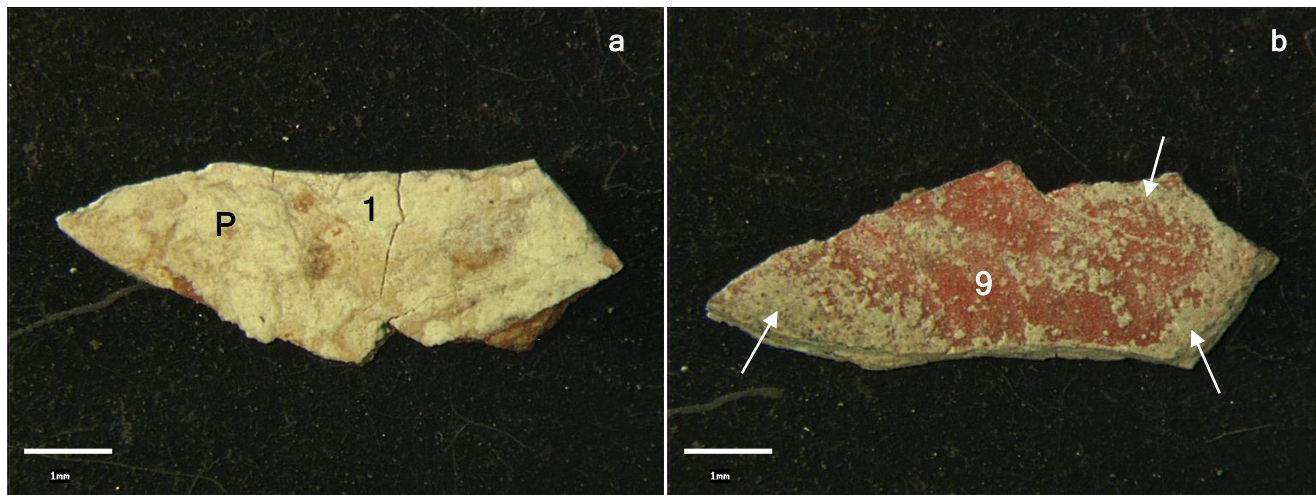


Figure 25 : Vues d'ensemble (stéréomicroscope, x16, a- face interne, b- face externe) du prélèvement V3.

La face externe (Fig. 25b) montre la couche picturale rouge actuellement visible (c. 9), partiellement recouverte d'un matériau gris-brun (Fig. 25b, flèches), probablement les restes d'un enduit.

2. Étude stratigraphique par microscopie optique inversée et par MEB-EDX

L'étude stratigraphique permet de mettre en évidence une superposition de neuf couches principales au-dessus du support de pierre (P) (Fig. 26) :

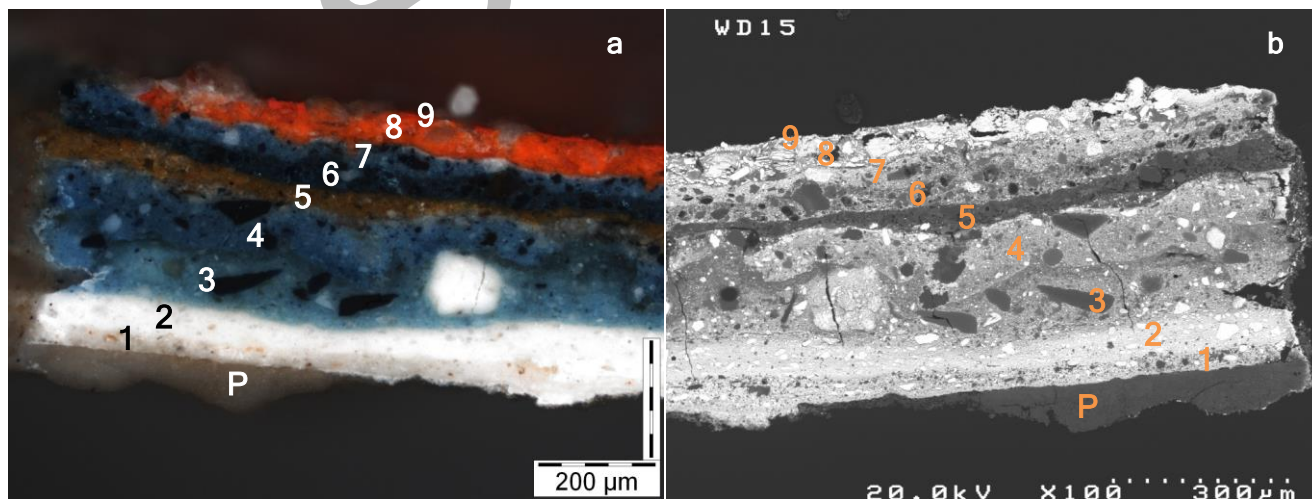
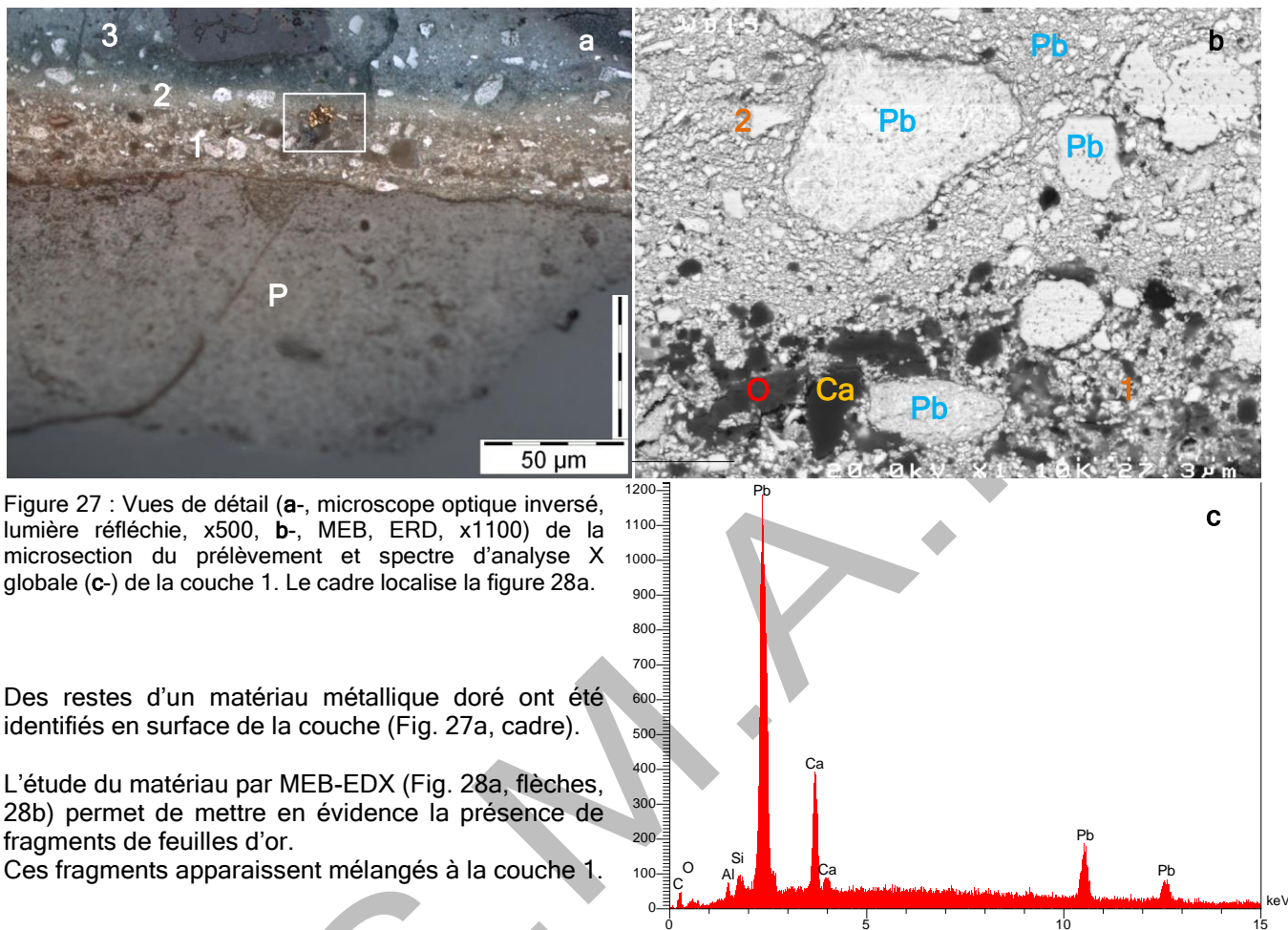


Figure 26 : Vues de détail (même champ, x100, a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, b-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

- | | |
|--|--|
| 1. Une couche grisâtre | 6. Une troisième couche picturale bleue |
| 2. Une couche blanche | 7. Une quatrième couche picturale bleue |
| 3. Une première couche picturale bleue | 8. Une première couche picturale rouge |
| 4. Une deuxième couche picturale bleue | 9. Une deuxième couche picturale rouge lacunaire |
| 5. Une couche brune | |

La couche grisâtre (c. 1) est de nature identique à la couche 1 du prélèvement V2 : elle est composée majoritairement de **blanc de plomb** (Fig. 27b, Pb, 27c) avec une **charge importante de calcite** (Fig. 27b, Ca), quelques particules d'**ocre** (Fig. 27b, O) et un liant abondant.

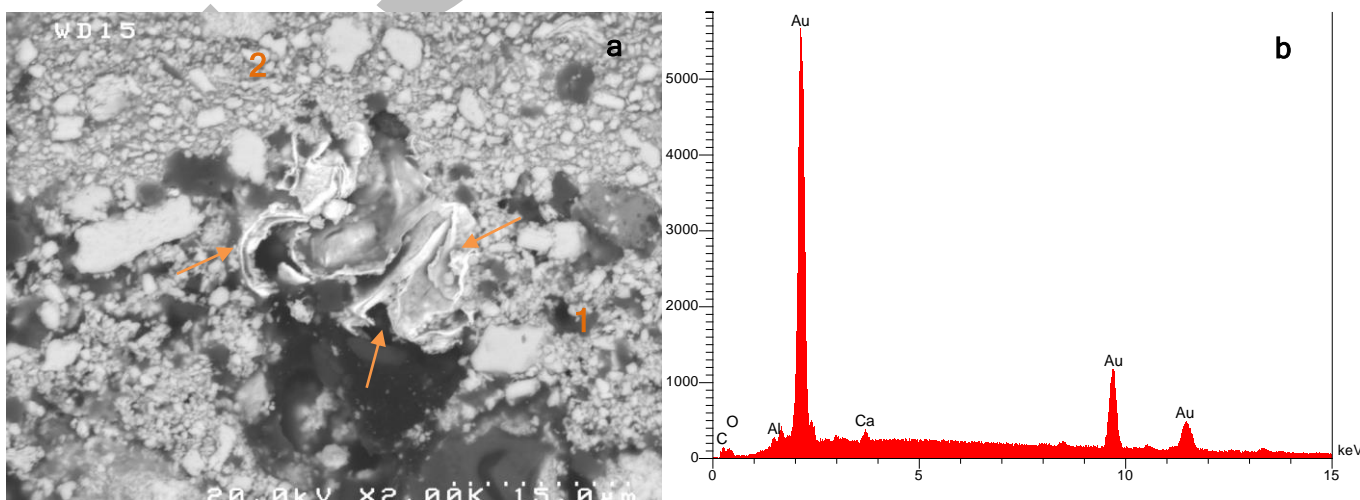


Des restes d'un matériau métallique doré ont été identifiés en surface de la couche (Fig. 27a, cadre).

L'étude du matériau par MEB-EDX (Fig. 28a, flèches, 28b) permet de mettre en évidence la présence de fragments de feuilles d'or.

Ces fragments apparaissent mélangés à la couche 1.

La couche grisâtre s'apparente à une préparation de dorure, probablement à la mixtion.



Cette feuille d'or aurait été complètement (ou presque) éliminée avant application du décor 2.

La couche blanche (c. 2) est majoritairement composée de **blanc de plomb** avec une très faible charge de calcite. Elle constitue le début de la seconde phase de travail.

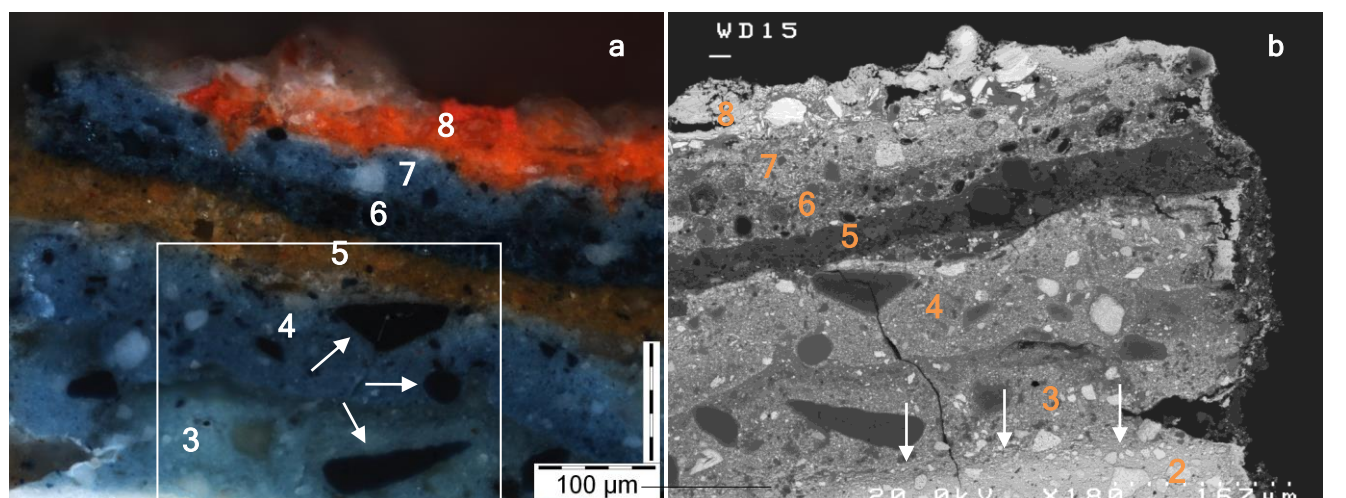


Figure 29 : Vues de détail (même champ, **a-**, microscope optique inversé, lumière polarisé, x200, **b-**, MEB, ERD, x180) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (**c-**) de la couche 3.

Cette couche, que l'on retrouve en même position stratigraphique dans le prélèvement V2 peut-être considérée comme une préparation avant application de la couche 3.

La limite entre les deux couches apparaît diffuse (Fig. 29b, flèches).

L'analyse chimique globale (Fig. 29c) de la **première couche picturale bleue (c. 3)** montre la présence des éléments plomb, soufre ?, calcium, fer, aluminium et potassium.

La détection du plomb correspond à l'emploi de **blanc de plomb** et le calcium est à mettre en relation avec la présence d'une **charge importante de calcite**.

Les éléments fer, aluminium, potassium (et soufre ?) proviennent des particules pigmentaires bleues foncées (Fig. 29a et 30a, flèches) qui colorent la couche.

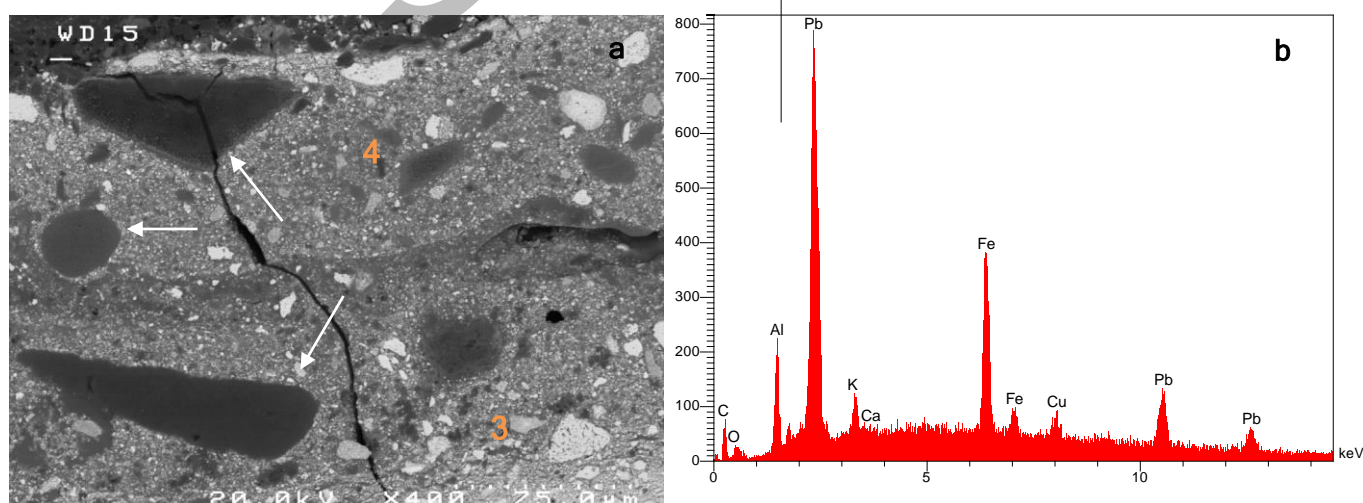


Figure 30 : Vue de détail (**a-**, MEB, ERD, x400) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X (**b-**) d'une particule bleue foncée.

L'analyse chimique élémentaire du pigment (Fig. 30b) ne permet pas d'identifier clairement sa nature.

Le spectre d'analyse Raman du pigment (Fig. 31, spectre rouge) permet de mettre en évidence la présence **bleu de Prusse**, dont les raies caractéristiques sont repérées sur le spectre de référence (Fig. 31, spectre bleu).

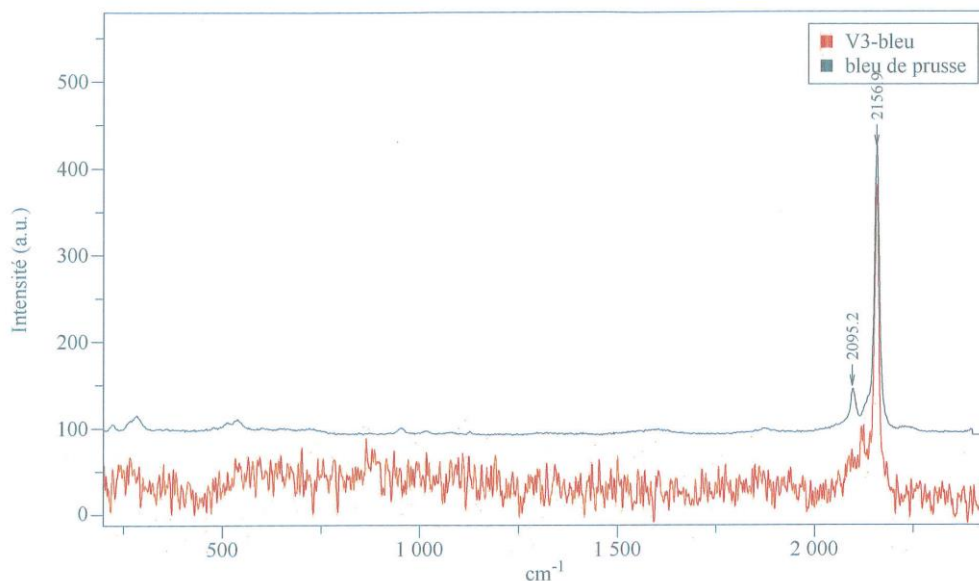


Figure 31 : Spectre d'analyse Raman du pigment bleu (spectre en rouge) et comparaison avec le spectre de référence du bleu de Prusse (spectre en bleu).

La **deuxième couche picturale bleue** (c. 4) est de nature identique à la première couche bleue. On note cependant une charge de calcite moins importante. *Elle correspond au troisième décor.*

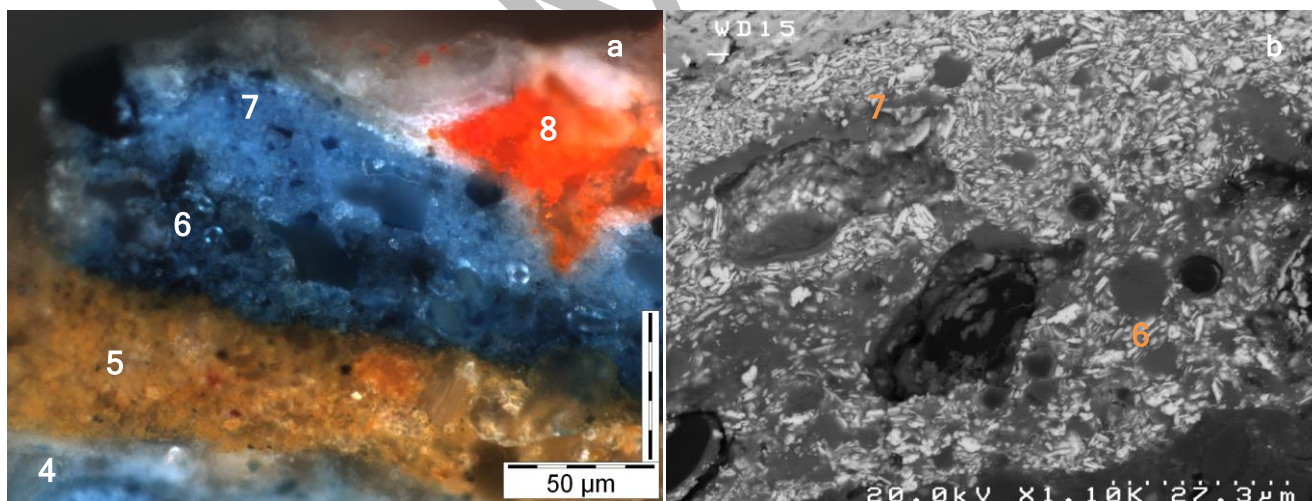
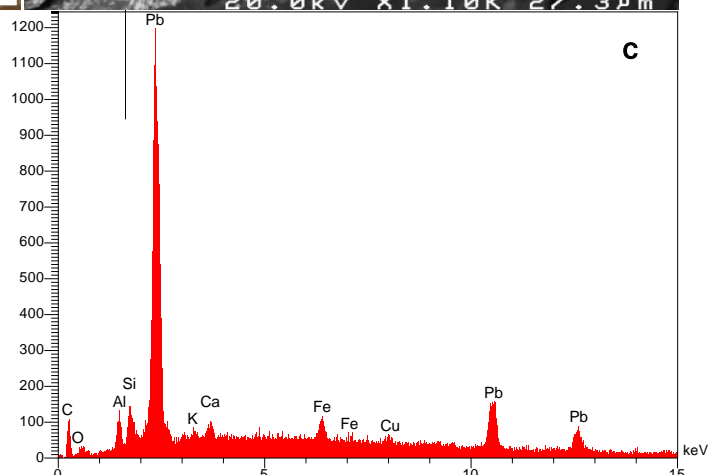


Figure 32 : Vues de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x500, b-, MEB, ERD, x1100) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (c-) de la couche 6.

Au-dessus, on retrouve la **couche de préparation brune** (c. 5) également identifiées sur les prélèvements V1 et V2 et qui indique *le début de la quatrième phase de polychromie*.

Les **troisième et quatrième couches picturales bleues** (c. 6 et c. 7) semblent avoir été mises en place lors de la même phase de travail.



Elles sont de composition identique aux deux premières couches bleues étudiées : **bleu de Prusse**, **blanc de plomb** et **charge de calcite** (Fig. 32c). La couche 7 est légèrement moins pigmentée.

La première couche picturale rouge (c. 8) contient des particules de **minium** (Fig. 33b, M). Elle correspond au *cinquième décor*.

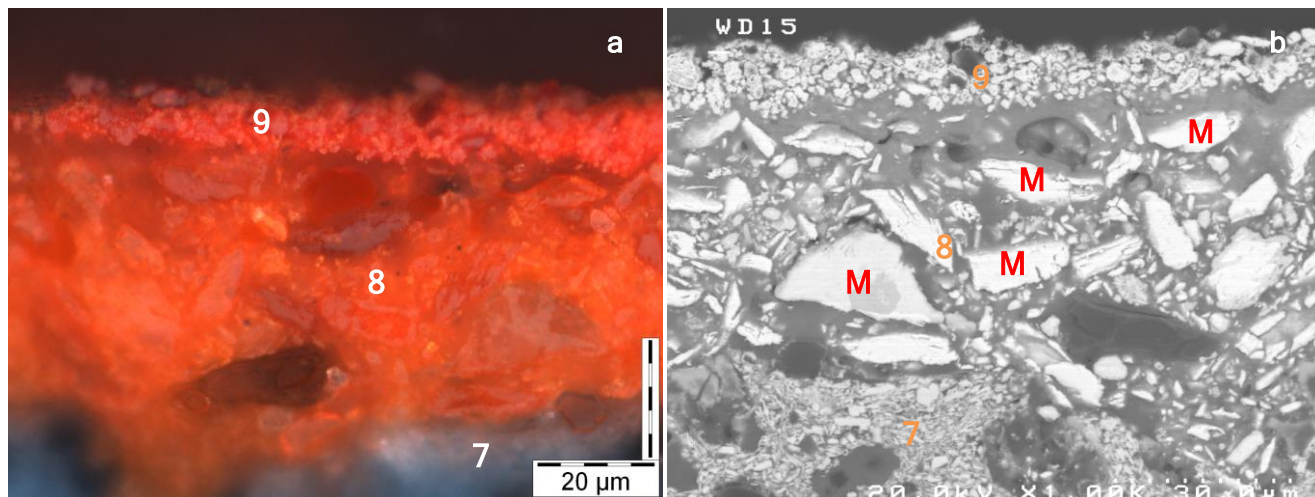


Figure 33 : Vues de détail (même champ, x1000, **a**-, microscope optique inversé, lumière polarisée, **b**-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

La deuxième couche picturale rouge lacunaire (c. 9) constitue la *sixième et dernière phase de polychromie*. Elle correspond au décor actuellement visible.

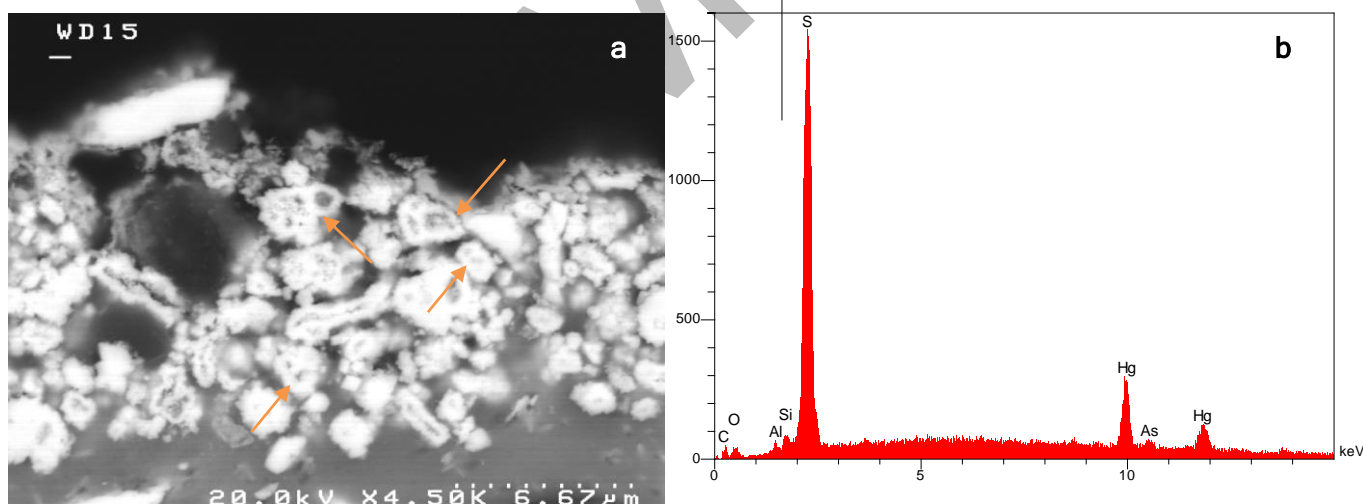


Figure 34 : Vue de détail (**a**-, MEB, ERD, x4500) de la couche 9 et spectre d'analyse X (**b**-) d'une particule de sulfure de mercure.

Cette couche est constituée de pigments de **sulfure de mercure** (Fig. 34b) avec quelques charges aluminosilicatées.

Comme pour les prélèvements V1 et V2, cette dernière couche est altérée en présence de microorganismes (Fig. 34a, flèches).

PRÉLÈVEMENT J1 : robe bleue de Jésus

1. Observations préliminaires

L'observation au stéréomicroscope de la face interne du prélèvement (Fig. 35a) montre une couche blanche (c. 1) sous une succession de couches de couleur brune (Fig. 35a, flèches).

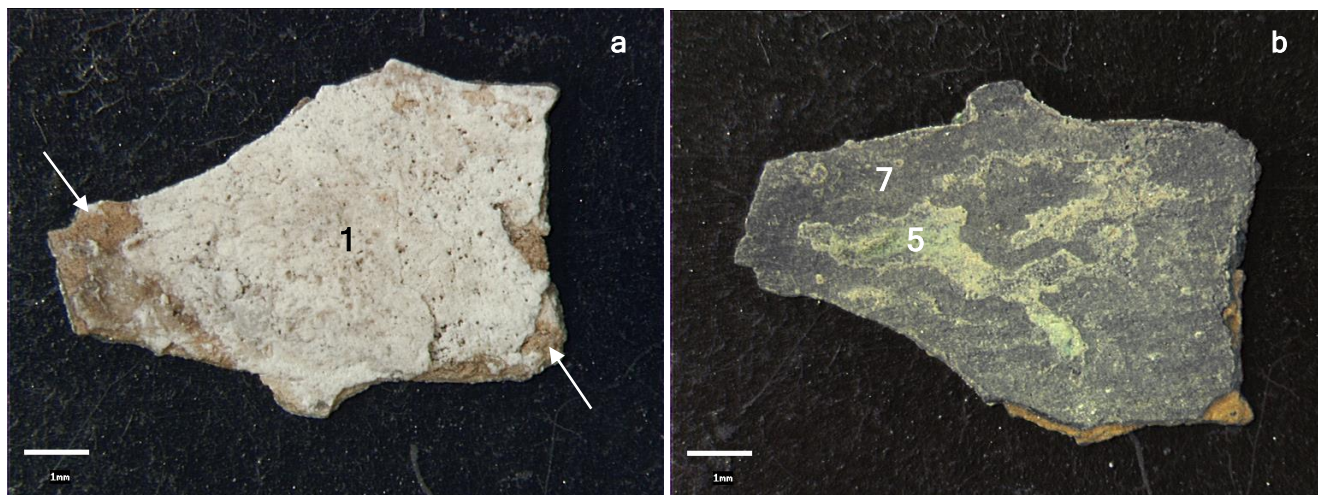


Figure 35 : Vues d'ensemble (stéréomicroscope, x12, a- face interne, b- face externe) du prélèvement J1.

La face externe du prélèvement (Fig. 35b) montre une couche superficielle bleue (c. 7) sous laquelle on observe une couche picturale verte (c. 5).

2. Étude stratigraphique par microscopie optique inversée et par MEB-EDX

L'étude stratigraphique permet de mettre en évidence une superposition de sept couches principales (Fig. 36) :

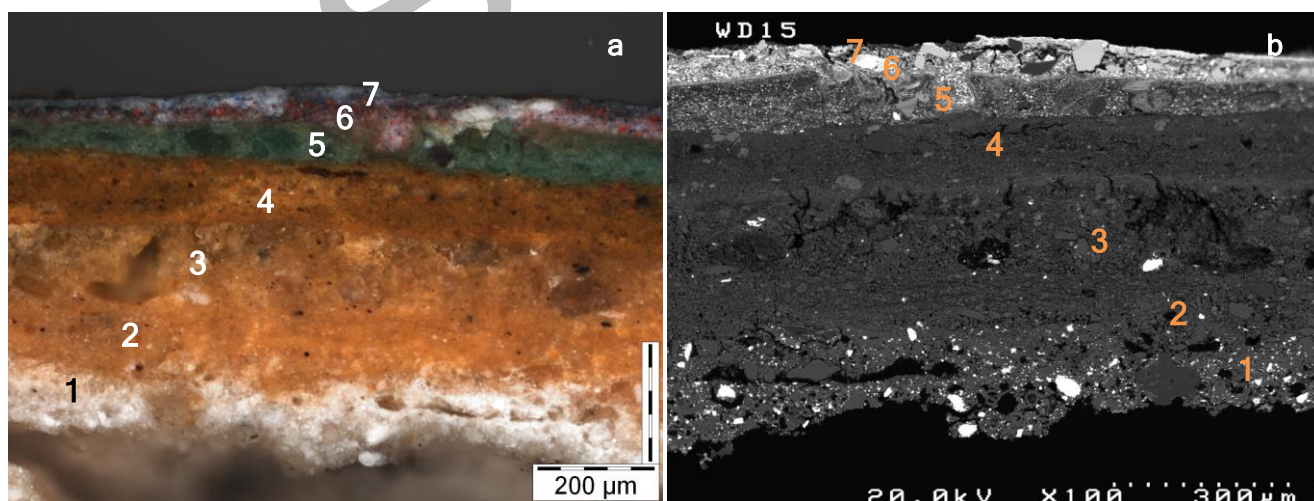


Figure 36 : Vues de détail (même champ, x100, a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, b-, MEB, ERD) de la microsection du prélèvement.

1. Une couche blanche
2. Une première couche brune
3. Une deuxième couche brune
4. Une troisième couche brune

5. Une couche picturale verte
6. Une couche picturale rouge-bleu
7. Une couche picturale bleue

La couche blanche (c. 1) est composée d'un mélange de craie (Fig. 37a, flèches orange) et calcite broyée avec du blanc de plomb (Fig. 37a, Pb).

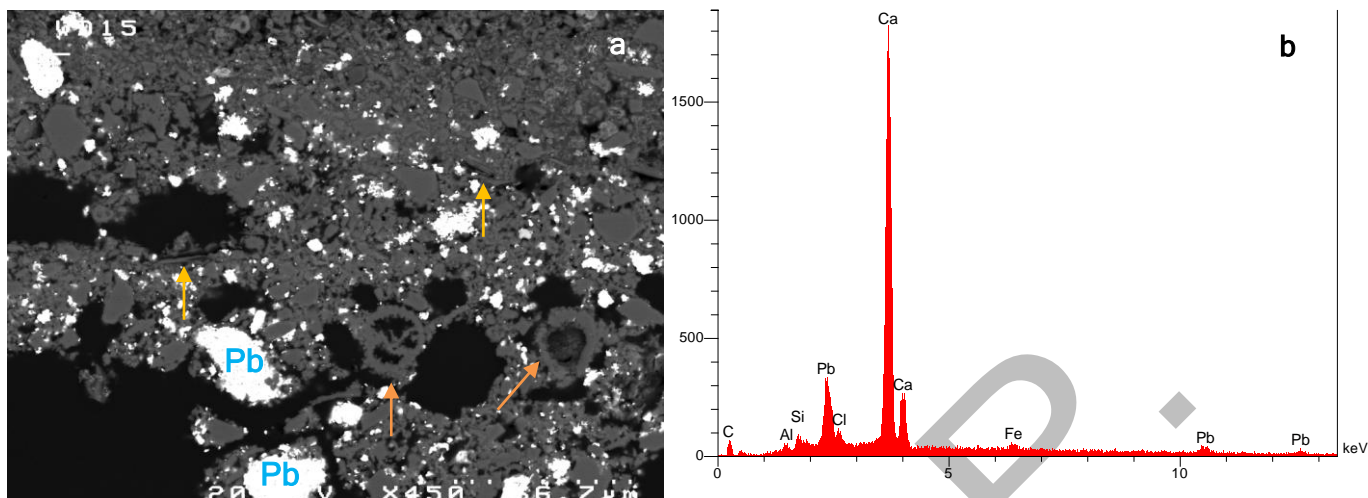


Figure 37 : Vue de détail (a-, MEB, ERD, x450) et spectre d'analyse X globale (b-) de la couche 1.

Les traces d'aluminium, silicium et fer détectées à l'analyse chimique de la couche (Fig. 37b) correspondent à la présence de quelques phases micacées (Fig. 37a, flèches jaunes).

Les deux premières couches brunes (c. 2 et 3) sont de nature identique. Elles sont principalement constituées de calcite avec quelques grains de silice, d'aluminosilicates, d'ocre et de blanc de plomb (Fig. 38b). On note également la présence de quelques particules de noir de charbon.

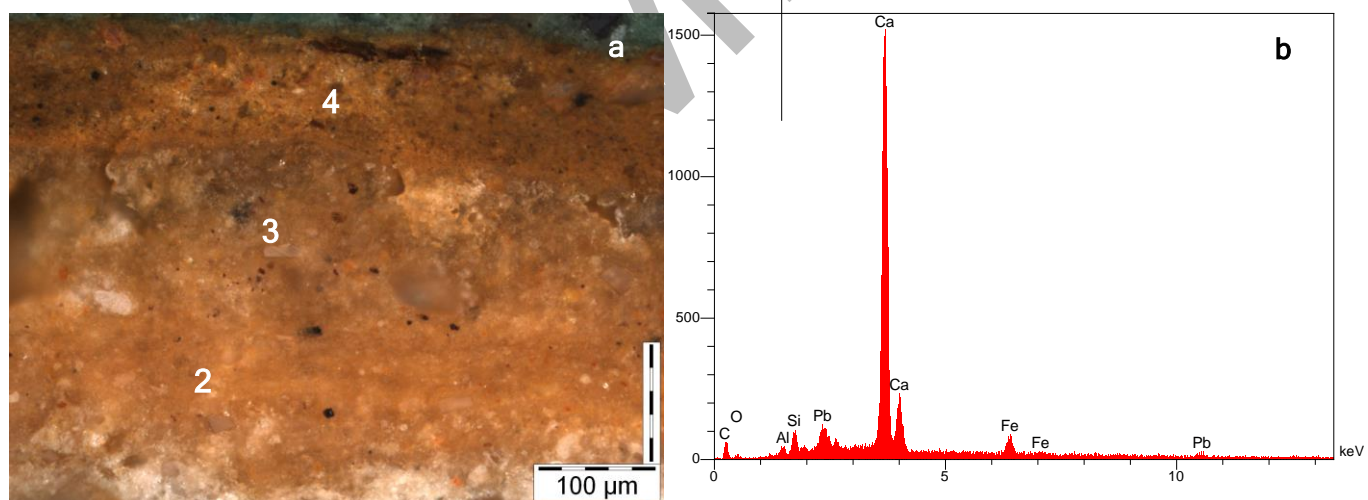


Figure 38 : Vue de détail (a-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x200) de la microsection du prélèvement et spectre d'analyse X globale (b-) de la couche 2.

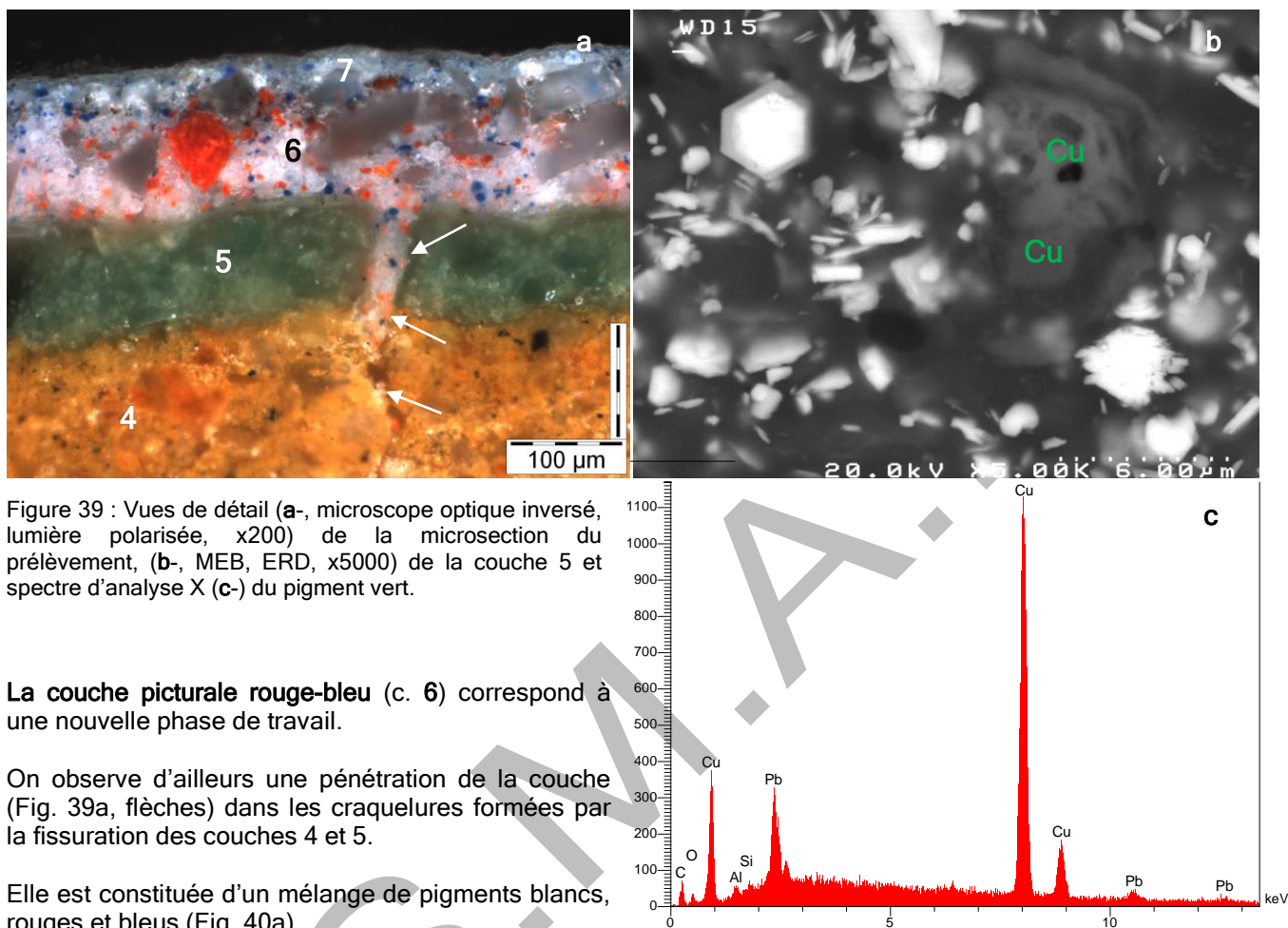
La troisième couche brune (c. 4) correspond aux couches de préparation brune observées sur les trois échantillons précédemment analysés.

Les couches 1, 2 et 3, qui sont également des couches de préparation, semblent avoir été mises en place lors de la même phase de travail que la couche 4.

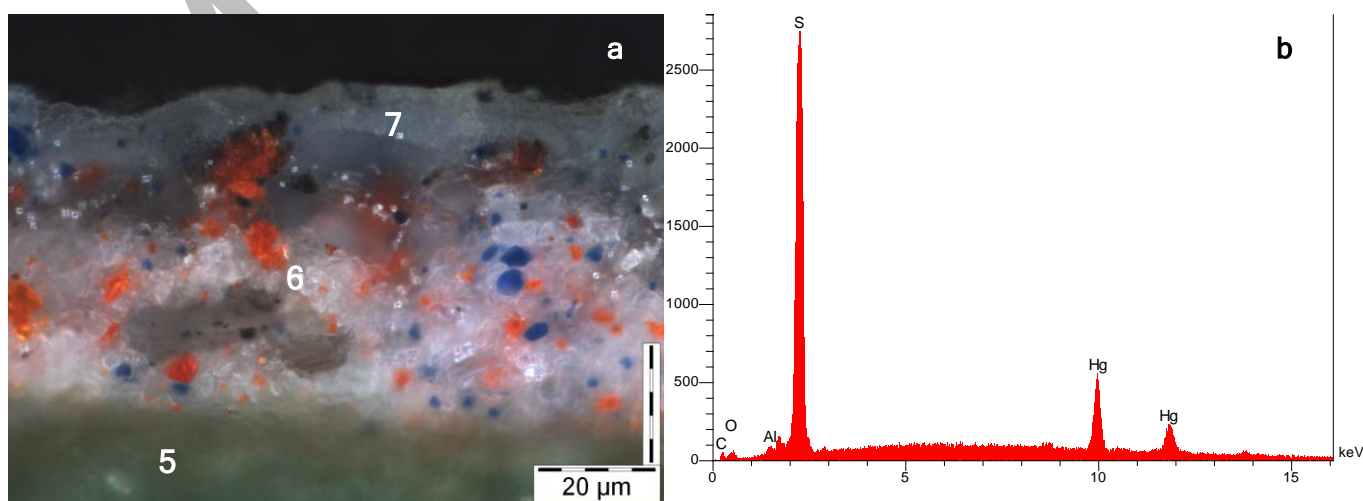
Cette dernière couche, on l'a vu, correspond au début de la quatrième phase de polychromie.

Ces observations semblent indiquer que les couches correspondant aux polychromies antérieures ont été complètement retirées avant mise en place d'un nouveau décor.

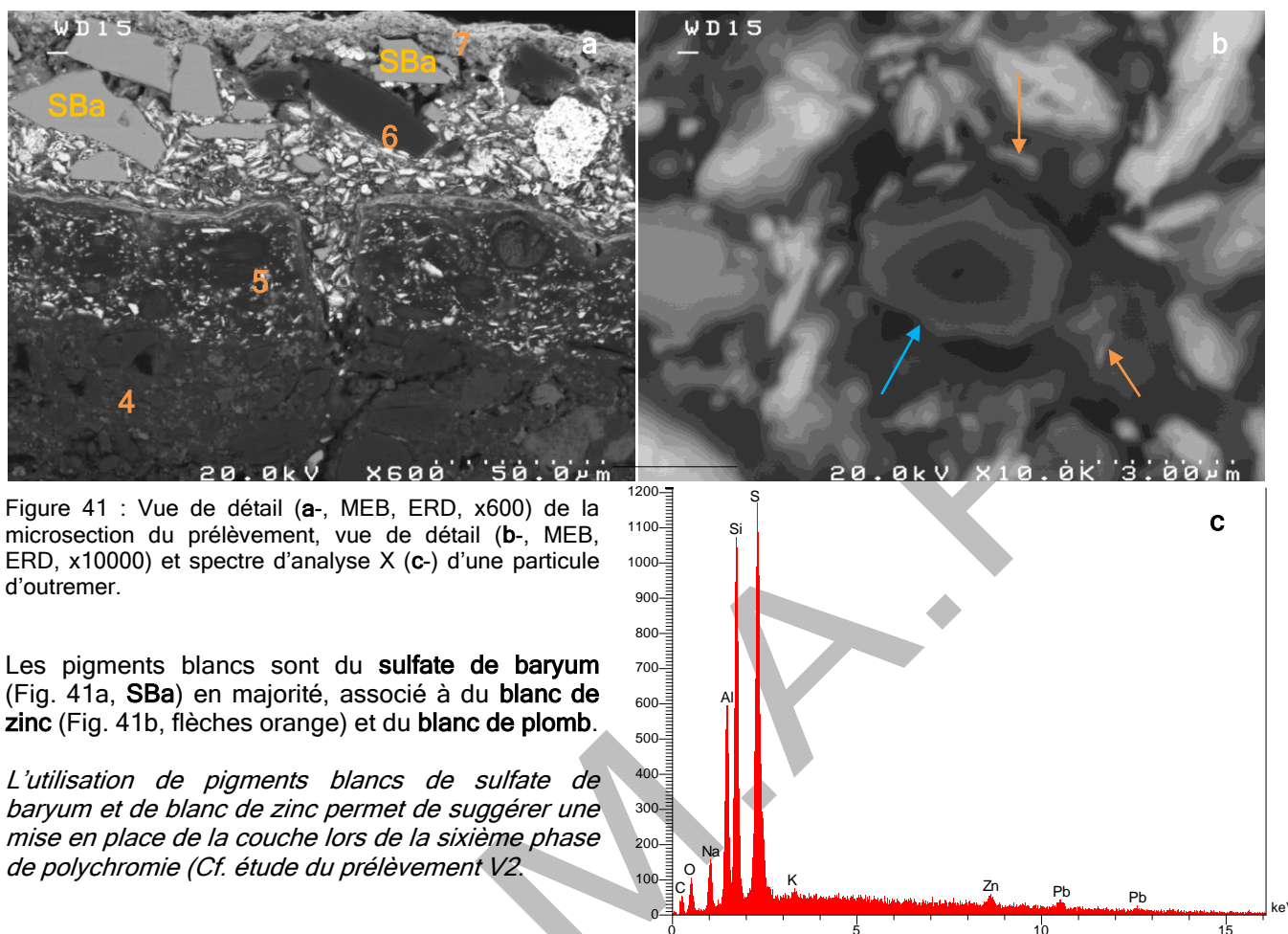
La couche picturale verte (c. 5) est composée de particules de **blanc de plomb** et d'un pigment à base de cuivre (Fig. 39b, Cu, 39c). La morphologie particulière du pigment correspond plutôt à des **acétates de cuivre**. On note également la présence d'un liant abondant.



Le pigment rouge utilisé est un pigment de **sulfure de mercure** (Fig. 40b).



La coloration bleue correspond à l'utilisation de particules d'**outremer** (Fig. 41b, flèche bleue, 41c).



La couche bleue (c. 7) à une composition similaire à la couche 6 sous-jacente. *Il apparaît que cette couche est en fait le résultat d'une altération superficielle de la couche picturale rouge-bleu, en présence de microorganismes (Fig. 42a).* On note d'ailleurs la présence de particules à la fois dans la couche 7 et dans la couche 6 (Fig. 41a).

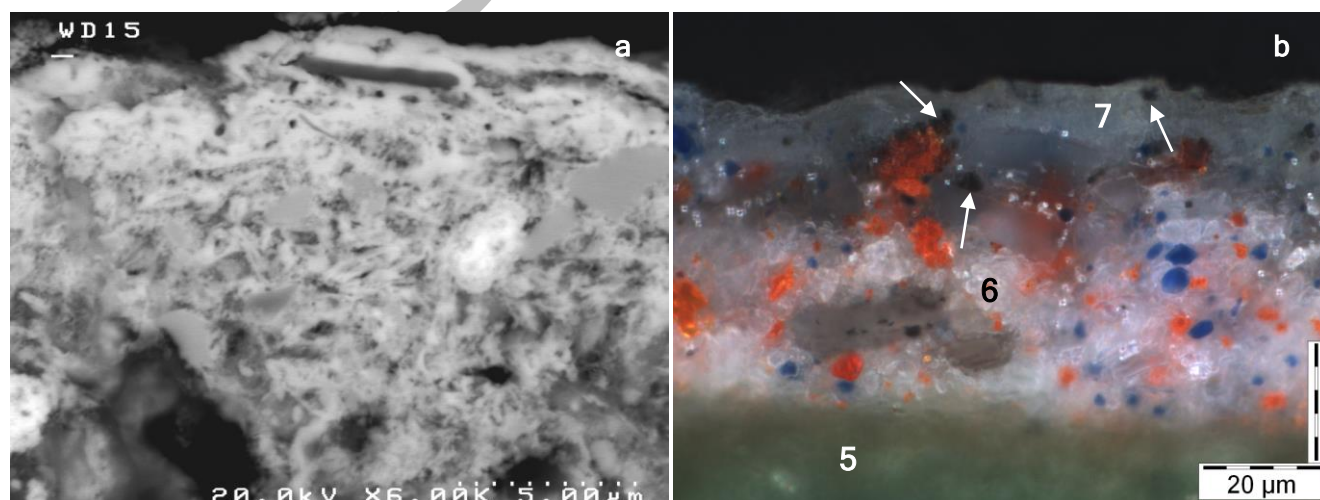


Figure 42 : Vues de détail (a-, MEB, ERD, x6000) de la couche 7 et (b-, microscope optique inversé, lumière polarisée, x1000) de la microsection du prélèvement.

La différence de teinte observée entre les couches 6 et 7 est due à l'altération superficielle de la couche picturale rouge-bleu, qui entraîne une décoloration du pigment rouge de sulfure de mercure, qui devient noir (Fig. 42b, flèches). Le pigment bleu a conservé sa coloration d'origine.