

Nielle byzantin : étude de son évolution

Autor(en): **Schweizer, François**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Genava : revue d'histoire de l'art et d'archéologie**

Band (Jahr): **41 (1993)**

PDF erstellt am: **21.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-728527>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Nielle byzantin: étude de son évolution

Par François SCHWEIZER

1. Introduction

Le nielle est une substance noire utilisée pour la décoration d'objets en or, en argent, en bronze ou en laiton. Elle est composée d'un ou de plusieurs sulfures métalliques (sulfure d'argent, sulfures mixtes d'argent et de cuivre, sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb).

Le procédé de niellage consiste à réduire la masse noire des sulfures métalliques en poudre et à la déposer dans un décor gravé ou frappé en creux. L'application se fait soit par un procédé de frittage, soit par fusion.

Ce procédé est très ancien. L'époque de son apparition est sujette à discussion. Des décorations noires trouvées sur des objets de l'époque de l'âge du bronze à Mycène ou en Egypte n'ont pas été analysées par des méthodes scientifiques. C'est à partir de l'époque romaine que nous disposons d'analyses.

Très répandue pendant le premier millénaire, cette technique semble tomber dans l'oubli vers le XVI^e siècle pour être revalorisée par Cellini pendant la Renaissance. De nouveau abandonnée par la suite, c'est à Tula, dans le sud de la Russie vers le milieu du XIX^e siècle qu'une nouvelle industrie de bijouterie en argent niellé se développe.

Au début de ce siècle, des nielleurs français et suisses maîtrisaient cette technique à la perfection pour la décoration de pièces en argent. Aujourd'hui ce procédé n'est guère pratiqué.

L'objet de cette contribution est de présenter l'évolution du nielle byzantin et de comparer des observations sur des objets byzantins aux textes des traités anciens. Bien que les analyses ne soient pas très nombreuses, cette démarche permet de démontrer la contribution importante des ateliers de l'Empire byzantin au développement de cette technique.

2. Publications et recherches sur la technologie ancienne du niellage

La bibliographie du niellage commence par l'étude descriptive de Rosenberg publiée en 1924 (1). Elle a été complétée d'une excellente manière par Moss, chercheur au British Museum, en 1952 (2). Il est le premier à publier des analyses de diffraction de rayons X et à iden-

tifier les phases cristallographiques des nielles anciens. Plus récemment, Maryonn (3) a discuté l'aspect technologique. Des formules de nielles modernes se trouvent dans l'ouvrage de Braun-Feldweg (4).

Après les travaux de Moss, des analyses ont été entreprises en 1976 par Schweizer (5) qui publie les premiers résultats relatifs aux nielles byzantins. Il démontre l'utilisation de nielles à base de sulfure d'argent (Type I), de sulfures mixtes d'argent et de cuivre (Type II) aux VI^e et VII^e siècles après J.-C. et l'apparition d'un nouveau nielle à base de sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb (Type III) vers le XI^e siècle.

Ces travaux sur les nielles byzantins sont repris par Dennis et Meyers (6) et republiés par Newman et al. en 1982 (7).

Oddy et al. dans une publication de 1983 (8) donnent une excellente vue d'ensemble du niellage sur l'argent, l'or et les alliages cuivreux. Une étude très complète est publiée la même année par La Niece (9) qui a analysé pas moins de 180 nielles datant du I^{er} au XX^e siècle.

Plusieurs recherches scientifiques concernent les diagrammes de phases et la minéralogie des sulfures d'argent, de cuivre et de plomb. Parmi les plus importantes, citons celles de Djurle (10), Skinner (11) ainsi que Schwarz et Romero (12).

3. Les anciens traités sur le niellage

L'auteur du plus ancien traité est Pline (13) qui mentionne, au I^{er} siècle, son utilisation par les habitants d'Alexandrie. Dans le «Leyden Papyrus» (14) datant probablement du III^e siècle, se trouve une formule qui pourrait correspondre à un nielle. Ce mélange contient pourtant du plomb, élément qu'on ne trouve, selon les analyses, qu'à partir du XI^e siècle. Dans un recueil de formules connu sous le nom de «Mappae Clavicula» (15) se trouvent plusieurs recettes de nielles. Les plus anciennes de ces descriptions datent probablement du VIII^e ou IX^e siècle. Dans le traité d'Eraclius (16), attribué au X^e ou XI^e siècle, se trouvent également des passages décrivant cette technique. Une source importante est l'ouvrage du moine Théophile qui, au XII^e siècle, rédigea une description détaillée du niellage (17). Pour l'Europe du XVI^e siècle, l'œuvre de Cellini fait référence (18). Finalement

citons encore deux sources arabes indiquées par Allan(19). Il s'agit d'un traité d'al-Hamdani datant du X^e siècle (20) et de celui d'Abul-Quasim Kastani rédigé au XII^e siècle (21).

4. Comparaison des résultats des examens et analyses de nielles byzantins avec les anciens traités

Pour notre étude, nous avons essayé d'établir une liaison entre les observations que nous avons pu faire sur des pièces niellées byzantines et les indications des anciens traités.

Nous avons subdivisé le niellage en trois étapes:

- 1) préparation du support métallique et gravure;
- 2) préparation et composition des nielles;
- 3) dépose et fonte du nielle sur le support métallique.

Pour chaque section nous allons d'abord citer les traités anciens, par la suite présenter les observations et analyses et finalement faire la synthèse. En ce qui concerne les traités anciens, nous avons utilisé les traductions existantes soit en anglais, soit en allemand. A part l'ouvrage de Cellini, nous n'avons pas connaissance de traductions en français.

4.1. Méthodes d'examen

Pour l'étude des nielles byzantins nous avons choisi quatre méthodes différentes:

1. Observation sous la loupe binoculaire (aspect, gravure);
2. spectrométrie de fluorescence X (composition);
3. diffraction de rayons X (structure cristalline);
4. platine microscopique chauffante (point de décomposition ou de fusion).

– Spectrométrie de fluorescence X (SFX)

Cette méthode ne nécessite pas le prélèvement d'un échantillon mais analyse directement l'objet sans toucher à la matière. Elle a, par contre, un inconvénient: l'analyse n'affecte que la surface de l'objet étudié et il faut bien s'assurer que celle-ci est représentative de la composition de l'objet.

L'appareil que nous utilisons a été spécialement développé pour l'analyse des objets d'art (5, note 15). Pour l'analyse *in situ* des incrustations en nielle, nous avons muni le tube à rayons X d'un collimateur pour réduire la surface analysée à environ 1 mm². Dans certains cas, comme par exemple pour l'analyse des monogrammes en nielle des cuillers, nous avons placé un masque en molybdène avec un trou de 0.7 mm directement sur le monogramme afin d'éviter que la mesure soit influencée par le métal de l'objet. Des fragments de nielle détachés

utilisés pour l'étude par diffraction de rayons X ont été montés à l'aide de vaseline sur une fine aiguille en verre. Nous avons estimé le dosage des nielles en utilisant des étalons à base d'argent (5, p. 52).

– Diffraction de rayons X (DRX)

Un micro-prélèvement est monté sur une aiguille en verre et analysé à l'aide de la caméra Gandolfi (ø 114.6 mm). Le tube à rayons X possède une anode en fer et fonctionne à 30 kV et 20 mA. Le temps d'exposition est de 12-15 heures. L'identification des diagrammes se fait à l'aide des fiches de l'ASTM.

– Platine chauffante

Quelques grains de nielle sont placés sur la plaque en platine de la platine chauffante d'un microscope et chauffés à env. 20° C/min. jusqu'à une température d'env. 970° C. La décomposition du nielle ou son point de fusion sont déterminés *de visu*.

4.2. Préparation du support métallique et gravure-ciselure

4.2.1. Recommandations selon les anciens traités

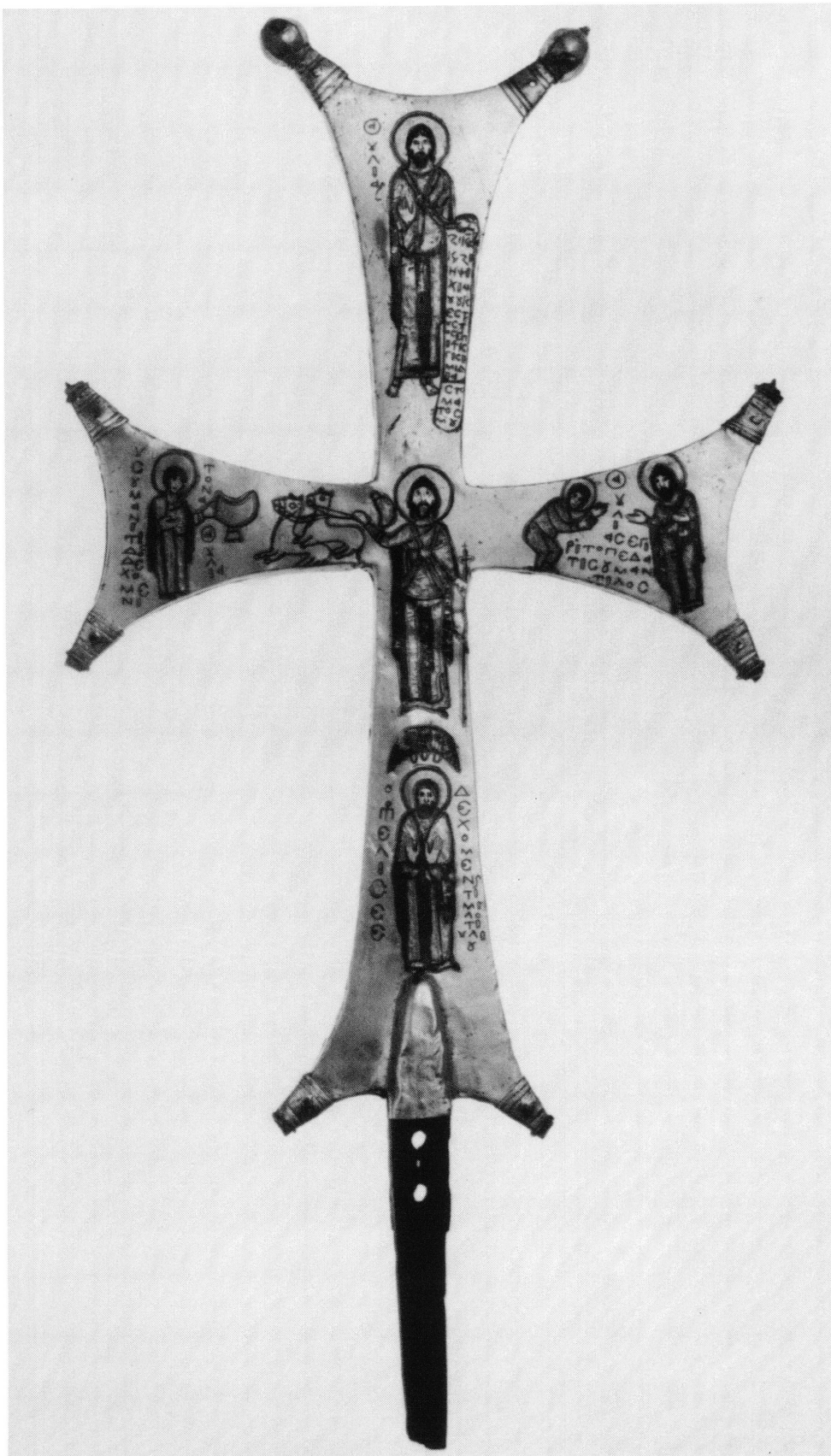
Si la technique de la gravure en général est décrite par des auteurs comme Théophile (17) ou Cellini (18), nous n'avons pas trouvé de références spécifiques pour la gravure qui précède le niellage. Elle a dû se faire à l'aide du burin, de ciselets et de ciseaux.

Une observation intéressante se trouve dans l'œuvre de Cellini concernant le nettoyage de la plaque en argent avant l'application du nielle (18). Il recommande de l'immerger dans une soude de cendre de chêne et de la cuire pendant 15 minutes. Par la suite elle est lavée à l'eau et nettoyée avec une brosse.

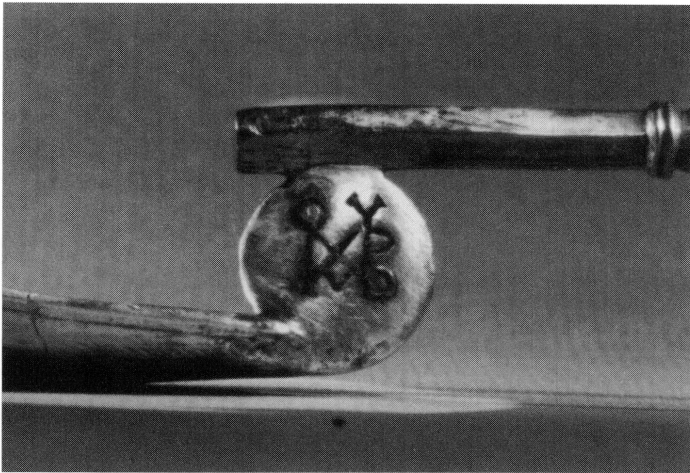
L'adhérence du nielle au métal dépend certainement de la bonne préparation des surfaces à nieller. Les auteurs modernes proposent de faire la gravure à l'acide.

4.2.2. Examens d'objets niellés byzantins du VI^e au XI^e siècle

Sur les objets que nous avons examinés, nous n'avons pas pu trouver de traces d'esquisse bien que nous pensons que l'artisan a dû s'en servir avant de commencer le travail de gravure-ciselage. Pour l'inscription sur la grande croix de procession (fig. 1) du XI^e siècle, l'artisan a gravé l'argent à l'aide d'un burin. Il ne semble pas qu'il ait pris soin de rendre la surface de la rainure rugueuse afin d'augmenter l'adhésion du nielle.



1. Croix de procession. Empire byzantin, XI^e siècle. Bronze revêtu d'argent repoussé, doré et niellé. Quatre scènes de la vie du prophète Elie. Genève, Musée d'art et d'histoire, Inv. AD 2560.



2. Détail d'un monogramme sur le disque d'une cuiller. Empire Byzantin, VII^e siècle, nielle type I, sulfure d'argent. Genève, Musée d'art et d'histoire, Inv. AD 2390.

Le monogramme d'une cuiller du VII^e siècle (fig. 2) est gravé d'une autre manière. La rainure est rugueuse et semble être obtenue par ciselage plutôt que par gravure.

Sur une croix du VII^e siècle en argent provenant d'une collection particulière, nous avons observé l'application du nielle dans un décor qui était peu profond. Il a probablement été obtenu par la technique du repoussage. L'adhérence du nielle était très mauvaise.

Pour la préparation du décor à plus grande surface, l'orfèvre byzantin utilisait des ciseaux pour enlever la matière. Cette technique est bien visible sur la grande croix de procession du XI^e siècle (fig. 3).

4.3. Composition et préparation du nielle

Il existe trois types de nielle utilisés par les orfèvres byzantins. Ils se distinguent par leur composition et par la date de leur utilisation (25):

- a) Nielle type I: sulfure d'argent (Ag_2S)
- b) Nielle type II: sulfures mixtes d'argent et de cuivre (AgCuS)
- c) Nielle type III: sulfures mixtes d'argent de cuivre et de plomb (AgCuS.PbS).

Nous allons d'abord présenter séparément les anciennes recettes pour ces trois types de nielle et par la suite discuter les résultats des analyses. Pour faciliter la comparaison entre les dates des traités et celles des nielles analysés, nous avons préparé deux figures. La figure 5 montre d'une manière schématique la date des traités et la figure 4 présente les analyses.

4.3.1. Les formules selon les anciens traités

- a) Nielle type I: sulfure d'argent (Ag_2S)

Deux traités mentionnent la préparation de ce type. L'un nous provient de Perse et est celui d'al-Hamdani de 942 (20).



3. Détail de la croix fig. 1, l'ascension du prophète Elie.

«Mélange de l'argent et du soufre dans un creuset. chauffe-le et verse le mélange dans un moule. Quand il est froid il devient cassant et on le fait éclater en tapant dessus».

Le deuxième se trouve dans le «Mappae Clavicula» (15, p. 36).

«Fais fondre de l'argent et dès qu'il est rouge ajoute du soufre. Laisse refroidir».

Smith (15, p. 36, note 30) pense qu'il s'agit ici plutôt d'une encre appliquée sur la surface de l'objet et non d'un nielle pour un décor gravé.

b) Nielle type II: sulfures mixtes d'argent et de cuivre (AgCuS)

Pline (13):

«Mélange 1 partie d'argent, 1/3 de cuivre fin de Chypre et 1 partie de soufre. Chauffe le mélange dans un récipient en terre cuite et ferme le couvercle avec de l'argile. Continue de chauffer jusqu'à ce que le couvercle s'ouvre de soi-même».

«Mappae Clavicula» (15, p. 57): nielle pour application sur de l'or.

«Prends deux parties d'argent et un tiers de cuivre et autant et un peu plus de soufre. Fais fondre les deux premiers dans un creuset dans un four; par la suite ajoute progressivement le soufre. Quand le tout est bien calciné et mélangé, verse-le dans un moule ou dans ce que tu veux et bats-le pendant qu'il est encore chaud pour le rendre plus mince. Par la suite, laisse-le refroidir».

La formule pour le nielle à appliquer sur l'argent contient des parties égales d'argent, de cuivre et de soufre dans une quantité qui correspond à la somme de ces deux métaux (15, p. 58).

c) Nielle type III: sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb (AgCuS.PbS)

Le premier auteur à mentionner l'utilisation du plomb dans la formule du nielle est Eraclius au IX^e ou X^e siècle (16).

«Prends du mercure, du cuivre et du plomb en quantités égales. Fais-les fondre dans un récipient en forme de coquille. Prends 6 denari en poids de soufre et mélange bien. Enlève le mélange du feu et verse-le dans un récipient».

Comme aucune analyse à ce jour n'a démontré la présence de mercure dans le nielle, on pense généralement qu'Eraclius a dû confondre cet élément avec l'argent.

Théophile (17) au XII^e siècle, donne une bonne description du procédé:

«Dans un creuset on fait fondre 2 parties d'argent avec une partie de cuivre. Entretemps, on fait fondre dans un autre récipient en cuivre 1/2 partie de plomb avec du soufre. On verse ce mélange dans le creuset qui contient le mélange argent-cuivre. Après avoir bien remué, on verse ce mélange dans un troisième creuset dans lequel se trouve le reste de soufre. Après avoir bien remué ce mélange on le verse dans un moule en fer. Avant que le nielle ait refroidi, on le bat dans une feuille mince. Le nielle se casse s'il est forgé à froid. Mais si on le chauffe trop il se fend et disparaît dans les cendres. Finalement on pose la feuille de nielle dans un récipient avec de l'eau et on le pulvérise à l'aide d'un marteau rond».

Cellini au XVI^e siècle donne également une description détaillée (18). Il recommande un nielle plus riche en plomb en prenant 1 partie d'argent, 2 parties de cuivre et 3 parties de plomb.

4.3.2. Analyses de nielles romains, byzantins et médiévaux

Il nous semblait intéressant de réunir dans un seul diagramme toutes les analyses de nielles connues à ce jour et de les présenter selon le type de nielle et l'époque de l'objet niellé. Les analyses de la figure 4 couvrent donc des pièces d'origine et d'époques différentes provenant du Moyen-Orient, de l'Europe centrale, des Îles britanniques ainsi que des pays scandinaves (2, 5, 7, 8, 9).

Pendant une longue période, du I^{er} au X^e siècle, nous trouvons principalement les nielles du type I (sulfure d'argent) et du type II (sulfures mixtes d'argent et de cuivre).

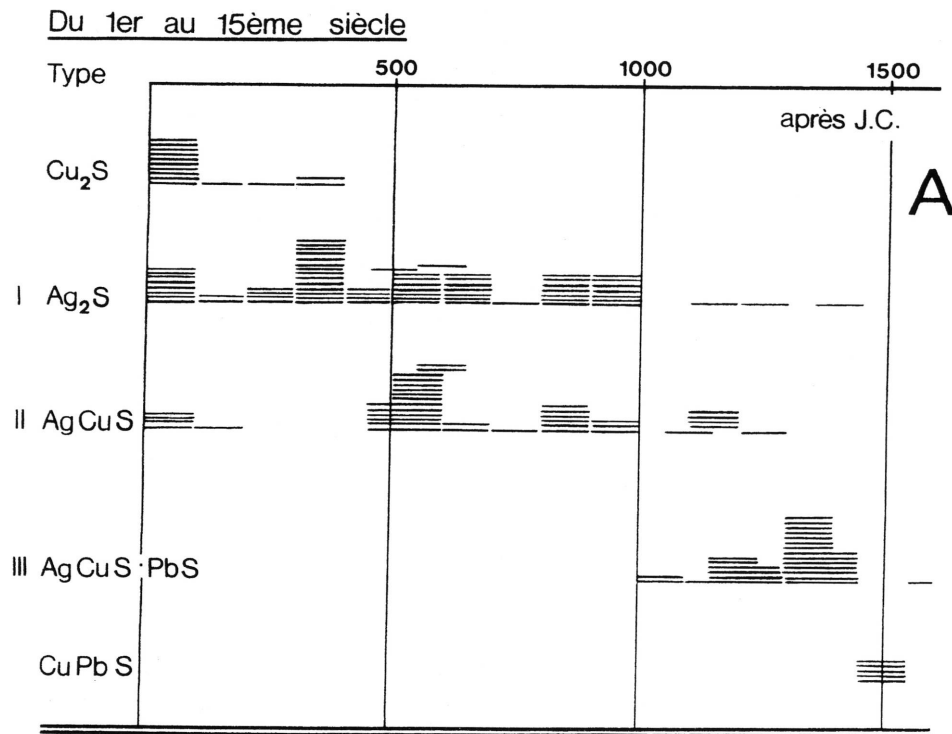
Si ce dernier correspond à la formule ancienne de Pline (13), datant du I^{er} siècle, il est étonnant de ne pas trouver de traité ancien qui parle du type I au sulfure d'argent avant le X^e siècle. Comme nous le montre la figure, il s'agit ici du traité arabe d'al-Hamdani (20). Comment les Romains et les Byzantins préparaient-ils le nielle? Nous allons revenir sur cette question dans la discussion.

Autour du X^e siècle, nous notons un changement radical dans la composition du nielle: le type III aux sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb apparaît pour la première fois. Ce type de nielle continue d'être utilisé jusqu'à nos jours.

L'apparition de ce nouveau type de nielle coïncide historiquement avec les dates des traités d'Eraclius (16) et de Théophile (17). A partir de cette période nous constatons un abandon progressif de l'utilisation des nielles du type I et II. A notre connaissance il n'existe aucun traité ancien décrivant les nielles à base de sulfure de cuivre et sulfures mixtes de cuivre et de plomb.

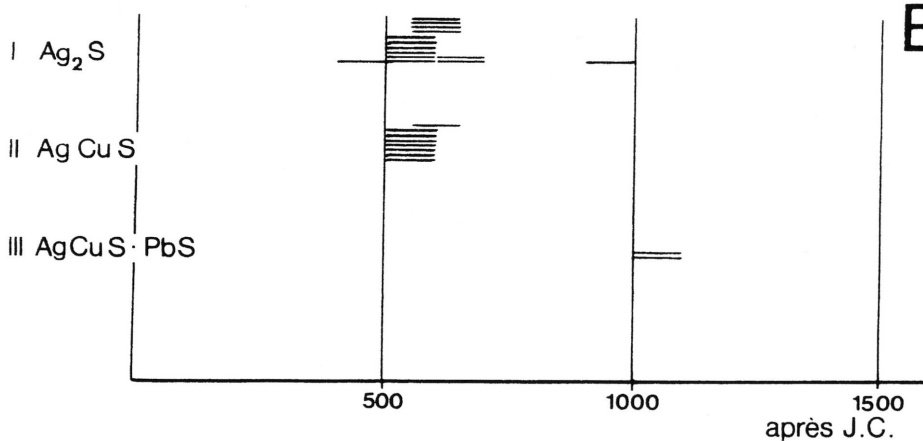
ANALYSES DE NIELLES

4. A) Analyses de nielles du 1^{er} au XVI^e siècle (Références 2, 5, 7, 8, 9). Pour la désignation des types de nielle, voir la note 25.



A

Nielles byzantins



B

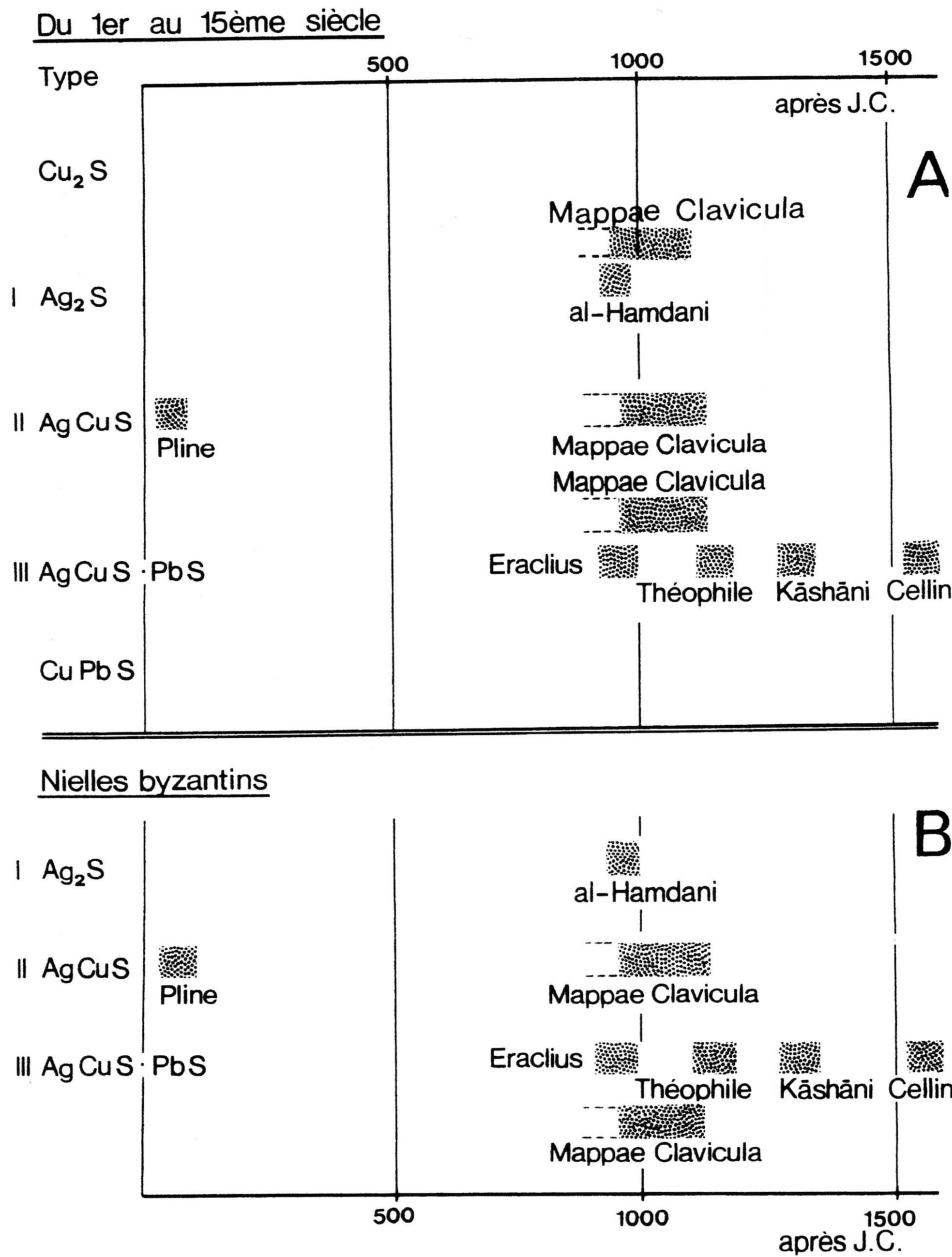
4. B) Analyses de nielles byzantins du V^e au XI^e siècle (Références 5, 6, 9).

Si l'on examine les analyses des nielles byzantins (fig 4 B), on constate que les types du nielle I et II ont été utilisés simultanément pendant les VI^e et VII^e siècles.

Les deux analyses des objets du XI^e siècle révèlent l'utilisation du nielle type III (sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb). Il s'agit d'une croix de procession du

Musée d'art et d'histoire (22) et d'une boîte à amulette argentée du Victoria and Albert Museum à Londres (23). Ces deux objets sont, à notre connaissance, les plus anciens qui contiennent le nielle du type III. Au XII^e et XIII^e siècles nous trouvons ce nouveau nielle sur des pièces en argent provenant de Kiev dans le sud de la

COMPOSITION DES NIELLES SELON LES TRAITES ANCIENS



5. A) et B) Composition des nielles selon les traités anciens. Pour la désignation des nielles, voir la note 25.

Russie (24). Il semble que nous devons chercher l'origine de cette nouvelle formule dans le monde byzantin.

L'étude des nielles par diffraction de rayons X permet d'étudier leur structure cristalline. Dans le tableau 1 nous avons réuni toutes les analyses de nielles byzantins publiées à ce jour. Plusieurs remarques s'imposent :

- Nielle type I, sulfure d'argent: plusieurs nielles ne montrent pas la présence des lignes d'acanthite (Ag_2S) mais uniquement des lignes d'argent métallique.
- Nielle type II, sulfures mixtes d'argent et de cuivre: à côté des phases des sulfures mixtes (jalpaïte et stro-

Tableau 1: Nielles byzantins du VI^e au XI^e siècle: types de nielles et leurs phases cristallographiques

Type de Nielle	Objets (en argent)	Date	Phases cristallographiques par DRX	Référence
I: Ag ₂ S sulfure d'argent	Récipient	VI	Acanthite	Newman (7, p. 82) D 05
	Récipient	VI	argent	D 06
	Fragment		argent	D 010
	Suspensoire		acanthite + brochantite	D 01
	Amphore		acanthite	D 09
	Lampe		acanthite + argent	D 011
	Cuiller	VI-VII	argent	Schweizer MAH 2390
	Cuiller	VI-VII	acanthite + argent	MAH 2392
	Cuiller	VI-VII	argent + chlorure d'argent	MAH 2393
	Cuiller	VII	acanthite + argent	MAH 2394
Coupe	VII	acanthite	MAH 2384	
II: AgCuS sulfures mixtes d'argent et de cuivre	Suspensoire	VI	acanthite + jalpaïte	Newman (7, p. 82) D 02
	Bord d'une lampe		» + »	D 03
	Bord d'une lampe		» + »	D 04
	Chandelier		» + »	D 08
	Lampe		» + »	D 012
	Croix	VII? VI-VII	acanthite + tenorite + argent	Schweizer LMAH 90-105 003
	Boîtier en laiton		» + » + »	LMAH 90-105 004
	Médaille		amorphe	LMAH 90-107 006
	Cuiller		argent	MAH 2391
III: AgCuS. PbS	Croix	?	acanthite + argent	Schweizer LMAH 90-107 003
	Croix	?	ev. acanthite + argent	LMAH 90-107 005
	Croix	XI	stromeyerite +-III sulfure d'argent et de cuivre	MAH 2560

Notes

Phases cristallographiques:

acanthite	Ag ₂ S	Index ASTM	
brochantite	Cu ₄ SO ₄ (OH) ₆	14-72	
argent	Ag	13-398	
jalpaïte	Ag _{1.55} Cu _{0.45} S	12-207	
malachite		10-399	
stromeyerite	AgCuS	9-553	

meyerite), nous trouvons de l'acanthite, des oxydes de cuivre (tenorite) et de l'argent métallique.

Références:

Newman: référence (7), objets D01 - D 012

Schweizer: Les objets MAH 2390-2560 proviennent de la collection du Musée d'art et d'histoire de Genève et ont été publiés dans la référence (5). Les objets LMAH 90-104 à 90-110 proviennent d'une collection particulière et ont été étudiés au laboratoire du Musée d'art et d'histoire.

– Nielle type III, sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb: bien que nous ne disposions que de quatre analyses, il est important de relever qu'aucune ne démontre la présence d'une phase qui corresponde à un sulfure de plomb.

Il en résulte qu'une classification des nielles basée uniquement sur les résultats de la diffraction de rayons X peut donner des résultats erronés. Une identification par une autre méthode, par exemple la fluorescence de rayons X, s'impose. Dans le tableau 2b nous présentons

Tableau 2: Composition chimique de nielles

a) Selon les anciens traités

	%Ag	%Cu	%Pb	%S	Référence
Pline	49.6	36.5	—	16.6	Moss (2)
Théophile	47.7	25.0	12.1	15.6	Moss (2)
Cellini	15.7	28.2	40.2	16.0	Moss (2)

b) Nielles byzantins du VI^e au XI^e siècle

Analyses de surface par fluorescence de rayons X

Type	Objet	Date	%Cu	%Au	%Pb	%Fe	Référence
I: Ag ₂ S Sulfure d'argent	Coupe MAH 2384	VII	0.6-0.8	0.1-0.6	0.2-1.8	2.2-4.7	Schweizer (5, p. 59)
	Cuiller MAH 2390	VI-VII	3.8	0.6	0.2	0.5	»
	Cuiller MAH 2392	VI-VII	0.1-0.5	0.8-1.0	0.3	<0.1	»
	Cuiller MAH 2393	VI-VII	0.9	0.1-0.9	0.1	<0.1	»
	Cuiller MAH 2394	VII	0.1-0.3	0.1-0.3	0.25	0.1-0.4	»
II: AgCuS Sulfures mixtes d'argent et de cuivre		VI-VII	~25	1.2	2-4	~1.5	»
III: AgCuS. PbS Sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb	Croix de procession	XI	>30	<0.1	~15	0.1	»

les analyses semi-quantitatives de plusieurs nielles et dans le tableau 2a, des analyses de nielles selon les formules des anciens traités.

Nous constatons que les nielles du type I (sulfure d'argent) contiennent de faibles pourcentages de cuivre, or et

plomb. Un des nielles (coupe AD 2584) a une teneur en fer de 2-4,7%. Finalement notons que le nielle du type III (sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb) se rapproche, dans sa composition, de la formule de Théophile (tableau 2a) et se distingue nettement de celle de Cellini.

4.4. Dépose et fonte du nielle sur le métal

4.4.1. Recommandations des anciens traités

a) Nielle type I (sulfure d'argent).

Nous trouvons les même références que celles pour la fabrication du nielle.

— al-Hamdani (20):

«On broie le nielle avec du borax et de l'eau et on remplit les gravures avec ce mélange pulvérisé. On le laisse couler dans le four comme de la soudure et il se comporte ainsi».

— «Mappae Clavicula» (15, p. 36)

«Broye-le bien, couvre (le récipient) avec (ce mélange) en ajoutant du natron et de l'huile».

Comme nous l'avons dit sous 4.3.1. a), ce mélange est probablement une encre à appliquer sur la surface.

b) Nielle type II (sulfures mixtes d'argent et de cuivre)

Dans le «Mappae Clavicula» (15, p. 57), nous trouvons cette description. Elle est valable pour l'application du nielle sur de l'or ou de l'argent.

«Casse le nielle avec un marteau sur l'enclume jusqu'à ce que tu obtiennes une poudre et mets-la dans une coquille. Délaye un peu de borax avec de l'eau et, avec ce mélange, délaye le nielle et place-le là où tu veux. Répands un peu de poudre de natron dessus et place (l'objet) sur la braise jusqu'à ce que le nielle coule bien. Aux endroits où le nielle ne doit pas adhérer, pose un peu de poudre de craie humidifiée. Après, sors-le du four pour le laisser refroidir et frotte avec un bâton à polir en érable. Réchauffe (la pièce) peu mais souvent jusqu'à ce qu'il soit bien en place. Après, gratte le nielle bien au niveau de la surface et polis-le comme tu sais bien faire et laisse-le».

Nous notons ici également une contradiction. Ce nielle ne fond pas mais se décompose avant son point de fusion.

c) Nielle type III (sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb)

Théophile (17) donne une description détaillée du travail du niellage dans son chapitre sur la fabrication d'un calice en argent niellé.

«Remplis le tuyau d'une plume avec le nielle finement broyé. Prends un morceau moyen de la gomme qui est appelée parahas (probablement de la gomme arabique) et broie-la dans de l'eau de manière à ce qu'elle devienne légèrement trouble. Humidifie les endroits que tu veux nieller avec ce liquide, prends la plume et répartis le nielle soigneusement en la tapotant avec une petite tige en fer jusqu'à ce que tout soit recouvert.

«Par la suite rassemble de la braise et recouvres-en soigneusement le récipient mais de manière à ce que le

nielle ne soit pas recouvert de charbon et qu'il ne tombe rien sur lui. Dès que le nielle est liquide, prends le récipient avec une pince et tourne-le de tous les côtés où tu vois couler le nielle. Fais attention de le tourner de manière à ce qu'il n'y ait pas de nielle qui tombe par terre.

«Si tout n'a pas été rempli par le nielle pendant le premier chauffage, humidifie encore une fois les endroits avec la même solution et applique encore une fois le nielle comme auparavant en prenant garde qu'il ne soit pas encore une fois nécessaire de refaire l'opération».

Théophile indique une deuxième manière d'appliquer le nielle qui n'est pas mentionnée par d'autres auteurs:

«Quand tu as mélangé et fondu le nielle, prends-en une pièce et bats-la dans une fine tige rectangulaire. Prends le manche (de l'objet à nieller) avec une pince et chauffe-le à rouge dans le feu. Tiens le nielle avec une autre longue et mince pince et frotte-le sur toutes les décorations à remplir. Prends (le manche) du feu et enlève le nielle avec une lime jusqu'à ce que tu voies l'argent mais à peine la gravure. Prends un grattoir et lisse soigneusement les rainures créées par la lime».

4.4.2. Examens des nielles byzantins et détermination du point de fusion

Il nous semblait intéressant de déterminer les points de fusion de quelques nielles byzantins par des mesures pratiques. A notre connaissance, c'est la première fois que nous disposons de résultats directs des points de fusion de nielles antiques. Plusieurs chercheurs ont estimé les points de fusion en se basant sur la composition des nielles et les diagrammes de phase (7), d'autres ont préparé des mélanges selon les anciens traités (2).

Pour la détermination, nous nous sommes limités aux nielles dont nous connaissions la composition minéralogique. A cause de l'hétérogénéité des nielles, nous avons utilisé les même grains qui avaient servis pour la diffraction de rayons X.

Les résultats des points de fusion sont présentés dans le tableau 3, groupés selon les différents types de nielles et dans la fig. 8. Nous allons discuter les observations et résultats séparément.

— Nielle type I: sulfure d'argent

En chauffant, on observe à partir d'une température voisine de 575° C la décomposition du nielle. Sur sa surface apparaissent des gouttelettes d'un liquide argenté. Pendant cette transformation, qui se termine vers 630° C, les grains de nielle gardent leur forme. Vers 940° C on observe la fonte rapide des grains. Des échantillons de

Tableau 3: Points de fusion ou de décomposition de nielles byzantins du VI^e au XI^e siècle:

Type de Nielle	Objet	Date	Phases minéralogiques par DRX	Point de fusion ou de décomposition °C
I: Ag ₂ S	Cuiller en argent MAH AD 2392	VI-VII	Ag ₂ S + Ag (1:1)	décomposit.: 587-600 frittage : 870-930 fusion : 951
	Cuiller en argent MAH AD 2394	VII	Ag ₂ S + Ag (1:1)	décomposit.: 575-635 frittage : 865-920 fusion : pas déterminée
II: AgCuS	Croix en argent LMAH 90-105	VI?	Ag, Cu ₂ O ev. Ag ₂ S	fusion : 942-950
	Cuiller en argent	VI-VII	Ag	fusion : 960
III: AgCuS PbS	Cuiller en argent LMAH 90-110	?	AgCuS + Cu _{1,07} Ag _{1,03} S	fusion : 488-498
	Croix en argent LMAH 90-107	?	Ag ₂ S + Ag (1:1)	fusion : 415-430
	Croix en argent MAH 2560	XI	AgCuS + Cu _{1,07} Ag _{0,93} S	fusion : 440-465
Minerais et produits synthétiques	Argentite Museum GE 223/15		Ag ₂ S	décomposit.: 629-700
	Acanthite Museum GE 395/85		Ag ₂ S	décomposit.: 618-670 fusion : 946
	Sulfure d'argent (Merck N° 12340.0025)		Ag ₂ S	décomposit.: 570-660 fusion : 946
	Stromeyerite Museum GE 382/66)		AgCuS	décomposit.: 562-670 fusion : 942

minéral acanthite et de sulfure d'argent synthétique se comportent de la même manière.

Ces observations confirment celles de Moss (2): le nielle de ce type ne peut donc pas être appliqué sur le métal par fusion mais plutôt par un frittage. Dès que l'orfèvre chauffait trop le nielle, celui-ci commençait à se décomposer. Nous comprenons maintenant pourquoi nous trouvons parmi les phases cristallographiques des nielles d'argent métallique. Il doit s'agir du résultat de la décomposition partielle du nielle pendant son application (fig. 6.)

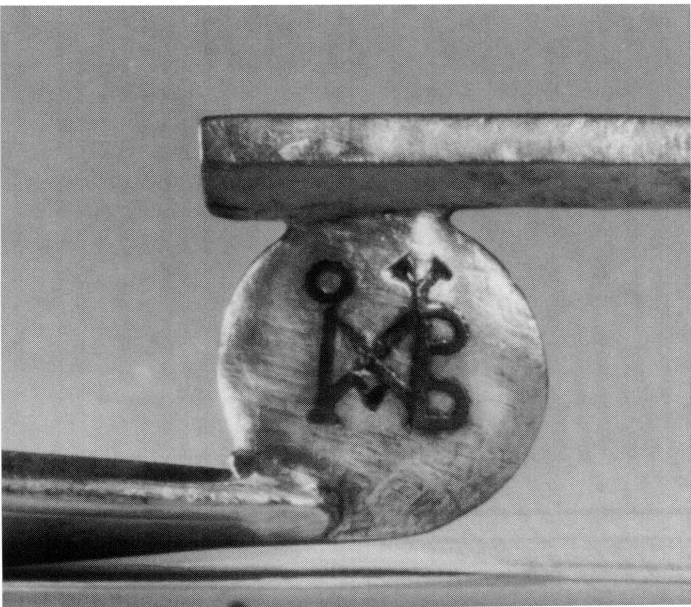
— Nielle type II: sulfures mixtes d'argent et de cuivre

Les échantillons des deux nielles que nous avons examinés n'ont montré aucune réaction jusqu'à des températures situées aux environs de 940° C. Ceci signifie que les nielles avaient déjà été décomposés et réduits en argent métallique pendant leur application dans l'antiquité.

A titre de comparaison, nous avons également étudié le comportement de la stromeyerite, minéral naturel dont la composition et la structure cristalline sont proches du nielle type II. Ce sulfure d'argent et de cuivre se décom-



6. Décor niellé et doré d'une coupe en argent. Nielle type I, sulfure d'argent. Empire byzantin, VII^e siècle. Genève, Musée d'art et d'histoire, Inv. AD 2384.



pose entre 560° et 670° C. Il garde également bien sa forme jusque vers 940° C avant de fondre.

Nous pouvons conclure que ce type de nielle ne pouvait également pas être appliqué par fusion sur des objets métalliques (fig. 7).

– *Nielle type III: sulfures d'argent, de cuivre et de plomb*

Les trois nielles dont nous avons déterminé les points de fusion fondent à des températures situées entre 415° et 490° C, dans des fourchettes très étroites. Avant le point de fusion on n'observe aucune réaction. La température à laquelle la fusion a lieu dépend de la composition du mélange. L'échantillon provenant de la grande croix (AD 2384) possède par exemple un point de fusion proche de celui de l'eutectique. Ce nielle a dû posséder une bonne fluidité après la fonte.

Ce type de nielle possède les propriétés souhaitées par l'orfèvre: il fond facilement à une température basse et ne se décompose pas pendant l'application (fig. 9).

5. *Discussion et résumé des résultats*

Les différents types de nielles byzantins

Les nielles byzantins utilisés pour la décoration des objets en argent, en or ou en laiton ont trois compositions différentes:

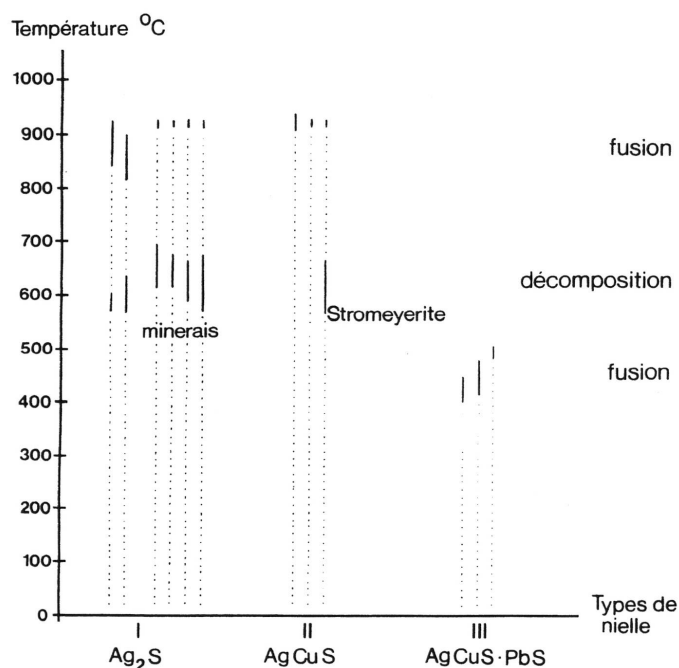
- Au VI^e et VII^e siècles, nous trouvons des nielles du type I (sulfure d'argent) et du type II (sulfures mixtes d'argent et de cuivre).
- A partir du XI^e siècle ces deux nielles sont remplacés par le type III qui contient en plus du plomb (sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb).

Evolution historique des nielles

L'apparition du nielle contenant de l'argent, du cuivre et du plomb (type III) vers le XI^e siècle marque une évolution technique importante. C'est à partir de cette période que l'orfèvre disposait d'un nielle qu'il pouvait appliquer en le rendant liquide à des températures entre 440° et 500° C. Les deux types de nielle utilisés jusqu'à

7. Monogramme sur le disque d'une cuiller. Empire byzantin, VII^e siècle. Nielle type II, sulfures mixtes d'argent et de cuivre. Genève, Musée d'art et d'histoire, Inv. AD 2391

NIELLES BYZANTINES DU VI^e AU XI^e SIECLE :
POINTS DE FUSION OU DE DECOMPOSITION



8. Points de fusion ou de décomposition des différents types de nielles byzantines (voir tableau 3).

cette nouvelle découverte nécessitaient un procédé de frittage et se décomposaient facilement.

En regardant la figure 4 A, on s'aperçoit que le nielle du type III a rapidement été adopté au Moyen-Orient et en Europe. Grâce à ses qualités technologiques, il a remplacé les deux autres nielles.

Si l'on se pose la question de l'origine de cette découverte, il faut s'orienter vers l'Empire byzantin. Les objets sur lesquels nous trouvons pour la première fois ce nielle sont des objets provenant des ateliers situés autour de Byzance ou de Kiev dans le sud de la Russie. Le premier traité ancien qui mentionne le nielle du type III est le troisième livre d'Eraclius (16). Selon Moss (2, p. 52), ce livre est un recueil des différents manuscrits d'origines grecques ou byzantines.

— *Le nielle du type I (sulfure d'argent):
produit de synthèse ou minéral naturel?*

Ce nielle présente un cas particulier. Bien que beaucoup utilisé pendant l'époque romaine, nous ne trouvons

pas de traité ancien qui le mentionne avant celui d'al-Hamdani en 942 ap. J.-C. (20) et le « Mappae Clavicula » (15). Dans le cadre de notre première publication sur l'argenterie byzantine (5) nous nous sommes demandé si le minéral acanthite avait été utilisé directement. La Niece (9, p. 286) dans son excellent travail discute cette proposition et pense que l'utilisation directe du minéral est peu probable. Elle base son argumentation sur le fait que la composition du nielle était souvent proche de celle du métal sur lequel il était appliqué.

Il sera difficile de vérifier notre hypothèse car comme nous l'avons montré, le minéral acanthite ne se distingue du sulfure d'argent synthétique ni par son spectre de diffraction de rayons X, ni par son point de fusion ou de décomposition.

9. Détail de la croix de procession, Empire byzantin, XI^e siècle (voir fig. 1 et 3). L'orfèvre a légèrement gravé le nielle après son application.



Présence d'argent métallique dans les nielles

Les nielles du type I (sulfure d'argent) et II (sulfures mixtes d'argent et de cuivre) contiennent souvent de l'argent métallique. Dans certains cas c'était même la seule phase que nous avons pu mettre en évidence par l'analyse de diffraction de rayons X.

Deux explications sont possibles:

- a) Il se peut que l'artisan byzantin ait trop chauffé le nielle provoquant sa décomposition partielle ou complète. Le nielle garde, malgré cette transformation, sa forme.
- b) Selon Rosenberg (1), il est nécessaire que le nielle contienne encore de l'argent métallique pour qu'il reste souple. Il recommande de ne pas ajouter du soufre en excès mais de respecter des proportions qui garantissent ce qu'il appelle une «faim de soufre» (Schwefelhunger).

Cette recommandation est pourtant en contradiction avec les formules des traités anciens qui contiennent toutes du soufre en excès. Nous pensons que la première explication est la plus probable.

Composition des nielles et ateliers d'orfèvres byzantins

Pour l'instant nous ne disposons pas encore d'un nombre suffisant d'analyses de nielle pour reconnaître des ateliers. De plus, une caractérisation des nielles doit se baser sur une analyse quantitative qui inclut aussi les éléments mineurs. L'analyse quantitative des nielles sur des pièces précieuses pose des problèmes et peu d'institutions possèdent des appareils qui permettent une analyse non-destructive. Une classification des nielles basée uniquement sur l'identification des phases minéralogiques nous semble dangereuse, car, comme nous l'avons montré, il n'est pas toujours possible de différencier les trois différents types par la diffraction de rayons X.

L'analyse par fluorescence de rayons X qui permet d'identifier sans problème les différents nielles rend de précieux services. Il est, à notre avis, peu probable qu'un atelier d'orfèvres ait utilisé simultanément au VI^e ou VII^e siècle des nielles du type I (sulfure d'argent) et type II (sulfures mixtes d'argent et de cuivre). De plus nous pouvons maintenant dire qu'il est pratiquement exclu qu'un objet décoré avec du nielle du type III (sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb) soit antérieur au X^e ou XI^e siècle.

La «datation» d'objets niellés en argent

Ces recherches sur des différents types de nielles ont déjà trouvé des applications pratiques pour la «datation» d'objets en argent niellé. Une cuillère léguée au Musée



10. Croix pectorale. Argent doré et niellé. Empire byzantin, X^e ou XI^e siècle. Nielle type III, sulfures mixtes d'argent, de cuivre et de plomb. Genève, Musée d'art et d'histoire, Inv. AD 8022.

avait été attribuée pour des raisons stylistiques au VI^e siècle après J.-C. L'analyse du nielle montre que celui-ci contient du plomb indiquant que cette pièce ne peut dater d'avant le X^e siècle.

Un autre exemple est celui de l'étude d'une croix pectorale avec chaînette et un fermoir en forme de médaillon (fig. 10). La croix est constituée d'un boîtier assez massif en argent qui est partiellement doré. La dorure recouvre à certains endroits le nielle: elle a donc été posée en dernier. La gravure est exécutée à l'aide de burins et de poinçons. Le nielle, posé soigneusement, apparaît soit comme surface noire et lisse, soit en gris avec une surface granuleuse.

Le médaillon, également doré et niellé, possède une gravure plus molle. Le nielle est noir foncé et lisse.

À l'origine, l'ensemble avait été daté du VI^e siècle. L'analyse des nielles nous montre que :

- Le nielle de la croix est un sulfure mixte d'argent, de cuivre et de plomb (type III).
- Le nielle du médaillon est différent. Il ne contient que des sulfures mixtes d'argent et de cuivre (type II).

La présence de nielles de différente composition sur la croix et le médaillon nous font penser que ces deux éléments ne formaient pas un ensemble, à l'origine. La croix est décorée avec un nielle au plomb, indiquant qu'elle ne peut dater d'avant le X^e siècle.

Le fermoir, par contre, possède un nielle du type sulfure argent-cuivre sans plomb en accord avec la date proposée du VI^e siècle. Cette croix pectorale provient probablement d'ateliers syriens de l'empire byzantin. À une époque indéterminée, probablement encore à l'époque byzantine, elle a été munie du fermoir niellé du VI^e siècle.

Références et notes :

(1) M. ROSENBERG, *Geschichte der Goldschmiedekunst auf technischer Grundlage, Abteilung Niello*, Frankfurt a. Main, 1924.

(2) A.A. MOSS, Niello, *Studies in Conservation*, 1 (2), 1952, pp. 42-62.

(3) H. MARYON, *Metalwork and Enamelling* (4th. ed.), London, 1959.

(4) W. BRAUN-FELDWEG, *Metall-Werkformen und Arbeitsweisen*, Ravensburg, 1968, pp. 186-188.

(5) F. SCHWEIZER, M. LAZOVIC, N. DURR, H. DURAND, C. HOURIET, « Objets byzantins de la collection du Musée d'art et d'histoire », dans : *Genava*, n.s., t. XXV, 1977, pp. 5-62.

(6) J.R. DENNIS, P. MEYERS, *Niello: a technical Study*, Papers presented by Trainees at the Art Conservation Training Programs Conference (Center for Conservation and Technical Studies, Fogg Art Museum, Harvard University) 1979, pp. 83-95.

(7) R. NEWMAN, J.R. DENNIS, E. FARRELL, « A technical note on niello », *J. Am. Inst. of Conservation*, XXI, 1982, pp. 80-85.

(8) W.A. ODDY, M. BIMSON, S. LA NIECE, « The composition of niello decoration on gold, silver and bronze in the Antique and Mediaeval periods », *Studies in Conservation*, 28, 1983, pp. 29-35.

(9) S. LA NIECE, « Niello: an historical and Technical Survey », *The Antiquaries Journal*, LXIII, 1983, pp. 279-298.

(10) S. DJURLE, An X-ray study on the system Ag-Cu-S, *Acta Chem. Scand.*, 12, 1958, pp. 1427-1436.

(11) B.J. SKINNER, « The System Cu-Ag-S », *Eco. Geologie*, 61, 1966, pp. 1-26.

(12) R. SCHWARZ, A. ROMERO, « Zur Kenntnis der Tulalegierung (Eine Untersuchung über das Dreistoffsystem Cu₂S-Ag₂S-PbS) », *Zeitschr. für anorg. und allgem. Chemie*, 162, 1927, pp. 149-160.

(13) PLINE L'ANCIEN, *Histoire naturelle*, Livre 34, Paris, Ed. Belles-Lettres, 1950.

(14) E.R. CALEY, « The Leyden Papyrus X », *Journal of Chemical Education*, 3 (1926), pp. 1149-1166.

(15) C.S. SMITH, J.G. HAWTHORNE, « Mappae Clavicula: A Little Key to the World of Mediaeval Techniques », *Trans. Americ. Philosoph. Soc.*, n.s., 64 (Part 4) Philadelphia, 1974.

(16) M. MERRIFIELD, *Original Treatises on the Arts of Painting* (2 vol.), Reedited by Dover Publ., New York, 1967.

(17) E. BREPOHL, *Theophilius Presbyter und die mittelalterliche Goldschmiedekunst*, Wien, 1987.

(18) B. CELLINI, *Abhandlungen über die Goldschmiedekunst und die Skulptur* (traduit par J. Brinckmann), Edition Ivon Illmer, Osnabrück, 1978.

(19) J.W. ALLAN, *Persian Metal Technology, 700-1300 AD.*, London, 1979.

(20) *Ibid.*, pp. 19-20.

(21) *Ibid.*, pp. 19-20.

(22) Croix de procession XI^e siècle, Musée d'art et d'histoire Genève, Inv. AD 2560, voir référence (5), cat. n° 16.

(23) Boîte à amulette argentée du Victoria and Albert Museum, Inv. V&A 4512-1858, voir référence (9) p. 293.

(24) Référence (9) p. 293 n° des analyses 114, 115, 117, 118.

(25) Pour faciliter la lecture du texte, nous avons désigné les trois types de nielle par des chiffres romains (I, II, III). Les formules (Ag₂S, AgCuS et AgCuS.PbS) sont utilisées pour caractériser les trois types. Elles ne correspondent pas exactement aux phases cristallographiques déterminées (voir tableau).

Remerciements

Je remercie Madame Martine Degli Agosti pour son assistance technique. Elle a entrepris l'analyse par fluorescence de rayons X et par diffraction de rayons X des pièces étudiées ces dernières années.

La détermination du point de fusion des nielles a pu être réalisée grâce à l'aide du Département de chimie appliquée de l'Université de Genève (Dr. J.P. Rivera et Prof. H. Schmid).

Je remercie Madame Myriam Vouillamoz pour la lecture et la dactylographie du manuscrit.

Monsieur Claude Lapaire, Directeur du Musée d'art et d'histoire, nous a encouragé dans notre travail.

Crédit photographique:

Gad Borel-Boissonnas, Genève: fig. 2, 6

Musée d'art et d'histoire, Nathalie Sabato, Genève: fig. 10

Musée d'art et d'histoire, Yves Siza, Genève: fig. 1, 3, 7

Laboratoire du Musée d'art et d'histoire, Genève: fig. 9

Dessins: Martine Degli Agosti