

1.3 Analisi di un frammento della tela

In questo contributo vengono presentati i dati relativi all'analisi di un campione della tela di Cesare Nebbia, raffigurante *La Piscina Probatica*, mirata alla determinazione del tipo di fibra e delle sue caratteristiche morfologiche.

Le analisi del campione sono state condotte presso il Laboratorio di Diagnostica per la Conservazione e il Restauro "Michele Cordaro" della Facoltà di Conservazione dei Beni Culturali di Viterbo e presso il Centro Interdipartimentale di Microscopia Elettronica (CIME) dello stesso Ateneo, tramite tecniche di indagine non distruttive. In particolare sono stati utilizzati: il microscopio polarizzatore a luce bianca e con sorgente ultravioletta (UV); il microscopio elettronico a scansione (SEM); la spettrometria micro-FTIR (Fourier Transform Infrared, infrarosso in trasformata di Fourier). Per comprendere meglio la lettura dei dati di laboratorio, di seguito vengono descritte brevemente le tipologie di analisi condotte e le informazioni che analiticamente se ne possono trarre.

Il microscopio ottico a luce polarizzata (o microscopio polarizzatore), strumento indispensabile in un laboratorio di diagnostica per la conservazione e il restauro, consente l'indagine sia di microcampioni tal quali, ovvero dopo il prelievo, sia di vari tipi di preparati (Pelosi, 2001). È utile soprattutto per sostanze cristalline che, attraverso l'interazione con la luce polarizzata, mostrano proprietà ottiche peculiari che ne permettono la caratterizzazione. Come scrive Robert Feller nel I volume della serie *Artists' Pigments. A Handbook of Their History and Characteristics*: «*In spite of the many sensitive and highly sophisticated analytical techniques available today, it is imperative that powders and pigments be examined under the microscope. This is the simplest and more reliable way to evaluate the relative homogeneity or heterogeneity of specimens and to detect the presence of traces of materials that might otherwise be overlooked. Microscopic examination narrows down the possibilities quickly and inexpensively. With heterogeneous specimens, its use indispensable. At very least, examination under a polarizing microscope can frequently establish unequivocally what a sample does not contain*» (Feller R.L., 1986). E' dunque indispensabile, prima di procedere con qualsiasi analisi di laboratorio, osservare attentamente il campione con un microscopio polarizzatore. Attraverso il microscopio polarizzatore è possibile studiare campioni in polvere, frammenti stratigrafici di vari materiali (dipinti, materiali lapidei naturali e artificiali, metalli, legno, ecc.), fibre tessili naturali e artificiali, con luce trasmessa e riflessa. Nel caso della luce riflessa si può operare sia con una lampada la tungsteno, quindi con luce bianca, sia con una lampada a vapori di mercurio, quindi con luce UV. Molto spesso l'osservazione delle caratteristiche morfologiche e ottiche dei materiali ne consente anche l'identificazione certa evitando l'impiego di altre analisi.

Lo studio dettagliato della struttura e della morfologia delle fibre della tela è stato condotto tramite microscopio elettronico a scansione. L'analisi al SEM

viene realizzata inserendo il materiale da esaminare all'interno di una camera da vuoto dove viene colpito da un fascio di elettroni. Il campione deve essere reso conduttivo tramite metallizzazione, ovvero un procedimento che porta a ricoprire il materiale da esaminare con una sostanza che conduce (oro, platino o grafite). Nel microscopio utilizzato in questo lavoro è possibile studiare solo la morfologia del campione attraverso la registrazione degli elettroni secondari emessi dalla superficie esaminata. Il SEM è uno strumento di altissima sensibilità e consente una visione molto ingrandita ed estremamente realistica del campione; la sua tridimensionalità permette di penetrare nelle microcavità dei materiali osservati e quindi di indagarne la microstruttura (Volpin et al., 1999).

Infine, la spettrometria FT-IR è una tecnica che permette di ottenere informazioni su composti sia organici che inorganici attraverso la lettura degli spettri vibrazionali delle molecole, tuttavia non consente un'identificazione certa poiché molte molecole, soprattutto organiche, presentano legami simili che quindi danno gli stessi assorbimenti IR. Generalmente la spettrometria IR consente l'identificazione di gruppi funzionali e quindi di classi di molecole organiche. Per capire meglio la spettrometria IR, bisogna considerare il fatto che le molecole possiedono due tipi di energia: una vibrazionale e una rotazionale. Stimolando una molecola con le radiazioni IR, si provocano salti di energia vibrazionale (lunghezza d'onda λ tra 3 e 25 μm) e rotazionale (λ tra 25 e 200 μm). L'energia di vibrazione è in relazione con i movimenti di stiramento o *stretching* (vibrazioni lungo la direzione dei legami) cioè la variazione della distanza fra gli atomi e con i movimenti di deformazione o *bending* cioè la variazione degli angoli di legame, o torsioni. L'interazione delle molecole con la radiazione infrarossa, se opportunamente misurata in uno spettrometro, permette di ottenere uno spettro ovvero un grafico in cui si riporta l'assorbimento in funzione del numero d'onda (inverso della lunghezza d'onda). Lo spettro infrarosso viene esaminato e confrontato con quelli dei materiali di riferimento conosciuti, sia attraverso banche dati informatizzate, sia per mezzo di raccolte di spettri personalizzate che ciascun ricercatore crea in base alle proprie esigenze. L'esperienza dell'operatore resta comunque fondamentale per la corretta lettura e interpretazione degli spettri infrarossi. Il campione, a seconda della sua forma originale, può essere preparato in vari modi che influiscono sui risultati e che quindi devono essere tenuti in considerazione per una corretta interpretazione dello spettro. Nel campo dei beni culturali è molto frequente lavorare con campioni solidi che, data la dimensione spesso estremamente ridotta, devono essere manipolati il meno possibile. Pertanto o si opera direttamente in riflettanza attraverso un microscopio IR che permette quindi anche di controllare il punto in cui viene eseguita l'analisi, oppure macinando il campione con KBr e operando sempre in riflettanza.

L'osservazione con microscopio polarizzatore Zeiss Axioskop e telecamera digitale AxiCAM delle fibre della tela, inglobate in Balsamo del Canada, mostra caratteristiche morfologiche che suggerirebbero la presenza di fibre di cana-

pa (*Cannabis sativa*): tipo di interruzioni e dimensione delle fibre (AA.VV., 1985). Da un microframmento, rimasto adeso alle fibre della tela, è stata ricavata la sezione stratigrafica dopo inglobamento del campione in resina poliestere, taglio con mola diamantata e lucidatura con pasta diamantata da 10 μm (Volpin et al., 1999). L'osservazione delle fibre in sezione trasversale (fig. 2 a-b) mette in evidenza un profilo arrotondato senza un marcato contorno poligonale, che invece caratterizza le fibre del lino con le quali la canapa si può confondere facilmente.

L'osservazione con microscopio elettronico a scansione Jeol modello JSM-5200 ha permesso, oltre che di studiare in dettaglio le caratteristiche morfologiche e dimensionali delle singole fibre, di evidenziare la caratteristica torsione antioraria dei fasci di fibre che in maniera univoca permette di riconoscere la canapa (fig. 3).

L'analisi IR è stata eseguita su un microframmento della pellicola pittorica rimasto adeso alle fibre della tela per mezzo di uno spettrometro Nicolet Avatar 360 con microscopio Centaur μs . Lo spettro, ottenuto in riflettanza diffusa utilizzando come sostanza di riferimento il bromuro di potassio (KBr, un sale trasparente alla radiazione infrarossa), viene riportato come percentuale di luce riflessa in funzione del numero d'onda (wavenumbers, espresso in cm^{-1} , fig. 4). Lo spettro è stato letto e interpretato tenendo in considerazione alcuni testi di riferimento per la spettrofotometria infrarossa applicata ai beni culturali (Derrick et al., 1999; Adrover Gracia, 2001) nonché alcune banche dati del Laboratorio di Diagnostica per la Conservazione e il Restauro "Michele Cordaro". Lo spettro IR si presenta molto ricco di bande e quindi la lettura e l'interpretazione dei dati risulta certamente complicata; si possono tuttavia riconoscere alcune bande associabili univocamente a **sostanze di tipo proteico** a 2941.61, 1662.19, 1554.76 cm^{-1} ; altre bande tipiche degli **oli siccativi** a 1733.68 e quello tipico della torsione del legame C-H a 712.97 cm^{-1} . La ricerca nelle banche dati disponibili ha mostrato una maggiore corrispondenza dello spettro sperimentale con quello della caseina (match 40%), dell'olio di lino (match 38%) e della colla di coniglio (match 37%). Si tratta di percentuali piuttosto basse a causa delle numerose bande presenti nello spettro sperimentale, tuttavia danno un'indicazione del tipo di sostanze presenti nel campione. Alcuni picchi possono essere associati al **gesso**, in particolare: 2241.01, 2132.01, 1128.18, 1043.76 cm^{-1} . La larga banda a 3422.80 cm^{-1} è dovuta allo stiramento del legame O-H presente nel gesso e in altre sostanze dello strato pittorico e di quello preparatorio. Essendo una banda sempre molto larga si sovrappone con altri picchi presenti in questa zona come ad esempio quello di stiramento del legame N-H proteico che si colloca a circa 3300 cm^{-1} . Le altre bande dello spettro sono meno indicative ai fini identificativi essendo associabili a legami che possono essere presenti in molti dei composti organici presenti in uno strato pittorico. I picchi a 1463.90 e 1374.90 cm^{-1} , ad esempio, sono dovuti a deformazioni del legame C-H presente sia negli oli sicca-

tivi che nelle sostanze di tipo proteico. Il picco a 1179.38 cm⁻¹ è dovuto al piegamento del legame C-O (nel gruppo carbossilico -COO-) degli oli siccativi e generalmente è un picco strong quindi ben evidente, come in effetti si verifica in questo caso. Il picco a 1085.43 cm⁻¹ è pure dovuto al legame C-O e si ritrova sia negli oli siccativi che nelle sostanze proteiche. I picchi a 1002.42 e 909.99 cm⁻¹ possono essere collegati a vibrazioni di stiramento e deformazione del legame C-C degli oli siccativi. Infine, il picco a 2363.01 cm⁻¹ potrebbe essere ricollegato al pigmento presente nello strato pittorico, infatti il valore ottenuto sperimentalmente farebbe pensare al blu oltremare.

Riassumendo, l'analisi μ -FTIR ha permesso di identificare i seguenti materiali:

- olio siccativo;
- proteine animali (probabilmente colla o caseina)
- gesso³⁰.

Claudia Pelosi

³⁰ Bibliografia di riferimento: *Identification of Textile Materials*, Seventh Edition, The Textile Institute, Manchester, 1985; ROBERT L. FELLER, Editor, *Artists' Pigments. A Handbook of Their History and Characteristics*, National Gallery of Art Washington, 1986, vol. 1, p. 285; DERRICK M.R., STULIK S., LANDRY J.M., *Infrared Spectroscopy in Conservation Science*, The Getty Conservation Institute, Los Angeles, 1999; S. VOLPIN, L. APPOLONIA, *Le analisi di laboratorio applicate ai beni artistici policromi*, Il Prato, Padova 1999; ADROVER GRACIA I., *Applicazioni della spettrofotometria IR allo studio dei beni culturali*, Il Prato, Padova 2001; C. PELOSI, *L'indagine scientifica nello studio dei Beni Culturali: l'esperienza del Laboratorio di Diagnostica per la Conservazione e il Restauro dell'Università della Tuscia (Viterbo)*, Atti del V Colloquio Internazionale su "Formazione, occupazione e Beni Culturali e Ambientali" (Salerno 10-14 dicembre 2000), DRI, Roma 2001.

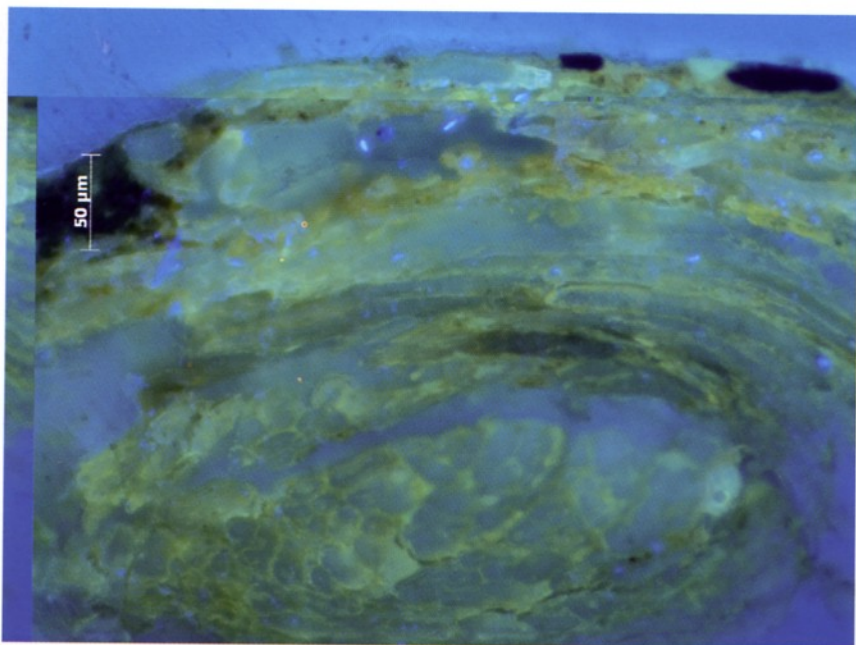
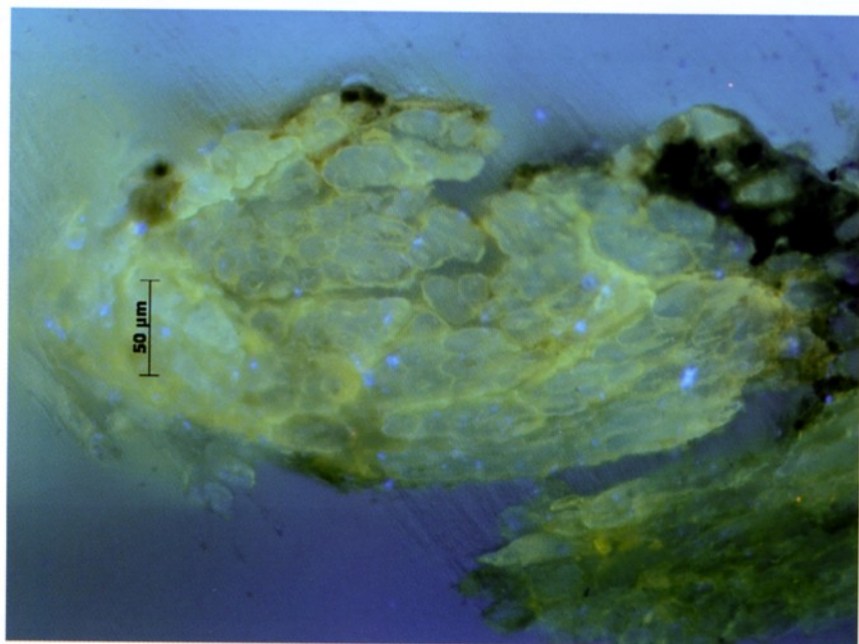


Fig. 2 - Sezione lucida a luce UV di un micro frammento staccato dalle fibre del campione: (a) oltre le fibre è presente anche la pellicola pittorica con fluorescenza gialla dovuta al legante (olio siccativo); (b) particolare di fasci di fibre in sezione trasversale, ingrandimento 20x.



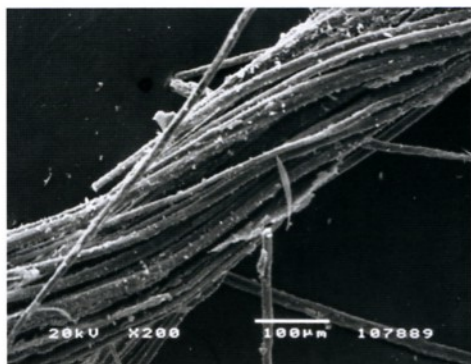


Fig. 3 – Immagine al SEM di un fascio di fibre con la torsione antioraria tipica della canapa.

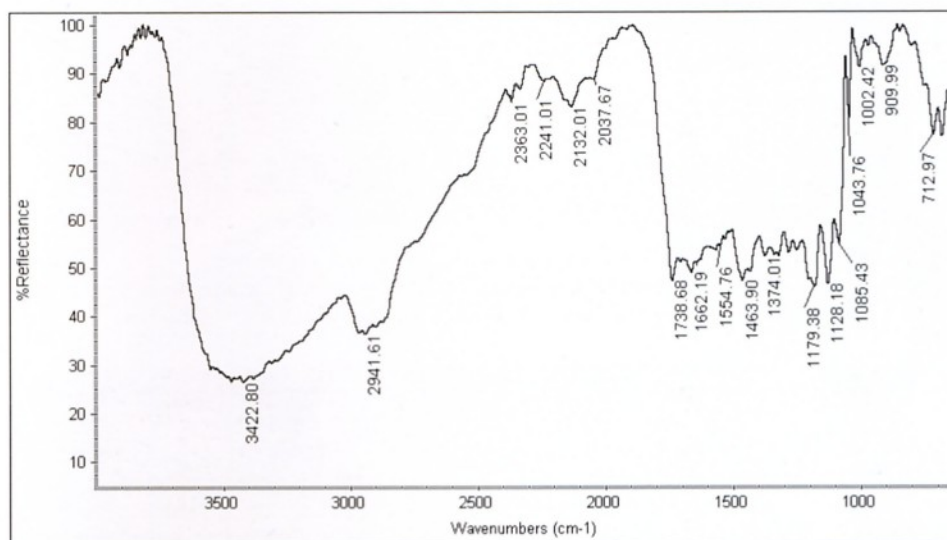


Fig. 4 - Spettro infrarosso in riflettanza diffusa della regione tra 4000 e 400 cm-1.