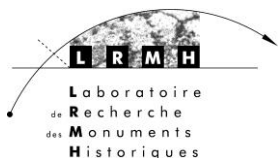




MINISTÈRE
DE LA CULTURE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

CENTRE DE
RECHERCHE
ET DE
RESTAURATION
DES MUSÉES
DE FRANCE



SONDER LES MATÉRIAUX DU PATRIMOINE GRÂCE AU MEB



Musée du Louvre, dist. RMN / Martine Beck-Coppola



Marie Godet

3 décembre 2024
Journées pédagogiques GNMEBA

Les sciences du patrimoine

Le patrimoine : tout bien culturel à valeur artistique, architecturale, historique, esthétique, provenant du passé dont on profite au présent et qu'on souhaite transmettre aux générations futures (UNESCO)

Interdisciplinarité:

- Histoire de l'art
- Histoire
- Architecture
- Design
- Conservation-restauration
- Chimie
- Physique
- Biologie
- Matériaux
- Géologie
- ...

Les matériaux du patrimoine

Tout matériau constitutif d'un bien patrimonial (monument ou objet)

- pierre
- verre
- métal
- céramique
- plâtre
- pierres précieuses
- pigments
- vernis
- bois
- papier
- encre
- textile
- plastique
- béton
- etc...

Très souvent les biens sont multi-matériaux et hétérogènes, fragiles, rares !

Les matériaux du patrimoine

Exemple : la reliure de Maastricht (11^{ème} siècle), Louvre



Pourquoi étudier ces matériaux ?

Objectif : étudier l'objet patrimonial pour comprendre :

1. Comment il a été fabriqué ? **ELABORATION**
2. Comment il s'est altéré ? **ALTERATION**
3. Comment le conserver-restaurer ? **CONSERVATION**

Les laboratoires du ministère de la Culture

Centre de recherche et de restauration des musées de France (C2RMF)

Laboratoire de recherche des monuments historiques (LRMH)

Collaboration CNRS/Universités

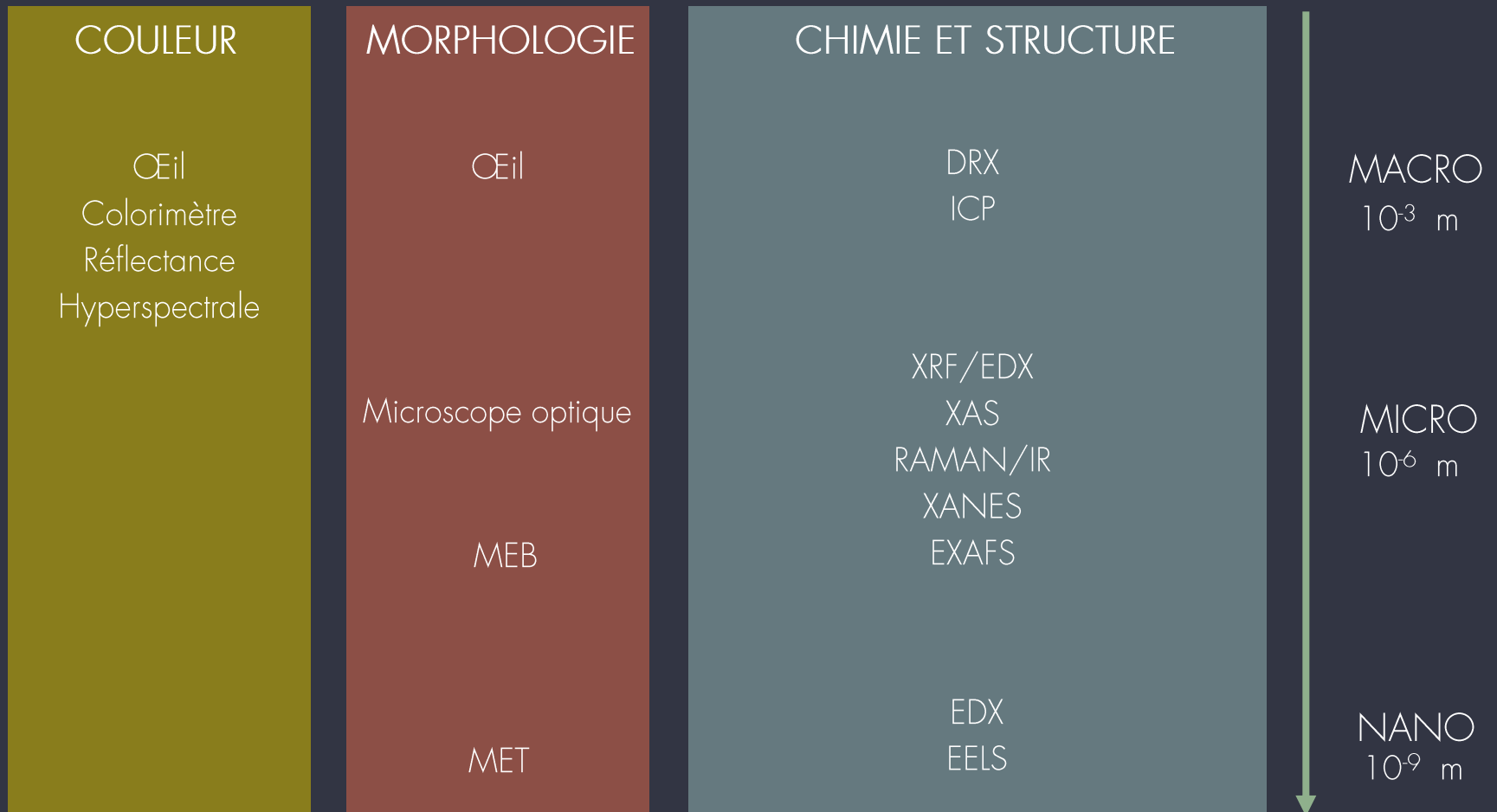
Institut de minéralogie, de physique des matériaux et de cosmochimie (IMPMC)

Institut de recherche de Chimie Paris (IRCP)

Laboratoire interuniversitaire des systèmes atmosphériques (LISA)

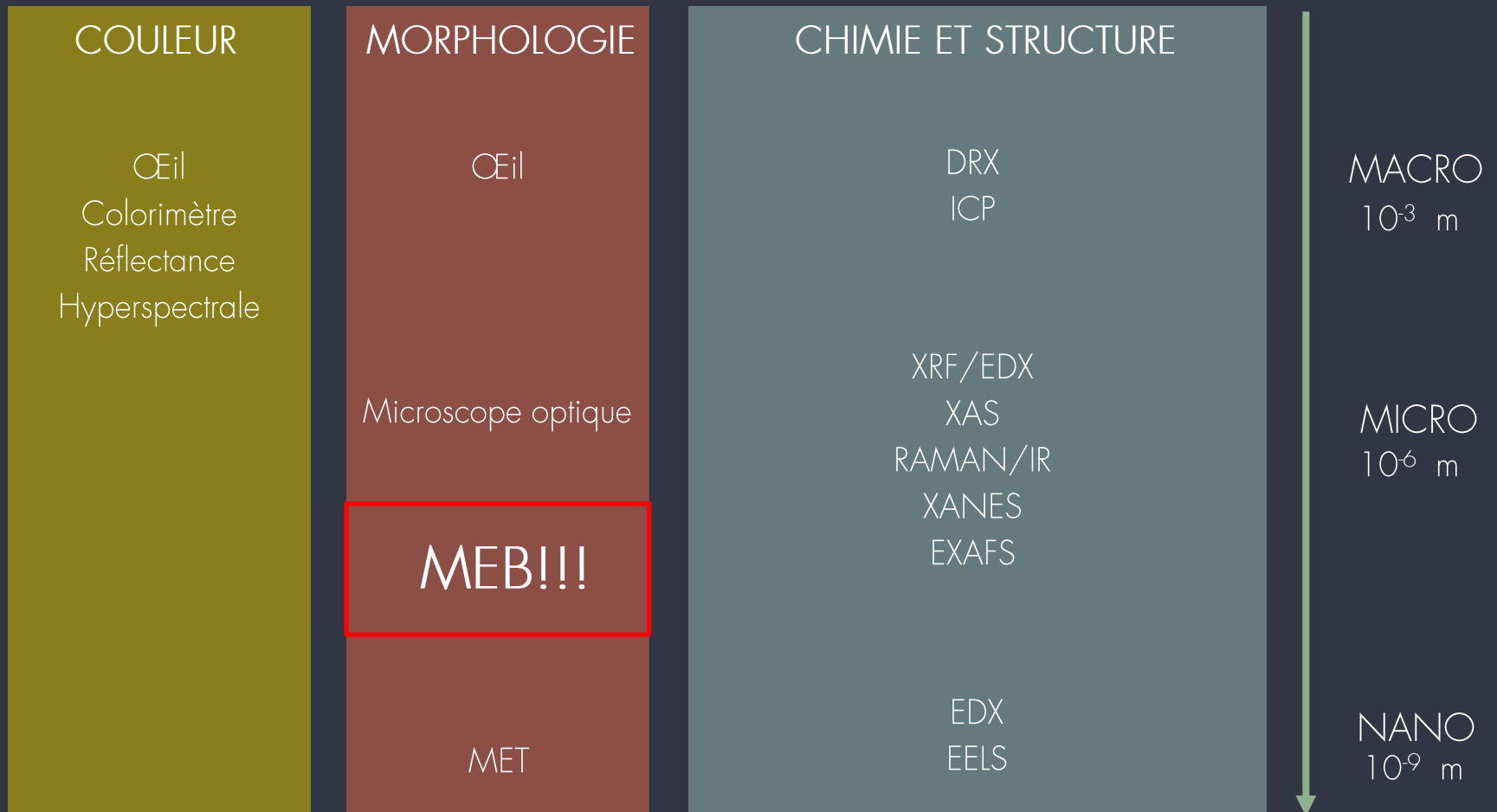
Comment on les analyse ?

On part de l'œil nu et on va zoomer jusqu'à l'échelle nécessaire pour répondre à la question posée par les conservateurs/architectes.



Comment on les analyse ?

On part de l'œil nu et on va zoomer jusqu'à l'échelle nécessaire pour répondre à la question posée par les conservateurs/architectes.



Des problématiques multi-échelles

On part de l'œil nu et on va zoomer jusqu'à l'échelle nécessaire pour répondre à la question posée par les conservateurs-restaurateurs/architectes.

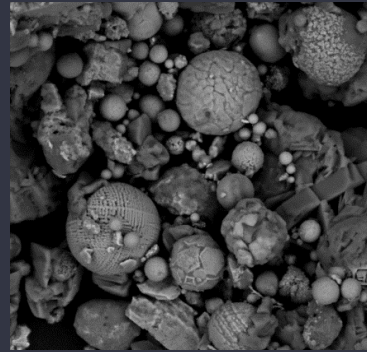
1 m MACRO 1 cm MICRO 1 μ m NANO 1 nm



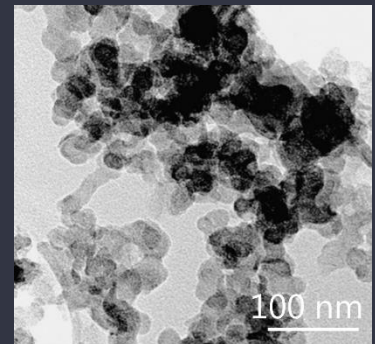
Statue encrassée



Croûtes noires



Cendres de charbon



Suies

« ..il faut connaître la forêt avant de commencer à regarder les veines des feuilles des arbres. »

Williams & Carter (2009)

La beauté d'une cendre de charbon





L'interface céramique-glaçure

1. ÉLABORATION

L'art secret de Palissy (16^{ème} siècle)

Anne Bouquillon, Christel Doublet (C2RMF)



Bassin rustique



Schéma d'une céramique glaçurée



Fragment d'une guirlande de fruits

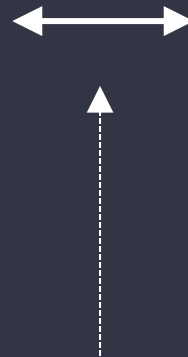
L'interface pâte-glaçure : un témoin des procédés de l'artiste

PARAMÈTRES D'ÉLABORATION

- Chimie de la pâte
- Chimie de la glaçure
- Température $T^{\circ}(\text{C})$
- Temps de palier t_{palier}
- Vitesse de refroidissement
- Fritte ou mélange d'oxydes
- Mono- ou double cuisson

PARAMÈTRES DE L'INTERFACE

- Taille de l'interface
- Morphologie des cristaux
- Chimie des cristaux
- Structure des cristaux

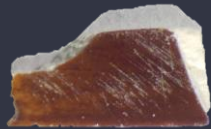


Faire le lien avec des échantillons modèles

La préparation des échantillons pour le MEB

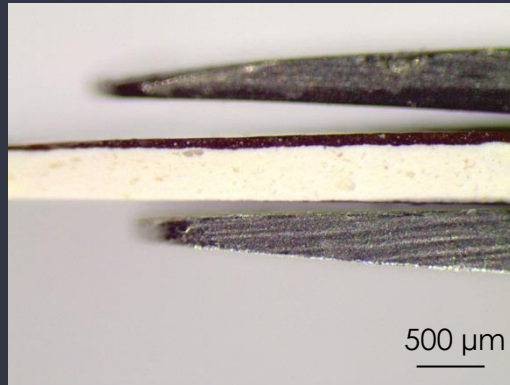


Laurent Cormier, Nicolas Menguy, Imène Estève (IMPMC)

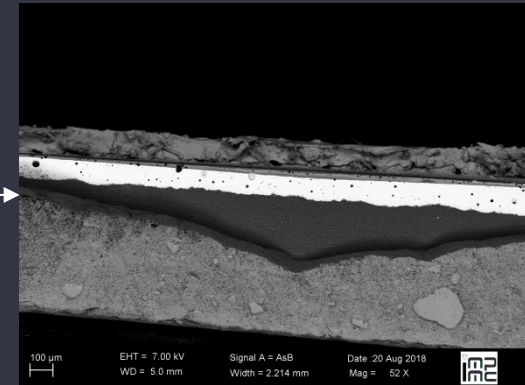


1 mm

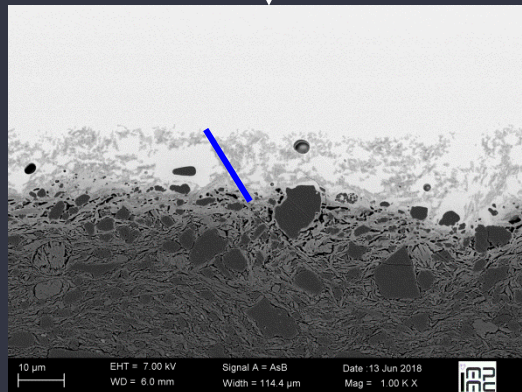
Tesson modèle



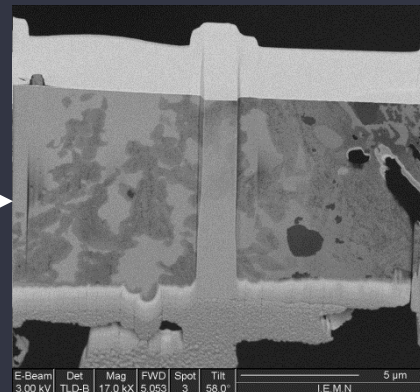
Microscope optique



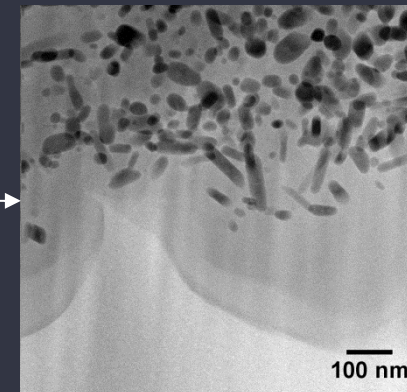
Polissage ionique Leica TXC



Observation MEB FEG Zeiss Ultra55
et Bruker Quantax EDX



Découpe FIB

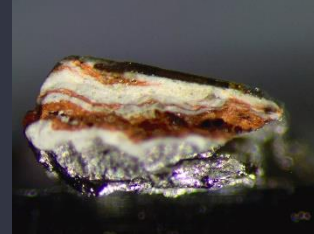


Observation MET
(image STEM-HAADF)

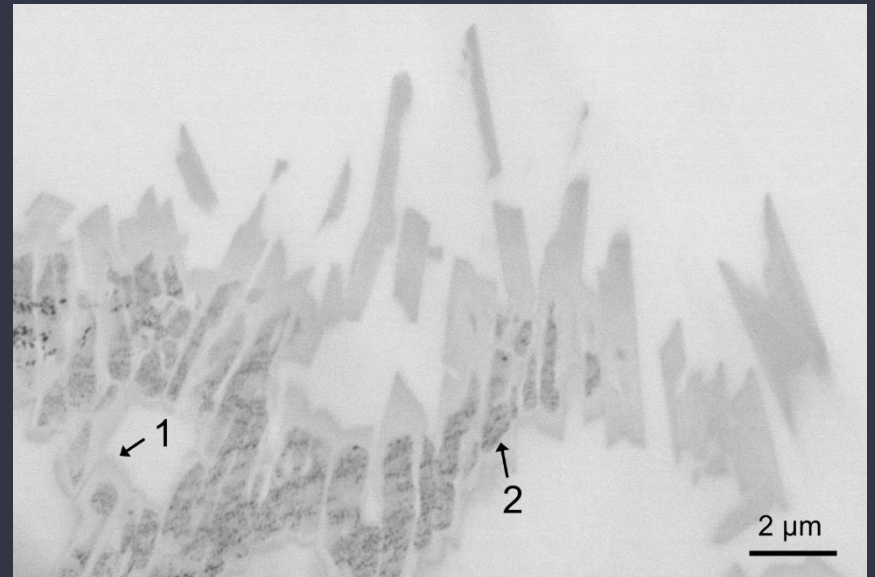
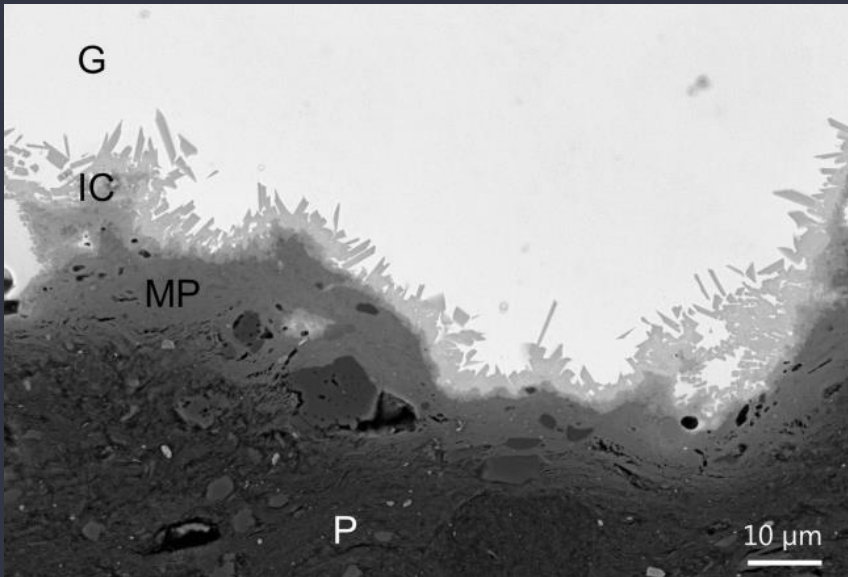
Imagerie MEB-BSE des interfaces anciennes



EP470

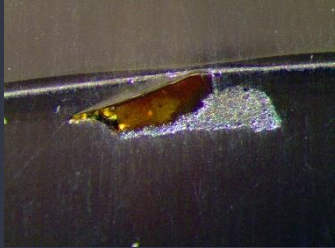


EP2319

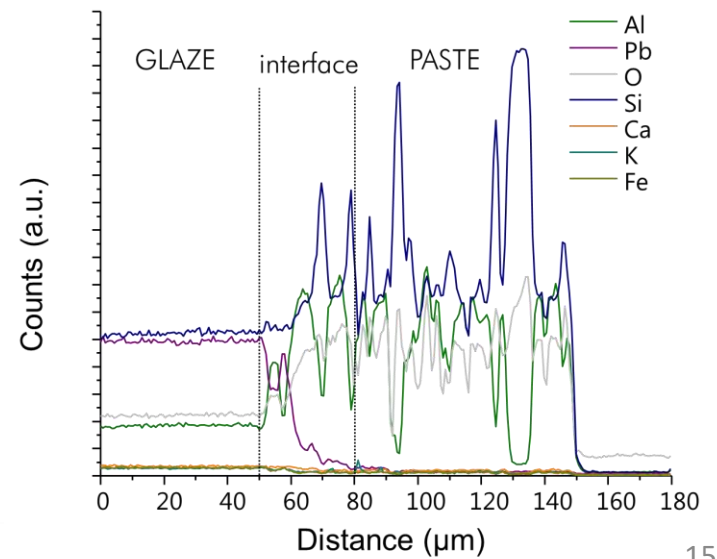
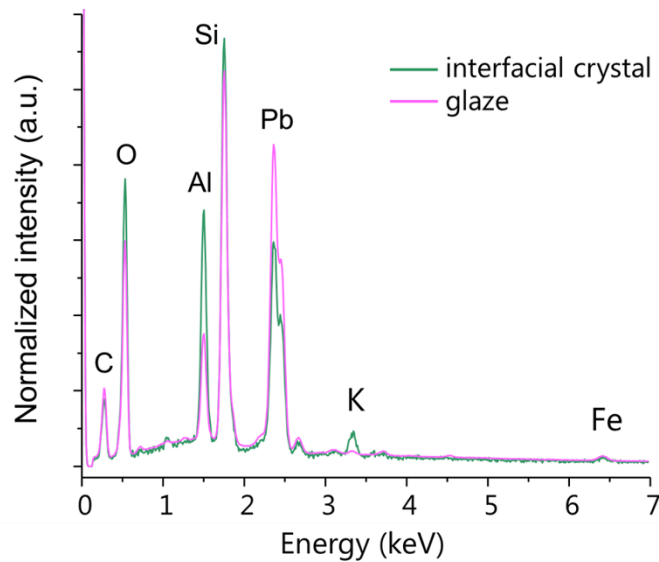
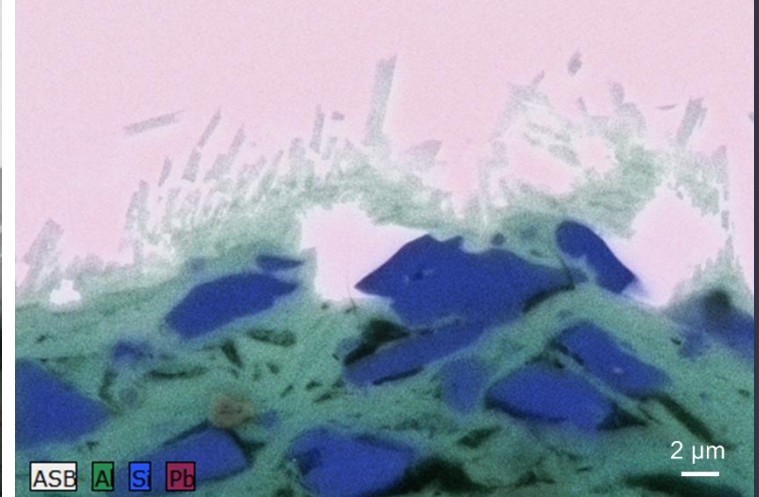
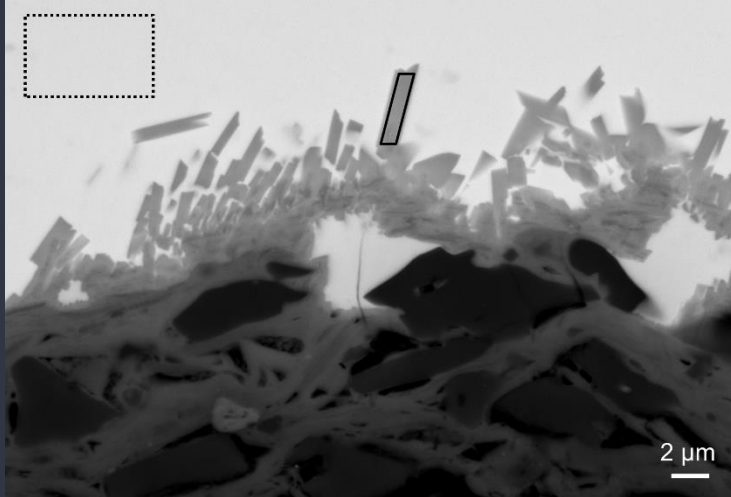


Etude de stratigraphie
Micro-hétérogénéités à l'échelle du cristal

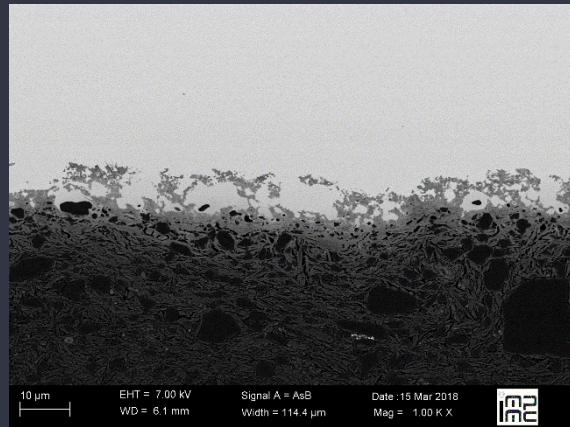
Analyse MEB-EDX des interfaces anciennes



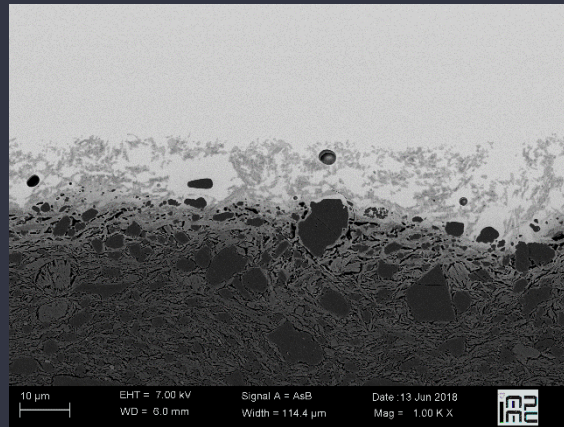
EP422



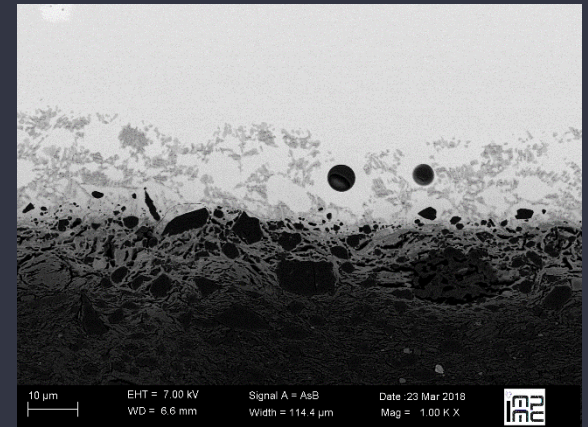
Comparaison avec les interfaces modèles



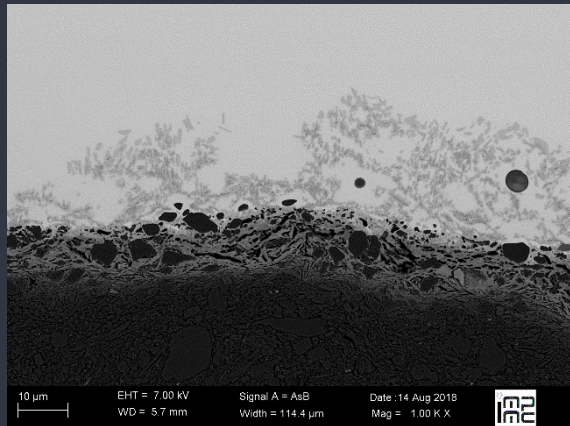
1000°C , 0 min



1000°C , 60 min



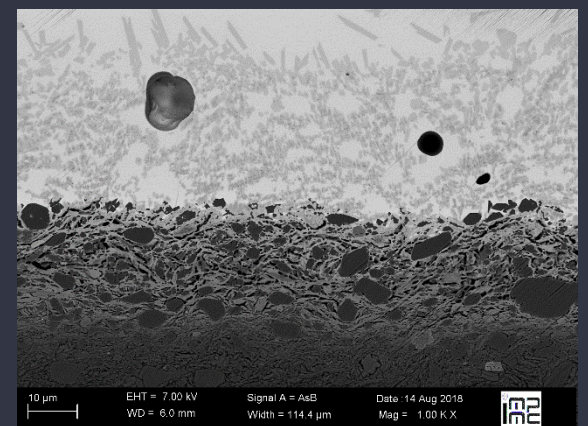
1000°C , 120 min



1000°C , 250°C/h



1000°C , 50°C/h



1000°C , 10°C/h

Comparaison avec les interfaces modèles



©RMN 1000°C, 250°C/h

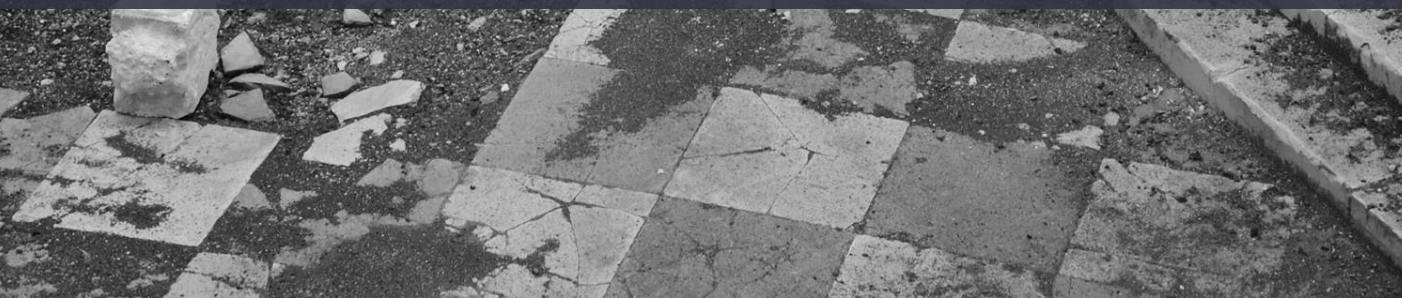


Fichtre ! Même si j'ai
soigneusement détruit tous mes
protocoles, vous avez réussi à
vous approcher de mes
procédés de fabrication !
(925° - 1000°C, 1h de palier)



Interaction plomb-matériaux à Notre-Dame

2. ALTÉRATION



Contexte : l'incendie du 15 avril 2019



@batiactu.com

Environ 300 tonnes de plomb ont fondu

Zone hors-feu



©LRMH

Dépôts particuliers plombifères sur les meubles de la cathédrale

Zone feu



©LRMH

Dépôts plombifères et interaction avec les matériaux du toit (pierre, métal, verre)

Objectifs du projet de recherche PlombND

Caractériser les dépôts plombifères néoformés pendant l'incendie

- Morphologie
- Chimie
- Minéralogie



Dépôt particulaire collecté sur bois



Dépôt sur pierre calcaire



Dépôt sur verre



Dépôt sur crête de faitage (métal)

Objectifs du projet de recherche PlombND

Caractériser les dépôts plombifères néoformés pendant l'incendie

- Morphologie
- Chimie
- Minéralogie



Dépôt particulaire collecté sur bois



Dépôt sur pierre calcaire



Dépôt sur verre

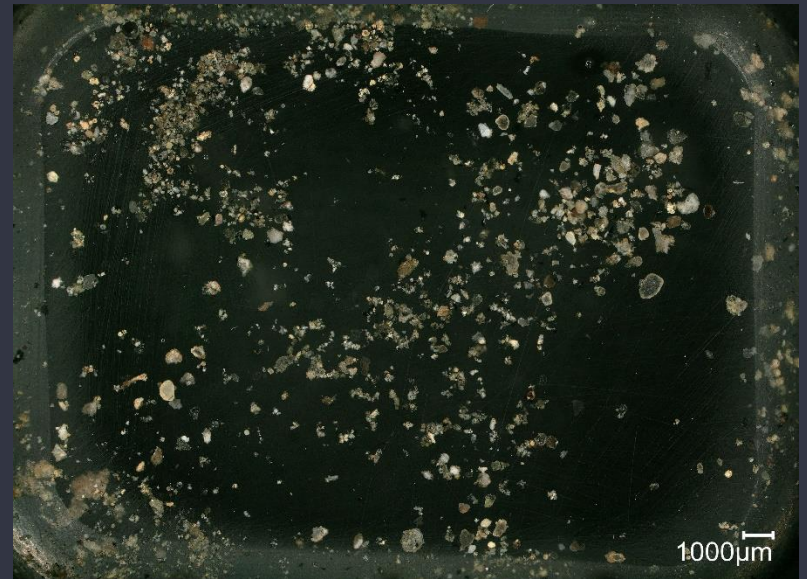


Dépôt sur crête de faitage (métal)

La préparation des échantillons pour le MEB



poudre dispersée sur scotch carbone

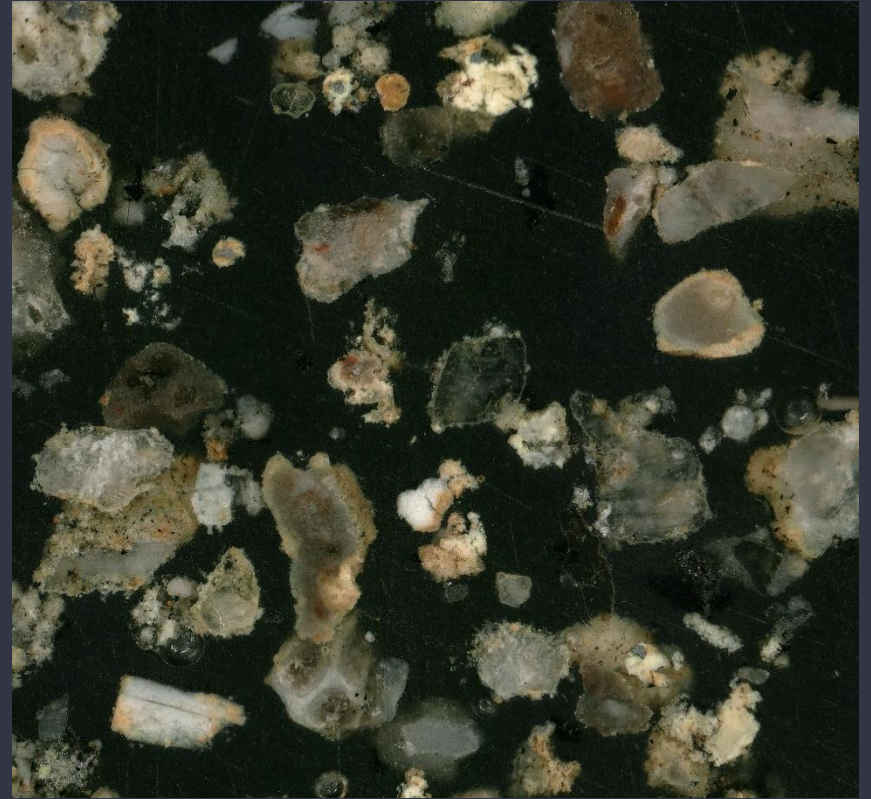


poudre incluse en résine et polie

La préparation des échantillons pour le MEB



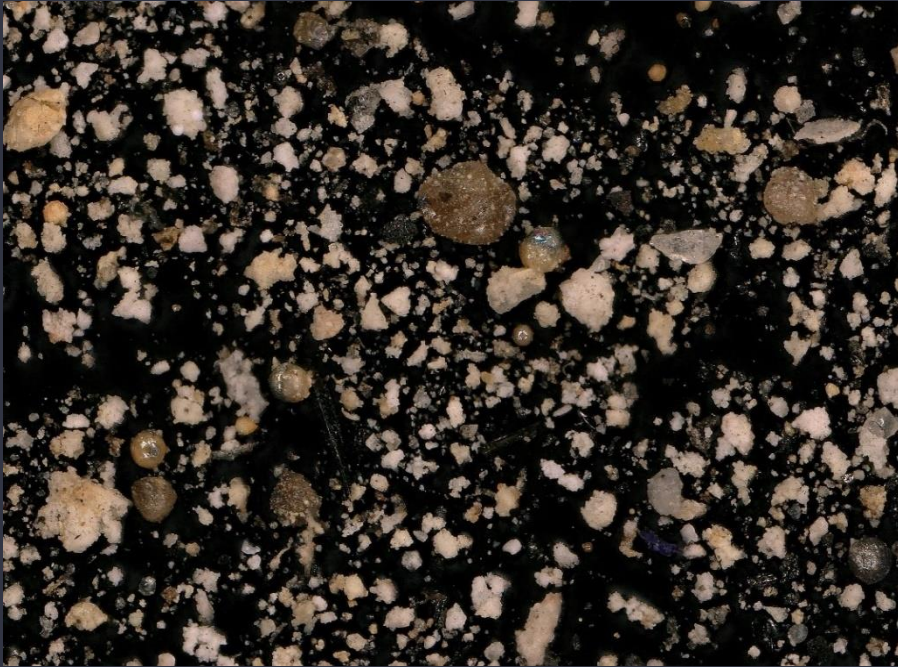
poudre dispersée sur scotch carbone



poudre incluse en résine et polie

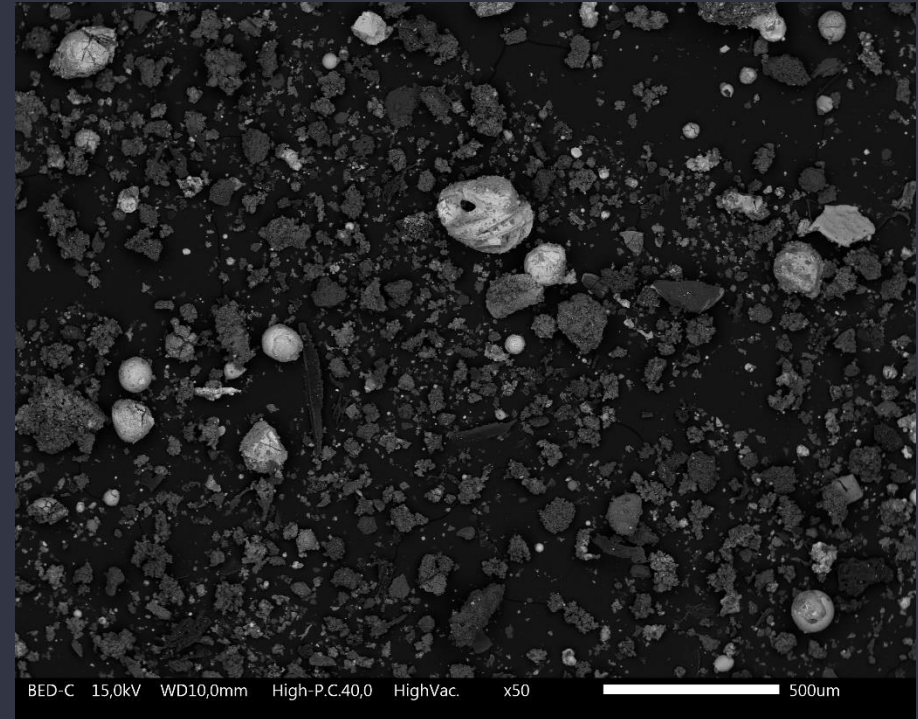
Morphologie et chimie du dépôt lié à l'incendie

Image optique



Microparticules sphériques riches en plomb

Image MEB-BSE



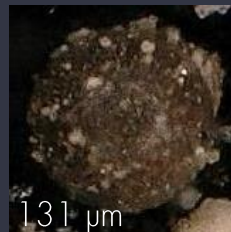
jaune



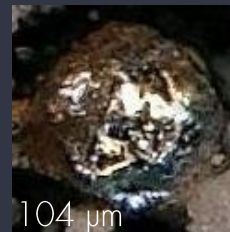
rouge



ocre



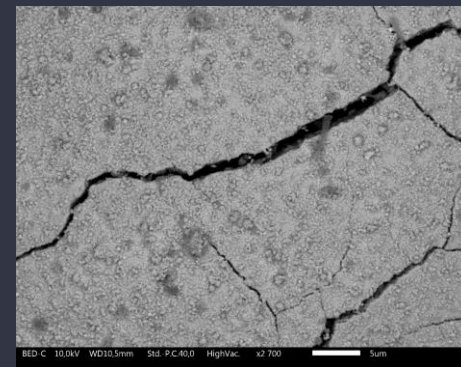
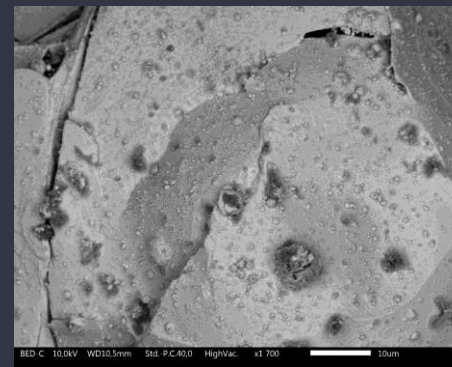
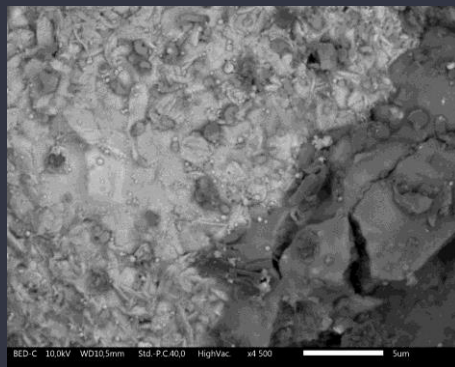
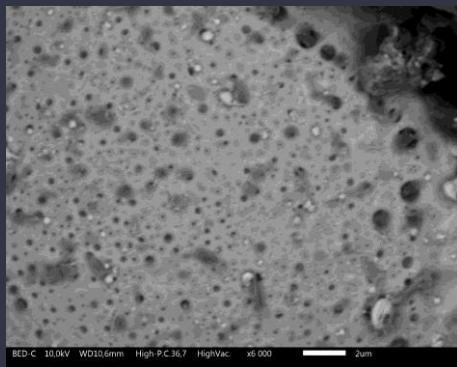
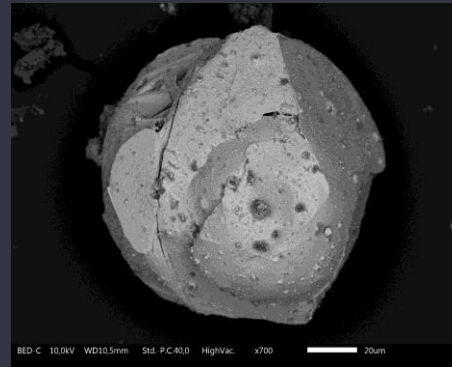
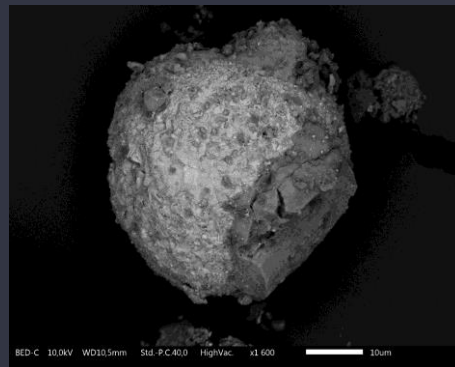
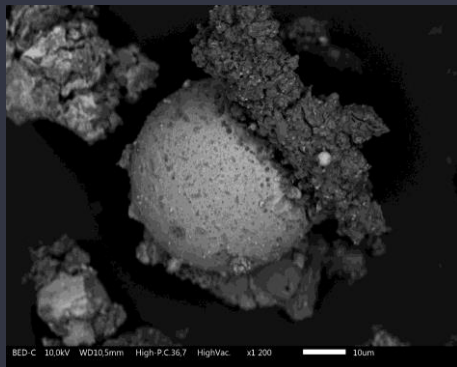
brun



métallique

MEB W JEOL IT 300
et Oxford X-Max EDX

Morphologie et chimie du dépôt lié à l'incendie



Une chimie hétérogène

Vue en coupe transversale de particules collectées sur la console de l'orgue



Image optique

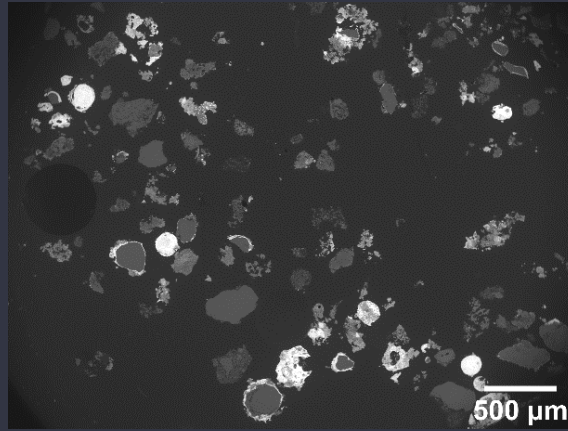
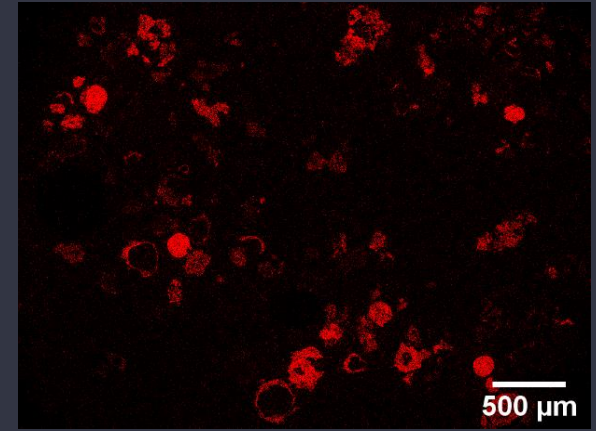
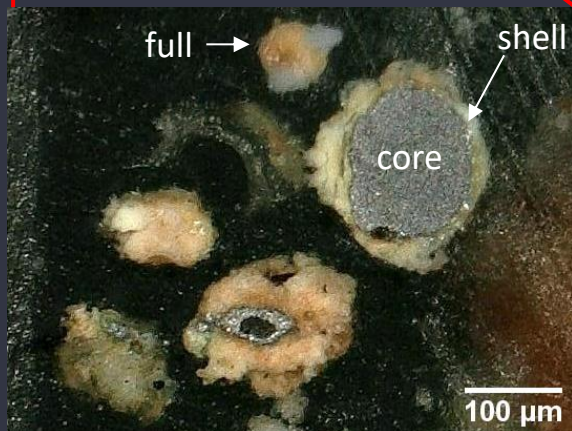


Image MEB-BSE



Cartographie chimique du Pb L



Vue rapprochée

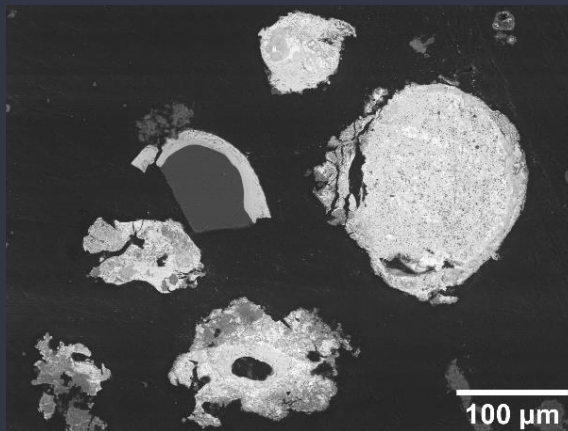
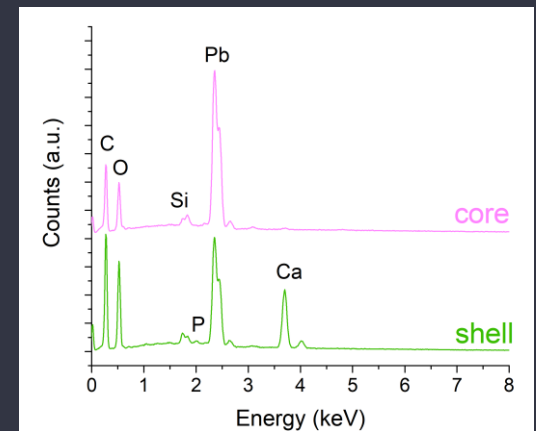


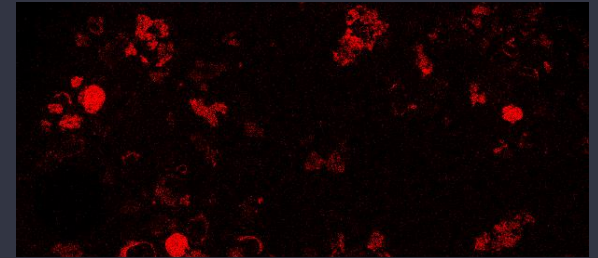
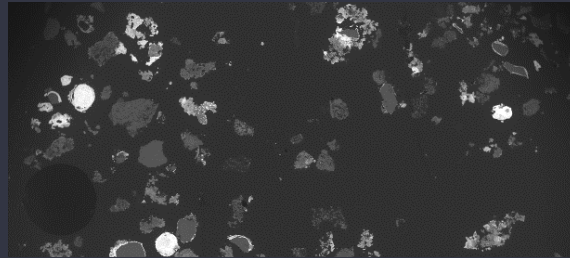
Image MEB-BSE



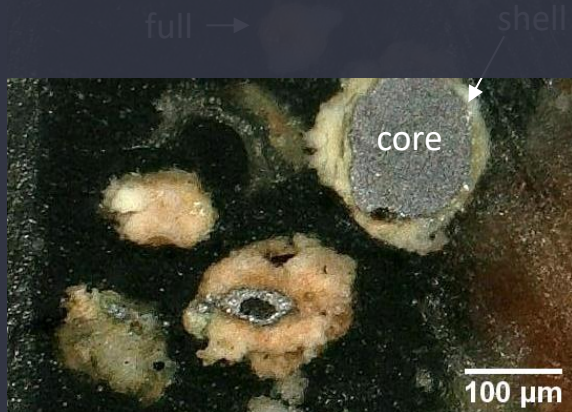
Spectres EDX

Une chimie hétérogène

Vue en coupe transversale de particules collectées sur la console de l'orgue



Les microsphères individuelles sont très hétérogènes
= mélange de micro et nano-minéraux



Vue rapprochée

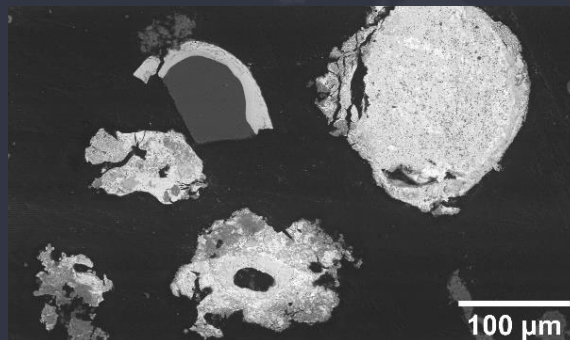
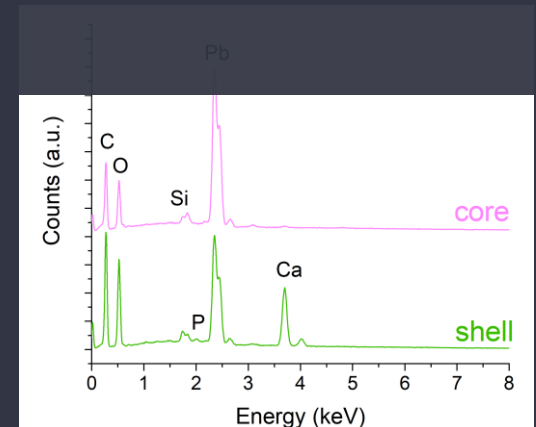


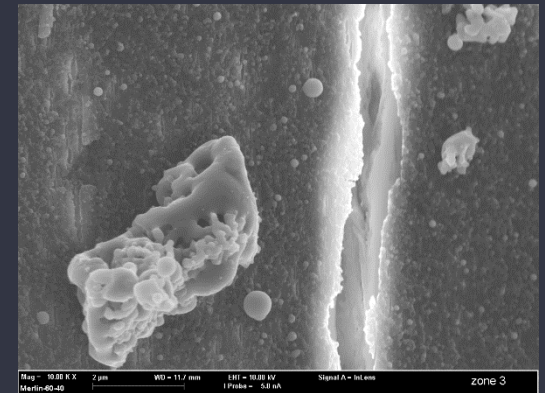
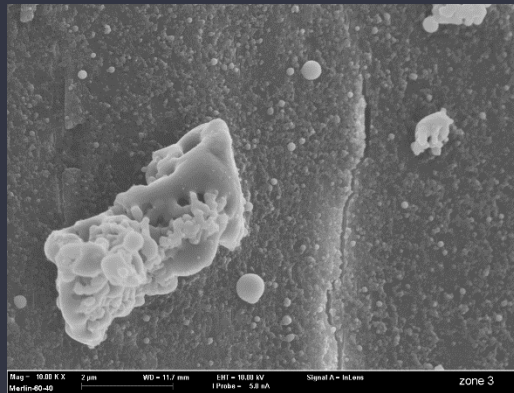
Image MEB-BSE



Spectres EDX

Les défis du MEB pour les matériaux du patrimoine

- il faut prélever et être représentatif de l'objet/monument
- dégâts d'irradiation



Particule de plâtre (gypse) après quelques secondes sous le faisceau électronique

Conclusion

Le MEB est un outil indispensable
pour les sciences du patrimoine

Merci pour votre attention !



Corpus : dépôts collectés par le LRMH (2019-2020)

PRÈS DE L'ORGUE



Banc



Pupitre



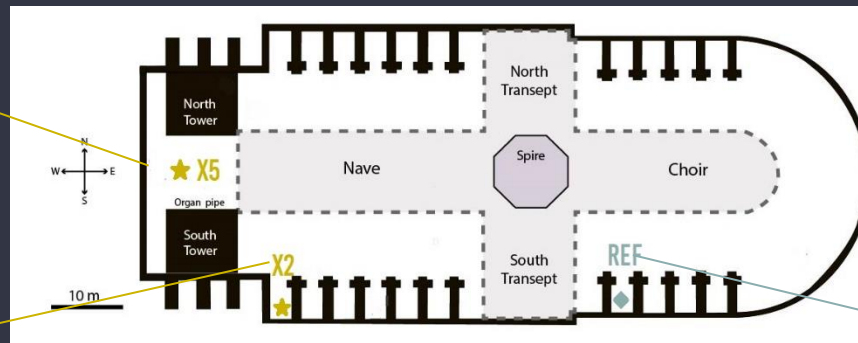
Console



Rampe



Structure



CHAPELLE SAINT ELOI



Tissu



Autel

CHAPELLE DE LA SACRISTIE

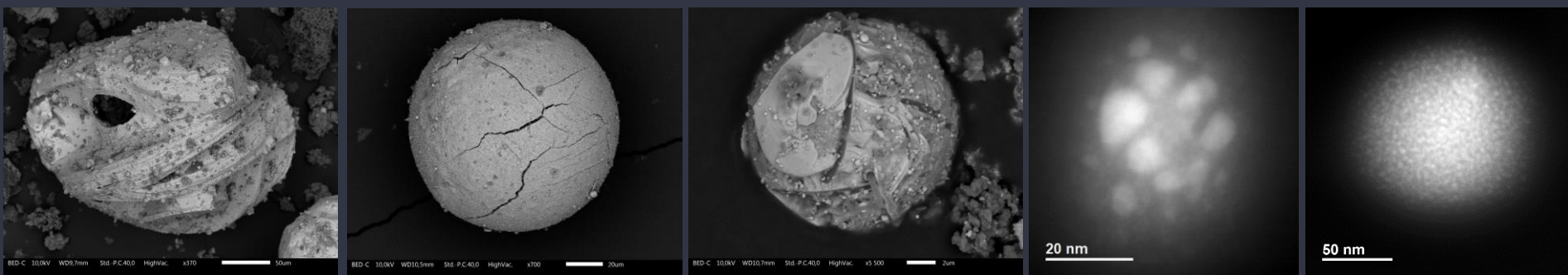


Maçonnerie plafond

REF

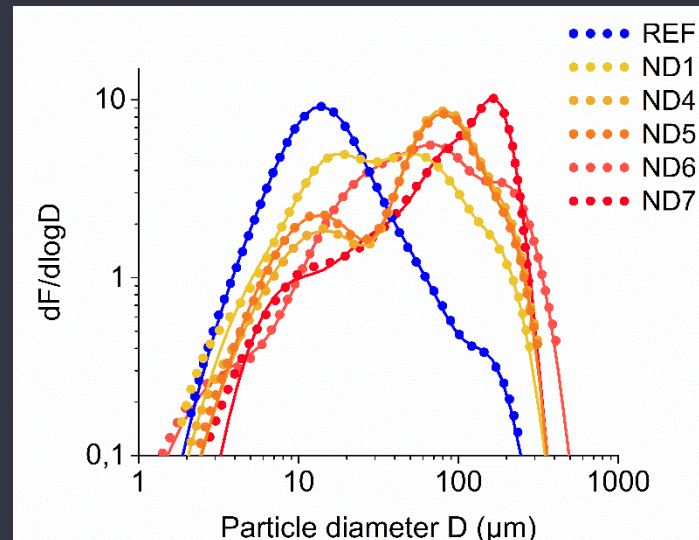
Des particules de 250 μm à 3 nm

Présence de micro-sphères et nano-sphères riches en plomb avec différentes morphologies



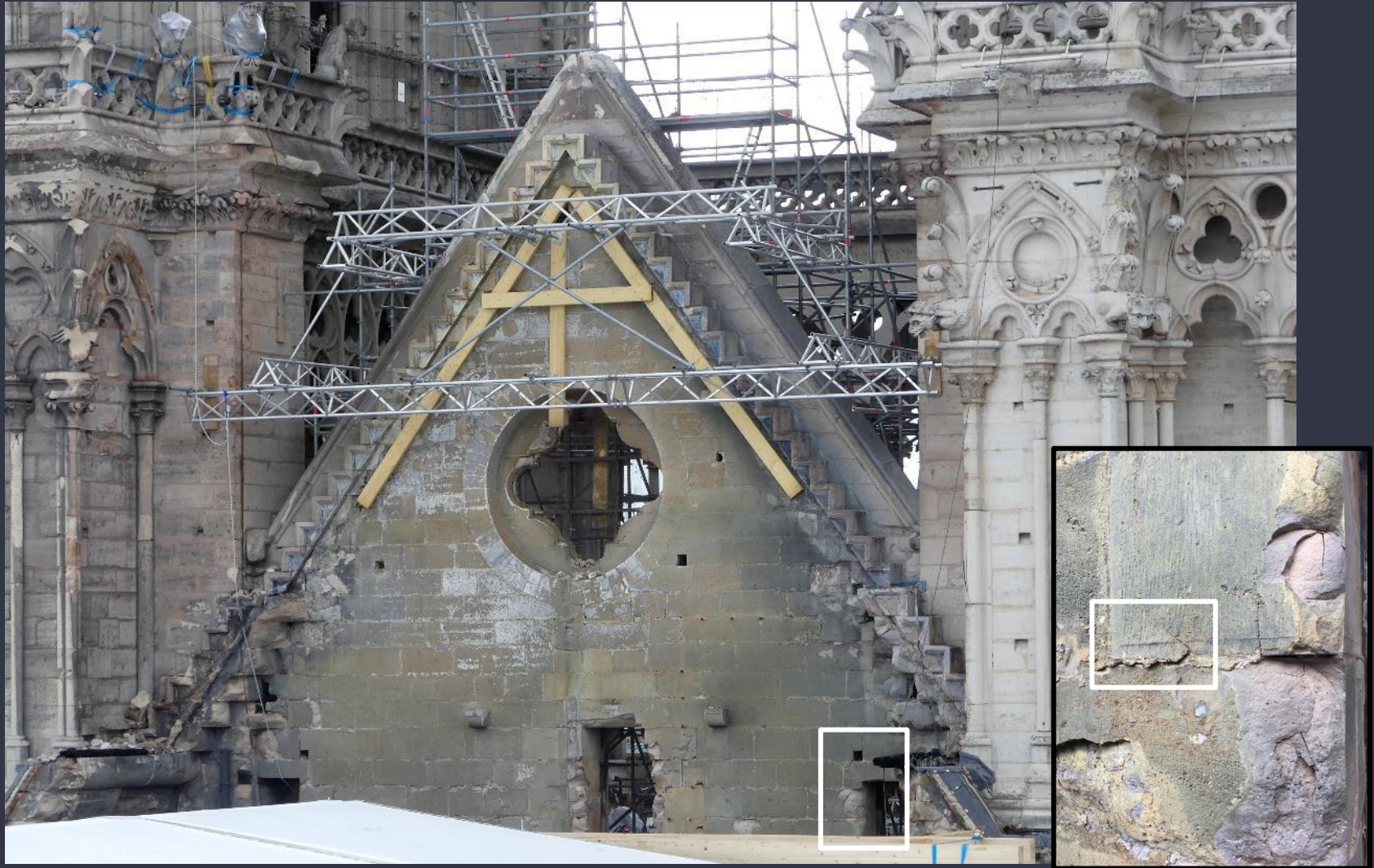
MICRO

NANO



granulométrie des particules

Pierre altérée par le feu collectée par le LRMH (2019)



Pignon ouest, côté intérieur des combles (24 avril 2019)

Morphologie : une stratigraphie d'altération complexe



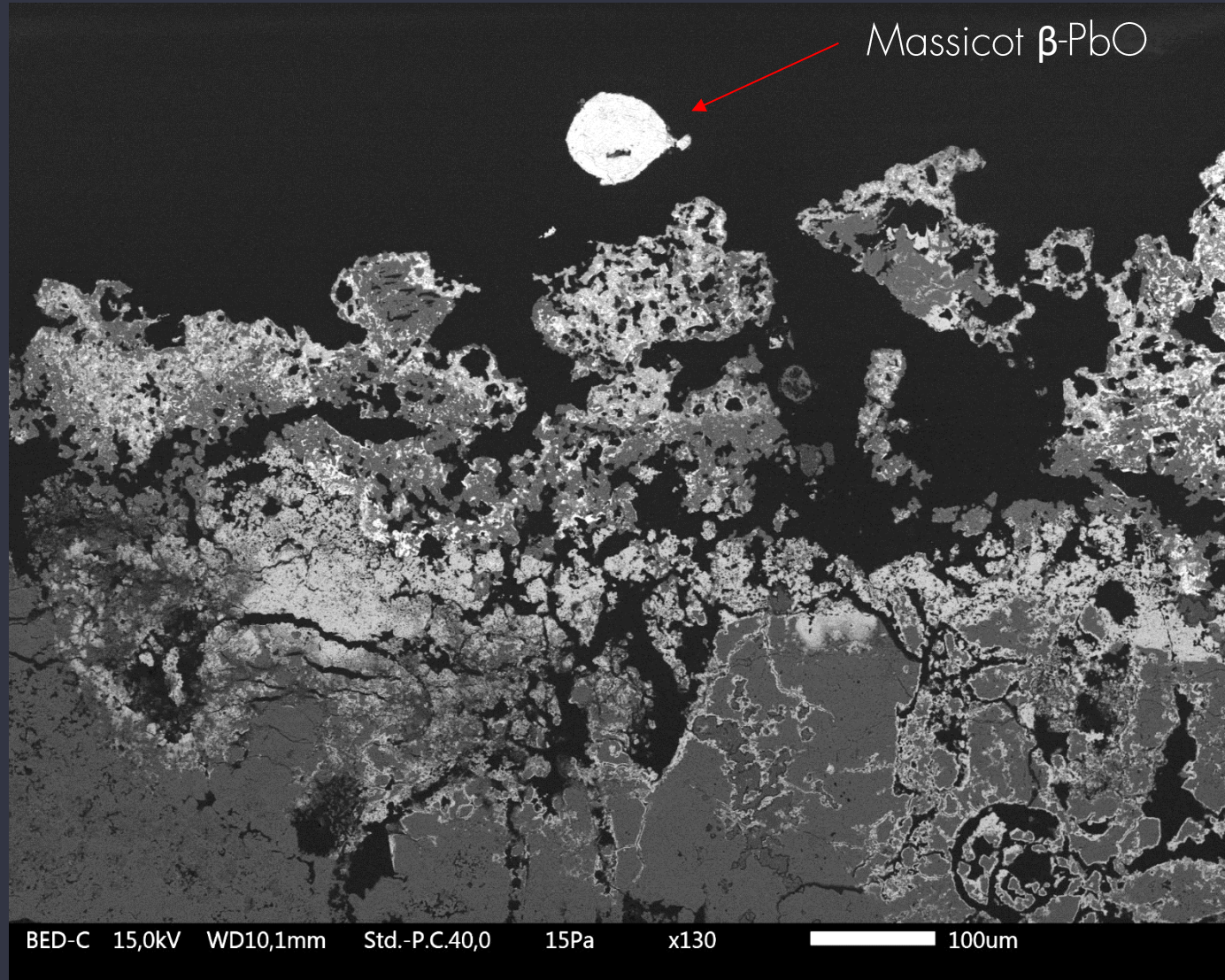
Une stratigraphie complexe :

- Une couche translucide olive (20 μm)
- Une couche jaune (500 μm)
- Une couche blanche (100 μm)
- La pierre noire (brûlée)

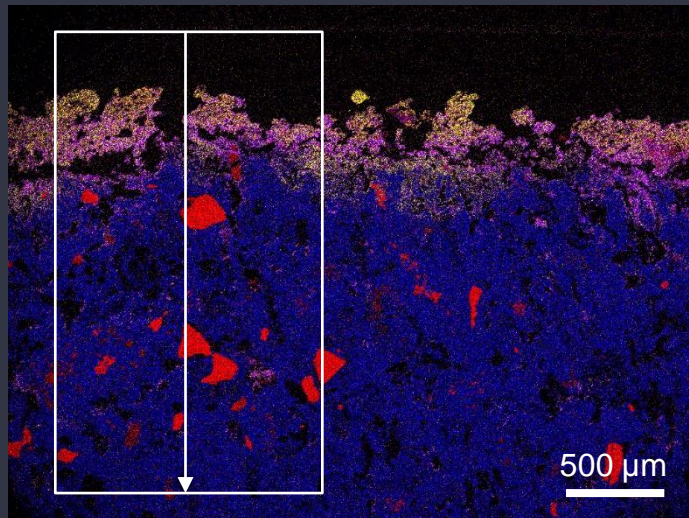
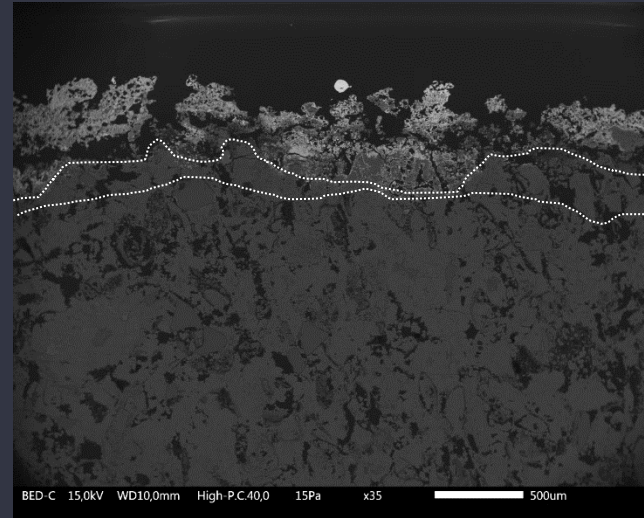
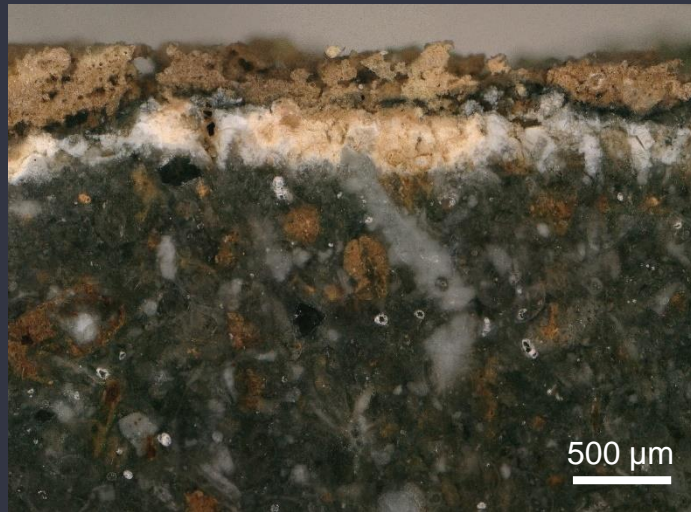
+ inclusions
+ particules déposées dessus

Quelle est chaque couche ? Où est le plomb ?

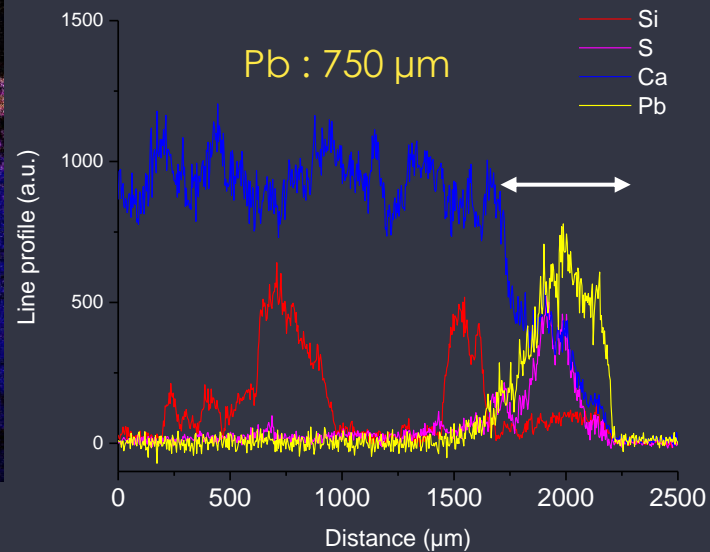
Pénétration du plomb hétérogène à l'échelle micro



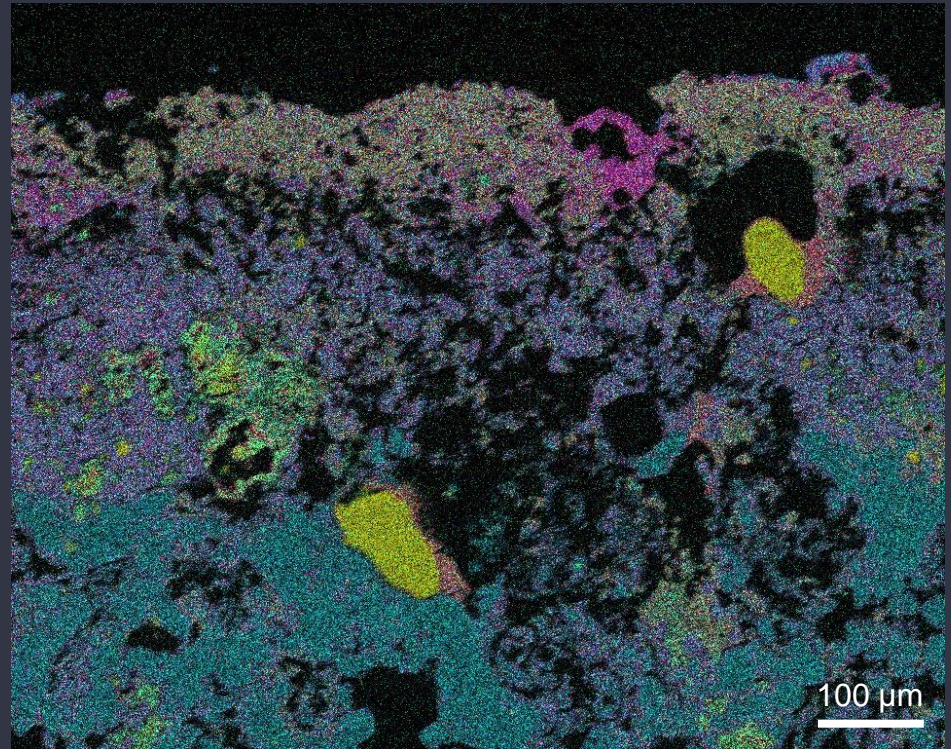
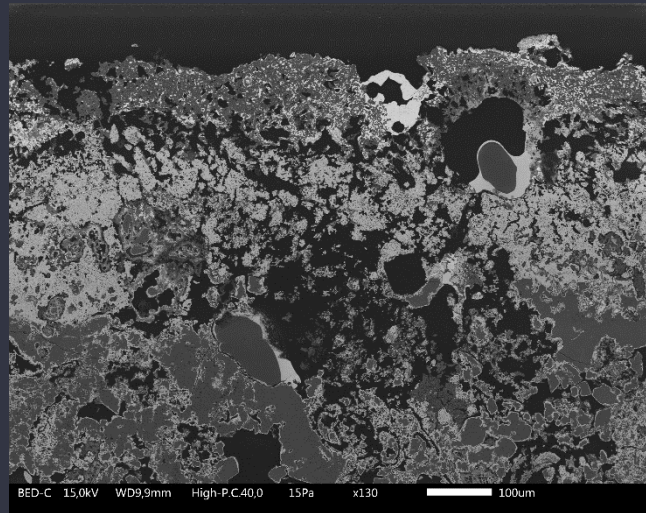
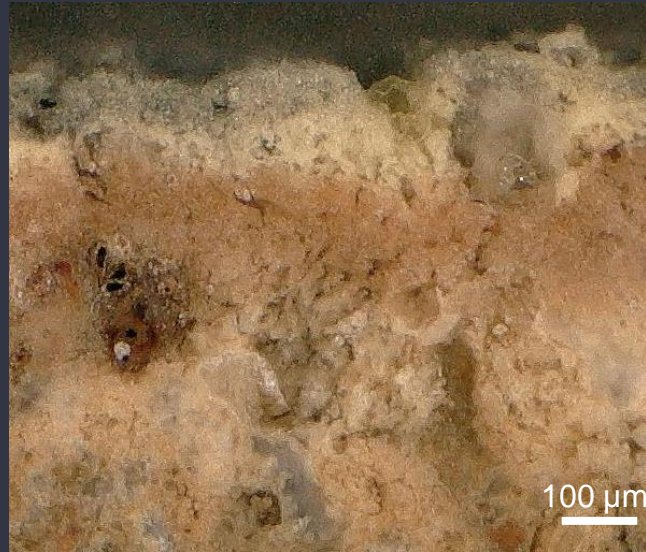
Pénétration du plomb dans la pierre : environ 1 mm



Si S Ca Pb

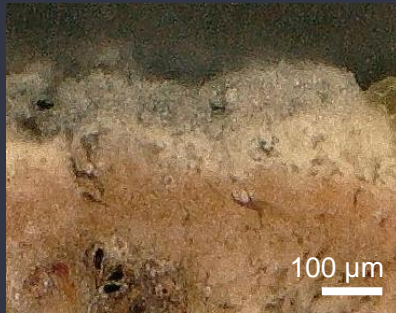


Chimie des couches altérées

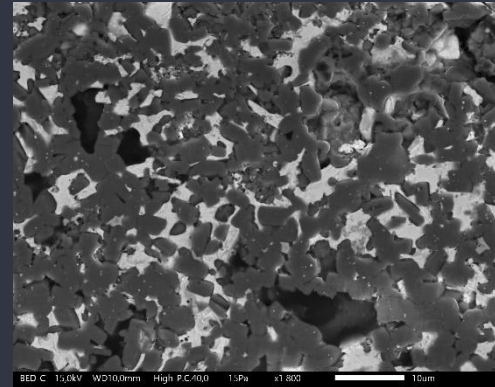


Ca Pb Sn S Si Al Fe

Identification des couches altérées

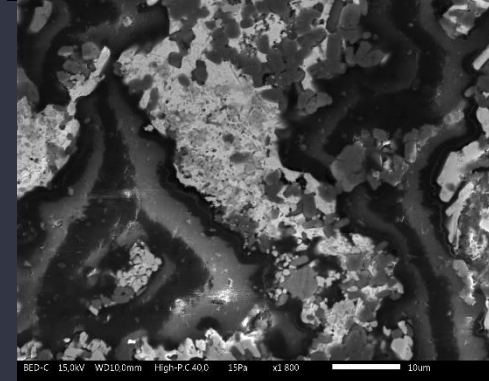


1a



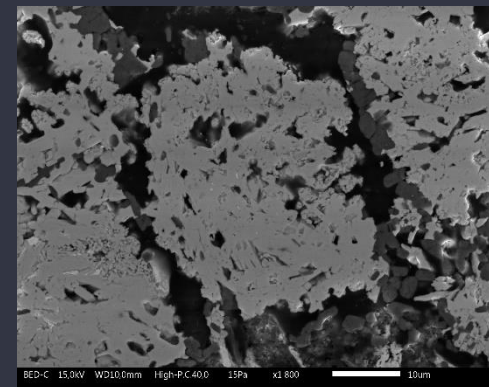
massicot β -PbO
+
anhydrite CaSO_4

1b



massicot β -PbO
+
anhydrite CaSO_4
+
Sn-rich particles

2



Ca_2PbO_4