

IMPIEGO DI TECNICHE CHIMICO – FISICHE PER LO STUDIO DELL'INVECCHIAMENTO DELLE FIBRE DI LINO

M.Bettinelli ⁽¹⁾, E.Curtoni ⁽²⁾, M.Moroni ⁽³⁾, F.Barbesino ⁽⁴⁾.

- (1) dell'Ordine dei Chimici di Piacenza – E-mail: bettinelli.maurizio@enel.it
- (2) Esperto di tecniche di analisi
- (3) Esperto di elettronica industriale – E-mail: tagli@libero.it
- (4) Esperto di materiali polimerici e metallici – E-mail: fra.bar@libero.it

Worldwide Congress Sindone 2000

Orvieto, 27-29 agosto 2000

There are more things in heaven and earth,
 Floratio, than are dreamt of in our
 philosophy.

Amlet, Act I, Scene V

Introduzione

Questa ricerca è nata dalla consapevolezza che in natura esiste un notevole divario tra i modelli che si possono proporre e la realtà.

Spesso, infatti, quando si discute sull'influenza che i fattori chimico-fisici esterni avrebbero potuto esercitare sul tessuto di lino della Sindone ed, in particolare, sui campioni prelevati da questo per le analisi radiocarboniche del 1988, ci si riferisce semplicisticamente alle sole catene polimeriche lineari della cellulosa. Si sostiene inoltre che queste catene non possono reagire in modo efficace con l'ambiente esterno per aggregare atomi di carbonio fresco, mentre i trattamenti di pulizia adottati durante l'operazione di datazione radiocarbonica avrebbero come unico esito la rimozione completa delle eventuali impurezze.

In realtà le esperienze da noi condotte mostrano che sia i trattamenti termici che quelli di pulizia, alterano la struttura macromolecolare e la composizione chimica della cellulosa e delle sostanze presenti negli elementi fibrosi che sono utilizzati per la fabbricazione del tessuto¹. L'influenza del riscaldamento su queste ultime è stato da noi verificato per la pectina ma, potrebbe manifestarsi anche su altre sostanze, quali la lignina, le cere e i grassi.

Certamente è difficile stabilire una relazione diretta tra le variazioni di struttura e di composizione accertate ed il tenore di radiocarbonio presente nel tessuto, ma occorre ammettere che le prime possono influenzare il contenuto di ¹⁴C finale². Inoltre non mancano alcuni riscontri poiché le tecniche da noi utilizzate sono state applicate anche a campioni dei quali era nota l'età radiocarbonica o dei quali si conosceva almeno la presunta età storica.

Tecniche utilizzate

1.1 Analisi mediante Diffrazione ai raggi X (XRD)

Nella tecnica della diffrazione a raggi X, applicata allo studio della cellulosa fin dal 1913, il campione è investito da un fascio di radiazioni X che subiscono una diffrazione regolata dalla legge di Bragg. Lo spettro di diffrazione tipico della cellulosa è caratterizzato da una serie di righe la cui posizione è indicativa di catene molecolari ordinate regolarmente nello spazio in modo da formare un reticolo cristallino caratterizzato da una cella elementare a simmetria monoclinica avente le dimensioni $a = 8,2 \text{ \AA}$, $b = 10,3 \text{ \AA}$, $c = 7,9 \text{ \AA}$ e $\beta = 84^\circ$.

¹ Gli elementi fibrosi estratti, dopo macerazione, dalle piante di lino ed impiegati ancor oggi come "fibra tecnica" per la produzione dei tessuti sono composti da alcune fibrille di cellulosa associate ad una certa quantità di materiale non celluloso interposto, materiale che anche i comuni attacchi chimici di pulizia utilizzati in laboratorio rimuovono solo in parte (Laboratorio di Ricerche Tecniche della Giovanni Bozzetto S.p.A., Filago (Bg) – Monografia n° 59: "Il lino", febbraio 2000).

² D'altra parte, come abbiamo detto più volte, riteniamo che il ringiovanimento radiocarbonico di un antico tessuto organico che ha subito molteplici vicissitudini può ricondursi, più che ad un sola causa, alla somma di numerose cause tutte potenzialmente presenti.

Tuttavia i fasci di macromolecole che compongono la cellulosa non sono disposte ordinatamente lungo tutto il loro percorso in modo da formare un reticolo cristallino. A zone ordinate o cristalline si alternano zone meno ordinate nelle quali le macromolecole sono spesso tra loro aggrovigliate ed *amorfe* ai raggi X. In realtà fra queste due zone non esiste una netta demarcazione e la zona a basso ordine laterale non è amorfa nel senso che è comunemente attribuito a tale termine, ma comprende tutta una serie di transizioni che dalla struttura cristallina vanno fino ad uno stato di disordine che non è mai completo, sebbene sia tale da non dar luogo a un rilevante effetto di diffrazione dei raggi X. L'intensità del segnale (conteggio) rappresenta pertanto una misura quantitativa del grado di cristallinità della cellulosa costituente la fibra di lino. Al diminuire di questo, aumenta la possibilità d'accesso dell'acqua e dei reagenti chimici alle macromolecole, e diminuisce la loro resistenza all'attacco di funghi e batteri.

1.2. Analisi mediante Calorimetria Differenziale (DSC)

La calorimetria differenziale o analisi termica differenziale, misura il flusso di calore ceduto o assorbito da un campione che viene sottoposto ad un gradiente programmato di temperatura in un forno che può essere mantenuto in diverse condizioni di atmosfera (aria, ossigeno, azoto ecc.).

Nella DSC il campione è introdotto in una cella di misura mentre un'altra cella è utilizzata come riferimento. Un sistema elettronico di controllo permette il riscaldamento indipendente delle due celle in modo tale da assicurare il mantenimento della stessa temperatura. Quando nel campione avviene un processo che comporta trasferimento di calore (processo endotermico o esotermico) lo strumento varierà l'energia fornita alla cella contenente il campione in modo tale da mantenere la temperatura costante nelle due celle. Questa variazione d'energia è visualizzata in un termogramma che nel nostro caso presenta un picco positivo, verso l'alto, nel caso di processi endotermici e un picco negativo, verso il basso, per processi esotermici.

1.3. Analisi mediante microscopia Infrarossa con Trasformata di Fourier (FTIR)

Il campione è irradiato da un fascio di luce infrarossa (IR) in una regione dello spettro elettromagnetico compresa tra 2,5 e 15 micron ($4000 - 650 \text{ cm}^{-1}$). Questo ha energia sufficiente per alterare i movimenti di vibrazione e rotazione delle molecole presenti. L'emissione, la riflessione o l'assorbimento causato da tali fenomeni è misurato con uno strumento chiamato spettrofotometro IR. Lo spettro infrarosso generato dal campione dipenderà perciò dal tipo di molecola e gruppo funzionale interessati dal fenomeno; ad esempio un gruppo carbossilico (COOH) tipico di un acido assorbirà energia ad una lunghezza d'onda diversa dal gruppo carbonilico (CO) di un'aldeide.

Pertanto questa tecnica è utilizzabile, tra l'altro, per seguire le modificazioni chimiche indotte dai trattamenti chimico-fisici ai quali sono stati sottoposti i campioni.

1.4. Analisi mediante Microscopia Elettronica a Scansione (SEM)

L'osservazione ad alti ingrandimenti permette di individuare alcune particolarità delle fibrille di lino mentre la microsonda associata al SEM fornisce l'analisi chimica delle impurezze organiche ed inorganiche individuate.

Risultati sperimentali

La Tabella I presenta l'insieme dei tessuti analizzati durante le esperienze di laboratorio, la loro provenienza, l'età storica presunta e l'eventuale età radiocarbonica determinata con spettrometro di massa ad accelerazione (AMS). Inoltre in Tabella II sono indicati i trattamenti fisico-chimici ai quali sono stati sottoposti i campioni prima delle analisi.

2.1. Diffrazione ai raggi X (XRD)

Sono stati analizzati gli spettri di diffrazione di campioni di lino nuovo non trattato (campione A di Tabella I) e trattato termicamente, in un forno a muffola, in ambiente di aria, rispettivamente a 215 °C x 1h, 240°C x 1h, 250 °C x 15 min. ed a 250 °C per diverse ore (figura.1).

Lo spettro di diffrazione del tessuto di lino nuovo non trattato evidenzia un picco di diffrazione a circa 22.5° 2θ preceduto da un debole doppietto a 15.0 e 15.2° 2θ, tipico della cellulosa nativa. La posizione di queste bande è sempre la stessa qualunque sia l'origine della cellulosa esaminata.

Dall'esame della figura è facilmente deducibile che il riscaldamento termico del tessuto produce una progressiva perdita di cristallinità della cellulosa come chiaramente indicato dallo diminuzione del segnale a 22.5° 2θ. In particolare il trattamento termico protratto temporalmente provoca, prima dell'incenerimento vero e proprio del campione, una totale perdita di cristallinità delle fibre di lino.

Anche i trattamenti di pulizia acida e alcalina, sia che siano preceduti o meno da un trattamento termico, inducono modificazioni della fibra riducendone la cristallinità. L'effetto è particolarmente evidente per il trattamento acido come mostrato in figura 2 e 2bis. In quest'ultima il tessuto di lino nuovo, dopo riscaldamento a circa 215 °C per 60 minuti in presenza di aria, perde circa il 12% della cristallinità iniziale, perdita che diventa pari al 27.5 % dopo trattamento alcalino con soluzione di NaOH al 10% e raggiunge il 62 % dopo trattamento acido con soluzione di HCl al 10%.

La figura 3 mostra i campioni di lino antico che presentano un grado di cristallinità nettamente inferiore a quello del lino nuovo; essi sono rispettivamente, in ordine decrescente, un campione della mummia Lyma (B in Tabella I), un materiale proveniente dagli scavi di Pompei (campione F), un lino proveniente dagli scavi di En Gedi (campione C) e il lino egizio proveniente dagli scavi di Assuan (campione E).

Si sono infine confrontati in figura 4 gli spettri di diffrazione del campione Lyma "tal quale" e dopo irraggiamento con flusso neutronico integrato di $1.16 \cdot 10^{13}$ neutroni/cm². Non si notano significative alterazioni nella cristallinità del tessuto; questa, invece, si riduce drasticamente se il materiale irraggiato subisce un successivo trattamento termico a 200°C in atmosfera di CO, CO₂ e H₂O (simulazione dell'incendio di Chambery in presenza di acqua³).

In questo caso le analisi radiocarboniche dei medesimi tessuti hanno confermato la notevole reattività del materiale al trattamento termico successivo all'irraggiamento poiché se con questo si era ottenuto un ringiovanimento radiocarbonico di 360 anni, il trattamento termico successivo produceva un ulteriore incremento di 760 anni⁴.

Un 'analoga perdita di cristallinità si osserva confrontando tra loro due campioni di lino di una mummia rinvenuta nei pressi di Assuan ed inviatici dal prof. Diana, uno non trattato e l'altro pulito chimicamente con una soluzione al 5% di Na₂CO₃ (figura 4 bis).

2.2. Calorimetria Differenziale (DSC)

L'analisi mediante calorimetria differenziale di una fibra di cellulosa sottoposta a riscaldamento in ambiente di azoto, quale quello da noi utilizzato, mostra un picco endotermico nel campo di temperatura 350–380 °C, picco che Shafizadec⁵ attribuisce principalmente alla formazione di levoglucosano. In tutti i campioni da noi esaminati è evidente la presenza di questo picco con

³ Questa simulazione, sempre la stessa in tutte le esperienze da noi condotte e spesso indicata come Kouznetsov, è stata più volte descritta, ad esempio, nelle memorie di cui alla seguente nota 5.

⁴ M.Moroni, F.Barbesino, M.Bettinelli: *Verifica di una ipotesi di ringiovanimento radiocarbonico*, III Congresso Internazionale di Studi sulla Sindone, Torino 5-7 giugno 1988, ed inoltre idem: *Possibile Rejuvenation Modalities of the Radiocarbon Age of the Shroud of Turin*, Shroud of Turin Conference, Richmond (Virginia), 18-19 June 1999.

⁵ F.Shafizadec: "Termal Degradation of Cellulose" in *Cellulose Chemistry and its Application*, Horwood, Chichester, 1985, pp.266-289.

massimo attorno a 365–370 °C con un calore di reazione sempre positivo dell'ordine di 150–250 J/g.

Le figure 5 e 6 mostrano i termogrammi tipici relativi ad alcuni campioni analizzati mentre la Tabella III riassume le temperature massime dei picchi e i relativi valori di ΔH misurati per i vari campioni.

Si osserva che l'invecchiamento del tessuto sembra operare nel senso di anticipare la comparsa del valore massimo del picco a temperature più basse e di richiedere valori di ΔH sensibilmente inferiori. La difficoltà di determinare con precisione i valori reali di queste differenze dipende principalmente dall'incertezza delle misure relative ai tessuti più antichi che mostrano, in alcuni casi, una evidente eterogeneità dovuta alla presenza di particelle estranee tra le fibre del tessuto, come evidenziato dall'indagine al SEM.

Anche la DSC evidenzia un effetto sulla risposta strumentale dovuto al trattamento di pulizia acido-alcalino cui è stato sottoposto il tessuto con effetti maggiormente significativi per il trattamento acido rispetto a quello alcalino.

L'effetto dell'irraggiamento effettuato sul campione Lyma non comporta alcun cambiamento nei termogrammi DSC che confermano massimi del picco a 36,6 °C con valori di ΔH pari a 195,5 J/g.

2.3. Microscopia Infrarossa con Trasformata di Fourier (FTIR)

Per ragioni di tempo abbiamo preso in considerazione solo la regione dello spettro infrarosso compresa tra 1600–1750 cm^{-1} ove sono presenti due bande a 1635–1650 cm^{-1} e 1705–1715 cm^{-1} caratteristiche rispettivamente dei gruppi carbonilici e carbossilici.

Nel lino nuovo (figura 7) la banda a 1640 cm^{-1} è prevalente sul picco a 1710 cm^{-1} che costituisce una piccola spalla del primo; se il campione è riscaldato in aria a 215 °C x 1h la spalla si accentua un poco.

Anche il tessuto della mummia Lyma originale presenta, almeno nell'intervallo da noi considerato, un andamento analogo a quello del lino nuovo mentre in seguito all'irraggiamento neutronico l'intensità della banda a 1710 cm^{-1} aumenta leggermente. Il successivo trattamento termico a 200 °C in atmosfera di CO, CO₂ e H₂O porta ad un aumento sensibile della banda a 1710 cm^{-1} e si osserva un leggero spostamento a frequenze più basse del picco relativo ai gruppi carbonilici (1620 cm^{-1}) (figura 8).

Per ciò che riguarda un confronto tra i tessuti antichi (figura 9) il campione di mummia proveniente dal Museo egizio di Torino presenta uno spettro abbastanza simile a quello della mummia Lyma (con la spalla a 1710 cm^{-1}) mentre quello proveniente da En Gedi mostra una sola banda allargata con massimo a circa 1645 cm^{-1} .

Un tessuto originale proveniente da Nagasaki (figura 10), la cui principale fonte di irraggiamento è attribuita a radiazioni γ , mostra due bande a 1656 cm^{-1} e 1711 cm^{-1} mentre dopo riscaldamento a 200–230 °C in atmosfera di CO, CO₂ ed H₂O (simulazione dell'incendio di Chambery) si osserva uno spostamento delle frequenze a 1738 cm^{-1} e 1630 cm^{-1} con un mantenimento sostanziale dei valori di assorbanza dei due picchi. Aumenta leggermente la banda a 1738 cm^{-1} caratteristica dei gruppi carbossilici.

Infine, sulla base di un suggerimento del prof. Adler, un campione della mummia Lyma originale è stato immerso in una soluzione al 10% di pectina che appartiene, come si era accennato all'inizio della presente memoria, a quelle *sostanze complementari* che crescono associate alla cellulosa⁶.

⁶ E' noto che il lino contiene dal 15 al 30 % di impurezze delle quali una forte quantità appartiene al gruppo della pectina e dei suoi derivati. Queste ed altre sostanze incrostanti quali le adipocellulose e le cutocellulose (dotate di scarsissima solubilità) oppongono un serio ostacolo alle operazioni di candeggio.

Dopo essiccamento, il campione è stato riscaldato in forno a 200-230 °C in atmosfera di CO, CO₂ ed H₂O. Se confrontiamo (figura 11) gli spettri della mummia Lyma originale con quelli con e senza pectina trattati termicamente si constata che il riscaldamento produce aumento nelle bande dei gruppi carbonilici e carbossilici e che questo aumento diviene ancor più significativo in presenza di pectina.

Sempre sul tessuto della mummia Lyma si è eseguito anche un interessante controllo considerando gli spettri propri della sola parte chiara e di quelle scure. Si evidenzia che i gruppi carbonilici e carbossilici sono presenti in prevalenza nelle zone scure che, con ogni probabilità, coincidono con quelle amorfe del campione (figura 12).

2.4. Microscopia Elettronica a Scansione (SEM)

La figura 13 mostra un filo del tessuto di lino della mummia del Museo egizio di Torino osservato per mezzo del microscopio elettronico a scansione (100 x). Sono visibili le fibrille che lo compongono e le numerose impurezze che affiorano in superficie.

Le figure 14 e 15 relative al tessuto di Pompei mostrano, a più alti ingrandimenti, le fibrille con evidenti segni di sfogliazione e con rotture longitudinali e trasversali piuttosto pronunciate. Le figure 16 e 17 relative alla mummia del Museo di Torino, oltre a documentare importanti rotture trasversali delle fibre, evidenziano la presenza di impurezze inorganiche, sotto forma di particelle singole o di aggregati cristallini, costituiti prevalentemente da silicati di calcio, ferro, potassio, titanio, oltre che da sostanze di natura organica (figura 18).

Conclusioni

In generale si è constatato che il calore di reazione ΔH diminuisce sensibilmente nei lini antichi rispetto al lino nuovo (vedi Tabella III), tendenza che non viene contraddetta dal risultato ottenuto sul campione di En Gedi ove il ΔH è identico a quello del tessuto nuovo. Infatti quest'ultimo risultato è stato certamente influenzato dalle numerose impurezze individuate su di esso dall'osservazione al SEM, effetto accentuato dall'esiguità del materiale a disposizione per l'analisi.

A conferma di ciò si osserva che il tessuto di En Gedi, in quanto tale, fornisce un picco dello spettro di diffrazione inferiore a quello di altri tessuti antichi (figura 3).

Esiste una corrispondenza *qualitativa* tra le date radiocarboniche ottenute mediante le analisi AMS (spettrometro di massa ad accelerazione) sulla mummia Lyma e l'andamento degli spettri di diffrazione (XRD) e quelli all'infrarosso (FTIR). Se si considerano nell'ordine tre campioni: quello della mummia Lyma originale, quello irraggiato e quello trattato termicamente dopo irraggiamento si osserva che gli anni radiocarbonici (2110, 1750 e 990 BP) decrescono dall'uno all'altro e così pure il picco massimo degli spettri di diffrazione (figura 4), mentre si accentuano passando da un campione all'altro le bande dei gruppi carbonilici e carbossilici degli spettri FTIR (figura 8).

In generale, dal punto di vista strumentale, si è avuta conferma che le tecniche FTIR e XRD, in quanto non distruttive, possono fornire preziose indicazioni sullo "stato" delle fibre di lino senza alterare il campione; soprattutto la micro FTIR appare particolarmente utile per una indagine sui gruppi chimici presenti nei singoli punti della fibra e, di conseguenza, permette di seguire l'evoluzione dei tessuti nel tempo e sotto l'effetto di cause diverse..

Anche la risposta fornita dalla DSC, pur nell'incertezza delle misure quantitative dovute all'eterogeneità dei materiali più antichi, conferma una variazione della risposta strumentale che in qualche modo dipende dal trattamento al quale è stato sottoposto il tessuto.

In particolare le indagini da noi condotte su tessuti organici nuovi ed antichi mostrano che la reattività di questi agli agenti chimici o biologici non è una costante ma può crescere per una

pluralità di fattori: Sia i trattamenti termici (in aria, ma anche in atmosfere che simulano le condizioni d'incendio) che quelli chimici possono alterare le caratteristiche del materiale e diminuire il grado di cristallinità; l'effetto finale di tali trattamenti è costantemente quello di rendere il tessuto più "fragile" e più facilmente aggredibile.

Allegato

Precisazioni riguardanti la strumentazione utilizzata

1.1. Diffrazione ai raggi X (XRD)

L'analisi mediante diffrazione a raggi X è stata condotta con uno spettrometro Philips PW 1700 equipaggiato con tubo a raggi x con anticatodo di rame e sistema di controllo PW 1710. Gli spettri sono stati acquisiti sul computer HP Vetra Xm Serie 4 mediante il software Pc-APDC versione 3.6. I campioni sono stati caricati sul portacampioni per semplice pressione del vetrino portaoggetti e analizzati nel campo $10-40^\circ 2\theta$.

1.2. Calorimetria Differenziale (DSC)

L'analisi DSC è stata eseguita mediante un calorimetro Perkin Elmer Serie 7 con campo di misura da -60°C a 600°C e sensibilità pari a $0,001\text{ mW}$. Il programma di riscaldamento è stato fissato da 50°C a 450°C con velocità di riscaldamento pari a $20^\circ\text{C}/\text{min}$. Tutti gli esperimenti sono stati condotti in atmosfera di azoto. I dati sperimentali sono stati raccolti su un computer mediante il software TAS 7.

1.3. Microscopia Infrarossa con Trasformata di Fourier (FTIR)

Lo strumento utilizzato nella presente indagine è un Perkin-Elmer Auto IMAGE System equipaggiato con FT-IR modello 2000. Un particolare ringraziamento va rivolto alla dr.Silvia Allegri della Perkin Elmer Italia per la gentile disponibilità e l'aiuto fornito nell'esame dei campioni di lino mediante micro FT-IR.

1.4. Microscopia Ottica a Scansione (SEM)

L'indagine in microscopia elettronica è stata effettuata mediante lo strumento Philips 525 equipaggiato con microsonda EDAX. I campioni sono stati montati sul portacampioni mediante un nastro doppio-adesivo, ricoperti da uno strato di oro dello spessore di circa 20 nm in atmosfera rarefatta di argon alla pressione di $0.1-0.2\text{ mbar}$.

Campioni	A	B	C	D	E	F	G
Tessuto	Lino nuovo	Mummia Lyma	Lino antico	Mummia egizia	Lino tomba presso Assuan	Lino antico	Cotone moderno
Provenienza	Ditta G.Marchesi (Lecco)	Museo Tessuti Lione	Scavi di En Gedi	Museo egizio di Torino	Prof.Diana	Scavi di Pompei	Nagasaki
Età storica presunta	1978 circa	1° secolo a.C.	1° secolo a.C.-1° secolo d.C.	3542-3340 a.C.	1000 a.C.	79 d.C. circa	1945 circa
Età radiocarbonica	---	2110 ± 60 y BP	2175 ± 55 y BP 2210 ± 55 y BP	4670 ± 60 y BP	---	1965 ± 65 y BP	300 ± 60 y BP

Tabella I – Riassunto dei tessuti analizzati, il luogo di provenienza e le date storiche presunte e ricavate dall'analisi radiocarbonica mediante apparecchiature AMS.

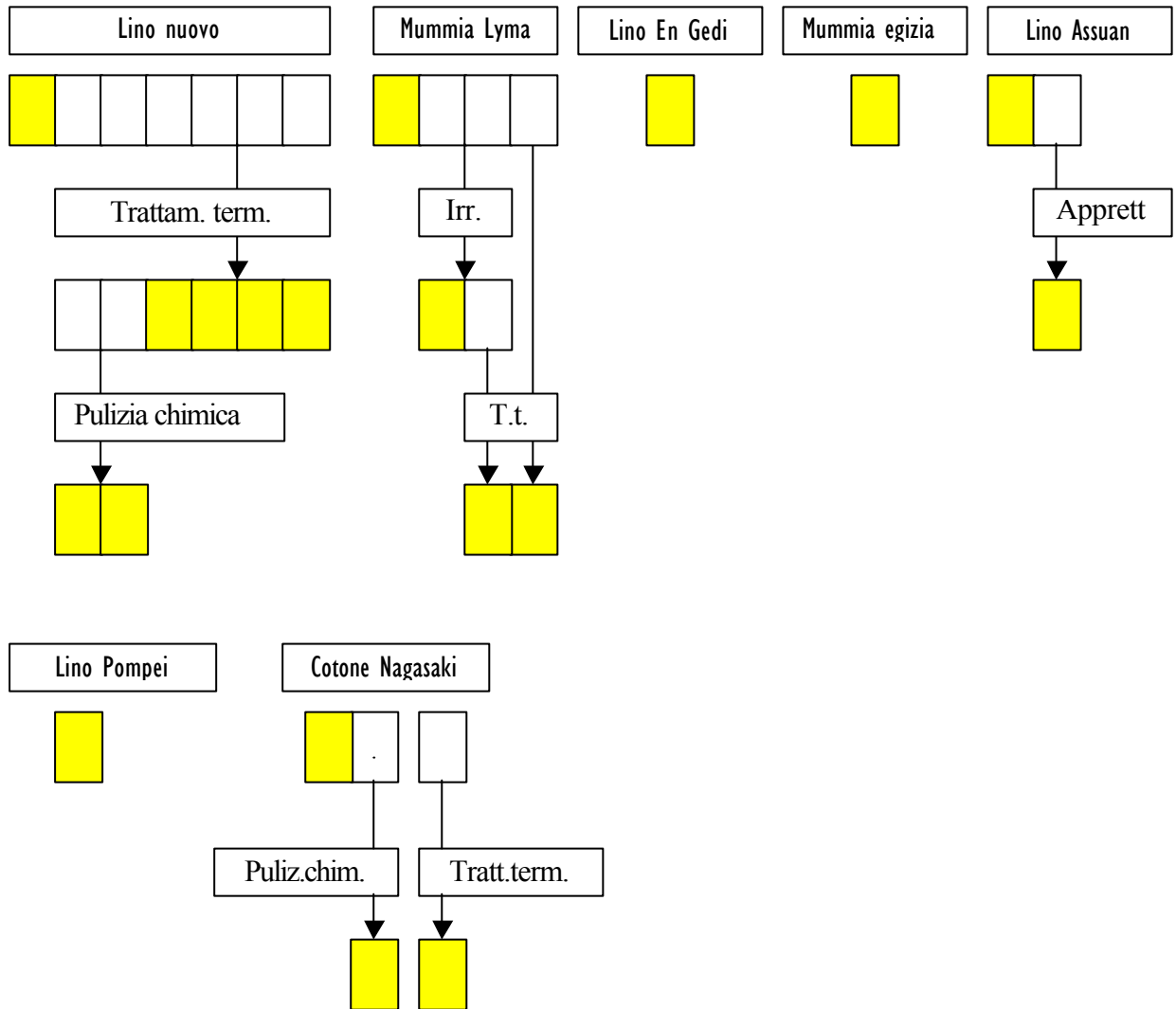


Tabella II – Trattamenti chimico fisici ai quali sono stati sottoposti i campioni prima delle analisi (in giallo sono indicate le condizioni di analisi).

Campione	Età storica presunta o radiocarbonica	Indice di cristallinità (conteggi XRD)	Massimo del picco (°C)	ΔH (J/g)
Lino nuovo	1978	2447	371	257
Lino nuovo trattato a 250 °C x 15'	1978	1390	374	330
Lino nuovo + T.T. a 215 °C + NaOH 10 %	1978	1774	363	316
Lino nuovo + T.T. a 215 °C + HCl 10 %	1978	920	350	190
Tessuto Nagasaki	1945	979	375	250
Tessuto Pompei	79 d.C.	1091	375	201
Mummia Museo egizio di Torino	3542 – 3340 a.C. 4670 ± 60y BP	900	365	150-195
Mummia Lyma	1° secolo a.C. 2110 ± 60 y BP	1376	366	140-190
Mummia Lyma irragg.	1750 ± 50y BP	1360	367	195
Tessuto En Gedi	1° a.C.-1° d.C. 2240 ± 60 y BP	908	357	257

Tabella III – Temperature massime dei picchi e valori di ΔH attenuati su diversi campioni mediante calorimetria differenziale.

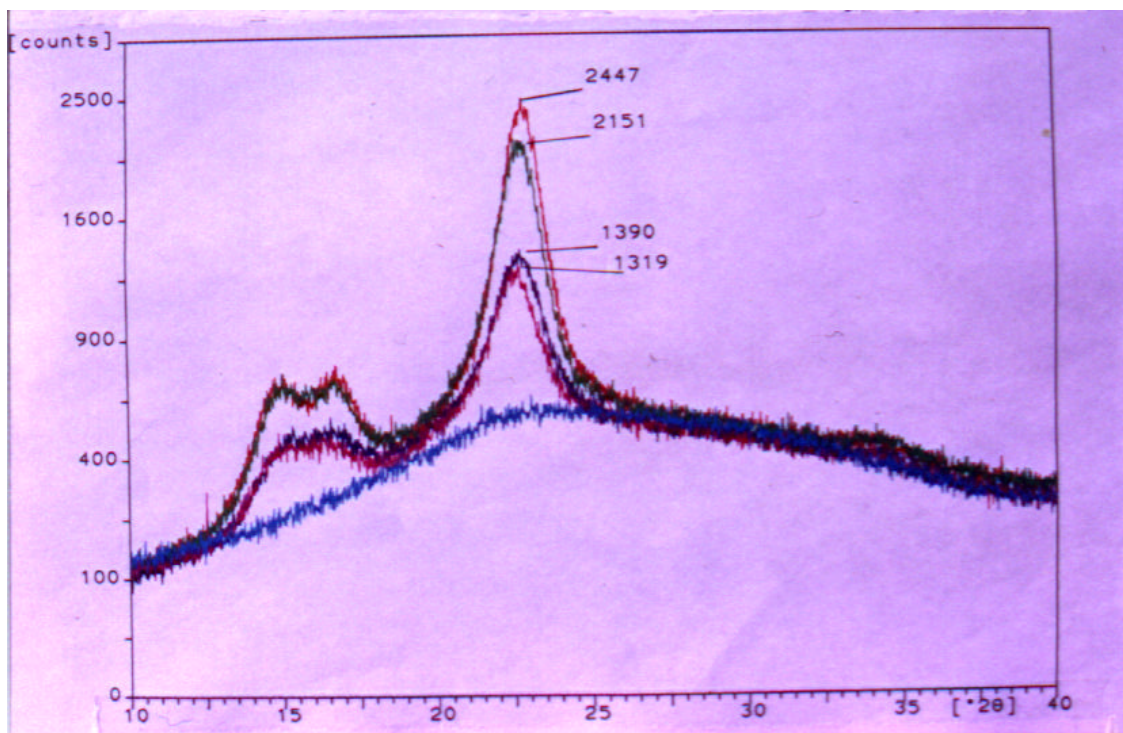


Fig.1 - Spettri di diffrazione ai raggi X (XRD): i grafici si riferiscono al lino nuovo (picco massimo di 2447 conteggi) e allo stesso trattato termicamente in aria a 215 °C x 1h (2151 conteggi) a 240 °C x 1h (1390 conteggi) e a 250 °C x 15' (1319 conteggi). Lo spettro completamente smussato si riferisce al lino trattato termicamente a 250 °C per diverse ore.

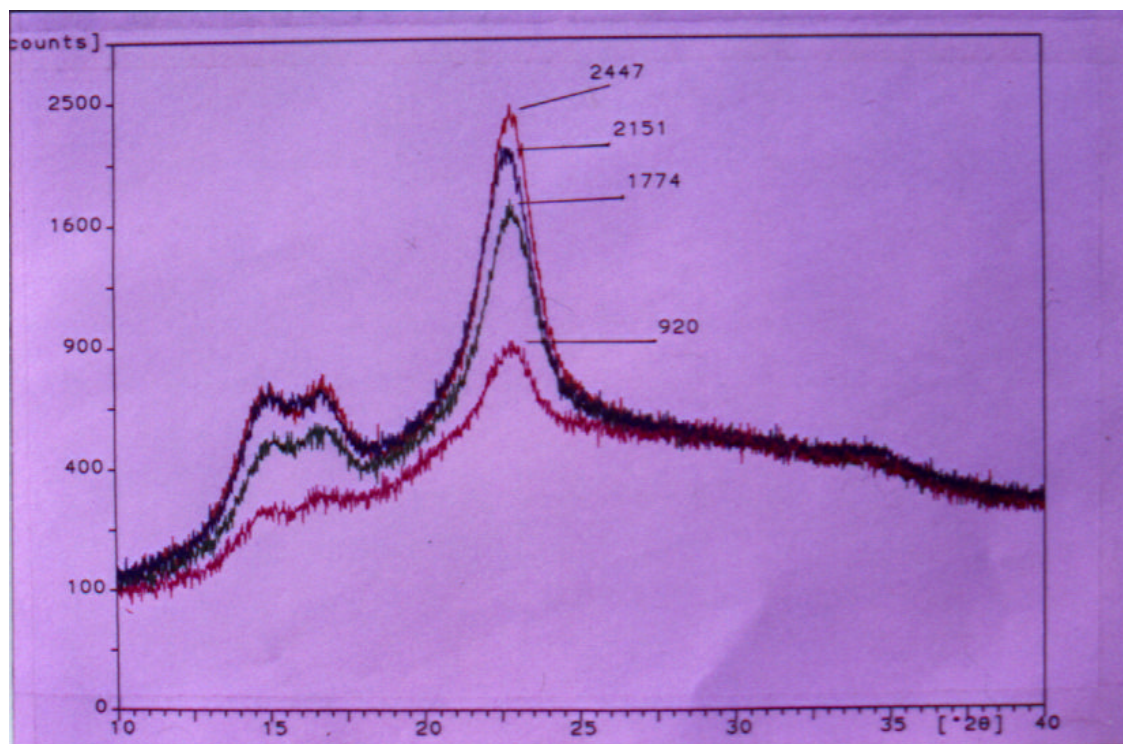


Fig.2 - Spettri di diffrazione ai raggi X (XRD): i grafici si riferiscono al lino nuovo (picco massimo di 2447 conteggi), al lino trattato termicamente in aria a 215 °C x 1h (2151 conteggi) e al lino che, dopo trattamento termico, è stato sottoposto a pulizia alcalina (1774 conteggi) o acida (920 conteggi).

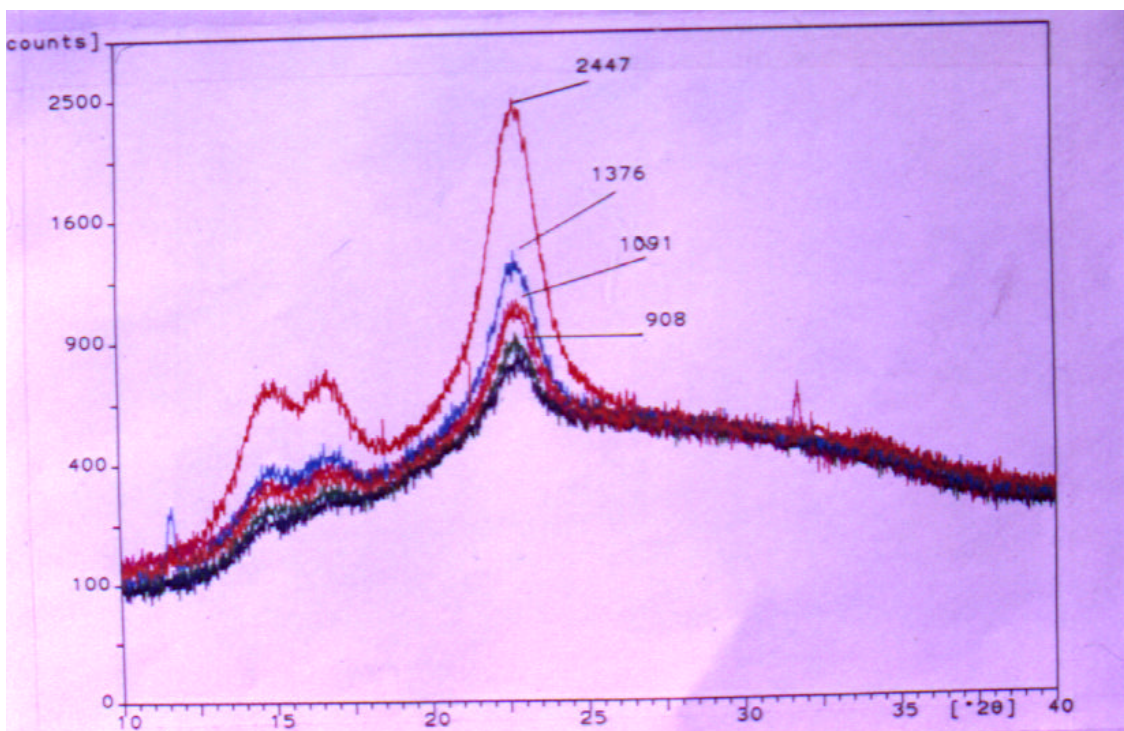


Fig.3 - Spettri di diffrazione ai raggi X (XRD): i grafici si riferiscono al lino nuovo (picco massimo di 2447 conteggi), a quello della mummia Lyma (1376 conteggi), a quello degli scavi di Pompei (1091 conteggi), a quello di En Gedi (908 conteggi). Il picco minimo si riferisce al lino proveniente dagli scavi di Assuan.

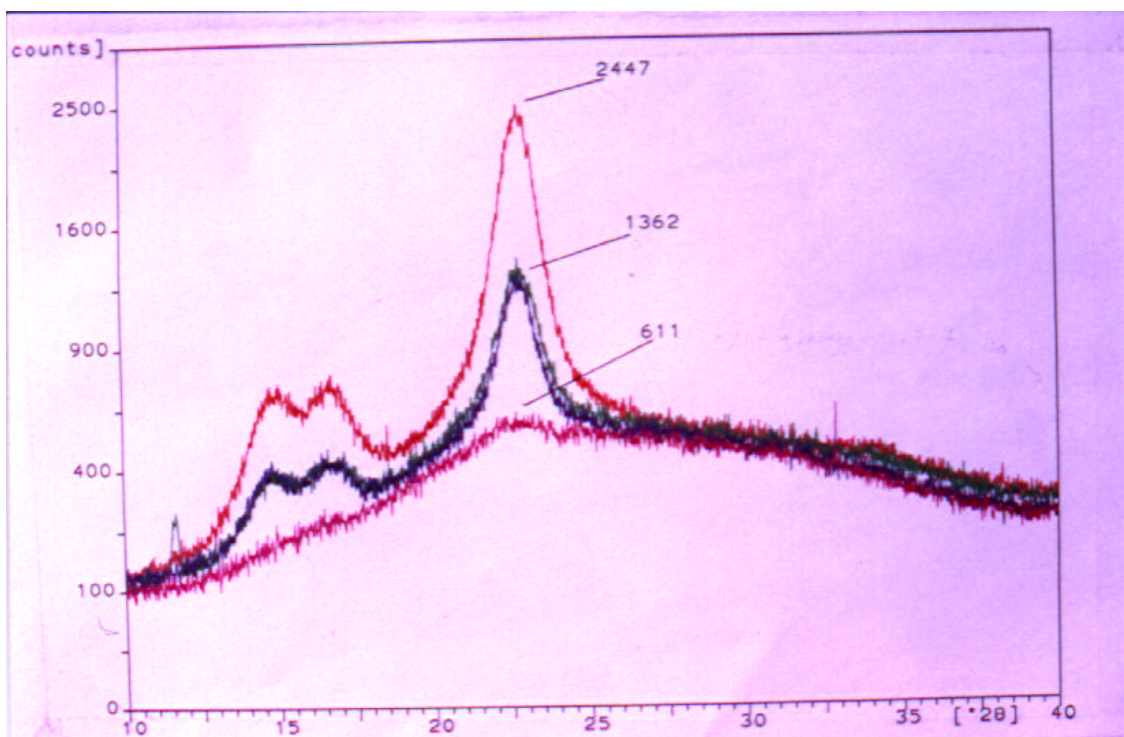


Fig.4 - Spettri di diffrazione ai raggi X (XRD): i grafici si riferiscono al lino nuovo (picco massimo di 2447 conteggi), al lino originale della mummia Lyma (1362 conteggi), allo stesso dopo irraggiamento neutronico (spettro di poco sottostante), e al lino della mummia Lyma trattato termicamente (simulazione d'incendio) dopo l'irraggiamento neutronico (611 conteggi).

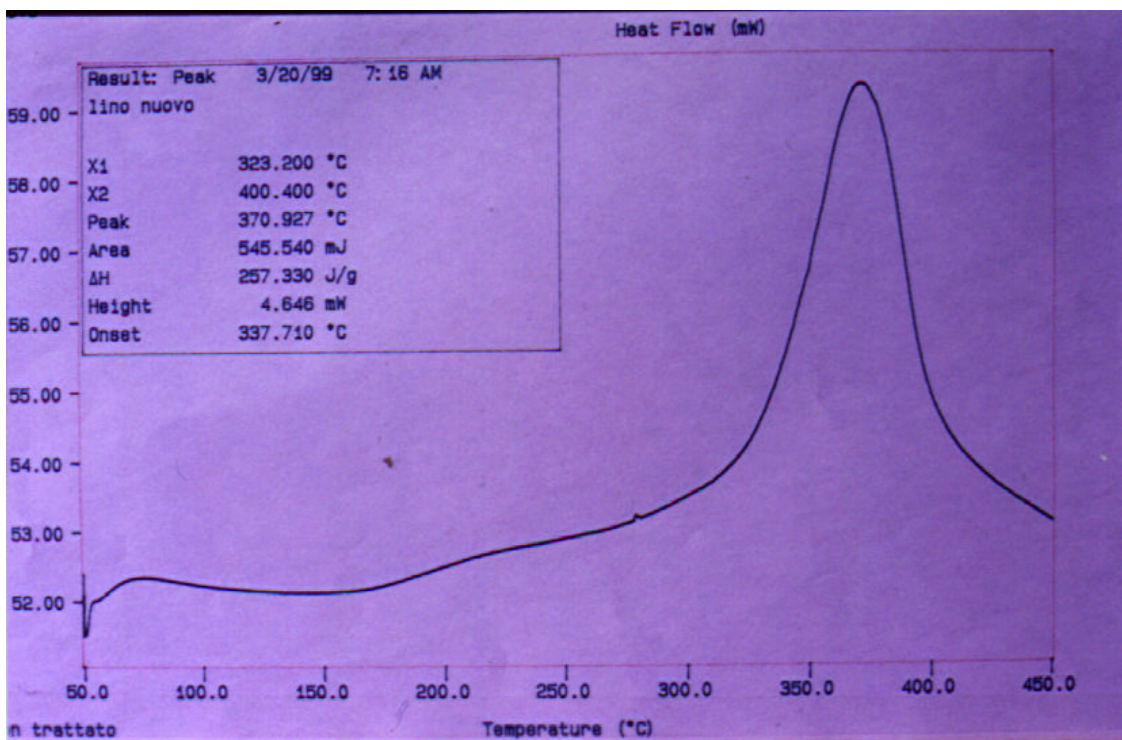


Fig.5 - Esempio di termogramma ottenuto per calorimetria differenziale (DSC). Tessuto analizzato: lino nuovo.

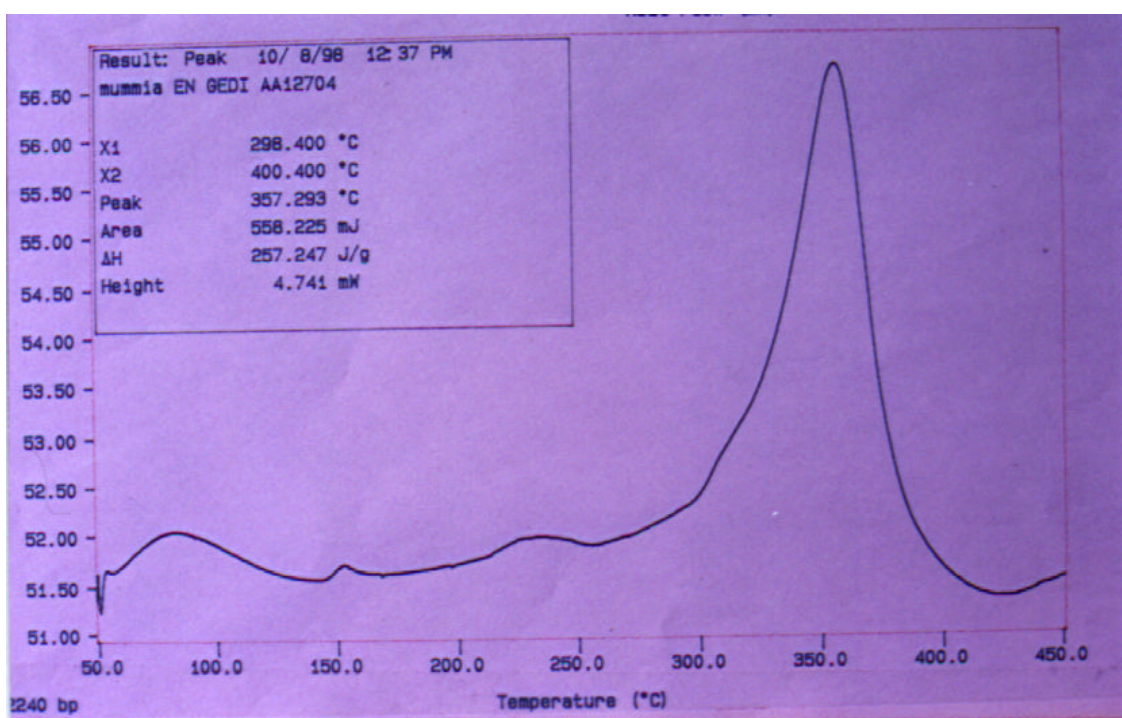


Fig.6 - Esempio di termogramma ottenuto per calorimetria differenziale (DSC). Tessuto analizzato: lino proveniente da En Gedi.

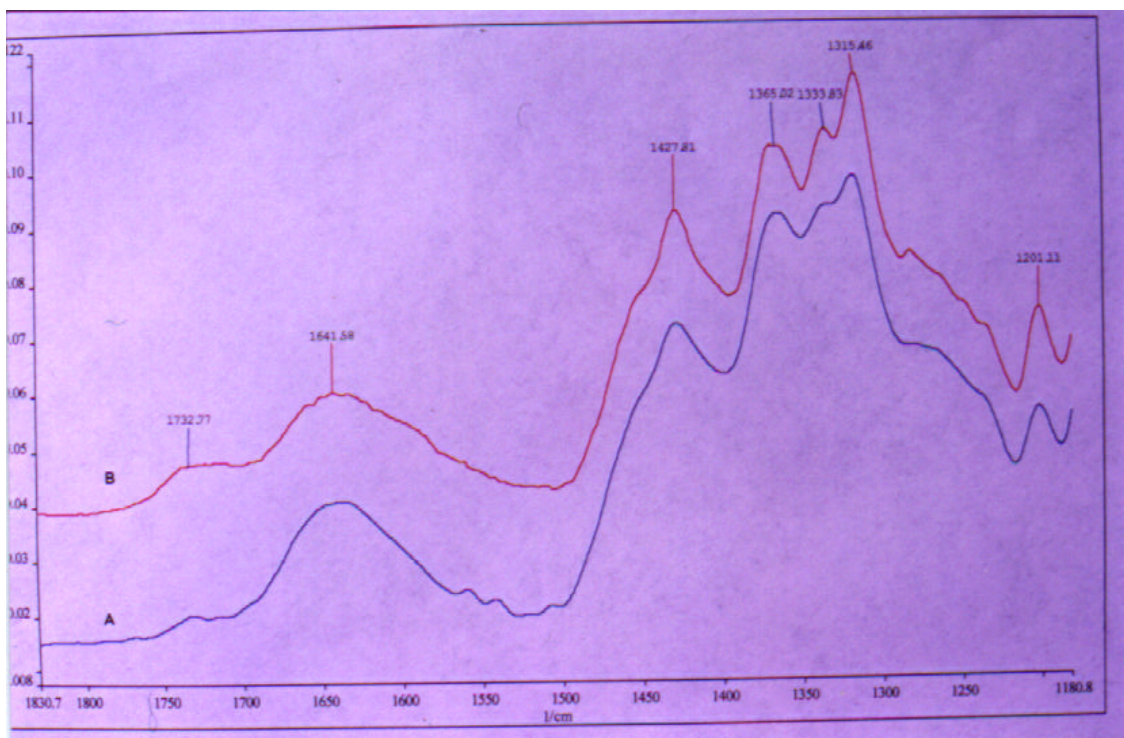


Fig.7- Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR): spettro del lino nuovo (1) e dello stesso riscaldato in aria a 215 °C x 1h (2).

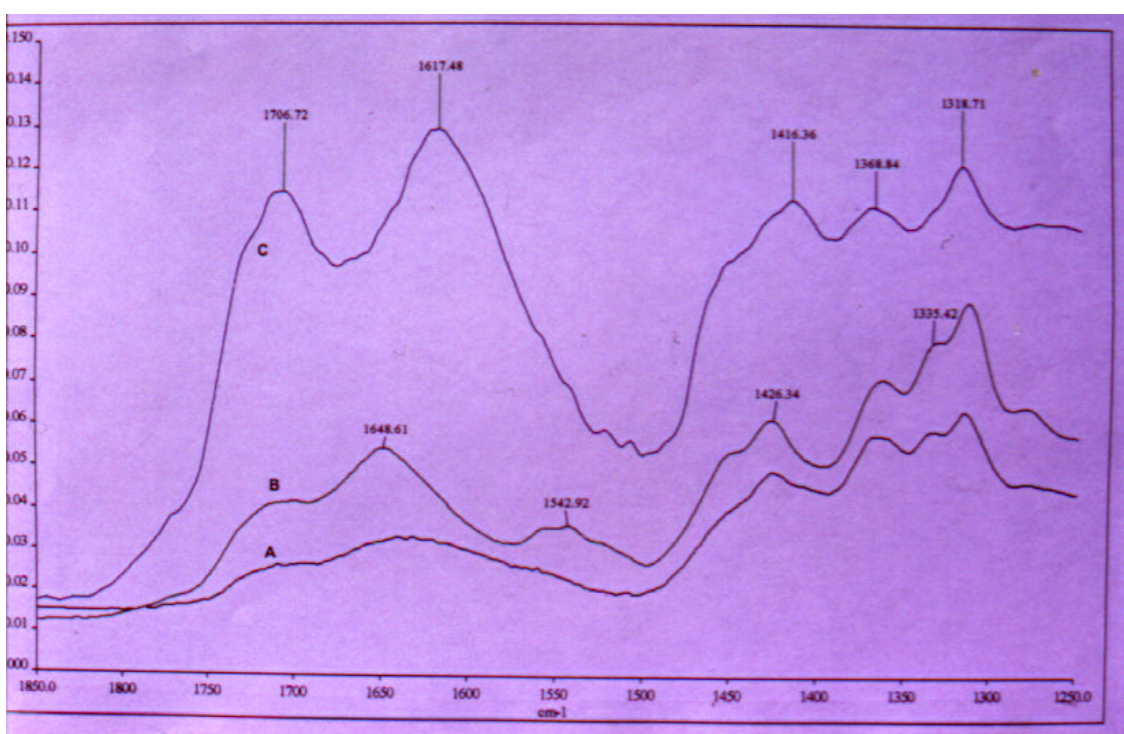


Fig.8 - Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR): spettri del tessuto della mummia Lyma originale (A), irraggiato con neutroni (B) e trattato termicamente a 200 °C in atmosfera di CO, CO₂ e H₂O dopo irraggiamento (C).

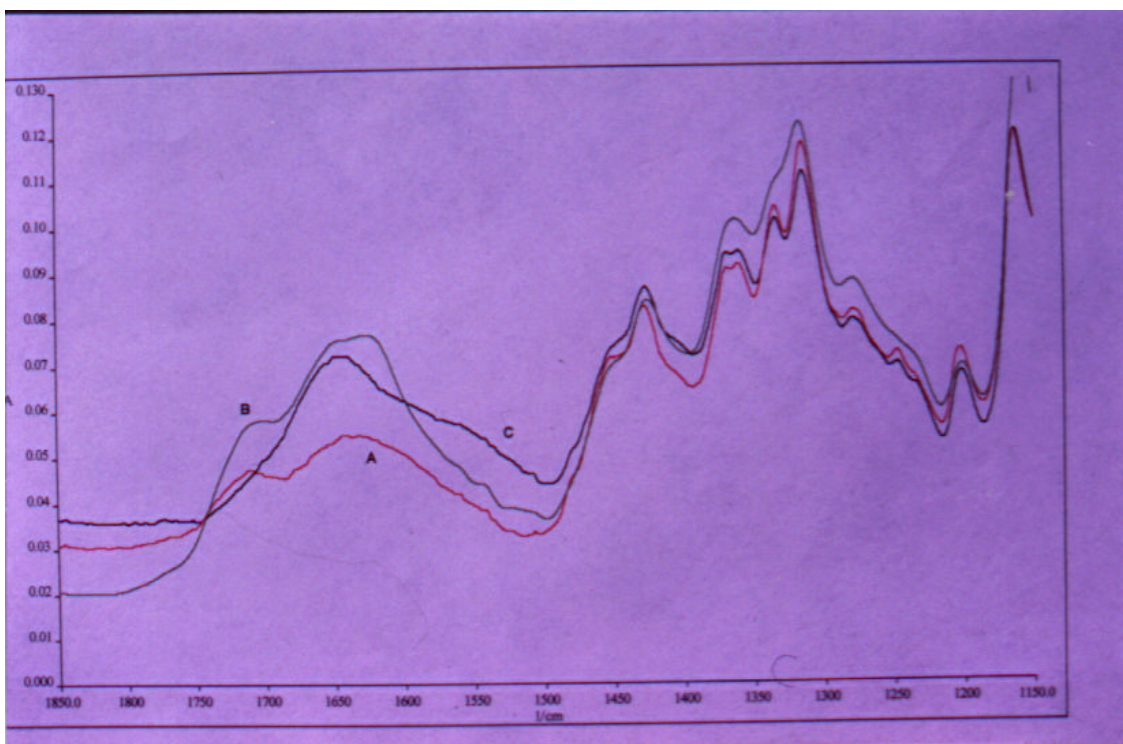


Fig.9 - Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR). Spettri di tessuti di lino antichi: mummia Lyma (A), mummia del Museo egizio di Torino (B), lino di En Gedi (C).

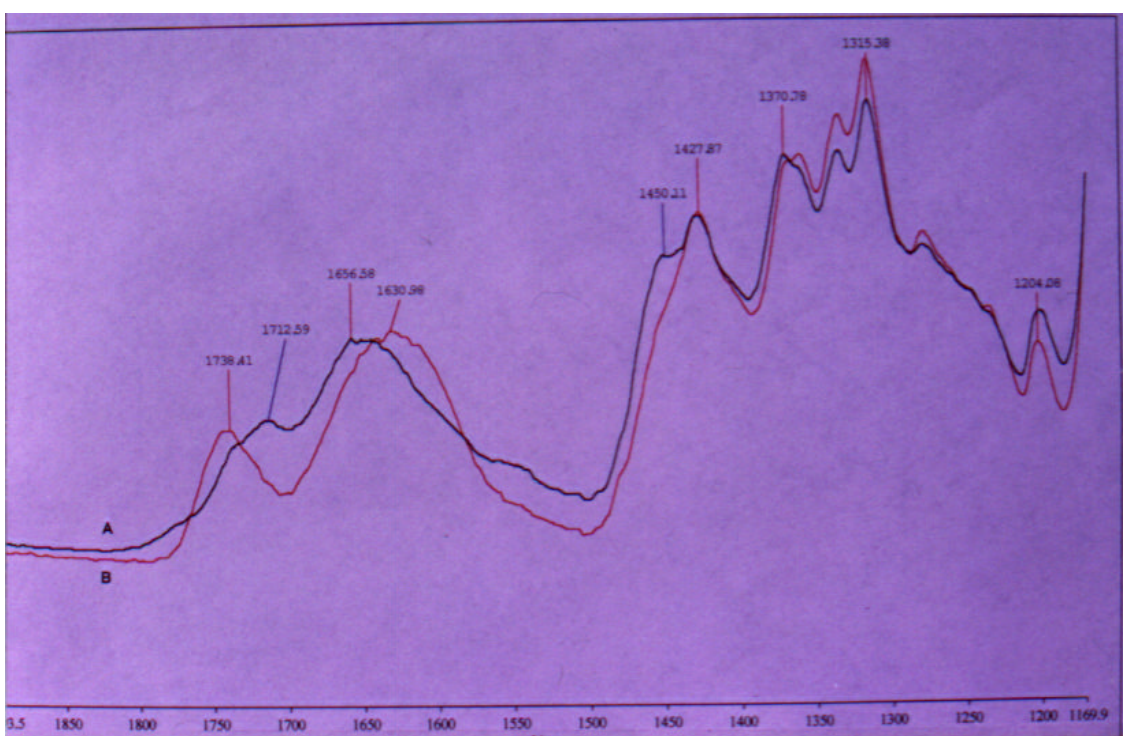


Fig.10 - Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR). Confronto tra gli spettri del tessuto di cotone proveniente da Nagasaki (A) e lo stesso sottoposto alla simulazione termica d'incendio (B).

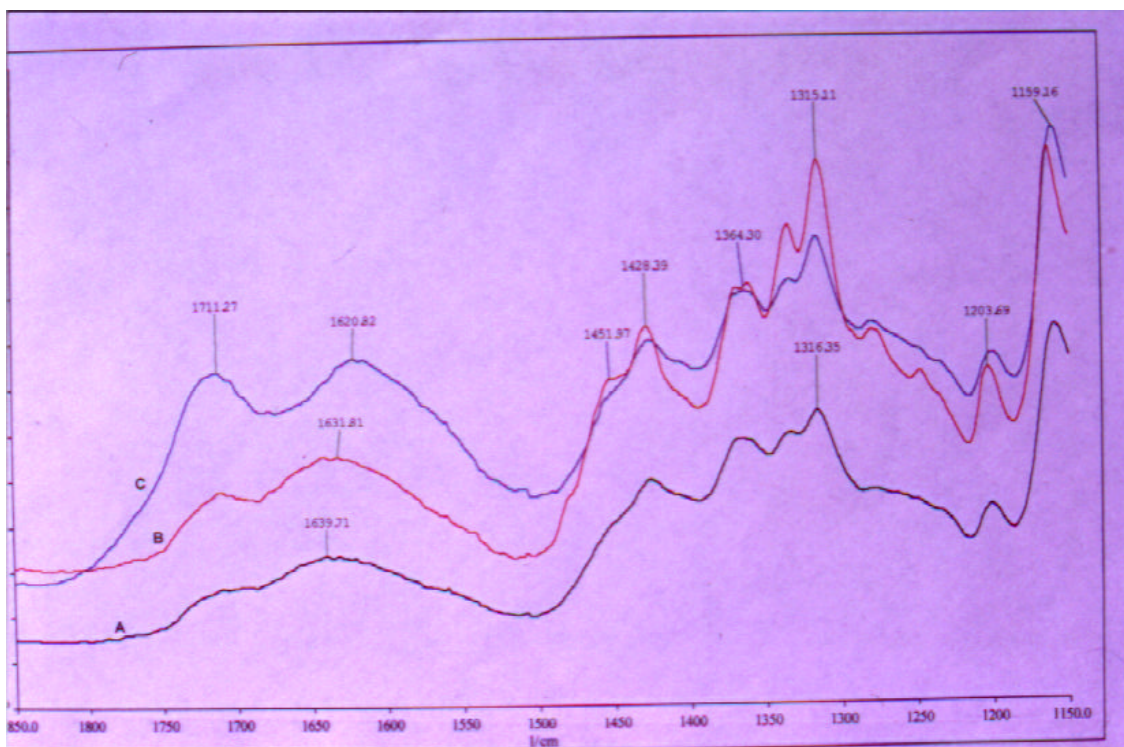


Fig.11 - Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR). Spettri dei campioni della mummia Lyra originale (A) e dopo la simulazione termica d'incendio, trattamento termico a 220°C in atmosfera di CO/CO₂ in presenza di acqua, senza pectina (B) e con pectina (C).

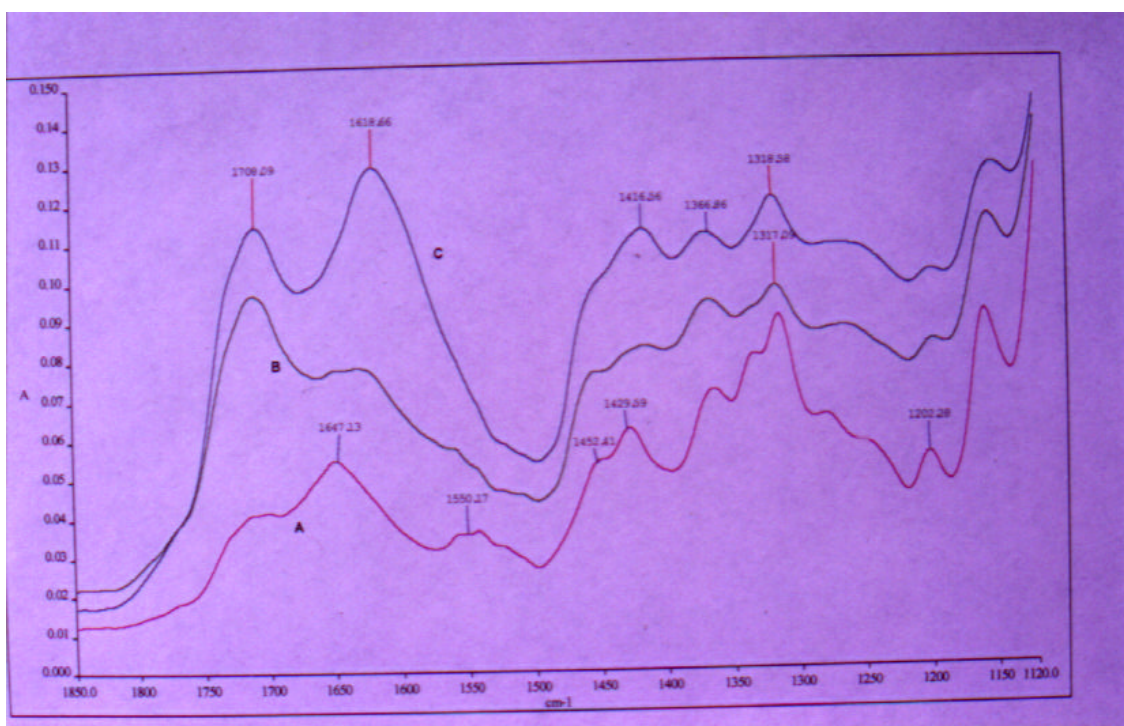


Fig.12 - Analisi mediante microscopia infrarossa (FTIR). Spettri del tessuto della mummia Lyra originale (A), della zona chiara (B) e della zona scura (C).

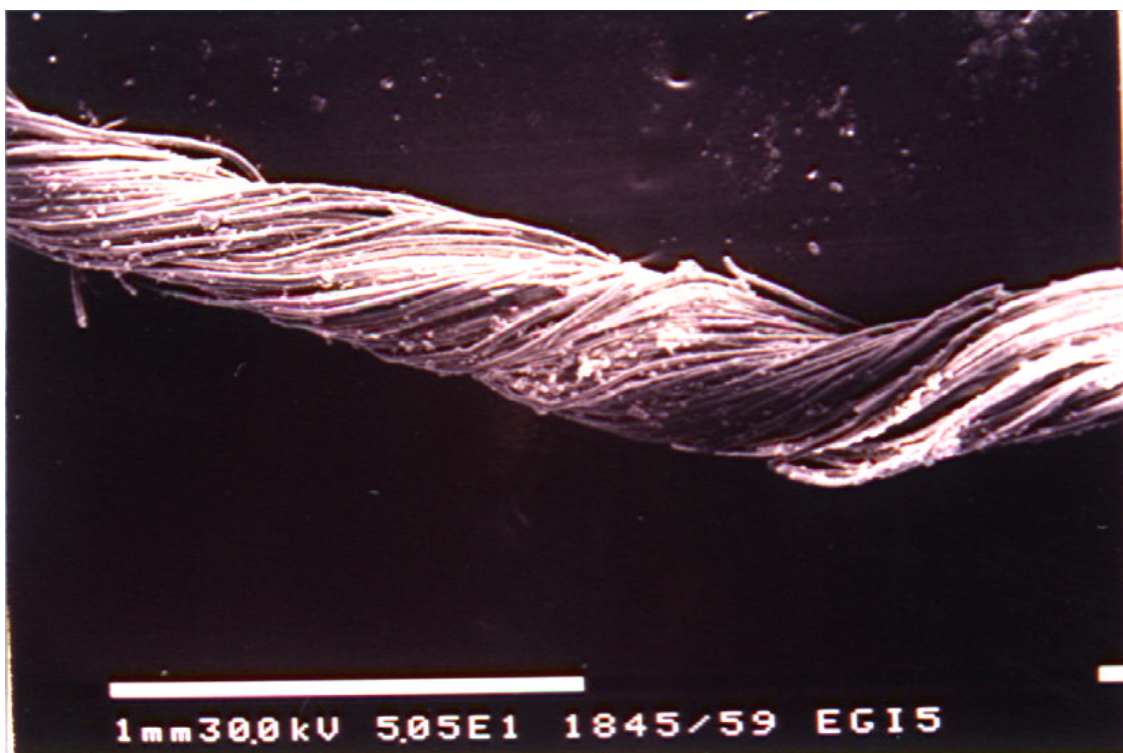


Fig.13 - Osservazione con il microscopio elettronico a scansione (SEM). Filo di lino della mummia del Museo egizio di Torino (100 x). Sono visibili le fibrille che lo compongono e numerose impurezze.



Fig.14 - Osservazione con il microscopio elettronico a scansione (SEM). Particolari di fibrille appartenenti al tessuto di Pompei e, in evidenza, alcune rotture trasversali.

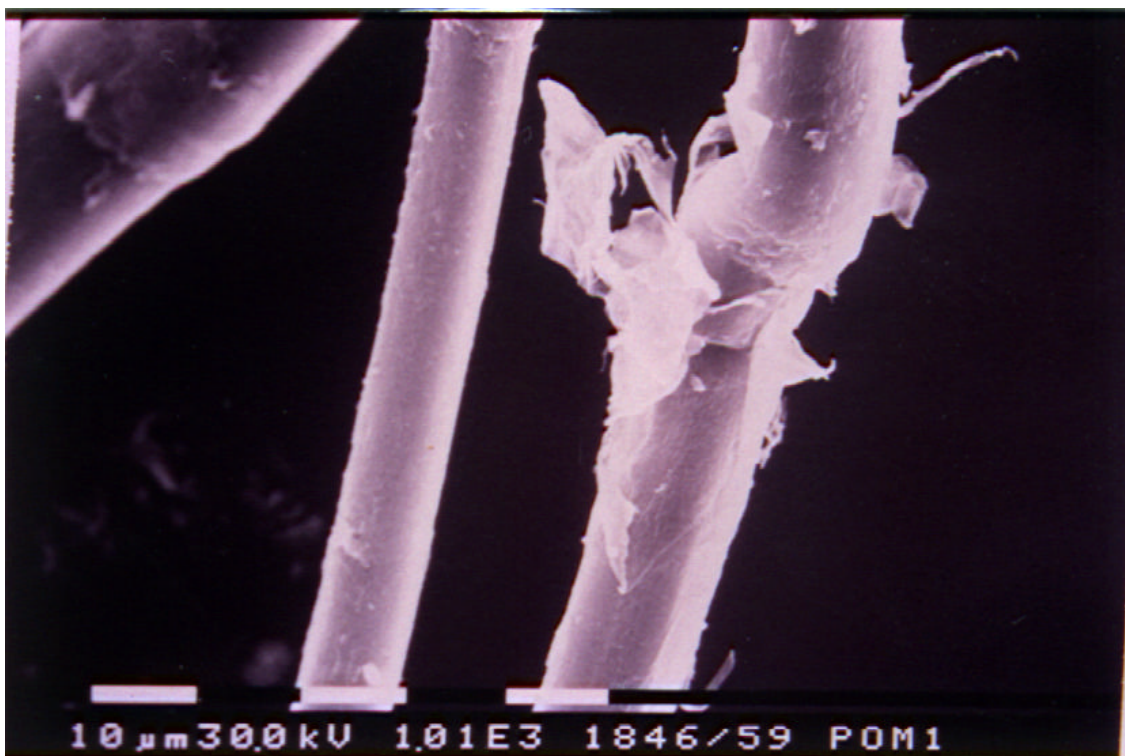


Fig.15 - Osservazione con il microscopio elettronico a scansione (SEM). Particolari di fibrille appartenenti al tessuto di Pompei e, in evidenza, alcune rotture trasversali.

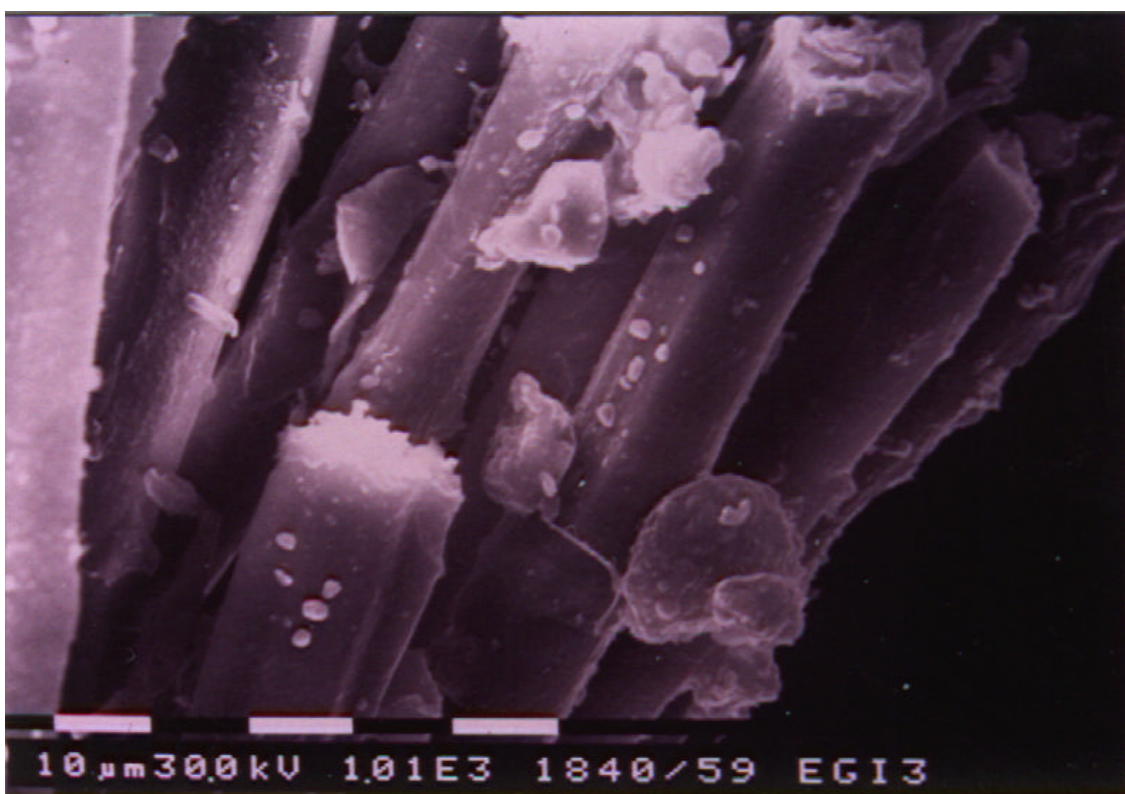


Fig.16 - Osservazione con il microscopio elettronico a scansione (SEM). Particolari di fibrille appartenenti al tessuto del Museo egizio di Torino. Sono evidenti le impurezze che incrostano le fibrille.

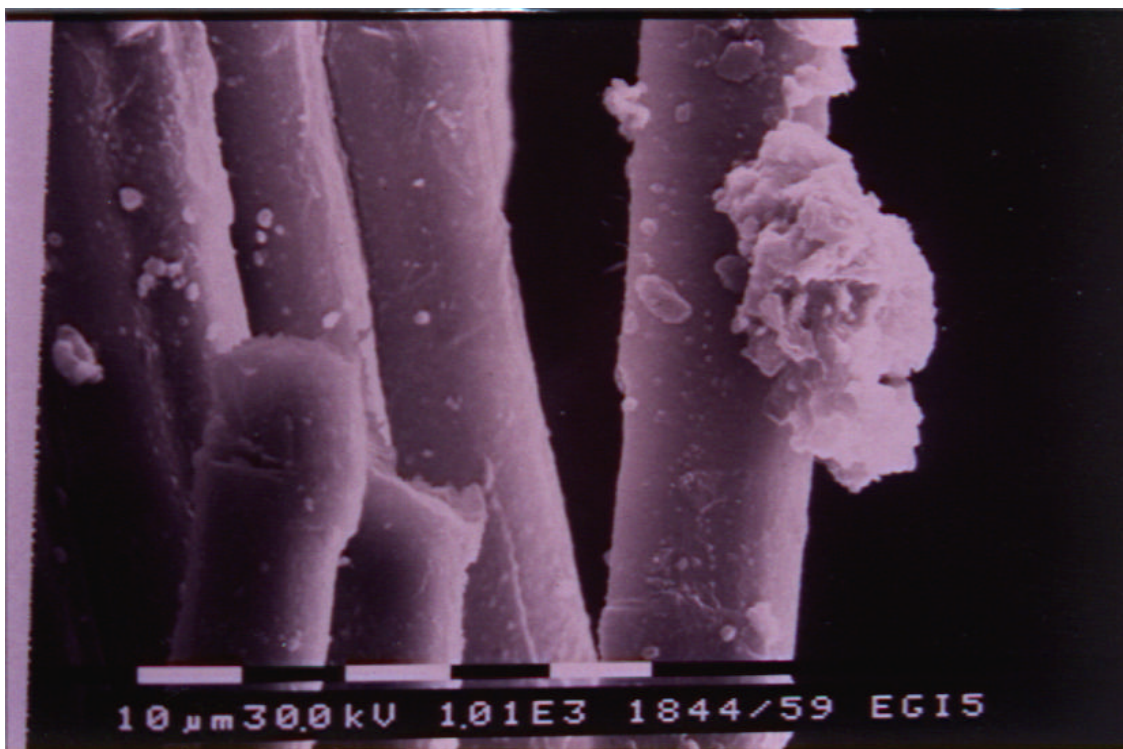


Fig.17 - Osservazione con il microscopio elettronico a scansione (SEM). Particolari di fibrille appartenenti al tessuto del Museo egizio di Torino. Sono evidenti le impurezze che incrostano le fibrille.

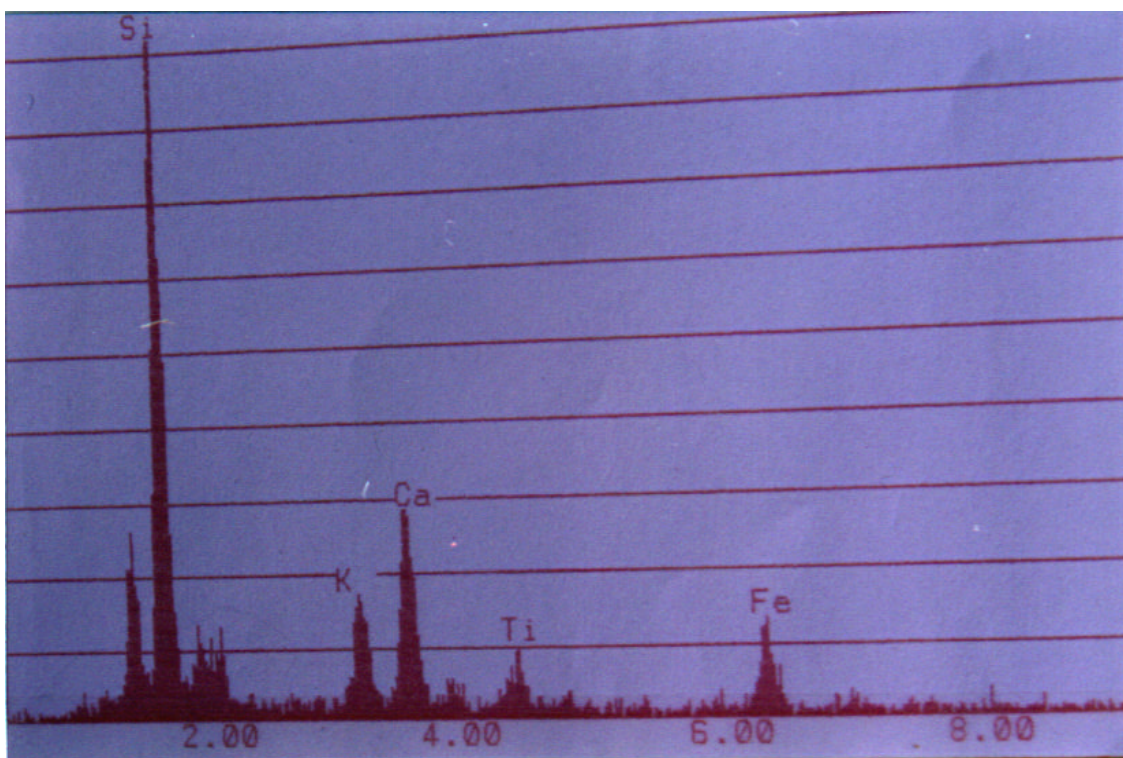


Fig.18 - Analisi con la microsonda elettronica di alcune delle impurezze individuate dal microscopio a scansione sulle fibrille del tessuto proveniente dal Museo egizio di Torino.