



STATUA LIGNEA POLICROMA

CHIESA DI BIBOLA (MS)

Analisi diagnostica
Relazione Scientifica

Rif. 15CO03612

COMMITTENTE

Museo Diocesano di Massa
F.M. Zoppi 14, 54100 Massa (MS)

DATA

Vicenza, 7 luglio 2015

RESPONSABILE LABORATORIO

Dott. Paolo Cornale



PREMESSA

Su incarico del Museo Diocesano di Massa è stato eseguito uno studio microstratigrafico su due campioni prelevati da una statua lignea policroma raffigurante 'Madonna' conservata nella Chiesa di Bibola (MS).

Lo **scopo** delle analisi è il riconoscimento dei pigmenti, leganti e della tecnica esecutiva.

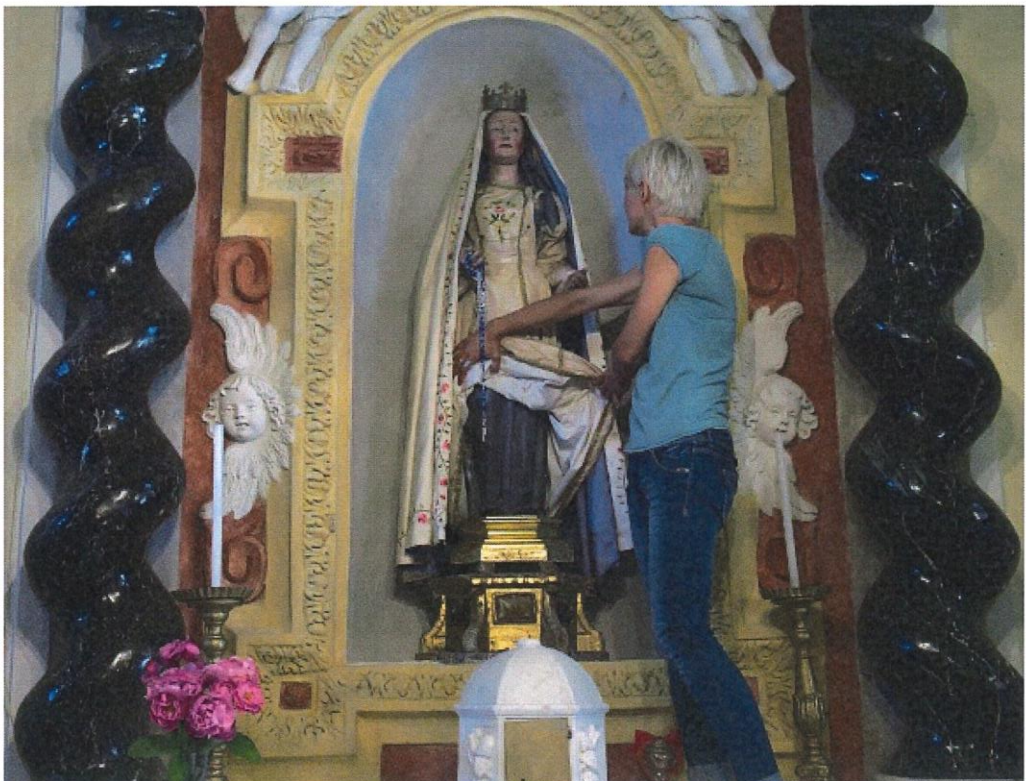
La descrizione dei prelievi e le relative analisi sono elencate nella tabella seguente:

Sigla campione	Ns. rif.	Tipo di prelievo e ubicazione.	Codici analisi
			RES002
1	15CA16885	Frammento di pellicola pittorica blu nella zona tra i piedi.	x
2	15CA16886	Frammento di pellicola pittorica blu dal seno sinistro.	x

Legenda

RES002 Analisi microstratigrafica completa di analisi all'ESEM-EDS e analisi micro-FTIR sui singoli strati.

L'interpretazione dei risultati è sintetizzata nelle pagine seguenti, mentre i dati analitici sono contenuti nei rapporti di prova allegati.

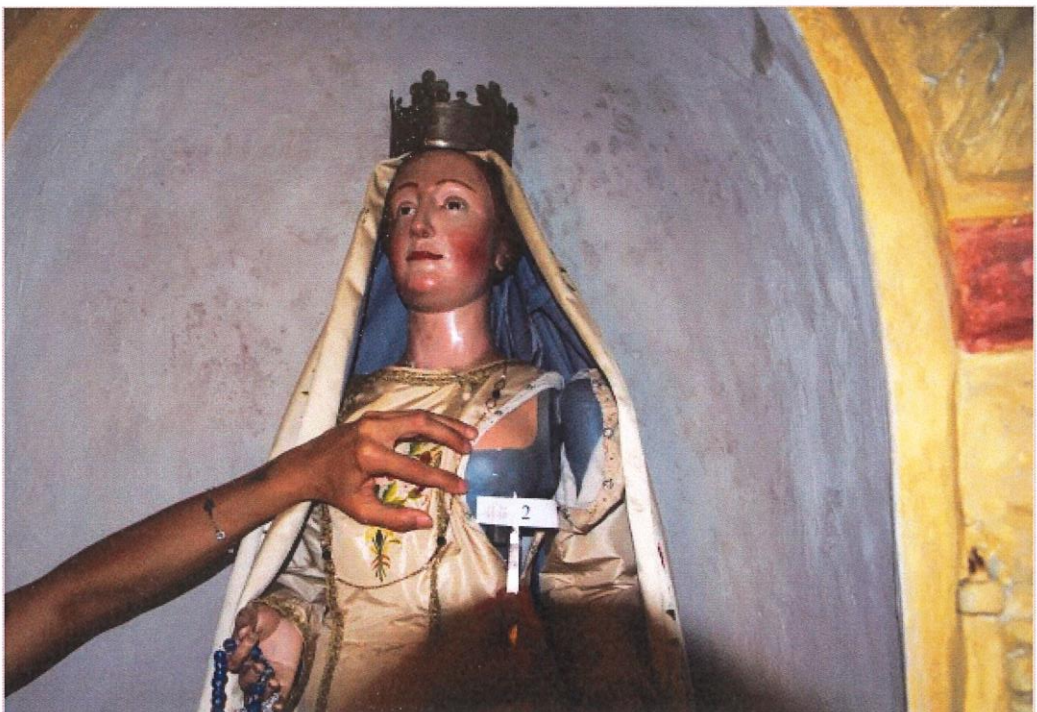


CAMPIONE 1



Punto di prelievo

CAMPIONE 2



Punto di prelievo



STATUA LIGNEA POLICROMA – CHIESA DI BIBOLA (MS)

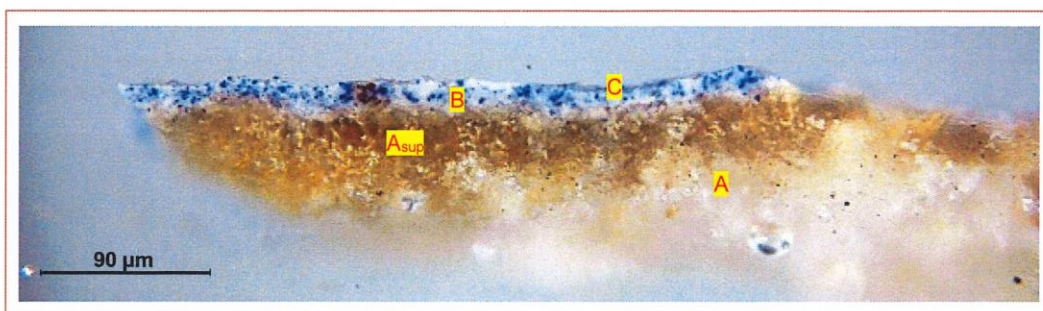
Rif. 15CO03612 pag 4 di 12

Analisi microstratigrafiche cod. RES002

Campioni n. 1 e 2

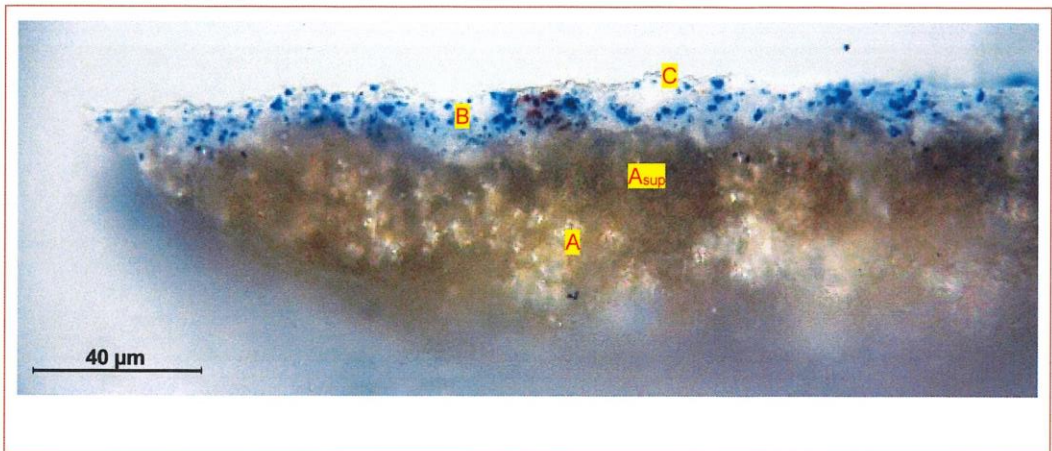
CAMPIONE 1

Strato	Natura dello strato per correlazione tra microscopia ottica ed analisi ESEM-EDS e micro-FTIR
A	Strato di gesso miscelato con colla proteica. Nella zona superficiale (A_{sup}) il colore diventa bruno per la presenza anche di olii, stesi molto probabilmente per aumentare l'adesione dello strato pittorico soprastante.
B	Finitura pittorica azzurra a base di biacca e blu oltremare naturale, di fine granulometria. Si osservano delle inclusioni brune di gesso. Legante oleoso in parte alterato in carbossilato. Spessore 20-30 μm .
C	Sottile strato di deposito. Spessore 0-8 μm .

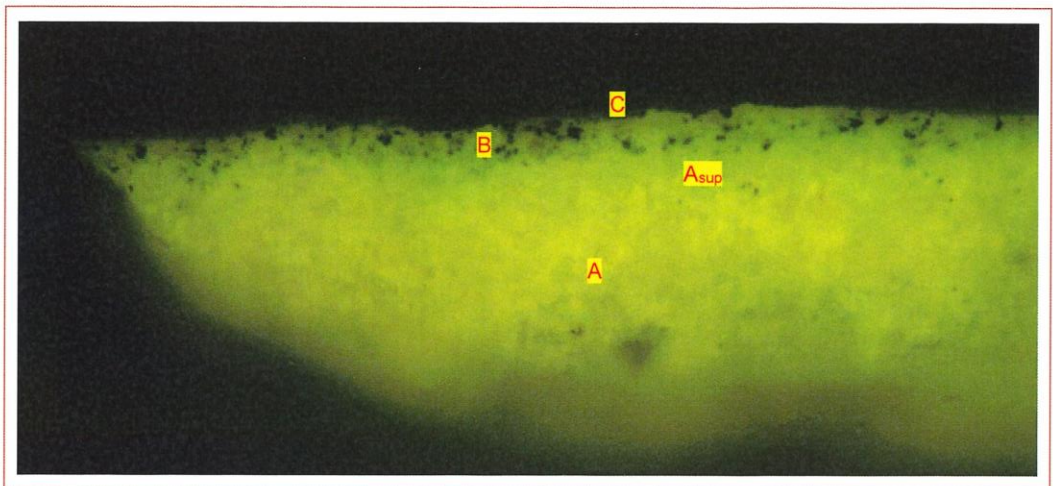


Campione 1. Fotomicrografia al MPOM in luce riflessa, sezione lucida trasversale N// - 240 x. Nel riquadro in basso a destra foto del campione tal quale al MPOM.

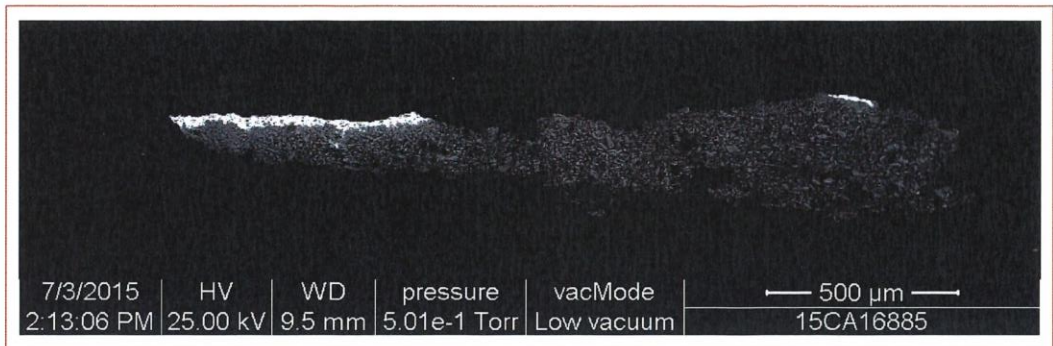




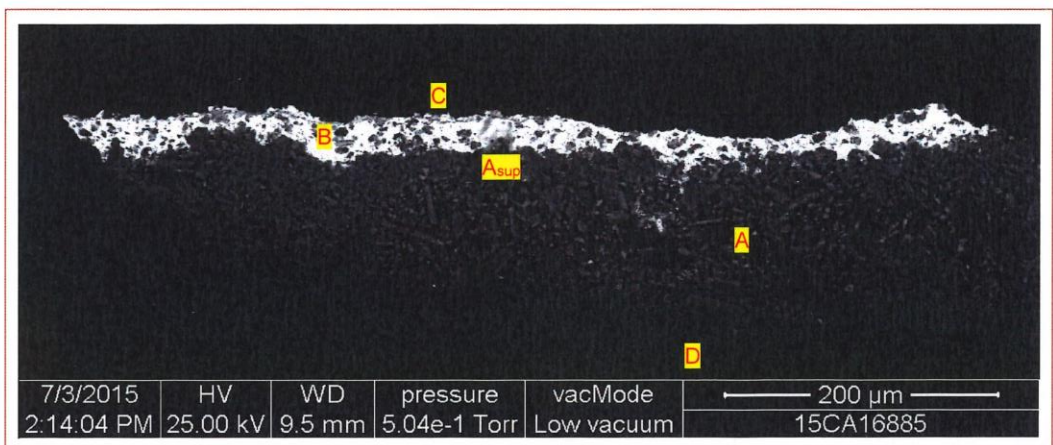
Campione 1. Fotomicrografia al MPOM in luce riflessa, sezione lucida trasversale N// - 480 x.



Campione 1. Fotomicrografia al MPOM in luce ultravioletta filtrata a 440-490 nm, sezione lucida trasversale N// - 480 x.



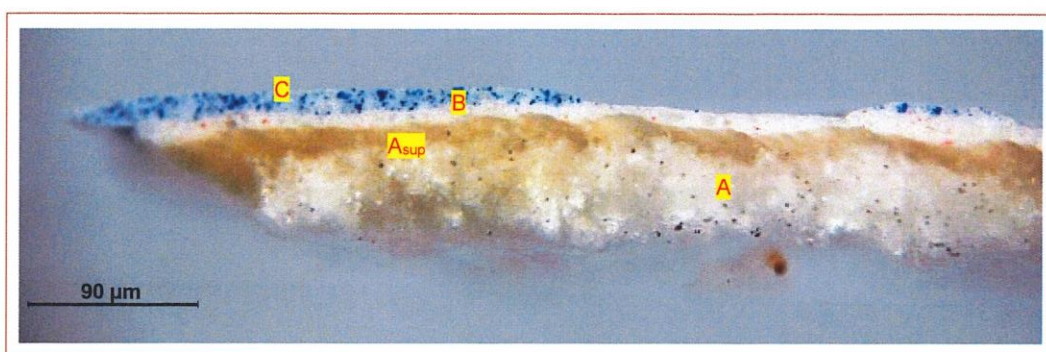
Campione 1. Immagine all'ESEM ad elettroni retrodiffusi modalità Low Vacuum (LV).



Campione 1. Immagine all'ESEM ad elettroni retrodiffusi modalità Low Vacuum (LV).
Ingrandimento della precedente.

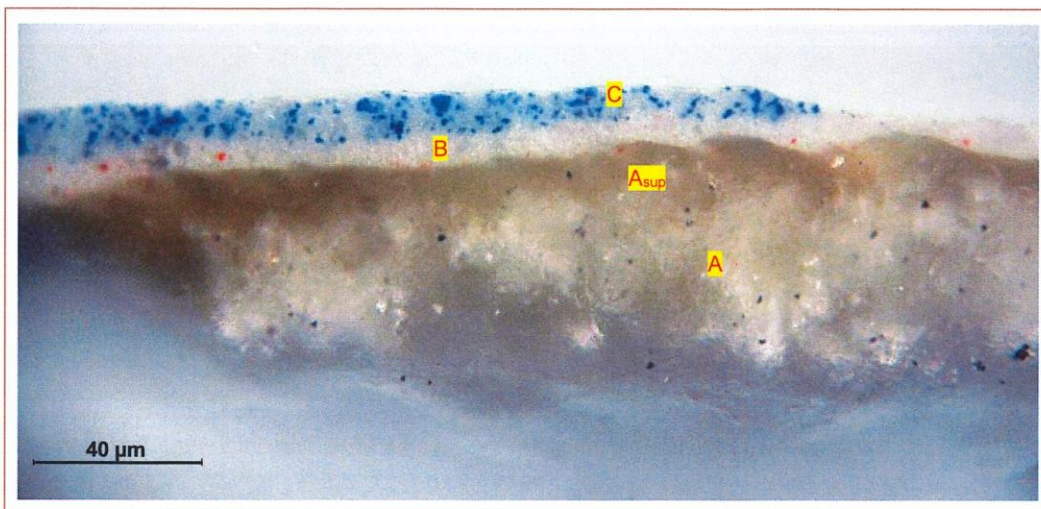
CAMPIONE 2

Strato	Natura dello strato per correlazione tra microscopia ottica ed analisi ESEM-EDS e micro-FTIR
A	Strato di gesso miscelato con colla proteica. Nella zona superficiale (A_{sup}) si osserva una cromia bruna dovuta alla presenza di olio, steso molto probabilmente per aumentare l'adesione degli strati pittorici soprastanti.
B	Strato pittorico leggermente rosato a base di biacca e fini particelle di vermiglione. Legante oleoso in parte alterato in carbossilati. Spessore 15-30 μm .
C	Strato pittorico blu steso con olio in parte alterato in carbossilati, biacca e blu oltremare naturale di fine granulometria. Spessore 0-30 μm .

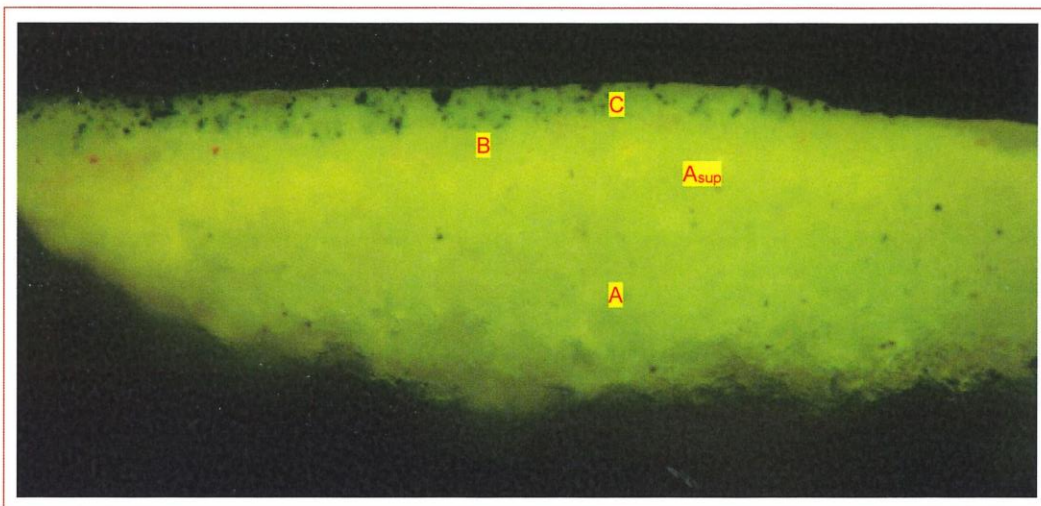


Campione 2. Fotomicrografia al MPOM in luce riflessa, sezione lucida trasversale N// - 240 x. Nel riquadro in basso a destra foto del campione tal quale al MPOM.

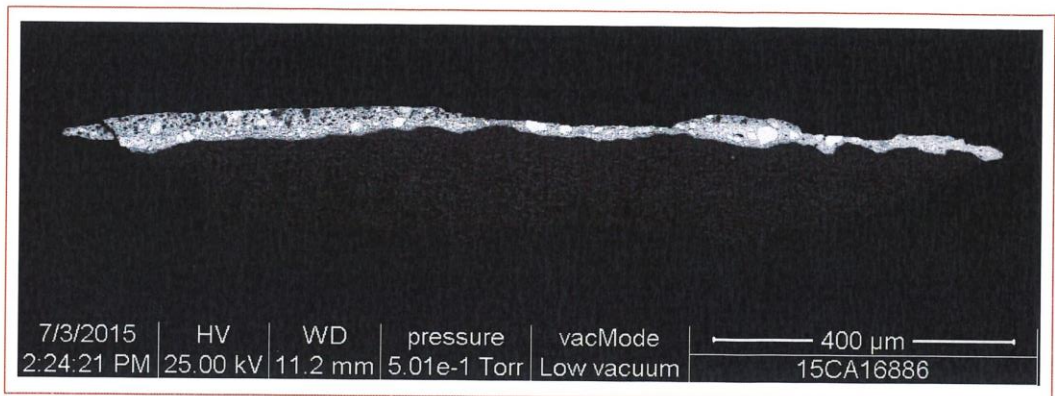




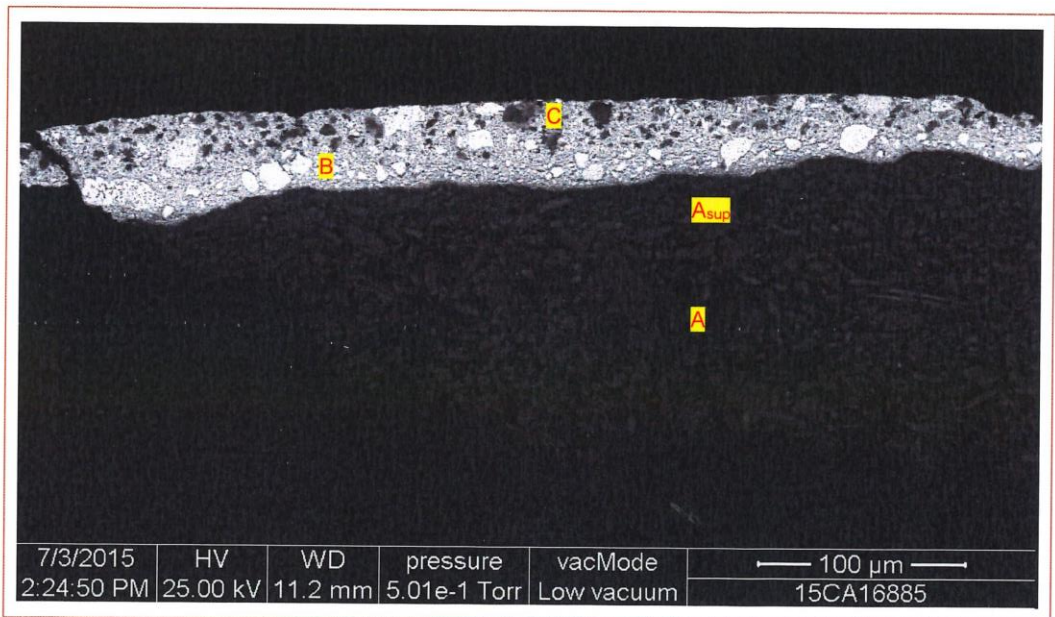
Campione 2. Fotomicrografia al MPOM in luce riflessa, sezione lucida trasversale N// - 480 x.



Campione 2. Fotomicrografia al MPOM in luce ultravioletta filtrata a 440-490 nm, sezione lucida trasversale N// - 480 x.






Campione 2. Immagine all'ESEM ad elettroni retrodiffusi modalità Low Vacuum (LV).



Campione 2. Immagine all'ESEM ad elettroni retrodiffusi modalità Low Vacuum (LV).
 Ingrandimento della precedente.

TABELLA RIASSUNTIVA

Campione	Tecnica analitica	Caratterizzazione microstratigrafica
<p style="text-align: center;">1</p> <p style="text-align: center;">15CA16885</p> <p>Frammento di pellicola pittorica prelevata nella zona tra i piedi</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Analisi in sezione lucida. - ESEM /EDS. - Micro FTIR. 	<p>A: Strato di gesso miscelato con colla proteica. Nella zona superficiale (A_{sup}) il colore diventa bruno per la presenza anche di olii, stesi molto probabilmente per aumentare l'adesione dello strato pittorico soprastante.</p> <p>B: (20-30 μm) Finitura pittorica azzurra a base di biacca e blu oltremare naturale, di fine granulometria. Si osservano delle inclusioni brune di gesso. Legante oleoso in parte alterato in carbossilato.</p> <p>C: (0-8 μm) Sottile strato di deposito.</p>
<p style="text-align: center;">2</p> <p style="text-align: center;">15CA16886</p> <p>Frammento di pellicola pittorica prelevata dal seno sinistro</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Analisi in sezione lucida. - ESEM /EDS. - Micro FTIR. 	<p>A: Strato di gesso miscelato con colla proteica. Nella zona superficiale (A_{sup}) si osserva una cromia bruna dovuta alla presenza di olio, steso molto probabilmente per aumentare l'adesione degli strati pittorici soprastanti.</p> <p>B: (15-30 μm) Strato pittorico leggermente rosato a base di biacca e fini particelle di vermiglione. Legante oleoso in parte alterato in carbossilati.</p> <p>C: (0-30 μm) Strato pittorico blu steso con olio in parte alterato in carbossilati, biacca e blu oltremare naturale di fine granulometria.</p>



CONSIDERAZIONI FINALI

Sulla base dei risultati si possono trarre le seguenti considerazioni finali.

I campioni sono stati inglobati in resina poliesteri. Le sezioni lucide trasversali sono state preliminarmente osservate al microscopio ottico e successivamente analizzate al microscopio elettronico ESEM e allo spettrofotometro FTIR.

In entrambi i campioni il substrato è in gesso a granulometria fine miscelato con poca colla proteica. Nella zona superficiale, di colore bruno, assieme al gesso è stato steso anche dell'olio, probabilmente per aumentare l'adesione degli strati pittorici soprastanti.

Nel campione 1, proveniente dalla zona inferiore tra i piedi, al di sopra del gesso è stata stesa ad olio una finitura pittorica azzurra con biacca e blu oltremare naturale. Nel campione 2, proveniente dal seno sinistro, al di sopra del gesso si osserva un primo strato pittorico corrispondente all'incarnato e realizzato con biacca e fini particelle di vermiglione. Segue uno strato pittorico azzurro a base di biacca e blu oltremare naturale. Entrambe le stesure sono state realizzate con olio.

In entrambi i campioni l'olio è in parte alterato in carbossilati¹.

Vicenza, 7 luglio 2015

Il Responsabile di Settore
Dott.ssa Elena Monni

Il Responsabile di Laboratorio
Dott. Paolo Cornale



ALLEGATI:

- Allegato A analisi micro-FTIR
- Allegato B analisi semiquantitative EDS

¹ I **saponi metallici**, di piombo o di zinco, si formano dalla reazione fra gli acidi grassi degli oli e i pigmenti di zinco e di piombo, come il bianco di zinco, la biacca, il minio, ecc.. Hanno effetti negativi sull'aspetto e la stabilità delle pellicole pittoriche. Nell'articolo di J.Boon, *Processes inside paintings ...*, sono descritti, ad esempio, gli effetti negativi che i saponi di piombo possono causare ai dipinti a olio: "Lead soap formation inside paintings or near the surface has consequences for the stability of the paint layers and the light reflection. Lead soap aggregation deforms the paint layers while protruding lead soap masses lead to a grainy sandy texture, paint loss, pitting and accumulation of dirt in local spots. Dissolution of lead white leads to increased transparency of the paints and loss of reflected light, which may make the color darker. In the case of pigment mixtures, the color balance can be lost. Lead tin yellow paints are known to form an orange peel texture due to lead soap protrusions but the color change is another aspect that is due to a loss of lead oxides from the pigment and the appearance of lead soaps that partially mineralise into a semi transparent white". L'autore fa anche riferimento a un saggio di Noble P., Van Loon A., Boon J.J., *Chemical changes in old master paintings II: darkening due to increased transparency as a result of metal soap formation processes*, in: Conference Proceedings 14th Triennial Meeting of the ICOM Committee for Conservation in The Hague (I. Verger ed). James & James, London, 2005, pp 496-503.



ALLEGATO A

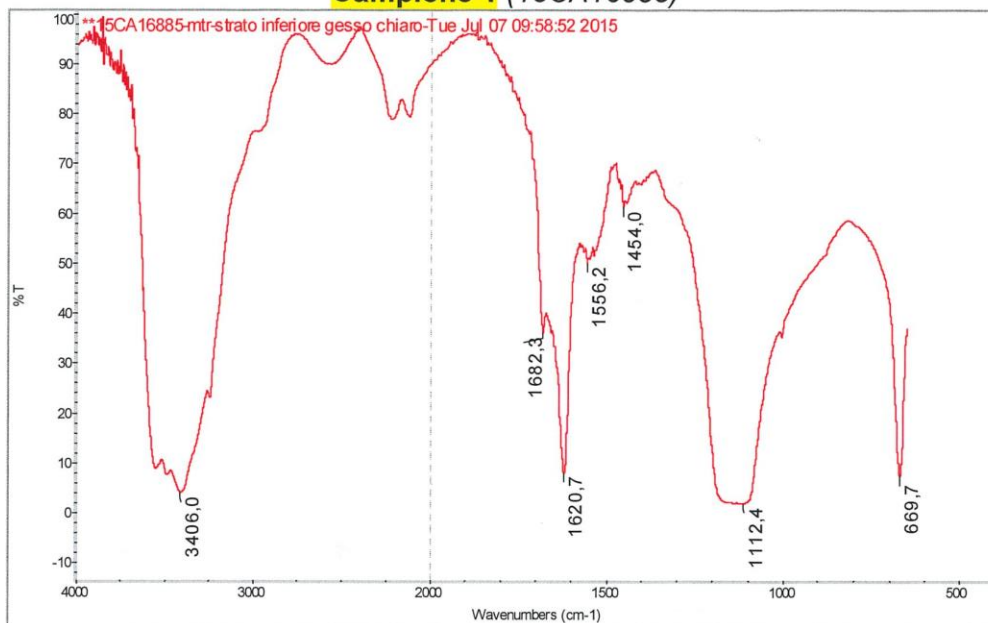
Spettri FTIR

Gli spettri FTIR contenuti nell'allegato sono il risultato delle acquisizioni eseguite su aree limitate (non inferiori a 10x10 µm) degli strati significativi individuabili nelle sezioni microstratigrafiche lucide dei campioni, così come, dove la quantità di campione lo consenta, sui campioni tal quali.

- L'analisi micro FTIR viene eseguita prevalentemente in modalità microATR o in microriflessione speculare e fornisce informazioni di tipo prevalentemente qualitativo e solo indicativamente quantitativo.
- L'analisi micro FTIR può essere eseguita anche in modalità micro-trasmissione su un frammento di campione tal quale: tale modalità può dare molte informazioni sugli strati superficiali, sulle vernici e su tutti gli strati facilmente distinguibili e prelevabili dal campione tal quale.
- Non sono mai presenti spettri di strati corrispondenti a lamine metalliche e a materiali carboniosi, poiché questi non assorbono le radiazioni nella regione del medio infrarosso.
- Dove invece tali materiali e altri non assorbenti sono presenti solo in parte in uno strato, lo spettro viene acquisito e conterrà informazioni relative ai soli materiali sensibili alle radiazioni infrarosse.
- Nei casi in cui la resina utilizzata per inglobare i campioni interferisca negativamente con i componenti dello strato analizzato, a causa del proprio contributo spettrale, tale contributo viene in buona parte eliminato mediante il software disponibile e viene presentato uno spettro di sottrazione che limita l'interferenza rendendo più leggibili e interpretabili i picchi e le bande di assorbimento.
- L'interpretazione degli spettri (utilizzata nelle descrizioni dei campioni presenti nella relazione scientifica) è condotta tramite l'utilizzo del software *Omnice 8.1* e dei database a disposizione della CSG Palladio e del *Centro Ricerche sul Dipinto*.
- Gli spettri sono presentati in ordine progressivo di numerazione dei campioni e, per ognuno di questi, in ordine progressivo di strati, a partire da quello inferiore.
- Al di sotto di ogni spettro vengono riportati i gruppi molecolari e i composti riferibili ai picchi e alle bande di assorbimento.

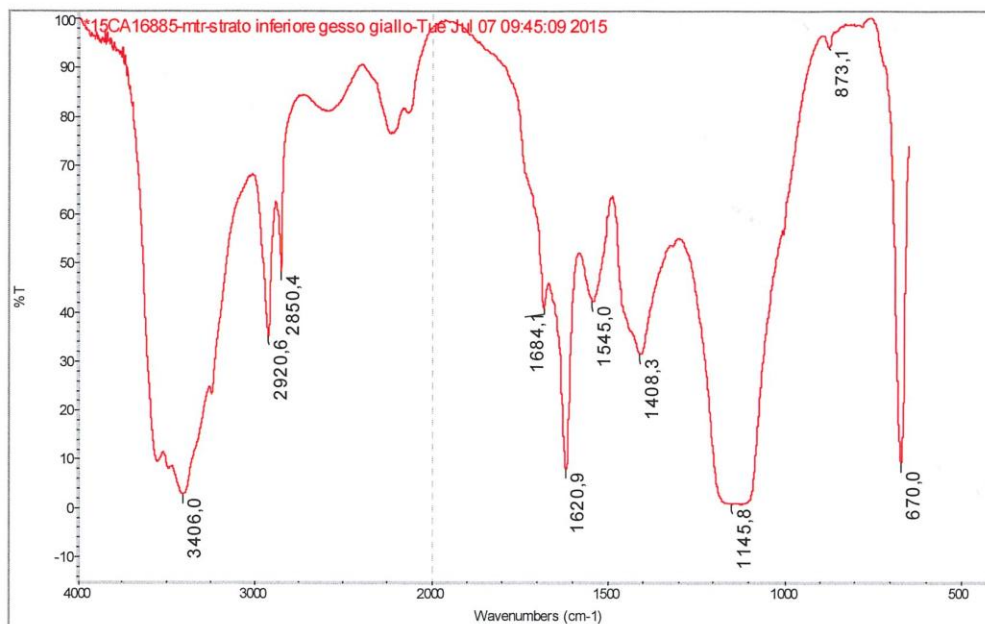


Campione 1 (15CA16885)



Solfato di calcio biidrato (gesso).

Composti proteici.

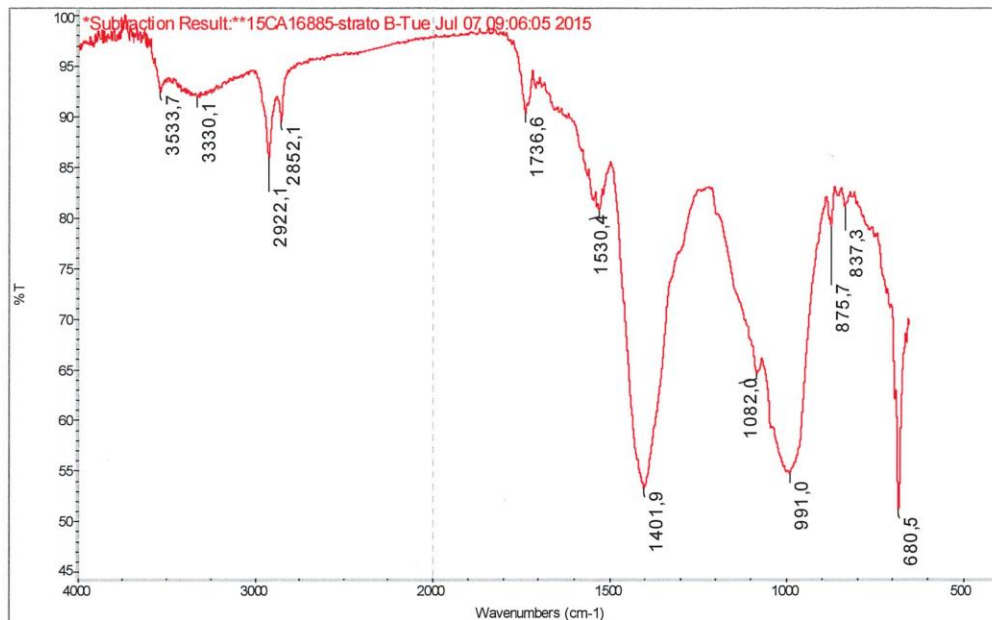


Solfato di calcio biidrato (gesso).

Composti proteici.

Esteri di acidi grassi (oli).

Carbonato di calcio.



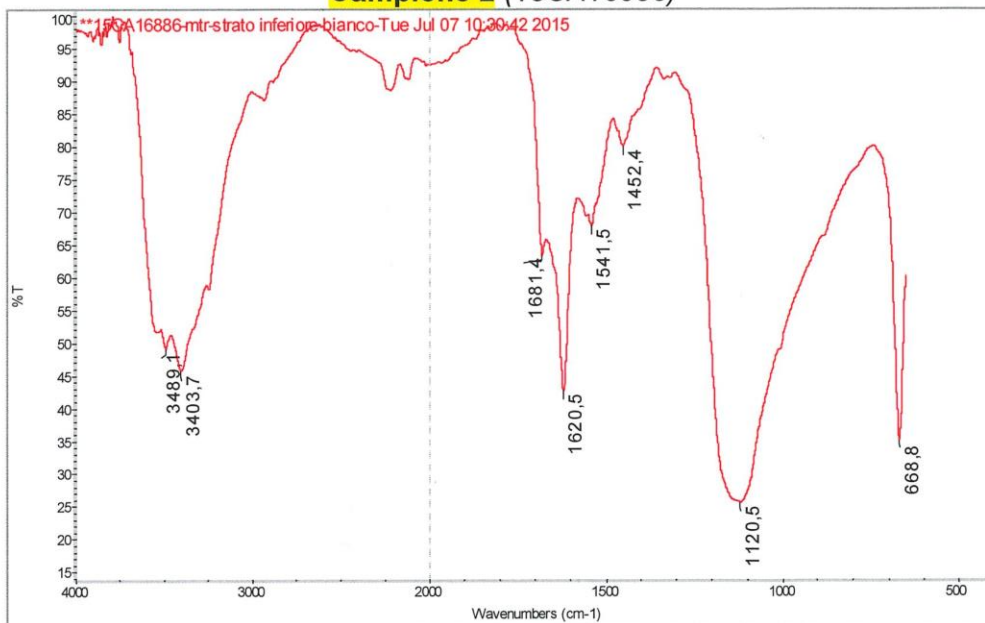
Carbonato basico di piombo (biacca).

Esteri di acidi grassi (olii), carbossilati.

Silicati.

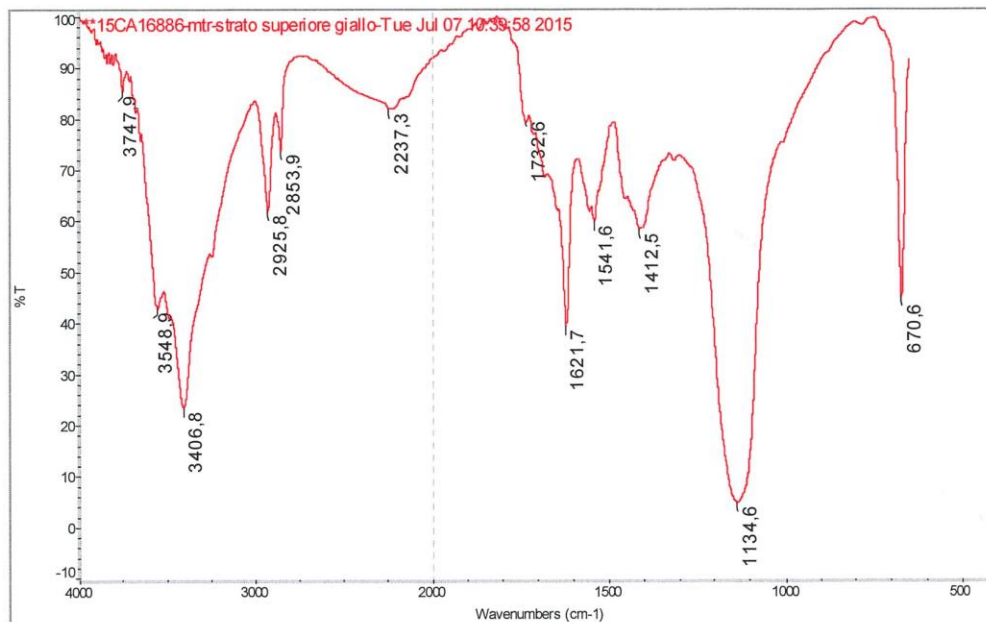


Campione 2 (15CA16886)



Solfato di calcio biidrato (gesso).

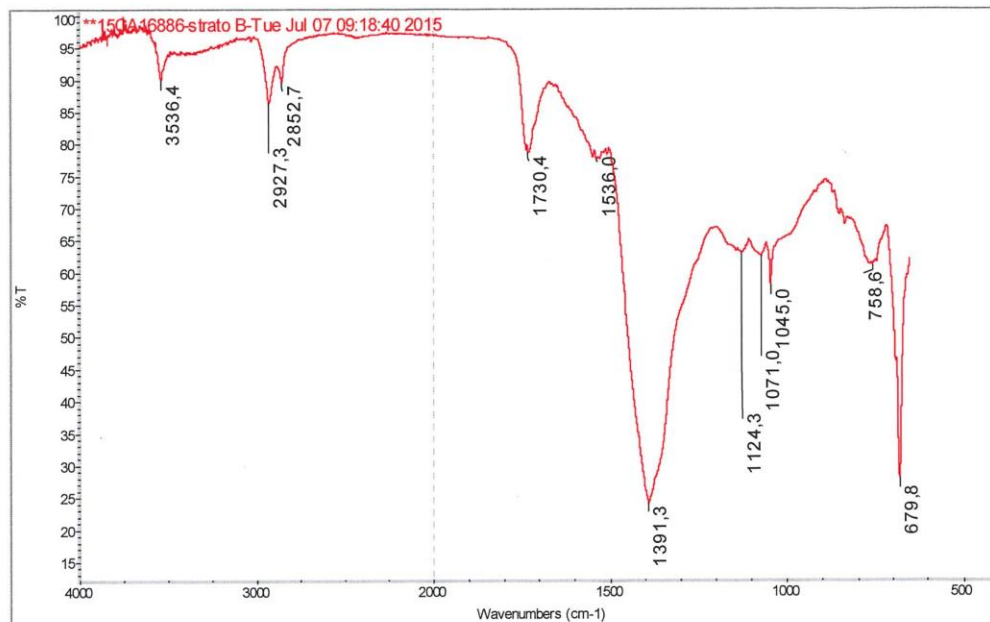
Composti proteici.



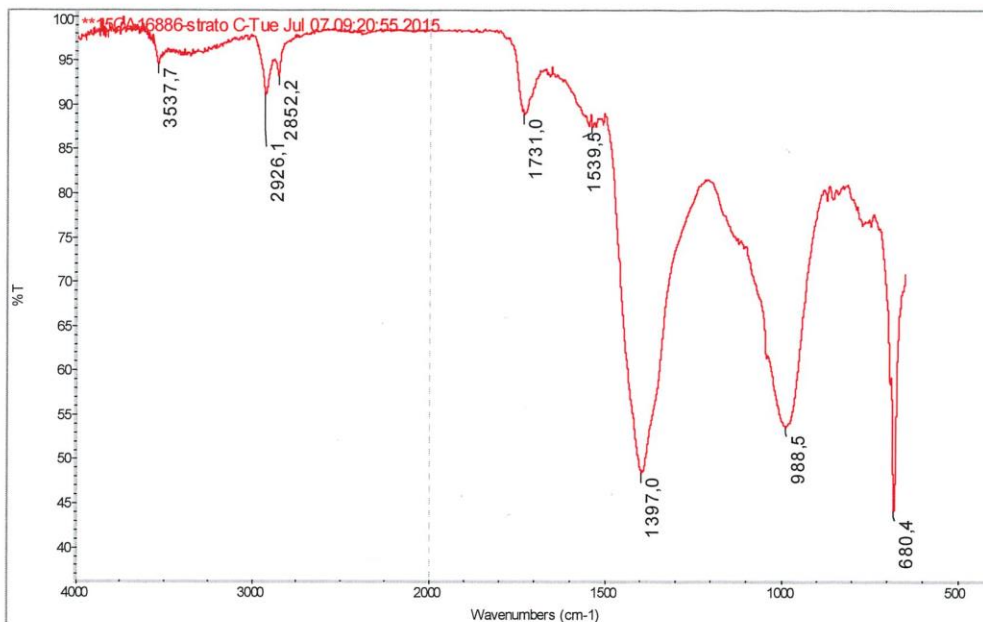
Solfato di calcio biidrato (gesso).

Composti proteici.

Esteri di acidi grassi (oli).



Carbonato basico di piombo (biacca). Esteri di acidi grassi (olii), carbossilati.



Carbonato basico di piombo (biacca).

Esteri di acidi grassi (oli), carbossilati.

Silicati

Vicenza, 7 luglio 2015

Il Responsabile di Settore
(Dott.ssa Elena Monni)

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott. Paolo Cornale)





ALLEGATO B

Microanalisi semiquantitativa EDS

L'allegato contiene le tabelle relative agli elementi chimici presenti in aree e punti degli strati individuabili nelle sezioni lucide dei campioni.

- La microanalisi EDS fornisce indicazioni semiquantitative sulle percentuali di elementi chimici, a partire dal Boro, presenti nell'area o nel punto selezionato per l'analisi.
- Le tabelle dell'allegato contengono informazioni sui campioni, sui parametri strumentali e sulle condizioni operative relative all'analisi effettuata nell'area selezionata.
- I conteggi e i dati della microanalisi EDS sono presentati in ordine progressivo di numerazione dei campioni e, per ognuno di questi, in ordine progressivo di strati, a partire da quello inferiore.
- Se l'area in esame è riferita a un'ampia porzione dello strato viene denominata col nome generico dello strato, ad esempio, **strato A**; diversamente, se l'area è riferita a un punto specifico dello strato, viene indicata con una sigla specifica in cui la prima lettera indica lo strato di riferimento e la secondale caratteristiche della particella, ad esempio **Ar strato A particella rossa**.
- Le aree individuate sono evidenziate nella documentazione fotografica riportata in relazione scientifica.

Spectrum: 14CA24038-aagg.spx

El	AN	Series	Net	unn. C	norm. C	Atom. C
			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	
O	8	K-series	17073	49.14	43.35	49.53
Ca	20	K-series	184588	35.31	31.15	14.21
C	6	K-series	15175	26.06	22.99	34.99
Fe	26	K-series	2854	1.15	1.01	0.33
Si	14	K-series	5597	0.68	0.60	0.39
Mg	12	K-series	1413	0.39	0.35	0.26
Al	13	K-series	1478	0.30	0.27	0.18
Mn	25	K-series	534	0.19	0.17	0.06
K	19	K-series	922	0.13	0.11	0.05
Total:			113.35	100.00	100.00	

Dati relativi al numero e all'area considerata.

At %: colonna in cui sono riportati i valori che esprimono la percentuale di un elemento in relazione al numero totale di elementi chimici presenti nell'area. Normalizzato a 100%.

Wt %: colonna in cui sono riportati i valori che esprimono la percentuale in peso di un elemento in relazione al peso totale degli elementi chimici presenti nell'area. Il valore dipende dal peso atomico dell'elemento. Il valore è riportato in forma non normalizzata (unn. C) e in forma normalizzata (norm. C)

Net: intensità del picco netta (sottratta del background) espressa in numero di conteggi per secondo.

El: colonna in cui sono riportati gli elementi chimici presenti nell'area.
AN: numero atomico dell'elemento individuato
Series: righe di emissione dell'elemento individuato.



Campione 1 (15CA16885)

15CA16885 Strato A

Spectrum: 15CA16885-a

El	AN	Series	Net	unn.	C norm.	C Atom.
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	6919	57.85	44.61	56.92
O	8	K-series	5191	47.72	36.80	35.24
Si	14	K-series	242	0.11	0.08	0.05
S	16	K-series	20034	9.76	7.53	3.60
Ca	20	K-series	20048	14.24	10.98	4.20
Total:			129.67	100.00	100.00	

asup

Spectrum: 15CA16885-asup

El	AN	Series	Net	unn.	C norm.	C Atom.
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	2211	39.62	37.53	50.55
O	8	K-series	2436	40.44	38.31	38.74
Si	14	K-series	131	0.10	0.10	0.06
S	16	K-series	12129	9.82	9.30	4.69
K	19	K-series	162	0.19	0.18	0.07
Ca	20	K-series	11002	15.39	14.58	5.89
Total:			105.56	100.00	100.00	

15CA16885 Strato B

Spectrum: 15CA16885-b

El	AN	Series	Net	unn.	C norm.	C Atom.
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	9076	21.59	26.66	54.07
O	8	K-series	6730	17.25	21.31	32.44
Na	11	K-series	2228	1.84	2.27	2.41
Al	13	K-series	5205	2.03	2.51	2.26
Si	14	K-series	7522	1.78	2.20	1.91
K	19	K-series	3056	1.32	1.63	1.02
Ca	20	K-series	2723	1.32	1.64	0.99
Pb	82	L-series	13012	33.82	41.78	4.91
Total:			80.96	100.00	100.00	



bb particella blu
Spectrum: 15CA16885-bb

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	4293	20.94	29.77	44.05
O	8	K-series	7268	24.61	34.99	38.87
Na	11	K-series	4614	4.24	6.03	4.66
Al	13	K-series	11487	5.15	7.32	4.82
Si	14	K-series	16619	5.11	7.26	4.60
K	19	K-series	5477	2.57	3.65	1.66
Ca	20	K-series	1378	0.78	1.10	0.49
Pb	82	L-series	1847	6.94	9.87	0.85
Total:			70.34	100.00	100.00	

br particella rossa
Spectrum: 15CA16885-br

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	4633	25.35	27.96	41.14
O	8	K-series	7952	38.25	42.20	46.62
Na	11	K-series	82	0.09	0.10	0.08
Al	13	K-series	129	0.06	0.07	0.05
Si	14	K-series	228	0.07	0.07	0.05
S	16	K-series	24577	8.37	9.24	5.09
K	19	K-series	42	0.02	0.02	0.01
Ca	20	K-series	24700	13.33	14.71	6.49
Pb	82	L-series	1548	5.09	5.62	0.48
Total:			90.64	100.00	100.00	

15CA16885 Strato C
Spectrum: 15CA16885-c

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C	6	K-series	5074	35.37	38.05	66.76
O	8	K-series	1900	18.26	19.64	25.88
Na	11	K-series	236	0.65	0.70	0.64
Mg	12	K-series	220	0.38	0.41	0.36
Al	13	K-series	424	0.54	0.58	0.45
Si	14	K-series	551	0.42	0.45	0.34
K	19	K-series	565	0.77	0.83	0.45
Ca	20	K-series	1611	2.46	2.65	1.39
Pb	82	L-series	3652	34.11	36.69	3.73
Total:			92.96	100.00	100.00	



Campione 2 (15CA16886)

15CA16886 Strato A
Spectrum: 15CA16886-a

El	AN	Series	Net	unn. C	norm. C	Atom. C
			[wt.%]	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]
C	6	K-series	5128	55.62	41.45	53.70
O	8	K-series	4701	52.34	39.01	37.94
Si	14	K-series	197	0.10	0.07	0.04
S	16	K-series	17613	10.55	7.86	3.82
Ca	20	K-series	17278	15.57	11.60	4.50
Total:			134.19	100.00	100.00	

asup
Spectrum: 15CA16886-asup

El	AN	Series	Net	unn. C	norm. C	Atom. C
			[wt.%]	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]
C	6	K-series	2503	44.32	38.59	53.35
O	8	K-series	2169	39.99	34.82	36.14
Si	14	K-series	53	0.05	0.05	0.03
S	16	K-series	9035	10.66	9.28	4.81
Ca	20	K-series	9466	14.75	12.85	5.32
Pb	82	L-series	398	5.08	4.42	0.35
Total:			114.85	100.00	100.00	

15CA16886 Strato B
Spectrum: 15CA16886-b

El	AN	Series	Net	unn. C	norm. C	Atom. C
			[wt.%]	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]
C	6	K-series	5069	23.78	26.08	62.90
O	8	K-series	2384	14.13	15.50	28.06
Ca	20	K-series	1285	1.36	1.49	1.08
Pb	82	L-series	9109	51.89	56.92	7.96
Total:			91.16	100.00	100.00	



br particella rossa
Spectrum: 15CA16886-br

El AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	
		[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C 6	K-series	4039	19.86	20.44	63.64
O 8	K-series	1181	4.64	4.77	11.16
S 16	K-series	24953	10.38	10.68	12.46
Ca 20	K-series	1338	1.10	1.13	1.06
Hg 80	L-series	14670	51.70	53.20	9.92
Pb 82	L-series	2200	9.50	9.77	1.76
Total:		97.19	100.00	100.00	

15CA16886 Strato C
Spectrum: 15CA16886-c

El AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	
		[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C 6	K-series	4306	23.30	28.47	58.24
O 8	K-series	2713	16.90	20.65	31.71
Na 11	K-series	837	1.55	1.89	2.02
Al 13	K-series	1083	1.02	1.25	1.14
Si 14	K-series	1564	0.88	1.07	0.94
Ca 20	K-series	580	0.70	0.85	0.52
Pb 82	L-series	5807	37.48	45.81	5.43
Total:		81.82	100.00	100.00	

cb particella blu
Spectrum: 15CA16886-cb

El AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	
		[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	
C 6	K-series	2624	21.28	26.53	37.76
O 8	K-series	8179	33.32	41.54	44.39
Na 11	K-series	6860	7.05	8.79	6.54
Al 13	K-series	11146	6.50	8.10	5.13
Si 14	K-series	11812	4.91	6.12	3.73
S 16	K-series	3115	1.68	2.10	1.12
K 19	K-series	1755	1.33	1.66	0.73
Ca 20	K-series	447	0.44	0.54	0.23
Pb 82	L-series	477	3.70	4.62	0.38
Total:		80.21	100.00	100.00	

Vicenza, 7 luglio 2015

Il Responsabile di Settore
(Dott.ssa Elena Monni)

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott. Paolo Cornale)

