

Matériaux et tests de consolidation des vestiges archéopaléontologiques : empreintes de feuilles Pliocènes (Camp dels Ninots) et restes osseux actuels et Pléistocènes (Gran Dolina et Arago)

Souhila ROUBACH *

* Institut de Paleoeecologia Humana i Evolució Social. Àrea de Prehistòria de la Universitat Rovira i Virgili, Plaça Imperial Tàrraco, 1, 43005 Tarragona (Espanya).
souhilaroubach@hotmail.fr

SUPERVISOR: Lucía López-Polín

Abstract

Tests of consolidation are carried out on archaeopaleontological and current remains, by using various consolidants products (*Paraloid B72* in acetone and in xylene, *Beva 371* in its *Diluant 372*, *Estel 1000*, *Primal AC 33* in water) by multiplying their concentration, methods and conditions of application. After consolidation the samples are observed with naked eye, the binocular microscope and the environmental scanning electron microscope (ESEM), in order to document the nature of the consolidation, the efficacy and the degree of the penetration of the consolidant. A variability in the results is observed, some of them, the reactions to the products used, the type of the consolidation reached, the penetration of the consolidant and not its degree.

Keywords: conservation, archaeopaleontological and current remains, consolidant products.

Résumé

Des tests de consolidation sont effectués sur du matériels archéopaléontologiques et actuels, en utilisant divers produits consolidant (*Paraloid B72* en acétone et en xylène, la *Beva 371* et son *Diluant 372*, *Estel 1000*, le *Primal AC 33* en eau) en multipliant leur concentration, méthodes et conditions d'application. Après consolidation les échantillons sont observés à l'œil nu, la loupe binoculaire et le microscope électronique à balayage environnemental (ESEM), afin de documenter la nature de la consolidation, l'efficacité et le degré de la pénétration du consolidant. Une variabilité dans les résultats est observée entre autre les réactions aux produits utilisés, le type de la consolidation atteinte ainsi la pénétration du consolidant et pas son degré.

Introduction

L'une des principales actions de la conservation-restauration est la consolidation. Elle s'agit d'appliquer des produits divers en solution de concentration variable et en utilisant des méthodes différentes (immersion, pinceau ou seringue). D'une part, la consolidation est une voie artificielle pour réparer les dommages causés par le processus naturel (Newey et al., 1983) et d'autre part, elle assemble toutes interventions qui redonnent à un matériau une cohésion suffisante pour supporter les contraintes

mécaniques qui ne peuvent lui être évitées (Berduco, 1990).

L'objectif principal de ce travail est d'expérimenter l'application des différents produits sur des restes archéologiques, paléontologiques et actuels, en faisant un travail systématique sur les paramètres contrôlables par l'étude des différentes variables selon les facteurs qui influencent sur l'application du consolidant sur le matériel.

Ainsi, expérimenter sur différents échantillons, de provenances différentes et cela, en utilisant divers consolidants et multipliant leurs concentrations, les méthodes d'applications

et les conditions de séchage. En effet, essayer d'observer la réaction des échantillons aux interventions, et aussi la nature de la consolidation et le degré de la pénétration du consolidant. Enfin établir une proposition appropriée pour les traitements de consolidation de chacun des matériaux expérimentés sachant que les conditions sont changeantes d'un site à l'autre et d'un matériau à l'autre.

Matériels et méthodes

Les tests de consolidation sont effectués sur deux matériaux complètement différents : les empreintes de feuilles en argile du site pliocène de Camp dels Ninots (Caldes de Malavella, Girona, Espagne) et des ossements. Ces derniers sont d'origines archéologiques des sites pléistocène de Gran Dolina (Burgos, Espagne), Arago (Pyrénées orientales, France) et actuels collectés durant les prospections. Ce choix permettra d'examiner le fonctionnement des consolidants et observer des similitudes/différences de comportement et réactions de chacun.

Le travail est divisé en deux phases : les traitements de consolidation des empreintes de feuilles en argile, des travaux antérieurs ont été effectués (López-Polín et al. en presse, Gómez Merino et al., 2010), trente et un échantillons sont expérimentés (Tab. 1); et les tests de consolidation des échantillons osseux archéologiques et actuels; huit échantillons d'os fossiles et vingt quatre échantillons d'os actuels. Etant donné que le consolidant (le *Paraloid B72*) est transparent et afin de pouvoir faire la

comparaison et mieux documenter la pénétration du consolidant à l'intérieur des échantillons osseux, ces derniers sont divisés en deux groupes (Tab. 2,3) : le premier a été traité avec le consolidant mélangé a une teinte bleu (*Unisol Bleu AS*, pour chaque 100g de consolidant 50 mg de teinte sont ajoutés), l'utilisation de la teinte été inspirée de travaux antérieurs (Rossi, 2004), et le deuxième groupe est traité avec le consolidant seul. Des échantillons témoins sont laissés a part pour le contrôle de l'expérimentation et faire une comparaison avant et après consolidation.

L'expérimentation c'est déroulée dans un laboratoire de restauration, la température variait entre 18-24° et l'humidité de 37- 45%. Les produits consolidant sont le *Paraloid B72* en acétone et en xylène, le *Primal AC33* en eau, le silicate d'éthyle (*Estel 1000*) et la *Beva 371* (Gustav Berger's original formula 371) en *Diluant 372*, utilisés dans différentes concentrations. Plusieurs solvants qui diluent ces consolidants ont été expérimentés seuls afin de voir la réaction des échantillons d'empreintes de feuilles en argiles: l'eau distillée, l'acétone, le xylène et le *Diluant 372*. Pour les échantillons osseux on n'a utilisé que le *Paraloid B72* en acétone et en xylène afin de mieux contrôler le test de consolidation. Les quantités, concentrations des produits appliqués sont contrôlées, le temps d'intervalle entre chaque application, les méthodes d'applications (superficielle avec pinceau et avec seringue, immersion, pompe à vide) et les conditions de séchage aussi (pompe à vide, étuve à 50°, l'aire libre).

N	Consolidant	Méthodes et conditions
1	<i>Primal AC33</i> en eau	seringue a l'aire libre
9	<i>Paraloid B72</i> en xylène	seringue a l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en acétone	seringue a l'aire libre
2	Silicate d'éthyle (<i>Estel 1000</i>)	seringue a l'aire libre
4	Xylène- <i>Paraloid B72</i> en xylène	seringue a l'aire libre
1	Acétone	seringue a l'aire libre
1	Xylène	seringue a l'aire libre
1	Eau distillé	seringue a l'aire libre
1	<i>Diluant 372</i>	seringue a l'aire libre
6	<i>Beva 371</i> en <i>Diluant 372</i>	seringue a l'aire libre
1	<i>Beva 371</i> chauffée	pinceau a l'aire libre
1	<i>Paraloid B72</i> en xylène	immersion a l'aire libre
1	<i>Beva 371</i> en <i>Diluant 372</i>	immersion a l'aire libre

Tab.1. Les traitements de consolidations appliqués sur les échantillons d'empreintes de feuilles en argile.

N	Consolidant	Méthodes et conditions
2	<i>Paraloid B72</i> en acétone	seringue à l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en acétone	immersion dans pompe à vide
1	<i>Paraloid B72</i> en acétone	pinceau dans pompe à vide
2	<i>Paraloid B72</i> en acétone	seringue dans étuve à 50 degré
3	<i>Paraloid B72</i> en acétone	pinceau à l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en acétone	immersion à l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en xylène	pinceau à l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en xylène	pinceau, seringue à l'aire libre
1	<i>Paraloid B72</i> en xylène	immersion à l'aire libre

Tab.2. Les tests de consolidations appliqués sur les échantillons d'os actuels sans teintes.

N	Consolidant	Méthodes et conditions
3	<i>Paraloid B72</i> en acétone	pinceau à l'aire libre
3	<i>Paraloid B72</i> en acétone	immersion à l'aire libre
2	<i>Paraloid B72</i> en xylène	pinceau à l'aire libre
3	<i>Paraloid B72</i> en xylène	immersion à l'aire libre
1	<i>Paraloid B72</i> en xylène	pinceau dans étuve à 50degré
1	<i>Paraloid B72</i> en acétone	immersion dans pompe à vide
1	<i>Paraloid B72</i> en xylène	immersion dans pompe à vide

Tab.3. Les tests de consolidations appliqués sur les échantillons d'os archéologiques et actuels avec teinte (N= nombre d'échantillons étudiés).

Afin d'avoir une vue approfondie sur la réaction aux produits et la pénétration du consolidant, chaque os, après séchage, est coupé en deux selon le plan horizontal et/ou le plan vertical avec une scie mécanique et/ou à l'aide d'un scalpel en lui donnant un coup avec un marteau, de sorte à avoir une section lisible pour les différentes observations (à l'œil nu, la loupe binoculaire, le microscope électronique à balayage environnemental (ESEM)).

Résultats

D'après les résultats obtenus on peut dire que deux objectifs sont atteints lors de cette expérimentation, celui des empreintes de feuilles en argile en déterminant les produits qui ont fonctionnés, et celui des ossements de voir le type de la consolidation et la pénétration et son degré.

Les échantillons d'empreintes de feuilles en argile

Les produits qui on fonctionnés dans ces tests sont le *Paraloid B72* en xylène, la *Beva 371* en *Diluant 372*, *Estel 1000*, le *Diluant 372*, le xylène et ceux qui n'ont pas fonctionnés sont le *Paraloid B72* en acétone, le *primal AC33* en eau, l'acétone et l'eau.

Le *primal AC 33* à 5% en eau à une lente pénétration ce qui n'empêche pas son effet négatif sur l'échantillon, car dès son application, des gonflements et des fissures sont apparus sur le sédiment. L'application du *Paraloid B72* à 5% en acétone a une pénétration rapide dans les échantillons. Dès la première goutte, le sédiment gonfle, les fissures déjà existantes s'élargissent et d'autres apparaissent. La *Beva 371*, appliqué seul en la chauffant n'a pas montré de pénétration et elle a donnée un film épais brillant sur la surface de l'échantillon. Le *Paraloid B72* à 10 et 15% en xylène et la *Beva 371* à 1/3, 1/5 et 1/6 en *Diluant 372* ont démontrés une pénétration très lente et minime, résultant une consolidation superficielle brillante en formant dès fois un film épais et brillant. Le *Paraloid B72* à 5% en xylène, la *Beva 371* à 1/10 en *Diluant 372* ont démontrés leurs

pénétrations complètes et lentes sur les échantillons, et ils ont tardés à sécher, mais ils n'ont pas montrés de réactions négatives (fissures ou gonflement) et les empreintes paraissent bien consolidées. Le *Paraloid B72* à 3% en xylène, et la *Beva 371* à 1/15 en *Diluant 372* appliqués par immersion, ont démontrés leurs pénétration complètes et plus au moins rapide sur les échantillons avec moins de temps pour le séchage et plus d'application, et de très bons résultats de consolidation sur les échantillons d'empreintes sont obtenus. *L'Estel 1000* à base de silicate d'éthyle a donné une bonne consolidation pour l'un des échantillons, qui ne présenté pas de fissures a l'origine. (Fig.1)

Le xylène et le *Diluant 372* ont montrés une pénétration complète lente avec un lent temps de séchage, sans changements négatifs sur les empreintes, par contre l'eau et l'acétone ont montrés une pénétration rapide et non complète, surtout pour l'acétone, suivie de fissures et gonflements (Fig.2). Le cas de l'utilisation du solvant (xylène, *Diluant 372*) avant l'application du consolidant sur les échantillons a donné des résultats différents ; lors de l'intervalle de temps entre les deux applications, les échantillons n'ont pas montrés de changement, mais dans les échantillons qui n'avaient pas de temps d'intervalle, des fissures sont apparus sur les empreintes.

Les échantillons d'os archéologiques et actuels

Pour les tests de consolidation des ossements actuels avec consolidants sans teinte, on a pu distinguer le consolidant sur la surface des échantillons ou du moins une surface brillante qui varie d'un échantillon a un autre. Par contre, aucun produit consolidant n'a été observé au niveau des sections des échantillons, que ce soit à l'œil nu, la loupe ou au microscope électronique á balayage environnemental (ESEM).

Ces résultats sont semblables à ceux observés sur les sections de l'os de contrôle observé par loupe binoculaire et l'ESEM ce qui pourrait confirmer la pénétration superficielle du consolidant. Cependant, il y a une variation dans les résultats concernant la surface des échantillons, il y a moins de brillance sur la surface des os traités avec le *Paraloid B72* à 5 et 10% en xylène en comparaison à ceux traités avec le *Paraloid B72* à 5 et 10% en acétone. (Fig.3).

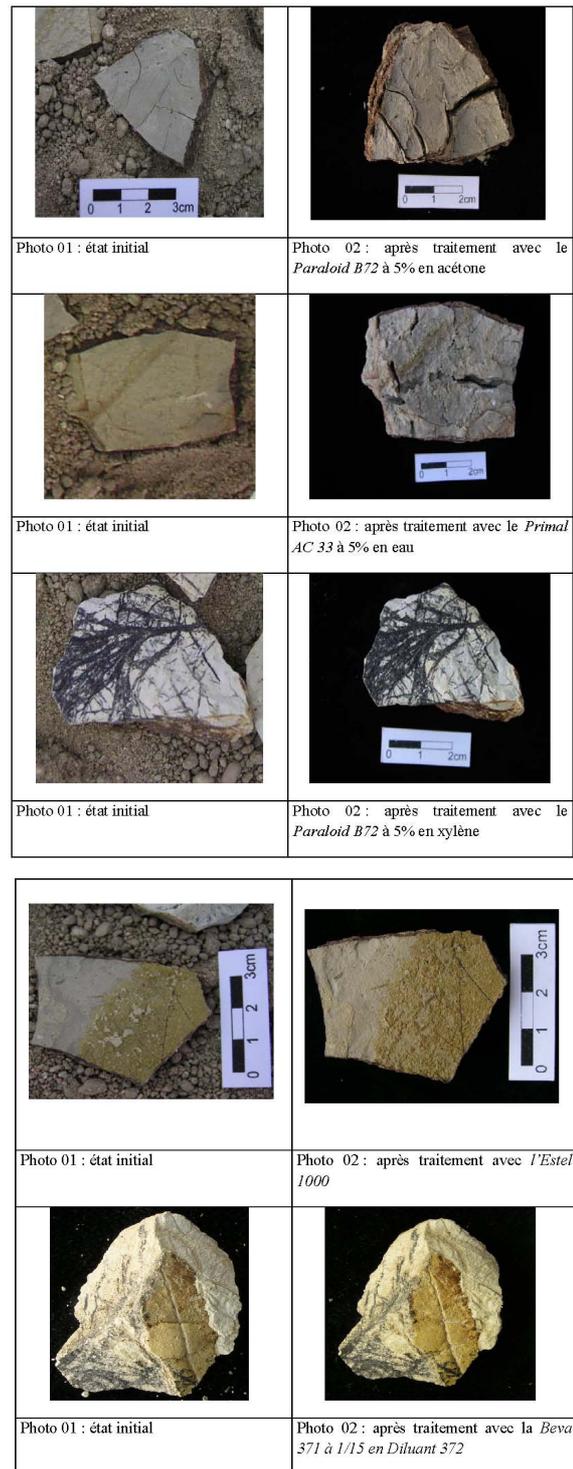


Fig.1. Quelques échantillons d'empreintes de feuilles en argile traités avec les divers produits consolidants.



Fig.2. Les échantillons d'empreintes de feuilles en argile traités avec les divers solvants.

Il y a des échantillons qui présentent plus de brillance que d'autres même s'ils proviennent du même os et/ou traités avec le même consolidant (*Paraloid B72* à 5% en acétone) et sous les mêmes types et conditions d'applications. L'homogénéité dans la dispersion du consolidant sur la surface des échantillons est mieux documentée sur les échantillons traités avec le *Paraloid B72* en xylène, et par immersion à l'air libre.

Pour les échantillons archéologiques traités avec consolidant et teinte on peut dire qu'il y a une variation dans les résultats. Les échantillons traités avec le *Paraloid B72* à 5 et 15% en xylène appliqué avec pinceau et immersion, *Paraloid B72* à 15% en acétone appliqué avec pinceau montrent une pénétration complète. En plus de la formation d'un film plastique du consolidant sur les deux échantillons traités avec le *Paraloid B72*

à 15% en xylène et en acétone appliqués avec pinceau.

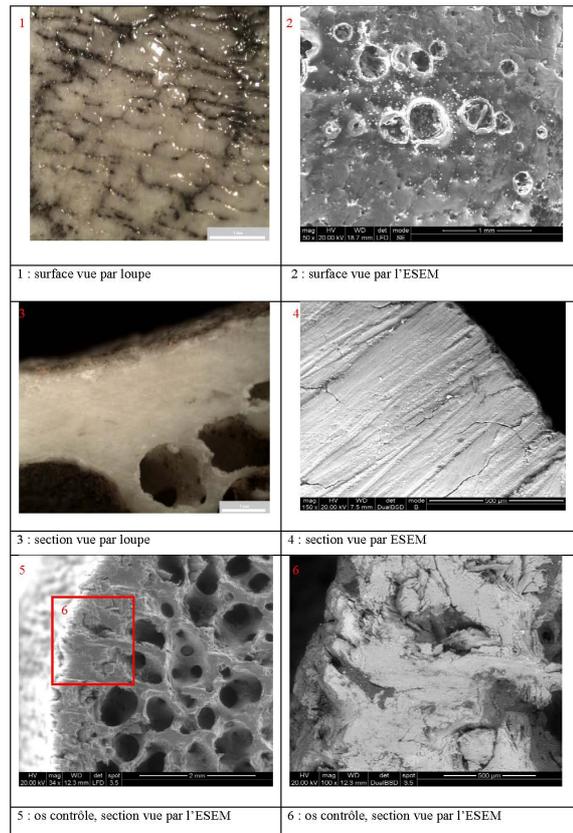


Fig.3. Quelques échantillons d'os actuels vus par la loupe binoculaire et l'ESEM, os contrôle et os traités avec le consolidant sans teinte.

Les échantillons traités avec le *Paraloid B72* à 5% en acétone appliqué avec pinceau, le *Paraloid B72* à 15% en xylène appliqué avec immersion, montrent une pénétration partielle : seulement sur la surface, aux niveaux des pores et des bords de l'os.

Les échantillons traités avec le *Paraloid B72* à 5 et 15% en acétone appliqués avec immersion ne montrent aucune pénétration du consolidant, par contre, on peut observer le produit sur la surface.

Les échantillons ont une surface plus brillante avec le *Paraloid B72* à 5 et 15% en acétone et le *Paraloid B72* à 15% en xylène.

Le *Paraloid B72* à 5 et 15% en xylène et le *Paraloid B72* à 15% en acétone appliqués avec pinceau ont donné une pénétration complète. Par ailleurs, on a observé une pénétration partielle du *Paraloid B72* à 5% en acétone appliqué avec pinceau. Par contre, le *Paraloid B72* à 15% en xylène et en acétone appliqués avec immersion

ont donnés une pénétration partielle et/ou aucune pénétration.

Les applications des produits consolidant sur tous les échantillons actuels traités avec consolidant et teinte sont avérés superficielles sur la surface et sur les bords des sections et les parties spongieuses : brillance et non homogénéité de la surface des échantillons consolidés avec le *Paraloid B72* à 5% en acétone, surtout pour les échantillons de l'étuve à 50° et de la pompe à vide, homogénéité avec peu de brillance sur la surface des échantillons traités avec le *Paraloid B72* à 5% en xylène.

Sur tous les échantillons consolidés on a pu voir sur certains os le consolidant sur la surface avec la loupe binoculaire et l'ESEM mais pas sur les sections (à l'intérieur de l'os) (Fig.4).

Discussion

D'après les tests de consolidation des empreintes végétales en argile, on peut dire que les solvants ont joué un rôle important vu les résultats obtenus. L'effet de l'eau est long car les fissures et le gonflement ne se sont pas montrés immédiatement comme dans le cas de l'acétone. Tout ça peut être expliqué par le degré de la pénétration et la rétention des solvants utilisés. L'eau et l'acétone font partis des solvants à pénétration et rétention moyennes, le xylène est très pénétrant avec rétention faible et courte. Tandis que, le *white spirit D40* (silicate) est peu pénétrant avec une rétention faible et courte (Masschelein-Kleiner, 1994). Le *Diluant 372* est un mélange de solvants aliphatiques (peu pénétrants avec rétention faible et courte) et aromatiques (très pénétrants avec rétention faible et courte). Donc on peut observer que les solvants qui ont donnés de bons résultats sont les solvants très ou peu pénétrants avec une rétention faible et courte.

Le *primal AC 33* en eau et l'eau seul ont un effet négatif sur les empreintes végétales en argile, cela a une relation peut être avec l'eau étant un liquide lourd et ayant une évaporation lente.

Les méthodes d'application du consolidant utilisées lors de ces tests, que ce soit par immersion ou l'injection superficielle par seringue, sont avérées efficaces et ne paraît pas

influencer sur la pénétration du consolidant et la bonne consolidation. Néanmoins, l'intervalle de temps entre les applications des produits soit entre solvant/consolidant ou consolidant/consolidant, le nombre d'applications, la quantité des produits appliqués sachant que cette dernière dépend dès fois de la taille, l'état de conservation et la nature de l'échantillon, dans cette expérimentation, on observe plus de pénétration dans les échantillons en argile sableux et enfin la concentration du consolidant, le *Paraloid B72* à 3 et 5% en xylène et la *Beva 371* à 1/10 et 1/15 ont donnés une meilleure pénétration, une bonne consolidation avec un bon aspect sur la surface et plus d'applications, le *Paraloid B72* à 10% en xylène et la *Beva 371* à 1/10 ont montrés une lente pénétration alors ils sont plus efficace pour les petites consolidations de surface, tandis que, le *Paraloid B72* à 15% en xylène et la *Beva 371* à 1/3, 1/5 et 1/6 donnent de bons résultats comme colle. L'utilisation de la teinte *Unisol Bleu AS* a permis de voir sur la section de l'échantillon d'empreintes de feuilles en argile la pénétration du consolidant à l'œil nu, cela dit, on ne peut pas donner une explication définitive et sure pour la non visualisation du consolidant avec le microscope électronique à balayage environnemental.

Les échantillons osseux archéologiques et actuels ont montrés une variation dans les résultats. La visualisation du consolidant seulement sur la surface des échantillons d'os actuels traités seulement avec consolidant, pourrait être expliqué par la transparence du consolidant ou à un type de pénétration superficielle. Cependant, le taux de brillance sur la surface est un signe de pénétration ou non.

Les échantillons qui présentent plus de brillance, s'explique par la différence des microstructures dans les parties de l'os : la partie compact absorbe moins que la partie poreuse et spongieuse, ainsi en théorie la partie compact présente plus de brillance que la partie spongieuse ; par ailleurs, cette absorption est documentée dans le cas de l'os spongieux à surface altérée, coupé en section avant la consolidation, ou bien l'os fissuré, ainsi, on peut distinguer la présence du consolidant à l'intérieur des pores.

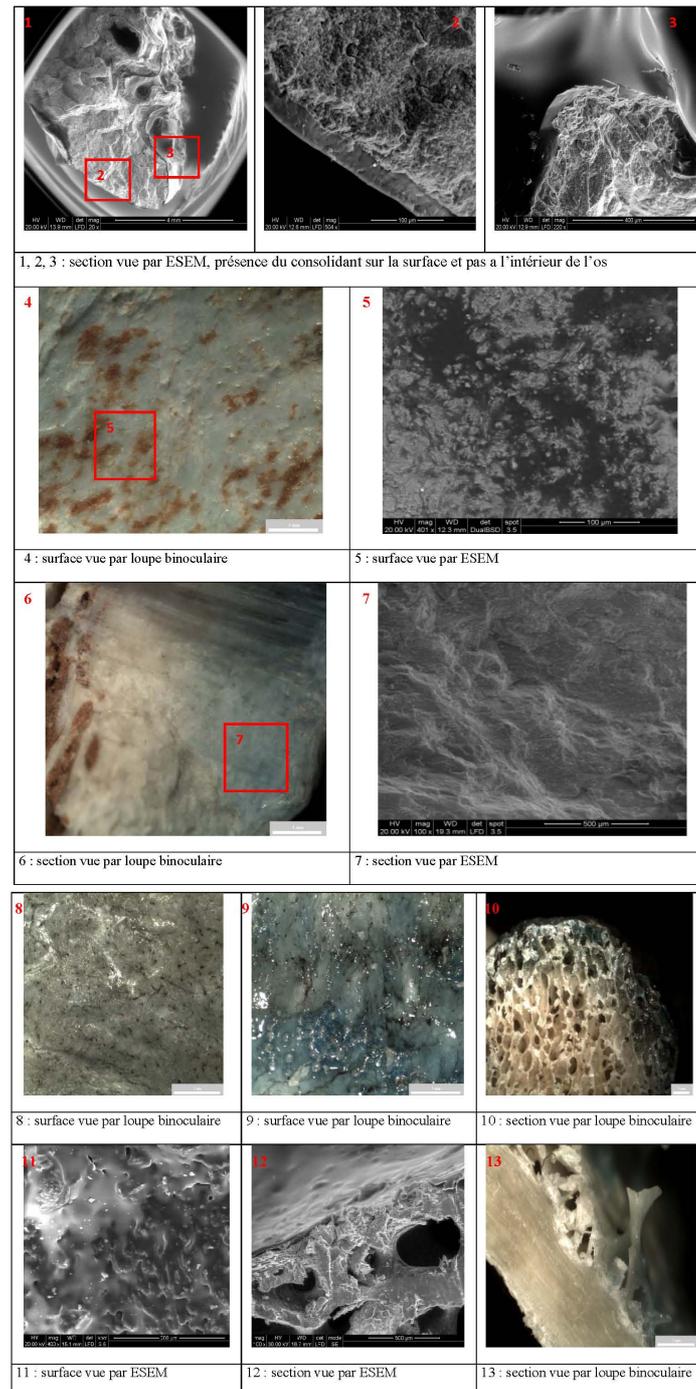


Fig.4. Quelques échantillons d'os archéologiques et actuels traités avec consolidant et teinte, vus par la loupe binoculaire et l'ESEM, montrant la présence du consolidant sur la surface et pas à l'intérieur de l'os.

La brillance et le film plastique du consolidant sur les échantillons est en rapport direct avec le pourcentage du consolidant, plus la concentration est élevée, plus ils brillent, ajoutant à cela la nature du solvant. Les méthodes et conditions d'application du consolidant sont des variantes qui ne paraissent pas intervenir seules ou directement sur le degré de la pénétration du produit, la nature de l'os aussi joue un rôle essentiel, il y a plus de pénétration dans les os archéologiques et poreux,

altérés et fissurés, que dans les os actuels et compacts. La quantité du consolidant, le temps qu'il faut pour l'appliquer et les conditions ambiantes en combinaison avec la nature du solvant forment un critère important sur la pénétration du consolidant. Moins il y a de produit et plus on met du temps pour l'appliquer et plus le solvant est volatil, en conséquence, il y aura moins de pénétration et plus de brillance.

Les applications des produits consolidant sur tous les échantillons actuels traités avec consolidant et teinte sont avérés superficielles. Cependant, le type et les conditions d'application du consolidant appliqués pour ces échantillons n'ont rien changés aux résultats de la pénétration superficielle. Cette dernière, est expliquée par la fraîcheur des os (actuels) alors qu'ils ne se sont pas débarrassés de toute leur graisse afin qu'une pénétration complète soit possible.

Dans des conditions ambiantes allant de 18-24° de température et de 37-45% d'humidité et des méthodes d'application par immersion, superficielle avec seringue et avec pinceau, le *Paraloid B72* en xylène a donné de bons résultats sur tout les échantillons (empreintes de feuilles et os). Par contre, dans les même conditions et méthodes d'application, avec le *Paraloid B72* en acétone on a eu une réaction négative des empreintes de feuilles en argile, la même réaction aussi est enregistrée avec le *Primal AC 33* en eau, connus comme de bons produits consolidant appliqués sur plusieurs restes archéologiques et paléontologiques, cela est du surement à la nature de l'échantillon.

Conclusions

L'objectif principal de ce travail été d'expérimenter l'application des différents produits sur des restes archéologiques, paléontologiques et actuels, en faisant un travail systématique sur les paramètres contrôlables par l'étude des différentes variables selon les facteurs qui influencent sur l'application du consolidant sur le matériel. Au cours de ces tests de consolidation sur les différents échantillons (empreintes de feuilles en argile et restes osseux archéologiques et actuels) on a pu constater que la réaction des échantillons vis-à-vis des produits consolidant utilisés en commun montre des similitudes et des différences.

Le choix du solvant à utiliser est important car certains solvants fonctionnent et d'autres affectent et altèrent les échantillons et cela est en relation avec la nature du matériel à consolider. On n'est pas arrivé à voir avec précision le degré de la pénétration du consolidant à l'intérieur du matériel, mais on a pu documenter sa pénétration. La concentration des produits utilisés, les méthodes d'applications et les conditions de séchage influencent sur la pénétration du

consolidant. La quantité du consolidant à utiliser dépend de la taille de l'échantillon, son état de conservation et sa nature.

Remerciements

Je dédie ce travail à tous ceux qui ont participés de près ou de loin à sa réalisation et qui m'ont soutenu. En premier lieux, Lucía López-Polín pour avoir accepté de m'encadrer et pour sa disponibilité, conseils et orientations, et puis a tous le personnels de l'IPHES (Espagne) a leurs têtes Robert Sala et Eudald Carbonell pour m'avoir accueillie dans leur institution. Comme j'adresse mes respectueux remerciements aux responsables du centre de recherche préhistorique de Tautavel (France), qui ont met a ma disposition le matériel nécessaire pour effectuer une partie de ce travail. Je tiens à remercier aussi le personnel du centre Européen de recherche d'Isernia (Italie), pour m'avoir accueilliez aux seins de leur établissement au cour de ma formation.

Bibliographie

- Berducou, M.C., 1990. La conservation en archéologie « Méthode et pratique de la conservation - restauration des vestiges archéologiques ». Masson, 469 p.
- Gómez Merino, G., López-Polín, L., Solé, A., Vilalta, J., (2010). Treballs de restauració i d'emmotllament dels materials paleontològics del Camp dels Ninots. En G. Campeny Vall-llosera y B. Gómez de Soler: El Camp dels Ninots. Rastres de l'evolució. Caldes de Malavella: 177-188.
- López-Polín, L., Roubach, S., Gómez de Soler, B., Campeny, G. (en presse). Preliminary consolidation tests of fossil plant imprints from the Camp dels Ninots site (Caldes de Malavella, Girona, Spain). I Conservation Workshop.
- Masschelein-Kleiner, 1994. Les solvants: Cours de conservation (IRPA). Bruxelles, 131p.
- Newey, C. B. R., Daniels, V., Pascoe, M., Tennant, N., 1983. Science for Conservation: Adhesives and Coatings. London. *The Crafts Council*, 140 p.
- Rossi, D., De Gruchy, S., Lovell, N. C., 2004. A comparative experiment in the consolidation of cremated bone. *International journal of osteoarcheology*: 104-111.