

IL CASTELLO DI CHÂTEL-ARGENT A VILLENEUVE: IL CONTRIBUTO ALLO STUDIO DEI MATERIALI IN RELAZIONE ALLA FORNACE DA CALCE

Lorenzo Appolonia, Dario Vaudan, Annie Glarey*

Premessa

Negli studi archeologici è stata sovente verificata la possibilità di avere conoscenze maggiori relativamente ai materiali artificiali prodotti dall'uomo nella sua storia, questo al fine di permettere, a volte, di contribuire alla comprensione, o addirittura alla datazione, di alcune fasi costruttive o di scavo. Le malte possono avere questa funzione di confronto all'interno dei vari materiali edili. Il caso emerso durante gli scavi archeologici a Châtel-Argent è di particolare interesse perché non riguarda lo studio solo del materiale in opera e le sue varie applicazioni ma, grazie al ritrovamento di una fornace, permette di affrontare il problema della qualità delle rocce impiegate per la produzione.

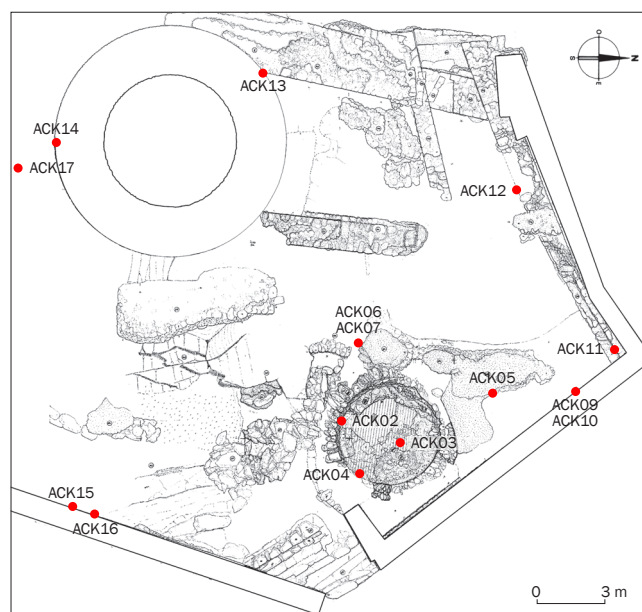
Questo tipo di studio è tutt'altro che facile, data la complessità che presenta la variabilità del materiale e delle diverse formulazioni di produzione. Una malta, infatti, è da ritenersi il connubio di una serie rilevante di parametri se si pensa come essa sia il risultato di un pensiero tecnologico e della capacità dell'operatore (o degli operatori) a realizzarla. A questi fattori si deve aggiungere l'influenza dei parametri ambientali che possono, con la loro variabilità, incidere sul risultato finale del materiale e, quindi, sulla sua resistenza meccanica e conservativa.

La complessità dell'argomento non permette di affermare di essere giunti, in questo momento, ad un risultato esaustivo determinato dalla presenza di una procedura *standard* certa e ripetibile. Gli studi in merito sono ancora in corso e del tutto sperimentali. Questo contributo, quindi, tende a dare informazioni sullo stato di avanzamento della ricerca e sulle sue potenzialità accertate analiticamente e su quelle ancora a venire.

Il campionamento

Il campionamento è di sicuro la fase più complicata nella caratterizzazione di un materiale come una malta. La sua variabilità di struttura e composizione spesso è legata principalmente alla sua funzione d'uso,¹ e questo comporta che si debba tenere presente la possibilità di impiegare gli stessi materiali, ma in rapporti o relazioni differenti e, inoltre, non prevedendo discontinuità fra le varie tipologie di malte, da quelle di allettamento a quelle di finitura. Queste diverse funzioni non sono facilmente distinguibili in un campione proveniente da una muratura ritrovata in archeologia, ovvero dopo anni di interrimento o erosione naturale. Il risultato rischia, quindi, di essere fortemente compromesso da un campionamento che non tenga conto di questo problema e non cerchi di separare le varie stratificazioni di malta *in situ* (soluzione migliore e magari in collaborazione con l'archeologo) o in laboratorio.

La fase di campionamento, nel sito di Châtel-Argent, è stata eseguita in presenza e su indicazione dell'archeologo, al fine di meglio comprendere le problematiche e le domande alle quali si deve rispondere nell'esecuzione delle analisi. La presenza della competenza archeologica permette, inoltre, di avere una contestualizzazione del prelievo a vantaggio della



1. Posizionamento dei prelievi.

valutazione finale. Solo un campione, fra quelli prelevati, non è stato contestualizzato, dato che è stato trovato in un ambiente molto sconvolto al fianco della fornace. Questo fatto lo rende di particolare interesse dato che si tratta di un residuo o scoria di produzione e, pertanto, di estrema utilità per lo studio delle provenienze dei materiali originali e delle tecniche di produzione.

In totale sono stati prelevati 17 campioni (fig. 1) ripartibili in gruppi chiusi in funzione delle necessità di confronto e identificati nella tabella 1 dalla lettera riportata nell'ultima colonna.

Procedimento di analisi

Lo studio delle malte, finalizzato al confronto di struttura muraria, si basa tendenzialmente sulla valutazione delle caratteristiche tecnologiche di costruzione. Queste differenze dovrebbero permettere di distinguere l'opera realizzata su indicazioni di un "mastro" rispetto ad un'altra, fermo restando che queste mutino nel tempo e non siano la geminazione culturale ereditata dal "saper fare" precedente. I campioni provenienti dallo scavo di Châtel-Argent presentano, al loro interno, problematiche diverse e, pertanto, il percorso analitico risulta più complesso e articolato e non ancora completato nel momento della stesura di questo testo.

Allo stato attuale sono state effettuate analisi di caratterizzazione e le possibili valutazioni emerse a seguito del confronto fra la calcimetria e l'analisi termica (TG/DTA). Sono state, inoltre, predisposte le sezioni sottili che saranno oggetto di studio da parte del laboratorio dell'ICVBC (Istituto per la Conservazione e Valorizzazione dei Beni Culturali del Consiglio Nazionale delle Ricerche) di Firenze per definire meglio la tecnica costruttiva e, in particolare, la qualità

Campione	Tipo di prelievo	Note di prelievo	Gruppo
ACK01	frammento di calce con carbone	trovato appena fuori la fornace	fuori contesto
ACK02	calce dentro la fornace	parete sud, h 20 cm dal suolo	A
ACK03	calce dentro la fornace	a contatto del terreno	A
ACK04	calce dentro la fornace	parete nord, h 20 cm	A
ACK05	zona di raffreddamento della calce	compatta e consistente	B
ACK06	zona di raffreddamento della calce	a diretto contatto del terreno, compatta	B
ACK07	zona di raffreddamento della calce	strato sopra ACK06	B
ACK08	campione di bardiglio		riferimento
ACK09	malta di superficie lisciata	muro nord, h 40 cm, compatta	C
ACK10	muro nord, sottostante ACK09	malta friabile	C
ACK11	malta di superficie lisciata	muro ovest, h 80 cm, compatta	D
ACK12	muro ovest	h 20 cm dalla roccia, compatta	D
ACK13	torre, lato ovest	h 80 cm dal muro, compatta	E
ACK14	torre, malta di superficie lisciata (finitura)	lato sud, h 120 cm, compatta	E
ACK15	malta superficiale lisciata (finitura)	muro lato sud, h 100 cm, compatta	F
ACK16	appena sotto ACK15	muro lato sud, h 80 cm, friabile	F
ACK17	muro vicino entrata cisterna	lato sud, malta rosata	idraulica

Tabella 1. *Prelievi e indicazione del raggruppamento per lo studio della omogeneità di produzione.*

esecutiva. Altre misure hanno riguardato la valutazione macroscopica al microscopio stereoscopico, utile per una separazione di fasi diverse, e la determinazione del colore con lo studio dell'affinità delle malte con l'acqua. Questa ultima tecnica è in realtà in fase di sperimentazione per la classificazione e non sarà discussa perché necessita di un confronto fra dati diversi attualmente incompleti.

Le altre tecniche di analisi che si prevedono nel percorso conoscitivo sono: la granulometria, per verificare le procedure di cantiere nella preparazione degli impasti; le analisi con spettrofotometria infrarossa (FTIR), per una valutazione della composizione in parallelo, la quale sarà integrata con la diffrazione di raggi X (XRD), capace di meglio definire le varie fasi cristalline ma non quelle amorfiche; la cromatografia ionica (IC), per la determinazione dei sali solubili, da correlare con i dati di assorbimento del vapore acqueo; le analisi per la verifica delle componenti organiche tramite saggi analitici, al fine di comprendere l'eventuale impiego di sostanze atte a modificare fluidità e tempo di presa della malta; per finire, la verifica con sistema di fluorescenza di raggi X (XRF) sul macinato. Se vi fossero problemi di leggibilità di alcune fasi, a seguito delle analisi delle sezioni sottili mediante microscopia ottica con tavolo polarizzato, si provvederà ad effettuare alcune verifiche con l'impiego del microscopio elettronico a scansione (SEM); questo tipo di approccio potrebbe rivelarsi anche particolarmente utile nello studio dei grumi e nella valutazione elementare tramite la quale ottenere i dati necessari per un confronto con alcuni probabili materiali utilizzati per la produzione della calce, come per esempio il bardiglio su cui è costruito il castello.

Si può comprendere da quanto detto come il quadro analitico è complesso e vi è necessità di correlare in modo finalizzato tutte queste misure tra loro. Si deve anche dire che, spesso, la semplificazione di una determinazione analitica, per tale tipo di materiale, ha dato informazioni particolarmente succinte e fuorvianti, le quali hanno portato ad una "manipolazione" dei dati a sostegno di una particolare ipotesi costruttiva o archeologica.

Risultati analitici

I primi valori analitici ottenuti sono stati, come detto, quelli relativi alla calcimetria e alla determinazione delle componenti termolabili tramite analisi TG/DTA. Queste due tecniche tendono a dare la stessa informazione, ma, essendo basate su principi diversi, possono fornire dati a supporto o diverse possibilità di caratterizzazione analitica della malta.

Nella tabella 2, sono riportati i valori relativi al rapporto legante/aggregato ottenuto dalla valutazione dei risultati mediante le due tecniche. Si può vedere che esiste una buona correlazione fra i dati, anche se questi non sono sempre uguali e comparabili.

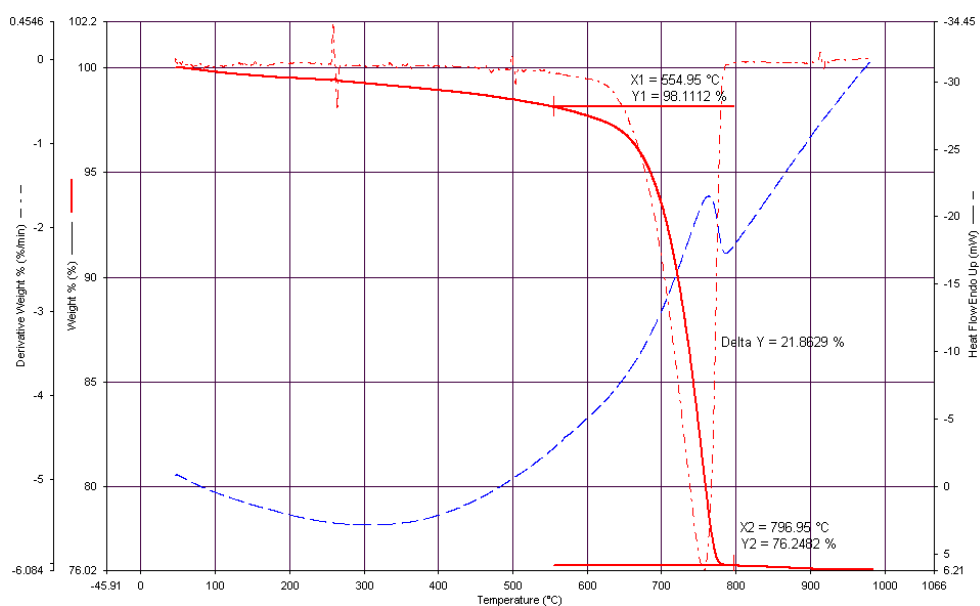
Camp.	Calcimetria			Analisi termica TG/DTA		
	%CaCO ₃	leg/agg	rapp.	%CaCO ₃	leg/agg	rapp.
ACK01	24,54	0,33	1/3	10,47	0,12	1/9
ACK02	61,15	1,57	14/7	49,99	1,00	1
ACK03	37,25	0,59	3/5	35,08	0,54	1/2
ACK04	53,44	1,15	11/7	49,31	0,97	1
ACK05	40,78	0,69	2/3	37,94	0,61	3/5
ACK06	42,82	0,75	3/4	36,09	0,56	4/7
ACK07	49,99	1,00	1	49,69	0,99	1
ACK08	85,81	6,05	6	94,28	16,49	16 1/2
ACK09	54,98	1,22	12/9	44,56	0,80	45/56
ACK10	31,71	0,46	1/2	25,90	0,35	1/3
ACK11	42,14	0,73	3/4	42,32	0,73	3/4
ACK12	34,17	0,52	1/2	34,87	0,54	1/2
ACK13	25,82	0,35	1/3	26,60	0,36	1/3
ACK14	36,22	0,57	4/7	15,21	0,18	1/6
ACK15	41,69	0,71	5/7	25,94	0,35	1/3
ACK16	35,78	0,56	5/9	18,83	0,23	1/4
ACK17	40,39	0,68	2/3	33,38	0,50	1/2

Tabella 2. *Confronto fra i dati del rapporto legante/aggregato con le tecniche di analisi mediante calcimetria e TG/DTA.*

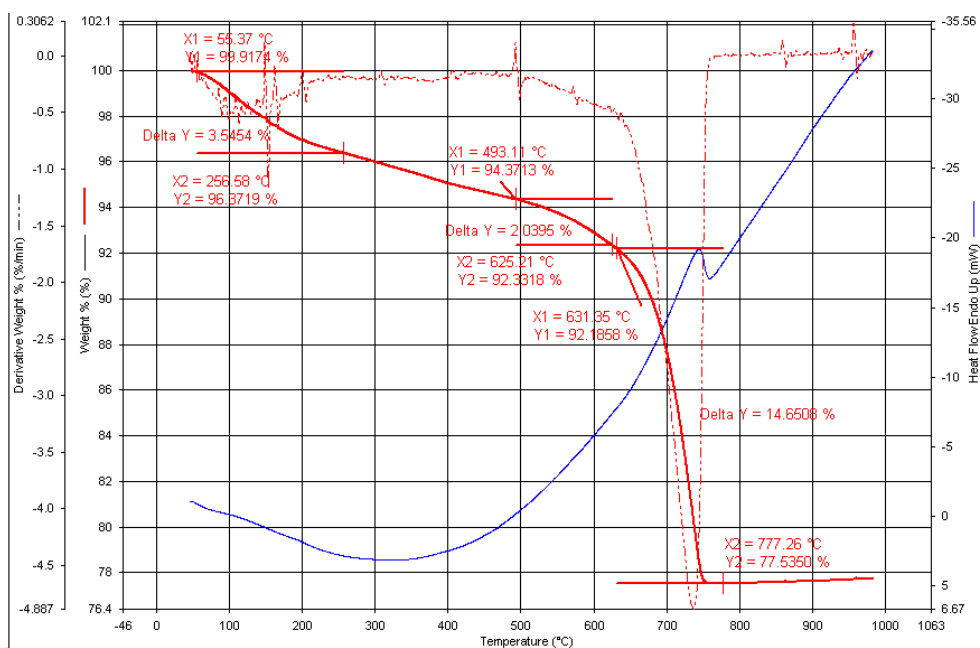
È necessario tenere conto del fatto che con l'analisi calcimetrica² si tende a valutare tutto il carbonato che si sviluppa decomponendo i carbonati e le parti attaccabili da un ambiente acido per acido cloridrico (HCl). Tuttavia, tale valutazione del contenuto di carbonato avviene mediante misurazione volumetrica dell'emissione di anidride carbonica (CO₂) o di altri gas che si possono produrre dall'attacco, i quali, qualora vi fossero, non sarebbero assolutamente ricercati e individuati (se si esclude l'acido solfidrico H₂S) e pertanto attribuiti tutti al degrado del carbonato. La valutazione del rapporto legante/aggregato è quindi ottenuta dalla semplice sottrazione della parte trasformata in gas dal totale del peso iniziale. L'analisi termica³ permette invece di avere una migliore distinzione di alcune fasi, tra le quali quelle dolomitiche, quelle idrauliche o la presenza di prodotti organici.

La figura 2 mette in evidenza l'andamento della decomposizione termica di una malta sufficientemente omogenea, ovvero dove non vi sono praticamente materiali termolabili oltre al carbonato, mentre la figura 3 mostra come in alcuni casi siano facilmente visibili alcune trasformazioni che avvengono prima della fase carbonatica ad indicare la presenza di altre tipologie di composti. Queste problematiche sono molto bene evidenti se si guardano nella tabella 2 i valori di calcimetria del campione ACK01, dove si vede che non vi è alcuna relazione fra quanto misurato con le due tecniche.

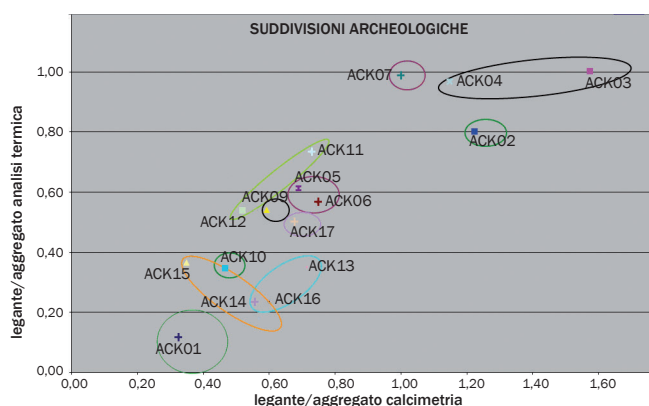
Le componenti termolabili a temperature più basse sono, generalmente, dovute a perdite di acqua di umidità o di cristallizzazione o a transizioni di fase con perdita di alcune componenti gasificate o, ancora, alla decomposizione dei composti organici.



2. Analisi termica del campione ACK07 dove si evince la perdita quasi esclusivamente dovuta al carbonato che parte dalla temperatura di circa 555° C e termina alla temperatura di circa 797° C.



3. Analisi mediante TG del campione ACK17 che mostra perdite a diverse temperature.



4. Rapporto dei dati legante/aggiungato mediante calcimetria (ascissa) e di quelli mediante TG (ordinata), i diversi colori rappresentano i vari gruppi archeologici: nero (A), granata (B), verde scuro (C), verde chiaro (D), arancio (E) e celeste (F).

La differenziazione delle componenti è alla base della diversità di risultato fra le due tecniche. Lo studio e il confronto dei due metodi di misura torna utile per verificare la coerenza del campione in relazione alla caratterizzazione del legante e all'influenza dell'aggiungato carbonatico o dolomitico nella determinazione dei rapporti interni.

La fase di analisi mineralogico-petrografica su sezione sottile, predisposta ma non ancora realizzata, permetterà di completare l'informazione relativa ai rapporti fra le varie componenti e, inoltre, fornirà indicazioni sulla qualità della produzione della malta, ovvero il suo corretto equilibrio con l'acqua dell'impasto e l'avanzamento corretto dei tempi di presa.

La figura 4 cerca di mostrare il tipo di relazione esistente fra le due diverse tecniche analitiche. Teoricamente, e in caso di dati omogenei, il diagramma dovrebbe presentare sempre valori posti in un intorno molto prossimo o lungo una retta diagonale che mostri la regolarità di composizione.

Quello che si evince, invece, nel nostro caso, è come alcuni gruppi presentino dati più coerenti accompagnati da dati isolati. È parso comunque palese che, in questi casi, le parti prelevate in superficie mostrano una diversa presenza di carbonato, generalmente più ricca in rapporto all'aggiungato, come per esempio si vede molto bene nel gruppo B (linea granata) dove i due primi prelievi provenienti dalla stessa fase costruttiva sono omogenei rispetto al campione superficiale ACK07. Quest'ultimo, oltretutto, mostra un'identica percentuale sia con la calcimetria e sia con la TG, indicando una produzione molto regolare senza aggiunte di materiali diversi.

Questa valutazione porta alla possibilità di distinguere due fasi di lavorazione o di applicazione della malta. All'archeologo spetta quindi la valutazione finale che permetta di correlare, grazie alle possibilità di studio delle fasi costruttive, i dati archeologici con questo risultato analitico.

Conclusioni

Il ritrovamento di un centro di produzione rappresenta sempre un momento di grande interesse per l'archeologo e per il diagnosta, i quali hanno così la possibilità di mettere a confronto teoria e pratica relativamente alle prassi produttive e tecnologiche e di scambiare in modo operativo le proprie conoscenze in merito al materiale stesso.

Lo studio delle fornaci da calce fa parte di un progetto di ricerca, da parte del LAS (Laboratorio Analisi Scientifiche per la conservazione), il quale interessa tutto il territorio regionale. In questo progetto la "scoperta" di una fornace, seppure locale e specifica per la costruzione di un monumento e non centro produttivo territoriale, permette di aggiungere un tassello alla conoscenza che si vuole recuperare sulle metodologie e sulle rocce utilizzate per la produzione di calce in Valle.

La ricerca nella quale il LAS è da tempo impegnato vuole verificare la possibilità di utilizzare i dati recuperabili sulle calci e l'identificazione dei luoghi di produzione tramite fornaci ancora note, per cercare di individuare dei traccianti che permettano di caratterizzare in modo univoco le rocce di provenienza. Questa conoscenza consentirebbe di verificare le dinamiche di produzione e le vie di distribuzione dei materiali edili nel corso dei secoli, impiegati sia nell'edilizia monumentale e sia in quella rurale.

Lo studio delle malte provenienti dal sito di Châtel-Argent è ancora in fase di approfondimento, molte delle tecniche ritenute significative non hanno ancora completato l'esame di tutti i campioni, ma i dati attuali hanno già mostrato un certo interesse nel confronto diretto con gli archeologi, segno che una collaborazione veramente condivisa fra le varie competenze permette di fare il salto di qualità atteso a questo tipo di studio e ricerca.

Abstract

One of the most important archaeometric subjects is the study of production areas and intrinsic to this, is the search for methods that trace the provenance of original materials. LAS experts have been trying to verify the best methods to reach this objective. The analytical approach is extremely complex but, even with relatively little data and working in close collaboration with archaeologists, it is possible to provide support or verify hypotheses regarding the various building phases of sites or monuments. This study aims to examine if analytical methods such as TG/DTA, calcimetry, granulometry, section analysis and diffractometry can, when used in combination, supply adequate material for the creation of a data bank of information and useful indications for general dating and mortar dating.

- 1) Commissione NorMal, NorMal n. 10924/2001, Beni culturali, *Malte per elementi costruttivi e decorativi: Classificazione e terminologia*.
- 2) Commissione NorMal, NorMal n. 11140/2004, Beni culturali, *Malte storiche: Determinazione del contenuto di anidride carbonica*.
- 3) A. MOROPOULOU, P. THEOULAKIS, K. BISBIKOU, A. THEODORAKI, N. CHONDROS, G. BISCONTIN, E. ZENDRI, A. BAKOLAS, *Study of mortars in the medieval city of Rhodes, Conservation of stone and other materials*, in Proceedings of the International RILEM/UNESCO Congress Conservation of Stone and Other Materials (Paris, 29th June - 1st July 1993), pp. 394-401.

*Collaboratrice esterna: Annie Glarey, borsista Fondo Sociale Europeo (FSE) in Metodologie e Tecnologie per la valorizzazione dei beni culturali.