

RELAZIONE TECNICA

Indagini mediante campionamento in situ e analisi in laboratorio mediante cromatografia liquida con rivelazione UV/vis (HPLC) e spettroscopia ad infrarosso (FT-IR) delle lettere di San Francesco di Sales di Palazzo Chigi di Ariccia

Laura Micheli e Claudia Mazzuca

Laboratorio di Chimica Analitica e Laboratorio di Chimica Fisica
Dipartimento di Scienze e Tecnologie Chimiche
Università degli Studi di Roma Tor Vergata
Via della Ricerca Scientifica 1 – 00133 Roma

Nell'ambito del WP4 – Analisi e diagnostica in situ e remota del Progetto ADAMO (Tecnologie di Analisi, Diagnostica e Monitoraggio per la conservazione e il restauro di beni culturali) finanziato dalla Regione Lazio nell'ambito del Distretto Tecnologico Beni e Attività Culturali – Centro di Eccellenza DTC, si è svolta una campagna di indagini non distruttive in situ campionamento via spugne e analisi in laboratorio mediante cromatografia liquida con rivelazione UV/vis (HPLC) e spettroscopia ad infrarosso (FT-IR) su due lettere autografe di San Francesco di Sales (1567-1622) conservate presso il Museo di palazzo Chigi di Ariccia (Roma) (fig. 1). Il campionamento è stato eseguito il 9 luglio 2019, mentre le analisi sono state condotte nei laboratori di Chimica Analitica e Chimica Fisica. Tali indagini sono state mirate alla documentazione, alla caratterizzazione e alla diagnostica dei beni per fornire indicazioni utili per un successivo lavoro di restauro.

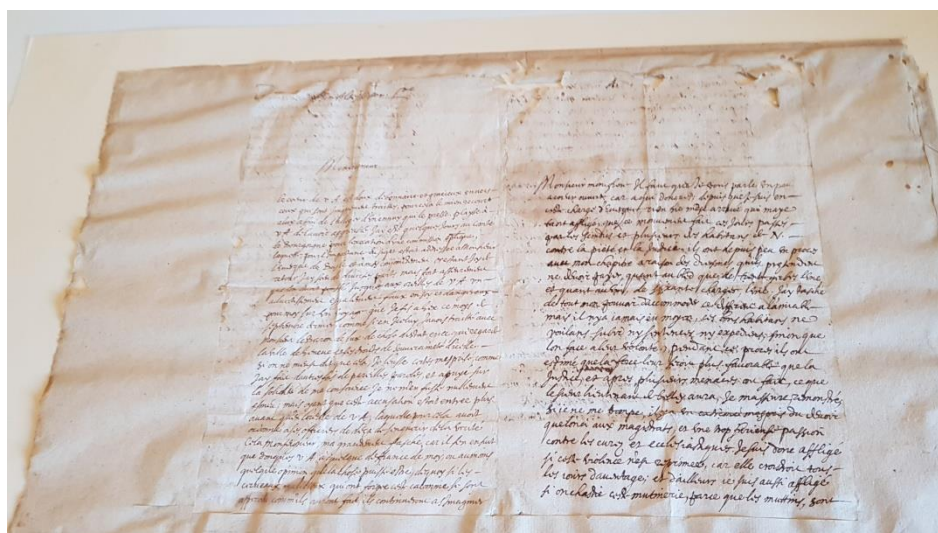


Fig. 1. Esempio di una pagina delle due pagine delle Lettere di San Francesco di Sales.

Campionamento

È stato effettuato un campionamento puntuale mediante spugne in lattice (le stesse usate dai restauratori per la pulitura di manoscritti preziosi e materiale cartaceo in genere) negli stessi punti in cui sono state eseguite le misure *spettroscopia di riflettanza UV-Vis* dal Dr Missori, in modo da avere poi più informazioni confrontabili dall'applicazione di misure diverse (fig. 2-3). L'uso delle spugne per il campionamento è una tecnica messa a punto per poter eseguire una analisi diagnostica via cromatografica e spettroscopica normalmente invasiva e con strumentazione non portatile. In questo modo viene analizzato il materiale presente sulla superficie del campione cartaceo e rimosso dalle spugne per semplice sfregamento senza richiedere il "sacrificio" del campione da analizzare.

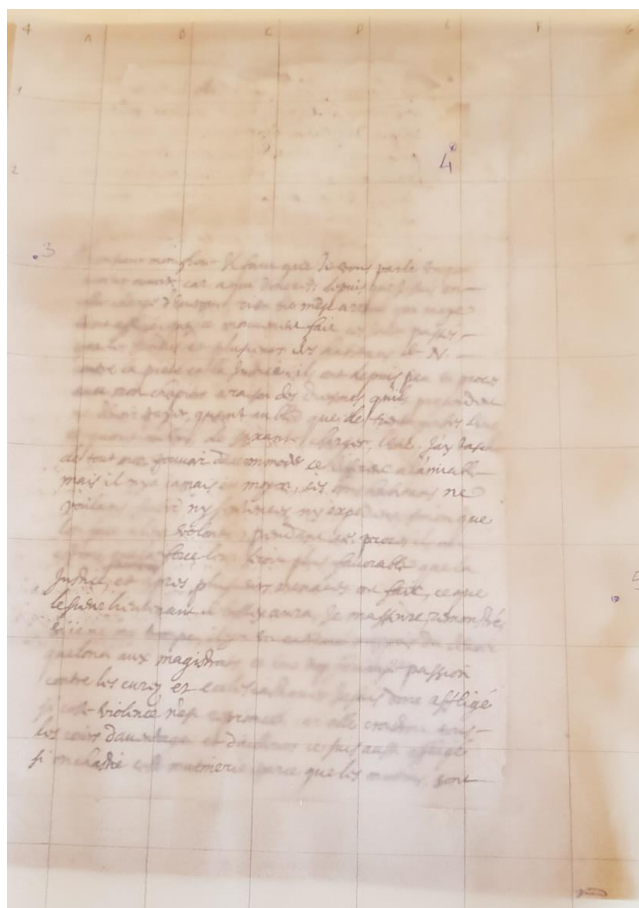


Fig. 2. Fase di campionamento puntuale e riproducibile mediante applicazione di un foglio di carta velina



Fig. 3. Spugna di latex usata per il campionamento

Metodo di indagine

Le misure cromatografiche sono state condotte con HPLC Thermoquest, Shimadzu (Italia), con rivelatore UV-Vis SPD-10A e controller SN4000, Thermo Scientific Inc. (USA), che consente di elaborare in tempo reale i dati attraverso il software ClassVP, Shimadzu (Italia): Le colonne cromatografiche per HPLC utilizzate sono C18 5 μm 250 x 4.6 mm PINNACLE II, RESTEK (USA) e C18 3.5 μm 75 x 4.6 mm SUNFIRE (Irlanda). Le analisi sono state condotte in condizioni isocratiche con eluente tampone fosfato 25mM, pH 2,4, più Metanolo (90:10 v/v), utilizzando una lunghezza d'onda del rivelatore pari a 230 nm con una velocità di flusso 1 mL/min. Tutti i campioni prima di essere iniettati sono stati filtrati su filtro di PTFE 0,45 μm .

Le misure spettroscopiche sono state condotte utilizzando uno strumento FTIR Scientific mod. is50, Thermo-Fisher Scientific Inc. (Madison, WI, USA), con cella in diamante a singola riflessione per misure in riflettanza totale attenuata (ATR). Per ogni campione sono state effettuate 32 scansioni ad una risoluzione di 4 cm^{-1} .

Risultati

Complessivamente sono stati campionati 16 punti delle due pagine, sul verso sia sul recto. In tutti i casi i risultati hanno evidenziato che le aree più rovinate sono probabilmente soggette a fenomeni di degradazione dovuti probabilmente ad un contatto della carta con adesivi utilizzati per rafforzare le pagine, e in alcuni punti anche con acqua, contatto avvenuto sicuramente nel passato.

Un esempio di profilo cromatografico ottenuto dall'analisi del verso del foglio 1 (vedi fig. 1) è riportato di seguito (fig. 4).

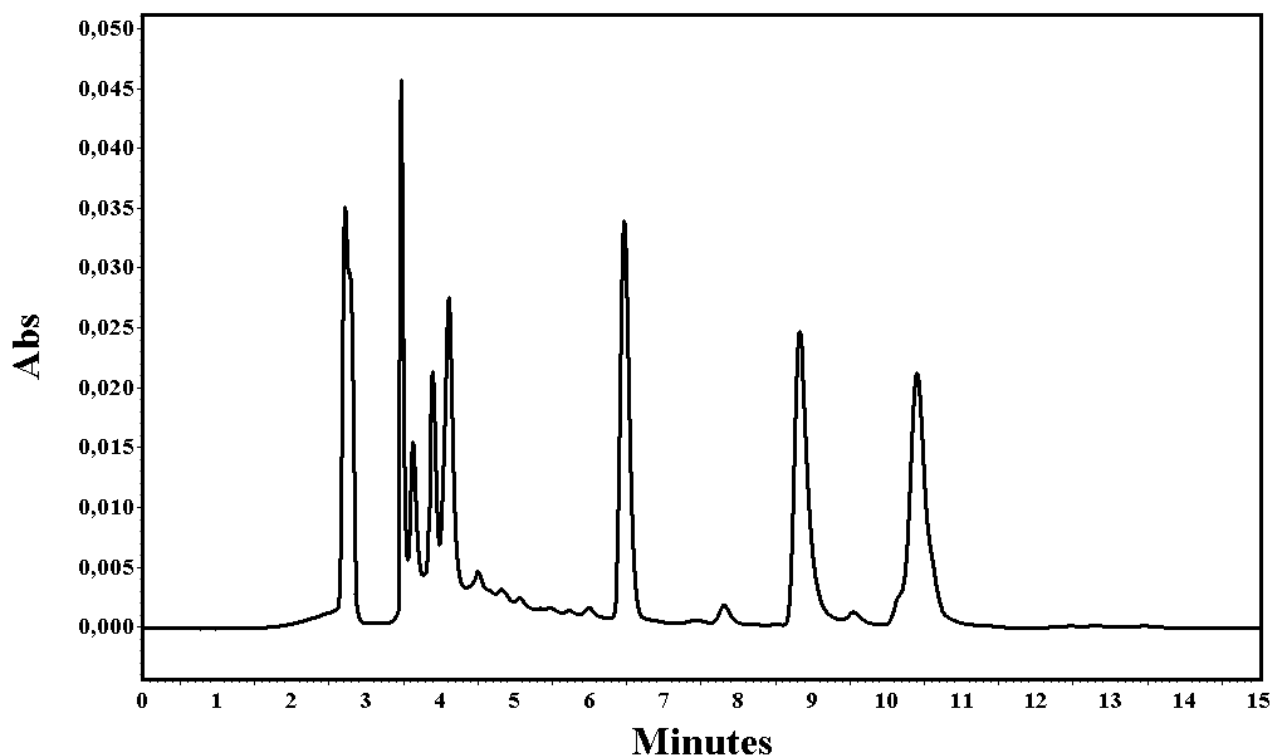


Fig. 4. Profilo cromatografico dell'estratto acquoso del punto 6 del verso foglio 1

Dal confronto con il profilo cromatografico di standard dei prodotti di degradazione acida della cellulosa [1-2], si osserva la presenza di acido ossalico (indice di degradazione, t_r 2,85 min), acido ascorbico (bassa assorbanza, t_r 3,68), presenza di acido lattico (bassa assorbanza, t_r 4,2 min), acido citrico (bassa assorbanza, t_r 4,56 min), acido succinico (indice di alto grado di degradazione, t_r 5,4 min).

La presenza di molecole organiche contenenti gruppi carbossilici nell'estratto acquoso delle spugne è stato confermato da misure FTIR.

Come riportato in Fig. 5, nello spettro ottenuto dell'estratto acquoso del punto 6 del verso foglio 1 sono infatti chiaramente visibili bande a 2926 cm^{-1} e 2850 cm^{-1} attribuibili allo stiramento CH, bande a 1460 cm^{-1} e 1390 cm^{-1} , attribuibili al bending HCH, e bande a 1740 cm^{-1} e 1120 cm^{-1} , dovute rispettivamente a stiramento di gruppi C=O e C-O.

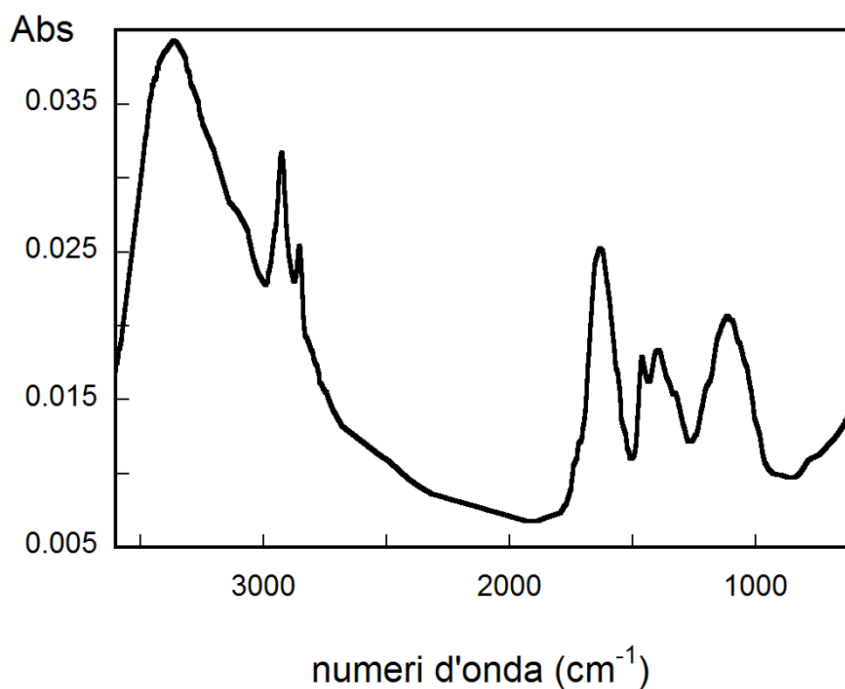


Fig. 5. Spettro FTIR dell'estratto acquoso del punto 6 del verso foglio 1

Questi risultati preliminari, ottenuti in più punti delle lettere, permettono di valutare lo stato di degradazione avanzato delle due pagine analizzate e, in futuro, l'efficacia dei futuri interventi di restauro in termini di rimozione delle forme ossidate della cellulosa responsabili dell'ingiallimento della fragilità presente sulle lettere.

Dr Claudia Mazzuca

Prof.ssa Laura Micheli

Riferimenti

1. Micheli, L., Mazzuca, C., Missori, M., Teodonio, L., Mosca Conte, A., Pulci, O., Arcadipane, L., Dominijanni, S., Palleschi, A., Palleschi, G., Iannuccelli, S., Sotgiu, S. Interdisciplinary approach to develop a disposable real time monitoring tool for the cleaning of graphic



- artworks. Application on “le Nozze di Psiche”. *Microchemical Journal* 138, 2018, pp. 369-378
2. Mazzuca, C., Micheli, L., Carbone, M., Basoli, F., Cervelli, E., Iannuccelli, S., Sotgiu, S., Palleschi, A. Gellan hydrogel as a powerful tool in paper cleaning process: A detailed study. *Journal of Colloid and Interface Science* 416, 2014, pp. 205-211