

부여 가탑리유적 토기 · 기와의 산지연구

· 정광용 / 대전보건대학 박물관과 · 김명진* / 한국기초과학지원연구원 동위원소팀
· 오규진** / 충청매장문화재연구원 발굴조사부

A provenance study of roof tiles & potteries using Neutron Activation Analysis from Katap-Ri, the Korea

Kwang-Yong Jung · Myung-Jin Kim · Kuy-Jin Oh

Dept. of Museum, Daejeon health science college 77-3 Gayang2-Dong, Taejon 300-711, Korea

** Isotope Research Team, Korea Basic Science Institute 52 Yeoeun-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-333, Korea*

***Chungcheong Cultural Properties Research Institute, 357-12 Geumhak-dong, Gongju 314-080, Korea*

요약

부여 가탑리 유적에서는 토기와 기와, 그리고 이들의 태토로 추정되는 흙이 발굴되었다. 중성자방사화 분석을 이용하여 이들을 미량성분 분석한 후 다른 유적과 비교하여 유물의 산지를 조사하였다. 또한 추정 태토와 토기 및 기와의 관계를 조사하였다. 통계분석 결과 각 유적은 Ba, Cr, Sc, Yb, Eu, Rb의 6가지 원소들의 미량성분 차이에 의해 서로 구분되었으며, 유적의 산지가 서로 구분될 확률은 93.2%로 매우 높게 나타났다. 또한 가탑리 유적에서 채취한 태토시료는 96.3%의 높은 확률로 토기 및 기와 유물의 원료가 아님이 밝혀졌다.

ABSTRACT In Katap-ri, South Korea, potteries and roof tiles are excavated with the assumed raw materials. Using NAA, the provenance of these cultural remains was examined among the neighboring others, and the correlation the assumed raw materials with potteries and roof tiles also was examined. From the results of statistics it is concluded that this cultural site is distinguished from others by several trace elements, Ba, Cr, Sc, Yb, Eu, and Rb with 93.2 % accuracy. Also it turned out that the assumed raw materials wasn't related to potteries and roof tiles with 96.3 % accuracy.

1. 머리말

산지연구(Provenance study)는 고대 물자의 분포와 이동에 관한 공간적 범위를 설정하려는 연구이다. 그러므로 산지연구는 생산·분배·교역(Exchange) 등에 참여하는 인간행위의 직접적인 증거를 찾고, 인간과 사회집단 내의 경제적·사회적 필요성에 의하여 분배하고 교역하는 상호작용을 이해함을 목적으로 한다[1][2].

도·토기 및 기와 제작의 주원료인 점토는 암석의 풍화로 생성된다. 암석은 그 지역의 지반에 대한 지구화학적 특성을 내포하고 있으며 풍화로 인해 점토가 된 후에도 이 화학적 특성은 여전히 유지된다. 그러므로 점토의 지구화학적 특성 차이는 곧 지역차를 반영하며 이를 이용해 유물의 산지를 추정할 수 있다.

본 연구는 부여 가탑리 유적과 비교 대상 유적들에서 출토된 토기편들과 기와편들을 중성자방사화분석(Neutron activation analysis: NAA)하고, 이로부터 결정된 미량성분 원소들에 대한 통계처리¹⁾를 통하여 유물의 산지를 밝히는데 그 목적이 있다[3]. 또한 부여 가탑리 유적에서 채집한 태토를 토기·기와 유물들과 비교하여 유물의 원료산지를 고찰해 보고자 한다.

2. 가탑리 유적

충남 부여군 부여읍 가탑리 유적은 부여-논산간 국도 4호선 확·포장공사와 관련하여 왕포리 유적과 함께 2001년 (재)충청매장문화재연구원에 의해 발굴 조사되었다. 발굴조사 결과 백제시대 사비기로 추정되는 수전 일부와 고상가옥, 성격 미상의 구시설, 고려시대의 와요지 및 부속시설로 추정되는 수혈유구들이 확인되었다.

조사구역이 협소하여 수전의 전체적인 양상은 파악되지 않았으나 논바닥에서 백제시대의 유물이 출토되어 백제시대 사비기에 조성 및 이용되고 동시대에 폐기된 것으로 추정된다.

조사구역 중앙부에 집중적으로 분포된 고상가옥 주혈·수혈유구들과 수전의 관계는 층위적 측면에서 적극적 증거가 없어 추후 면밀한 검토가 요구된다[4].

1) 중성자방사화분석법으로 결정된 미량성분 원소들에 대한 통계처리는 SPSS(Statistical Package for the Social Science) for Windows(Ver. 10.0)을 이용하였다.

3. 시료 및 방법

3-1 중성자방사화 분석

부여 가탑리 유적에서 14종의 토기 및 기와시료와 12개의 태토시료, 공주 안영리 유적에서 19종의 토기시료, 진도 용장성·완도 법화사지 유적에서 20종의 기와시료, 청도 토기가마터 유적에서 12종의 시료, 그리고 청양 기와가마터 유적에서 8종의 시료 총 85종의 시료를 중성자방사화 분석하였다.

시료의 분석을 위해 표면을 탈이온수(deionized water)로 깨끗이 세척한 다음 건조기 내에서 100°C로 24시간 건조한 후 텅스텐카바이드 드릴 등을 이용하여 오염된 외부 면을 제거하였다. 시료의 대표성과 균질도를 높이기 위하여 막자사발을 사용하여 분쇄하고, 100mesh 이하의 분말을 취하였다. 약 100mg의 시료분말을 잘 세척된 폴리에틸렌 용기에 넣고 밀봉한 후 단일비교체로써 함량을 알고 있는 Co 약 100mg을 같은 종류의 용기에 넣고 밀봉하였다.

준비된 시료분말을 한국원자력연구소의 연구용 원자로인 HANARO에서 표준시료(SRM)와 함께 1시간동안 조사시켰다. 특성감마선 계측시 중성자 간섭으로 인하여 함께 나타나는 피크를 제외한 후 검출효율이 좋으며 피크 면적이 높게 나타나는 핵종들 중 17개의 핵종을 선택하여 분석에 이용하였다[5-7]. 중성자조사 및 방사능 계측조건 그리고 해당조건에서 분석되어진 원소들을 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Analytical condition used for the analysis of archaeological samples

Irradiation facility	Neutron flux (n/cm ² · sec)	Sample weight	Irradiation time	Cooling time	Counting time	Elements detected
PTS	1.7×10 ¹⁸	100mg	1 hr	5~10 days	2000 s	Ca, K, Na, La, Sm
PTS	1.7×10 ¹⁸	100mg	1 hr	15~20 days	4000 s	Ba, Ce, Co, Cs, Cr, Eu, Fe, Hf, Rb, Sc, Lu, Yb

3-2 통계분석

중성자방사화 분석을 통해 얻어진 미량성분 원소 값들로부터 각 유물의 산지를 결정하는 방법은 판별분석을 통해 이루어진다. 판별분석은 일반적으로 두 가지 목적으로 사용

2) 각 유적의 행정구역상 명칭은 충청남도 부여군 부여읍 가탑리 유적, 충청남도 공주시 탄천면 안영리 유적, 전라남도 진도군 진도 용장성 유적, 전라남도 완도군 완도 법화사지 유적, 경상북도 청도군 각남면 토기가마터 유적, 충청남도 청양군 관현리 기와가마터 유적이다.

된다. 첫째는 각 유물들의 미량성분 원소 값들로부터 유적을 가장 잘 변별하는 독립변수 (Independent variable)인 원소를 파악하는 기술적 판별분석(descriptive discriminant analysis)이고, 둘째는 관련 유적이 불명확한 유물에 대하여 소속 유적을 예측하는 예언적 판별분석(predictive discriminant analysis)이다. 판별분석의 유의성 검증은 산출된 판별함수가 통계적으로 얼마나 유의미한가를 검증하는 것으로 정준상관계수(canonical discriminant function coefficient), Wilks' Lambda, 고유값(eigenvalue), χ^2 값을 이용한다.

일반적인 판별함수식은 다음과 같이 나타내지며,

$$Z_j = B_{0j} + \sum B_{ij} \cdot X_{ij}$$

Z는 판별점수, B_{0j} 는 상수, B_{ij} 는 판별계수 그리고 X는 독립변수를 의미한다.

통계적으로 유의미한 판별함수의 수는 집단수-1 또는 사용된 예측변수의 수와 같이 나오는데 이 중 작은 값을 선택한다. 이들 판별함수 중에 첫 번째와 두 번째 판별함수가 집단을 가장 잘 구분하고 나머지 판별함수는 집단을 구분하는데 거의 부가적인 정보를 제공하지 못하는 것이 보통이다[8].

4. 결과 및 고찰

도·토기, 기와의 원료인 점토는 Si, Al, Fe, Ca, K, Na, Mg 등의 원소가 주성분을 이루고 있다. 이 실험에서 정량 분석한 Ca, K, Na, Fe 원소들은 함량분포의 범위가 서로 겹치는 것들이 많고 변수내 분산이 개개의 정량 값의 분산보다 작아 유물의 산지를 구분하는 특성원소로 적합하지 않으므로 통계분석시 제외하였다[9]. 진도 용장성·완도 법화 사지 유적의 21번 시료의 Ba 값은 평균값보다 10배 이상 크게 측정되어 잘못된 값으로 판단하고 통계분석시 평균값으로 대체하였다. 분석시료에 대한 고고학적인 명칭, 중성자

Table 2 Relations between each cultural site and predicted classification group

(%)	Site	Predicted Group Membership					Total
		Chungdo	Chungyang	Jindo & Wando	Anyung-Ri	Gatap-Ri	
original	Chungdo	91.7	0	8.3	0	0	100
group	Chungyang	0	87.5	0	0	12.5	100
member	Jindo & Wando	0	0	100	0	0	100
-ship	Anyung-Ri	0	5.0	0	90	5.0	100
	Gatap-Ri	0	0	0	7.1	92.9	100

방사화 분석으로 구한 각 원소의 함량 등을 Table 2에 요약하였다. 이들 중 [Co : Lu], [Ce : Sc], [La : Sm]과 [Lu : Yb]의 원소들은 변수들 간의 선형성 정도를 나타내는 피어슨 상관계수(Pearson correlation coefficients)가 0.6 이상으로 서로간의 높은 선형 상관관계가 있음을 알 수 있었다.

각 유적의 산지를 구분하기 위한 판별분석은 유적의 산지가 서로 독립된 개별 장소임을 가정하고 수행하였다. Ba, Cr, Sc, Yb, Eu, Rb의 6가지 원소들은 유적의 산지를 유의미하게 구분하는 원소들이었으며, 단계별 Lambda 값을 사용하여 예측 원소들의 추가에 따른 설명 증가율을 조사한 결과[3] Ba는 49.9%로 유적의 산지를 결정하는 가장 중요한 원소였다. 각 유적과 예상 집단 사이의 관계는 판별함수들(Fisher's linear discriminant functions)로부터 산출되는 판별점수로 결정되며 이를 Table 3에 정리하였다. 이들 판별함수가 각 유적의 산지를 정확히 분류할 확률은 93.2%이다. Fig. 1은 판별함수 1과 2에 대하여 이들 유적들의 산포도를 그린 것이다.

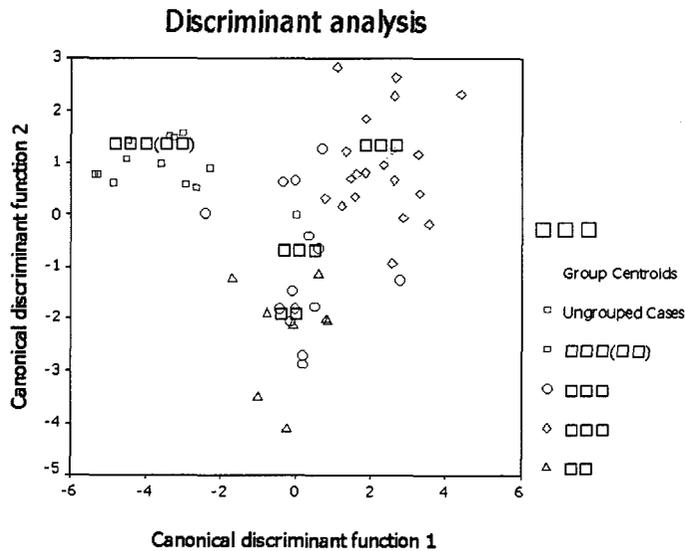


Fig. 1. Discriminant analysis result of each cultural sites : Anyung-Ri at Kongju, Yongjansung at Jindo and Bubhwasu at Wando, pottery site at Chungdo, roof tiles site at Chungyang, and Gatap-Ri at Buyeo. The possibility of each sites being separated is of 93.2%.

Table 3. Relations between each cultural site and predicted classification group

(%)	Site	Predicted Group Membership				Total
		Chungyang	Anyung-Ri	Gatap-Ri	Gatap-Ri (soil samples)	
original	Chungyang	100	0	0	0	100
group	Anyung-Ri	0	100	0	0	100
member	Gatap-Ri	0	7.1	85.7	7.2	100
-ship	Gatap-Ri (soil samples)	0	0	0	100	100

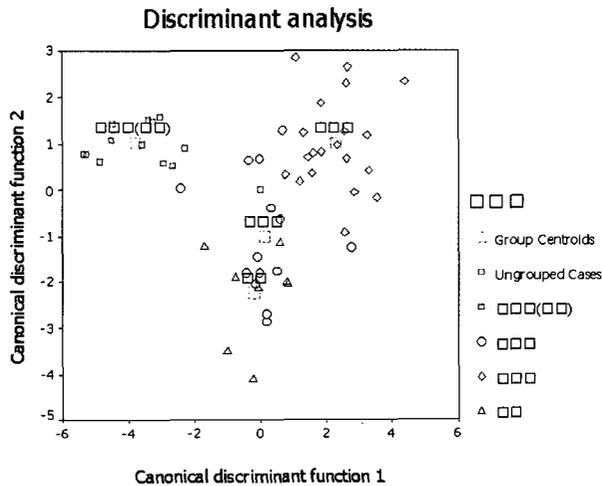


Fig. 2. Discriminant analysis result of each cultural sites containing soil samples : Gatap-Ri at Buyeo, soil samples of Gatap-Ri, Anyung-Ri at Kongju, roof tiles site at Chungyang. The possibility of each sites being separated is of 96.3%.

부여 가탑리 유적에서 채취한 태토 시료가 토기 및 기와시료의 원료인지 파악하기 위한 판별분석은 이 두 시료가 서로 관련이 없음을 가정하고 청양 기와가마터 유적과 공주 안영리 유적과 함께 수행되었다. Sc, Ba, Ce, Rb, Eu은 각 유적들과 태토를 구분하는 유의미한 원소들이었으며, Sc의 설명증가율은 52.7%로 가장 중요한 원소였다. 판별함수들(Fisher's linear discriminant functions)로부터 산출되는 판별점수로 결정되는 이들 유적과 태토 사이의 관계를 Table 4에 정리하였으며, 이들 판별함수가 각 유적의 산지를

정확히 분류할 확률은 96.3%이다. Fig. 2는 판별함수 1과 2에 대하여 이들 유적들과 태토의 산포도를 그린 것이다.

5. 맺음말

본 산지연구는 부여 가탑리 유적에서 출토된 토기편과 기와편들의 산지를 다른 유적들과 비교·고찰하기 위해 시도되었다. 또한 이 유적에서 채취한 태토시료와 토기 및 기와시료들의 관계를 파악하는데 목적이 있다.

판별분석 결과 각 유적은 Ba, Cr, Sc, Yb, Eu, Rb의 6가지 원소들의 미량성분 차이에 의해 서로 구분되었으며, 유적의 산지가 서로 구분될 확률은 93.2%로 매우 높게 나타났다.

또한 가탑리 유적에서 채취한 태토시료는 96.3%의 높은 확률로 토기 및 기와 유물의 원료가 아님이 밝혀졌다. 그러므로 부여 가탑리 유적에서 출토된 토기와 기와들은 유적의 구성원들에 의해 독립적으로 생산·사용되었고, 원료인 점토는 다른 장소에서 채취하여 운반·사용하였을 가능성이 매우 높다.

참고 문헌

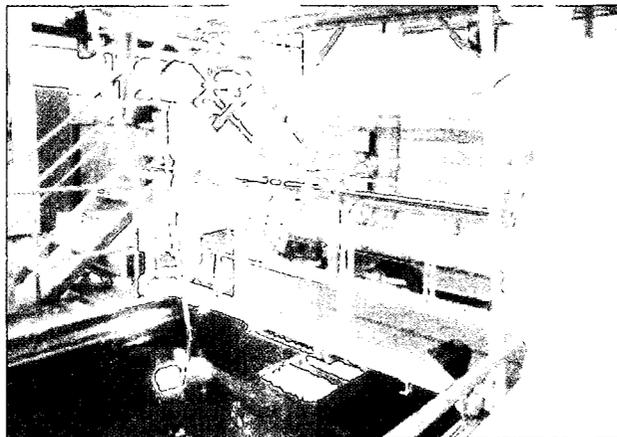
- [1] T. K. Earle, "Prehistoric Economics and the Archaeology of Exchange", Academic Press, London, 1982.
- [2] 최몽룡, 신숙정, 이동영, "고고학과 자연과학", pp 101-109, 서울대학교출판부, 서울, 1996.
- [3] K.Y. Chung, M.J. Kim, Analytical Science and Technology, 14, 476-485, 2001.
- [4] (재)충청매장문화재연구원, "부여-논산간 국도 4호선 확·포장공사 구간내 부여 가탑리·왕포리 유적", (재)충청매장문화재연구원, 2001.
- [5] L.A. Currie, Anal. Chem., 40, 586 (1968).
- [6] KAERI/NAA, Power-NAA Operation Manual (1999) ; The Unified Software Program for NAA, V.2, Reg.00-01-12-2395 (2000).
- [7] G. Erdtman, Neutron Activation Tables, vol. 6, New York(1976) ; IAEA, Handbook on Nuclear Activation Analysis Data, IAEA Tec. Rep. No. 273(1987) ; Michael D. Glascock, Tables for Neutron Activation Analysis, 4th ed., University of Missouri (1996).
- [8] 양병화, "다변량 자료분석의 이해와 활용", pp. 133-139, 학지사, 서울, 1998.
- [9] A. B. Poole and L. R. Finch, Archaeometry, 14, (1972).

Conservation, restauration, désinfection d'objets archéologiques ou ethnologiques en matériaux organiques (bois, cuir, composites bois/métal...) secs ou humides au laboratoire ARC-NUCLEART

Jacques DUCHENE,
directeur du laboratoire ARC-NUCLEART, Grenoble (France)

Sommaire

- 1 - Présentation du réseau français des laboratoires et des ateliers de conservation-restauration du patrimoine culturel.
- 2 - Les missions du laboratoire ARC-NUCLEART - Les techniques utilisées pour la conservation du patrimoine culturel :
 - séchage, consolidation et restauration d'objets en bois et cuir gorgés d'eau provenant de fouilles archéologiques terrestres et subaquatiques,
 - désinfection et consolidation de biens culturels en bois (statuaire, mobilier, parquets historiques,...),
 - restauration de biens culturels en cuir.
- 3 - Les moyens du laboratoire
- 4 - Les projets de Recherche en cours sur la caractérisation de l'état de dégradation des matériaux et sur les méthodes de conservation du bois et du cuir archéologique
- 5 - Exemples de traitements de conservation-restauration de biens culturels à ARC-NUCLEART



Installation d'irradiation gamma ARC Nucl_art

1 – Présentation du réseau français des laboratoires et des ateliers de conservation–restauration du patrimoine culturel et du programme national de recherche sur le Patrimoine culturel.

Les acteurs français de la conservation–restauration

En France la Recherche sur la conservation du patrimoine culturel est effectuée par différents laboratoires. Il existe trois laboratoires centraux de recherche sur la conservation du patrimoine : le Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF), le laboratoire de Recherche des Monuments Historiques (LRMH), qui relèvent du ministère de la culture et le Centre de Recherche pour la Conservation des Documents Graphiques (CRCDG), qui relève du ministère de la culture et du ministère de l'Éducation. De plus, Il existe en France une vingtaine de centres régionaux de restauration, d'intérêt public, qui interviennent sur les collections publiques sous le contrôle de la direction des musées de France. L'ensemble de ces ateliers, dont certains ont une capacité interne de recherche scientifique sur l'analyse et les techniques de conservation, constitue le réseau national des ateliers de conservation–restauration.

Une large majorité de ces centres a une vocation archéologique et traite les différents matériaux qui proviennent des fouilles archéologiques : céramique, métal, mosaïque, verre, matériaux organiques (bois, cuir,...), peinture murale, d'autres interviennent dans le domaine des beaux-arts : peinture et art graphique, sculpture, textile,...

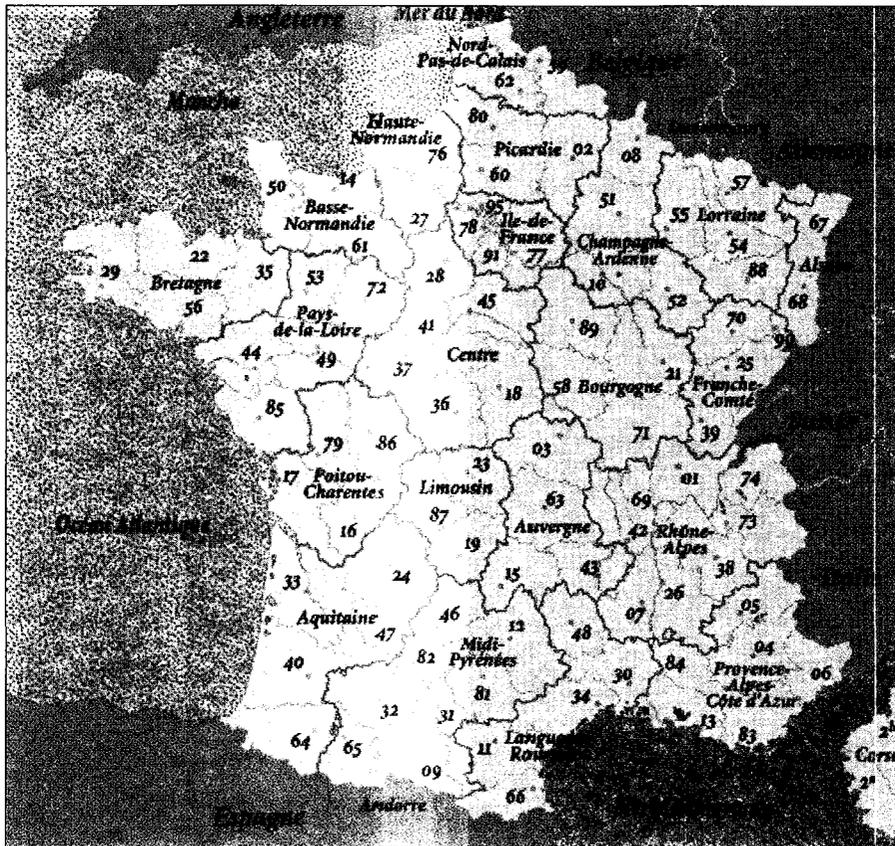
Les laboratoires patrimoniaux, centraux ou régionaux, assurent différentes missions. Certaines relèvent de l'assistance scientifique aux conservateurs et aux restaurateurs, d'autres de recherches propres à chaque laboratoire.

Le ministère de la culture va créer, début 2003, un programme national de recherche sur le Patrimoine culturel pour coordonner les actions de recherche en conservation pour l'ensemble des acteurs français.

Les enjeux majeurs des recherches sur le Patrimoine culturel s'organisent autour des quatre thématiques suivantes :

- la connaissance des matériaux,
- l'impact de l'environnement sur la dégradation et la conservation du Patrimoine culturel,

Réseau national des ateliers de restauration du patrimoine culturel



matériaux traités

- | | | | |
|---|---------------------------------------|---|-----------------------------|
|  | peinture de chevalet, peinture murale |  | matériaux organiques /bois |
|  | métal archéologique |  | matériaux organiques /métal |
|  | Céramique |  | textiles |
|  | métal archéologique et céramique |  | mosaïque |

- la compréhension des processus d'altération et leur incidence sur les choix de produits et les méthodes de conservation,
- la mise au point des techniques et des méthodes en conservation.

2 – Missions du Laboratoire ARC- NUCLEART et techniques mises en oeuvre

Au sein du réseau français des laboratoires de conservation-restauration du patrimoine, le groupement d'intérêt public ARC- NUCLEART a pour mission de réaliser des traitements de conservation, restauration, désinfection de biens culturels et de collections archéologiques ou ethnographiques en matériaux organiques secs ou humides (bois, cuirs...). Pour cela, il met en oeuvre des techniques telles que le rayonnement gamma pour la désinfection ou la consolidation des oeuvres, l'imprégnation par des résines, dont certaines sont polymérisées par rayonnement gamma, des traitements de séchage d'objets archéologiques en bois et en cuir par lyophilisation.

Conservation, restauration, désinfection d'objets archéologiques ou ethnologiques en matériaux organiques secs ou humides

Durant les années 80-90, le laboratoire a renforcé son expertise et ses domaines de compétences selon cinq axes:

- le prélèvement sur site de vestiges archéologiques de grandes dimensions et la réalisation de supports muséographiques adaptés. ARC- NUCLEART intervient sur les collections depuis le site de fouille archéologique jusqu'au musée.

(exemples : prélèvement d'une noria romaine à Ostia Antica, de bateaux antiques à Pise d'une sépulture gauloise à Besançon)

- la mise au point et le démarrage d'un procédé innovant d'imprégnation par atomisation de PEG

(exemple : traitement de conservation d'une embarcation greco-romaine de Marseille)

- Le traitement des cuirs secs historiques

(exemple : restauration d'une tenture en cuir doré de Lunéville)

- la densification de parquets anciens par imprégnation de résine polyester polymérisée par le rayonnement gamma.

(exemple : traitement du parquet de l'ancien évêché de Viviers en Ardèche)
- l'ouverture à l'international: participation active à des congrès internationaux (ICOM-CC), à des projets européens en Italie, Espagne, Portugal et en Suisse.

2-1 Désinfection des biens culturels (matériaux organiques) par exposition au rayonnement gamma



Momie du pharaon Ramsés II désinfectée par rayonnement gamma

Le laboratoire Nucléart met en œuvre une application du rayonnement gamma pour la conservation du patrimoine : la désinfection des biens culturels.

Dans ce cas, on utilise une propriété du rayonnement gamma : celle de détruire les micro-organismes vivants en créant des lésions irréversibles sur les molécules d'ADN.

C'est d'ailleurs la propriété utilisée en médecine nucléaire pour la radiothérapie.

En effet, le grand pouvoir de pénétration du rayonnement gamma, largement utilisé pour la stérilisation de matériel médical car il permet de stériliser les pièces dans leur emballage étanche et ainsi de les conserver jusqu'à leur emploi, est également mis à profit pour la conservation du patrimoine culturel.

Un exemple emblématique pour le laboratoire Nucléart a été le traitement de la momie du pharaon Ramsès II. Le laboratoire du Muséum avait en effet mis en évidence les causes de la dégradation de la momie : il s'agissait d'une pourriture résultant du développement de moisissures. C'est à la suite d'une thèse de doctorat sur les propriétés fongicides du rayonnement gamma que le programme d'irradiation de la momie de Ramsès II a été défini en 1977, après avoir étudié au préalable l'innocuité de la dose employée (18 KGray) sur des cheveux, des dents, des fragments de bandelettes,...

La désinfection des œuvres d'art par exposition au rayonnement gamma est une méthode d'usage courant à ARC Nucléart, elle est utilisée au Laboratoire depuis 30 ans pour désinsectiser des statues en bois, des meubles, mais aussi des collections ethnographiques qui proviennent le plus souvent des réserves des musées.

La désinfection par rayonnement gamma

La désinfection des objets par le rayonnement gamma, qui ne dure que quelques heures, est actuellement la seule technique vraiment efficace pour détruire les insectes et tous les autres microorganismes.

Les doses de rayonnement gamma utilisées couramment dépendent de l'organisme à détruire:

Sterilisation d'insectes xylophages : 500 Gray (travaux de Bletchy - 1962)

Destruction d'insectes xylophages : 1.5 KGray.

Arrêt de la croissance de certains champignons : 2 KGray (Pour des concentrations de spores élevées, il faut aller jusqu'à 7 KGray)

La couleur des bois polychromes n'est pas altérée jusqu'à 1.4 KGray, de même que la cellulose du papier. Le bois sec non imprégné ne subit aucune modification jusqu'à 10 KGray, alors que pour le bois imprégné la dose peut être beaucoup plus importante.

En pratique pour une source de Cobalt 60 dont l'activité est de 30 000 curies, les temps d'irradiation pour une désinsectisation et pour une désinfection fongicide sont respectivement de l'ordre de 1 heure (pour 500 Gray) et de 6 heures (pour 3 KGray).

Ce procédé utilisant le rayonnement gamma, bien que très efficace et rapide, n'est pas le seul moyen de désinfection.

Parmi les méthodes alternatives, on peut citer :

- Le traitement par anoxie (privation d'oxygène). La durée du traitement est généralement de l'ordre de 3 semaines.
- Le traitement par gazage à l'oxyde d'éthylène (produit toxique). Les temps de rétention sont souvent longs et on ne peut pas manipuler les objets ainsi traités avant 6 à 8 semaines.

2-2 Consolidation d'œuvres du patrimoine en bois (boiseries, parquets, mobilier, statuaire, ...)

On utilise un procédé utilisé jusqu'alors pour densifier du bois pour des applications industrielles. Il s'agit, en l'occurrence, de durcir une résine liquide, dont on a au préalable imprégné le bois, par exposition au rayonnement gamma. Le mécanisme physique mis en jeu est la radiopolymérisation : le durcissement de



Parquet du musée Stendhal à Grenoble

la résine est obtenu par réticulation du polymère insaturé sous l'effet du rayonnement.

La photographie montre le parquet du musée Stendhal de Grenoble, qui a été le premier exemple de parquet historique consolidé par ce procédé. L'objectif était de rénover un parquet marqueté très altéré du XVIIIème siècle.

Ce parquet mosaïque de plus de 150 m² est constitué de 750 panneaux avec 5 essences de bois différentes. L'épaisseur de la marqueterie étant de moins de 9 mm à certains endroits, il était nécessaire de consolider le bois pour assurer sa conservation puisque le musée était destiné à être ouvert au public.

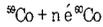
ARC Nucléart traite par ce procédé des sculptures dont le bois est très altéré. La sculpture est imprégnée avec une résine styrène polyester durcie par rayonnement gamma. De telles interventions sont compatibles avec les techniques traditionnelles de restauration. Le bois vermoulu étant souvent quasiment pulvérulent, la consolidation rend possible une reprise de la dorure et de la polychromie, le collage des parties restaurées, la restauration des lacunes et le remontage, toutes ces tâches étant réalisées par des restaurateurs spécialisés. Pour le mobilier, la consolidation d'un bois d'ébénisterie est, là aussi, complémentaire des travaux d'un ébéniste-restaurateur. Elle permet de sauver des éléments de mobilier très abîmés.

Ces opérations de consolidation de statues, de boiseries ou de parquets dont le bois est très altéré, sont des opérations de sauvetage : c'est un moyen de sauver des biens culturels qui seraient irrémédiablement perdus si l'on n'intervenait pas.

Le principe de la radiopolymérisation

Rappelons que le rayonnement gamma, mis en œuvre par le Laboratoire pour la conservation du patrimoine, est émis par des sources de Cobalt 60.

L'isotope Cobalt 60 est produit par irradiation aux neutrons de Cobalt 59 selon la réaction :



L'irradiateur comprend une chambre d'irradiation reliée à une piscine de stockage des sources de 4 m de profondeur, remplie d'eau.

L'activité de la source utilisée dans la chambre d'irradiation est d'environ 32 000 Ci (1200 TBq).

Le pouvoir de pénétration des rayons (est important : à titre d'exemple, l'intensité est réduite à 50% de sa valeur après avoir traversé 20 cm de bois).

Aucune radioactivité n'est induite dans les matériaux car le seuil d'énergie du rayonnement pour activer les atomes est très supérieur à celui des photons gamma émis par le Cobalt 60.

Pour définir les conditions d'irradiation, il faut prendre en compte :

- la dose à appliquer, qui dépend de l'activité de la source,
- le débit de dose calculé pour que l'échauffement de l'objet, en cours d'irradiation, soit bien maîtrisé, puisque des réactions exothermiques peuvent se produire. Dans le cas des objets du patrimoine, la dose doit être assez élevée pour être efficace, mais ne doit pas dépasser un maximum au delà duquel la matière irradiée se dégrade.

L'utilisation de sources radioactives nécessite de travailler dans des conditions dans lesquelles la sécurité est parfaitement assurée, ce qui est le cas dans l'environnement d'un centre de recherche nucléaire.

Le rayonnement gamma induit une polymérisation par radicaux libres de monomères vinyliques ou de résines insaturées. La polymérisation des résines à base de polyester inclut la formation de réseaux tridimensionnels, grâce à la réticulation des chaînes de prépolymères par des radicaux styrène. En pratique, on utilise le plus souvent le mélange polyester non saturé-styrène, qui présente l'avantage d'avoir un retrait volumique seulement de 6% à 9% selon la teneur en styrène. La réaction de polymérisation in-situ est exothermique et peut être contrôlée par le débit de dose, ce qui permet d'éviter un excès d'élévation de température dans l'objet à consolider.



Impregnation de statues en bois en autoclave



Statues en cours d'irradiation gamma

2-3 méthodes de conservation des vestiges archéologiques en matériaux organiques

Stables aussi longtemps que leur milieu d'enfouissement ou d'immersion n'est pas altéré, les matériaux organiques, comme le bois par exemple, se déforment dès qu'ils sont exposés à l'air et un séchage sans précaution conduit à leur destruction. Leur sauvegarde passe par un traitement de conservation approprié. Les méthodes physico-chimiques mises en oeuvre au laboratoire ARC-NUCLEART ont pour but de sécher les objets archéologiques en bois en préservant leur forme et en les consolidant.

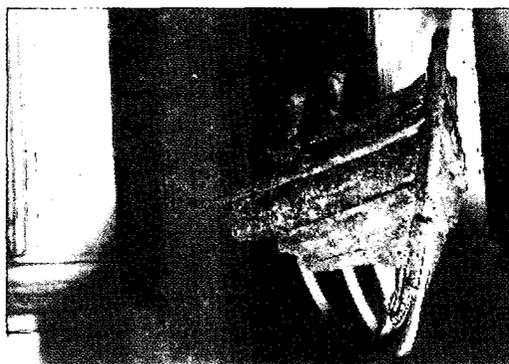
Trois méthodes de consolidation sont utilisées selon la nature et l'état de l'objet à traiter :

° Pour les bois et les cuirs gorgés d'eau :

- 1) imprégnation partielle de polyéthylène-glycol et lyophilisation
- 2) imprégnation de polyéthylène-glycol à saturation et séchage contrôlé.
- 3) imprégnation de résine polyester radio-durcissable et irradiation au rayonnement gamma.

Il est nécessaire de contrôler le séchage du bois archéologique en faisant d'abord une consolidation préalable du bois fragilisé : deux méthodes de traitement sont employées à ARC Nucléart pour aboutir à ce résultat.

La méthode de consolidation par une résine durcie par le rayonnement gamma est également mise en oeuvre, tout comme pour le bois sec, mais une deuxième méthode est utilisée qui consiste à imprégner le bois humide de résine



L'imprégnation de polyéthylène glycol (PEG)

Les PEG les plus utilisés sont les polymères de masses moléculaires 400 (liquide à température ambiante) et 4000 (solide à température ambiante).

Le PEG 400 a plusieurs fonctions :

a/ - un effet cryoprotecteur car il protège les cellules du bois pendant la congélation ce qui a pour résultat d'éviter la dégradation des cellules due à l'expansion de la glace ,

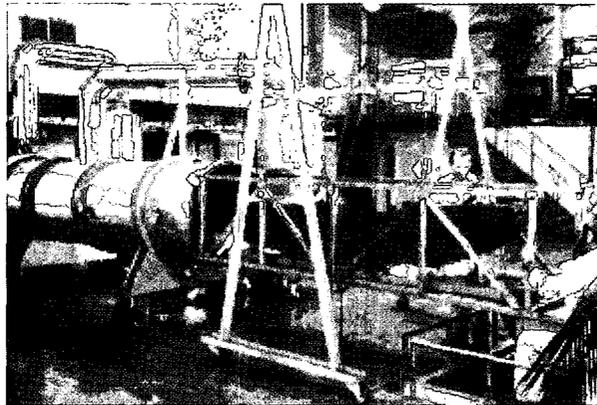
b/ - un effet de stabilisation de l'état de « gonflement » des parois cellulaires du bois qui a pour effet d'éviter le retrait de fibres et donc de maintenir la forme des bois traités.

Le PEG 4000, quant à lui, joue le rôle de consolidant mécanique de la structure en remplissant presque totalement le lumen de la cellule.

hydrosoluble synthétique : le polyéthylène glycol (PEG). Très soluble dans l'eau, le polyéthylène glycol existe sous différentes formulations qui peuvent être liquides ou solides à la température ambiante selon leur masse moléculaire.

Le traitement de conservation de l'épave du Vasa, navire qui a coulé en 1628, jour de son lancement, dans le port de Stockholm, a constitué le premier exemple de conservation de bois archéologique par imprégnation par aspersion de polyéthylène glycol.

Une amélioration complémentaire du procédé de séchage des bois archéologiques a été apportée par l'utilisation d'une technique de dessiccation couramment employée dans l'industrie agroalimentaire : la lyophilisation.



Lyophilisation d'une pirogue médiévale à ARC Nucléart

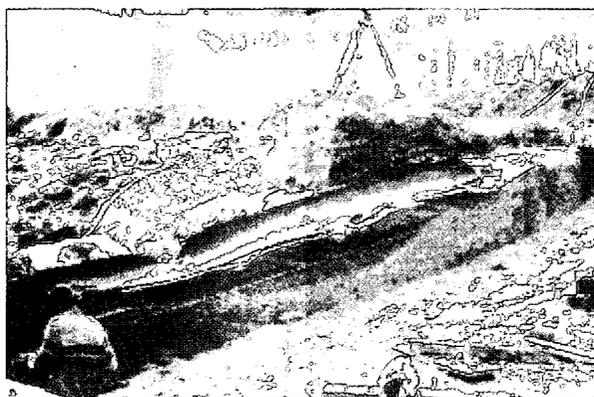
Le procédé de lyophilisation consiste, après imprégnation de polyéthylène glycol, à congeler l'eau contenue dans le bois, puis à évaporer directement la glace ainsi formée par un phénomène de sublimation. On évite ainsi le phénomène d'

effondrement des cellules du bois lors du séchage. Plusieurs milliers d'objets en bois et en cuir, de toutes époques provenant de tout le territoire français et même d'Europe ont été imprégnés et lyophilisés dans les installations du Laboratoire ARC Nucléart.

Parmi ces vestiges en bois ou en cuir, on trouve des objets de la vie quotidienne depuis l'époque néolithique jusqu'aux temps modernes

2-4 Conservation de vestiges de l'archéologie navale

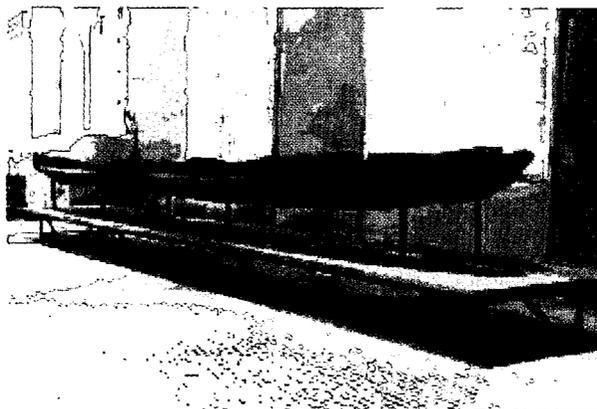
Récemment, ARC Nucléart s'est doté des équipements nécessaires pour accueillir des pièces volumineuses comme les épaves d'embarcations. Grâce à ces nouveaux équipements, il a été possible d'innover dans les procédés d'imprégnation du bois archéologique en utilisant par exemple l'atomisation d'un mélange eau/ PEG pour conserver une épave de bateau de commerce grec du VI^{ème} siècle avant J.C en provenance de Marseille. L'épave grecque, actuellement en traitement à Grenoble, est conservée sur 14 m de longueur et 4 m de largeur. Le système d'assemblage du navire est remarquable : il est réalisé au moyen de tenons chevillés dans des mortaises, quant aux membrures, elles sont clouées au bordé. C'est une technique d'assemblage qui caractérisera la construction navale jusqu'à la fin de l'Antiquité. L'un des exemples les plus récents d'une opération de sauvegarde de vestiges d'embarcations est celui des pirogues néolithiques de Paris/Bercy, qui ont été prélevées sur site et transportées à ARC Nucléart pour être traitées, avant de rejoindre le musée d'Histoire de la Ville de Paris à la fin 2000.



Prélèvement des pirogues néolithiques sur le site de fouilles de Paris/Bercy

On a trouvé fortuitement, en 1991, lors de travaux de terrassement, une dizaine de pirogues monoxyles en chêne datant pour certaines du néolithique le plus ancien datant de 4200 ans avant J.C. Cette opération a été menée sous la maîtrise d'œuvre d'ARC Nucléart, l'équipe intervenant lors du prélèvement des pirogues. C'est une opération délicate car il faut prélever le bois archéologique sur son sédiment, car il est trop fragile pour résister à son propre poids.

Les pirogues ont ensuite été transportées au laboratoire pour être immergées dans les bassins de traitement et imprégnées de résine : certaines ont été imprégnées de polyéthylène glycol puis lyophilisées, d'autres ont été traitées par résine polyester polymérisée par rayonnement gamma. Le traitement de consolidation et de séchage terminés, les pirogues ont été restaurées.



Pirogue de Paris/Bercy exposée au musée Carnavalet

Nombreux sont les exemples de prélèvement de vestiges de bateaux pour lesquels l'équipe d'ARC Nucléart est intervenue dès la phase de la fouille archéologique :

- bateaux romains de Toulon,
- bateaux fluviaux de Bordeaux du XVII^{ème} siècle,
- pirogue d'époque carolingienne de Noyen sur Seine,
- bateaux antiques du site du port fluvial de Pise.

2-5 La restauration des biens culturels en cuir

A partir des compétences développées dans la conservation-restauration des cuirs archéologiques, ARC Nucléart intervient aussi depuis quelques années pour

restaurer des biens culturels en cuir ou en peau.

La figure montre un exemple de restauration d'une tenture en cuir dit doré, peint et travaillé aux fers, appartenant aux collections du Musée de Lunéville. Le sujet représenté sur cette vaste tenture est Salomon et la Reine de Saba. L'objet se compose de quinze carreaux distincts reliés par couture. Cette œuvre originale serait datée du XVII^{ème} siècle.

D'autres tentures ou paravents en cuir doré ont été restaurés à ARC Nucléart ainsi que d'autres objets du patrimoine en cuir ou en peau (dessus de siège, instrument de musique, kayak).



En conclusion, si l'on dispose aujourd'hui de méthodes de traitement de conservation satisfaisantes, il est cependant nécessaire de poursuivre des programmes de Recherche pour les améliorer et surtout pour garantir que les matériaux traités ne subiront plus de dégradations après leur traitement initial de conservation. Cette approche s'inscrit dans une démarche de conservation préventive dans laquelle ARC Nucléart s'implique de plus en plus.

3 – Moyens du Laboratoire

ARC- NUCLEART, qui regroupe une équipe pluridisciplinaire de 16 personnes, dispose de 3000 m² de locaux sur le site du centre de recherche du CEA à Grenoble comprenant des équipements de traitement de conservation/restauration et des laboratoires : réserves climatisées et sécurisées, bacs/bassins d'imprégnation, enceinte d'atomisation, autoclaves d'imprégnation de résine, lyophilisateurs, irradiateur gamma, enceinte de séchage contrôlé, ateliers de restauration, moyens de caractérisation, ateliers de mécanique et de menuiserie, atelier de photographie et stockage de produits chimiques.

4 – Programmes de Recherche sur la conservation

ARC- NUCLEART mène des recherches sur les procédés de consolidation et de conservation du bois et du cuir, ainsi que sur la caractérisation des matériaux organiques.

ARC- NUCLEART réunit au sein d'un même organisme des chercheurs et des conservateurs-restaurateurs, ce qui permet de maintenir un fort potentiel de recherche.

Le bénéfice de cette "association" est l'amélioration continue des méthodes de traitements de conservation/restauration ainsi que des techniques d'analyse et de caractérisation des matériaux organiques archéologiques. (Les thèmes de recherche sont indiqués en annexe).

Les principaux thèmes de recherche concernant la conservation du patrimoine culturel comprennent l'amélioration des traitements de consolidation en optimisant les teneurs de résine dans le bois, l'optimisation du séchage des objets humides pour éviter leur déformation en essayant de développer une alternative à la lyophilisation, la mise au point de traitements adaptés à la fois aux matériaux organiques et à la matière minérale (objets composites bois/métal).

En parallèle, à ces sujets dédiés aux traitements proprement dit, ARC-Nucléart intervient dans le domaine de la conservation préventive: étude du vieillissement des objets traités et développement de nouveaux outils de caractérisation non-destructifs pour évaluer l'état de dégradation du bois (projet européen de contrôle non destructif de bois archéologique par RMN). La plupart de ces actions de recherche sont soutenues par le Ministère français de la Culture.

Actions de formation et d'information

Le laboratoire accueille tous les ans des stagiaires dans le domaine des techniques de conservation des matériaux du patrimoine culturel.

ARC Nucléart participe au groupe de travail de l'ICOM-CC consacré aux matériaux organiques archéologiques (WOAM).

Annexe

Projets de Recherche ARC – NUCLEART (1998-2002)

Etude du vieillissement des objets archéologiques traités par imprégnation de polyéthylène glycol (PEG) suivie d'une lyophilisation.

Durée : 3 ans

Partenaires : Centre National d'Evaluation de la Photo-protection (CNEP), Musée Bargoin (Clermont-Ferrand), Musée Dauphinois (Grenoble).

«Etude des inhibiteurs de corrosion du fer pour la conservation du patrimoine.

Durée : 3 ans (thèse d'Elodie Cuilminot).

Partenaires : l'Ecole Nationale Supérieure d'Electrochimie et d'Electrometallurgie de Grenoble (ENSEEG/INPG), l'Atelier Régional de Conservation ARC-Antique (Nantes), le Centre de Recherche de Conservation des Documents Graphiques (CRCDG/Paris).

Développement d'une technique d'imprégnation du bois par aspersion ou atomisation.

Durée : 2 ans.

Recherches sur le traitement des bois laqués.

Durée 2 ans.

Développement d'une technique de séchage contrôlé du bois alternative à la lyophilisation.

Durée 2 ans.

Partenaire : Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques (LRMH).

Développement d'une sonde RMN portable pour diagnostiquer la dégradation du bois archéologique humide (projet Européen du 4^{ème} PCRD).

Durée 4 ans.

Partenaires : CEA (F), Musée Maritime Fédéral de Mayence (DE), Institut de recherche sur le bois de Florence (IT), Centre d'Archéologie d'York (GB), Centre Technique du bois et de l'Ameublement (CTBA), Centre Technique du bois de Berlin (DE), société française ARTEC Systems.