Datation aux rayons X d'un échantillon de lin du Suaire de Turin

par
Libéré de Caro
[1,*] ,
Thérèse Sibillano
[1] ,
Rocco Lassandro
[1],
Cinzia Giannini
[1] et
Giulio Fanti
[2]

[1] Institut de Cristallografia, Consiglio Nazionale delle Ricerche (IC-CNR), Via Amendola 122/O, 70126 Bari, Italie

[2] Dipartimento di Ingegneria Industriale, Via Gradenigo 6/a, Università di Padova, 35131 Padova, Italie

[*] Auteur à qui la correspondance doit être adressée.

Patrimoine **2022** , *5* (2), 860-870; **https://doi.org/10.3390/heritage5020047**

Soumission reçue : 10 mars 2022 / Révisé : 29 mars 2022 / Accepté : 5 avril 2022 / Publié le 11 avril 2022

Téléchargerkeyboard_arrow_down

Abstrait

Sur un échantillon du Suaire de Turin (TS), nous avons appliqué une nouvelle méthode de datation des fils de lin anciens en inspectant leur dégradation structurelle par diffusion des

rayons X aux grands angles (WAXS). La méthode de datation aux rayons X a été appliquée à un échantillon du TS constitué d'un fil prélevé à proximité de la zone radiocarbone de 1988 (coin du TS correspondant à la zone des pieds de l'image frontale, près de l'échantillon dit de Raes). La taille de l'échantillon de lin était d'environ 0,5 mm × 1 mm. Nous avons obtenu des profils de données WAXS intégrés unidimensionnels pour l'échantillon du TS, qui étaient entièrement compatibles avec les mesures analogues obtenues sur un échantillon de lin dont la datation, selon les archives historiques, se situe entre 55 et 74 après J.-C., siège de Massada (Israël). Le degré de vieillissement naturel de la cellulose qui constitue le lin de l'échantillon étudié, obtenu par analyse aux rayons X, a montré que le tissu du TS est bien plus ancien que les sept siècles proposés par la datation radiocarbone de 1988. Les résultats expérimentaux sont compatibles avec l'hypothèse selon laquelle le TS est une relique vieille de 2 000 ans, comme le suppose la tradition chrétienne, à condition qu'il ait été conservé à des niveaux appropriés de température moyenne séculaire – 20,0 à 22,5 °C – et d'humidité relative corrélée – 75 à 55 % – pendant treize siècles d'histoire inconnue, en plus des sept siècles d'histoire connue en Europe. Pour que le présent résultat soit compatible avec celui du test au radiocarbone de 1988, le TS aurait dû être conservé pendant ses sept siècles hypothétiques de vie à une température ambiante séculaire très proche des valeurs maximales enregistrées sur Terre.
Mots-clés:
Datation aux rayons X ; **WAXS** ; **Suaire de Turin (TS)** ; **dégradation de la cellulose** ; **jaunissement du lin** ; **humidité relative** ; **température ambiante**

1. Introduction

Français Le Suaire de Turin (TS) est l'objet archéologique le plus étudié au monde [1 , 2]. Le TS est un ancien tissu de lin, de 4,4 m de long et 1,1 m de large, qui enveloppait le cadavre et codait l'image d'un homme torturé, qui a été flagellé, couronné d'épines, crucifié et transpercé d'une lance dans la poitrine. En accord avec la tradition chrétienne, de nombreux chercheurs sont convaincus que le TS est le tissu sépulcral de Jésus-Christ ; cependant, en 1988, le Suaire a été daté au radiocarbone par trois laboratoires célèbres [3] et attribué à l'année 1325 Anno Domini (AD), avec une incertitude de ±65 ans, ce qui implique que le TS devrait être un artefact médiéval. Français Ce résultat a été largement critiqué [4 , 5] pour des problèmes à la fois procéduraux et statistiques, comme l'ont récemment confirmé les analyses statistiques des données brutes mises à la disposition de la communauté scientifique après seulement une trentaine d'années et une action en justice [6]. Une analyse de régression des données sur la datation au carbone TS a montré leur hétérogénéité statistique, ainsi que l'invraisemblance des allocations spatiales de certains échantillons de mesure [4 , 5 , 6]. De plus, les résultats de la datation au ^{14}C restent controversés, notamment en raison de la probable contamination non négligeable du textile par le carbone [6 , 7]. Cette contamination pourrait être due à de nombreux facteurs, notamment environnementaux [8 , 9].

Français De plus, d'autres méthodes de datation concordent dans l'attribution du TS au premier siècle après J.-C. [5 , 10 , 11 , 12]. Les méthodes spectroscopiques, basées sur la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier/réflectance totale atténuée [10] et la spectroscopie Raman [11], datent le Suaire de 300 avant J.-C. ± 400 ans et de 200 avant J.-C. ± 500 ans, respectivement. La méthode mécanique multiparamétrique, basée sur une analyse de cinq paramètres, dont la charge de rupture, le module de Young et le facteur de perte, après un étalonnage adéquat basé sur les résultats de deux douzaines d'échantillons d'âge connu, date le TS de 400 après J.-C. ± 400 ans [12]. Les estimations des constantes cinétiques pour la perte de vanilline à partir de la lignine suggèrent que le TS a une fourchette d'âge de 1300 à 3000 ans [5]. Une analyse numismatique récente [13] suggère que TS était déjà présent en 692 après J.-C.

Une nouvelle méthode de datation des fils de lin anciens, par inspection de leur dégradation structurale par diffusion des rayons X aux grands angles (WAXS) [14], a récemment été appliquée à de petits échantillons de lin prélevés sur des tissus anciens, préalablement datés au radiocarbone. Nos travaux ont montré que lorsque les tissus anciens sont préservés par contamination environnementale, c'est-à-dire lorsqu'ils ont été conservés dans les tombes où ils ont été découverts, les datations aux rayons X et au ^{14}C concordent bien [14].

Français L'objectif de ce travail est d'appliquer cette nouvelle méthode de datation des tissus de lin anciens à un échantillon de lin TS. Dans la section 2 , nous décrivons le matériau et présentons la méthode qui a été adoptée pour l'analyse, qui a été détaillée dans [14]. Dans la section 3 , nous résumons les résultats expérimentaux aux rayons X obtenus pour l'échantillon TS. Dans la section 4 , nous reprenons les principales formules [14], qui ont été utilisées pour dater le vieillissement naturel de la cellulose de lin, en discutant de leurs implications pour la datation aux rayons X TS. Enfin, dans la section 5 , nous rapportons les conclusions.

2. Matériels et méthodes

2.1. Échantillons et caractérisation WAXS

La taille de l'échantillon de lin TS était d'environ 0,5 mm × 1 mm (voir figure 1 a). L'échantillon TS consistait en un fil prélevé à proximité de la zone 1988/radiocarbone (coin du TS correspondant à la zone des pieds de l'image frontale, près de l'échantillon dit de Raes).

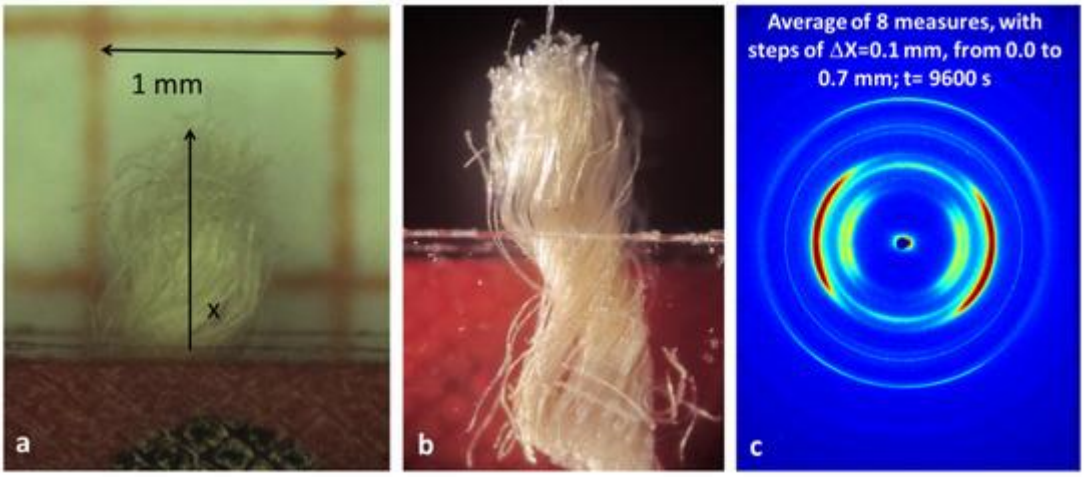

Figure 1. (**a** , **b**) Photographies au microscope optique de l'échantillon TS. (**c**) Motif WAXS 2D mesuré sur l'échantillon TS.

Des expériences WAXS ont été réalisées au Laboratoire de micro-imagerie à rayons X (XMI-LAB) du CNR-IC sur tous les échantillons de lin rapportés dans le tableau 1. Les expériences sur les échantillons A, D, FII, LII du tableau 1 ont été publiées dans [14].

Tableau 1. Échantillons de lin utilisés pour la datation aux rayons X de l'échantillon TS. Le nom, la description et l'âge de l'échantillon sont rapportés dans [3 , 10 , 11 , 14] et repris ici. AD = Anno Domini ; BC = Avant Jésus-Christ. HR = Document historique.

Les figures 1 a et b présentent les photographies au microscope optique de l'échantillon TS analysé. La figure 1 c présente le motif WAXS 2D mesuré sur l'échantillon.

Français Le laboratoire est équipé d'une micro-source à anode rotative en cuivre Fr-E+ SuperBright (λ = 0,154 nm, 2475 W) couplée à une optique multicouche de focalisation Confocal Max-Flux (CMF 15–105) à une caméra à trois sténopés SAXS/WAXS (SWAXS) à diffusion des rayons X petit/grand angle équipée pour la microscopie à balayage à rayons X. Un détecteur à plaque d'image (250 mm × 160 mm, avec une taille de pixel effective de 100 μm) avec un lecteur Rigaku RAXIA-Di hors ligne a été utilisé pour collecter les données WAXS. Les données WAXS ont été collectées pour chaque échantillon de lin, directement monté sur le porte-échantillon avec un temps d'acquisition allant de 1200 à 1800 s. La taille du spot à la position de l'échantillon était d'environ 200 μm. Le détecteur à plaque d'image a été placé à environ 10 cm de l'échantillon, donnant accès à une gamme de modules vectoriels de diffusion ($q = 4\pi \times \sin\vartheta/\lambda$) allant de 1,5 à environ 35 nm^{-1} . Les motifs bidimensionnels (2D) ont été convertis en profils de données unidimensionnels (1D) après la procédure d'étalonnage.

Français Les analyses ont été répétées plusieurs fois sur le même échantillon. Le diagramme WAXS 2D illustré à la Figure 1 c a été obtenu en additionnant les rayons X diffusés à partir de 8 positions différentes sur l'échantillon le long de l'axe des x illustré à la Figure 1 a, en déplaçant l'échantillon de 0,1 mm pour chaque mesure, avec un temps de collecte de 1200 s pour chaque étape et un temps de mesure total de 9600 s pour l'ensemble du diagramme WAXS. Les diagrammes WAXS sur d'autres échantillons de lin (A, D, FII, LII du Tableau 1) ont été mesurés précédemment avec le même dispositif expérimental et ont déjà été publiés [14].

2.2. Ruptures de chaîne dans la cellulose dues au vieillissement naturel

Français La cellulose est constituée de chaînes polymères linéaires d'unités cycliques (anhydroglucose), dont le nombre par chaîne est appelé degré de polymérisation (*DP*) [14]. Au cours de la polymérisation, les chaînes de molécules de cellulose s'organisent en régions cristallines et amorphes, en microfibrilles et, enfin, en fibres. La dépolymérisation, c'est-à-dire l'augmentation du nombre de ruptures de chaîne (*CB*), est le principal mécanisme de dégradation de la cellulose. Le processus naturel de vieillissement qui dégrade la cellulose sur des milliers d'années peut être accéléré dans des fours appropriés en augmentant la température jusqu'au nombre maximal de *CB* en quelques milliers d'heures [15 , 16 , 17 , 18].

Le *CB* à tout temps de vieillissement *t* et la valeur asymptotique normalisée obtenue pour des temps de vieillissement très longs sont donnés par [14] :

$$CB_{nor}(t, T_r) = 1 - 1\omega_{*DP} + (1 - \omega_{*DP}) \times exp\,[a_{TDP}(T_o, T_r) \times k_{DP}(T_o) \times t]. \quad (1)$$

Ici, ω_{*DP} est la perte fractionnaire maximale *DP* ; $k_{DP}(T_o)$ est la vitesse de réaction à $T_o = 90 + 273{,}15$ K, c'est-à-dire à la température du four T_o auquel le processus de dégradation accélérée a été mesuré par d'autres auteurs [15 , 16 , 17 , 18] ; *t* est le temps de vieillissement. Le facteur de décalage d'Arrhenius $a_{TDP}(T_o, T_r)$ a l'expression suivante [15] :

$$a_{TDP}(T_o, T_r) = exp\,[E_{DPa}R \times (1T_o - 1T_r)], \quad (2)$$

où *R* est la constante des gaz (8,314 J/mol/K). T_r est la température ambiante moyenne estimée à laquelle le tissu en lin a été conservé au cours des siècles (c'est-à-dire la température ambiante moyenne laïque locale).

Le paramètre de vieillissement normalisé (*AP*) déterminé dans la section suivante peut être considéré comme une évaluation expérimentale obtenue par le WAXS du rapport entre *CB* à tout temps de vieillissement *t* et la valeur asymptotique normalisée obtenue pour des temps de vieillissement très longs, comme exprimé par l'équation (1) [14].

3. Résultats

Français Le diagramme WAXS 2D montré dans la Figure 1 c a été intégré dans la plage angulaire azimutale de 10 degrés autour de l'axe de diffraction de fibre équatorial hk0, comme dans [14], pour les autres diagrammes WAXS 2D mesurés sur les échantillons de lin du Tableau 1. Ces profils intégrés sont indiqués avec des profils I dans ce qui suit. Dans la Figure 2 , nous avons ajouté le profil I TS, obtenu en utilisant le diagramme WAXS montré dans la Figure 1 c, aux profils I publiés dans la Figure 3 de [14], en redimensionnant l'intensité mesurée TS pour avoir la même intégrale dans la plage q 1,5–4,0 nm^{-1} , c'est-à-dire, dans la région de la queue du faisceau incident. La redimensionnement de tous les profils à la même intensité intégrée dans la région de la queue du faisceau incident, permet d'éliminer les variations de l'intensité diffusée dues aux éventuelles variations de l'intensité du faisceau incident.

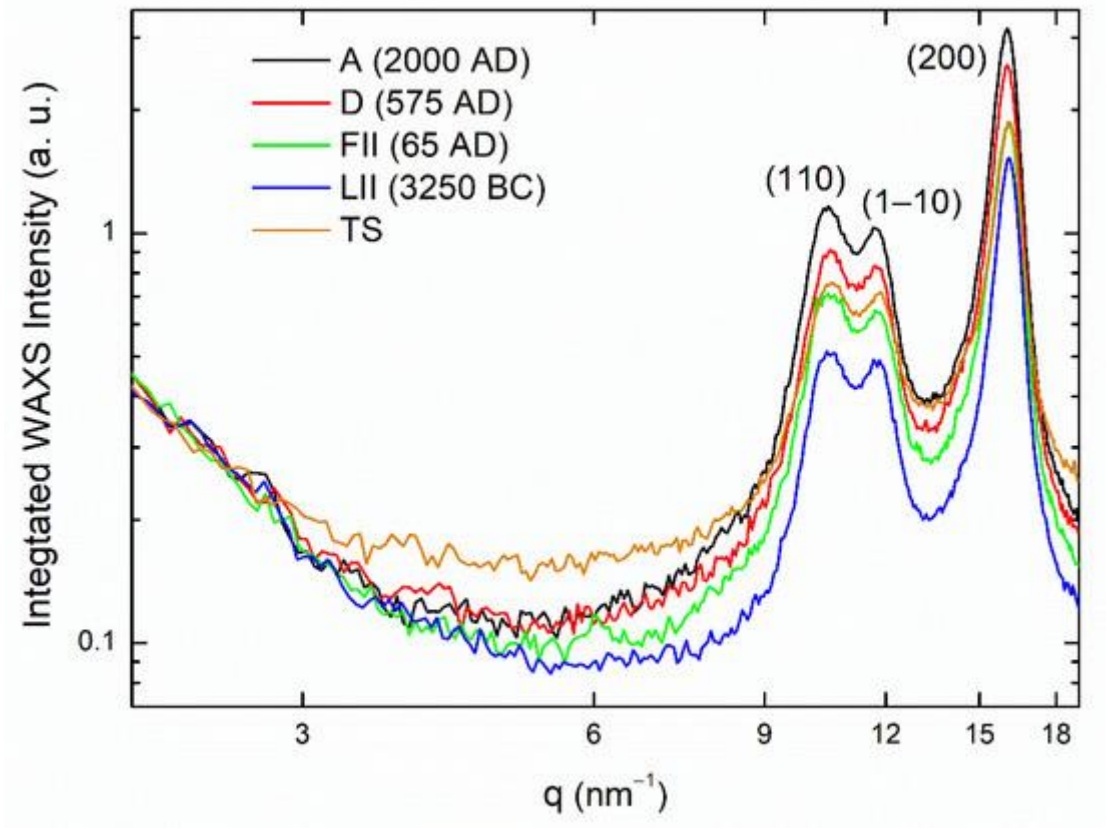

Figure 2. Profils WAXS intégrés (profils I) après intégration dans le secteur angulaire de 10 degrés, autour de l'axe de diffraction fibre équatorial hk0. A, D, FII et LII sont les mêmes profils que ceux de la figure 3 de [14]. Les profils I ont été redimensionnés pour avoir la même intensité intégrée dans la plage q de 1,5 à 4,0 nm^{-1} . Voir le texte principal pour plus de détails et le tableau 1 pour les symboles.

Français Le résultat obtenu pour le TS (courbe orange), comparé au profil I obtenu pour l'échantillon A (Figure 2 , courbe noire), FII (Figure 2 , courbe de lumière verte), D (Figure 2 , courbe rouge) et LII (Figure 2 , courbe bleue), au moyen d'une inspection qualitative, indique que les intensités des pics de diffraction du TS sont très proches de celles du profil I de l'échantillon FII, prélevé sur un échantillon dont l'enregistrement historique (HR) et la datation au ^{14}C sont de 55 à 74 après J.-C. : l'échantillon FII prélevé sur un tissu en lin trouvé dans les ruines archéologiques du siège de Massada (Israël).

Français Pour être quantitatif dans notre analyse, nous devons considérer que les mesures pour l'échantillon TS ont été faites après plusieurs mois, après remplacement du filament

d'anode et réalignement de l'optique de focalisation. Ceci explique le nouveau profil du faisceau incident dans la gamme q 1,5–4,0 nm $^{-1}$, c'est-à-dire, dans la région de la queue du faisceau incident utilisée pour effectuer une mise à l'échelle d'intensité des profils I WAXS, comme décrit dans [14]. Pour évaluer le changement du profil du faisceau incident dans la gamme q 1,5–4,0 nm $^{-1}$, nous avons répété la caractérisation WAXS pour l'échantillon A du Tableau 1 . Cette procédure permet au profil I TS d'être placé sur l'échelle d'intensité correcte par rapport aux mesures qui ont été obtenues pour d'autres échantillons de lin [14]. Le résultat est présenté dans la figure 3 , qui montre les profils WAXS intégrés (profils I), extraits des motifs 2D pertinents, après intégration dans le secteur angulaire de 10 degrés, autour de l'axe de diffraction fibre équatorial hk0. La courbe noire de l'échantillon A est le même profil déjà présenté dans la figure 3 dans [14].

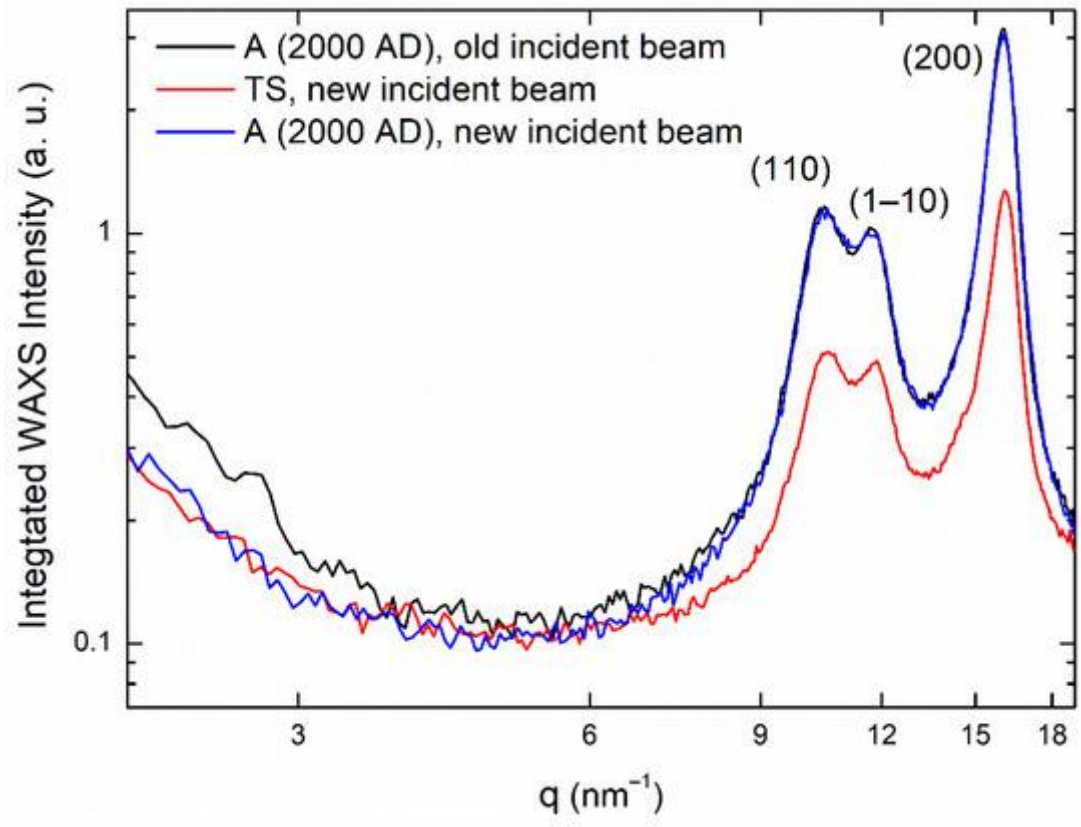

Figure 3. Profils WAXS intégrés (profils I) après intégration dans le secteur angulaire de 10 degrés, autour de l'axe de diffraction fibre équatorial hk0, en unités arbitraires. La courbe noire de l'échantillon A est le même profil que celui de la figure 3 dans [14]. La courbe bleue est le profil I mesuré sur le même échantillon A avec un nouveau faisceau incident, mis à l'échelle pour avoir la même intensité intégrée sous les pics de diffraction (110) et (1–10) dans le profil I mesuré dans [14].

La courbe bleue est le profil I, mesuré sur le même échantillon A avec un nouveau faisceau incident. Il a été mis à l'échelle pour avoir la même intensité intégrée sous les pics de diffraction (110) et (1–10) dans le profil I mesuré dans [14]. Le profil I TS a été remis à l'échelle pour avoir la même intensité intégrée, dans la plage q 1,5–4,0 nm $^{-1}$, du profil I bleu obtenu sur l'échantillon A avec le nouveau faisceau incident.

Français Le facteur de vieillissement (*AF* , tel que défini dans [14]), pour les profils TS et A I de la figure 3 a été rapporté dans le tableau 2 , ainsi que les valeurs *AF* qui ont été publiées pour les échantillons A, D, FII et DII, rapportées dans le tableau 1 de [14]. Le tableau 2 résume certaines quantités expérimentales obtenues par WAXS : l'intensité diffusée, intégrée

sous les pics de diffraction (110) et (1–10), $\langle I \rangle_{q \in [9,13]}$, dans le vecteur de diffusion q-range = 9,0–13,0 nm $^{-1}$; l'intensité maximale dans toute la gamme q, dominée par l'intensité du pic (200) (I_M) ; l'intensité de fond minimale entre les pics de diffraction (1–10) et (200) (I_m). Le symbole <…> représente la moyenne des intensités diffusées dans la gamme q indiquée. $\langle I \rangle_{q \in [9,13]}$ représente l'intensité dans un secteur angulaire de 10 degrés autour de l'axe hk0, moyennée dans la plage de diffusion q de 9 à 13 nm $^{-1}$, désignée ci-après par I_D . L'analyse des données expérimentales est décrite en détail dans [14].

Tableau 2. Données obtenues à partir de l'analyse des profils WAXS intégrés [14]. AD = Anno Domini ; BC = Avant Jésus-Christ. OIB = Ancien faisceau incident ; NIB = Nouveau faisceau incident. Les valeurs q du vecteur de diffusion sont données en nm $^{-1}$.

Le facteur de vieillissement *AF* obtenu pour l'échantillon TS confirme sa comparabilité avec celui de l'échantillon FII, dont la datation HR correspond au siège de Massada (55-74 apr. J.-C.). La valeur *AP* , dérivée des valeurs mesurées par WAXS pour l'échantillon TS, obtenues comme dans [14] et calculée à partir des valeurs *AF* minimales et maximales rapportées dans le tableau 1 de [14], est

$$AP^{TS} = (10{,}0 - 7{,}56) / (11{,}6 - 7{,}56) = 0{,}60 \pm 0{,}02 \quad (3)$$

4. Datation aux rayons X de l'échantillon TS

AP peut être considéré comme une évaluation expérimentale obtenue, par le WAXS du rapport entre *CB* à tout temps de vieillissement *t* et la valeur asymptotique normalisée obtenue pour des temps de vieillissement très longs [14], comme indiqué dans l'équation (1) :

$$AP = CB^{nor}(t, T_r) \quad (4)$$

L'équation (4) permet d'évaluer le temps de vieillissement naturel *t* des fils du tissu. *t* peut être calculé directement à partir de : la valeur *AP* mesurée ; l' énergie d'activation $DP E_{DPa}$, et la perte fractionnaire maximale $DP \omega_{*DP}$; la température ambiante moyenne estimée T_r où le tissu de lin a été préservé au fil des siècles. Dans [14], pour le lin, nous avons obtenu : $E_{DPa} = 118{,}9 \pm 0{,}8$ kJ/mole; $\omega_{*DP} = 0{,}953 \pm 0{,}001$. Pour $T_o = 273{,}15 + 90$ K , la vitesse de réaction k_{DP} de la dégradation *DP du lin, généralement exprimée en heures* $^{-1}$, notée h $^{-1}$, est rapportée comme étant $k_{DP}(273{,}15 + 90) = 0{,}0022$ h^{-1} [16]. La vitesse de réaction de dégradation *du DP* dépend également de l'humidité [19]. La valeur de 0,0022 h^{-1} a été déterminée à une valeur d'humidité relative, H_r = 50 % [16]. Une variation de l'humidité relative dans la gamme typique des valeurs annuelles moyennes enregistrées presque partout sur la surface de la Terre, allant de 50 % à 80 %, provoque des variations presque linéaires du taux de dégradation (voir la figure 5 de [19]). Une augmentation de 10 % de l'humidité relative, de 50 % à 60 %, provoque une k_{DP} augmentation de 10 % [19]. Ainsi, les variations de k_{DP} On peut dire que cette variation est presque linéairement proportionnelle aux variations annuelles de l'humidité relative, dans toute la gamme qui nous intéresse, soit 50 à 80 %. Les valeurs moyennes d'humidité relative H_r des localités d'Égypte et d'Israël, où les échantillons utilisés dans [14] ont été conservés pendant de nombreux siècles, sont toutes d'environ 55 ± 5 %. Ceci, à son tour, a entraîné une k_{DP} augmentation d'environ 5 % seulement, par rapport à 0,0022 h^{-1} à 0,0023 h^{-1}, comme utilisé dans [14], puisque, dans les mesures du vieillissement

accéléré de la cellulose [16], l'humidité relative du four a été maintenue constante à H_r = 50 %.

D'autres localités, comme Turin en Italie, où le TS a été conservé pendant de nombreux siècles, se caractérisent par des valeurs moyennes d'humidité relative H_r = 75 ± 5 %. Dans ce cas, on devrait s'attendre à une k_{DP} valeur 1,5 fois la valeur mesurée à une humidité relative H_r = 50 %, soit a k_{DP} d'environ 0,0033 ± 0,0001 h^{-1} . Cette augmentation est importante, mais elle joue un rôle moins important concernant la température ambiante moyenne séculaire. T_r en affectant le vieillissement naturel du linge, puisque la dépendance à la température est réalisée par un facteur exponentiel, comme le montre l'équation (2), alors que k_{DP} est un facteur multiplicatif. Afin de fournir une indication quantitative du rôle différent de l'humidité relative et de la température ambiante sur le vieillissement naturel de la cellulose, nous avons constaté, à partir des équations (1) à (4), que le même processus de vieillissement naturel pour la cellulose constituant le lin serait obtenu en augmentant l'humidité relative moyenne de 50 % à 75 % et, simultanément, en réduisant la température ambiante moyenne séculaire d'environ 2,5 °C, par exemple de 22,5 °C à 20 °C. En effet, pour obtenir le même taux de vieillissement naturel à T_1 , k_1 et T_2 , k_2 à partir des équations (1) et (2), il suffit de satisfaire la condition suivante

$$T_2 - T_1 = R T_1 T_2 E_{DPa} \times \ln [k_1 k_2] , \quad (5)$$

où la température est exprimée en Kelvin. L'exemple numérique précédent peut être déduit de l'équation (5).

Français Ainsi, l'humidité relative est moins importante que la température ambiante pour affecter le vieillissement naturel de la cellulose. Néanmoins, une humidité élevée favorise une nouvelle vie : moisissures, champignons, bactéries, insectes, etc., qui sont plus efficaces pour détruire la cellulose par rapport au vieillissement naturel en raison de l'action de la température ambiante. Par conséquent, les tissus de lin anciens ne sont généralement bien conservés que dans les climats semi-désertiques ou désertiques, comme pour les échantillons de lin trouvés dans les tombes des momies analysées dans [14]. Inversement, cette préservation des tissus dans d'autres parties du monde, où l'humidité relative peut être beaucoup plus élevée que dans les climats semi-désertiques, n'est pas garantie. Les reliques sont une exception, en raison de leur importance religieuse : elles sont également bien conservées dans les régions géographiques caractérisées par des valeurs d'humidité relative élevées ; cependant, cela affecte légèrement le taux de vieillissement naturel, et ce résultat doit être pris en compte par le biais de l'équation (5).

Français De plus, on pourrait soutenir que certains incendies historiquement documentés ont été subis par le TS [12]. Ces événements accidentels pourraient avoir influencé le vieillissement de la cellulose constituant ses fibres de lin. Pour vérifier cette éventualité, nous avons mesuré les cartes WAXS d'échantillons de lin avant et après exposition à une température de 200 °C dans un four pendant une demi-heure, sans aucun contrôle de l'humidité relative, qui est devenue très basse pendant l'exposition du tissu à ces températures, comme cela se produit dans les incendies accidentels réels. Après ce traitement thermique, la carte WAXS des échantillons n'a pas été altérée, comme le montrent les profils intégrés rapportés dans **la Figure 4** , mais le jaunissement du lin était très prononcé, comme cela a également été observé dans les expériences discutées dans [20], où une étude détaillée du jaunissement du lin, en fonction à la fois de la température du four et du temps de séjour dans le four, a été réalisée.

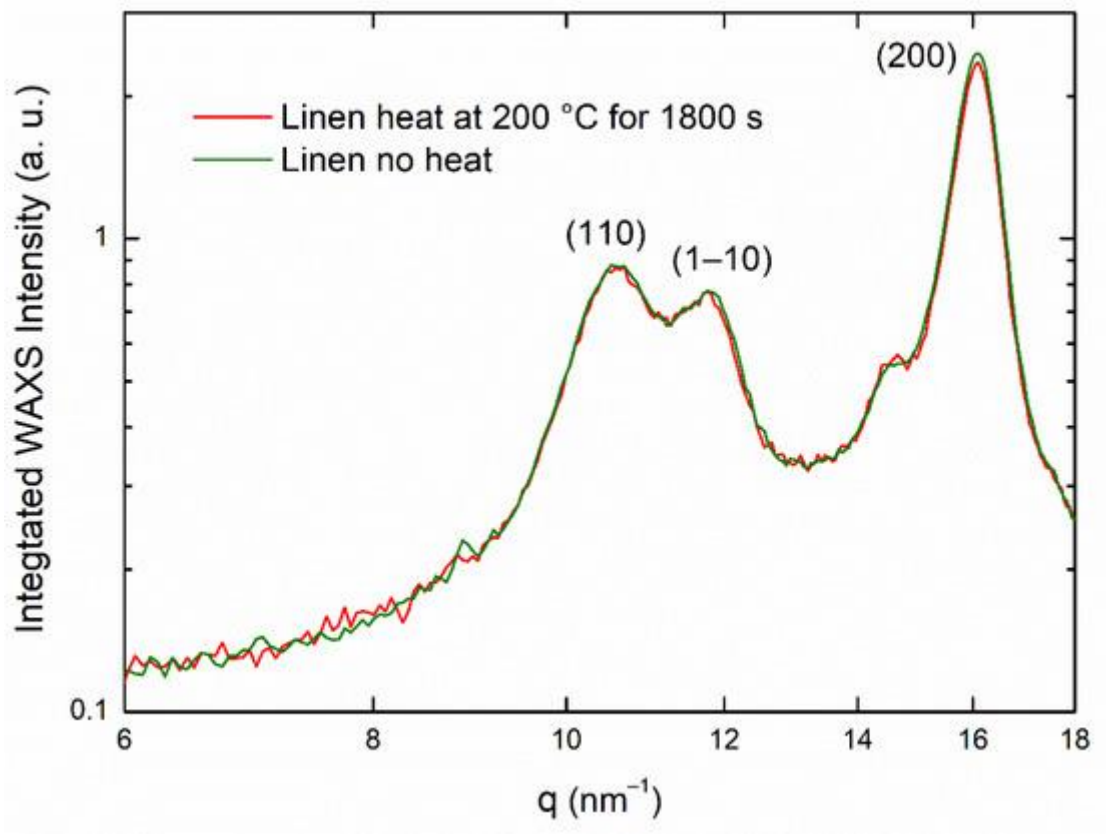

Figure 4. Profils WAXS intégrés (profils I) après intégration dans le secteur angulaire de 10 degrés, autour de l'axe de diffraction fibre équatorial hk0. La courbe rouge représente le profil I obtenu après exposition d'une pièce de lin au four à 200 °C pendant une demi-heure. La courbe verte représente le profil I avant traitement thermique.

La raison pour laquelle un choc thermique à 200 °C n'affecte pas le niveau de vieillissement naturel de la cellulose est liée au fait que, lors d'un incendie, l'humidité relative devient très faible, réduisant la vitesse de réactionk_{DP}de la dégradation *du DP* du lin d'au moins un ordre de grandeur. Le seul effet visible sur le lin est son jaunissement, causé par l'oxydation superficielle des fibres. En effet, des tests expérimentaux détaillés ont démontré que quelques minutes à une température de 200 °C pouvaient suffire à annuler l'image TS [20], en raison du niveau élevé de jaunissement du tissu. De plus, nos tests expérimentaux WAXS permettent d'exclure toute contribution des chocs thermiques causés par des incendies historiquement documentés au vieillissement naturel séculaire du tissu TS.

La figure 5 montre la prédiction de l'équation (4) concernant le vieillissement naturel de la cellulose constituant le lin de l'échantillon TS. L'histoire documentée nous apprend que, dès le XIVe siècle, celle-ci a été conservée en France pendant environ deux siècles et à Turin (Italie) pendant environ cinq siècles [12]. La température ambiante moyenne séculaire de Turin est de 12,5 ± 0,5 °C, et l'humidité relative moyenne est de 75 ± 5 % [21]. La température ambiante moyenne séculaire européenne est encore plus basse qu'à Turin, autour de 8,5–9 °C [22]. Français Même en supposant sept siècles d'histoire, toujours à une température séculaire de 12,5 ± 0,5 °C et une humidité relative moyenne de 75 ± 5 %, à partir de l'équation (2), nous pouvons obtenir que l' *AP* totale serait très faible, égale à 0,027 (courbe noire de la figure 5) de l'ordre de l'erreur expérimentale $\Delta AP = 0{,}02$ avec laquelle l' AP_{TS} a été déterminée. La datation au ^{14}C du TS suggère qu'il a sept siècles [3]. Par conséquent, la datation au ^{14}C du TS est totalement incompatible avec la datation aux rayons X du TS (lignes pointillées vertes sur la figure 5), car les documents historiques concernant la présence du TS en France et à Turin

(Italie) pendant un total de sept siècles, conduiraient à une valeur finale maximale de $AP \leq 0{,}027$, ce qui est bien inférieur à la valeur mesurée de $AP_{TS} = 0{,}60 \pm 0{,}02$. Sept siècles suffiraient à provoquer la valeur mesurée de $AP_{TS} = 0{,}60 \pm 0{,}02$ uniquement dans la région la plus chaude du monde. La courbe magenta est la prédiction pour le Mali (Afrique), l'une des régions les plus chaudes du monde. Par exemple, dans les années 1901-1930, elle était caractérisée par une température moyenne de 27,8 °C [23]. Les températures ambiantes moyennes séculaires au cours des sept derniers siècles devraient être inférieures à cette valeur. L'humidité relative au Mali n'est également que de 40 à 45 %. La courbe magenta de la figure 5 a été tracée pour la valeur annuelle la plus élevée, $H_r = 50$ %, pour cette région, afin de permettre une dégradation maximale *du DP* .

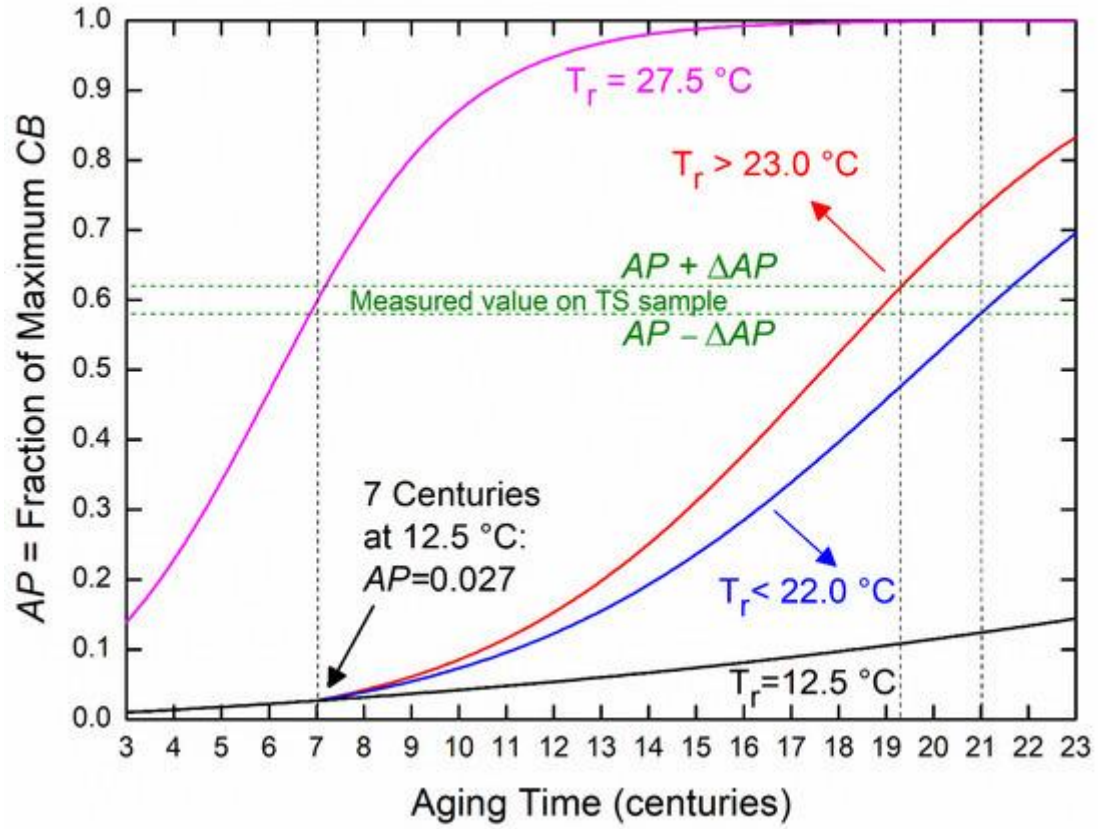

Figure 5. Prédiction obtenue par l'équation (4) pour le vieillissement naturel de la cellulose constituant l'échantillon TS. Sept siècles à 12,5 °C, c'est-à-dire à la température moyenne séculaire de Turin (Italie), fourniraient un *AP* final très faible (courbe noire), de l'ordre de l'erreur expérimentale ΔAP . Sept siècles est la datation au ^{14}C du TS. Par conséquent, la datation au ^{14}C du TS est incompatible avec le vieillissement naturel de sa cellulose, tel qu'évalué par l'analyse aux rayons X (lignes pointillées vertes), qui est $AP_{TS} = 0{,}60 \pm 0{,}02$. Pour assurer la compatibilité avec cette valeur expérimentale, nous devons supposer une température séculaire moyenne de $T_r = 22{,}5 \pm 0{,}5$ °C et une humidité relative moyenne de 55 ± 5 %, ce qui conduit à un temps de vieillissement naturel total de 20,2 ± 0,8 siècles. Pour $T_r < 22{,}0$ °C, le lin TS serait plus ancien (courbe bleue) que 20 siècles. Pour $T_r > 23{,}0$ °C, le lin TS serait moins ancien (courbe rouge). La courbe magenta est la prédiction pour le Mali (Afrique), l'une des régions les plus chaudes du monde [23].

Français Par conséquent, pour obtenir une valeur *AP* de l'ordre de 0,60 ± 0,02 (valeur mesurée), nous devons nécessairement supposer des siècles d'histoire supplémentaires pour le TS. En ajoutant aux sept siècles d'histoire européenne du TS, des siècles d'histoire supplémentaires dans n'importe quel endroit du monde caractérisé par une température séculaire

moyenne de T_r = 22,5 ± 0,5 °C et une humidité relative moyenne de 55 ± 5 % conduiront à un temps de vieillissement naturel total de 20,2 ± 0,8 siècles. Pour T_r < 22,0 °C, le lin TS serait plus ancien (courbe bleue sur **la Figure 5**) que 20 siècles. Pour T_r > 23,0 °C, le lin TS serait moins ancien que 20 siècles (courbe rouge sur **la Figure 5**).

Ainsi, une évaluation aux rayons X du vieillissement naturel de la cellulose composant le lin TS implique que celui-ci aurait moins de 2 000 ans seulement si, pendant quelques siècles, avant les sept derniers siècles en Europe, il avait été conservé dans une région géographique du monde caractérisée par une température séculaire moyenne supérieure à environ 23 °C. L'autre possibilité – T_r < 22 °C – serait compatible avec la tradition chrétienne, conduisant à un âge TS de plus de 20 siècles.

Français En principe, l'hypothèse selon laquelle le tissu TS aurait pu, pendant de nombreux siècles, supporter une température ambiante séculaire moyenne supérieure à environ 23 °C à une humidité relative moyenne de 55 ± 5 % est possible, car il existe des tissus de lin, comme l'échantillon NII de [14], prélevé sur une momie à Engedi (Israël), qui ont été préservés pendant de nombreux siècles à une température séculaire moyenne d'environ 23,5 °C et des valeurs d'humidité relative de 55 ± 5 %. Cependant, dans l'hypothèse où le TS a bien moins de 20 siècles, il serait assez curieux qu'il ait toujours été conservé dans des localités du monde caractérisées par des températures moyennes séculaires très élevées. La température ambiante moyenne séculaire européenne est d'environ 8,5–9 °C [22], bien inférieure à 23 °C. Cette simple considération semble également exclure l'hypothèse selon laquelle le lin TS a bien moins de 20 siècles.

5. Conclusions

Français Il y a plus de 30 ans, il a été avancé que la mesure de la dépolimérisation de la cellulose constituant le lin du TS aurait pu offrir la possibilité de dater son tissu [24]. C'était l'objectif de ce travail. En particulier, l'analyse WAXS présentée ici, pour le vieillissement naturel de la cellulose dans le lin d'un échantillon de TS, nous permet de conclure qu'il est très probable que le TS soit une relique d'environ 20 siècles, même si nous ne disposons de documentation historique européenne que pour les sept derniers siècles. Puisque la datation au ^{14}C [3] ne concorde pas avec nos résultats, ni avec la datation obtenue par d'autres travaux (voir **Tableau 1**), une étude aux rayons X plus précise et systématique d'un plus grand nombre d'échantillons prélevés dans le tissu du TS serait obligatoire pour confirmer les conclusions de notre étude. À cet égard, il est très intéressant de noter que la datation aux rayons X peut être réalisée sur des échantillons de taille d'un demi-mm et, contrairement à la datation au ^{14}C, la WAXS permet de prendre des mesures répétitives du même échantillon. Français Par conséquent, de nombreux laboratoires pourraient répéter la datation aux rayons X sur les mêmes échantillons, et la procédure serait également en aveugle, car les échantillons submillimétriques ou millimétriques de tissu de lin sont indiscernables, comparés aux échantillons de taille centimétrique nécessaires pour la datation au ^{14}C, ce qui a empêché un protocole de mesure en aveugle d'être réalisé dans l' étude au ^{14}C de 1988-1989 [3]. En effet, le tissage TS particulier était clairement identifiable, invalidant la réalisation d'une procédure d'analyse en aveugle. En conséquence, le biais dans les analyses au ^{14}C de 1988-1989 s'est produit, comme cela a été démontré pour cette célèbre relique [6].

Nos tests sur les effets d'un choc thermique sur le lin, obtenus en mesurant les motifs WAXS avant et après un traitement thermique au four d'une pièce de lin à une température de 200 °C pendant 30 min, permettent d'exclure une augmentation du vieillissement naturel due à l'action d'incendies accidentels, qui ont certainement caractérisé l'histoire du tissu TS [12]. En particulier, des tests expérimentaux détaillés sur le jaunissement du lin ont démontré que quelques minutes à une température de 200 °C pouvaient suffire à annuler l'image TS [20].

Français De plus, il est intéressant de souligner que notre analyse a montré que, pour que le tissu TS ait environ 20 siècles, il aurait nécessairement dû être conservé à une température séculaire moyenne d'environ 22,5 ± 0,5 °C et une humidité relative moyenne de 55 ± 5 % pendant 13 siècles précédant le XIVe siècle. De l'équation (5), il résulte que si l'humidité relative moyenne était de l'ordre de 75 ± 5 %, pour obtenir la même valeur du vieillissement naturel mesuré de 0,60 ± 0,02 pour l'échantillon TS, la température ambiante séculaire moyenne devrait être d'environ 20,0 ± 0,5 °C. Par conséquent, de notre caractérisation WAXS, il résulte que nous disposons d'une plage de températures ambiantes moyennes séculaires autorisées de 20,0 à 22,5 °C, corrélée à une plage de valeurs d'humidité relative moyenne de 75 à 55 %, comme contraintes climatiques, pour que le TS soit une relique vieille de 20 siècles. Ces contraintes physiques sur la température ambiante moyenne séculaire et l'humidité relative moyenne, obtenues en mesurant le vieillissement naturel de la cellulose de l'échantillon de TS, réalisé ici grâce à la caractérisation WAXS, pourraient aider les historiens à tester leurs hypothèses dans tous les lieux possibles du monde et à toutes les périodes historiques où le TS aurait pu être conservé au cours des 13 siècles précédant son histoire documentée en Europe.

Enfin, puisque la datation aux rayons X indique que le TS est plus ancien que ses sept siècles d'histoire européenne, nous pouvons également affirmer qu'il est heureux que le TS ait été transporté en Europe il y a sept siècles. En effet, notre analyse a montré que, du XIVe siècle à aujourd'hui, le vieillissement naturel de la cellulose du lin du TS a été très faible, en raison des basses températures ambiantes moyennes européennes séculaires, empêchant ainsi la disparition complète de l'image corporelle du TS, ce qui se serait produit à une température ambiante séculaire moyenne de 22,5 °C. En effet, l'équation (4) implique que, sous l'hypothèse que le TS a 20 siècles, après 20 siècles à une valeur moyenne de T_r = 22,5 °C et une humidité relative de 55 %, un vieillissement naturel d'environ 90 % se serait déjà produit ; cette valeur est bien supérieure aux 60 % qui ont été déterminés expérimentalement pour l'échantillon de TS. Par chance, seule l'histoire récente du TS en Europe a permis d'éviter le jaunissement complet du lin TS et la disparition complète de l'image TS, préservant ainsi une énigme très difficile à résoudre pour la science. De nouvelles analyses WAXS sur le vieillissement naturel de la cellulose du lin pourraient permettre de déterminer l'âge exact du TS, élément fondamental de cette énigme.

Contributions des auteurs

Tous les auteurs ont contribué à la rédaction de l'article et à la discussion des résultats. GF a fourni les échantillons. LDC a effectué les calculs théoriques. LDC et CG ont analysé les données. TS et RL ont effectué des mesures WAXS. Tous les auteurs ont lu et accepté la version publiée du manuscrit.

Financement

Cette recherche n’a reçu aucun financement externe.

Déclaration du comité d'examen institutionnel

Non applicable.

Déclaration de consentement éclairé

Non applicable.

Déclaration de disponibilité des données

Non applicable.

Conflits d'intérêts

Les auteurs déclarent ne pas avoir de conflit d'intérêt.

Références

1. Jumper, EJ ; Adler, AD ; Jackson, JP ; Pellicori, SF ; Heller, JH ; Druzik, JR. Examen complet des différentes taches et images du Suaire de Turin. Dans *Advances in Chemistry III* ; Lambert, JB, éd. ; Northwestern University Press : Evanston, Illinois, États-Unis, 1984 ; chapitre 22 ; p. 447–476. [Google Scholar] [CrossRef]
2. Schwalbe, LA ; Rogers, RN. Physique et chimie du Suaire de Turin : résumé de l'enquête de 1978. *Anal. Chim. Acta* **1982** , *p. 135* , 3–49. [Google Scholar] [CrossRef]
3. Damon, Î.-P.-É. ; Donahue, DJ ; Gore, BH ; Hatheway, Alabama ; Jul, AJT; Linick, TW ; Sercel, PJ; Toolin, LJ; Bronk, CR ; Hall, ET ; et coll. Datation au radiocarbone du Suaire de Turin. *Nature* **1989** , *337* , 611-615. [Google Scholar] [CrossRef] [Version verte]
4. Riani, M. ; Atkinson, AC ; Fanti, G. ; Crosilla, F. Analyse de régression avec des régresseurs partiellement étiquetés : datation au carbone 14 du Suaire de Turin. *Stat. Comput.* **2013** , *23* , 551–561. [Google Scholar] [CrossRef]
5. Rogers, R. Études sur l'échantillon de radiocarbone du Suaire de Turin. *Thermochim. Acta* **2005** , p. *425* , p. 189–194. [Google Scholar] [CrossRef]
6. Casabianca, T. ; Marinelli, E. ; Pernagallo, TB. Datation au radiocarbone du Suaire de Turin : nouvelles données brutes. *Archeometry* **2019** , *61* , 1223–1231. [Google Scholar] [CrossRef]
7. Walsh, B. Les essais au radiocarbone du Suaire de Turin de 1988 reconsidérés. Actes de la Conférence internationale de recherche sur le Suaire de Turin de 1999, Richmond, Virginie, États-Unis, 18-20 juin 1999 ; Walsh, B., éd. ; Magisterium Press : Glen Allen, Virginie, États-Unis, 1999 ; p. 326-342, ISBN 0-9706934-0-0. [Google Scholar]
8. Wilson, I. ; Miller, V. *Le Mystérieux Suaire* ; Doubleday and Company : New York, NY, États-Unis, 1986 ; ISBN 978-0385190749. [Google Scholar]
9. Gove, HE ; Mattingly, SJ ; David, AR ; Garza-Valdes, LA. Source problématique de contamination organique du linge. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* **1997** , p. *123* , p. 504–507. [Google Scholar] [CrossRef]
10. Fanti, G. ; Malfi, P. ; Crosilla, F. Datation mécanique et optochimique du Suaire de Turin. *MATEC Web Conf.* **2015** , *36* , 01001. [Google Scholar] [CrossRef] [Version verte]
11. Fanti, G. ; Baraldi, P. ; Basso, R. ; Tinti, A. Datation non destructive de textiles anciens en lin par spectroscopie vibrationnelle. *Vib. Spectrosc.* **2013** , *p. 67* , p. 61–70. [Google Scholar] [CrossRef]
12. Fanti, G. ; Malfi, P. ; Conca, M. *Le Suaire de Turin — Premier siècle après Jésus-Christ !* Pan Stanford Publishing Pte. Ltd. : Singapour, 2015 ; ISBN 978-9814800082. [Google Scholar]

13. Fanti, G. *Monnaies byzantines influencées par le Linceul du Christ* ; Jenny Stanford Publishing : New Delhi, Inde, 2022 ; ISBN : 9789814877886. [Google Scholar]
14. De Caro, L. ; Giannini, C. ; Lassandro, R. ; Scattarella, F. ; Sibillano, T. ; Matricciani, E. ; Fanti, G. Datation aux rayons X de tissus de lin anciens. *Patrimoine* **2019** , *2* , 2763-2783. [Google Scholar] [CrossRef] [Version verte]
15. Potthast, A. ; Rosenau, T. ; Kosma, P. Analyse des fonctionnalités oxydées de la cellulose. *Adv. Polym. Sci.* **2006** , *205* , 1–48. [Google Scholar] [CrossRef]
16. Stephens, CH; Whitmore, PM. Comparaison du comportement à la dégradation des papiers coton, lin et kozo. *Cellulose* **2013** , *20* , 1099–1108. [Google Scholar] [CrossRef]
17. Ding, HZ ; Wang, ZD. Sur l'équation d'évolution de la dégradation de la cellulose. *Cellulose* **2008** , *15* , 205–224. [Google Scholar] [CrossRef]
18. Whitmore, P. ; Bogaard, J. Effet de l'oxydation sur le vieillissement ultérieur au four du papier filtre. *Restaurator* **1995** , *16* , 10–30. [Google Scholar] [CrossRef]
19. Zou, X. ; Uesaka, T. ; Gurnagul, N. Prédiction de la permanence du papier par vieillissement accéléré. I. Analyse cinétique du processus de vieillissement. *Cellulose* **1996** , *3* , 243–267. [Google Scholar] [CrossRef]
20. Fanti, G. Caractéristiques optiques des fibres de lin provenant du Suaire de Turin. *Conférence Web MATEC* **2015** , *15* , 00004. [Google Scholar] [CrossRef] [Version verte]
21. Di Naples, G. ; Mercalli, L. *Il Climat di Torino* ; Società Meteorologica Subalpina : Turin, Italie, 2008 ; ISBN 8890302348. [Google Scholar]
22. Taricco, C. ; Ghil, M. ; Alessio, S. ; Vivaldo, G. Deux millénaires de variabilité climatique en Méditerranée centrale. *Clim. Past* **2009** , *5* , 171–181. [Google Scholar] [CrossRef] [Version verte]
23. Portail de connaissances sur le changement climatique de la Banque mondiale. Disponible en ligne : https://climateknowledgeportal.worldbank.org/ (consulté le 7 mars 2022).
24. Diane, S. ; Marinelli, M. Détermination du degré de dépolimérisation de la cellulose sur les fibres des tissus et sur les fibres de la carte empâtée avec des polymères. Dans *La Datazione della Sindone* ; Quartu, SE, éd.; Atti del V Congresso Nazionale di Sindonologia, a Cura di Tarquinio Ladu, PressColor : Cagliari, Italie, 1990. [Google Scholar]

Note de l'éditeur : MDPI reste neutre en ce qui concerne les revendications juridictionnelles dans les cartes publiées et les affiliations institutionnelles.

© 2022 par les auteurs. Licencié MDPI, Bâle, Suisse. Cet article est en libre accès et distribué selon les termes et conditions de la licence Creative Commons Attribution (CC BY) (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

Partager et citer

Style MDPI et ACS

De Caro, L. ; Sibillano, T. ; Lassandro, R. ; Giannini, C. ; Fanti, G. Datation aux rayons X d'un échantillon de lin du Linceul de Turin. *Patrimoine* **2022** , *5* , 860-870. https://doi.org/10.3390/heritage5020047

Style AMA

De Caro L, Sibillano T, Lassandro R, Giannini C, Fanti G. Datation aux rayons X d'un échantillon de lin du Linceul de Turin. *Patrimoine* . 2022 ; 5(2):860-870. https://doi.org/10.3390/heritage5020047

Style Chicago/Turabian

De Caro, Liberato, Teresa Sibillano, Rocco Lassandro, Cinzia Giannini et Giulio Fanti. 2022. « Datation aux rayons X d'un échantillon de lin du Linceul de Turin » *Heritage* 5, no. 2 : 860-870. https://doi.org/10.3390/heritage5020047

Style APA

De Caro, L., Sibillano, T., Lassandro, R., Giannini, C. et Fanti, G. (2022). Datation aux rayons X d'un échantillon de lin du Linceul de Turin. *Patrimoine* , *5* (2), 860-870. https://doi.org/10.3390/heritage5020047

Mesures de l'article

Citations

Crossref

2

Scopus

5

Web of Science

6

Google Scholar

[cliquez pour voir]

Statistiques d'accès aux articles

Article access statisticsArticle Views10. Apr11. Apr12. Apr13. Apr14. Apr15. Apr16. Apr17. Apr18. Apr19. Apr20. Apr21. Apr22. Apr23. Apr24. Apr25. Apr26. Apr27. Apr28. Apr29. Apr30. Apr1. May2. May3. May4. May5. May6. May7. May8. May9. May10. May11. May12. May13. May14. May15. May16. May17. May18. May19. May20. May21. May22. May23. May24. May25. May26. May27. May28. May29. May30. May31. May1. Jun2. Jun3. Jun4. Jun5. Jun6. Jun7. Jun8. Jun9. Jun10. Jun11. Jun12. Jun13. Jun14. Jun15. Jun16. Jun17. Jun18. Jun19. Jun20. Jun21. Jun22. Jun23. Jun24. Jun25. Jun26. Jun27. Jun28. Jun29. Jun30. Jun1. Jul2. Jul3. Jul4. Jul5. Jul6. Jul7. Jul8. Jul0k25k50k75k100k125k150k6. JulSum: 124472Daily views: 2

Pour plus d'informations sur les statistiques de la revue, cliquez **ici** .

Plusieurs requêtes provenant de la même adresse IP sont comptées comme une seule vue.

Patrimoine , EISSN 2571-9408, Publié par MDPI

RSS Alerte de contenu

Informations complémentaires