

### 2.1- TÉCNICA

O tapete foi feito num tear vertical, provavelmente por 2 pessoas, que seguiram um desenho<sup>1</sup>, colocado por trás das teias ou sobre estas (fig.19A) (WEARDEN, 2003). O facto de existirem diferenças de comprimento do tapete, dos 213 aos 220 cm, reforça a possibilidade de poder ter sido feito por 2 pessoas diferentes, sendo que uma apertou mais os nós do que a outra (WEARDEN, 2003).

A construção do tapete fez-se pela sobreposição alternada, no sentido transversal, de 3 filas de trama por cada fila de nó assimétrico<sup>2</sup> (fig.19 B; tabela 11), e que vão sendo batidas gradualmente, com a ajuda de um pente próprio (THOMPSON, 1993). Depois de feito, cada nó é cortado, mas no final é necessário cortar todo o pêlo, para igualar a sua altura. No Tapete Persa é possível sentir a orientação do pêlo, o que possibilita orientá-lo no sentido em que foi feito (fig. 15), determinando qual foi a primeira e a última extremidade a ser tecida (WEARDEN, 2003).

Geralmente, há medida que vão sendo feitos, os tapetes têm de ser enrolados, pelo que o tecelão só pode observar o trabalho depois deste estar concluído. Isto faz com que tenha apenas uma visão horizontal do trabalho, e é por isso também que podem surgir pequenas diferenças no desenho, como acontece no Tapete Persa (anexo XVI). Além disso, é impossível voltar atrás para corrigir erros (THOMPSON, 1993). As zonas decoradas com fio metálico (fig.19C; tabela 11) não contêm nó, são apenas atravessadas pelas tramas de suporte das filas de nó, para além das teias (fig. 19D). Quanto aos términos superior e inferior, foi feita uma franja, agora desaparecida, onde aos fios de teia do tapete (não tingidos) foram adicionados fios vermelhos (fig.19E). As orlas laterais, são feitas englobando vários fios de teia, resultando em extremidades mais grossas, que evitam que o tapete fique deformado ao longo da realização das várias linhas de nó (WEARDEN, 2003) (fig.19F).

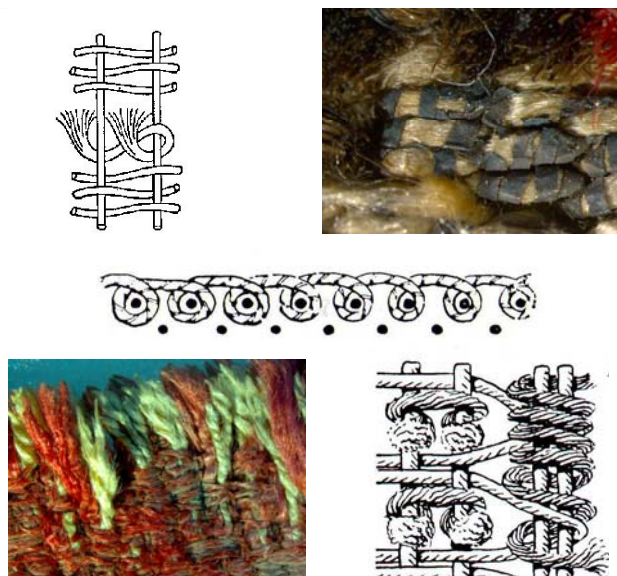
<b>Técnica</b>	<b>Descrição</b>		
<b>Tipo de nó</b>	Assimétrico (aberto à esquerda)		
<b>Densidade (nós/dm<sup>2</sup>)</b>	~3700		
<b>Altura do pêlo</b>	Variável		
<b>Cor da teia</b>	Sem corante (bege)		
<b>Cor da trama</b>	Sem corante (branca)		
<b>N.º de tramas</b>	3 (entre cada fila de nós)		
<b>Orla (términos)</b>	Superior e inferior		
<b>Fio metálico</b>	Fio laminado (torção S).		
<b>Torção</b>	<u>Torção e n.º de cabos</u>	<u>Torção do fio</u>	
	<u>Teia</u>	Z2	S
	<u>Trama</u>	1 (?)	STA (?)



<sup>1</sup> Outro modo de fazer os tapetes orientais consiste em receber instruções orais.

<sup>2</sup> O nó assimétrico permite obter curvas mais perfeitas e desenhos mais pormenorizados do que os obtidos com o nó simétrico. O nó simétrico, usado especialmente em tapetes turcos, por seu turno, possibilita apenas desenhos mais geométricos, já que cada nó se inscreve num quadrado (anexo XIII). (WEARDE B)03).

Pêlo	STA	
<b>Términos</b> (fios vermelhos)	S2	Z
<b>Alma</b> (fios metálicos)	1	S e STA (em diferentes zonas)
<b>N.º de cores</b>	Vermelhos	3
	Azuis	4-6
	Verdes	6
	Laranjas	3
	Amarelo	1
	Bege	2
	Castanho	1
	Rosa	1
	Salmão	1
	Fio metálico	-
<b>Total:</b>	9 cores e 20-24 tonalidades.	



**Tabela 1** – Descrição técnica do tapete, nó, densidade, cores, torção, tipo de fio metálico. STA – sem torção apreciável.

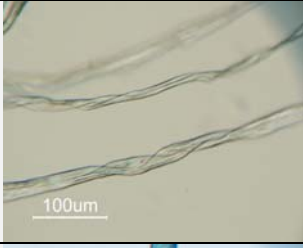

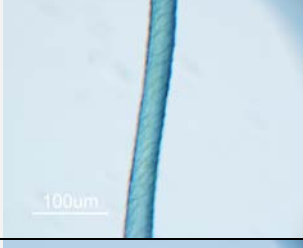
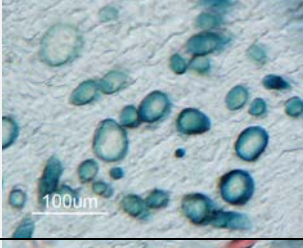

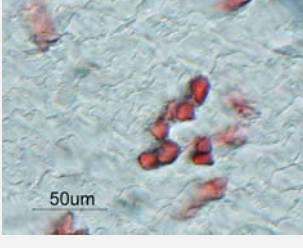
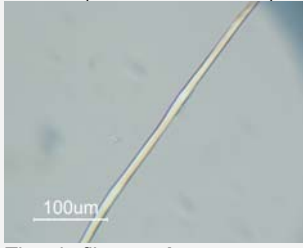
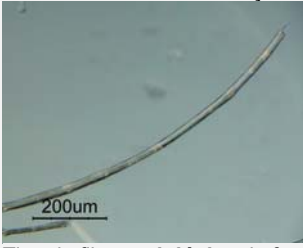
**Fig. 1** - **A**-Tear vertical, onde as tecelãs seguem o desenho (THOMPSON,1993). **B** – Esquema do tipo de nó do tapete, onde se pode ver o nó assimétrico, aberto à esquerda, englobando 2 fios de teia e 3 filas de trama entre cada fila de nó. **C** – Foto à lupa binocular de zona com fio metálico laminado (ampl. 40x). Nas zonas do tapete onde existe fio metálico, não existe nó. **D** – Possibilidade de aplicação do fio metálico nos tapetes com *depressed wrap*, como é o caso do tapete Persa (WEARDEN, 2003). **E** – Pormenor dos términos, onde se observam as teias e os fios vermelhos (ampl. 7x). **F** – Representação esquemática do possível modo de execução das orlas laterais do tapete Persa (WEARDEN, 2003).

## 2.2 - MATERIAIS

### 2.2.1 - Identificação de Fibras por Microscopia Óptica (MO)

Para a identificação das fibras do tapete recorreu-se à análise por MO. Para tal, realizaram-se as montagens para observação microscópica dos cortes longitudinais e transversais de fibras da teia (seda), trama (algodão) e felpa (lã), para além da análise aos fios vermelhos (seda), dos términos superior e inferior do tapete, à alma têxtil do fio metálico (seda) e aos tecidos usados nas consolidações de restauro (fibra celulósica) (tabela 12, anexo XVII).

	Corte longitudinal	Corte transversal	Observações
TEIA			Tipo de fibra: <b>seda</b> <i>Bombix mori</i> . Corte longitudinal com interior liso e uniforme e secção transversal, onde se podem ver dois triângulos, de cantos arredondados unidos, característicos da seda <i>Bombix mori</i> não degomada (AAVV, 1985).

TRAMA			Tipo de fibra: <b>algodão</b> . Esta fibra apresenta torções, com uma estria no sentido longitudinal e uma secção em forma de “orelha”, características das fibras de algodão (AAVV, 1985).
FELPA			Tipo de fibra: <b>lã</b> . A superfície escamada e a secção arredondada são características morfológicas que definem as fibras de lã (AAVV, 1985).
TÉRMINOS			Tipo de fibra: <b>seda <i>Bombix mori</i></b> . À semelhança das fibras da teia, esta seda também não é degomada.
	ALMA (FIOS METÁLICOS) * 	TECIDO DE CONSOLIDAÇÃO* 	* Nestas duas fibras o corte transversal não foi conclusivo, contudo, pode facilmente identificar-se a seda na alma dos fios metálicos, pelo interior liso e uniforme. As fibras do tecido de consolidação apresentam nódulos no interior, característicos de fibras vegetais da família do linho ou juta (AAVV, 1985). De qualquer modo, está-se na presença de um tipo de fibra diferente das originais de seda, lã e algodão.
	Tipo de fibra: <b>seda</b>	Tipo de fibra: <b>celulósica</b> da família do linho.	

**Tabela 2** – Resultados obtidos pela análise dos cortes transversais e longitudinais das fibras por microscopia óptica. Imagens em luz transmitida (excepto corte transversal da trama - luz reflectida).

### Discussão

O tapete é composto por três tipos de fibras diferentes: seda (teia), algodão (trama) e lã (pêlo). O uso de seda na teia possibilita um desenho mais detalhado dos motivos decorativos, já que permite fazer nós mais finos. Além disso, como é uma fibra muito resistente (KERKAM, 1991), permite que o tapete seja bastante fino em espessura, sem comprometer a sua resistência.

Mesmo não tendo sido possível determinar convenientemente a secção transversal do tipo de fibra presente nos tecidos de consolidação, os resultados apontam para uma fibra de origem vegetal, da família do linho. Isto indica que foi usado no restauro um material que não existe na peça original. Destaca-se a tendência de acidificação destas fibras e uma sensibilidade à luz elevada, pelo elevado teor de lenhina

que contêm (TÍMÁR-BALÁZSY, 1998) (tabela 13), para além do diferente comportamento face às variações de HR e T, comparativamente à seda, lã e

Fibra	Celulose (%)	Hemi-celulose (%)	Pectina (%)	Lenhina (%)
Linho	64,1	16,7	1,8	2,0
Cânhamo	67,0	16,1	0,8	3,3
Juta	64,4	12,0	0,2	11,8
Algodão	82,7	5,7		0,0

**Tabela 3** – Teores de celulose, hemi-celulose, pectina e lenhina de algumas fibras vegetais (TÍMÁR-BALÁZSY, 1998).

algodão.

## 2.2.2 - Identificação de Corantes por Cromatografia Líquida de Alta Resolução com detecção por vector de díodos (HPLC-DAD)

A peça possui uma variedade cromática considerável (20-24 cores e tonalidades – tabela 11). No entanto, para análise foram apenas seleccionadas as cores predominantes, incluindo as determinantes para o tratamento de consolidação do tapete: vermelhos (laca), amarelos (lírio-dos-tintureiros), azuis esverdeados (índigo+lírio-dos-tintureiros) e laranjas (garança+lírio-dos-tintureiros). Analisaram-se também várias tonalidades destas cores, para averiguar se os corantes seriam diferentes, estariam degradados ou se as várias tonalidades reflectem apenas o *abrash*<sup>3</sup> do tapete.

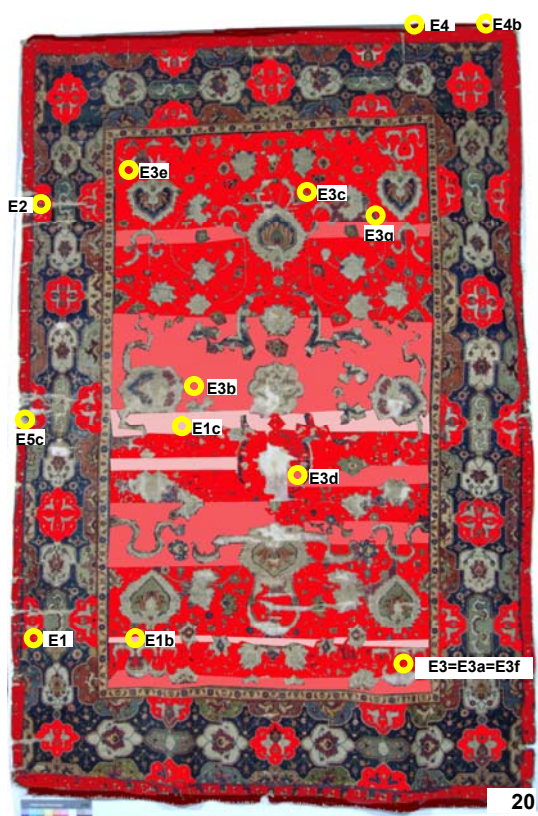
### Processo de extracção do corante (Anexo XVIII)

Todos os corantes, à excepção dos azuis esverdeados, foram extraídos das fibras com metanol ácido (ácido perclórico – HClO<sub>4</sub>) e água, nalguns casos. Para os azuis esverdeados utilizou-se DMF (N,N-Dimetilformamida) ácido. Recorreu-se à acção de ultra-sons em todas as amostras.

- Vermelhos (Anexo XVIII)

#### Amostragem

Foram analisadas 14 amostras vermelhas (tabela 14) retiradas do campo (3 tonalidades), dos motivos decorativos da barra, do fundo vermelho da tarja externa e das fibras vermelhas dos términos superior e inferior (fig. 20).



Local	Amostra	L*	a*	b*
Barra	E1	26,80±0,13	18,65±0,19	13,25±0,10
Campo	E1b	29,91± 1,56	18,64±1,15	13,50±0,14
	E1c	25,12±0,55	23,19±0,18	9,98±0,02
	E2	22,33±0,01	22,11±0,01	10,05±0,01
Campo	E3=E3a=E3f	25,68±0,10	21,43±0,05	10,54±0,03
	E3b	30,03±0,08	17,39±0,04	11,55±0,04
	E3c	26,79±0,65	19,59±0,55	10,97±0,41
	E3d	26,57±0,20	18,38±0,17	10,95±0,07
	E3e	25,74±0,20	21,45±0,14	12,47±0,08
	E3g	23,91±0,04	22,16±0,05	10,54±0,01
	Términos	E4	31,55±0,59	24,14±0,52
E4b				
Tarja externa	E5c	26,58±0,46	18,29±0,14	10,59±0,11

**Tabela 4** – Coordenadas cromáticas das amostras vermelhas recolhidas.

apetes, que são uma consequência do processo de tingimento listas referem que o *abrash* pode valorizar os tapetes, na medida apete foi produzido artesanalmente (WEARDEN, 2003).

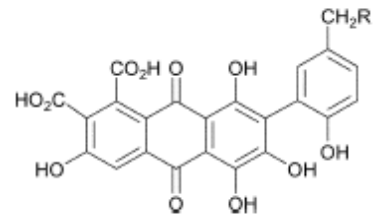
**Fig. 2** - Localização esquemática dos locais de onde foram retiradas fibras vermelhas para análise. Os vermelhos assinalados no tapete não correspondem às cores reais. As diferenças de cor pretendem apenas ilustrar as diferentes tonalidades de vermelhos existentes no tapete, e a sua localização.

### Identificação

Os resultados das análises por HPLC-DAD revelam a presença de **laca** (fig. 21), um corante vermelho de origem animal.

A laca é extraída das secreções resinosas produzidas pela fêmea de várias espécies de insectos parasitas (*Kerria lacca* e *Laccifer lacca*) do género *Kerriidae*, que se desenvolve nas árvores *Samanea saman* (CHAIRAT, 2005). Foi muito usada na Índia e Extremo Oriente, centenas de anos antes de ser introduzida na Europa, no final do século XVIII (FERREIRA, 2004). É também um dos principais corantes utilizados como fonte de vermelhos em tapetes orientais de corte (THOMPSON, 1993).

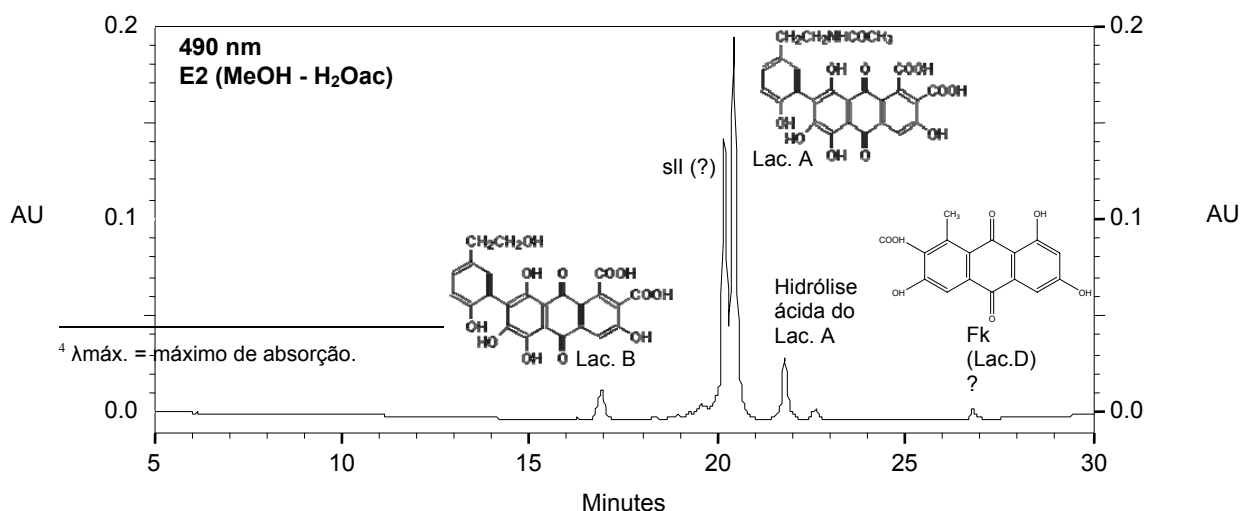
A laca tem como compostos maioritários os ácidos lacaicos A (> 70%) e B (< 20%) (FERREIRA, 2004), mas também pode ser composta por ácido flavoquermésico (ácido lacaico D) e quermésico em pequenas quantidades (<9%)(WOUTERS, 1989).



**Fig. 3** -Componentes maioritários do corante laca:  
R= CH<sub>2</sub>NHCOCH<sub>3</sub> (ácido lacaico A)  
R= CH<sub>2</sub>OH (ácido lacaico B)

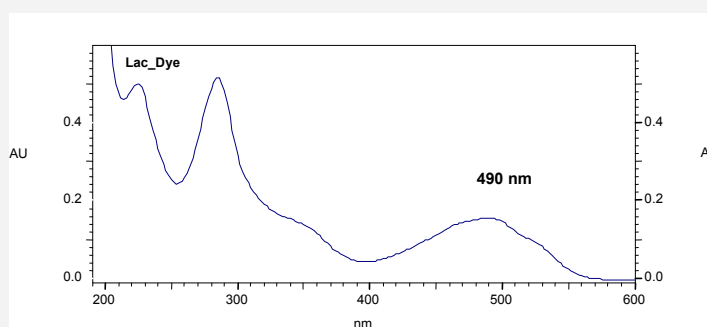
### Cromatogramas obtidos

Em todas as amostras analisadas obtiveram-se cromatogramas semelhantes ao apresentado (cromatograma 1), com 4 picos mais intensos, correspondentes aos compostos maioritários da laca. Dois deles correspondem aos ácidos lacaicos B (tempo de retenção=16,92 min.,  $\lambda_{\text{máx}}^4$ . =490 nm) e A (tr=20,44 min.,  $\lambda_{\text{máx}}$ . =490 nm), enquanto que os picos com tr próximo dos 22 minutos podem resultar da hidrólise ácida do ácido lacaico A, onde poderá estar incluído o ácido lacaico E (WOUTERS, 1989). O pico com tr próximo dos 27 minutos poderá corresponder ao ácido flavoquermésico (fk) – ácido lacaico D. Por fim, o pico com tr=20,19 – sll, é um composto desconhecido, que poderá representar outro ácido lacaico, visto o espectro de UV-Vis ser igual ao dos restantes ácidos lacaicos, tendo um  $\lambda_{\text{máx}}$ . =490nm (tab.15).



**Cromatograma 1** – resultado da análise à amostra E2, aos 490nm, onde estão identificados os picos

Pico	tr (min.)	$\lambda$ max. (nm)	Composto	Literatura
1	16.92	490	Ác. Laccáico B (hidrolisado)	(WOUTERS, 1989)
2	20.19		sII (desconhecido)	
3	20.44		Ác. Laccáico A	
4-5	21.81		Hidrólise do lac. A (pode conter lac. E) (?)	(WOUTERS, 1989)
6	~27		ácido flavoquermésico (fk)	



Espectro de UV-Vis geral dos ácidos lacaicos.

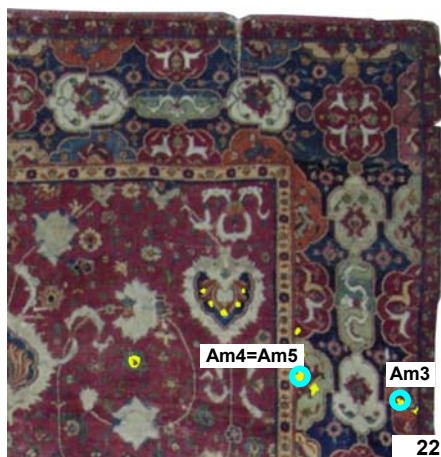
**Tabela 5** – Identificação dos picos maioritários do cromatograma da amostra E2, representativa de todas as amostras vermelhas do tapete, e espectro de UV-Vis tipo, dos ácidos lacaicos.

- Amarelos (Anexo XVIII)

#### Amostragem

Foram analisadas 3 amostras amarelas (tabela 16) retiradas da barra (fig. 22).

Os amarelos existem no tapete em pouca quantidade. Contudo, era comum a utilização de amarelo juntamente com um corante azul ou com um corante vermelho para obter os verdes e cor-de-laranjas, respectivamente. O tingimento poderia ser feito simultaneamente ou de modo consecutivo (GOLIKOV, 1990; CARDON, 2003).



Amostra	L*	a*	b*
Am3			
Am4	43,30±0,29	7,02±0,02	38,87±0,38
Am5			

**Tabela 6**– os amarelos do tapete apresentam sensivelmente as mesmas coordenadas cromáticas.

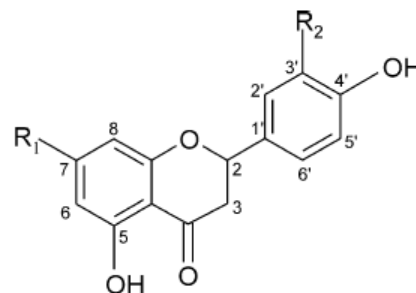
**Fig. 4** - A presença de amarelo é visível sobretudo no canto superior direito do tapete. Devido à limitação da área de cor amarela, as amostras foram retiradas das zonas de maior dimensão, coincidindo duas delas no mesmo local.

### Identificação

Foi identificado um corante amarelo, da família dos flavonóides, que pode pertencer ao género *Reseda*, onde se insere a espécie do lírio-dos-tintureiros (*Reseda luteola*) (fig. 23).

O lírio-dos-tintureiros é um dos amarelos mais permanentes, sendo por isso uma das espécies vegetais mais usadas no tingimento de fibras amarelas para uso em tapetes orientais (THOMPSON, 1993; CARDON, 2003).

É composto essencialmente por luteolina e seus heterósidos (destaque para a luteolina-7-glicósido, como composto maioritário – 35%), e por apigenina (fig. 23) (CRISTEA, 2003).

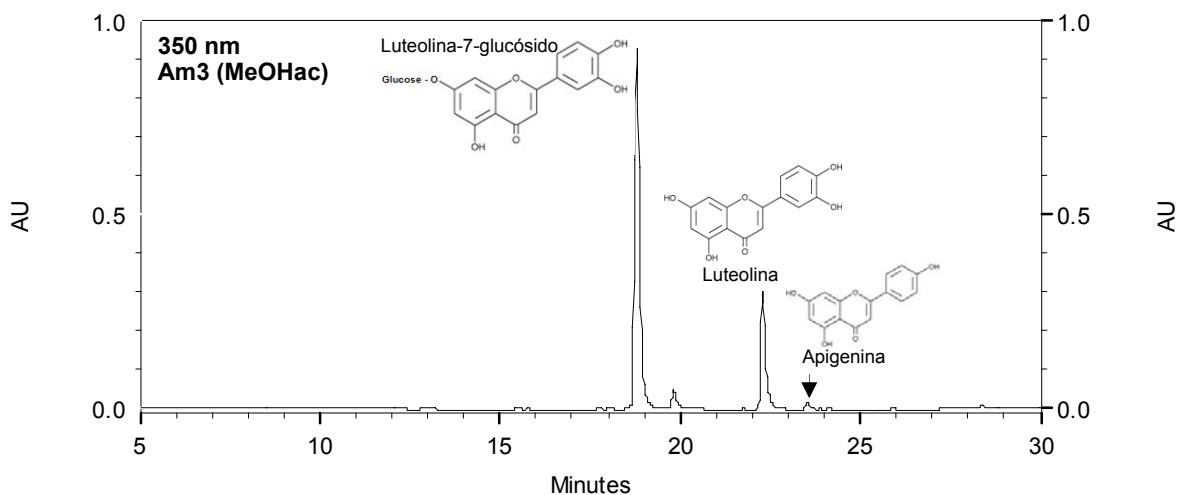


**Fig. 5** - Estrutura química dos principais flavonóides presentes no lírio-dos-tintureiros (*Reseda luteola*) (CRISTEA, 2003):

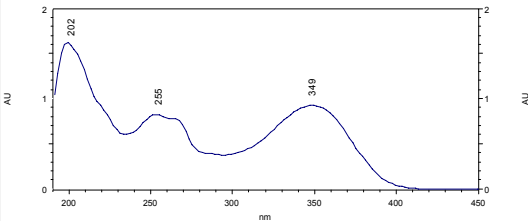
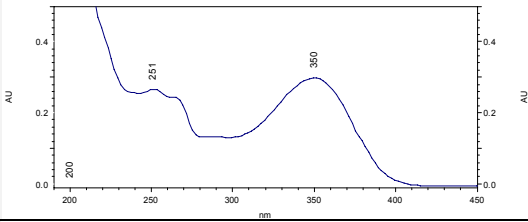
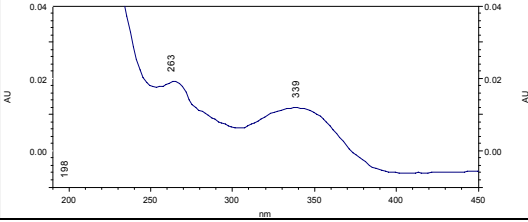
Luteolina: R<sub>1</sub>=OH; R<sub>2</sub>=OH  
 Luteolina-7-glicósido: R<sub>1</sub>=O-glucose; R<sub>2</sub>=OH  
 Luteolina-3'-glicósido: R<sub>1</sub>=OH; R<sub>2</sub>=O-glucose  
 Luteolina-3',7-diglicósido: R<sub>1</sub>=R<sub>2</sub>= O-glucose  
 Apigenina: R<sub>1</sub>=OH; R<sub>2</sub>=H

### Cromatograma obtido

No cromatograma obtido com a análise aos corantes amarelos (cromatograma 2) surgem dois picos mais intensos, correspondentes à luteolina-7-glicósido (tr=18,80min.) e à luteolina (tr=22,29min.), ambos com λ<sub>máx.</sub>=350nm. (tabela 17). Aos 23,53 minutos surge o pico da apigenina, com λ<sub>máx.</sub>=339nm e aos 19,83 minutos, um composto não identificado, com o espectro de UV-Vis igual ao da apigenina (tabela 17). A luteolina e o seu açúcar são os compostos maioritários presentes na espécie *Reseda luteola*, pelo que se depreende poder ser esse o corante usado, apesar de não se observarem os outros 2 açúcares (Luteolina-3'-glicósido e Luteolina-3',7-diglicósido), que por existirem em menor quantidade (CRISTEA, 2003) podem ter sido hidrolisados na forma de luteolina ou luteolina-7-glicósido.



**Cromatograma 2** - resultado da análise à amostra Am3, aos 350nm, onde estão identificados os picos maioritários, com as respectivas estruturas moleculares.

Pico	Tr (min.)	$\lambda$ max. (nm)	Espectro UV-Vis	Composto
1	18.80	349		luteolina-7-glucósido (glicósido da luteolina)
2	19.83	337	(semelhante ao espectro UV-Vis da apigenina)	-
3	22.29	350		Luteolina
4	23.53	339		Apigenina

**Tabela 7** – Identificação dos picos presentes nas amostras amarelas do tapete, apresentando-se o espectro de UV-Vis correspondente a cada composto identificado.

- Azuis (Anexo XVIII)

#### Amostragem

Quanto aos azuis esverdeados, foram recolhidas 6 amostras de várias tonalidades da barra e do campo (tabela 18 e fig. 24).



Amostra	L*	a*	b*
A1	21,23±0,16	-3,97±0,27	-0,20±0,20
A2	15,18±0,11	-3,53±0,09	-3,31±0,17
A3	15,62±0,17	-4,73±0,03	1,21±0,27
A4	11,31±0,27	-2,75±0,24	-2,17±0,12
A5	18,64±0,39	-4,22±0,10	-4,38±0,20
A6	15,34±0,17	-4,20±0,10	1,40±0,45

**Tabela 8** – Coordenadas cromáticas dos locais de onde foram recolhidas as amostras.



**Fig. 6** - Localização dos locais de amostragem. As diferenças de cor, que não correspondem às cores reais, pretendem ilustrar as diferentes tonalidades de azuis existentes no tapete, sendo que os azuis mais esverdeados estão assinalados a verde.

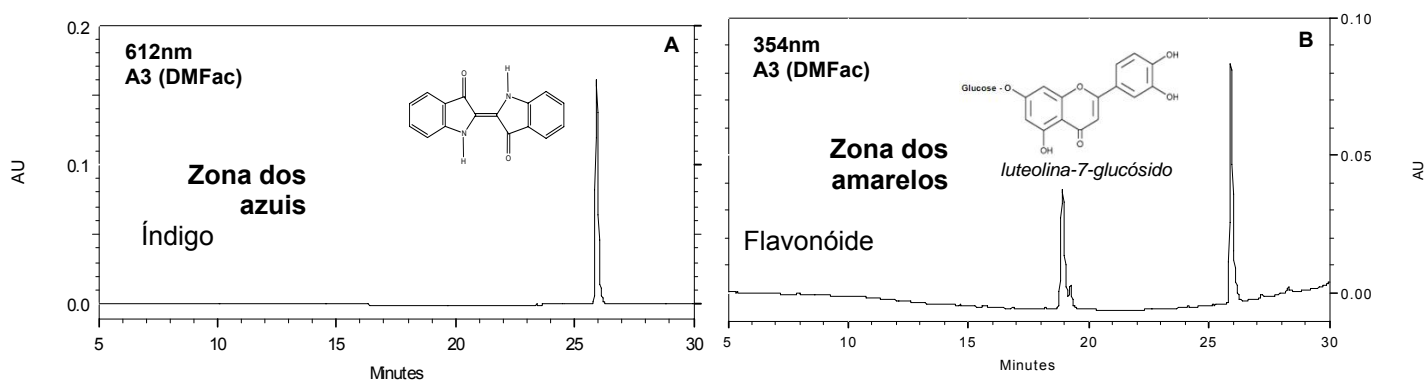
### Identificação

Os resultados revelaram a presença de **índigo** em todas as amostras. Nas amostras azuis mais esverdeadas (A3) foi encontrado também um corante amarelo que se atribui ao **lírio-dos-tintureiros**.

O índigo, um dos corantes mais utilizados para o tingimento de têxteis, é um corante de tina, composto por indigotina (FERREIRA, 2004). Pode ser extraído de várias espécies vegetais, destacando-se a planta *Indigofera tinctoria* (cultivada na Índia), que contém trinta vezes mais índigo do que a planta *Isatis tinctoria*, cultivada na Europa (THOMPSON, 1993; CARDON, 2003).

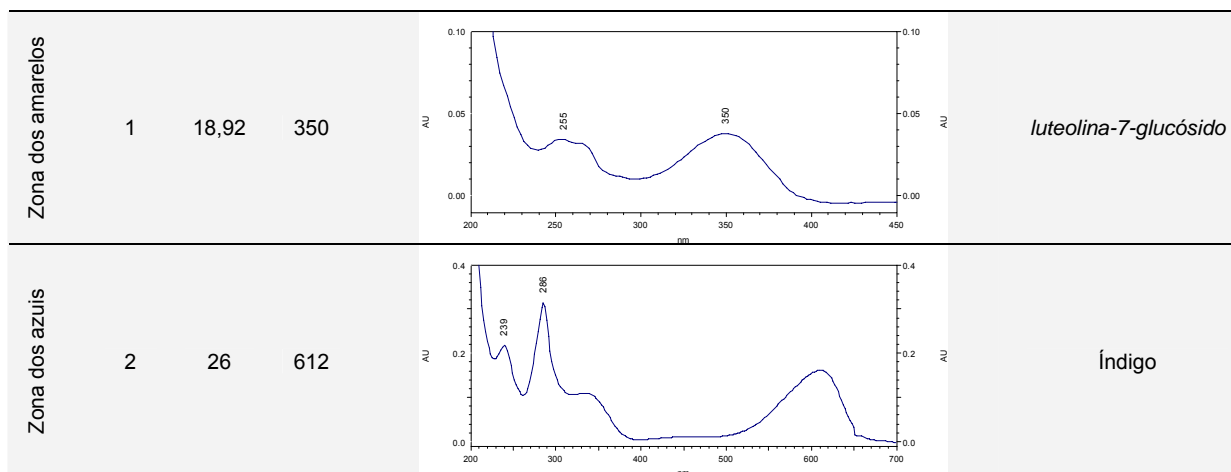
### Cromatogramas obtidos

A análise às amostras azuis revelou a presença de 1 único pico, na zona dos azuis (612nm), aos 26 minutos, que corresponde ao índigo (cromatograma 3A, tabela 19). No entanto, por volta dos 350 nm – zona dos amarelos –, surgiu também um pico, aos 18,92 minutos (cromatograma 3B), correspondente à luteolina-7-glicósido (tabela 19). Isto significa que se está na presença de uma amostra verde, obtida pelo tingimento com índigo e provavelmente com uma *Reseda*., podendo-se concluir que o fundo da barra do tapete seria verde-escuro.



**Cromatograma 3 – A** – Resultado da análise à amostra azul esverdeada A3, do fundo da barra, aos 612nm. **B** – A mesma amostra, na zona dos 354nm, revela a presença de um composto amarelo.

Pico	Tr (min.)	$\lambda$ max. (nm)	Espectro UV-Vis	Composto
------	-----------	---------------------	-----------------	----------



**Tabela 9** – Identificação dos picos presentes nas amostras azuis esverdeadas do tapete, apresentando-se o espectro de UV-Vis, correspondente a cada composto identificado.

- Laranjas (Anexo XVIII)

#### Amostragem

Em relação aos laranjas, foram recolhidas 4 amostras de várias tonalidades da cercadura (tabela 20 e fig.25).



Amostra	L*	a*	b*
L1	20,26±0,14	21,67±0,15	18,92±0,10
L2			
L3	34,73±2,63	15,96±0,24	21,02±0,09
L4	29,22±0,24	24,44±0,15	23,44±0,09

**Tabela 10** – Coordenadas cromáticas dos locais de onde foram recolhidas as amostras cor-de-laranja, de várias tonalidades.

**Fig. 7** - Localização esquemática dos laranjas existentes nas várias partes do tapete (campo e barras principal e interna) e dos locais de onde foram retiradas fibras laranja para análise.

Ide

As

uma mistura de vermelho com amarelo. A fonte de vermelho é a alizarina, o principal composto presente nas espécies de **garança**. Quanto ao amarelo, o composto maioritário corresponde ao já conhecido luteolina-7-glucósido.

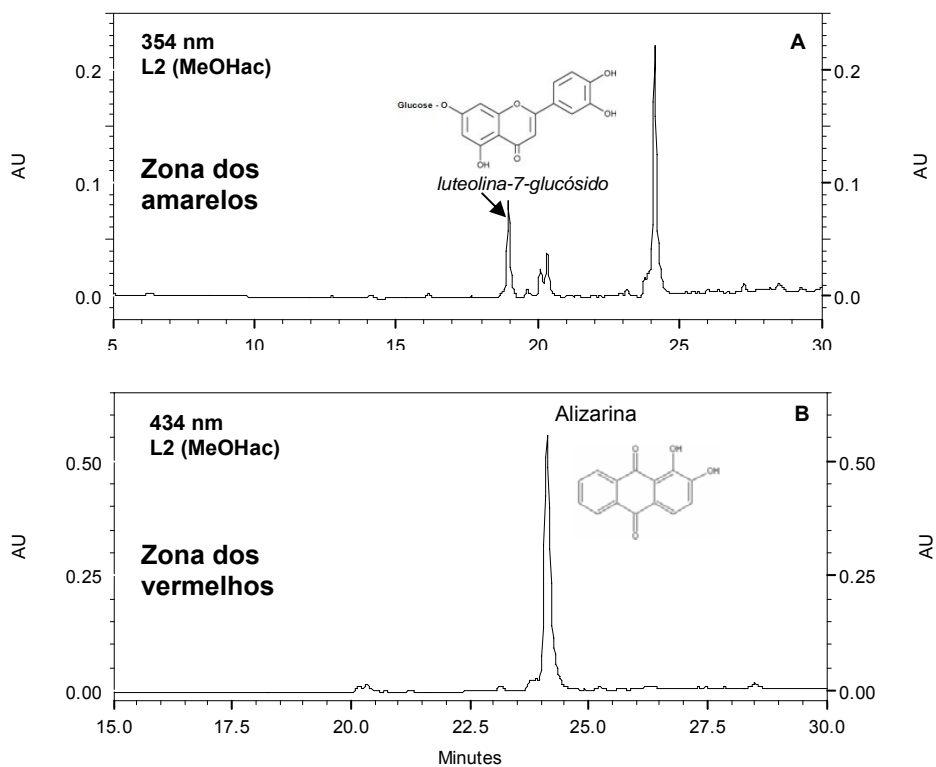
Isto indica que o laranja foi obtido com uma mistura, ou banhos de tingimento sucessivos, com corante extraído provavelmente da garança e corante extraído do **lírio-dos-tintureiros**.

A garança é uma das fontes de vermelhos de origem vegetal mais utilizada. Pode ser extraída, principalmente, das raízes de várias plantas do género *Rubiaceae*, destacando-se a espécie garança-dos-tintureiros (*Rubia tinctorum*) (THOMPSON, 1993; CARDON, 2003).

#### Cromatogramas obtidos

Os cromatogramas obtidos com a análise às amostras cor-de-laranja revelam na zona dos 354 nm (cromatograma 4A), a presença de 3 picos, sendo que o mais intenso corresponde à

luteolina-7-glucósido, com  $t_r=19,87$  minutos. Na zona dos vermelhos (cromatograma 4B), aos 434nm, encontra-se um único pico aos 24,13 minutos, correspondente à alizarina (tabela 21.).



**Cromatograma 4** – A – Resultado da análise à amostra L2, na zona dos amarelos, 354nm e na zona dos vermelhos, 434nm (B) e identificação dos picos maioritários.

Pico	Tr (min.)	$\lambda$ max. (nm)	Espectro UV-Vis	Composto
Zona dos amarelos 1	18.97	354		<i>luteolina-7-glucósido</i> (glicósido da luteolina)
Zona dos vermelhos 2	24.13	431		Alizarina

**Tabela 11** – Identificação dos picos presentes no cromatograma obtido na análise à amostra cor-de-laranja (L2), e espectros de UV-Vis de cada pico identificado.

### *Discussão*

Os corantes identificados – laca, índigo, lírio-dos-tintureiros e garança –, situam-se entre os corantes mais usados em tapetes persas.

A identificação foi feita essencialmente a partir dos compostos maioritários presentes nos cromatogramas, que permitem chegar à espécie tintureira, e foi auxiliada tanto pela biblioteca de corantes já existente, como pela injeção de novos padrões<sup>5</sup>.

O processo de extracção pode provocar alteração e perda de informação, pelo que se deve estabelecer um compromisso entre a quantidade de corante extraído e a possível degradação das moléculas<sup>6</sup>. Neste sentido, o processo de extracção dos corantes foi feito gradualmente, de forma a obter um extracto corado, adicionando a menor quantidade de ácido possível e usando ultra-sons<sup>7</sup> (anexo XVIII).

Apesar de algumas amostras ser possível observar os efeitos da hidrólise ácida de grupos substituintes como os sacarídeos (anexo XVIII), noutras conseguiu-se obter um cromatograma, onde foi possível identificar os componentes maioritários e chegar ao corante usado. As cores de maior complexidade na composição também permitiram obter mais informação, nomeadamente no que diz respeito à fonte tintureira. É o caso dos vermelhos, onde a presença dos ácidos lacáicos indica o uso de um género de insectos laca e os amarelos, a presença de luteolina e respectivo açúcar (luteolina-7-glucósido), uma espécie do género *Reseda*, provavelmente lírio-dos-tintureiros. Por outro lado, no índigo, a fonte de azul é um corante de caracterização relativamente simples, contudo, por HPLC-DAD não se obteve qualquer informação sobre a espécie tintureira utilizada. O mesmo se passa relativamente à identificação de alizarina, como fonte de vermelho nos laranjas.

Os resultados permitiram verificar que as diferentes tonalidades de uma mesma cor, como no fundo vermelho do campo do tapete, são obtidas com o mesmo corante, verificando-se efectivamente *abrash*. Em algumas zonas, o *abrash* está associado à alteração da cor original, como no fundo azul/verde-escuro da barra, que pode ter sido inicialmente verde-escuro e por degradação do amarelo ficou azulado, como já se verificou noutros tapetes orientais (WEARDEN, 2003).

Esta análise por HPLC-DAD permitiu chegar a conclusões concretas sobre os principais corantes existentes no tapete, o que permitiu determinar quais são aplicados por intermédio de um mordente (vermelhos, laranjas e amarelos) e assim, conduzir as análises por ICP-AES. Ao mesmo tempo, poderá fornecer informações relacionadas com a proveniência e datação da peça (MIDDLETON, 1996), já que os corantes analisados serão, à partida, os originais.

<sup>5</sup> No decorrer do estágio foi feita uma biblioteca de corantes amarelos (anexo XVIII).

<sup>6</sup> Para evitar problemas relacionados com a decomposição dos açúcares e a consequente perda de informação, principalmente nos corantes amarelos (flavonóides), estão agora a ser estudados novos métodos suaves de extracção de corantes, baseados no uso de EDTA (etilenodiaminotetraacetato) ou ácido fórmico – HCOOH (ZHANG, 2005).

<sup>7</sup> As quantidades de ácido adicionado e o tempo de extracção nos ultra-sons podem ter provocado a quebra dos componentes dos corantes, e dos açúcares (WOUTERS, 1989b).

### 2.2.3 - Identificação de Mordentes por Plasma de acoplamento induzido com detecção por espectrometria de emissão atômica (ICP-AES)

#### Amostragem (Anexo XIX)

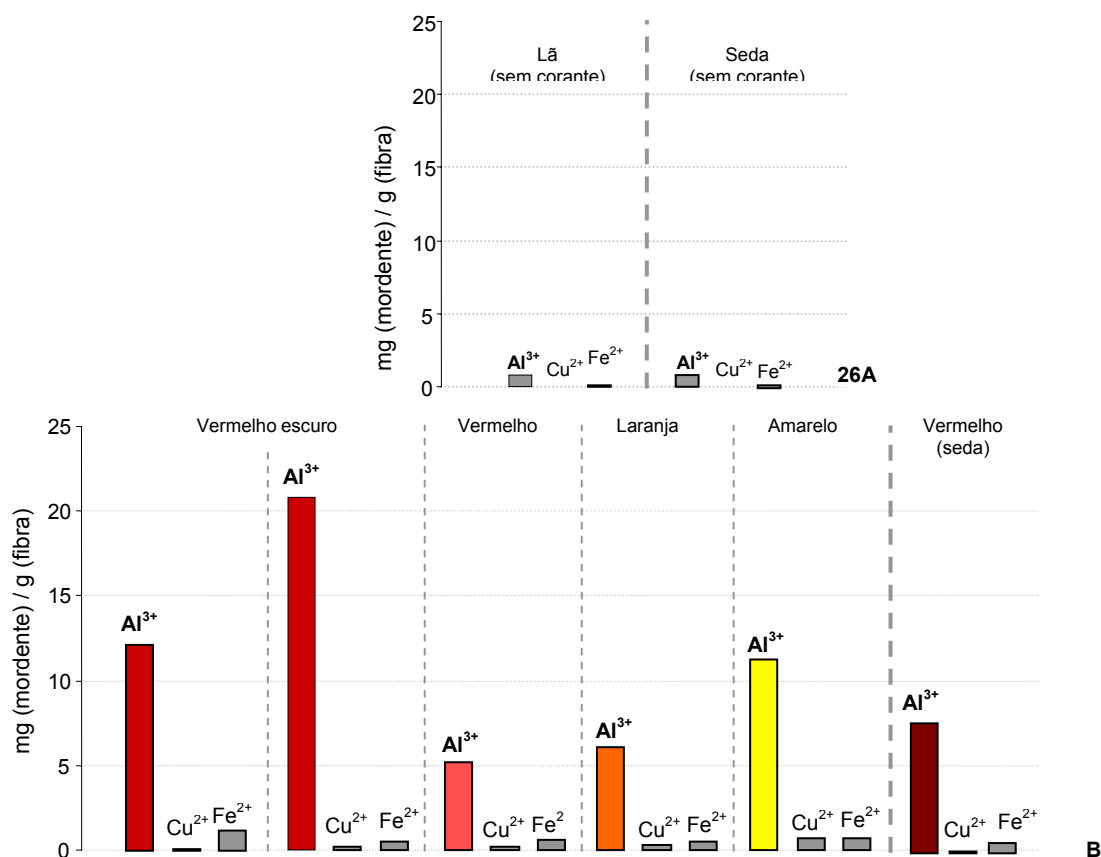
Identificaram-se e quantificaram-se os mordentes de 5 amostras de fibras tingidas com corante vermelho, amarelo e laranja, aplicados com mordente. Para além destes analisou-se o mordente presente nas fibras vermelhas de seda dos términos do tapete, assim como a quantidade de ferro, cobre e alumínio presente nas fibras de lã e seda sem corante.

#### Resultados

A análise de ICP-AES permitiu identificar o mordente usado – alumínio –, mas também quantificá-lo.

Comparando as análises feitas às fibras de lã e seda sem corante (fig. 26A) com as análises às fibras tingidas (fig. 26B), observa-se que o alumínio está em quantidades muito superiores às de cobre e ferro. Verifica-se também que o alumínio não foi aplicado às fibras nas mesmas quantidades. O teor de alumínio determinado oscila entre as 20,84 e as 5,22mg por grama de lã. Isso reforça o uso de uma técnica de tingimento artesanal, já que as várias tonalidades de vermelho foram conseguidas com diferentes quantidades de alumínio.

O alumínio era extraído da natureza na forma alúmen. À semelhança dos tipos de fibras e corantes identificados, também o mordente presente no tapete é dos mais usados em têxteis orientais (GOLIKOV, 1990).



**Fig. 8 - A** - Quantidades de Al<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup> e Fe<sup>2+</sup> presentes nas fibras de lã e seda sem corante.  
**B** - Quantidades de mordentes presentes na amostra de seda e nas 5 amostras de lã do tapete. Como se observa, os teores de Al<sup>3+</sup> determinados são muito superiores aos teores dos outros dois elementos analisados. Obtiveram-se os seguintes teores de Al<sup>3+</sup> das amostras de lã, em mg(Al<sup>3+</sup>)/g(fibra): 12,14 e 20,84 (vermelho escuro); 5,22 (vermelho); 6,09 (laranja); 11,21 (amarelo). Na amostra vermelha de seda detectou-se 7,67 mg(Al<sup>3+</sup>)/g(fibra).

## 2.2.4 - Análise de fios metálicos e caracterização e quantificação da liga metálica por ICP-AES e Microscopia electrónica de varrimento com espectrómetro de dispersão de energias (SEM-EDS)

A análise feita aos fios metálicos visou a determinação da composição do fio (fio de prata, revestido a ouro) e, ao mesmo tempo, forneceu informação sobre os principais produtos de corrosão presentes (cloretos e sulfuretos de prata).

### - Análise morfológica – MO

Os fios metálicos do tapete apresentam-se superficialmente muito escurecidos e extremamente frágeis em termos mecânicos, quebrando-se facilmente (fig. 27).

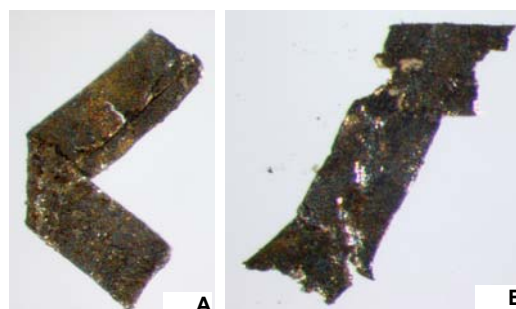


Fig. 9 - Amostra 3 ampl. 115x; Amostra 6.1 ampl. 115x

### - Análise morfológica e elementar (SEM-EDS)

Efectuou-se a análise de SEM-EDS aos fios metálicos com e sem montagem metalográfica, com o objectivo de caracterizar o fio metálico e a liga, pela secção transversal, assim como a morfologia da superfície e a composição dos produtos de corrosão.

#### Resultados

Os fios metálicos do tapete, com cerca de 20 µm de espessura, são feitos em prata (fig.28B) e revestidos por uma fina camada de ouro (~1 µm) de ambos os lados (fig.28A).

Morfologicamente a superfície apresenta produtos de alteração fissurados (fig. 29A), identificados maioritariamente como cloretos de prata (AgCl), tendo-se verificado também a presença de algum sulfureto de prata (Ag<sub>2</sub>S).

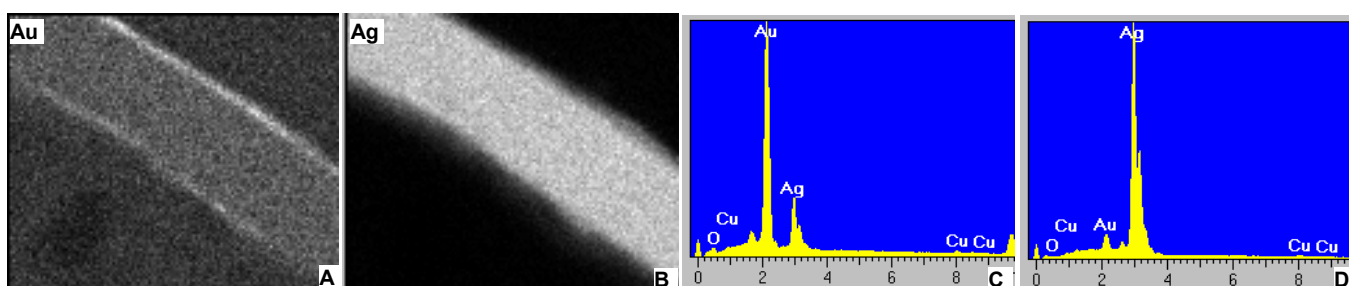


Fig. 10 - Amostra 6 (montagem em resina submetida a banho de ouro para ficar condutora) – Mapeamento de zonas com Au (A) e com Ag (B). Amostra 3 – Análise EDS da camada de revestimento (C) e do interior do fio (D). Nota: No mapeamento (A e B), as zonas mais claras correspondem a uma maior quantidade no elemento em causa.

O mapeamento feito à secção transversal da amostra 6 revela a presença de duas finas camadas de ouro (fig. 28A). O ouro encontrado uniformemente sobre toda a amostra deve-se ao banho de ouro a que a amostra foi submetida. Por seu turno, a prata encontra-se no interior

do fio metálico (fig. 28B). A análise EDS à camada de revestimento do fio (fig. 28C) revela um teor de Au muito elevado, enquanto que o interior do fio (fig. 28D) apresenta essencialmente Ag e algum Cu vestigial, que se pode considerar como impureza da prata.

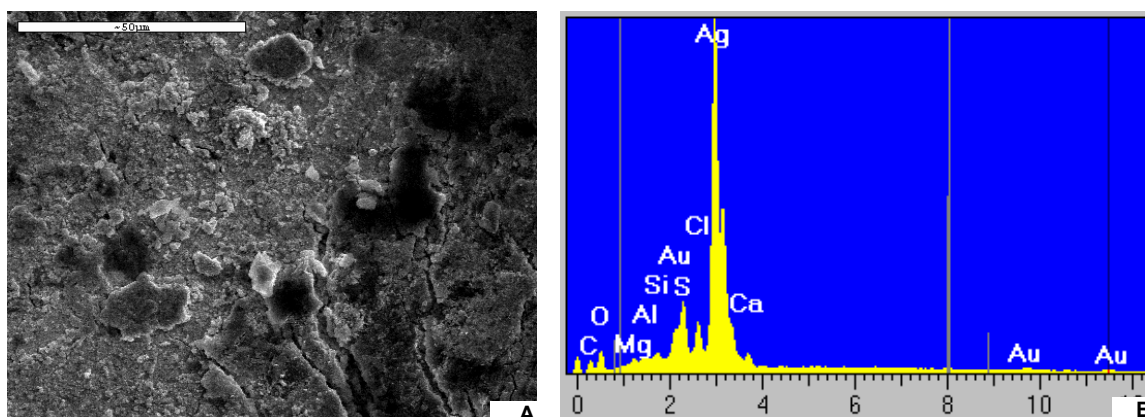


Fig. 11 - Amostra 3 – Análise morfológica - SE - (A) e EDS (B) da superfície do fio metálico.

Em termos morfológicos (fig. 29A), a superfície dos fios metálicos encontra-se bastante fissurada, com produtos de corrosão da prata em destacamento. A análise de EDS da superfície do fio (fig. 29B), mostra o pico da prata bastante intenso, mas também a presença dos picos do Cl e do S, para além do Au. A presença de Cl, que está associado à prata (anexo XX), mostra a presença de AgCl (cerargiite – cor de fígado a cinzento). Os fios também apresentam Ag<sub>2</sub>S (argentite – cor negra), pela associação de enxofre (S) – Ag. A presença desta grande quantidade de Ag na superfície do fio, associada aos seus produtos de corrosão deve-se ao fenómeno de lixiviação da prata, no qual os produtos de corrosão da prata são dissolvidos e depois precipitam por cima da fina camada de ouro.

#### - Quantificação da liga metálica (ICP-AES) (Anexo XX)

Os resultados da quantificação da liga metálica por ICP-AES revelaram teores de Ag, Au e Cu distintos (tabela 22), em fios retirados de zonas diferentes. Confirma-se o maior teor em prata (40-60%) em todas as amostras. Os elementos Au e Cu encontram-se em teores muito inferiores aos da prata, inferiores a 1%, excepto o teor de Cu da amostra 3, próximo de 2%.

Amostra	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)
1	39,42	0,06	0,21
3	63,37	0,29	1,97
6	49,79	0,40	0,42

Tabela 12 - Resultados da análise por ICP-AES a 3 amostras de fio metálico seleccionadas.

#### Discussão

A análise SEM-EDS aos fios metálicos do tapete permitiu concluir que se tratam de fios laminados de prata, revestidos a ouro de ambos os lados, e que se encontram com bastantes produtos de alteração, nomeadamente cloretos e sulfuretos de prata, que por processos de lixiviação, se depositaram na superfície, sobre a camada de ouro.

A análise de ICP-AES mostrou teores de prata de 40 a 60%, o que pode indicar que o fio está muito degradado, já que o restante pode corresponder aos produtos de alteração ( $\text{AgCl}$  e  $\text{Ag}_2\text{S}$ ).

A presença de cobre em quantidades inferiores a 2% pode significar que o Cu presente esteja associado à prata, nomeadamente por reutilização do metal, e não para formar uma liga Ag-Cu.

Quanto ao Au, os teores detectados reforçam a presença de uma camada de revestimento do fio muito fina.

As pequenas diferenças de composição entre os fios podem dever-se a diferentes estados de degradação, mas também à produção artesanal dos fios metálicos.