

# Analyse 3D par microtomographie synchrotron d'échantillons de tableaux

ESTER FERREIRA

Au cours de ses recherches pionnières sur le terrain de l'analyse 3D par microtomographie synchrotron, SIK-ISEA a mis au point une méthode originale et a contribué à accroître nos connaissances des processus de dégradation chimique des couches picturales.

En 2007, le département Technologie de l'art a entrepris d'analyser l'œuvre peinte de jeunesse de Cuno Amiet (1868–1961). Outre ses pratiques d'atelier, ses processus de travail et les matériaux utilisés, les examens effectués portaient sur les changements parfois observables à la surface des tableaux d'Amiet, ainsi que sur les processus chimiques d'altération qui en sont la cause.

Le traitement de questions analytiques complexes exige de prélever des tableaux à des emplacements adéquats de minuscules échantillons. Le diamètre typique d'un tel échantillon est inférieur à 500 micromètres, soit moins qu'un point imprimé du présent texte. La méthode établie pour de telles analyses technologiques prévoit deux types d'approches: les procédés unidimensionnels (p. ex. examens ponctuels) et bidimensionnels (p. ex. production

d'images). Les analyses chimiques ponctuelles permettent de caractériser très précisément la structure d'un échantillon. La deuxième dimension (surface) s'avère toutefois nécessaire pour resituer dans leur contexte d'origine la taille, la forme et la répartition de composantes spécifiques d'un échantillon. A cet effet, le matériel prélevé est intégré dans une surface où il est examiné en coupe, avec un fort grossissement. La combinaison des approches uni- et bidimensionnelle est très précieuse et s'emploie couramment aujourd'hui.

Comme nos investigations concernent des processus très complexes de dégradation, une coupe semblait insuffisante pour indiquer la répartition, la taille et la forme des composantes d'un échantillon<sup>1</sup>. Or, en 2006, l'Institut Paul Scherrer (IPS) de Villigen venait d'autoriser les chercheurs externes à accéder à sa Source de Lumière synchrotron Suisse (SLS), appareil permettant de mener des analyses 3D non destructives par microtomographie synchrotron. Nous avons alors décidé d'accéder à la troisième dimension avec cette méthode encore inconnue dans le domaine de la technologie de l'art. Nous pensions ainsi soutirer aux minuscules échantillons prélevés des informations auxquelles les procédures usuelles d'analyse ne donnent pas accès.

Les particules chargées électriquement émettent de la lumière lorsqu'elles sont contraintes de suivre une trajectoire curviligne. Dans la Source de Lumière synchrotron de l'IPS, les électrons se meuvent quasiment à la vitesse de la lumière sur un circuit de 288 mètres de circonférence. Quelque 350 aimants servent à concentrer le faisceau d'électrons et à lui faire respecter sa trajectoire curviligne, tandis que des cavités accélératrices le maintiennent à une vitesse constante. La lumière synchrotron est rayonnée tangentiellement à la trajectoire. Des chercheurs étudient les propriétés des matériaux les plus divers, à partir de la lumière synchrotron qu'ils génèrent, aux quelque 21 lignes de faisceaux disposées le long du circuit. L'une d'elles, la ligne TOMCAT (Tomographic Microscopy and Coherent Radiology Experiments), offre la possibilité de l'analyse 3D par microtomographie synchrotron (fig. 1).

Pour utiliser un tel appareil à l'Institut Paul Scherrer, il faut soumettre une offre accompagnée d'un plan de recherche et obtenir l'autorisation d'un comité d'experts externe. Les candidats acceptés se voient attribuer des plages horaires, pendant lesquelles ils peuvent utiliser l'appareil en bénéficiant d'un support technique. Notre étude pionnière acceptée et menée avec succès en août 2007, qui nous a permis de réaliser les premières expériences de la microtomographie des échantillons de couleur, a fait l'objet d'un compte rendu dans le rapport annuel 2007 de SIK-ISEA (pp. 76-78). Nous avons formulé par la suite, avec le Prof. Jaap Boon d'Amsterdam, trois nouvelles demandes en vue de la poursuite des travaux. Conformément à nos besoins, l'IPS a mis à disposition son appareil, dont nous avons déjà fait usage dans deux cas. Entre-temps, l'étude pionnière a pris les proportions d'un vaste projet de recherche qui occupera une place importante dans le Focus Project en technologie de l'art «Peinture au début du XX<sup>e</sup> siècle». Une troisième possibilité d'utilisation vient de nous être accordée et nous permettra de progresser dans nos recherches en 2010.

L'expert susmentionné, le Prof. Jaap Boon, est actif à l'Institut pour la physique atomique et moléculaire d'Amsterdam (AMOLF), intégré à la Fondation néerlandaise pour la recherche fondamentale sur les matériaux (FOM). Dans le domaine de la technologie de l'art, il s'est fait connaître à l'occasion de deux programmes de recherche néerlandais consacrés à l'analyse technologique et à la dégradation, au niveau moléculaire, des couleurs utilisées par les artistes du passé<sup>2</sup>. Ces programmes menés entre 1995 et 2006 ont débouché sur de nombreuses thèses et sur une série de publications importantes. La collaboration informelle entamée il y a deux ans avec Jaap Boon, dans le cadre de notre projet d'analyse 3D d'échantillons de tableaux par microtomographie synchrotron, revêtira dès 2010 et jusqu'à la fin du projet la forme d'un engagement à temps partiel réglé par contrat. De cette façon, cet expert continuera de donner



1



2



3

Fig. 1  
Vue extérieure de la ligne de faisceaux TOMCAT  
de la Source de Lumière synchrotron Suisse (SLS),  
à l'Institut Paul Scherrer (IPS), à Villigen.

Fig. 2  
Ester Ferreira, Dr, dans le local de contrôle de  
la ligne de faisceaux.

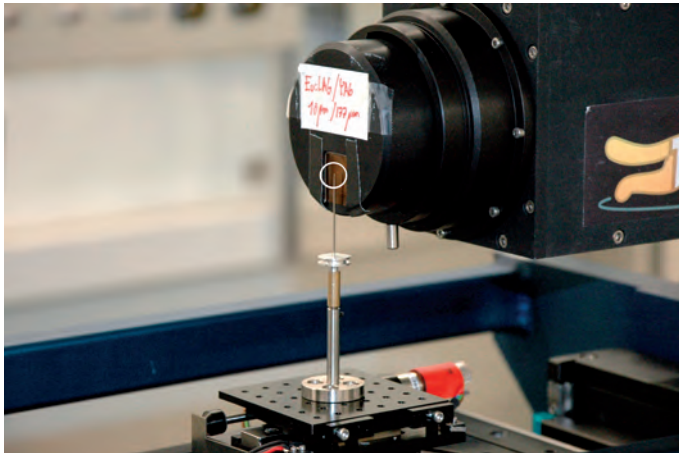
Fig. 3  
Le Prof. Jaap Boon à la ligne de faisceaux.

des impulsions importantes à notre projet de recherche. Nous aurons en outre accès, dans son laboratoire d'Amsterdam, à un appareil spécialement conçu pour le traitement des surfaces des échantillons de matériaux.

Pour les analyses microtomographiques, l'échantillon de matériel est fixé tel quel, sans traitement préalable, sur une pointe d'aiguille (fig. 4). Des radiographies à haute résolution sont réalisées à partir de son rayonnement synchrotron; l'aiguille et l'échantillon sont déplacés d'une fraction de degré après chaque cliché, jusqu'à ce qu'ils aient pivoté de 180°. Les données en 2D sont ensuite intégrées à une image spatiale 3D de l'échantillon complet, qui restitue précisément les différences de densité des matériaux jusqu'à une résolution de 350 nanomètres (0,00035 millimètre). Un logiciel spécial permet non seulement d'observer de tous côtés l'échantillon tomographié, mais aussi d'en analyser l'intérieur en faisant défiler tous les plans de coupe (fig. 8 et 9). L'échantillon d'origine est ensuite manipulé pour la première fois en vue de sa caractérisation chimique. Sa représentation virtuelle sert à ce stade à sélectionner une coupe adéquate, qui pourra être préparée comme coupe transversale. Les résultats des analyses chimiques aideront à leur tour à interpréter l'image tridimensionnelle. La progression de notre travail a peu à peu révélé l'utilité potentielle de l'analyse 3D par microtomographie synchrotron pour comprendre la structure interne des couches picturales et leur processus d'altération. L'exemple suivant permet d'illustrer ce potentiel.

L'analyse portait sur l'apprêt du tableau *Hiver à Oschwand* (1907) de Cuno Amiet (fig. 5). L'apprêt est bien visible sur les bords de la toile tendus sur le châssis, où il n'est pas recouvert de couleur: il est blanc, formé de plusieurs couches, et sa surface présente de nombreuses petites aspérités en relief dont nous supposons qu'elles s'étaient formées dans l'apprêt (fig. 6 et 7). Afin d'en apprendre davantage sur ce phénomène et sur ses conséquences pour la stabilité du tableau, il fallait analyser la composition, la taille et la forme de ces aspérités ainsi que leur répartition sur la couche d'apprêt, en relation avec les fissures apparues et les fibres de la toile. Un échantillon de l'apprêt a donc été prélevé sur le bord gauche de la toile. La microtomographie réalisée à l'IPS a été suivie d'analyses chimiques dans le laboratoire de SIK-ISEA. Il en est ressorti que le liant utilisé est de l'huile, que le pigment colorant est du bicarbonate de plomb basique (blanc de céruse) avec, comme additifs, un peu de sulfate de baryum et de sulfure de zinc (lithopone), ainsi qu'un minéral argileux. Quant à la présence d'agrégats de carboxylate de plomb, aussi appelé savon de plomb, elle résulte selon toute probabilité d'une réaction d'hydrolyse entre le liant à l'huile et le blanc de céruse. De tels savons sont relativement mobiles à l'intérieur d'une couche d'apprêt ou d'une couche de couleur. Comme dans le cas étudié, ils peuvent former des agrégats et migrer vers la surface. La microtomographie X indique ces agrégats, à perméabilité élevée aux rayons X, comme des zones sombres (fig. 9, flèches rouges) et permet ainsi d'en identifier la répartition sur tout l'échantillon. La coloration choisie les souligne optiquement et facilite d'autant les comparaisons entre leur emplacement et les aspérités et microfissures visibles à la surface de l'échantillon (fig. 10 et 11). En l'occurrence, la comparaison a montré que certaines aspérités sont bel et bien des agrégats de savon de soude. Dans l'apprêt analysé, il semble en outre y avoir un lien entre de tels agrégats et les microfissures. Il faudra encore confirmer par de nouvelles investigations l'hypothèse formulée sur la base de ces résultats, à savoir qu'un tel agrégat représente un point faible de la couche picturale, ce qui provoque à son tour l'apparition de fissures.

Nos premiers tests ont montré la possibilité de contraster de façon adéquate et de figurer précisément jusqu'à une taille de 0,35 micromètres, à l'aide de l'analyse 3D par microtomographie synchrotron, les pigments et les matières de charge inorganiques denses, de même que les liants organiques et les produits de la dégradation de plus faible densité. Des tomographies exploitables ont pu être réalisées même pour les échantillons contenant du plomb



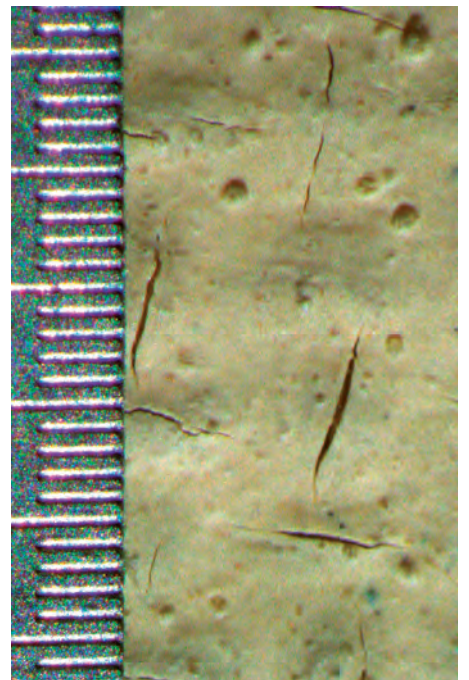
4



5



6



7

Fig. 4  
Echantillon (signalé par un cercle blanc) placé sur un support spécialement réalisé.

Fig. 5  
**Cuno Amiet**, *Hiver à Oschwand*, 1907,  
couleur à l'huile sur toile apprêtée, 60,5 x 54,5 cm  
Propriété privée

Fig. 6  
Détail d'*Hiver à Oschwand* situé dans la moitié gauche. On y distingue tout à gauche le bord apprêté de la toile tendue et clouée sur le châssis, dont provient l'échantillon montré en fig. 7.

Fig. 7  
Détail fortement agrandi de la bordure apprêtée d'*Hiver à Oschwand*. De nombreuses aspérités sont visibles à la surface.  
La plus petite unité de mesure photographiée représente 100 micromètres (1/10 millimètre).  
L'échantillon s'étend sur 10 à 50 micromètres.

– tel celui décrit plus haut – qui exigent une énergie de rayonnement extrêmement élevée (38 keV). Autrement dit, cette méthode permet de localiser certaines composantes ou alors des cavités. En particulier, la forme des agrégats de savon de plomb a pu être représentée et mise en relation spatiale avec les fibres de la toile ou les microfissures. De telles investigations ont permis d'utiles conclusions sur la genèse et la migration de ces savons de plomb, ainsi que sur les conséquences de tels processus pour la stabilité d'un tableau.

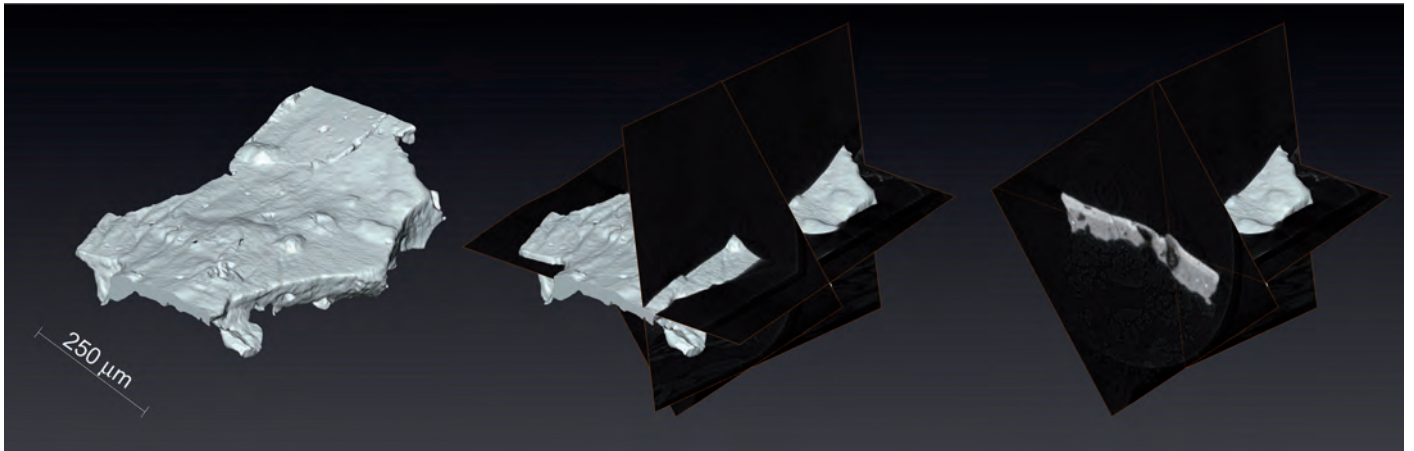
A ce jour, nous avons examiné de cette manière une vingtaine d'échantillons. Certains résultats intermédiaires ont déjà donné lieu à des publications<sup>3</sup>. Les résultats obtenus ont également été présentés lors de divers congrès internationaux dans les domaines de la technologie de l'art, des sciences de la conservation et de l'optique, où ils ont trouvé un écho très favorable<sup>4</sup>. Les milieux de la technologie de l'art et des sciences de la conservation suivent de près l'évolution de ce projet de recherche résolument novateur.

1 Ester S. B. Ferreira, Jaap J. Boon, Jerre van der Horst, Nadim C. Scherrer, Federica Marone et Marco Stambanoni, «3D Synchrotron X-ray Microtomography of Paint Samples», in: *O3A: Optics for Arts, Architecture and Archeology II*, éd. Luca Pezzati et Renzo Salimbeni, Proceedings of SPIE vol. 7391 (SPIE, Bellingham, WA, 2009), 72910L-1.

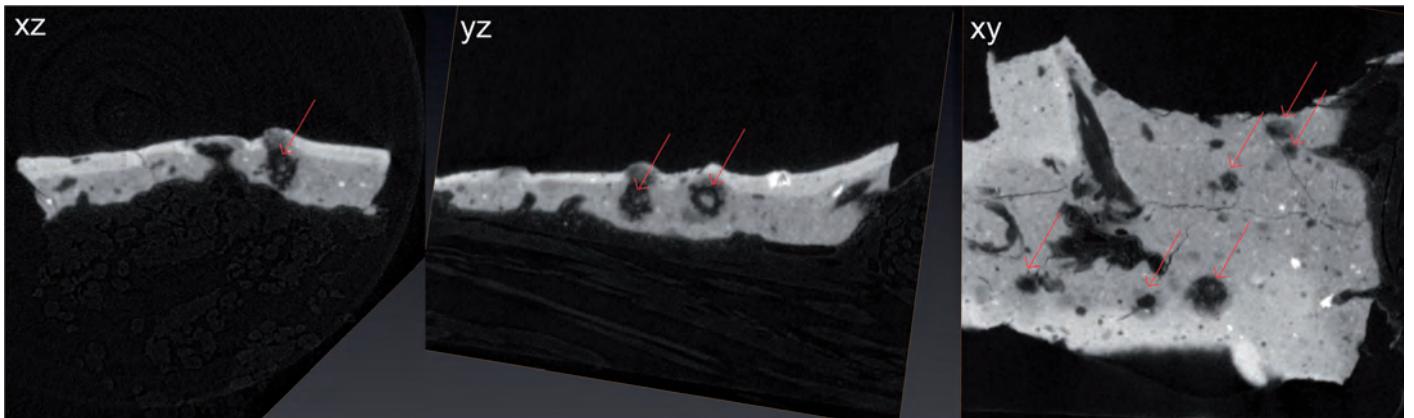
2 Il s'agit des programmes de recherche «MOLART» (1995–2002) et «De Mayerne» (2001–2006) réalisés par l'Organisation néerlandaise pour la recherche scientifique (NWO).

3 Ester S. B. Ferreira et al., 2009 (voir note 1).

4 Congrès *Picture Meeting* de l'Instituut Collectie Nederland (ICN) à Amsterdam (avril 2009); Conférence internationale sur les techniques non destructives et microanalytiques d'analyse du patrimoine artistique et culturel (TECHNART) à Athènes (avril 2009); Congrès international annuel de la *Society of Photographic Instrumentation Engineers (SPIE Europe)* sur le thème *Optics for Arts, Architecture and Archeology (O3A)* à Munich (juin 2009); Symposium interdisciplinaire en microscopie 3D (SSOM) à Interlaken (juillet 2009); Congrès *Studying Old Master Paintings – Technology and Practice* de la National Gallery à Londres (septembre 2009).



8



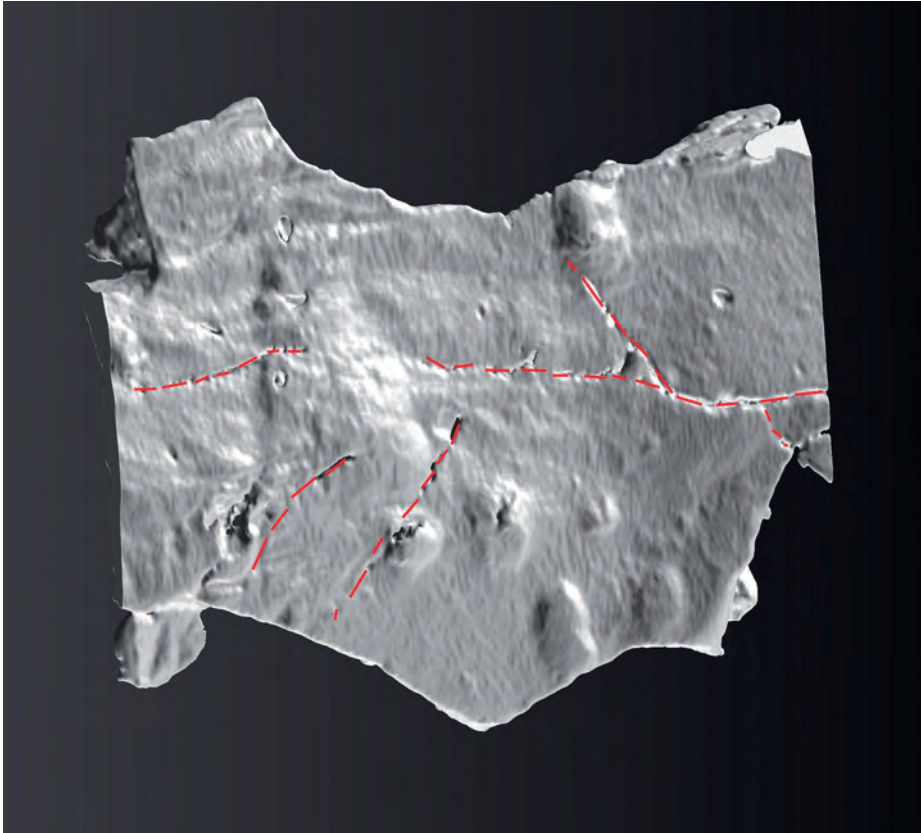
9

Fig. 8  
Image en 3D réalisée par tomographie à rayons X.  
Un logiciel spécial permet d'examiner dans  
tous les plans de coupe l'intérieur de l'échantillon  
enregistré.

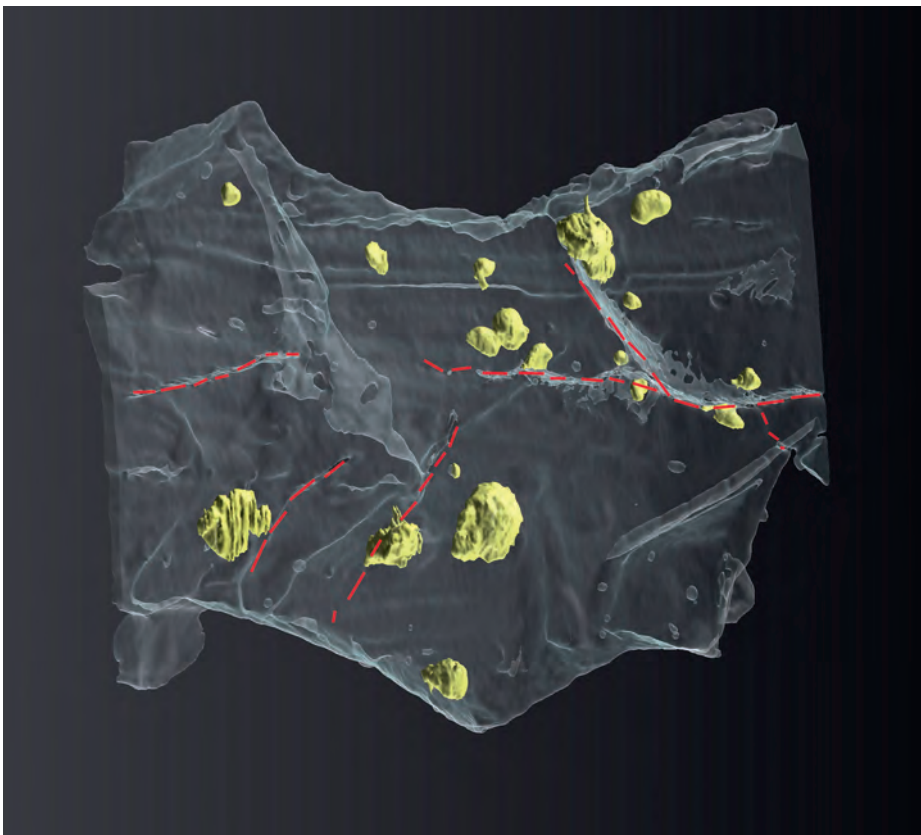
Fig. 9  
Des coupes virtuelles de l'échantillon sont  
possibles dans toutes les directions et sous tous les  
angles. L'illustration figure des coupes dans  
les directions xz, yz et xy, correspondant à celles de  
la fig. 8. On y distingue clairement la présence  
d'agrégats de savon de plomb (flèches rouges).

Fig. 10  
Surface de l'échantillon; les lignes rouges indiquent  
les microfissures de la couche picturale.

Fig. 11  
La coloration des agrégats de savon de plomb  
(en jaune) et des microfissures (en rouge) montre  
leur proximité et laisse supposer que les  
agrégats sont à l'origine des fissures apparues.



10



11