

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

Microanalyse

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

ÉTUDE D'UN PENDENTIF ANTHROPOMORPHE EN OR

Provenance et époque supposées : Colombie, culture Calima, 100 av. J.-C. - 600 ap. J.-C.

Analyse : **B. DUBOSCQ**

Docteur en géologie du quaternaire
et Préhistoire.
Ingénieur en microanalyse

C. DUMORA

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.

OBJECTIFS

Étude d'un objet en métal : *Pendentif anthropomorphe* (H. : 13,5 cm, l. : 6 cm, ép. : 2,5 cm, masse : 175g)
Provenance et époque supposées : Colombie, culture Calima, 100 av. J.-C. - 600 ap. J.-C.

Caractérisation du matériau constitutif de l'objet, de sa technique de fabrication, de son état d'altération et des éventuels dépôts superficiels afin de déterminer si l'objet a subi un vieillissement naturel de longue durée postérieurement à la phase de mise en œuvre et s'il a été réalisé suivant les techniques d'orfèvrerie précolombienne de Colombie.

MOYENS MIS EN ŒUVRE

Stéréomicroscope ; Microscope Electronique 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.) ; analyse quantitative de l'alliage par émission de photons X induite par des particules (PIXE).

PRÉLÈVEMENTS

L'étude a été menée à partir de cinq prélèvements réalisés par répliques de la surface de l'objet :

R1 : réplique de surface réalisée sur le revers du bouclier ;

R2 : réplique de surface réalisée au dos du personnage entre les deux épaules, sous la boucle de suspension ;

R3 : réplique de surface réalisée à l'arrière de la jambe droite.

La surface des répliques R1, R2 et R3 a été rendue conductrice par un dépôt de carbone. Cette opération est en partie à l'origine du pic de carbone (C) observé sur les spectres d'analyse X élémentaire.

R4 : réplique de surface réalisée sur le bouclier, face externe ;

R5 : réplique de surface réalisée sur le côté droit du ventre du personnage.

La surface des réplique R4 et R5 a été rendue conductrice par un dépôt d'or afin d'optimiser l'observation des traces d'outils. Aucune analyse X élémentaire n'a été réalisée sur ces deux répliques.

Trois zones de l'objet ont été analysées par émission de photons X induite par des particules (PIXE) :

- Deux zones de métal de couleur rouge, respectivement au niveau du sceptre et du bouclier ;
- Une zone de métal de couleur jaune, sous le pied droit.

RÉSULTATS

Nous avons envisagé successivement dans cette étude la nature de l'alliage, les traces d'outils en surface de la sculpture, l'état d'altération du matériau et les dépôts présents à la surface de l'objet. Les observations et les analyses sont illustrées dans les pages suivantes. Elles ont permis de mettre en évidence que :

- Le pendentif a été réalisé par fonte à la cire perdue dans un alliage d'or, d'argent et de cuivre. La composition de l'alliage et la présence de fer et de nickel en traces ($\leq 0,1\%$) est **en accord avec les matériaux employés par les artisans précolombiens et notamment en Colombie** (S. Rovira, 1992).
- La surface de l'objet a été **enrichie en or** à l'aide d'une **attaque acide** de la surface. Cette technique est très répandue dans les civilisations précolombiennes (C. Fraresso, 2007), notamment dans les cultures de Colombie (Scott, 1989) pour la réalisation d'objet en *tumbaga*.
- Les traces d'outils observées à la surface de l'objet sont en accord avec l'emploi d'outils de brunissage manuels traditionnels et ne sont pas dues à l'utilisation d'outils et d'abrasifs modernes.
- Le pendentif présente des **traces d'usage**, responsables de la disparition locale de la couche superficielle enrichie en or.
- La surface de l'objet présente divers produits d'altération naturelle du cuivre et de l'argent, provenant de l'altération de l'alliage tumbaga.

- Les dépôts beiges présents sur l'objet dans les parties protégées des frottements sont compatibles avec un matériau pouvant provenir d'un milieu d'enfouissement sédimentaire riche en fer. Ils contiennent des particules d'or et des produits de corrosion du cuivre et de l'argent de l'alliage tumbaga et sont contemporains des phénomènes d'altération de l'objet.

Ces caractéristiques sont en accord avec l'ancienneté supposée de l'objet.

M.S.M.A.P.

1. OBSERVATIONS PRÉLIMINAIRES

L'objet a été réalisé dans un métal de couleur doré (Fig. 1), par fonte à la cire perdue, comme le montrent les nombreuses irrégularités de surface (surépaisseurs, rugosités, Fig. 1a, **flèche orange**) ou défauts de fonderie (gerces, porosités, retassures, Fig. 1, flèches bleues). Le pendentif est dans un bon état de conservation.

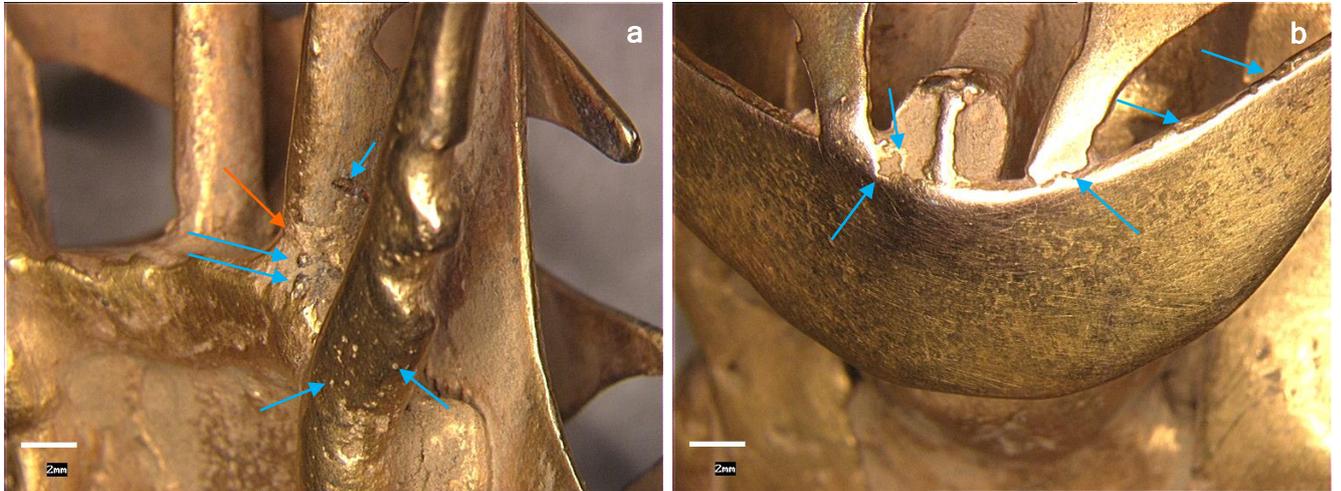


Figure 1. Vues de détail du pendentif (stéréomicroscope, x 5, a-, arrière droit de la coiffe, b-, ornement de nez, *nariguera*, c-, coiffe, côté gauche de la tête).

La couleur du métal varie du rouge au jaune (Fig. 2a) indiquant l'utilisation d'un alliage dont les teneurs en éléments, probablement de l'or et du cuivre, présentent des variabilités en surface.

La surface de l'objet présente des dépôts beiges (Fig. 2b, **flèches**), particulièrement visibles dans les zones protégées de l'objet (arrière du bouclier, de la *nariguera* etc.) en raison d'un nettoyage qui n'a concerné que les parties visibles.

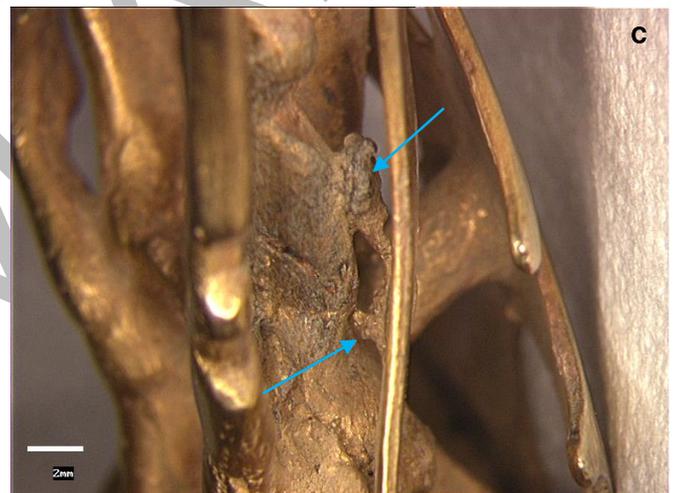


Figure 2. Vues de détail de la surface de l'objet (stéréomicroscope, a-, x 15, avant du bouclier, b-, x 5, arrière du bouclier).

Associés aux dépôts beiges, dans les parties protégées, on observe des zones de dépôt ou de coloration rouges (Fig. 2b, R).

Ponctuellement, la surface de l'objet présente des encroutements gris-vert (Fig. 3a, **flèches**) pouvant correspondre à des produits d'altération du métal.

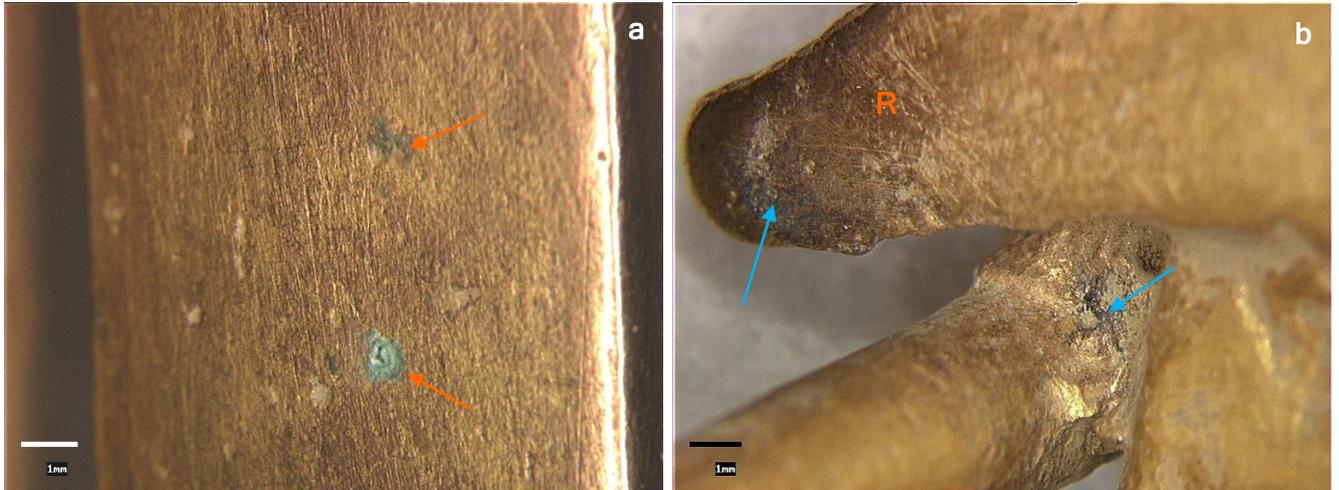


Figure 3. Vues de détail de la surface de l'objet (stéréomicroscope, x 10, **a-**, arrière de la jambe droite, **b-**, intérieur du coude gauche).

Elle présente également des dépôts noirs (Fig. 3b, **flèches**) parfois associés aux zones à coloration rouge (Fig. 3b, R).

Plusieurs types de traces sont identifiés. Certaines d'entre-elles correspondent au travail de modelage de la cire perdue (Fig. 4a, **flèches orange**) et d'autres à un travail de finition postérieur à la fonte :

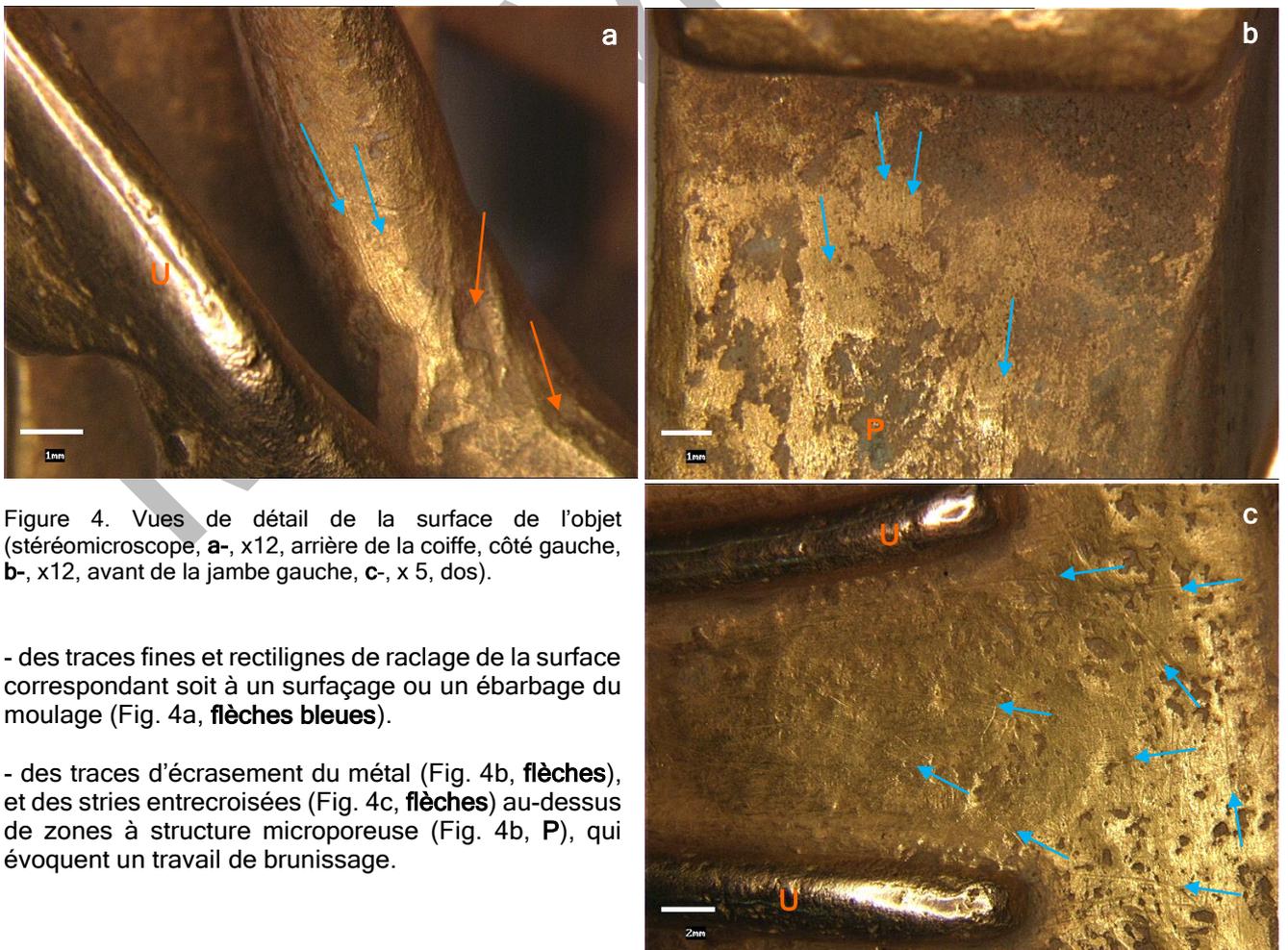


Figure 4. Vues de détail de la surface de l'objet (stéréomicroscope, **a-**, x12, arrière de la coiffe, côté gauche, **b-**, x12, avant de la jambe gauche, **c-**, x 5, dos).

- des traces fines et rectilignes de raclage de la surface correspondant soit à un surfaçage ou à un ébarbage du moulage (Fig. 4a, **flèches bleues**).

- des traces d'écrasement du métal (Fig. 4b, **flèches**), et des stries entrecroisées (Fig. 4c, **flèches**) au-dessus de zones à structure microporeuse (Fig. 4b, P), qui évoquent un travail de brunissage.

Les traces de brunissage sont conservées sous les dépôts superficiels dans les parties non nettoyées (Fig. 5a, **flèches**).

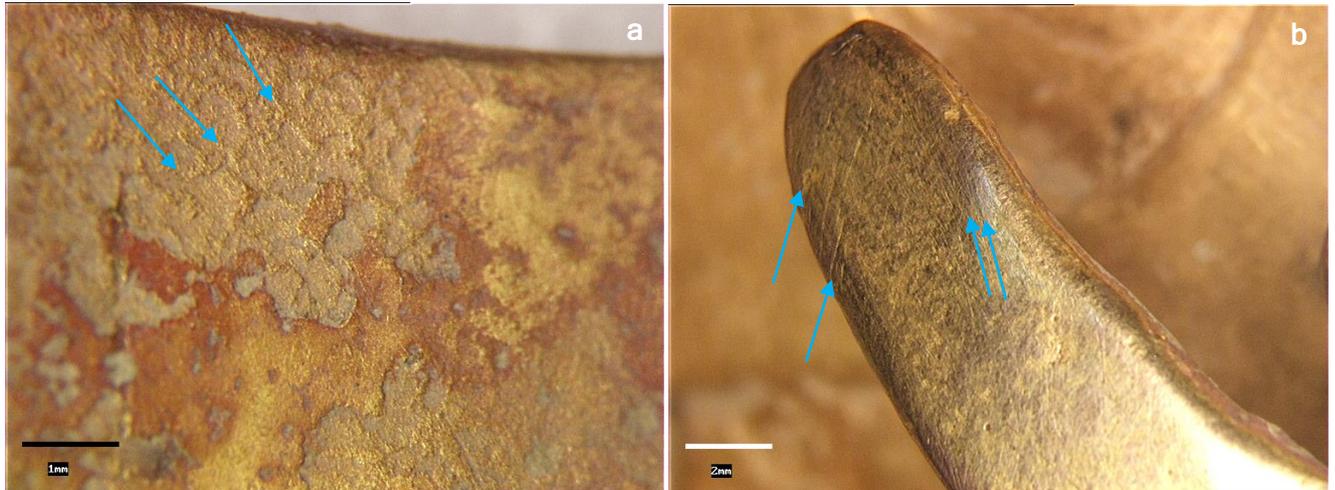


Figure 5. Vues de détail de la surface de l'objet (stéréomicroscope, **a-**, x15, arrière du bouclier, **b-**, x 5, pointe droite de la *nariguera*).

Le pendentif montre également des traces nombreuses, et fines (Fig. 5b, **flèches**), qui sont dans certains cas probablement liées au nettoyage de l'objet et dans d'autres cas à une usure de la surface.

L'usage de l'objet se manifeste par un fort polissage ou une usure des parties saillantes.

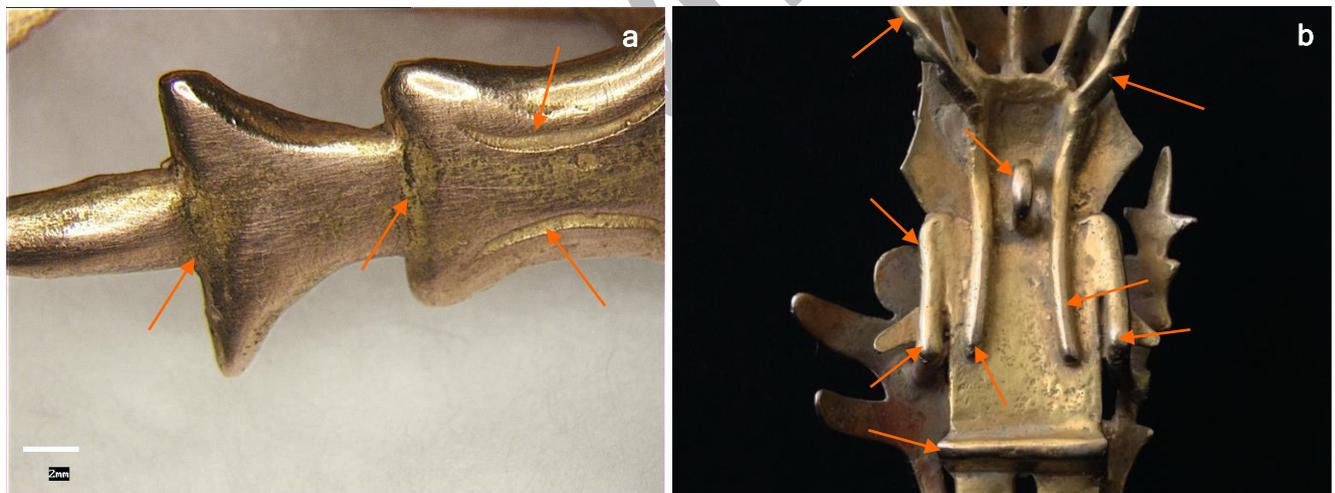


Figure 6. Vues de détail des traces d'usure (**a-**, stéréomicroscope x10, sceptre, **b-**, arrière, **c-**, stéréomicroscope, x 5, côté gauche de la tête).

L'usure aboutit à la disparition de la couche dorée superficielle, qui n'est conservée que dans les parties en dépression (Fig. 6a, **flèches**) et laisse apparaître un métal plus rouge.

L'objet semble avoir été porté comme l'indiquent le polissage plus marqué des parties saillantes en face arrière (éléments dorsaux de la coiffe, bras, coudes, bassin et anneau de suspension, Fig. 4a et c, **U**, Fig. 6b, **flèches**) et la forte déformation et le polissage local de l'anneau de suspension (Fig. 6c, **flèche**).



2. NATURE ET ÉTAT D'ALTÉRATION DU MATÉRIAU CONSTITUTIF DE L'OBJET

Analyse de l'or

Une analyse qualitative et quantitative de l'alliage par émission de photons X induite par des particules (PIXE) a été réalisée à trois endroits différents de l'objet afin d'obtenir la composition du métal en différenciant les zones jaunes et les zones rouges observées au microscope optique (Fig. 2b).

Les résultats sont donnés dans le tableau 1 et montrent qu'en fonction des zones analysées, les teneurs en or, en argent et en cuivre sont très variables. Les zones rouges (Fig. 7a et b) présentent de plus hautes teneurs en cuivre et en argent que la zone jaune (Fig. 7c) qui montre une plus forte teneur en or.

	Au	Cu	Ag	Fe	Ni
Zone rouge - Bouclier	47,3%	16,3%	35,0%	185 ppm	150 ppm
Zone rouge - Sceptre	60,0%	32,0%	7,5%	1045 ppm	192 ppm
Zone jaune - Pied droit	86,2%	10,6%	2,7%	1180 ppm	95 ppm

Tableau 1. Composition en poids atomique des différentes zones analysées (ppm = parties par million).

La variabilité de ces teneurs ainsi que la disposition des zones rouges et jaunes sont indicatives d'un enrichissement de la surface en or.

Les zones rouges, riches en cuivre et en argent se situent dans des zones d'usure de l'objet, où la couche enrichie en or a disparu.

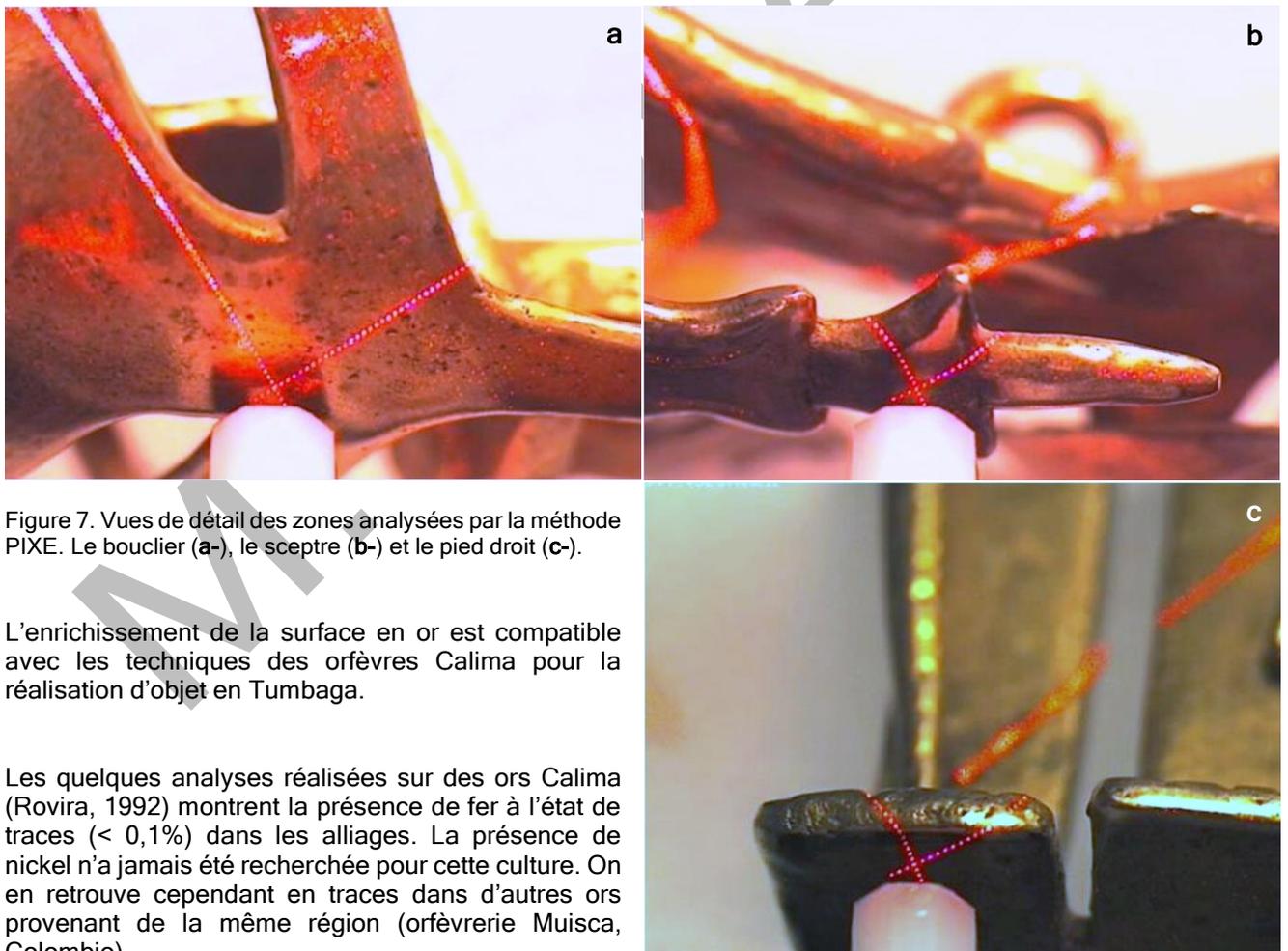


Figure 7. Vues de détail des zones analysées par la méthode PIXE. Le bouclier (a-), le sceptre (b-) et le pied droit (c-).

L'enrichissement de la surface en or est compatible avec les techniques des orfèvres Calima pour la réalisation d'objet en Tumbaga.

Les quelques analyses réalisées sur des ors Calima (Rovira, 1992) montrent la présence de fer à l'état de traces (< 0,1%) dans les alliages. La présence de nickel n'a jamais été recherchée pour cette culture. On en retrouve cependant en traces dans d'autres ors provenant de la même région (orfèvrerie Muisca, Colombie).

La quantité plus importante de fer sur la zone d'analyse du sceptre ainsi que la zone d'analyse du pied droit est très probablement due à des restes de dépôts superficiels riches en fer. Le bouclier étant une zone d'usure et de contact fréquent, il présente très probablement moins de dépôts.

Les teneurs en or, argent et cuivre pour la zone rouge du sceptre et jaune du pied sont compatibles avec les données archéométriques.

Seul le point d'analyse réalisé sur le bouclier présente un taux d'argent très élevé, au-delà des pourcentages généralement observés.

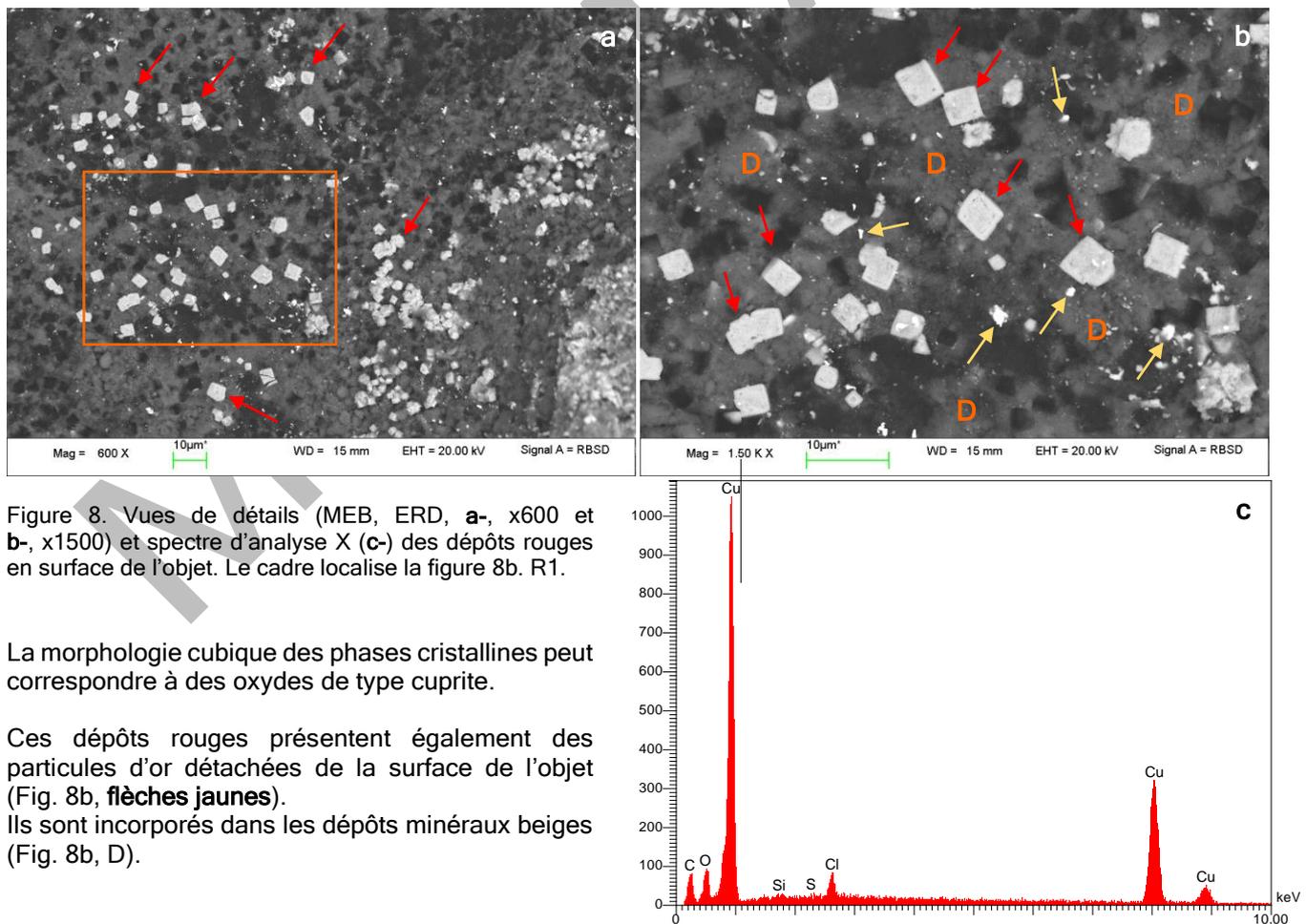
Cette analyse étant très localisée, il peut s'agir d'une variation ponctuelle de la composition de l'alliage, probablement liée à l'enrichissement de surface observé.

L'absence d'éléments traces tels que l'étain et/ou l'antimoine qui entrent fréquemment dans la composition des ors Calima (tumbaga ou natifs) n'est pas significative d'une anomalie de composition de l'alliage car leur présence est variable d'un objet à l'autre (dans l'étude réalisée par Rovira en 1992, sur l'orfèvrerie préhispanique du Museo de América de Madrid, 22 objets Calima sur 49 ne contiennent ni étain ni antimoine détectés).

Ces caractéristiques sont l'indication de l'emploi d'un alliage riche en cuivre ayant subi un enrichissement de surface en or (Tumbaga ?). La composition de cet or ne présente pas d'incompatibilité avec les ors utilisés par la civilisation Calima.

Produits d'altération

Les dépôts rouges observés à la surface de l'objet (Fig. 2b) sont issus d'un phénomène de recristallisation du cuivre de l'alliage à la surface de l'objet (Fig. 8a et b, **flèches rouges**, et 8c).



Les encroutements ponctuels gris-vert (Fig. 3a, 9a, **flèches orange**, et 9b) sont constitués de sels chlorés de cuivre (Fig. 9c).

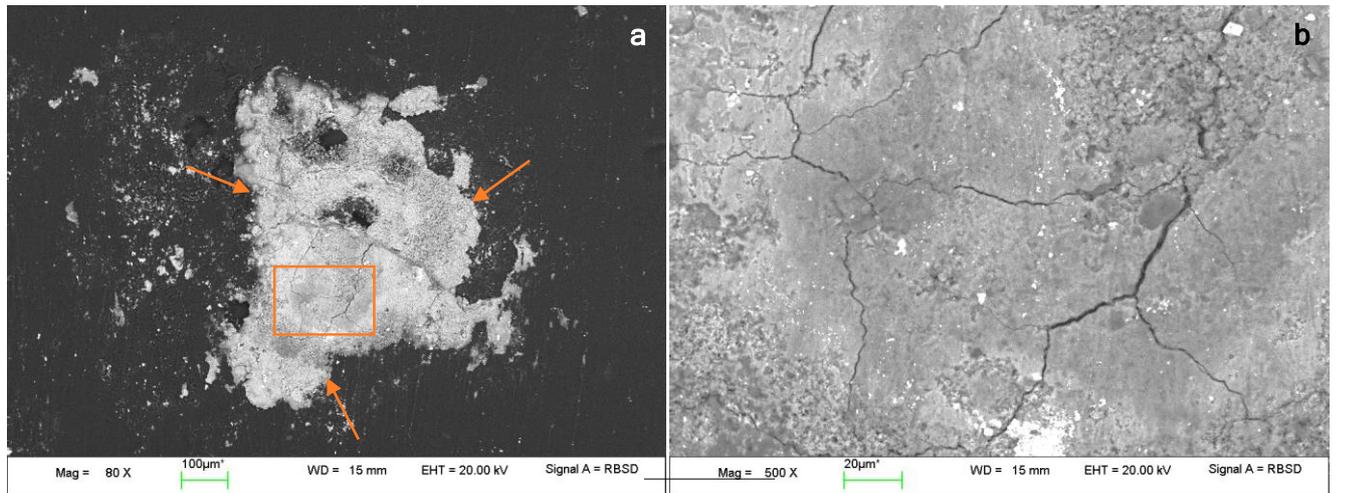


Figure 9. Vues de détail (MEB, ERD, **a-**, x80 et **b-**, x500) et spectre d'analyse X (**c-**) des dépôts encrounants gris-vert à la surface de l'objet. Le cadre localise la figure 9b. R3.

La présence non négligeable de fer dans le spectre d'analyse X (Fig. 9c, **Fe**) peut provenir d'un milieu de conservation riche en fer.

Des sels chlorés d'argent sont également présents au contact des sels de cuivre (Fig. 10a, **flèches** et 10b).

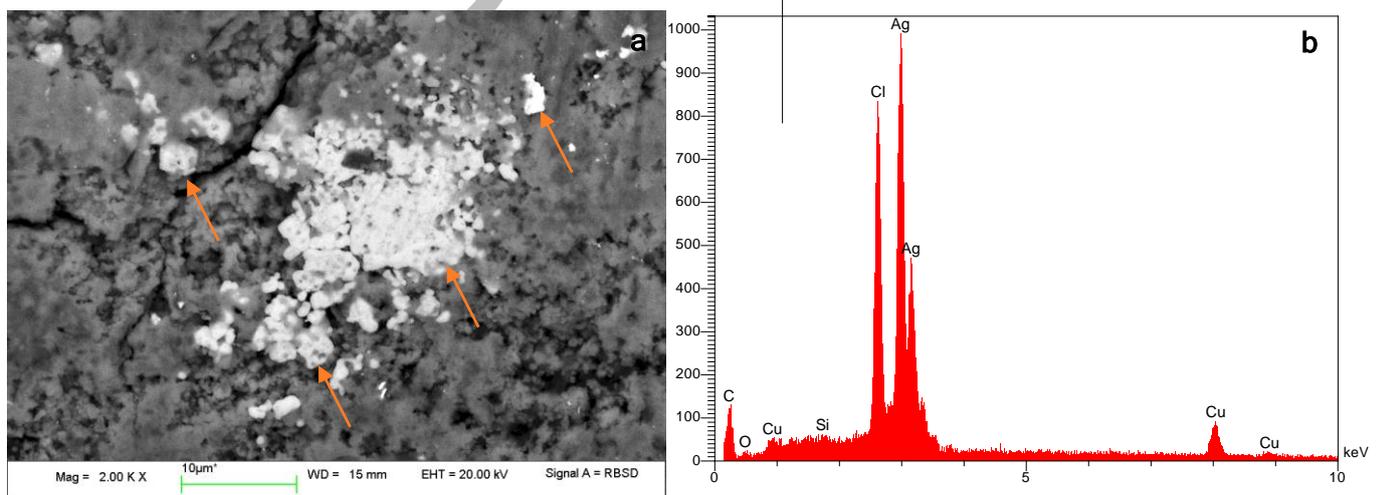


Figure 10. Vue de détail (**a-**, MEB, ERD, x2000) d'un dépôt encroutant gris-vert et spectre d'analyse X (**c-**) de produits de corrosion de l'argent (chlorure d'argent). R3.

Les sels de cuivre et d'argent observés dans les dépôts rouges et les dépôts verts sont des produits de corrosion naturels des alliages d'or (ici un alliage tumbaga). Leur présence au contact de la surface enrichie en or indique une altération de l'alliage plus en profondeur.

Des particules dorées (Fig. 11a, **flèches**) et des dépôts noirs (Fig. 11b, **flèches**) ont également été retrouvés à la surface des répliques.

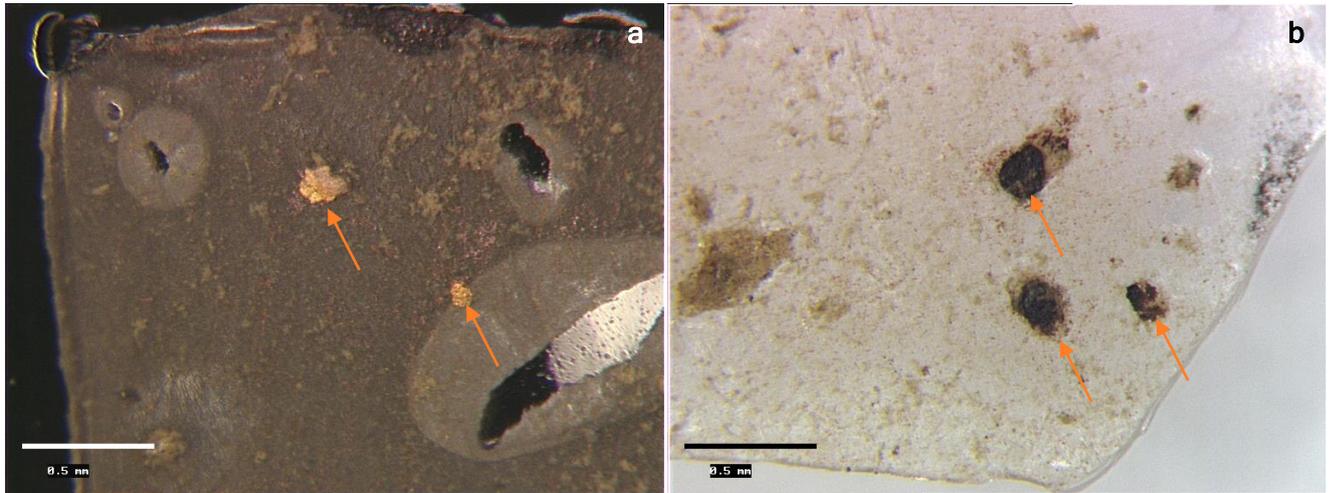


Figure 11. Vues de détail (**a-** et **b-**, stéréomicroscope, x44) des particules dorées et des dépôts noirs se trouvant sur la réplique R1.

Les particules dorées (Fig. 12a, **flèches** et 12b) provenant de l'arrière du bouclier (réplique R1) présentent une forte microporosité et un aspect alvéolaire « spongieux ». Il s'agit de particules d'or (Fig. 12c) détachées de la surface de l'objet.

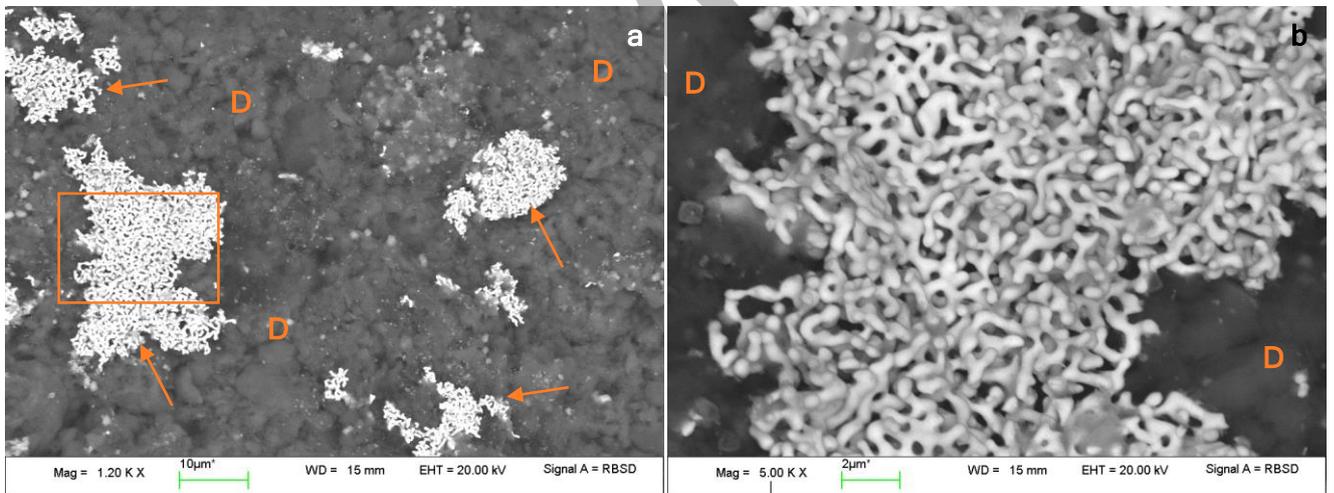
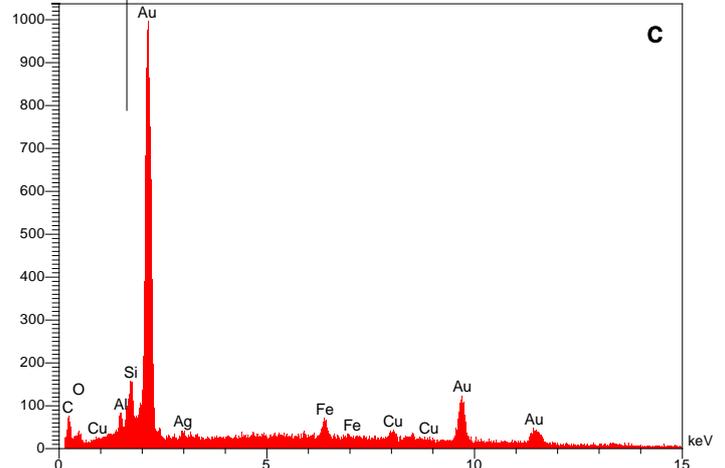
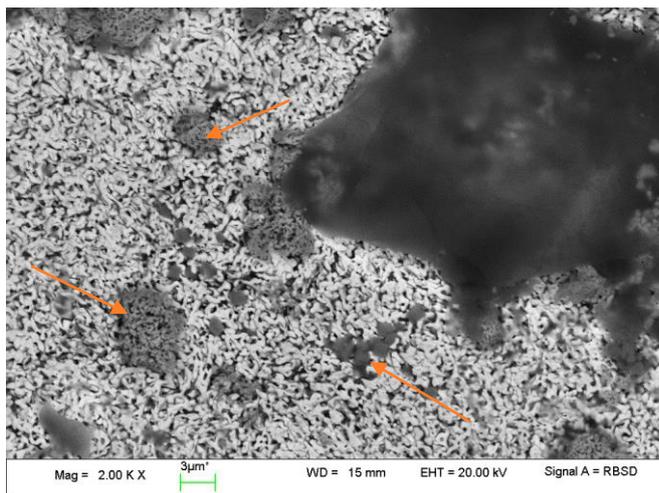


Figure 12. Vues de détail (MEB, ERD, **a-**, x1200, **b-**, x5000) et spectre d'analyse X (**c-**) des particules dorées détachées de la surface de l'objet. Le cadre localise la figure 12b. R1.

La présence de ces particules d'or à la surface du pendentif ainsi que leur aspect alvéolaire sont indicatifs d'une attaque acide de la surface de l'objet, dans le but de réaliser un enrichissement en or de la surface, par déplétion du cuivre et de l'argent.

Cette technique de mise en or (tumbaga) était couramment employée par les civilisations précolombiennes (Fraresso, 2007) et notamment en Colombie (Scott, 1986).





Les produits de corrosion de l'alliage, sels de cuivre et sels d'argent (Fig. 13, **flèches**) sont mélangés à l'or à structure alvéolaire.

Figure 13. Vue de détail (MEB, ERD, x2000) d'une particule d'or alvéolaire de la surface de la réplique R1.

L'attaque acide de l'alliage est normalement suivie par un brunissage de la surface, qui permet la formation de la couche superficielle dense et brillante.

Les particules provenant de parties à aspect brillant et lisse, comme le dos du personnage (réplique R2) montrent un aspect totalement différent, en feuillets aplatis (Fig. 14, **flèches**), qui correspondent à ce travail de brunissage final.

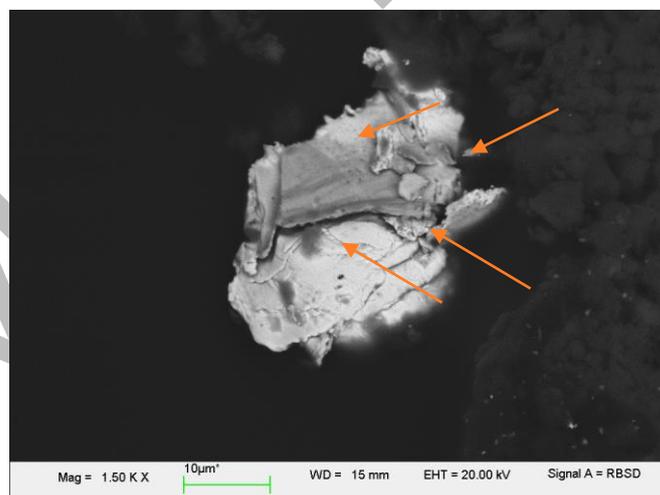


Figure 14. Vue de détail (MEB, ERD, x1500) d'une particule d'or bruni en surface de la réplique R2.

Les **dépôts noirs** (Fig. 11b, **flèches** et 15a) sont quant à eux constitués de sel sulfurés d'argent et de cuivre (Fig. 15b).

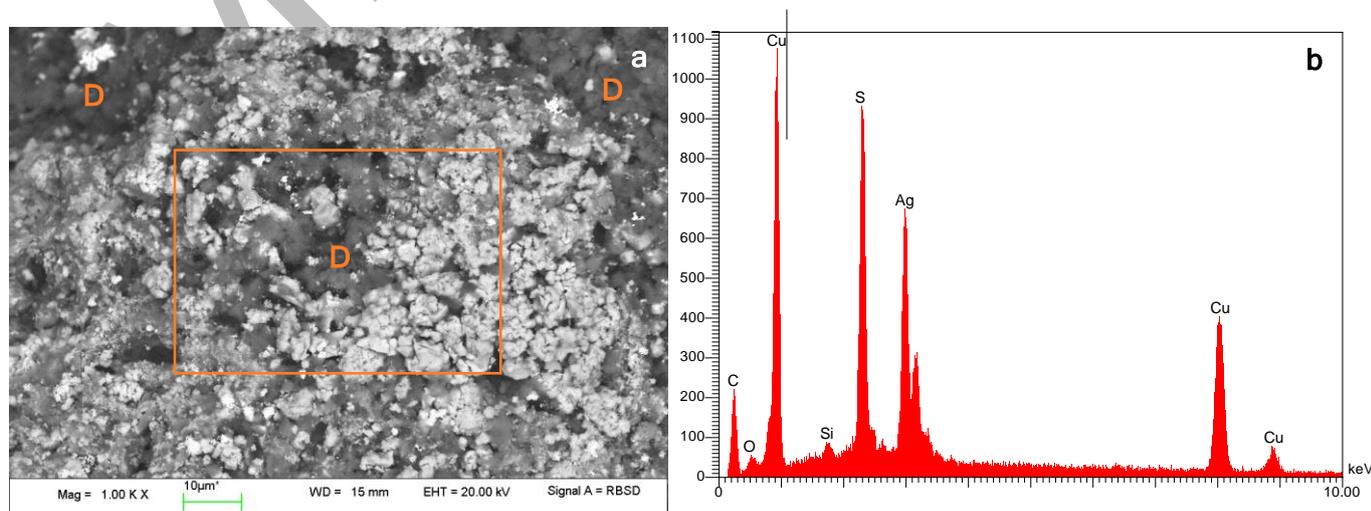


Figure 15. Vue de détail (**a-**, MEB, ERD, x1000) et spectre d'analyse X (**b-**) des dépôts noirs à la surface de la réplique R1. Le cadre localise la figure 16a.

Des sels chlorés du cuivre (Fig. 16a, **flèches** et 16b) sont également mêlés aux sels sulfurés du cuivre et de l'argent. Les dépôts minéraux (Fig. 15a, Fig. 16a, **D**) sont étroitement associés à tous ces produits de corrosion.

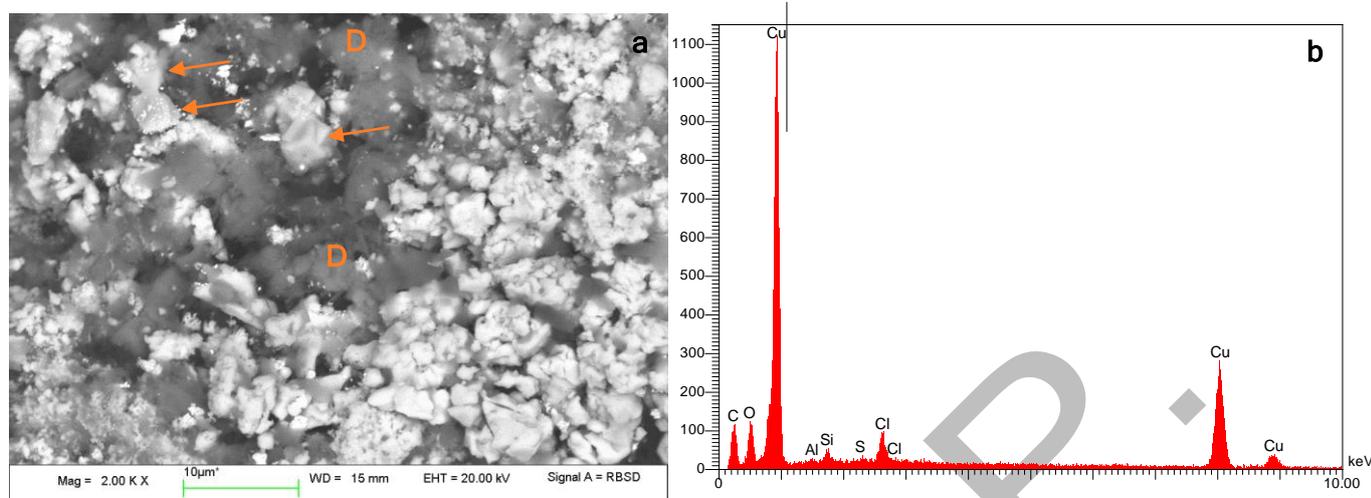


Figure 16. Vue de détail (**a-**, MEB, ERD, x2000) des dépôts noirs et spectre d'analyse X (**b-**) de particules de sels chlorés du cuivre.

Toutes les caractéristiques précédemment décrites : enrichissement en or de la surface de l'objet au moyen d'attaques acides, présence de produits de corrosion du cuivre et de l'argent et recristallisation d'oxyde de cuivre en surface de l'alliage sont compatibles avec l'époque et l'origine supposées de l'objet.

3. ÉTUDE DES DÉPÔTS SUPERFICIELS

Les dépôts beiges présents à la surface de l'objet (cf. Fig. 2) sont constitués par des agglomérations de phases minérales aluminosilicatées à fine granulométrie (Fig. 17a et b, **D** et 17c).

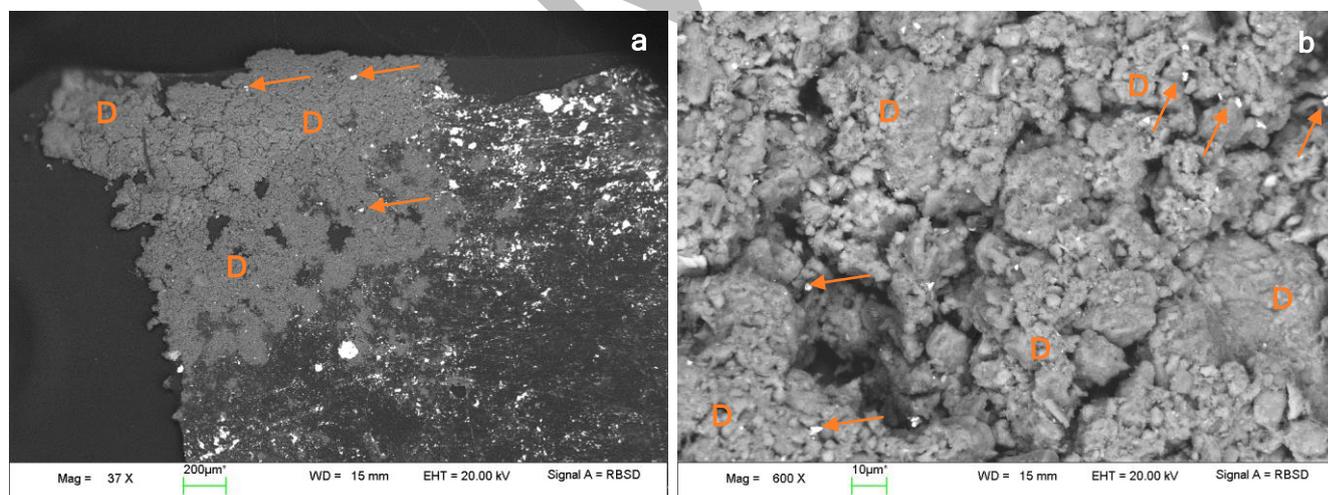


Figure 17. Vues de détail (MEB, ERD, **a-**, x37 et **b-**, x600) et spectre d'analyse X (**c-**) des dépôts beiges à la surface de l'objet. R2.

Ces dépôts, relativement riches en fer (Fig. 17c, **Fe**), sont parsemés de particules d'or de plus ou moins grandes dimensions (Fig. 17a et b, **flèches**) issues de la surface du pendentif.

Ils sont également au contact direct des produits d'altération du métal précédemment observés (cf. Fig. 8a et b, Fig. 12a et b, Fig. 15a et Fig. 16a, **D**)

Ces dépôts peuvent provenir d'un milieu d'enfouissement de l'objet riche en fer, responsable des teneurs en fer observées dans les différents produits de corrosion de l'alliage, et sont contemporains des phénomènes d'altération de l'alliage.

4. ÉTUDE DES TRACES D'OUTILS

L'observation des traces d'outils montre des traces pluridirectionnelles et irrégulières, d'épaisseurs et profondeurs variables (Fig. 18, **flèches**).

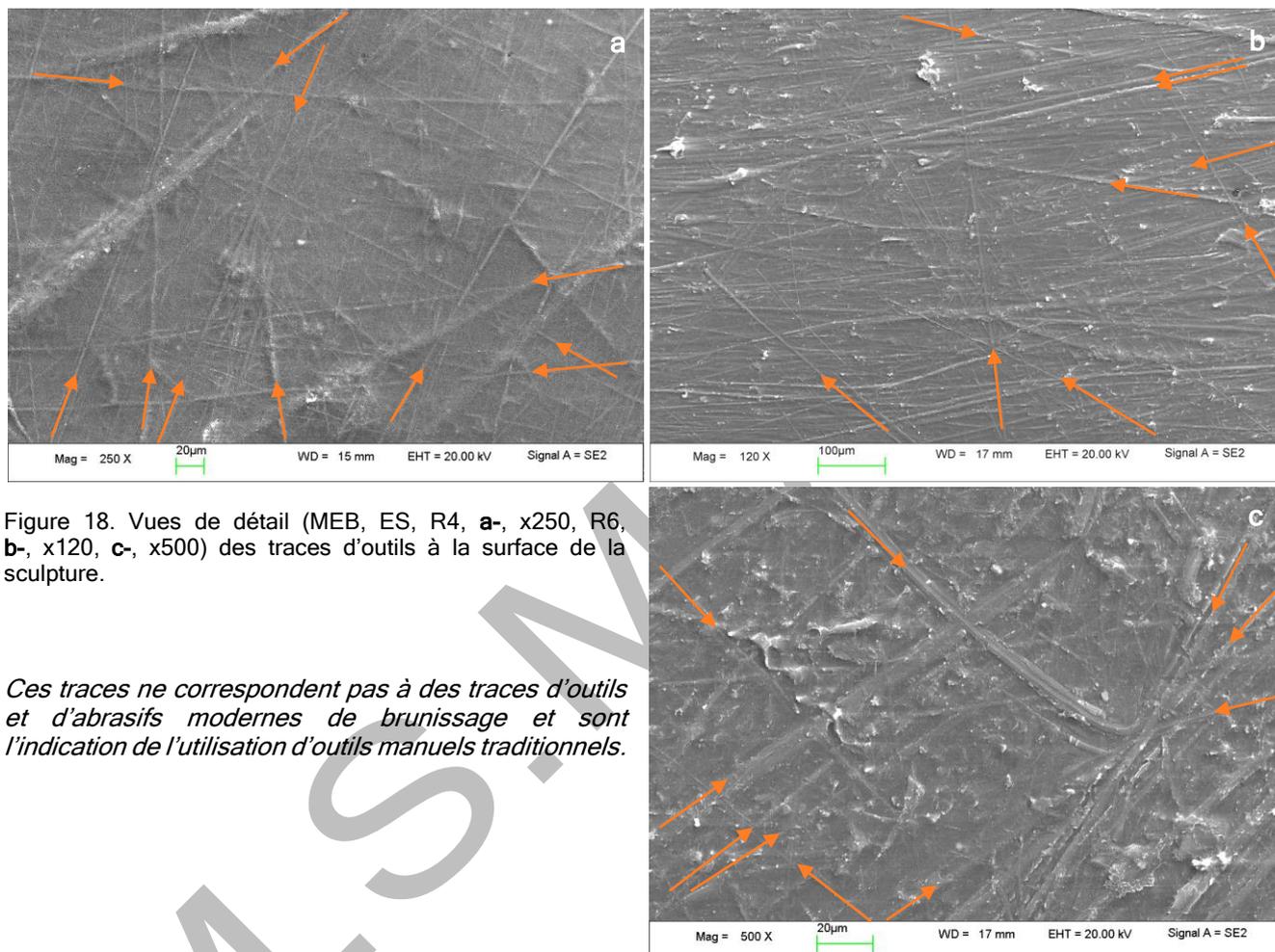


Figure 18. Vues de détail (MEB, ES, R4, **a-**, x250, R6, **b-**, x120, **c-**, x500) des traces d'outils à la surface de la sculpture.

Ces traces ne correspondent pas à des traces d'outils et d'abrasifs modernes de brunissage et sont l'indication de l'utilisation d'outils manuels traditionnels.

Bibliographie :

Fraresso, C. (2007), L'usage du métal dans la parure et les rites de la culture Mochica (150-850 AP. J-C.), Pérou, Thèse de doctorat, Université Michel de Montaigne, Bordeaux.

Rovira, S. (1992), Pre-Hispanic Goldwork from the Museo de América, Madrid: A New Set Of Analyses, *in* Archaeometry of Pre-columbian Sites and Artifacts, UCLA Institute of Archaeology and the Getty Conservation Institute, pp. 323-350.

Scott, D. A. (1986), Gold and silver alloy coatings over copper: An examination of some artefacts from Ecuador and Colombia, *in* Archaeometry, n°28, pp. 33-50.