

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

Microanalyse

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

ÉTUDE D'UNE STÈLE COMMÉMORATIVE MAYA (H.: 202 cm ; l.: 72 cm)

Provenance et époque supposées : Mexique-Guatemala, bassin de la rivière Usumacinta, Maya, 795 ap. JC.



Vue de détail de la stèle.

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

Etude d'une sculpture en pierre : *Stèle commémorative avec la figure d'un Seigneur* (H.: 202 cm ; l.: 72 cm)
Provenance et époque supposées : Mexique-Guatemala, bassin de la rivière Usumacinta, Maya, 795 ap. JC.

Caractérisation du matériau constitutif de la sculpture, des traces d'outils, de la polychromie, 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 sculpture.

MOYENS MIS EN OEUVRE

Stéréomicroscope ; Microscope électronique à balayage (M.E.B.) avec imagerie en mode électrons rétro-diffusés (E.R.D., contraste de composition) et électrons secondaires (E.S., contraste topographique) couplé à une analyse élémentaire en dispersion d'énergie de rayons X (E.D.X.) ; Spectroscopie Raman.

PRÉLÈVEMENTS

L'étude a été menée à partir de prélèvements effectués par réplique de la surface de la sculpture et de micro-prélèvements. Ils proviennent :

- du fond du bas relief, dans la partie central de la coiffure, sur un dépôt brun (R1);
- de l'intérieur d'une incision, entre le motif végétal et le sommet du crane, dans le piédestal (R2);
- d'une zone de couleur bleu-vert conservée dans le glyphe supérieur de la colonne gauche de glyphes (R3);
- de points noirs (pigment? matériau encroûtant?) sur l'ornement d'oreille du côté droit du crâne dans le piédestal (R4);
- d'une zone de couleur rouge conservée dans la sculpture de la ceinture du personnage (R5).

Cinq micro-prélèvements de pigment ont été effectués:

- la couleur bleu-vert correspondant à la réplique R3 (P1);
- la couleur verte provenant du troisième glyphe de la colonne gauche de glyphes (P2);
- la couleur bleu-vert du fond dans le coin droit gauche du piédestal (P3);
- la couleur rouge du glyphe à la base de la colonne gauche de glyphes (P4);
- la couleur rouge du motif végétal du piédestal (P5).

Les surfaces des répliques ont été rendues conductrices par un dépôt de carbone pour permettre l'étude par MEB. Cette opération est en partie à l'origine du pic de carbone (C) observé sur les spectres d'analyse X élémentaire.

RÉSULTATS

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

- La stèle a été sculptée dans une *dolomie* ou une *dolomie calcaire* associant de la *dolomite* et de la *calcite*. Ce type de matériau est utilisé dans l'architecture et la sculpture Maya.
- Les phases minérales de la surface de l'objet (dolomite et calcite) montrent des phénomènes spécifiques - dissolution, modification de la composition chimique - qui sont l'indication d'une altération naturelle de longue durée survenue postérieurement à la phase de sculpture.
- Cette altération a entraîné les dégradations de surface - érosion, fissures, écaillage de la pierre - observées sur la stèle.
- L'altération s'est produite dans un environnement humide à forte teneur en matière organique, en présence de microorganismes.

- Le dépôt brun observé sur l'ensemble de l'objet est d'origine biominérale. Il présente une minéralisation (calcification), qui est l'indication d'un contact de longue durée entre la pierre et ce dépôt biominéral.
- *Ces caractéristiques sont en accord avec un vieillissement naturel de longue durée d'une dolomie ou d'une dolomie calcaire, en présence de microorganismes.*
- Le pigment bleu-vert conservé en plusieurs endroits de la stèle est un *Bleu Maya*, un pigment synthétique associant de l'indigo et une argile naturelle (*palygorskite*).
- Le pigment rouge est un mélange d'argile (ocre) et particules d'oxyde de fer d'origine naturelle.
- *Ces pigments sont utilisés dans les techniques picturales Maya. L'utilisation du pigment Bleu Maya est caractéristique des peintures murales et polychromies Maya.*
- *Il n'y a aucune indication de l'utilisation de pigments modernes.*

Ces différentes caractéristiques sont en accord avec l'ancienneté et la provenance supposées de l'objet.

1- OBSERVATIONS PRÉLIMINAIRES

La sculpture a été réalisée dans une pierre beige microgrenue contenant de nombreux débris arrondis de fossiles (bioclastes) millimétriques à centimétriques (Fig. 1b, flèches bleues).

Suivant l'endroit sur la stèle, la sculpture a un aspect différent : sur le côté gauche, en partie inférieure, la surface sculptée apparaît bien préservée (glyphes, comme en figure 1a, ou la partie gauche du piédestal...). La partie supérieure de la stèle présente un aspect général érodé plus ou moins prononcé, qui affecte aussi bien les parties en relief que le fond (Fig. 1b).

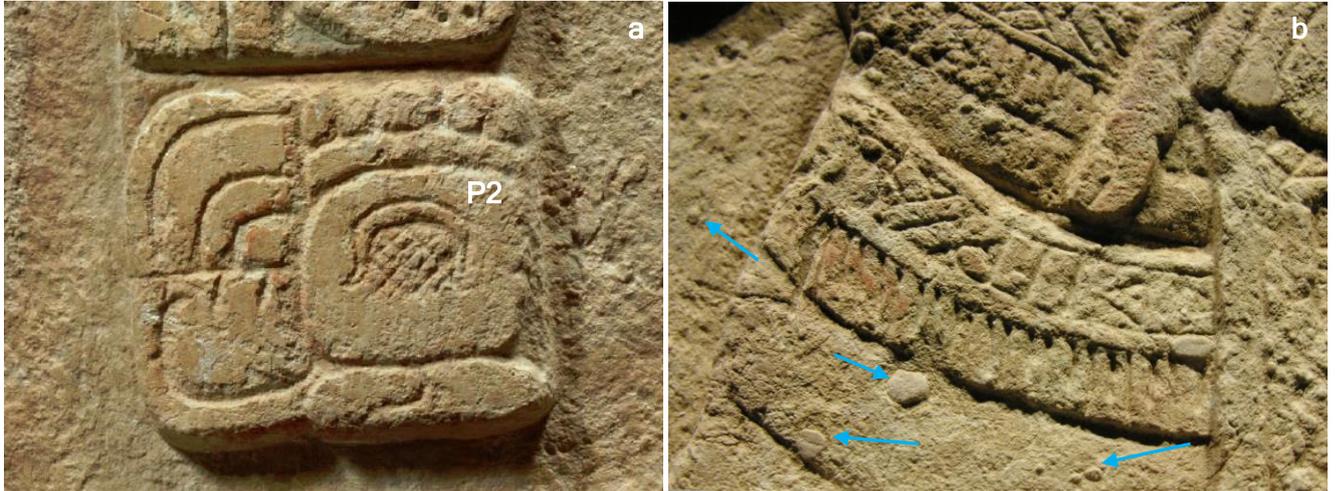


Figure 1 : Vues de détail de la sculpture (a-, glyphe du côté gauche, b-, zone de la ceinture, c-, plumes, sur le côté droit de la stèle).

Le haut du bord droit de la stèle, à partir du sommet de la colonne de glyphe montre l'altération la plus prononcée, avec des fissures et un écaillage de la pierre (Fig. 1c, flèches).

Les zones les plus érodées correspondent à l'extrémité distale du nœud de la ceinture, et certains glyphes du côté droit. Dans ces zones, les détails de la sculpture sont pratiquement complètement effacés (Fig. 2a, E).

Sur l'ensemble de l'objet, un dépôt brun est observé, bien préservé dans les parties en dépression ou les incisions du décor (Fig. 2b, flèches).

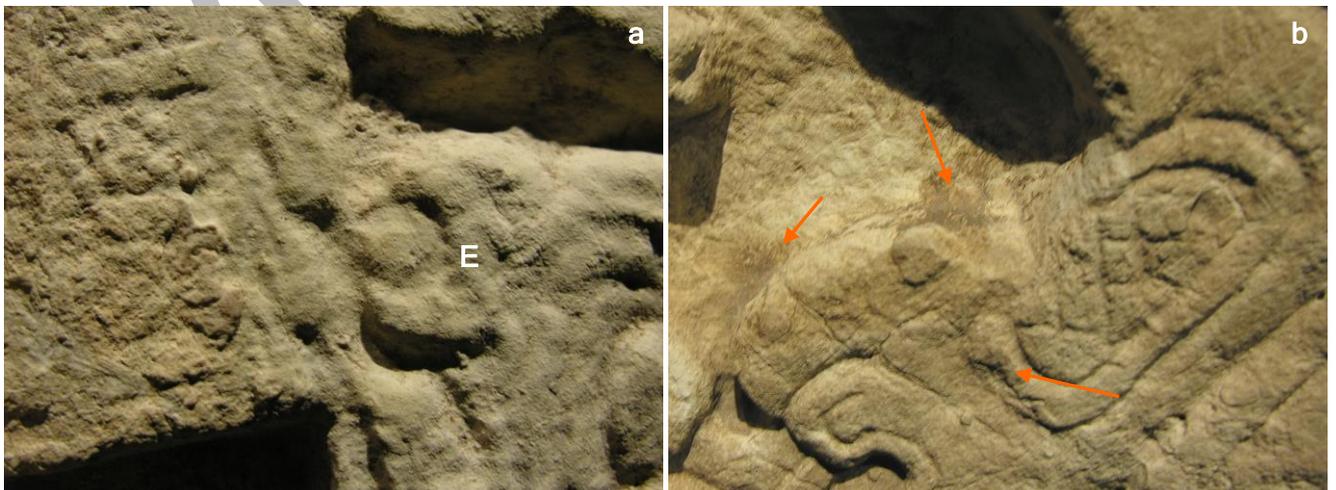


Figure 2: Vues de détail de la surface sculptée (a- glyphe à hauteur du nœud de la ceinture, b- partie central de la coiffe).

Des traces de **polychromie** sont encore visible par endroits dans les parties en dépression du décor ou les parties les mieux préservées de la sculpture, comme la colonne gauche de glyphes. Deux couleurs sont observées : un bleu-vert (Fig. 3a et b flèches) et un rouge (Fig. 3c, flèche orange).



Figure 3 : Vues de détail de la polychromie (**a-** et **b-**, glyphe supérieur de la colonne gauche de glyphes, **c-** quatrième glyphe de la colonne gauche). Le cadre localise la figure 3b.

Sur un des glyphes, une partie en dépression qui a conservé la polychromie rouge montre également de fines stries parallèles (Fig. 3c, flèches bleues) qui pourraient être les seules traces d'outil restants sur l'objet.



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

En l'absence d'analyse pétrographique de la roche sur lame mince, l'analyse élémentaire par EDX de ce matériau, l'observation de la nature et de la morphologie des phases minérales permettent d'identifier l'association de phases cristallines de dolomite (Fig. 4, MgCa) et de calcite (Fig. 4, Ca)

Ces caractéristiques permettent d'identifier une *dolomie ou dolomie calcarifère*.

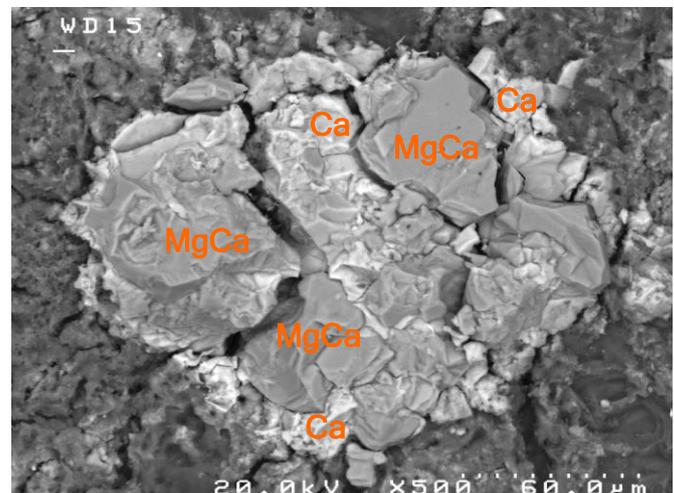


Figure 4: Vue de détail (MEB, ERD, x500) des phases minérales constituant la roche. Réplique R2.

La dolomite et plus largement les dolomies calcarifères, sont utilisées dans l'architecture Maya, comme par exemple la crypte funéraire du *Temple des Inscriptions* de Palenque (1). Ce type de roche est présent dans le bassin de la rivière Usumacinta.

L'étude des répliques montre une altération des phases minérales en surface de l'objet.

- La **calcite** (Fig. 5a, Ca) présente une importante dissolution préférentielle, par comparaison avec la dolomite (Fig. 5a, MgCa).

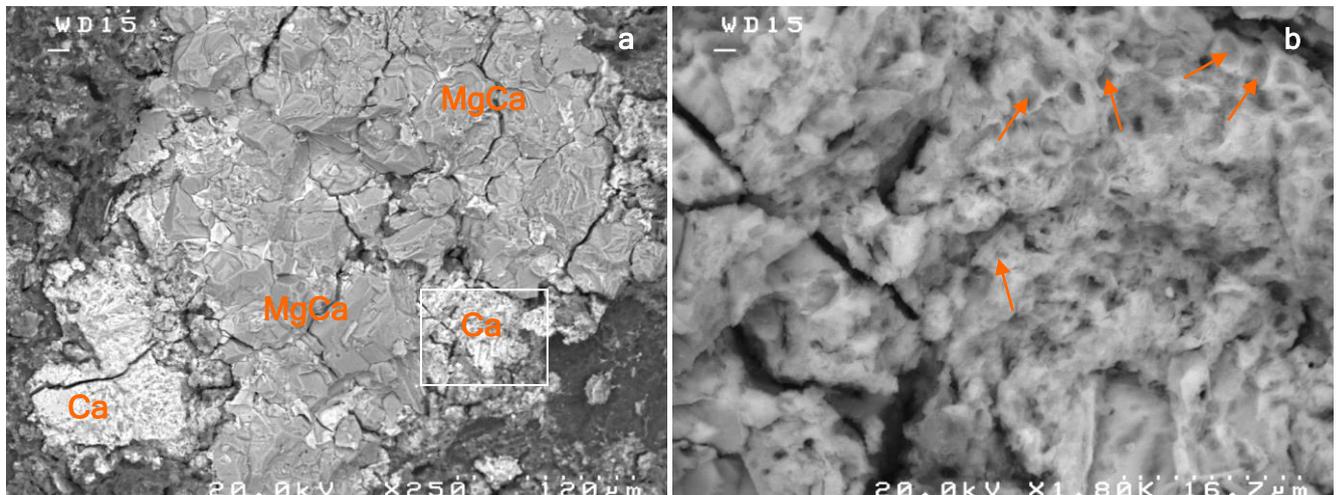


Figure 5: Vues de détail (MEB, ERD) des phases minérales constituant la roche (a-, x250) et de la calcite altérée (b-, x1800) et spectre d'analyse X (c-) des phases altérées de calcite. Réplique R2. Le cadre localise la figure 5b.

L'étude détaillée des phases de calcite montre clairement des micromorphologies de nombreuses sphérules creuses (Fig. 5b, flèches) qui évoquent des structures d'origine organique, comme des bactéries.

L'analyse EDX (Fig. 5c) montre la présence du calcium en élément principal, avec des traces de fer, de silicium, magnésium, aluminium, phosphore, soufre et potassium.

La présence de traces de phosphore associées au fer et à une phase silicatée suggère une origine biominérale, comme dans un biofilm bactérien ou algal, ou des accumulations de microorganismes (2,3) où le phosphore et le fer sont souvent combinés, suivant leur disponibilité dans l'environnement immédiat.

- La **dolomite** (Fig. 6a, MgCa), plus résistante, montre des phénomènes de vieillissement moins marqués que la calcite (Fig. 6a, Ca) mais qui correspondent aussi à une altération d'origine biominérale (Fig. 6a, flèches, 6b).

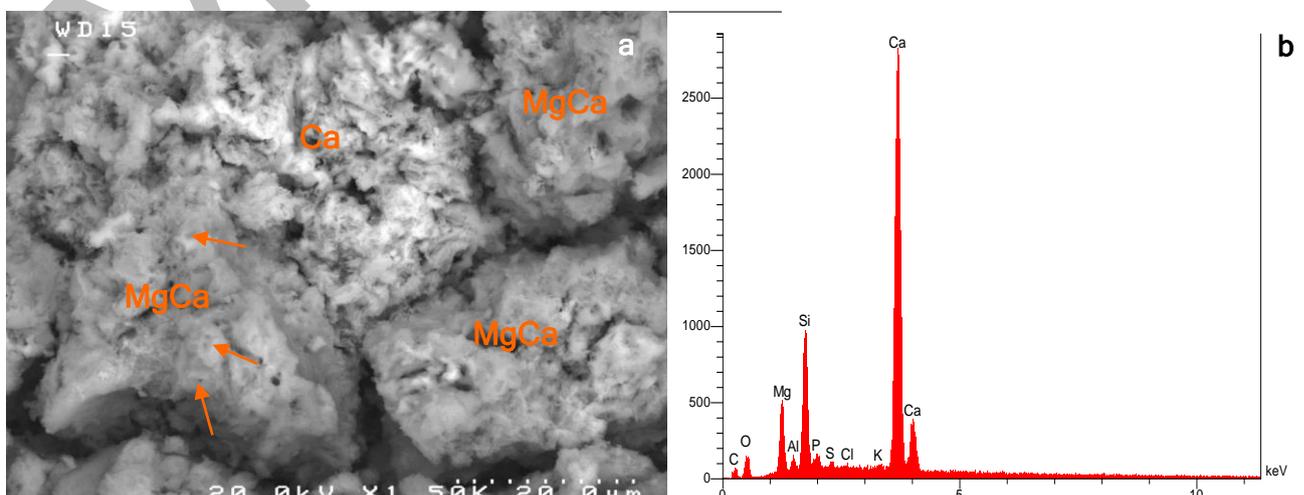
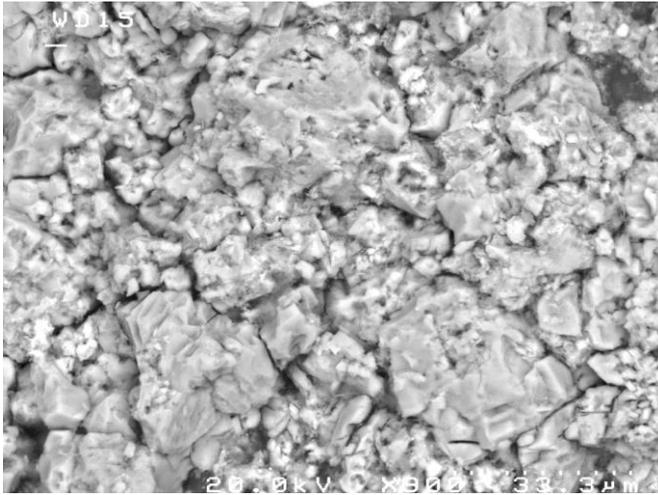


Figure 6: Vue de détail de la roche altérée (a-, MEB, ERD, x1500) et spectre d'analyse X (b-) d'une phase de dolomite altérée. Réplique R3.



La généralisation de l'altération entraîne une importante micro fragmentation de la roche (Fig. 7) qui provoque l'érosion de surface et lorsque le phénomène est plus prononcé, la fissuration et l'écaillage de la roche.

Figure 7: Vue de détail (MEB, ERD, x 900) de la roche altérée. Réplique R5.

Ces caractéristiques sont en accord avec un vieillissement naturel de longue durée d'une dolomie ou d'une dolomie calcaire, en présence de microorganismes.

Ce processus d'altération généralisé en surface de la stèle s'est développé postérieurement à la phase de sculpture.

3 - ÉTUDE DE LA POLYCHROMIE

Le pigment bleu-vert correspond à des phases microcristallines plus ou moins arrondies (Fig. 8a, B, 8b), en contact direct avec la pierre (Fig. 8a, S).

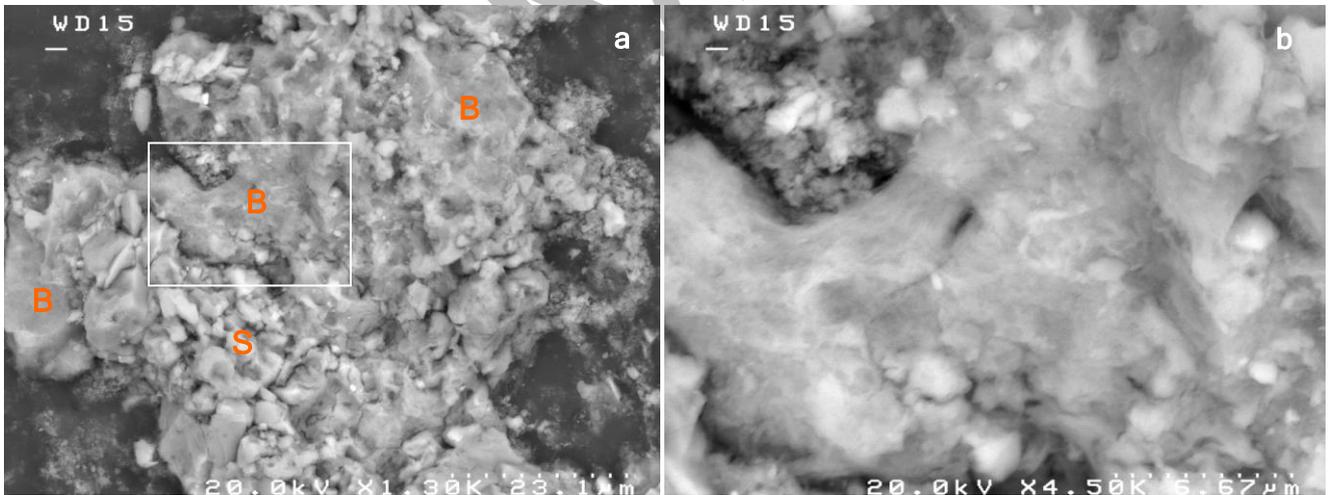
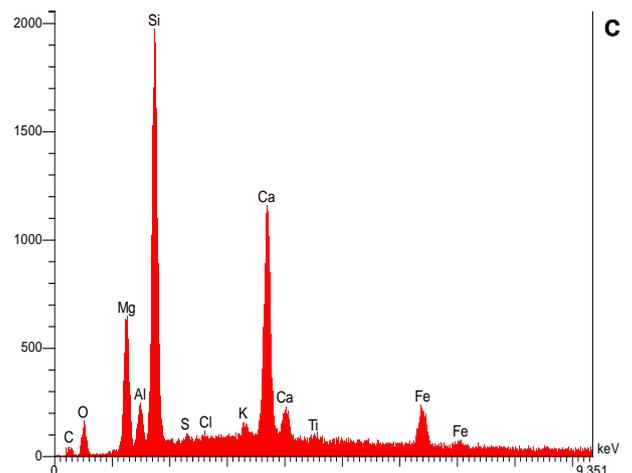


Figure 8: Vues de détail (MEB, ERD, a- x1300, b- x4500) et spectre d'analyse X (c-) du matériau pigmentaire bleu-vert. Le cadre localise la figure 8b.

L'étude de détail (Fig. 8b) montre un matériau fibreux caractérisé par la présence du silicium, du calcium et du magnésium en éléments majeurs, associés à l'aluminium et à des traces de fer, potassium, soufre, chlore et titane.

Cette morphologie fibreuse et cette composition suggèrent la présence de *palygorskite*, un minéral de la famille des argiles, typique du *Bleu Maya*. Le calcium et le fer détectés peuvent aussi être associés au pigment de *Bleu Maya*.



Les traces de soufre, chlore, potassium et titane proviennent de l'environnement immédiat des phases analysées.

Le pigment bleu-vert des prélèvements P1, P2 et P3 (Fig. 9) a été analysé par spectrométrie Raman. La figure 9b montre le pigment bleu-vert en contact direct avec la roche.

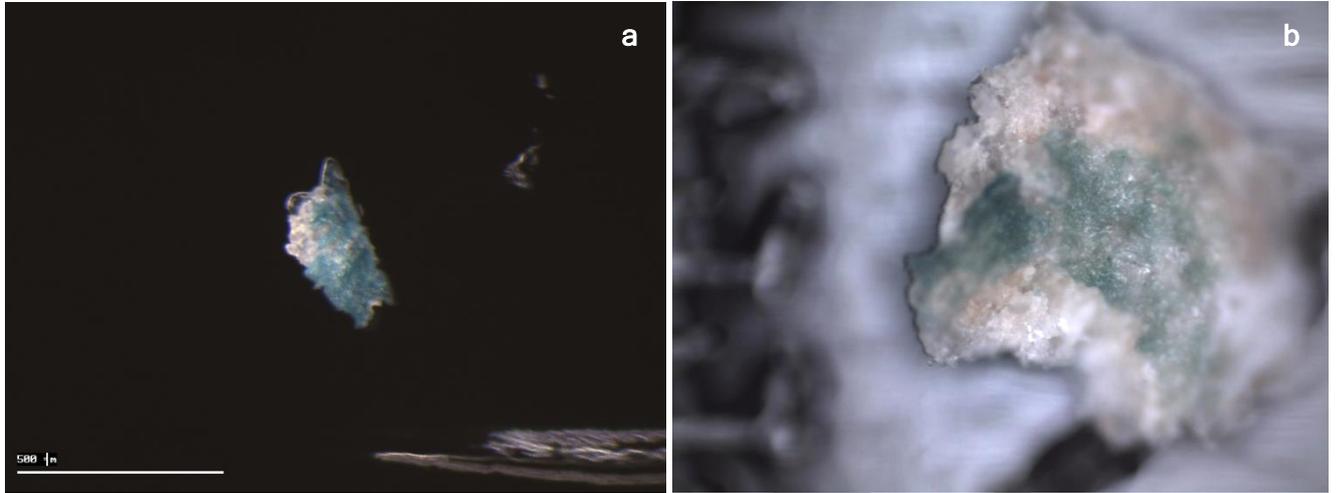


Figure 9: Vues de détail des prélèvements P2 (a- stéréomicroscope, x40) et P3 (b-, microscope optique, x50).

L'analyse par spectrométrie Raman du pigment bleu-vert du prélèvement P2 (Fig. 10, spectre vert) met en évidence la présence d'*indigo* (Fig. 10, spectre noir). Les pics communs sont repérés sur le spectre vert.

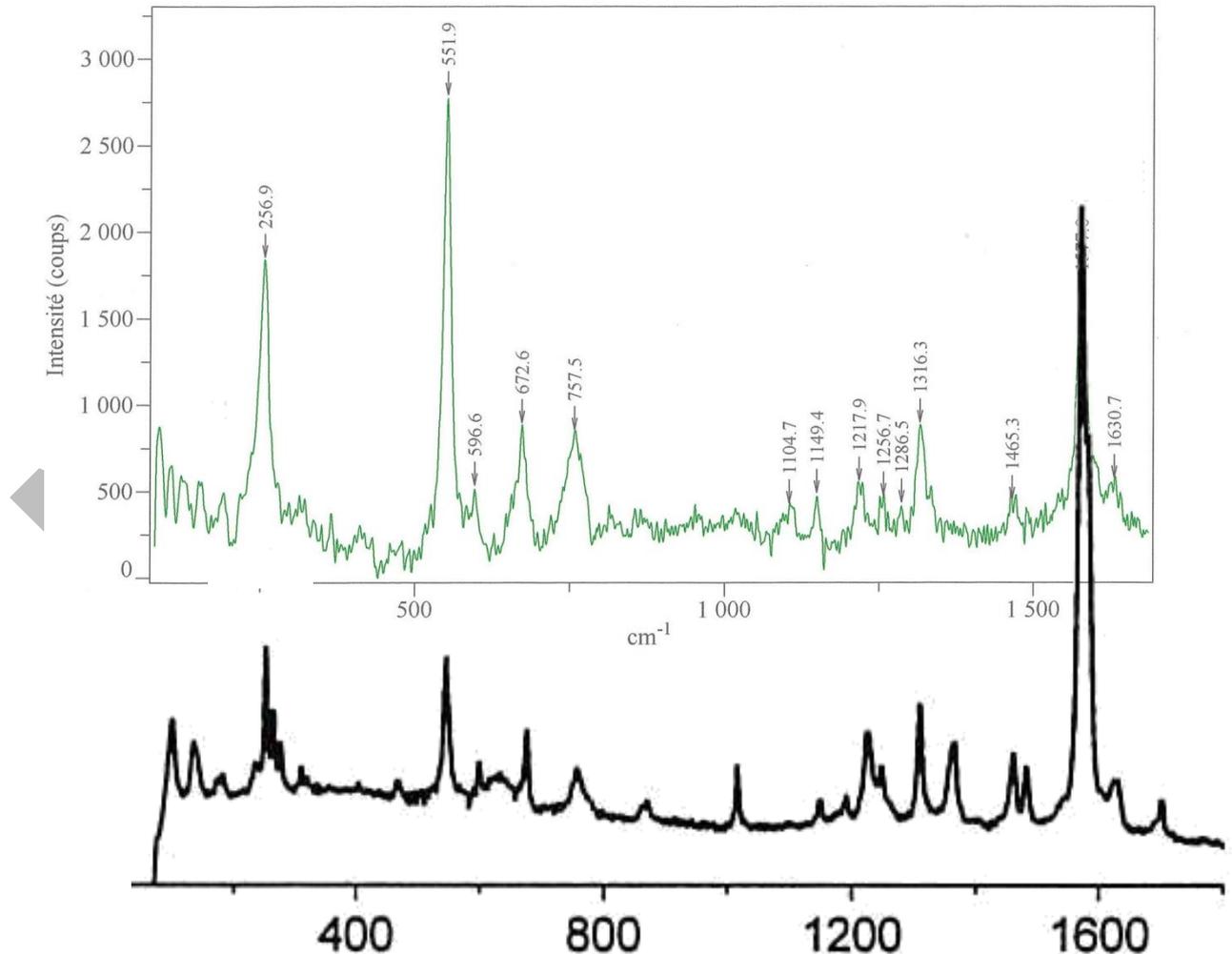


Figure 10: Spectres d'analyse Raman du pigment bleu-vert du prélèvement P2 (spectre vert), à comparer au spectre de référence de l'indigo (spectre noir).

Les analyses par spectrométrie Raman des pigments bleu-vert des prélèvements P1 et P3 montrent également la présence de l'indigo.

Le pigment bleu-vert correspond au Bleu Maya, un pigment synthétique associant des composés organiques et inorganiques, de l'indigo incorporé dans de la palygorskite.

L'identification d'un pigment d'un pigment bleu de ce type est caractéristique des peintures murales et polychromies Maya (4).

Les variations de teinte, du bleu au bleu-vert proviennent de variations dans les proportions entre l'indigo et l'argile ou l'état d'oxydation de la molécule d'indigo lors de la synthèse du pigment (4, 5, 6).

Le pigment rouge a été observé sur la réplique de surface R5 (Fig. 11a, flèches), en contact direct avec la roche (Fig. 11b, S)

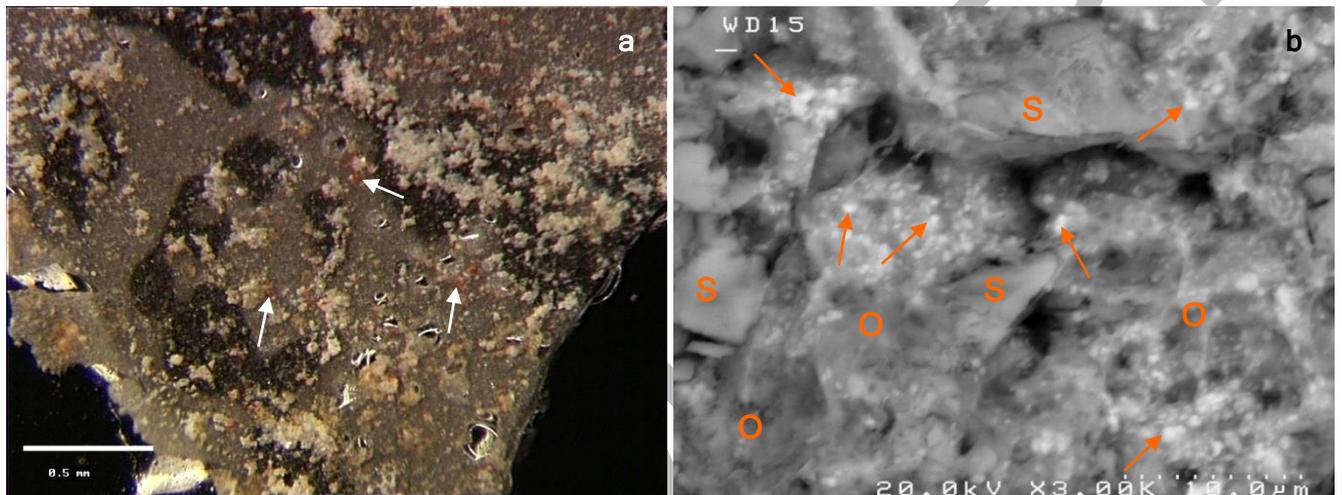
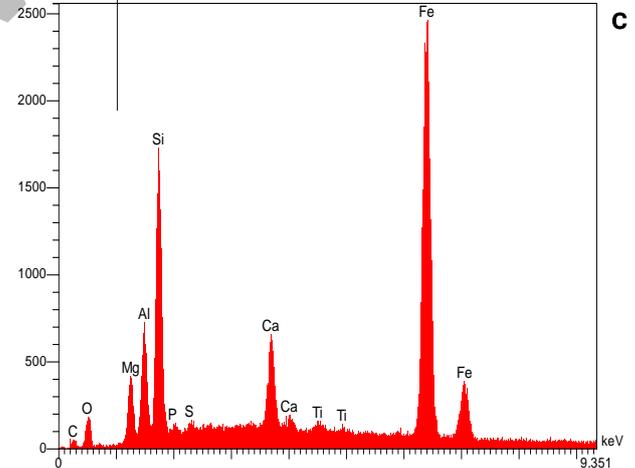


Figure 11: Vue de détail de la réplique R5 (a-, stéréomicroscope, x43), vue de détail (b-, MEB, ERD, x3000) et spectre d'analyse X (c-) du matériau colorant rouge.

Ce pigment correspond à l'association de **micro particules d'oxyde de fer (hématite?)** (Fig. 11b, flèches) avec un matériau argileux riche en fer, très probablement **de l'ocre** (Fig. 11b, O, 11c).

Les oxydes de fer et l'ocre sont des pigments rouges naturels habituellement utilisés dans la peinture Maya (4).



Les prélèvements P4 et P5 ont été étudiés par spectrométrie Raman, cependant, dans les deux cas, le trop faible signal Raman n'a pas pu être exploité.

4- ÉTUDE DES DÉPÔTS SUPERFICIELS

Le dépôt brun est plus abondant en partie supérieure de la stèle. Il a été étudié à partir de la réplique R3 (Fig. 12a, flèches blanches).

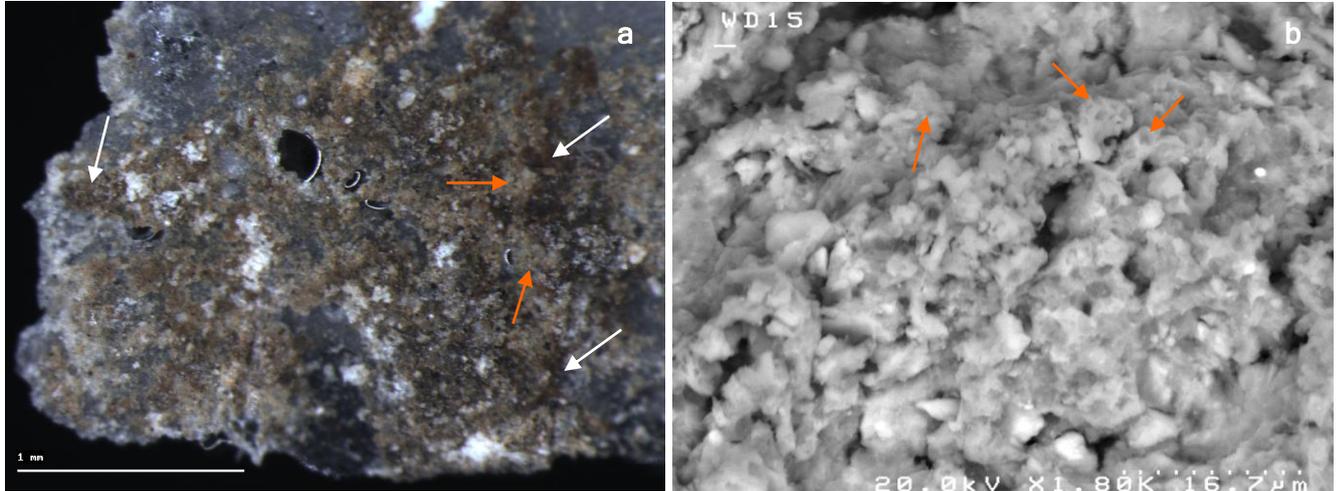
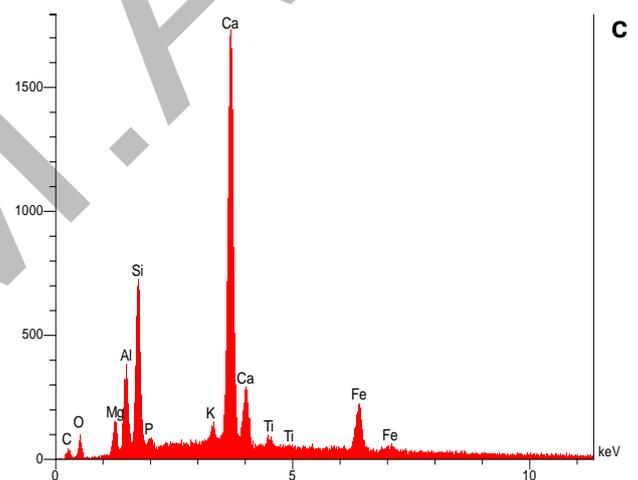


Figure 12: Vue de détail (a-, stéréomicroscope, x10) de la réplique R1, vue de détail (b-, MEB, ERD, x1800) et spectre d'analyse X (c-) du dépôt brun.

L'étude par MEB (Fig. 12b) montre un matériau microcristallin et des morphologies consistant en des alignements de sphères creuses (Fig. 12b, flèches orange) pouvant correspondre à des structures d'origine organique comme des bactéries.

L'analyse EDX détecte la présence en éléments majeurs du calcium, du silicium, de l'aluminium, du fer et du magnésium. Le potassium, le titane, le phosphore sont présents en traces et peuvent provenir d'un environnement sédimentaire (?) de l'objet.



Ce dépôt brun est visible sur l'ensemble de la sculpture, et correspond toujours à des éléments d'accumulation de microorganismes associés avec des éléments de l'environnement de l'objet (Fig. 13).

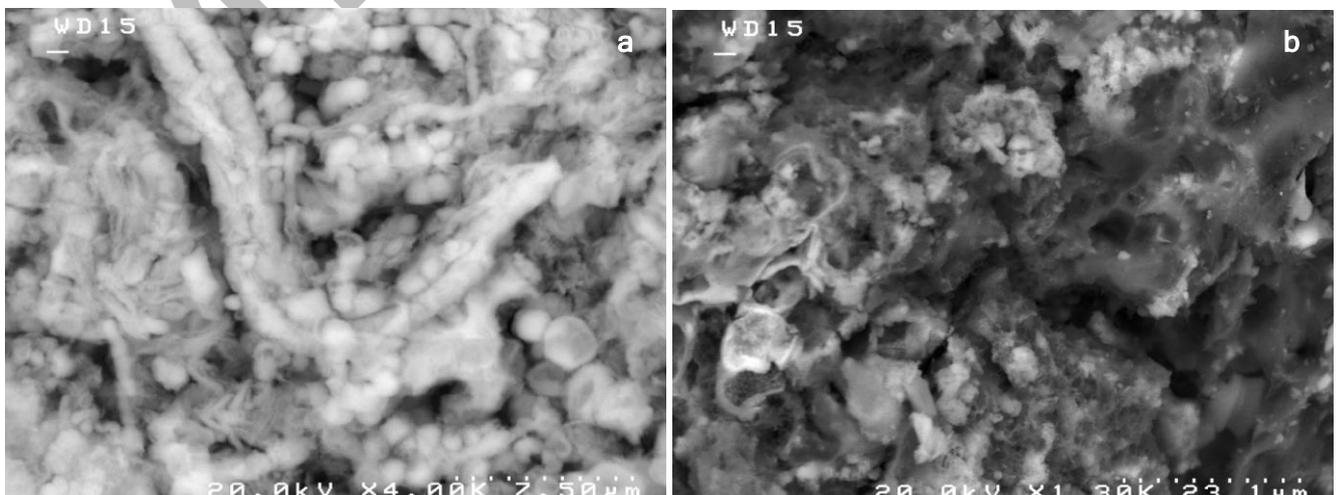


Figure 13: Vues de détail (MEB, ERD) du dépôt brun (a-, x4000, Réplique R3, b-, x1300, Réplique R2).

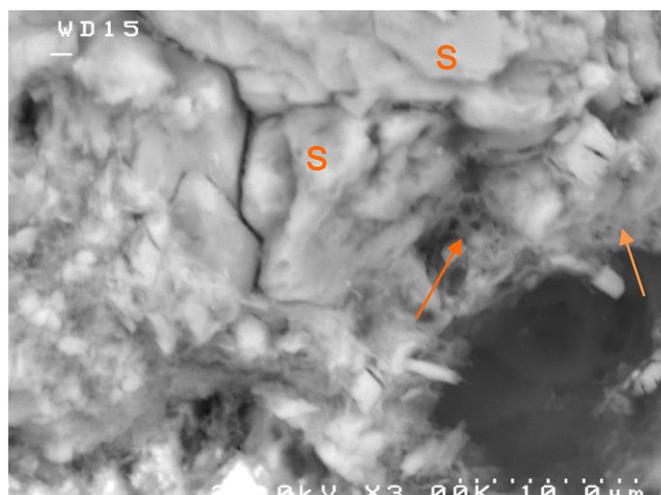
La présence de microorganismes indique un milieu nécessairement humide, pour permettre le développement des bactéries.

Les microorganismes (Fig. 13, 14, flèches), en contact direct avec la roche altérée (Fig. 14, S), apparaissent partiellement (Fig. 13b) ou totalement minéralisés (Fig. 13a, 14) par la roche support (calcification), ce qui explique le fort taux de calcium détecté (cf. Fig. 12c).

Ces caractéristiques sont l'indication d'un contact de longue durée entre la roche et le dépôt biominéral.

Le dépôt plus clair (Fig. 12a, flèches orange) correspond à l'association du dépôt brun et de fragments de la roche totalement altérée.

Figure 14: Vue de détail (MEB, ERD, x3000) de la roche altérée. Réplique R5.



Le matériau encroûtant noir, prélevé sur la réplique R4 (Fig. 15a), correspond à un matériau à texture amorphe à faible contraste atomique à l'observation par MEB-ERD (Fig. 15b).

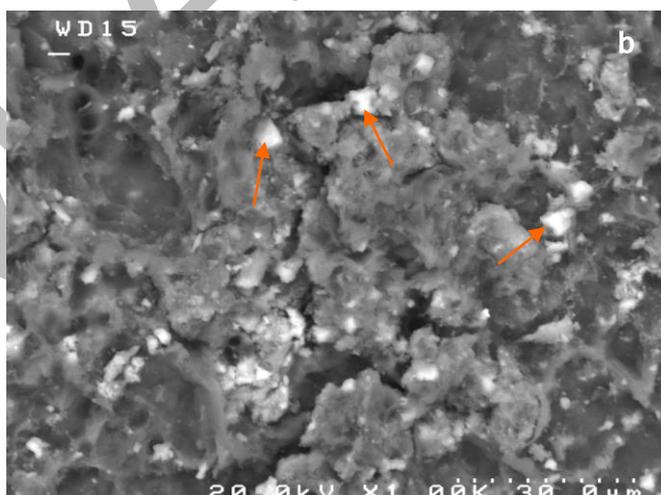
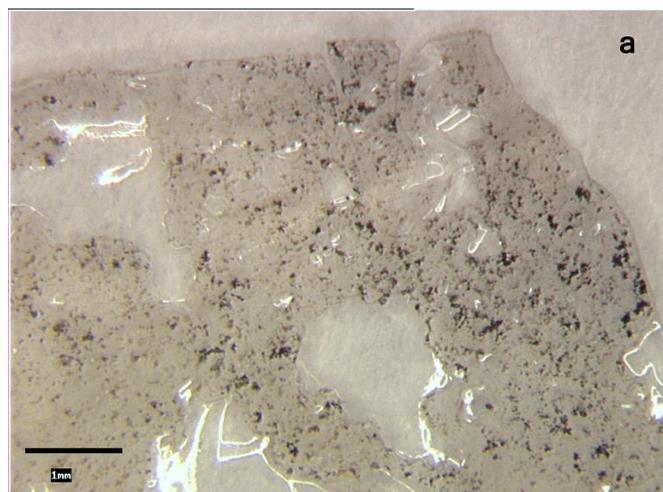
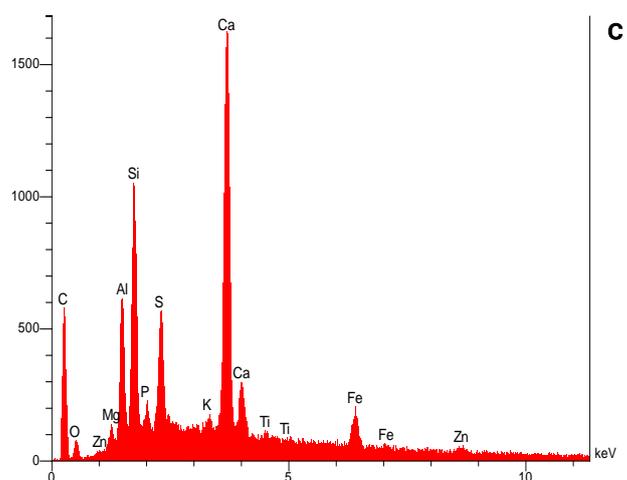


Figure 15: Vue de détail (a-, stéréomicroscope, x17) de la réplique R4, vue de détail (b-, MEB, ERD, x1000) et spectre d'analyse X (c-) du matériau noir encroûtant.

L'analyse EDX (Fig. 15c) montre qu'il s'agit d'un matériau organique à forte teneur en calcium, silicium, aluminium et soufre avec du fer, du magnésium, du titane et du zinc en faible teneur ou traces.

La forte teneur en calcium a en partie pour origine des fragments de roche (Fig. 15b, flèches) inclus dans le matériau noir.

Ce matériau n'est pas un pigment et peut correspondre à une pollution moderne (suie?).



Bibliographie

- (1) - I. VILLASENOR, C. A PIERCE, 2008- Technology and decay of magnesian lime plasters: the sculpture of the funerary crypt of Palenque, Mexico. *Journal of Archaeological Science*, vol. 35, 1030-1039.
- (2) - K. TAZAKI-1997, Biomineralization of layer silicates and hydrated Fe/Mn oxides in microbial mats: an electron microscopical study. *Clay and Clay minerals*, Vol. 45, N°2, 203-212.
- (3) - M. UESHIMA, D. FORTIN, M. KALIN- 2004, Development of iron-phosphate biofilms on pyritic mine waste rock surface previously treated with natural phosphate rocks, *Geomicrobiology Journal*, 221:313-323.
- (4) - D. MAGALONI-KERPEL, Materiales y tecnicas de la pintura mural Maya, *La Pintura Mural Prehispanica en México*, II, Area Maya, Tomo III Estudios, Dir. Beatriz de la Fuente, Leticia Staines Cicero, UNAM, Instituto de Investigaciones Esteticas, Mexico (2001), p. 155-198.
- (5) - P. VANDENABEELE, S. BODE, A. ALONSO, L. MOENS, Raman spectroscopic analysis of the Maya wall paintings in Ek'Balam, Mexico. *Spectrochimica Acta*, Part A 61 (2005), p. 2439-2356.
- (6) - H.G. WIEDMANN, K.-W. BRZEZINKA, K. WITKE, I. LAMPRECHT, Thermal and Raman-spectroscopic analysis of Maya Blue carrying artefacts, especially fragment IV of the Codex Huamantla, *Thermochemical Acta*, 456 (2007), p. 56-63.