



Ângela Barros Santos

Licenciada em Conservação e Restauro

**Pintura a *Sanguine*: produção, caracterização
e adesão ao substrato vítreo**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Conservação e Restauro

Orientadora: Doutora Márcia Vilarigues, Professora Auxiliar da Faculdade de
Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Prof. Doutora Maria João Melo

Arguente: Prof. Doutor Fernando Pina

Vogal: Prof. Doutora Márcia Vilarigues



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2017



Ângela Barros Santos

Licenciada em Conservação e Restauro

**Pintura a *Sanguine*: produção, caracterização
e adesão ao substrato vítreo**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Conservação e Restauro

Orientadora: Doutora Márcia Vilarigues, Professora Auxiliar da Faculdade de
Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Prof. Doutora Maria João Melo

Arguente: Prof. Doutor Fernando Pina

Vogal: Prof. Doutora Márcia Vilarigues



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2017

Pintura a *Sanguine*: produção, caracterização e adesão ao substrato vítreo

Copyright © 2017 Ângela Barros Santos, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

*A ciência para além de um recurso para o desenvolvimento,
deve servir para o entendimento e conservação do passado.*

Agradecimentos

Gostaria de agradecer, em primeiro lugar, à Doutora Márcia Vilarigues, por me ter aceite como orientanda, pela confiança depositada em mim desde o início deste estudo, por todo o apoio, estímulo e também pela liberdade que me deu, incentivando a autonomia, mantendo-se ao mesmo tempo, sempre disponível. Sem a sua ajuda a concretização deste projeto não teria sido possível.

Agradeço ao Professor Doutor António Pires de Matos pela ajuda na produção das receitas e sua compreensão química, simpatia e disponibilidade. Ao Professor Doutor Fernando Pina e Doutora Andreia Ruivo pelo apoio no entendimento químico das receitas realizadas. À Professora Doutora Ana Ramos pelo apoio prestado durante a realização do estudo da adesão das tintas produzidas ao substrato vítreo. Ao Professor Doutor Joost Caen por ceder fragmentos e amostras de vitrais da sua coleção privada, que tornaram possível a comparação das receitas produzidas com tintas *sanguine* históricas, aplicadas em vitrais ao longo de vários séculos.

Ao Professor Doutor Pedro Redol e ao Professor Doutor Frederik Berger pela ajuda na tradução das receitas de J. Kunckel (1679) de Alemão para Português e Inglês.

Ao Professor Doutor Rui Silva do Departamento de Ciências dos Materiais e aos Professores Doutores Nuno Leal e Joaquim Simão do Departamento de Ciências da Terra por disponibilizarem limalhas de ferro e hematite natural, respetivamente, para a realização das receitas.

À Professora Doutora Maria João Melo pela motivação, incentivo pela superação pessoal e busca pelo conhecimento, que transmitiu ao longo de todo o Mestrado. Agradeço à Professora Doutora Isabel Pombo pelo auxílio na preparação das amostras de dispersão e sua análise ao Microscópio Ótico (MO). À Paula Nabais pelo apoio prestado nas análises de Colorimetria. À Eva M. Angelin pelo apoio e perfeccionismo na realização das análises de Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS).

À Andreia Machado e Doutora Inês Coutinho pelo apoio na recolha das fontes históricas, por toda a simpatia, boa disposição e disponibilidade demonstradas em todos os momentos. Em especial à Doutora Inês Coutinho por me ter contagiado com a sua paixão pelo vidro e vitral no meu primeiro ano de Licenciatura. Paixão esta, que foi crescendo ao longo destes cinco anos tornando-se parte de mim.

Gostaria também de agradecer aos meus colegas pelo companheirismo e boa disposição. A todo o grupo Vicarte, em especial à Sara, Carina e Mário pelo bom ambiente de trabalho, espírito cooperativo e motivacional e pelos momentos de diversão proporcionados neste último ano. À Ana Maria (DCR) pela amabilidade, profissionalismo e ajuda prestada durante estes cinco anos.

A todos os meus amigos, em especial à Ana e à Vera, pela amizade, motivação, por todos os bons momentos e acima de tudo pela paciência que tiveram comigo e pela força que me deram nesta jornada.

Um agradecimento muito muito especial ao Pedro pela cumplicidade incondicional, por fazer parte da minha vida e por tornar muito mais fácil a distância da família e amigos.

Por fim, o meu maior agradecimento aos meus Pais por tudo, pela confiança, compreensão, motivação, força que transmitem em todos os momentos, e por terem tornado este sonho possível.

Resumo

Durante séculos, a grisalha e o amarelo de prata foram os únicos materiais de pintura usados na produção de vitrais. No final do século XV, os mestres vidreiros começaram a usar um novo material de pintura na decoração de vitrais, o *sanguine*, também conhecido por *carnation*. Esta tinta é principalmente constituída por partículas de óxido de ferro, finamente moídas, e tem uma cor de carnação que varia entre vermelhos amarelados e acastanhados devido à natureza do óxido de ferro e ao tamanho das suas partículas. Um *sanguine* mais translúcido era maioritariamente usado para a representação de corpos e cabelos e um mais opaco para a coloração de panejamentos, motivos arquitetónicos e heráldicos.

Considerando os projetos de investigação anteriores sobre a pintura a *sanguine* e o seu método de produção, os principais objetivos deste estudo são a compreensão das relações entre os tratados e fontes de informação históricas escritas e/ou publicadas do século XV ao XIX e a evolução dos métodos produção e receitas. As receitas mais representativas foram selecionadas e produzidas. A produção de tintas *sanguine* dos vários séculos permitiram a caracterização deste material de pintura, ao nível químico/cristalográfico e morfológico, com técnicas analíticas como Difração de Raio-X (DRX) e Microscopia Ótica (MO). Com recurso a espetros de refletância e medições de colorimetria obtidos por Espetroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS) foi possível caracterizar colorimetricamente as tintas produzidas e históricas. Foi também realizado o estudo da adesão das tintas produzidas ao substrato vítreo que revelou que a adesão é influenciada não só pelo ligante, mas também pela composição e morfologia da tinta. Os resultados obtidos com MO e FORS foram correlacionados com pinturas *sanguine* históricas aplicadas em vitrais, e as semelhanças entre as tintas produzidas e históricas tornaram-se evidentes.

Palavras-chave: Vitral | Receitas históricas | *Sanguine* | Hematite |

Abstract

For centuries, grisaille and yellow stain were the only painting materials used in stained-glass production. At the end of 15th century, the glassmakers began to use a new painting material in stained glass decoration, the *sanguine* or also called *carnation*. This paint is mainly produced with iron oxide particles, finely ground, and have a flesh colour that can varied between yellowish to brownish reds due to the iron oxide nature and their particles size. A translucent *sanguine* was mostly applied to represent bodies and hairs, and an opaquer one to colour clothes, architectural motifs, and heraldry.

Considering previous research projects on *sanguine* painting and its production method, the main goals of this study are the understanding of the relations between the treatises and historical sources of information written and/or published from the 15th to the 19th century and the evolution of the production method and recipes. The most representative recipes were selected and reproduced. The production of *sanguine* paints from several centuries allowed the characterization of this paint material, at a chemical/crystallographic and morphologic level, with analytical techniques such as X-Ray Diffraction (XRD) and Optical Microscopy (OM). With the reflectance spectra and colorimetric measurements, obtained by Fiber Optics Reflectance Spectroscopy (FORS), it became possible to do the colorimetric characterization of the produced and historical paints. The adhesion study of the produced paints to the glass substrate was also performed, revealing that the adhesion is influenced by the binder, but also by the paint composition and morphology. The results obtained by OM and FORS were correlated with historical *sanguine* paints applied on stained-glass, and the similarities between historical and produced paints became evident.

Key words: Stained-glass | Historical recipes | *Sanguine* | Hematite |

ÍNDICE

| | |
|--|------|
| ÍNDICE DE FIGURAS | xiii |
| ÍNDICE DE TABELAS | xv |
| LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS | xvii |
| 1. INTRODUÇÃO | 1 |
| 1.1. O VITRAL | 1 |
| 1.2. MATERIAIS DE PINTURA SOBRE VITRAL | 2 |
| 1.2.1. <i>Grisalha</i> | 2 |
| 1.2.2. <i>Amarelo de Prata</i> | 2 |
| 1.2.3. <i>Esmalte</i> | 2 |
| 1.3. SANGUINE | 3 |
| 1.3.1. <i>O que é o Sanguine?</i> | 4 |
| 1.4. FONTES HISTÓRICAS ESCRITAS | 5 |
| 1.5. RECEITAS HISTÓRICAS – COMPREENSÃO E IDENTIFICAÇÃO | 7 |
| 2. PARTE EXPERIMENTAL | 9 |
| 2.1. ESTUDO DO MÉTODO DE PRODUÇÃO E SELEÇÃO DAS RECEITAS | 9 |
| 2.2. PRODUÇÃO DAS RECEITAS | 11 |
| 2.2.1. <i>Pinturas sem ligante vítreo</i> | 11 |
| 2.2.2. <i>Pinturas com ligante vítreo</i> | 12 |
| 2.3. APLICAÇÃO DA PINTURA | 14 |
| 2.4. CARACTERIZAÇÃO DAS TINTAS (PRODUZIDAS E HISTÓRICAS) | 15 |
| 2.4.1. <i>Difração de Raios-X (DRX)</i> | 15 |
| 2.4.2. <i>Microscopia Ótica (MO)</i> | 15 |
| 2.4.3. <i>Espetroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS)</i> | 16 |
| 2.4.4. <i>Testes de Adesão</i> | 16 |
| 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 17 |
| 3.1. CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA | 17 |
| 3.2. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA/CRISTALOGRAFICA | 17 |
| 3.3. CARACTERIZAÇÃO DA COR | 21 |
| 3.4. ADESÃO E HOMOGENEIDADE | 23 |
| 3.5. COMPARAÇÃO COM VITRAIS HISTÓRICOS | 25 |
| 4. CONCLUSÕES | 27 |
| 5. BIBLIOGRAFIA | 29 |
| ANEXO I – Esquema dos materiais de pintura: grisalha e esmalte. | I |
| ANEXO II – Literatura histórica consultada para a recolha das receitas. | II |
| ANEXO III – Tradução dos nomes dos ingredientes para linguagem química. | III |

| | |
|---|-------|
| ANEXO IV – Receitas de Sanguine selecionadas | IV |
| ANEXO V – Reagentes e equipamentos utilizados para a produção das receitas. | XV |
| ANEXO VI – Caracterização dos reagentes não-comerciais utilizados na produção das receitas..... | XVI |
| ANEXO VII – Imagens das etapas de produção das receitas de sanguine..... | XVII |
| ANEXO VIII – Receitas secundárias utilizadas na produção das receitas de sanguine..... | XIX |
| ANEXO IX – Microfotografias dos pós das receitas em luz polarizada normal..... | XXI |
| ANEXO X – Difratoogramas de Raios-X das receitas produzidas | XXIII |
| ANEXO XI – Diagramas do Ferro (Pourbaix e fases) e reações adicionais | XXV |
| ANEXO XII – Valores médios das medições de colorimetria das tintas produzidas | XXVI |
| ANEXO XIII – Microfotografias da superfície das pinturas das receitas produzidas | XXVII |
| ANEXO XIV – Vitrais históricos com sanguine analisados..... | XXIX |
| ANEXO XV – Valores médios das medições de colorimetria dos vitrais históricos..... | XXXI |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 – Vitral L’Air et Jupiter do século XVI (detalhe) – Château d’Écouen, Musée National de la Renaissance. Carnação (rosto, braços) e panejamentos decorados com sanguine. [3]..... | 3 |
| Figura 2 – Esquema proposto do sanguine, em secção transversal, com base em estudos realizados anteriormente e em receitas encontradas a partir de meados do século XVII. | 4 |
| Figura 3 – Esquema da relação entre as fontes primárias e suas transcrições e traduções posteriores, redigidas a partir dos séculos XIV/XV, consultadas para a recolha das receitas de sanguine, com base no esquema de Joost Caen [8]. (Cinza: fontes consultadas diretamente; Branco: fontes consultadas indiretamente; Traço contínuo: cópia/tradução literal referindo a fonte; Traço interrompido: cópia/tradução literal, mas sem referência à fonte de onde foi copiado/traduzido.) | 6 |
| Figura 4 – Esquema da metodologia experimental utilizada..... | 9 |
| Figura 5 – Materiais utilizados para a aplicação da pintura | 14 |
| Figura 6 – Lâmina de vidro pintada com uma tinta produzida (E4 AG), durante a realização dos cortes transversais e longitudinais (formando os três conjuntos de quadriculas), antes da aplicação da fita adesiva e conclusão do teste. | 16 |
| Figura 7 – Espectros de refletância das camadas de pintura receitas produzidas, divididas em três grupos de acordo com os minerais férricos identificados. Nos espectros apresentados foram identificados: (a) hematite ◆; (b) hematite ◆ e goethite ●; (c) goethite ● e ferrihidrite ▲. Os mínimos de refletância identificados estão marcados a traço interrompido. Os espectros foram normalizados de acordo com o ponto médio entre os primeiros máximo e mínimo de refletância de cada espectro..... | 21 |
| Figura 8 – Média das medições de colorimetria FORS, dos sanguine produzidos, apresentados num diagrama a*b* (-100 a +100). O mapa colorimétrico é o 2D a*b* Gamut (L=0.1-0.9) com a configuração de cor de Lab D65 Gamutvision..... | 22 |
| Figura 9 – Espectros de refletância de sanguine de vitrais históricos das coleções de Joost Caen (JC), Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e Palácio Nacional da Pena (PNP). Foram identificados: hematite ◆ e goethite ●. Os mínimos de refletância estão marcados a traço interrompido. Os espectros foram ajustados de acordo com o ponto médio entre máximos e mínimos. | 26 |
| Figura 10 – Representação gráfica das coordenadas colorimétricas a*b* das tintas produzidas e tintas sanguine aplicadas em vitrais históricos pertencentes às coleções de Joost Caen (JC), Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e Palácio Nacional da Pena (PNP). Os valores médios foram obtidos a partir de 3 medições (FORS) e são apresentados num diagrama a*b* (-100 a +100). O mapa colorimétrico é o 2D a*b* Gamut (L=0.1-0.9) com a configuração de cor de Lab D65 Gamutvision. | 26 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 – Identificação das receitas, na fonte mais antiga consultada, organizadas por ordem cronológica dos autores. Aos autores e receitas foram atribuídos letras e números (sombreado), por forma a facilitar a sua identificação ao longo deste estudo. | 8 |
| Tabela 2 – Receitas de sanguine identificadas nas fontes históricas consultadas. As 40 receitas encontram-se organizadas por ordem cronológica dos autores das mesmas, codificados por letras (A-N) de acordo com a Tabela 1 apresentada na página 8, onde se encontram apresentados por categorias, os ingredientes identificados nas mesmas. | 10 |
| Tabela 3 – Produtos finais obtidos com a produção das receitas. As imagens da produção encontram-se no Anexo VII. | 11 |
| Tabela 4 – Soluções utilizadas na aplicação das tintas, das diversas receitas, sobre o vidro suporte. . | 14 |
| Tabela 5 – Caracterização química/cristalográfica (DRXP) e morfológica (MO) do produto final das receitas produzidas. Os ligantes orgânicos/veículos correspondem a: A (água); G (goma-arábica); V (vinagre); T (terbentina). As imagens a luz polarizada normal encontram-se no Anexo IX. Os Difractogramas de Raios-X encontram-se no Anexo X. | 18 |
| Tabela 6 – Limites (nm) dos mínimos de refletância dos minerais férricos identificados, agrupados de acordo com a transição eletrónica responsável. Tabela realizada com base na literatura ^{[42]-[44]} | 21 |
| Tabela 7 – Resultados das receitas de sanguine produzidas. As imagens dos pós e camada de pintura foram captadas à luz refletida. As imagens da superfície das pinturas ao Microscópio Ótico (MO) foram captadas com luz polarizada cruzada (c. Anexo XII). A classificação da adesão foi atribuída com base na Tabela de Classificação da Norma Europeia (ISO 2409:1992). | 24 |
| Tabela 8 – Técnicas analíticas realizadas (✓) aos vitrais históricos pertencentes à coleção privada de Joost Caen (JC), ao Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e ao Palácio Nacional da Pena (PNP). | 25 |
| Tabela 9 – Comparação das tintas sanguine produzidas com as históricas, vistas em secção transversal, ao Microscópio Ótico (MO). As camadas de tinta encontram-se entre a resina do porta-amostras (parte superior) e o vidro suporte (parte inferior). | 25 |

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

DCM Departamento de Ciências dos Materiais

DCT Departamento de Ciências da Terra

JC Joost Caen

PNA Palácio Nacional da Ajuda

PNP Palácio Nacional da Pena

C Colorimetria

DRX Difração de Raios-X de Pós

FORS Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica

MO Microscopia Ótica

1. INTRODUÇÃO

A presente dissertação foca-se na tinta designada de *sanguine*, utilizada na pintura de vitrais, no estudo dos métodos históricos utilizados para a sua produção e aplicação, caracterização e avaliação da adesão das tintas produzidas ao substrato vítreo. O estudo do método de produção compreende os séculos XIV/XV ao XIX, tornando possível seguir a sua evolução ao longo do tempo. Esta investigação, bem como a produção das receitas históricas tiveram como base a leitura e compreensão/interpretação de fontes históricas escritas dos referidos séculos.

Com o intuito de desvendar um pouco mais sobre este material de pintura, tão pouco estudado até à data, foi levada a cabo a caracterização das matérias primas iniciais, bem como dos resultados finais das receitas produzidas. Por último, as tintas resultantes foram comparadas com *sanguine* históricos, aplicados em vitrais dos séculos XIII/XIV ao XVIII, com a finalidade de perceber que características podem influenciar a obtenção da cor, homogeneidade e adesão da mesma.

Para a descoberta deste material de pintura, evidencia-se a importância de uma relação simbiótica entre o estudo das fontes históricas escritas, instrumentos de exame e análise e o estudo e caracterização de objetos históricos como painéis ou fragmentos de vitral.

1.1. O VITRAL

Impulsionado pela arquitetura Românica cristã, o vitral, como hoje conhecemos, terá surgido por volta do século X, sendo o exemplar mais antigo descoberto datável, do século XI (*Tête du Christ*, Wissembourg. Musée de L'Œuvre, Notre Dame, Strasbourg.)^[1]. Contudo, o vitral alcançou o auge da sua produção com a construção de catedrais Góticas, que graças à substituição das paredes robustas por janelas amplas, permitiram receber grandes painéis de vitral com passagens bíblicas e cenas religiosas, conferindo aos espaços religiosos um ambiente espiritual e místico, proporcionado pela projeção de formas e cores no interior dos edifícios^[2]. A partir da segunda metade do século XVI, iniciou-se um declínio na produção de vitrais, atingindo o ponto mais baixo da sua produção no século XVIII^[1]. As técnicas de produção de vitral foram “redescobertas” ao longo do século XIX e os vitrais continuam a ser produzidos até aos dias de hoje^[3].

É comumente atribuída a designação de vitral, a um conjunto de vidros unidos por calhas de chumbo, calafetados com massa. Os vidros utilizados na sua produção podem ser incolores, corados na massa através da adição de iões metálicos na sua composição e corados por sobreposição de camadas de vidro colorido durante o processo de fabrico^[4]. Depois de cortados, segundo um desenho prévio (o cartão), estes vidros podem ser decorados, em ambos os lados, com materiais de pintura como grisalha, amarelo de prata, esmaltes e *sanguine*^{[4]-[7]}.

Após a cozedura das tintas, os vidros são unidos com calhas de chumbo, soldadas entre si com uma liga de chumbo-estanho^{[4], [5], [7]}. Por fim, o vitral é calafetado, com uma massa obtida da mistura de cré ou gesso, óleo de linho, terebentina, sais metálicos e, por vezes, pigmentos^{[4], [5]}.

1.2. MATERIAIS DE PINTURA SOBRE VITRAL

1.2.1. *Grisalha*

A mais antiga evidência escrita da utilização desta tinta vítrea em vitrais, nomeadamente para contornos e sombras, remota ao século IX ^[8]. As grisalhas geralmente possuem uma coloração escura, entre castanho e preto e são frequentemente aplicadas sobre o lado anverso do vitral (lado que ficava voltado para o interior dos edifícios) com a principal função de regular a passagem da luz, podendo ser aplicada sobre a forma de linhas opacas utilizadas geralmente para contornos, designada por *grisaille à contourner* e sobre a forma de finas camadas por vezes diluídas com o objetivo de conferir volumes e sombras através da passagem de mais ou menos luz, designada por *grisaille à modeler* ^{[8], [9]}.

Este material de pintura é produzido através da moagem de cerca de 50–75 % de vidro de chumbo (e.g. SiO₂-PbO), com uma grande quantidade de pigmento, entre 25–50 %, finamente moído (e.g. Fe₂O₃; CuO) constituindo deste modo numa suspensão de óxidos metálicos num meio vítreo que, após a aplicação sobre o vidro e cozedura, resulta na presença de dois tipos de grãos na camada de pintura: grãos de pigmento e grãos de matriz vítrea, tornando grisalha numa pintura muito heterogénea com uma superfície granulosa ^{[6], [8]–[11]}.

1.2.2. *Amarelo de Prata*

No início do século XIV houve um desenvolvimento significativo nas técnicas de pintura sobre vidro, com a utilização de sais de prata (cloretos, nitratos, óxidos e sulfuretos) que permitiam tingir o vidro de tons que podiam variar entre amarelo limão e amarelo torrado ^{[4], [5]}. O amarelo de prata consiste numa dispersão coloidal obtida por uma suspensão de sais de prata numa argila que, quando aplicada sobre o vidro incolor e cozida, tinge o vidro de amarelo através da penetração por difusão dos iões de prata e formação de nanopartículas de prata no seu interior. Após a cozedura, a camada de argila que permanece sobre o vidro é removida com água ^[12]. Geralmente era aplicado no reverso do vitral (lado que ficava voltado para o exterior dos edifícios) e por vezes era utilizado em combinação com esmalte azul para obter colorações verdes ^{[5], [8]}.

1.2.3. *Esmalte*

Apesar de serem utilizados, desde 1500 a.C., pigmentos feitos de vidro colorido, apenas começaram a ser usados na decoração de vitrais a partir do início do século XVI ^[5]. Os esmaltes, aplicados em vitral, permitiam colorir o vidro apenas numa determinada área da superfície ^[5]. Os esmaltes são produzidos através da fundição de uma matriz vítrea (e.g. SiO₂-PbO) com uma substância colorante (e.g. CoO, CuO, ...) sendo por isso constituídos por uma matéria vítrea colorida com baixo ponto de fusão (e.g. SiO₂-PbO-CoO) ^{[6], [13]}.

Após a produção, esta matéria vítrea colorida era finamente moída, misturada com pequenas quantidades de água, água de goma ou óleos, como veículos, e era aplicada sobre o reverso do vitral, resultando, após a cozedura, numa fina e homogénea camada de vidro colorido ^[13].

1.3. SANGUINE

De acordo com a literatura, o *sanguine* começou a ser utilizado no final do século XV ou início do século XVI, e sabe-se que apesar das suas receitas só começarem a ser transmitidas a partir de meados do século XVI, através de manuscritos e publicações, a sua utilização já se encontrava difundida nessa altura, no entanto começou a desaparecer no início do século XX [7], [8], [14].

O *sanguine* é uma tinta produzida a partir de partículas de óxidos de ferro, geralmente hematite (Fe_2O_3), finamente moídas, cuja coloração adquire tons de carnação que podem variar de amarelados a castanhos-avermelhados [3], [6]-[8], [14]. A opacidade e tonalidade conferida pelo Fe_2O_3 está diretamente relacionada com a espessura da camada de pintura e com o tamanho das suas partículas que, segundo O. Schalm, adquirem um tom amarelo-avermelhado e transparente quando são mais pequenas (0,001 a 0,01 μm), um tom entre laranja e violeta quando têm um tamanho intermédio (0,1 a 1,0 μm) e tons mais escuros, como cinza-escuro, quando as partículas são mais grosseiras (10 a 100 μm) [7], [15].

Geralmente era utilizada para a representação de rostos e corpos, como apresentado na **Figura 1**, sendo as tonalidades mais escuras, também utilizadas para imitação de mármore e tijolo ou colorir roupas e motivos heráldicos [6]-[8]. Esta tinta surgiu como uma cor suplementar à paleta de pinturas existente, que se restringia ao castanho e preto das grisalhas e ao amarelo de prata. Este último, era por vezes utilizado para colorir os cabelos e barbas definidos pela grisalha [3].

Através da análise de literatura histórica, em parceria com a investigação de rondeis da Província de Antuérpia, J. Caen concluiu que apenas a tinta mais translúcida (constituída pelas partículas mais pequenas) era utilizada para os rostos e corpos e que a tinta mais opaca (composta pelas partículas mais grosseiras) era mais utilizada nas restantes aplicações [8]. Segundo o autor, tanto a tinta mais translúcida como a mais opaca foram encontradas em ambos os lados de vitrais históricos, demonstrando não ter havido nenhuma preferência quanto ao lado em que esta pintura era aplicada, verificando-se apenas que no século XVI era mais comum a aplicação da tinta mais translúcida no reverso do vitral, e nos séculos XVII e XVIII, ambas as opacidades podiam ser aplicadas em ambos os lados do vitral, sendo que, quando apenas uma das opacidades era utilizada, era preferencialmente aplicada no anverso do vitral [8].



Figura 1 – Vitral *L’Air et Jupiter* do século XVI (detalhe) – Château d’Écouen, Musée National de la Renaissance. Carnação (rosto, braços) e panejamentos decorados com *sanguine*. [3]

Figura retirada a 20/01/2017 do website: http://www.liveinternet.ru/users/natalia_komissarov/post128630752/

Ao longo do tempo, esta tinta teve diferentes designações nas mais diversas línguas, sendo que através de literatura histórica e atual foi possível aferir quais as terminologias mais frequentemente utilizadas, sendo que a mais antiga, *Croco Ferro*, foi encontrada em literatura italiana escrita/publicada entre os séculos XIV/XV e o século XVII [16]–[19]. Durante o século XVII, esta tinta também era conhecida como *Croco di Marte* ou *Crocus Martis* [17], [19], termo igualmente utilizado para designar hematite (Fe_2O_3) [7]. Em literatura francesa dos séculos XV/XVI esta tinta era designada de *Carnation* [6], e a partir do século XVII, encontram-se também os termos *Rouge* e *Couleur de chair* [20], [21]. Atualmente, os termos mais conhecidos são *Sanguine (red)*, *Carnation* e *Rouge Jean Cousin*, termo que começou a ser usado no século XIX pelo fabricante de pinturas para vitral Lacroix & C^{ie} [3], [6]–[8].

1.3.1. O que é o Sanguine?

Como referido anteriormente, os materiais de pintura sobre vitral geralmente são divididos em três categorias: grisalhas, esmaltes e amarelo de prata. De acordo com a literatura, o *sanguine* é um material de pintura difícil de inserir numa das categorias de pinturas sobre vidro, dado que reúne características de grisalha e de esmalte [3], [6–7]. Léon Ottin em *L'Art de faire un vitrail* (1909) definiu esta pintura – “*Jean Cousin : Teinte rousse qui sert principalement à faire les chairs. On l'appelle aussi carnation. Ce n'est ni une grisaille, ni un émail, et c'est en même temps l'un et l'autre. Elle donne son effet par transparence, mais laisse toujours un peu d'opacité à la partie du verre qu'elle recouvre*” – sugerindo que não se tratava de uma grisalha nem de um esmalte e que era ao mesmo tempo um e o outro [3]. Segundo a literatura histórica consultada e de acordo com alguns autores como Schalm e col. (1996; 2000) e Portal (2011), todas as receitas de *sanguine* encontradas nas fontes históricas, dos séculos XIV/XV-XIX, descrevem um método de produção idêntico ao das grisalhas [3], [6–7]. Algumas receitas sugerem que os ingredientes deviam ser finamente moídos, depois o *sanguine* era aplicado sobre o vidro suporte e era cozido. Nenhuma das receitas menciona a fusão de todos os ingredientes em conjunto (originando um vidro colorido), como nos esmaltes, antes da aplicação sobre o vidro suporte e cozedura [3], [6–7].

Em conformidade com a literatura consultada, esta tinta não se insere em nenhuma das categorias referidas, uma vez que, apesar do seu método de produção ser semelhante ao das grisalhas, este material de pintura, após a cozedura, por vezes pode ser semelhante a um esmalte por apresentar uma superfície mais lisa e homogênea que as grisalhas. Com base nos referidos estudos e nas receitas encontradas a partir da segunda metade do século XVII, é aqui proposto o esquema, em secção transversal, do *sanguine* (**Figura 2**). Os esquemas comparativos da grisalha e do esmalte podem ser observados no **Anexo I**.

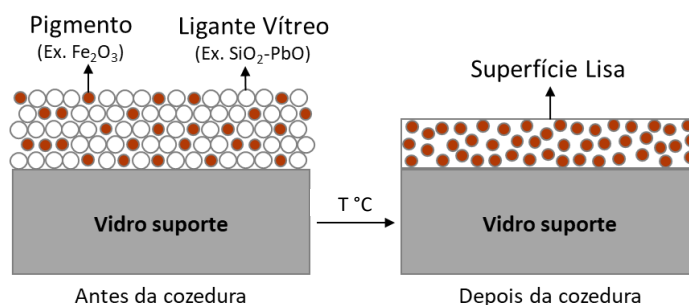


Figura 2 – Esquema proposto do *sanguine*, com base em estudos anteriores e receitas encontradas a partir do século XVII.

1.4. FONTES HISTÓRICAS ESCRITAS

Os documentos escritos que sobreviveram até aos nossos dias, são hoje uma das fontes de informação mais valiosas no estudo da história de um ponto de vista técnico. O contributo da pesquisa bibliográfica e arquivística, em parceria com os métodos de análise científicos, tem tornado a história das técnicas de produção artística numa área multidisciplinar, combinando a investigação em ciência, conservação e história da arte, bem como especialistas dos diversos materiais [22]. Com o estudo de testemunhos da prática artística como tratados, receituários e manuais, é também possível fazer reproduções de receitas históricas para entender as aplicações, o envelhecimento e as suas consequências, bem como outras alterações que ocorreram nas obras de arte ao longo do tempo [23]. Estes manuscritos, além de conterem os conhecimentos adquiridos pelo próprio autor e/ou seus antecessores, geralmente possuíam cópias literais de receitas publicadas no passado, comentadas ou até mesmo alteradas pelo mesmo [8], [13].

Tendo como base o esquema realizado por Joost Caen, que relaciona os manuscritos e publicações mais importantes sobre a produção de vidro e pinturas sobre vidro e vitral [8], neste estudo foram selecionados alguns dos documentos mais significativos redigidos a partir do século XIV/XV (possível início o uso de *sanguine*), com a finalidade de identificar receitas do material de pintura em estudo.

Dado que os estudos de receitas de *sanguine*, realizados anteriormente, como os de O. Schalm (2000) e I. Portal (2011), foram mais direcionados para a produção no norte e centro da Europa, tendo sido reunidas receitas redigidas principalmente em Francês e Alemão, o presente estudo pretendeu incluir também receitas redigidas em Italiano e Inglês [3], [7]. Na **Figura 3**, são apresentadas as fontes históricas escritas consultadas, tendo em conta limitações linguísticas e de acesso aos mesmos encontradas, onde foram identificadas 40 receitas de *sanguine*. Poderão ser consultadas mais informações no **Anexo II**.

Apesar do mais antigo receituário artístico sobre a produção de vitral ser datável do início do século XII, *Schedula Diversarum Artum* de Theophilus [4], só foram identificadas receitas de *sanguine* em documentos posteriores aos séculos XIV/XV. As mais antigas receitas de *sanguine* encontradas, pertencem ao receituário do século XIV de Benedetto Ubriachi, que detinha conhecimentos na arte do vidro adquiridos em Veneza, e ao receituário anónimo de 1443, aparentemente florentino, que trata maioritariamente a arte do vidro [16]. Ambos os receituários foram consultados através da publicação *Dell' Arte del Vetro per Musaico: Tre Trattatelli dei secoli XIV e XV* (1864) de Gaetano Milanesi [16].

Foi também possível reconhecer receitas deste material, no receituário anónimo de Montpellier, *Recette per fare vetri colorati et smalti d'ogni sorte havute in Murano 1536*, que oferece uma extensa coleção de receitas da arte do vidro, provenientes de Veneza, transcrito e comentado em *Vetro e Vetrai di Murano - Vol. I* (1987) de Luigi Zecchin [24]. As receitas de *sanguine* pertencentes tanto a este manuscrito, como aos de Giovanni Darduin (1644) e de Gaspare Brunoro (1645) entre outros, foram estudadas por Cesare Moretti, *La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento; Le prescrizioni dei ricettari: Trattatelli Toscani (XIV-XV sec.), Montpellier (1536), Anonimo (XVI sec.), Neri (1612), Darduin (1644), Brunoro (1645)* em *Rivista della Stazione Sperimentale Del Vetro* (2012) [17].

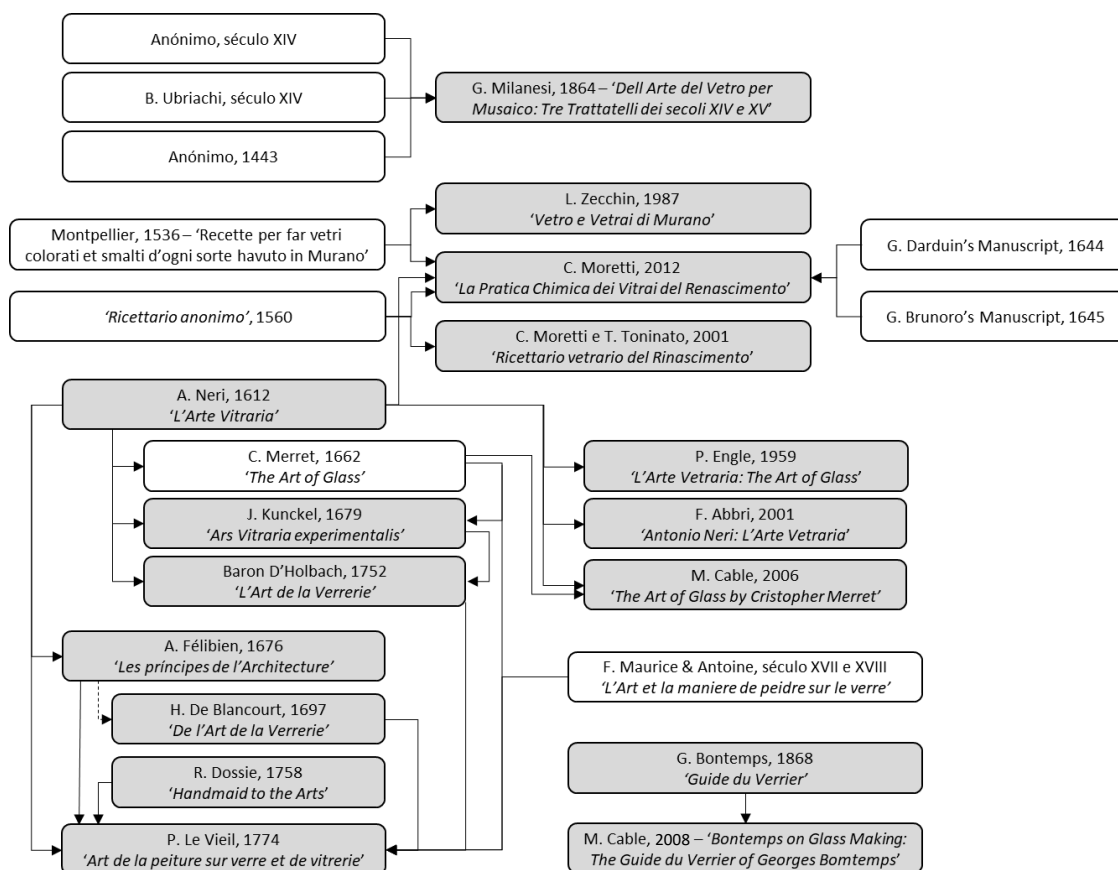


Figura 3 – Esquema da relação entre as fontes primárias e suas transcrições e traduções posteriores, redigidas a partir dos séculos XIV/XV, consultadas para a recolha das receitas de *sanguine*, com base no esquema de Joost Caen^[8]. (Cinza: fontes consultadas diretamente; Branco: fontes consultadas indiretamente; Traço contínuo: cópia/tradução literal referindo a fonte; Traço interrompido: cópia/tradução literal, mas sem referência à fonte de onde foi copiado/traduzido.)

Os químicos Cesare Moretti e Tullio Toninato, publicaram em 2001 uma transcrição do manuscrito anónimo veneziano de cerca de 1560, *Ricette vetrarie del Rinascimento*, que se pensa ter sido escrito por um mestre vidreiro^[18], onde foram também identificadas receitas do material em estudo.

Em 1612 surge um dos mais importantes manuscritos sobre a produção de vidro, *L'Arte Vetraria* escrito pelo alquimista florentino Antonio Neri^[19], que foi extensivamente copiado, traduzido e comentado por inúmeros autores até ao século XX. As suas receitas podem ser encontradas em algumas das fontes consultadas, sendo a mais antiga de 1662, a tradução com anotações de Christopher Merret, um físico e cientista inglês, transcrita por Michael Cable em *The Art of Glass by Christopher Merret (1662)* de 2006^[25]. Mais tarde, em 1679, Johann Kunckel em *Ars vitraria experimentalis*, traduziu o tratado de A. Neri incluindo as anotações de C. Merret para alemão e acrescentou os as suas próprias observações sobre ambos os autores e receitas^[26]. Haudicquer de Blancourt, no manuscrito *De l'Art de la Verrerie* de 1697, publicou também algumas receitas de A. Neri em francês, redigidas de forma distinta e com comentários, não referenciando o autor original^[27]. Em 1752 surge *Art de la verrerie de Neri, Merret et Kunckel* escrita por Baron d'Holbach^[28], que consiste numa compilação em francês, dos manuscritos de A. Neri, com anotações de C. Merret, observações de J. Kunckel sobre ambos, e também os seus próprios comentários sobre o tema. Os livros mais recentes consultados com receitas de A. Neri, foram publicados em: 1959 por Paul Engle, *L'Arte Vetraria: The Art of Glass*, sendo esta uma tradução

para inglês com observações do próprio ^[29]; 2001 pelo filósofo e historiador de ciência Ferdinando Abbi, *Antonio Neri: L'Arte Vetraria*, com introdução e comentários do autor ^[30]; 2012 por Cesare Moretti em *Rivista della Stazione Sperimentale Del Vetro*, referida anteriormente ^[17].

Em Paris, o autor André Félibien publica *Des principes de l'Architecture, de la Sculpture, de la Peinture, et des Autres Arts qui en dependente* (1676), onde descreve os materiais e técnicas utilizados na produção de vitral, onde inclui receitas de *sanguine* ^[20].

No manuscrito *Ars vitraria experimentalis* (1679) de J. Kunckel ^[26], alquimista alemão interessado na produção de vidro, também se observam receitas de *sanguine* da sua autoria, que estão presentes nas publicações de Holbach e de Pierre Le Vieil, *L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie* (1774) ^[21], ^[28].

H. Blancourt no manuscrito *De l'Art de la Verrerie* de 1697 inclui, para além de receitas de A. Neri, receitas do material em estudo que se pensam ser originais. Algumas das suas receitas também se encontram na supracitada publicação de P. Le Vieil.

Em 1758, o químico e escritor Robert Dossie, publica o tratado inglês *The Handmaid to the Arts*, que compreende receitas de materiais de pintura sobre vidro, entre as quais uma receita de *sanguine* ^[31], ^[32].

P. Le Vieil, descendente de uma família de vitralistas, publica em 1774 o livro *L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie* ^[21], que para além de referir autores antecedentes como Theophilus, A. Neri, C. Merret, J. Kunckel, Holbach, H. Blancourt e A. Félibien, adiciona conhecimentos que foram passados de geração em geração pela sua família ^[8], que é o caso de algumas das receitas de *sanguine* incluídas no seu tratado. São também citadas receitas do material em estudo dos *Frères Maurice & Antoine*.

Finalmente em 1868, o mestre vidreiro Georges Bontemps, publica o tratado histórico e prático sobre produção de vidros, cristais e vitrais *Guide du Verrier*, onde se encontram as receitas mais recentes^[33],^[34].

1.5. RECEITAS HISTÓRICAS – COMPREENSÃO E IDENTIFICAÇÃO

Para uma correta compreensão/interpretação desta herança, a leitura, recolha e análise das receitas foi realizada com recurso a dicionários linguísticos, glossários e notas presentes em alguns manuscritos/publicações, a enciclopédias da época em que as receitas tinham sido escritas, e a comentários ou glossários publicados mais recentemente por investigadores ^[7], de modo a que fosse possível traduzir os nomes obsoletos de ingredientes, utensílios e unidades de medida, referenciados nas receitas históricas, para uma linguagem atual. As traduções dos nomes dos ingredientes para a linguagem química atual, foram reunidas numa tabela onde constam as referências da respetiva tradução (**Anexo III**).

Foram identificadas 40 receitas de *sanguine*, apresentadas na **Tabela 1** de acordo com o autor, datação, numeração e títulos originais, e página da fonte mais antiga consultada. De modo a facilitar a identificação das receitas ao longo deste estudo, foram atribuídas letras e números aos autores e receitas.

A compreensão/interpretação das receitas encontradas permitiu a organização das mesmas numa tabela, com as terminologias dadas aos ingredientes e a sua relação com a linguagem química, e a proporção entre os ingredientes, quando referida pelo autor (**Tabela 2**). Os ingredientes foram agrupados nas categorias: matérias colorantes, sais e soluções ácidas, ligantes vítreos, outros metais e veículos.

Tabela 1 – Identificação das receitas (fonte mais antiga consultada), organizadas por ordem cronológica dos autores. Aos autores e receitas foram atribuídos letras e números (sombreado), para a facilitar a sua identificação ao longo deste estudo.

| Autores das Receitas | | | Receitas | | | | |
|----------------------|--------------------------|----------|-----------|----------|---|--|-------------------------|
| Letra | Autor (es) | Data | Numeração | | Título | Página da fonte mais antiga consultada | |
| | | | Atribuída | Original | | | |
| A | Benedetto Ubriachi | Séc. XIV | 1 | 7 | <i>A fare croco ferro.</i> | 76 | Milanesi [16] |
| | | | 2 | 26 | <i>A fare el croco ferro per questa opera.</i> | 91 | |
| | | | 3 | 37 | <i>A fare croco ferro, secondo Petruccio de' Diamanti.</i> | 98 | |
| | | | 4 | 38 | <i>A fare croco ferro, secondo Batista, e questo vidi io.</i> | 98 | |
| B | Anónimo | 1443 | 1 | 6 | <i>Croco ferro per detta opera.</i> | 119 | Milanesi [16] |
| C | Montpellier | 1536 | 1 | 46 | <i>A far ferugine di ferro pavonazzo.</i> | 257 | Zecchin[24] |
| | | | 2 | 55 | <i>Far corchoni.</i> | 258 | |
| | | | 3 | 58 | <i>Far ferugene di ferro pavonazzo.</i> | 258 | |
| D | Anónimo | ca.1560 | 1 | 66 | <i>A far il Crocum Ferri et a Purificarlo.</i> | 89 | Moretti & Toninato [18] |
| | | | 2 | 95 | <i>A far il Croco ferro che intra nelli smalti.</i> | 96 | |
| E | Antonio Neri | 1612 | 1 | 16 | <i>A fare il Croco di ferro, altrimenti detto di Marte, per i colori del vetro.</i> | 17 | Neri [19] |
| | | | 2 | 17 | <i>A fare Croco di Marte in altra maniera.</i> | 17 | |
| | | | 3 | 18 | <i>Altro modo di fare il Croco di Marte.</i> | 18 | |
| | | | 4 | 19 | <i>A fare il Croco di Marte in altra maniera.</i> | 18 | |
| F | Giovanni Darduin | 1644 | 1 | 108 | <i>A far crocoferro.</i> | 7 | Moretti [17] |
| G | Gaspere Brunoro | 1645 | 1 | 121 | <i>Per far un Croco di Marte bonissimo.</i> | 7 | Moretti [17] |
| | | | 2 | 282 | <i>A far il crocum feri.</i> | 7 | |
| H | André Félibien | 1676 | 1 | . | <i>Rouge</i> | 426 | Félibien [20] |
| | | | 2 | . | <i>Couleur de chair</i> | 254 | |
| | | | 3 | . | <i>Couleur de cheveux, de troncs d'arbres, & c.</i> | 254 | |
| I | Johann Kunckel | 1679 | 1 | 43 | <i>Andere Manieren / roth Loth zu machen.</i> | 353 | Kunckel [26] |
| | | | 2 | 44 | <i>Roth auf Glaß zu brennen.</i> | 353 | |
| | | | 3 | 51 | <i>Fin feines rothes Glaß zun Mahlen.</i> | 395 | |
| | | | 4 | 52 | <i>Fin anders der gleichen.</i> | 395 | |
| | | | 5 | 53 | <i>Fin noch besser Roth auf Glaser.</i> | 395 | |
| J | Haudiquier d'Blancourt | 1697 | 1 | 28 | <i>Autre manière de faire le Safran de Mars.</i> | 117 | Blancourt [27] |
| | | | 2 | 29 | <i>Denier moien de faire le Safran de Mars.</i> | 118 | |
| | | | 3 | . | <i>Couleur Rouge dite carnation.</i> | 125 | Le Vieil [21] |
| K | Robert Dossie | 1758 | 1 | . | <i>Of a scarlet oker</i> | 49 | Dossie [32] |
| L | Frères Maurice & Antoine | – | 1 | . | <i>Carnation des frères Maurice & Antoine.</i> | 127 | Le Vieil [21] |
| | | | 2 | . | . | 128 | |
| | | | 3 | . | <i>Autre.</i> | 129 | |
| | | | 4 | . | <i>Autre.</i> | 129 | |
| | | | 5 | . | <i>Autre.</i> | 129 | |
| | | | 6 | . | <i>Autre.</i> | 129 | |
| | | | 7 | . | . | 129 | |
| M | Pierre Le Vieil | 1774 | 1 | . | . | 126 | Le Vieil [21] |
| | | | 2 | . | <i>Autre.</i> | 126 | |
| N | Bontemps | 1868 | 1 | . | <i>Rouge.</i> | 732 | Bontemps [33] |
| | | | 2 | . | . | 732 | |

2. PARTE EXPERIMENTAL

Foi seguido o esquema da metodologia experimental, apresentado na **Figura 4**, para que os principais objetivos deste estudo fossem alcançados.

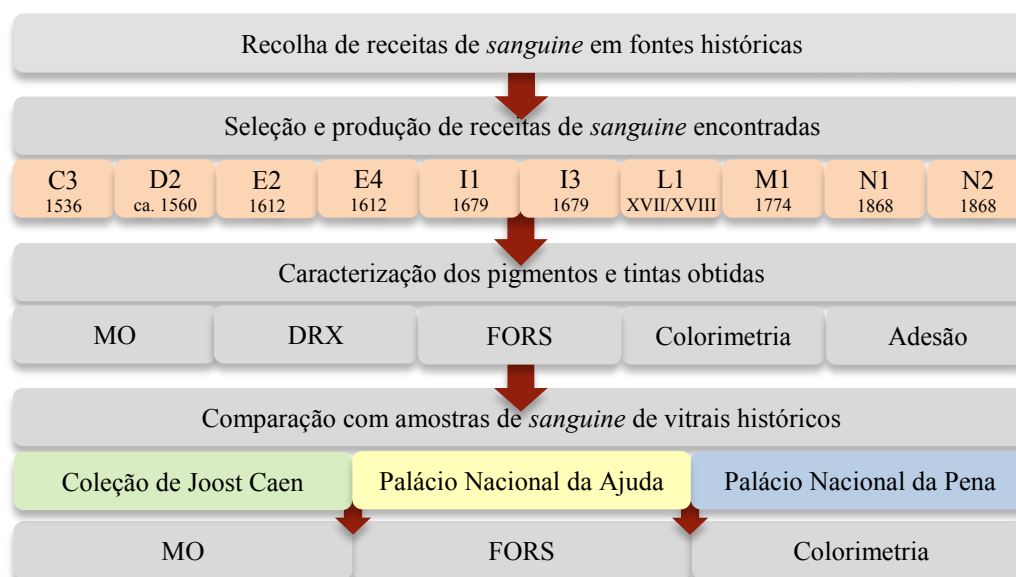


Figura 4 – Esquema da metodologia experimental utilizada.

2.1. ESTUDO DO MÉTODO DE PRODUÇÃO E SELEÇÃO DAS RECEITAS

Através da análise das 40 receitas identificadas, por ordem cronológica, tornou-se evidente que a partir da segunda metade do século XVII ocorreu uma mudança no método de produção. Esta evolução na produção do *sanguine* ao longo do tempo é observável na **Tabela 2**.

As receitas mais antigas, dos séculos XIV/XV a meados do século XVII, não mencionam a adição de um ligante vítreo que permitisse a adesão do pigmento ao substrato vítreo, o que levanta a hipótese destas tintas terem sido usadas como “pinturas a frio”. Estas receitas demonstram que a cor desejada era obtida através da oxidação/corrosão de ferro por ação da temperatura e/ou sais e soluções ácidas.

Contudo, a maioria das receitas redigidas a partir da segunda metade do século XVII mencionam o uso de ligantes vítreos, destacando-se o vidro de chumbo (conhecido como *rocaille*), que permitiam a adesão da pintura ao vidro suporte após a cozedura. É também a partir desta altura, que o uso de sais e soluções ácidas para obter a cor pretendida é praticamente abandonado, passando a ser mais utilizados os óxidos e hidróxidos de ferro naturais que já possuíam tonalidades avermelhadas ou alaranjadas, como a hematite (Fe_2O_3), a ferrugem ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) e a goethite (FeOOH). Torna-se também comum a utilização de outros metais como óxidos de chumbo, bismuto e antimónio, e passa a ser mais frequente a recomendação de veículos específicos como a goma arábica, para a aplicação das tintas sobre o vidro.

Das 40 receitas identificadas nas fontes históricas escritas, 10 receitas dos séculos XVI ao XIX foram selecionadas e produzidas para permitir a comparação dos diferentes métodos de produção (**Tabela 2**). No **Anexo IV** podem ser consultadas as transcrições e traduções das receitas selecionadas, sendo também possível consultar as 40 receitas encontradas na Informação Complementar a este estudo.

2.2. PRODUÇÃO DAS RECEITAS

Considerando a alteração no método de produção deste material de pintura em meados do século XVII, as receitas foram divididas em 2 grupos principais:

- Pinturas sem ligante vítreo (C3-E4) – do século XVI até à primeira metade do século XVII;
- Pinturas com ligante vítreo (I1-N1) – da segunda metade do século XVII até ao século XIX.

Os reagentes e equipamentos utilizados são apresentados no **Anexo V**, sendo que os reagentes não-comerciais foram caracterizados por Difração de Raios-X (**Anexo VI**).

Tabela 3 – Produtos finais obtidos com a produção das receitas. As imagens da produção encontram-se no **Anexo VII**.



2.2.1. Pinturas sem ligante vítreo

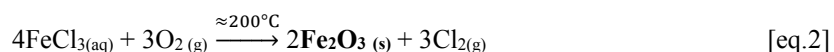
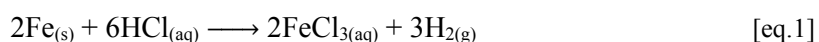
Para a preparação da receita **C3** (Montpellier, 1536), os ingredientes em estado sólido foram misturados ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}:\text{NaCl}:\text{S}$ 2:2:1 p/p) e o vinagre foi adicionado até ter a proporção adequada à formação de uma pasta. A mistura foi calcinada num cadinho de alumina, com uma tampa do mesmo material, num forno elétrico durante 8 dias a 600 °C (*fogo vermelho*). Após os 8 dias o pigmento foi retirado do cadinho e moído num almofariz de ágata. Pensa-se que a adição de ácido acético tenha sido com a intenção de formar um meio ácido que, em conjunto com o sal, favorecem a oxidação de impurezas da ferrugem como Fe_3O_4 , para a obtenção de hematite (Reações adicionais, **Anexo XI**).

A receita **D2** (Anónimo, ca.1560) indicava que as limalhas de ferro deviam ser lavadas e calcinadas durante 8 dias até que o ferro ficasse *vermelho como sangue*, no entanto, não era especificada a temperatura utilizada para a calcinação. Para determinar qual a temperatura mais próxima usada, foram testadas três temperaturas diferentes (300 °C, 550 °C e 700 °C), tendo em conta que estas seriam temperaturas a que seria possível obter hematite (Fe_2O_3), um óxido de ferro vermelho [35]-[38]. Este ensaio exigiu testes a várias temperaturas uma vez que apenas um dos estudos consultados sobre a oxidação de ferro a altas temperaturas foi realizado com o tempo de calcinação próximo de 8 dias, mas em condições atmosféricas controladas, por esse motivo, não se tinha a certeza de qual a temperatura ideal. Após a calcinação das limalhas de ferro num cadinho de alumina, cada conjunto de limalhas foi fervido separadamente em vinagre destilado (de álcool) até à evaporação completa do mesmo, sendo obtidos no final os três pigmentos resultantes da experiência a diferentes temperaturas.

A receita **E2** (Neri, 1612) consistiu na corrosão de ferro com ácido acético. Para a produção, limalhas foram humedecidas com vinagre de vinho num pote de barro, foram colocadas numa taça de vidro e deixadas ao sol a secar. Quando completamente secas foram moídas num almofariz e passadas por uma

peneira (700 µm). As partículas maiores, que permaneceram na peneira, passaram novamente por todo o procedimento até que tudo fosse transformado num pó muito fino (resultado final). Pensa-se que o ácido acético seja adicionado com a intenção de promover uma corrosão húmida, dado que reduz o pH da solução colocando o ferro no domínio da corrosão, facilitando a sua oxidação (**Fig. III, Anexo XI**).

Para a receita **E4** (Neri, 1612), foi preparada previamente *Água Régia*, como prescrito no Cap. 40 de A. Neri (**Anexo VIII**), dissolvendo sal amoníaco numa solução de ácido nítrico (HNO₃:NH₄Cl 6:1 p/p) aquecida numa panela com água quente, agitando até o sal estar completamente dissolvido. Adicionou-se, aos poucos, mais sal amoníaco até a solução ficar saturada. Deixou-se em repouso durante cerca de 15 min e, após as partículas em suspensão assentarem no fundo, a solução foi cuidadosamente decantada para um frasco de vidro DURAN[®]. Para a preparação do *sanguine*, as limalhas de ferro foram dissolvidas durante 3 dias na solução de *Água Régia* com o frasco bem fechado. O frasco foi agitado ligeiramente uma vez por dia e ao terceiro dia foi aberto e colocado sobre uma placa de aquecimento a cerca de 200°C até que a solução evaporasse (≈20h), permanecendo o pó de *sanguine* no fundo. Pensa-se que a saturação da solução com cloretos tenha como intuito promover a formação de FeCl₃, um composto muito solúvel (eq.1). A evaporação lenta da solução a ≈200°C poderá originar a formação de hematite (eq.2)^[39].



2.2.2. Pinturas com ligante vítreo

A receita **I1** (Kunckel, 1679) consistiu na mistura de três reagentes (FeSO₄·7H₂O: PbO·SiO₂:Fe₂O₃ 4:4:1 p/p) e moagem dos mesmos num almofariz de ágata com água destilada. O vidro de chumbo utilizado nesta receita foi previamente produzido por Carla Machado (2016) na sua dissertação de mestrado *Estudo de produção de grisalhas históricas*, seguindo uma receita Blancourt (1697) (PbO:SiO₂ 3:1 p/p) (c. **Anexo VIII**), e foi usada hematite natural (Fe₂O₃) na falta de *Crayon Rouge* (Al₂O₃-SiO₂-Fe₂O₃ – segundo tradução de Holbach (1752) e Le Vieil (1774), e correspondência química de Schalm (2000)). Tanto o vidro de chumbo como a hematite foram previamente moídos num moinho.

Para a preparação da receita **I3** (Kunckel, 1679), o autor indica que o antimónio, o óxido de chumbo e a ferrugem de ferro deviam ser moídos com a maior precisão e usados para pintar. Dado que todas as receitas deste autor mencionam o uso de um ligante vítreo, exceto esta, optou-se por produzir a receita de duas formas diferentes, **I3 s/v** (sem vidro) e **I3 c/v** (com vidro), para tentar determinar de que forma esta seria produzida. Os ingredientes mencionados foram usados para a **I3 s/v** (Sb₂O₃:PbO:Fe₂O₃·nH₂O 3:3:1 p/p), e para a experiência **I3 c/v** o óxido de chumbo foi substituído por vidro de chumbo, mantendo as proporções dos reagentes (Sb₂O₃: PbO·SiO₂:Fe₂O₃·nH₂O 3:3:1 p/p). O vidro de chumbo utilizado foi o mesmo mencionado na receita **I1**, previamente moído num moinho de pilão.

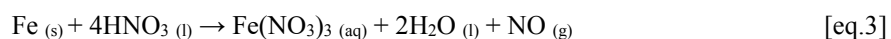
Para a preparação da receita **L1** (*Frères Maurice & Antoine in Le Vieil (1774)*), todos os ingredientes deviam ser muito bem moídos separadamente (utilizou-se o moinho de pilão) e pesados de acordo com as proporções prescritas (Fe:Fe₂O₃:PbO·SiO₂:PbO: Bi: goma arábica 4:17:8:2:2:1 p/p). Devido à falta

de Fe₃O₄ foram utilizadas limalhas de ferro (Fe⁰) e o vidro de chumbo usado foi o mesmo das receitas I1 e I3 c/v. Inicialmente colocou-se a goma arábica a dissolver em água destilada (1:200 p/p). Para obter o pó de *sanguine*, misturou-se o ferro, o vidro de chumbo, o óxido de chumbo e o bismuto e moeu-se a mistura o mais possível num almofariz de ágata. Colocou-se a mistura numa taça de vidro, adicionou-se a hematite natural, misturando muito bem. A solução de goma arábica foi sendo adicionada e misturada pouco a pouco e até a preparação ficar homogênea. A taça de vidro foi coberta com um vidro plano a cerca de 3 mm de distância do bordo da taça, com o auxílio de suportes realizados em espuma de polietileno, para evitar a deposição de partículas sobre a mistura permitindo a ventilação da mesma, como prescrito. A taça foi deixada ao sol, em repouso, durante 2 dias, para que as partículas maiores e escuras assentassem no fundo e ao final deste tempo, sem agitar, a água com a substância mais clara foi decantada por inclinação para outra taça de vidro até começar a aparecer uma cor mais escura. Esta taça, com a substância mais clara (*sanguine*) foi coberta da mesma forma e deixada ao sol até secar. Durante a realização da receita a temperatura e humidade relativa variou entre ≈ 21-32 °C e ≈ 40-60 %.

Para a preparação da receita **M1** (Le Vieil, 1774), após a moagem de todos os ingredientes separadamente no moinho de pilão, os ingredientes foram pesados de acordo com a proporção indicada (Fe:Fe₂O₃:PbO·SiO₂:PbO:goma arábica 1:5:2:1:1 p/p) e moídos num almofariz de bronze. Foi usado o mesmo vidro de chumbo mencionado nas receitas I1, I3 c/v e L1. A substância foi colocada num copo de vidro, adicionou-se água destilada (1:3 p/v) e agitou-se com uma vareta de vidro. Deixou-se a dispersão em repouso por 3 dias, decantou-se para uma taça de vidro, cobriu-se com papel de filtro e deixou-se ao sol até secar completamente (8 dias). O produto final foi moído num almofariz de ágata.

A receita **N1** (Bontemps, 1868) foi preparada misturando e moendo num almofariz de ágata, a hematite com vidro de chumbo (Fe₂O₃:PbO·SiO₂ 2:7 p/p), sendo que os ingredientes foram previamente moídos separadamente no moinho de pilão. O vidro de chumbo utilizado para a realização desta receita foi produzido por Carla Machado (2016) na sua dissertação de mestrado *Estudo de produção de grisalhas históricas*, seguindo a receita *Fondant A* (Pb₃O₄·SiO₂ 5:2 p/p), descrita pelo próprio autor no mesmo tratado (c. **Anexo VIII**). De acordo com o autor esta receita deve ser aplicada sobre o vidro com um pincel e essência de terebentina.

Para a preparação da receita **N2** (Bontemps, 1868), produziu-se nitrato de ferro dissolvendo num copo de vidro, limalhas de ferro em ácido nítrico (1:10 p/p) durante 24h (eq.3). Depois de todo o ferro se encontrar dissolvido evaporou-se a solução numa paca de aquecimento a cerca de 200 °C, calcinando o nitrato de ferro, de forma a obter-se hematite (Fe₂O₃) (eq.4)^{[40], [41]}.



O pó resultante foi misturado com o vidro de chumbo (Fe₂O₃:PbO·SiO₂ 1:4 p/p) e moído num almofariz de ágata. O vidro de chumbo utilizado foi o mesmo descrito na receita anterior (N1), previamente moído no moinho de pilão. De acordo com o autor esta receita devia ser aplicada sobre o vidro com um pincel e essência de terebentina.

2.3. APLICAÇÃO DA PINTURA

As tintas obtidas foram aplicadas sobre lâminas de vidro (Deltalab, Eurotubo[®]) com 26x76 mm. Antes da aplicação da pintura, as lâminas de vidro foram limpas com etanol e foram coladas tiras de fita adesiva em três dos lados da lâmina para restringir a área da pintura a um retângulo com cerca de 15x65 mm (ver **Figura 5**). A pintura foi aplicada numa só camada com um pincel fino de pintura sobre vidro e foi espalhada uniformemente com um pincel *blender* grande.



Figura 5 – Materiais utilizados para a aplicação da pintura (lâmina, pincel fino e pincel *blender* grande). Na lâmina apresentada (E4 AG), pode ser observado o espaço correspondente à marcação da área de pintura com fita adesiva.

Para melhorar a aplicação da pintura foram utilizados diferentes ligantes orgânicos e veículos de acordo com a sua tipologia (**Tabela 4**). A designação de *ligante orgânico* é atribuída no caso das pinturas sem ligante vítreo que são aplicadas como “pinturas a frio” e a designação de *veículo* é atribuída no caso das pinturas com ligante vítreo que são aplicadas como “pinturas vítreas”, dado que após a secagem/cozedura estas soluções deixam de estar presentes na composição da pintura. As pinturas com ligante vítreo (I1 – N2) foram cozidas a 620 °C durante 30 min (rampa de aquecimento de 3°C/min) num forno elétrico Barracha[®].

Tabela 4 – Soluções utilizadas na aplicação das tintas, das diversas receitas, sobre o vidro suporte.

| Ligante orgânico/veículo | Pinturas sem ligante vítreo | | | | Pinturas com ligante vítreo | | | | | |
|---------------------------------------|-----------------------------|----|----|----|-----------------------------|----|----|----|----|----|
| | C3 | D2 | E2 | E4 | I1 | I3 | L1 | M1 | N1 | N2 |
| Água destilada (A) | | | | | X | X | | | | |
| Água destilada + Goma arábica (AG) | X | X | X | X | X | X | X | X | | |
| Vinagre de álcool + Goma arábica (VG) | X | X | X | X | | | | | | |
| Terebentina (T) | | | | | | | | | X | X |

Nota: ambas as soluções de goma arábica foram preparadas segundo a proporção de 3:10 p/v.

Dado que na maioria das receitas em que era aconselhado o uso de uma solução específica, a solução prescrita era a de água e goma arábica, optou-se por aplica-la em todas as receitas exceto na N1 e N2 que indicavam explicitamente que deveriam ser aplicadas com essência de terebentina.

Optou-se por aplicar as pinturas sem ligante vítreo também com uma solução de vinagre de álcool com goma arábica por terem sido produzidas em meios ácidos e por ser um meio comumente utilizado.

A receita I1 foi também aplicada apenas com água destilada pelo facto da última etapa prescrita ser a moagem da mistura com água. A receita I3 teve o mesmo tratamento por ser do mesmo autor e não indicar nenhuma solução específica. As receitas L1 e M1 foram aplicadas apenas com a solução de água e goma arábica por esta ter sido adicionada durante a produção das mesmas.

2.4. CARACTERIZAÇÃO DAS TINTAS (PRODUZIDAS E HISTÓRICAS)

Para a compreensão dos diferentes métodos de obtenção do *sanguine*, foi feita a caracterização dos ingredientes, produtos intermédios e finais das receitas através de Difração de Raios-X (DRX), os pós dos produtos finais e das tintas foram também analisados através de Microscopia Ótica (MO) de forma a perceber as alterações visuais que ocorreram após a aplicação com diferentes ligantes/veículos. As tintas produzidas e históricas foram analisadas por Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS) de forma a caracterizar o elemento e estado de oxidação responsável pela cor observada, e a cor das camadas de pintura foi obtida através de Colorimetria. As tintas produzidas aplicadas com diferentes ligantes/veículos, foram submetidas a um Teste de Adesão para que fosse possível quantificar o nível da adesão das mesmas ao substrato vítreo. Pinturas a *sanguine* aplicadas em vitrais históricos foram também analisadas em secção transversal através de Microscopia Ótica (MO) e FORS, para a comparação com as tintas produzidas.

2.4.1. Microscopia Ótica (MO)

As amostras dos pós, dos produtos finais das receitas e das tintas aplicadas, foram dispersas numa resina Cargille Meltmount™ com índice de refração de 1,662 e número de Abbe de 26, entre uma lâmina e uma lamela de vidro. Foram retiradas amostras às tintas produzidas e a vitrais históricos pertencentes à coleção de Joost Caen, com o auxílio de uma ponta de diamante e um alicate de corte de vidro, e montadas em secção, em resina Araldite® 2020. Após a cura da resina e remoção dos moldes, as amostras foram polidas com lixas Micro-mesh, com granulometrias de 360 a 12000, em água.

As análises de microscopia ótica foram realizadas num Microscópio Zeiss® Axioplan 2 IE equipado com iluminação de halogénio transmitida e incidente, luz UV e câmara digital Nikon® DXM1200F acoplada, com o software de microfotografias Nikon® ACT-1. As amostras dos pós em dispersão e das pinturas em secção foram analisadas com magnificação ótica de 100x (200 µm) e 200x (100 µm) com luz polarizada normal (apenas os pós) e cruzada com filtro 4. As superfícies das camadas de pintura foram analisadas com luz polarizada cruzada com magnificação ótica de 50x (500 µm). As escalas das microfotografias foram calibradas no software Nikon® ACT-1.

2.4.2. Difração de Raios-X (DRX)

As amostras dos ingredientes, produtos intermédios e finais das receitas, foram previamente moídas num moinho de pilão Mortar Grinder Retsch® RM 200. Os difractogramas de raios-X dos pós foram adquiridos com um RIGAKU MiniFlex II equipado com um tubo de raios-X $\text{Cu}_{K\alpha}$ (30 kV/15 mA). As amostras de pós foram analisadas com um intervalo de varrimento de 10-80° (2θ), velocidade de varrimento de 1°/min (2θ) e degrau de 0,04° (2θ). Os resultados obtidos foram comparados com os difratogramas existentes em literatura e na base de dados interna do Laboratório de Análises do Departamento de Química (FCT-UNL).

2.4.3. Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS)

As receitas produzidas e as pinturas *sanguine* aplicadas em vitrais históricos pertencentes à coleção privada de Joost Caen, Palácio Nacional da Ajuda e Palácio Nacional da Pena foram analisadas com um espectrómetro Ocean Optics MAYA 200 PRO com um feixe dispersivo de fibra ótica, com um detetor Si 2048 CCD e fonte de luz de halogénio da Ocean Óptics HL-200-HP 20 W, com um percurso ótico entre 360-2500 nm. Os espectros foram adquiridos em modo de refletância com geometria de medição de 45°/45° (ângulo de iluminação/aquisição) e ca. de 2 mm de diâmetro de área analisada. A análise foi feita num intervalo espectral de 380 a 1000 nm, com tempo de integração de 8 ms, média de 15 varrimentos e boxcar de 8. A calibração foi feita fazendo corresponder o branco à superfície Spectralon 99% e o preto tapando a fonte de luz. As amostras foram analisadas sobre a superfície Spectralon, tendo sido realizado um suporte com 45° para permitir que todas as amostras, incluindo as tridimensionais, fossem analisadas exatamente nas mesmas condições, permitindo uma comparação colorimétrica. Os espectros apresentados correspondem a uma média calculada a partir de 3 medições em cada amostra.

As medições de Colorimetria foram adquiridas simultaneamente, usando a geometria 45°/45°, com o iluminante D65 e 10° de observador da norma da Commission Internationale de l'Eclairage (CIE). As coordenadas Lab* foram calculadas a partir da média de 3 medições em cada amostra.

2.4.4. Testes de Adesão

Os testes de adesão realizados às tintas produzidas, foram feitos de acordo com a Norma Europeia *Paints and varnishes – Cross-cut test* (ISO 2409:1992). Tendo em conta que se tratava de um substrato duro (vidro), os cortes foram feitos manualmente com um múltiplo riscador Elcometer® de 6 lâminas espaçadas igualmente por 1 mm e a fita adesiva foi aplicada longitudinalmente ao longo da lâmina de vidro. Os testes foram realizados 3 vezes em cada amostra para verificar a uniformidade da amostra e a reprodutibilidade deste teste (**Figura 6**). Os resultados foram observados e classificados com base na tabela de classificação da Norma *in* ISO 2409:1992. A classificação atribuída corresponde a: **0** – bordos das incisões lisos e nada se destacou; **1** – a camada superior destacou, permanecendo uma fina camada completamente aderida ao substrato, menos de 5% da quadrícula foi afetada; **2** – a camada superior destacou, permanecendo uma fina camada completamente aderida ao substrato, entre 5-15% da quadrícula foi afetada; **3** – a camada destacou em zonas com maior concentração de pigmento, entre 15-35% da quadrícula foi afetada; **4** – a camada destacou ao longo dos bordos das incisões, entre 35-65% da quadrícula foi afetada; **5** – a camada destacou completamente.

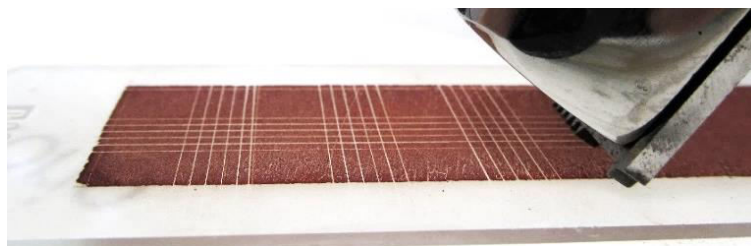


Figura 6 – Lâmina de vidro pintada com uma das tintas produzidas (E4 AG), durante a realização dos cortes transversais e longitudinais (formando os três conjuntos de quadriculas), antes da aplicação da fita adesiva e conclusão do teste.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

A caracterização morfológica das receitas produzidas foi conseguida através da observação de pós em dispersão ao Microscópio Ótico. Os pós observados correspondem aos produtos finais das receitas antes e após a aplicação das mesmas sobre o substrato vítreo e, nos casos das tintas com ligante vítreo, após a cozedura. As microfotografias captadas durante a análise em luz polarizada cruzada encontram-se apresentadas na **Tabela 5** e as captadas durante a análise em luz polarizada normal, no **Anexo IX**.

Com a observação dos pós ao MO, a hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) demonstrou estar presente na maioria das receitas antes e após a aplicação e cozedura. Este composto revela-se em luz polarizada cruzada com uma cor vermelha e é praticamente opaco, tornando-se mais transparente quanto mais pequeno é o grão.

Das pinturas sem ligante vítreo apenas nas **C3**, **D2 700** e **E4** se observam grãos de hematite, sendo que na E4 os grãos têm uma coloração vermelha mais viva, possivelmente devido ao facto de esta ser obtida através da dissolução de Fe^0 numa solução muito ácida. Na receita C3 observam-se cristais incolores de NaCl, que com água + goma se agregam, e com vinagre + goma diminuem, possivelmente devido a uma melhor dissolução. Nas amostras **D2 300**, **D2 550** e **E2** podem ser observados grãos transparentes amarelos-alaranjados que se pensam ser compostos férricos hidratados (consultar 3.2).

Em todas as receitas com ligante vítreo, antes da aplicação e cozedura, é possível observar-se pequenos grãos transparentes incolores (com exceção da receita I3 s/v), correspondentes ao vidro de chumbo adicionado, que na sua generalidade tendem a diminuir após a cozedura devido à sua fusão. A hematite está igualmente presente, todavia, com uma cor vermelha mais intensa nas **I1**, **L1**, **N1** e **N2**.

Ambas as receitas **I3** possuem grãos brancos de óxido de antimónio (III) e a I3 s/v possui ainda grãos de óxido de chumbo (II) de cor alaranjada. Estes grãos demonstraram uma maior agregação com a goma. Na receita **L1** verifica-se uma desagregação dos grãos de hematite depois da aplicação e cozedura, possivelmente devido à preparação/dissolução da tinta para a aplicação sobre vidro suporte, que permite uma melhor distribuição dos grãos. Na receita **M1** houve uma alteração da cor dos grãos cinza-amarelados para laranja-avermelhados, durante a cozedura. Pensa-se que esta alteração esteja relacionada com a oxidação das partículas de Fe^0 para Fe^{3+} . Na receita **N2**, verificou-se o escurecimento e perda de brilho dos grãos de hematite.

3.2. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA/CRISTALOGRÁFICA

As análises de Difração de Raios-X (DRX) dos produtos finais das receitas produzidas demonstraram uma forte presença de hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (**Tabela 5**). O resultado da receita **C3** revelou a presença de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ e NaCl, sugerindo a desidratação e por parte da ferrugem (eq.5) e a evaporação do enxofre ($\approx 444,6\text{ }^\circ\text{C}$) e do vinagre ($\approx 118,1\text{ }^\circ\text{C}$) durante o tratamento térmico de 8 dias ($\approx 600\text{ }^\circ\text{C}$).

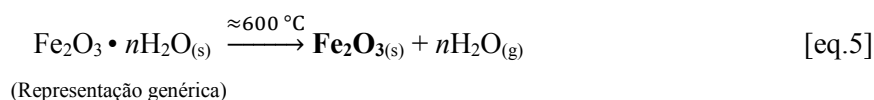


Tabela 5 – Caracterização química/cristalográfica (DRX) e morfológica (MO) do produto final das receitas produzidas. Os ligantes orgânicos/veículos correspondem a: A (água); G (goma-arábica); V (vinagre); T (terbentina). As imagens a luz polarizada normal encontram-se no **Anexo IX**. Os Difratogramas de Raios-X encontram-se no **Anexo X**.

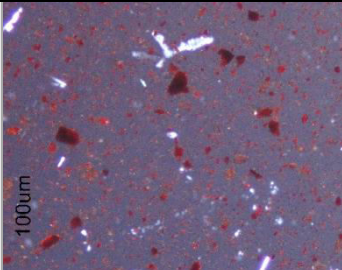
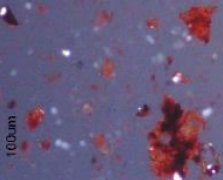

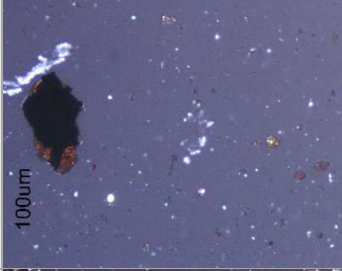
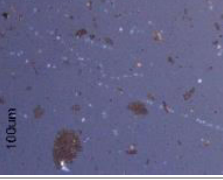
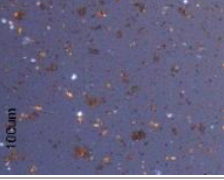
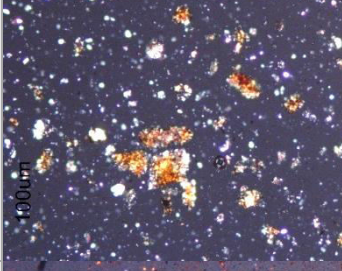
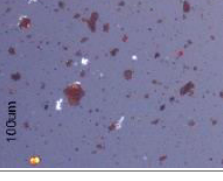
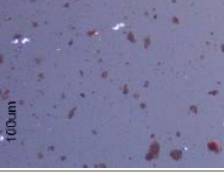
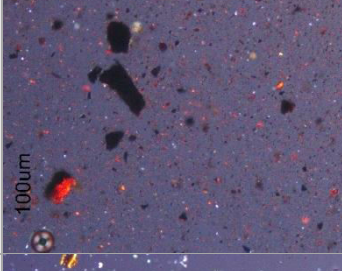
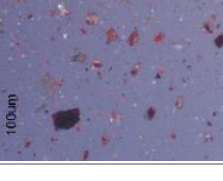


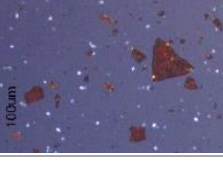
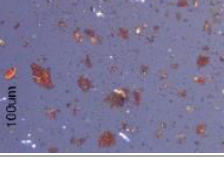
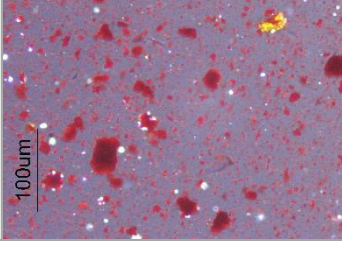
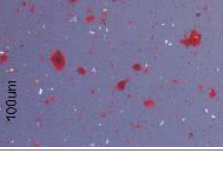
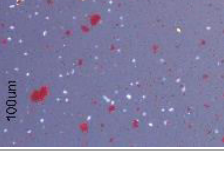
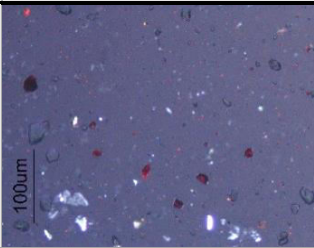
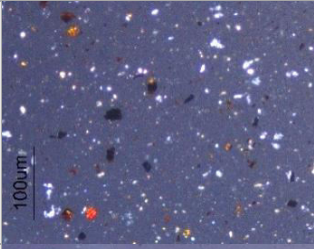




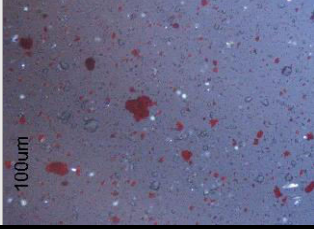
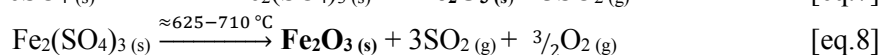
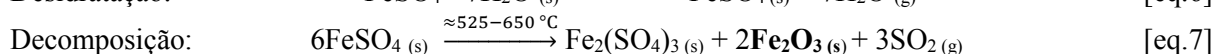
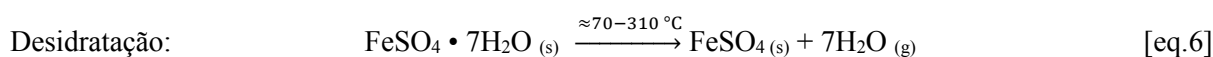
| Pinturas sem ligante vítreo | Dispersão de pós (luz polarizada cruzada) | | Caracterização DRX |
|-----------------------------|---|---|---|
| | Antes da aplicação | Após a aplicação | |
| C3 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ NaCl |
| D2 300 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}?$ FeOOH Fe^0 |
| D2 550 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}?$ FeOOH |
| D2 700 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ FeOOH |
| E2 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}?$ FeOOH |
| E4 |  | <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>A+G</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>V+G</p>  </div> </div> | $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ |

Tabela 5 (cont.)

| Pinturas com ligante vítreo | Dispersão de pós (luz polarizada cruzada) | | Caracterização DRX | | |
|-----------------------------|---|-----------------------------|--------------------|---|--|
| | Antes da aplicação | Após a aplicação e cozedura | | Antes | Após cozedura |
| I1 |  | A | A+G | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo PbO | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo PbO |
| I3 s/v |  | A | A+G | PbO Sb ₂ O ₃ | α -Fe ₂ O ₃ PbO |
| I3 c/v |  | A | A+G | PbO? Sb ₂ O ₃ | α -Fe ₂ O ₃ PbO |
| L1 |  | - | A+G | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo Goma-arábica | PbO SiO ₂ SiO ₂ amorfo |
| M1 |  | - | A+G | α -Fe ₂ O ₃ Cu ₆ Sn ₅ ? Fe ⁰ SiO ₂ amorfo | α -Fe ₂ O ₃ Cu ₆ Sn ₅ ? SiO ₂ SiO ₂ amorfo |
| N1 |  | T | - | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo |
| N2 |  | T | - | α -Fe ₂ O ₃ Pb(NO ₃) ₂ ? SiO ₂ amorfo | α -Fe ₂ O ₃ SiO ₂ amorfo |

A experiência da receita **D2** a diferentes temperaturas (300 °C, 550 °C e 700 °C), revelou que apenas foi possível obter a formação de hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) com a oxidação do ferro a 700 °C (192h), possivelmente por ser mais favorável uma temperatura >550 °C para o tempo indicado (**Fig. IV, Anexo XI**). Os produtos resultantes das receitas D2 300, D2 550 e **E2** apresentaram difratogramas semelhantes. Considerando a coloração amarelada das partículas e por comparação dos difratogramas com a literatura (**Anexo X**) pensa-se que parte do Fe^0 poderá ter-se transformado em goethite e ferrihidrite ($\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), um composto metaestável sem estrutura cristalina bem definida e precursor de fases como a hematite^[42]. Para que o tratamento térmico a temperaturas ≤ 550 °C durante 8 dias resultasse na formação de hematite, possivelmente, o tamanho das limalhas deveria ser menor (ex. $\leq 30\mu\text{m}$) e deveria existir uma atmosfera controlada mais húmida^{[37], [38]}. No difratograma da receita **E4** verificou-se a formação de Fe_2O_3 . Na receita **I1** foram identificados os óxidos de silício (SiO_2) e de chumbo (PbO), referentes ao vidro de chumbo, e a hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Dado que, para além do vidro de chumbo e hematite, foi também adicionado como ingrediente $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, pensa-se que após a aplicação e cozedura a 620 °C (30 min), terá ocorrido a desidratação e decomposição deste composto fortalecendo a presença de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, de acordo com as equações apresentadas abaixo, com base na literatura^{[43], [44]}:



Em ambas as receitas **I3 (s/v e c/v)** foi identificado o óxido de antimónio (Sb_2O_3), no entanto o óxido de chumbo (PbO) demonstrou estar mais presente na receita I3 s/v, possivelmente devido a uma maior concentração deste reagente ($\approx 43\%$) em relação à I3 c/v ($\approx 32\%$), no produto final. Durante a cozedura verificou-se a formação de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, possivelmente devido à desidratação da ferrugem ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) (eq.5), e o desaparecimento do antimónio, um agente oxidante, que poderá ter sido adicionado para favorecer a oxidação de compostos de ferro associados à ferrugem. No produto final da receita **L1** apenas foi possível identificar hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), vidro (SiO_2 amorfo) e goma-arábica, possivelmente devido à separação dos ingredientes mais pesados, como o Bi, durante o processo de decantação. Após a cozedura, para além da decomposição da goma-arábica verificou-se a presença de vidro de chumbo e cristais de SiO_2 . A adição de bismuto poderá ter como intensão o escurecimento do vidro de chumbo para um tom entre laranja e castanho^[45]. No caso da receita **M1** foi possível identificar vidro (SiO_2 amorfo), ferro (Fe^0), hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) e Cu_6Sn_5 , que possivelmente provém do almofariz de bronze utilizado na moagem dos ingredientes. Após a cozedura observou-se a formação de cristais de SiO_2 , e a possível oxidação do Fe^0 para Fe^{3+} . A hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) e o vidro (SiO_2 amorfo) foram ambos identificados nas receitas **N1 e N2**. A receita **N2** revelou também a presença de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, um produto de reação possivelmente resultante da interação do $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ com o PbO presente no vidro, que reagiu e/ou se decompôs durante a cozedura. Como se observa nos difratogramas das tintas com ligante vítreo, os veículos adicionados para a aplicação das mesmas não integram a sua composição após a cozedura tendo em conta que se decompõem a temperaturas inferiores a 620 °C.

3.3. CARACTERIZAÇÃO DA COR

De acordo com a literatura, a variedade de cores exibidas pelos óxidos de ferro são resultantes, entre outros fatores, de diferentes tipos de transições dentro das camadas eletrônicas $3d^5$ do íon Fe^{3+} que, nos espectros de refletância, são detetadas a comprimentos de onda entre 400 e 1200 nm [46], [47]. Na **Tabela 6**, podem ser consultados os mínimos de refletância característicos de cada mineral férrico identificado, de acordo com a transição eletrônica de absorção responsável.

Tabela 6 – Limites (nm) dos mínimos de refletância dos minerais férricos identificados, agrupados de acordo com a transição eletrônica de absorção responsável. Tabela realizada com base na literatura [46]-[48].

| Minerais Identificados | ${}^6A_1 \rightarrow {}^4E; {}^4A_1$ | $2({}^6A_1) \rightarrow 2({}^4T_1)$ | ${}^6A_1 \rightarrow {}^4T_2$ | ${}^6A_1 \rightarrow {}^4T_1$ |
|---|--------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) | $\approx 420\text{-}440$ nm | $\approx 520\text{-}560$ nm | $\approx 660\text{-}690$ nm | $\approx 850\text{-}910$ nm |
| Goethite ($\alpha\text{-FeOOH}$) | $\approx 410\text{-}430$ nm | $\approx 480\text{-}490$ nm | $\approx 655\text{-}690$ nm | $\approx 930\text{-}1020$ nm |
| Ferrihidrite ($Fe_5HO_8 \cdot 4H_2O$) | $\approx 390\text{-}410$ nm | $\approx 480\text{-}500$ nm | $\approx 700\text{-}730$ nm | $\approx 950\text{-}990$ nm |

Como referido, nos espectros das tintas produzidas (**Figura 7**), foram identificados três compostos minerais férricos: hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), a goethite ($\alpha\text{-FeOOH}$) e ferrihidrite ($Fe_5HO_8 \cdot 4H_2O$). Os espectros foram agrupados de acordo a presença destes compostos.

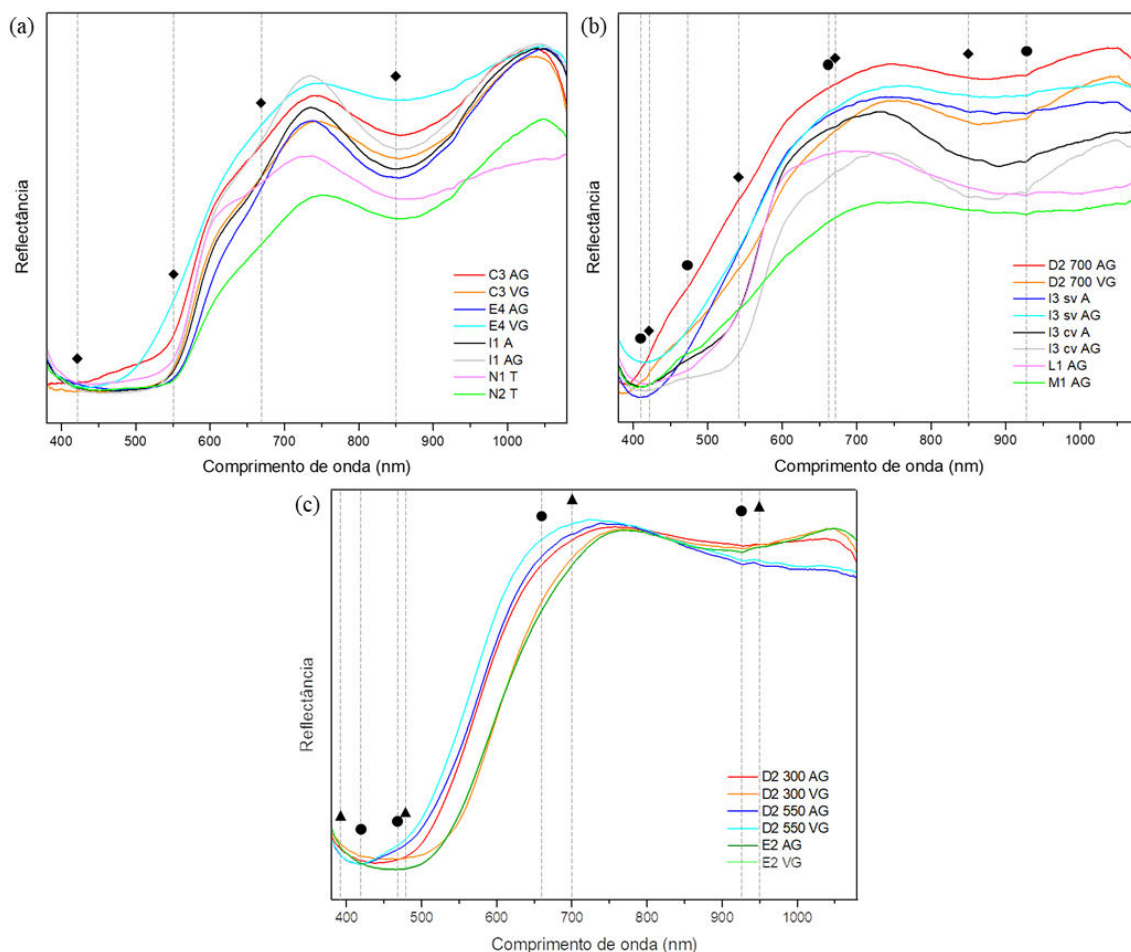


Figura 7 – Espectros de refletância das camadas de pintura receitas produzidas, divididas em três grupos de acordo com os minerais férricos identificados. Nos espectros apresentados foram identificados: (a) hematite \blacklozenge ; (b) hematite \blacklozenge e goethite \bullet ; (c) goethite \bullet e ferrihidrite \blacktriangle . Os mínimos de refletância identificados estão marcados a traço interrompido. Os espectros foram normalizados de acordo com o ponto médio entre os primeiros máximo e mínimo de refletância de cada espectro.

A hematite foi identificada nas tintas C3, D2 700, E4, I1, I3, L1, M1, N1 e N2 pelos seus mínimos de refletância característicos (**Figura 7 a,b**). Nas receitas D2 700, I3, L1 e M1, foi também possível identificar goethite através das suas bandas características (**Figura 7b**). Observa-se que as bandas destes espetros (entre $\approx 655-690$ e $\approx 850-1020$ nm) se apresentam mais alargadas e com uma forma indefinida, característica da mistura destes dois compostos. Nas receitas D2 300, D2 550 e E2 para além de goethite, foi também possível identificar ferrihidrite através dos seus mínimos de refletância característicos. A identificação de ferrihidrite com recurso a esta técnica revelou-se importante, dado que não é um composto facilmente identificado com DRX por não possuir uma estrutura cristalina bem definida [42].

Para além das transições eletrónicas de cada mineral, existem outros fatores que influenciam a cor, como o tamanho e forma das partículas, defeitos cristalinos, impurezas, e grau de agregação das partículas [46]. Para quantificar colorimetricamente as tintas produzidas foram realizadas medições de colorimetria, tendo sido obtidas as coordenadas Lab* calculadas pelo FORS. As coordenadas obtidas encontram-se disponíveis no **Anexo XII** e os valores médios de a* e b* estão graficamente apresentados na **Figura 8**. Como espectável, todas as tintas *sanguine* produzidas tem valores positivos para as coordenadas a* e b*, considerando as suas colorações amareladas e avermelhadas. As receitas que apresentaram um tom mais amarelado foram as D2 300 (AG,) D2 550, E2 e I3 s/v, que correspondem a receitas constituídas por goethite e ferrihidrite, com exceção da I3 s/v. As receitas com tons mais acastanhados são as C3 (AG), D2 700, M1 e N2. Na receita I3 a colorimetria indica que a adição de vidro de chumbo (I3 c/v) em substituição ao óxido de chumbo (I3 s/v) confere uma tonalidade mais avermelhada à pintura. As tintas que apresentaram tons mais satisfatórios, variando entre tons mais avermelhados e de carnação foram as C3 (VG), D2 300 (VG), E4 (AG), I1 (A), I3 c/v, L1 e N1. Devido à heterogeneidade da pintura I1 (AG), a medição colorimétrica pode ter sido realizada numa zona com menos concentração de pigmento, fazendo com que se apresente numa zona do gráfico não correspondente à cor observada a olho nu. A aplicação das tintas com diferentes ligantes orgânicos ou veículos revelou ter, por vezes, influência na tonalidade resultante para o mesmo material de pintura.

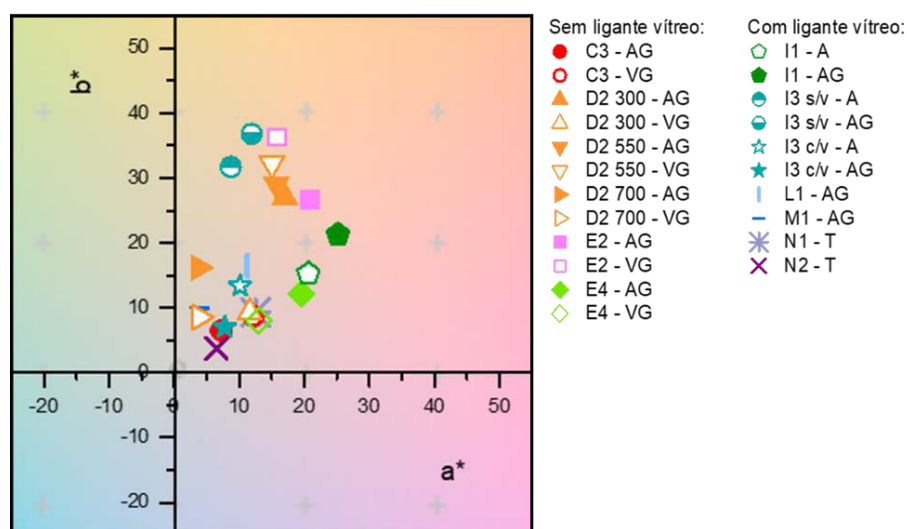


Figura 8 – Média das medições de colorimetria FORS, dos *sanguine* produzidos, apresentados num diagrama a*b* (-100 a +100). O mapa colorimétrico é o 2D a*b* Gamut (L=0.1-0.9) com a configuração de cor de Lab D65 Gamutvision.

3.4. ADESÃO E HOMOGENEIDADE

A atribuição da classificação referente ao teste de adesão foi realizada com base na Tabela de Classificação da Norma Europeia (ISO 2409:1992). Como é possível observar na **Tabela 7**, na sua generalidade, as tintas sem ligante vítreo revelaram ter uma boa adesão ao substrato, no entanto algumas revelaram ter uma adesão mais fraca que as tintas com ligante vítreo. Nas tintas sem ligante vítreo as receitas que demonstraram pior adesão correspondem aos métodos de corrosão do ferro com adição de vinagre a mais baixas temperaturas, que resultaram na formação de goethite e ferrihidrite (D2 300, D2 550 e E2).

A receita **C3** demonstrou ter uma excelente adesão ao substrato com ambos os ligantes, com a água + goma foi conseguida uma camada de pintura mais homogénea a olho nu em relação à área total de aplicação da pintura, no entanto, com a observação da superfície ao microscópio verificou-se que com este ligante ocorre uma maior agregação dos grãos de pigmento e menor dissolução dos cristais de sal (NaCl), demonstrando que com o vinagre + goma conseguiu-se uma melhor homogeneidade na superfície pintura.


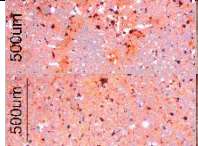



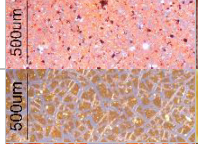



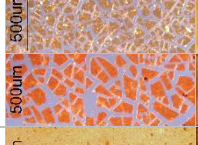
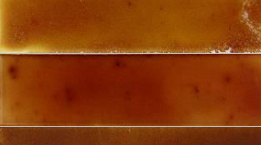


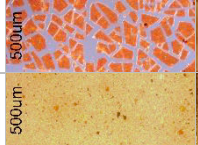
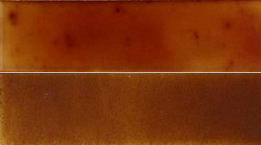


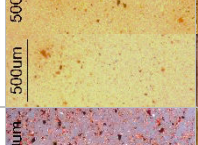



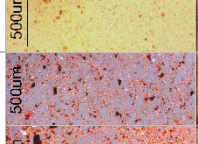



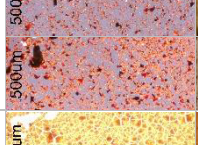



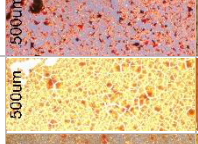



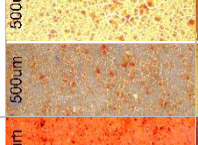



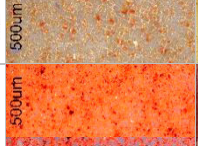



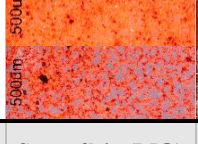


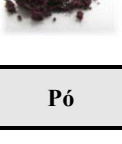
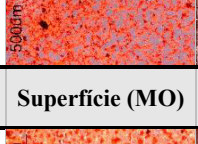
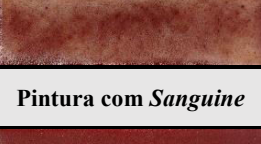


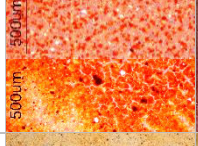

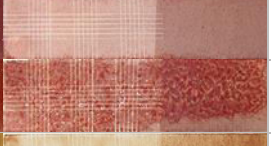
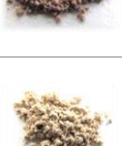
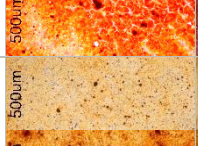



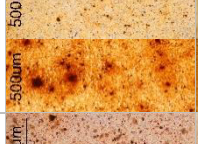



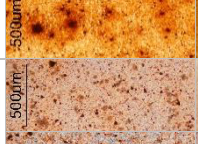







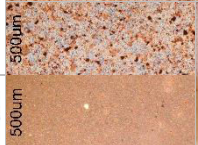



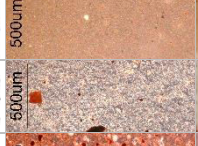



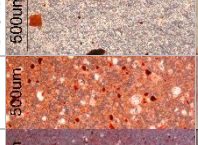



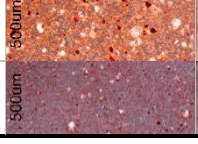


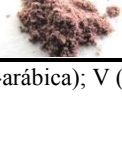
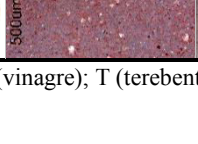

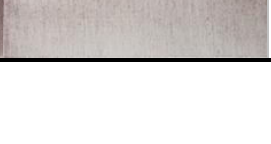
Com a experiência a três temperaturas diferentes, tornou-se possível determinar que a temperatura mais próxima à possivelmente utilizada na receita **D2** seria de cerca de 550 °C, utilizando limalhas de tamanho inferior, como explicado no tópico 3.2. da presente discussão, favorecendo a formação de hematite, dado que com esta temperatura foi possível obter uma boa adesão ao substrato vítreo com ambos os ligantes, e uma cor mais satisfatória. Em todas as temperaturas testadas o ligante constituído por água + goma conferiu mais homogeneidade.

A receita **E2** revelou que a escolha do ligante tem uma forte influência na adesão desta pintura, dado que, com o uso de vinagre + goma a pintura teve uma adesão consideravelmente melhor. A receita **E4** teve uma excelente adesão com ambos os ligantes, mas com a água + goma foram conseguidos melhor resultados quanto à homogeneidade e cor.

A receita **I1** revelou boa adesão e homogeneidade com água como veículo. Ambas as receitas **I3** mostraram ter uma boa adesão, no entanto com a **I3 c/v** foi conseguida uma maior homogeneidade e uma coloração mais satisfatória, especialmente com água como veículo.

As receitas **L1**, **M1**, **N1** e **N2** demonstraram uma excelente adesão ao substrato vítreo com os veículos prescritos pelos autores e em todas foi conseguida uma boa homogeneidade da camada de pintura. Dada a existência de grãos de vidro nas pinturas **N1** e **N2**, seria possivelmente necessária uma moagem mais intensiva para conseguir a total fusão do ligante. Salienta-se ainda que a pintura **L1** revelou ser a mais homogénea e com menor tamanho de grão, possivelmente devido ao processo de decantação pelo qual passou durante a sua produção.

Tabela 7 – Resultados das receitas de *sanguine* produzidas. As imagens dos pós e camada de pintura foram captadas à luz refletida. As imagens da superfície das pinturas ao Microscópio Ótico (MO) foram captadas com luz polarizada cruzada (c. Anexo XII). A classificação da adesão foi atribuída com base na Tabela de Classificação da Norma Europeia (ISO 2409:1992).

| Receitas sem ligante vítreo | Ligante orgânico | Pó | Superfície (MO) | Pintura com <i>Sanguine</i> | Classificação da adesão (luz transmitida) | |
|-----------------------------|------------------|---|---|--|---|---|
| C3 | A+G |  |  |  |  | 0 |
| | V+G |  |  |  |  | 0 |
| D2 300 | A+G |  |  |  |  | 5 |
| | V+G |  |  |  |  | 5 |
| D2 550 | A+G |  |  |  |  | 1 |
| | V+G |  |  |  |  | 1 |
| D2 700 | A+G |  |  |  |  | 0 |
| | V+G |  |  |  |  | 0 |
| E2 | A+G |  |  |  |  | 5 |
| | V+G |  |  |  |  | 2 |
| E4 | A+G |  |  |  |  | 0 |
| | V+G |  |  |  |  | 0 |
| Receitas com ligante vítreo | Veículo | Pó | Superfície (MO) | Pintura com <i>Sanguine</i> | Classificação da adesão (luz transmitida) | |
| I1 | A |  |  |  |  | 1 |
| | A+G |  |  |  |  | 3 |
| I3 s/v | A |  |  |  |  | 1 |
| | A+G |  |  |  |  | 1 |
| I3 c/v | A |  |  |  |  | 1 |
| | A+G |  |  |  |  | 0 |
| L1 | A+G |  |  |  |  | 1 |
| M1 | A+G |  |  |  |  | 0 |
| N1 | T |  |  |  |  | 0 |
| N2 | T |  |  |  |  | 0 |

Nota: A (água); G (goma-arábica); V (vinagre); T (terebentina).

3.5. COMPARAÇÃO COM VITRAIS HISTÓRICOS

Para permitir a comparação das tintas produzidas com tintas *sanguine* históricas, foram realizadas análises de Microscopia Ótica (MO), Espetroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS) e Colorimetria (**Tabela 8**) a vitrais da coleção privada de Joost Caen (JC), séc. XIII/XIV-XVII, Palácio Nacional da Ajuda (PNA), séc. XVI/XVII e Palácio Nacional da Pena (PNP), séc. XVII-XVIII (**Anexo XIV**).

Tabela 8 – Técnicas analíticas realizadas (✓) aos vitrais históricos pertencentes à coleção privada de Joost Caen (JC), ao Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e ao Palácio Nacional da Pena (PNP).









| Técnicas Analíticas | Vitrais Históricos | | | | | | | | | | | | | |
|---------------------|--------------------|---|-----|----|----|----|-----|-----|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| | JC | | | | | | PNA | | PNP | | | | | |
| | 1d | 3 | 15a | 16 | 17 | 23 | C7* | D4* | 2808* | 2820 | 2855* | 2856* | 2879* | 2882* |
| MO | | | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | | | | | | | | |
| FORS | ✓ | ✓ | | ✓ | | | | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | | | |
| Colorimetria | ✓ | ✓ | | ✓ | | | ✓ | | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

* os vitrais assinalados foram analisados no âmbito de trabalhos anteriores a este estudo.

Das amostras das tintas produzidas, preparadas para MO, foram selecionadas as tintas cujas camadas de pintura proporcionavam uma melhor comparação com as tintas *sanguine* históricas (**Tabela 9**).

Como se pode observar nas imagens, as camadas de tinta produzidas assemelham-se às pertencentes aos vitrais históricos. Tanto os *sanguine* produzidos como os históricos apresentam espessuras muito reduzidas, apesar das tintas produzidas terem uma maior variação, entre 10 a 25 µm. Esta variação da espessura aparenta estar diretamente relacionada com o tamanho das partículas constituintes, que nas tintas I1(AG) e N1(T) é visivelmente superior. A heterogeneidade poderia ser colmatada com uma moagem mais adequada durante a produção. As camadas de pintura apresentam uma tonalidade avermelhada característica das partículas de hematite, sendo que nas amostras I1(AG), I3c/v(A), N1(T) e JC17 é também possível observar-se grãos de vidro que não se fundiram completamente.

Tabela 9 – Comparação das tintas *sanguine* produzidas com as históricas, vistas em secção transversal, ao Microscópio Ótico (MO). As camadas de tinta encontram-se entre a resina do porta-amostras (parte superior) e o vidro suporte (parte inferior).

| | <i>Sanguine</i> produzidos | | <i>Sanguine</i> históricos | |
|------------|---|--|----------------------------|--------|
| E4 (AG) |  |  | | JC 15a |
| I1 (AG) |  |  | | JC 16 |
| I3 c/v (A) |  |  | | JC 17 |
| N1 (T) |  |  | | JC 23 |

Através da comparação dos espectros de refletância (FORS) das tintas produzidas (**Figura 7**) com os espectros de *sanguine* históricos (**Figura 9**) foi possível verificar que a hematite (Fe_2O_3) é também o principal colorante das tintas históricas, estando presente em todas as amostras históricas. Tal como se verificou nas tintas produzidas, algumas das tintas históricas, nomeadamente as JC1d, JC3, JC16 e PNP2808, também aparentam conter simultaneamente goethite (FeOOH).

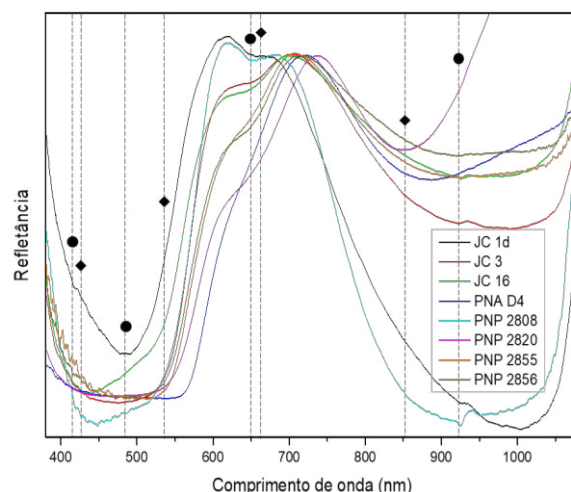


Figura 9 – Espectros de refletância de *sanguine* de vitrais históricos das coleções de Joost Caen (JC), Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e Palácio Nacional da Pena (PNP). Foram identificados: hematite \blacklozenge e goethite \bullet . Os mínimos de refletância estão marcados a traço interrompido. Os espectros foram ajustados de acordo com o ponto médio entre máximos e mínimos.

A comparação, das coordenadas a^*b^* das tintas produzidas com as tintas históricas (**Anexo XV**), pode ser observada graficamente na **Figura 10**. As tintas produzidas a partir das receitas C3, D2 700, E4, I1, I3 c/v, L1, M1, N1 e N2 têm colorações muito próximas às da maioria dos *sanguine* históricos. É de salientar que algumas amostras históricas de destacam do conjunto, como a PNAC7, que aparenta ter uma tonalidade mais escura e arroxeada que as restantes, e as amostras PNP2855 e PNP2856, por possuírem uma tonalidade mais escura e por pertencerem a vitrais esteticamente semelhantes, do PNP produzidos nos Países Baixos durante o século XVII. As amostras PNP2879 e PNP2882 destacam-se pela sua tonalidade mais amarelada, ambas produzidos na Alemanha durante o século XVIII.

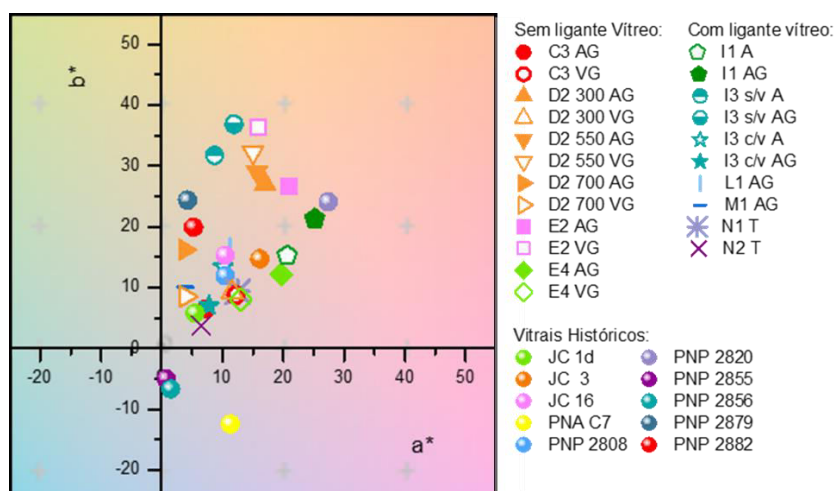


Figura 10 – Representação gráfica das coordenadas colorimétricas a^*b^* das tintas produzidas e tintas *sanguine* aplicadas em vitrais históricos pertencentes às coleções de Joost Caen (JC), Palácio Nacional da Ajuda (PNA) e Palácio Nacional da Pena (PNP). Os valores médios foram obtidos a partir de 3 medições (FORS) e são apresentados num diagrama a^*b^* (-100 a +100). O mapa colorimétrico é o 2D a^*b^* Gamut ($L=0.1-0.9$) com a configuração de cor de Lab D65 Gamutvision.

4. CONCLUSÕES

O presente estudo contribui para a consciencialização da importância da sobrevivência de fontes históricas escritas como testemunhos de práticas artísticas. A análise desta literatura histórica permitiu encontrar 40 receitas de *sanguine*, dando a conhecer um pouco mais sobre os métodos de produção deste material. Com organização cronológica das receitas encontradas tornou-se evidente que em meados do século XVII ocorreu uma mudança nos métodos de produção, sendo que as principais alterações foram a diminuição do uso de sais e soluções ácidas para a corrosão do ferro, aumento do uso de óxidos de ferro naturais e a adição de um ligante vítreo, como o vidro de chumbo.

Todas as receitas encontradas, redigidas a partir desta altura, descrevem um método de produção semelhante ao das grisalhas, no entanto, no caso do *sanguine*, as receitas sugerem que o processo de moagem é uma etapa crucial para a obtenção de partículas mais pequenas, bem como, em alguns casos, o processo de decantação.

As análises de MO, DRX e FORS revelaram que a maioria das tintas produzidas são principalmente compostas por hematite, como esperado. No entanto, o intuito da adição de alguns dos compostos descritos nas receitas requer confirmação em estudos posteriores.

As receitas em que foi conseguida a formação de hematite ou em que esta era adicionada como ingrediente, revelaram dar origem a tintas com uma gama de cores mais satisfatória e semelhante aos *sanguine* aplicados em vitrais históricos, dando a entender que a presença deste óxido nas tintas é fundamental. A hematite produzida sinteticamente nas receitas C3, E4 e N2 revelou ter propriedades mais apelativas como a vivacidade da cor avermelhada e a pureza. Para que fosse conseguida uma maior pureza nas receitas em que foi utilizada hematite natural, este ingrediente deveria ter sido decantado.

Tanto o uso de diferentes ligantes/veículos na aplicação da tinta como a composição/morfologia da mesma demonstraram ter uma forte influência na adesão das tintas ao substrato vítreo, na homogeneidade e na cor das camadas de pintura, tomando como exemplo o facto do mesmo ligante poder conferir uma boa ou má adesão dependendo da composição/morfologia (ex. E2_(AG) e E4_(AG)), e ligantes diferentes podem conferir graus de adesão distintos num mesmo material (ex. E2_(AG) e E2_(VG)).

Apesar da ausência de informação detalhada em algumas das receitas e conhecimento empírico dos mestres vidreiros, que tornam difícil a interpretação e, por vezes, dúbia a veracidade das mesmas, bem como a evolução linguística e ausência de termos químicos como hoje conhecemos, foi possível reproduzir algumas tintas com a gama de cores desejada, desde tons de carnação a vermelhos.

Na generalidade, as tintas produzidas que obtiveram melhores resultados tendo em conta a sua adesão, homogeneidade e coloração foram a C3 (VG), E4 (AG), I1 (A), I3 c/v (A e AG), L1 (AG), M1 (AG) e N1 (T). Deveriam ser realizadas mais experiências com a receita D2 para definir com exatidão a temperatura do tratamento térmico e tamanho das limalhas utilizadas, visto que a cor e adesão ideais aparentam situar-se entre os 550 e os 700 °C. No caso da receita E2, dada a sua coloração amarelada e boa adesão com vinagre + goma, pensa-se que poderá ter sido utilizada para colorir cabelos e barbas em substituição ao amarelo de prata.

As camadas das tintas produzidas demonstraram assemelhar-se às tintas históricas relativamente à espessura e homogeneidade, no entanto denota-se a falta de uma moagem mais intensiva das produzidas.

Considerando que algumas das pinturas mais antigas, sem ligante vítreo, demonstraram colorações semelhantes às tintas *sanguine* aplicadas em vitrais históricos e muito boa adesão ao substrato vítreo apenas com goma-arábica, propõe-se que o *sanguine* possa ter sido aplicado no vitral como “tinta a frio” no passado.

Sendo o *sanguine* um material ainda com muito por redescobrir, este estudo serve como prova de conceito de que com a devida investigação é possível produzir tintas semelhantes às históricas que, poderão no futuro servir de apoio a estudos ao nível da estabilidade, compatibilidade e degradação destas tintas, importantes para que estas possam ser preservadas ao longo do tempo, da melhor forma possível.

A otimização do método de produção destas tintas poderá ainda permitir a utilização das mesmas em intervenções de restauro de vitrais históricos, dado que estas possuem uma gama de cores muito semelhante e que atualmente não se encontra disponível no mercado.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] C. Brisac, *A Thousand Years of Stained Glass*. Macdonald & Co Ltd, 1984.
- [2] U. Bergmann, R. Hasler, Y. Jolidon, A. Kaiser, B. Kurmann-Schwarz, and S. Trümpler, *Stained Glass - An introduction based on examples from the Vitromusée Romont and the surrounding region*. VITROMUSÉE ROMOND, 2006.
- [3] I. Portal, “Sanguine et Jean Cousin. Deux matériaux utilisés pour rendre les carnations dans les vitraux : histoire des termes, nature des matériaux.” École du Louvre, 2011.
- [4] P. Redol, *O Mosteiro da Batalha e o Vitral em Portugal nos séculos XV e XVI*, 1^a Ed. C. M. da Batalha, 2003.
- [5] L. Cannon, *Stained Glass in The Burrell Collection*. Edinburgh: W & R Chambers Ltd, 1991.
- [6] O. Schalm, K. Janssens, F. Adams, J. Albert, K. Peeters, and J. Caen, “Une étude historique et chimique de peinture de verre ‘Rouge Jean Cousin,’” *Dossier de la Commission Royale des Monuments, Sites et Fouilles*, 3 - *Grisaille, Jaune d’Argent, Sanguine, Émail et Peinture à Froid*, Liège, pp. 155–161, 1996.
- [7] O. Schalm, “Characterization of paint layers in stained-glass windows: main causes of the degradation of nineteenth century grisaille paint layers,” *Universitaire Instelling Antwerpen*, 2000.
- [8] J. M. A. Caen, “The Production of Stained Glass in the County of Flanders and the Duchy of Brabant from XVth to the XVIIIth Centuries: Materials and Techniques,” *Brepols*, Antwerpen, 2009.
- [9] O. Schalm, K. Janssens, and J. Caen, “Characterization of the main causes of deterioration of grisaille paint layers in 19th century stained-glass windows by J.-B. Capronnier,” *Spectrochim. Acta Part B*, vol. 58, pp. 589–607, 2003.
- [10] S. Louro, “O vitral e as suas tintas: Grisalha e Amarelo de Prata,” *Universidade Nova de Lisboa*, 2017.
- [11] C. Machado, “Estudo de Produção de Grisalhas Históricas,” *Universidade Nova de Lisboa*, 2016.
- [12] J. M. Fernández Navarro, *El vidrio*, 3^a. Madrid, 2003.
- [13] O. Schalm, V. Van der Linden, P. Frederickx, S. Luyten, G. Van der Snickt, J. Caen, D. Schryvers, K. Janssens, E. Cornelis, D. Van Dyck, and M. Schreiner, “Enamels in stained glass windows: Preparation, chemical composition, microstructure and causes of deterioration,” *Spectrochim. Acta - Part B At. Spectrosc.*, vol. 64, no. 8, pp. 812–820, 2009.
- [14] B. Butts and L. Hendrix, *Painting on Light: Drawings and Stained Glass in Age of Dürer and Holbein*. Los Angeles: Getty Trust Publications: J. Paul Getty Museum, 2000.
- [15] O. Schalm, J. Caen, and K. Janssens, “Homogeneity, composition and deterioration of window glass fragments and paint layers from two seventeenth-century stained glass windows created by Jan de Caumont (~1580-1659),” *Stud. Conserv.*, vol. 55, no. 3, pp. 216–226, 2010.
- [16] G. Milanesi, *Dell’ Arte del Vetro per Musaico: Tre Trattatelli dei secoli XIV e XV*. Bologna: Presso Gaetano Romagnoli, 1864.
- [17] C. Moretti, “La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime (III e ultima parte). Le prescrizioni dei ricettari: Trattatelli Toscani (XIV-XV secolo), Montpellier (1536), Anonimo (XVI sec.), Neri (1612), Darduin (1644), Brunoro (16,” *Riv. della Stm. Sper. del Vetro*, p. n.6, vols.42, 4–30, 2012.
- [18] C. Moretti and T. Toninato, *Ricettario Vetrario del Rinascimento*. Venezia: Marsilio Editori, 2001.
- [19] A. Neri, *L’Arte Vetraria*. Firenze: Nella Stamperia de’ Giunti, 1612.
- [20] A. Félibien, *Des principes de l’ Architecture , de la Sculpture , de la Peinture , et des Autres Arts qui en dépendent*. Paris, 1676.
- [21] P. Le Vieil, *L’ Art de la Peinture sur Verre et de la Vitrierie*. 1774.
- [22] L. Carlyle, “Beyond a Collection of Data: What We Can Learn from Documentary Sources on Artists’ Materials and Techniques,” in *Historical painting techniques, materials, and studio practice*, United States of America: The Getty Conservation Institute - The J.Paul Getty Trust, 1995, pp. 1–5.
- [23] M. Richter, “Art History: Technical Art History, Making & Meaning,” *University of Glasgow*. [Online]. Available: <http://www.gla.ac.uk/postgraduate/taught/technicalarthistory/#/programmestructure>. [Accessed: 12-Oct-2016].
- [24] L. Zecchin, “Le ricette vetrarie di Montpellier,” in *Vetro e Vetrai di Murano - Vol. I*, Venezia: Arsenale Editrice, 1987, pp. 247–276.
- [25] M. Cable, *The Art of Glass by Christopher Merret (1662)*. Sheffield, UK: The Society of Glass Technology, 2006.

- [26] J. Kunckel, *Ars Vitrarya Experimentalis*. Frankfurt / Leipzig, 1679.
- [27] H. de Blancourt, *De l'Art de la Verrerie*. Paris, 1697.
- [28] B. D'Holbach, *Art de la Verrerie de Neri, Merret et Kunckel*. Paris, 1752.
- [29] P. Engle, *L'Arte Vetraria: The Art of Glass*, 1st ed. United States of America: Heiden & Engle, 1959.
- [30] F. Abbri, *Antonio Neri: L'Arte Vetraria*. Firenze: Giunti Gruppo Editoriale, 2001.
- [31] F. W. Gibbs, "Robert Dossie (1717-77). A further Bibliographical Note.," *Annals of Science*, 1953. [Online]. Available: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00033795300200123>. [Accessed: 04-Jun-2017].
- [32] R. Dossie, *Handmaid to the Arts*. London, 1758.
- [33] G. Bontemps, *Guide du Verrier - Traité Historique et Pratique de la Fabrication des Verres, Cristaux, Vitraux*. Paris: Librairie du Dictionnaire des Arts et Manufactures, 1868.
- [34] M. Cable, *Bomtemps on Glass Making: the Guide du Verrier of Georges Bomtemps*. Sheffield, UK: Society of Glass Technology, 2008.
- [35] R. Y. Chen and W. Y. D. Yuen, "Review of the high-temperature oxidation of iron and carbon steels in air or oxygen," *Oxid. Met.*, vol. 59, no. 5–6, pp. 433–468, 2003.
- [36] V. B. Trindade, R. Borin, B. Z. Hanjari, S. Yang, U. Krupp, and H.-J. Christ, "High-temperature oxidation of pure Fe and the ferritic steel 2.25Cr1Mo," *Mater. Res.*, vol. 8, no. 4, pp. 365–369, 2005.
- [37] N. Bertrand, C. Desgranges, D. Poquillon, M. C. Lafont, and D. Monceau, "Iron oxidation at low temperature (260-500 °C) in air and the effect of water vapor," *Oxid. Met.*, vol. 73, no. 1–2, pp. 139–162, 2010.
- [38] M. Krajewski, K. Brzozka, W. S. Lin, H. M. Lin, M. Tokarczyk, J. Borysiuk, G. Kowalski, and D. Wasik, "High temperature oxidation of iron–iron oxide core–shell nanowires composed of iron nanoparticles," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 18, no. 5, pp. 3900–3909, 2016.
- [39] S. B. Kanungo and S. K. Mishra, "Thermal Dehydration and Decomposition of $\text{FeCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$," *J. Therm. Anal.*, vol. 46, pp. 1487–1500, 1996.
- [40] K. Wiczorek-Ciurowa and A. J. Kozak, "The thermal decomposition of $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 58, pp. 647–651, 1999.
- [41] P. Melnikov, V. A. Nascimento, I. V. Arkhangelsky, L. Z. Zanoni Consolo, and L. C. S. de Oliveira, "Thermal decomposition mechanism of iron(III) nitrate and characterization of intermediate products by the technique of computerized modeling," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 115, pp. 145–151, 2014.
- [42] H. Guo and A. S. Barnard, "Naturally occurring iron oxide nanoparticles: morphology, surface chemistry and environmental stability," *J. Mater. Chem. A*, vol. 1, no. 1, pp. 27–42, 2013.
- [43] R. Zboril, M. Mashlan, D. Petridis, D. Krausova, and P. Pikal, "The Role of Intermediates in the Process of Red Ferric Pigment Manufacture from $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$," *Hyperfine Interact.*, vol. 129/140, pp. 437–445, 2002.
- [44] P. Masset, J.-Y. Poinso, and J.-C. Poignet, "TG/DTA/MS Study of the thermal decomposition of $\text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 83, pp. 457–462, 2006.
- [45] O. Sanz, E. Haro-Poniatowski, J. Gonzalo, and J. M. Fernández Navarro, "Influence of the melting conditions of heavy metal oxide glasses containing bismuth oxide on their optical absorption," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 352, pp. 761–768, 2006.
- [46] J. Torrent and V. Barrón, "Diffuse Reflectance Spectroscopy of Iron Oxides," *Encycl. Surf. Colloid Sci.*, pp. 1438–1446, 2002.
- [47] T. E. Townsend, "Discrimination of Iron Alteration Minerals Data in Visible and Near-Infrared Reflectance Data," *J. Geophys. Res.*, vol. 92, no. 5, pp. 1441–1454, 1987.
- [48] A. C. Scheinost, A. Chavernas, V. Barrón, and J. Torrent, "Use and limitations of second-derivate diffuse reflectance spectroscopy in the visible to near-infrared range to identify and quantify Fe oxide minerals in soils," *Clays Clay Miner.*, vol. 46, no. 5, pp. 528–536, 1998.
- [49] Corpus Vitrearum, *Antoine de Pise - L'Art du Vitrail Vers 1400*. France: CTHS (Comité des travaux historiques et scientifiques), 2008.
- [50] M. Merrifield, "Original Treatises on the Arts of Painting," 1849.
- [51] J. Kunckel, *Ars vitrarya experimentalis*, 2013th ed. Germany: Georg Olms Verlag AG, Hildesheim, 1679.
- [52] R. K. Singhal, B. Gangadhar, H. Basu, V. Manisha, G. R. K. Naidu, and A. V. R. Reddy, "Remediation of Malathion Contaminated Soil Using Zero Valent Iron Nano-Particles," *Am. J. Anal. Chem.*, vol. 3, no. January, pp. 76–82, 2012.

- [53] M. A. Legodi and D. de Waal, "The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste," *Dye. Pigment.*, vol. 74, no. 1, pp. 161–168, 2007.
- [54] M. Hernandez, C. Abreu, J. Uruchurtu, M. Bethencourt, and A. Covelo, "Characterization of a Historical Cannonball from the Fortress of San Juan De Ulúa Exposed to a Marine Environment," *Archaeometry*, pp. 1–14, 2015.
- [55] C. Rodriguez-Navarro, L. Linares-Fernandez, E. Doehne, and E. Sebastian, "Effects of ferrocyanide ions on NaCl crystallization in porous stone," *J. Cryst. Growth*, vol. 243, no. 3–4, pp. 503–516, 2002.
- [56] S. Musić, N. Filipović-Vinceković, and L. Sekovanić, "Precipitation of Amorphous SiO₂ Particles and their Properties," *Brazilian J. Chem. Eng.*, vol. 28, no. 1, pp. 89–94, 2011.
- [57] A. M. El Sayed and W. M. Morsi, "Dielectric Relaxation and Optical Properties of Polyvinyl Chloride / Lead Monoxide Nanocomposites," *Polym. Compos.*, pp. 2031–2039, 2013.
- [58] P. Christian and P. O. Brien, "The preparation of antimony chalcogenide and oxide nanomaterials," *J. Mater. Chem.*, vol. 15, pp. 4949–4954, 2005.
- [59] T. Sismanoglu, S. Karakus, Ö. Birer, G. S. P. Soyulu, A. Kolan, E. Tan, Ö. Ürk, G. Akdut, and A. Kilislioglu, "Preparation and Characterization of Antibacterial Senegalia (Acacia) Senegal/Iron - Silica Bio-nanocomposites," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 354, no. August 2015, pp. 250–255, 2015.
- [60] S.-Z. Kure-Chu, A. Satoh, S. Miura, M. Mizuhashi, and H. Yashiro, "Nanoporous Sn-SnO₂-TiO₂ Composite Films Electrodeposited on Cu Sheets as Anode Materials for Lithium-Ion Batteries," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 162, pp. D305–D311, 2015.
- [61] Y. G. Reddy, A. S. Chary, and S. N. Reddy, "Dc Ionic Conductivity Study by Two Probe Metho (1-X)Pb(NO₃)₂:XCeO₂ Composite Solid Electrolyte," *Mater. Sci. Res. India*, vol. 12, no. 3, pp. 89–94, 2015.
- [62] J. C. Scully, *The Fundamentals of Corrosion*, 3rd Editio. The University of Leeds, UK: Pergamon Press, 1990.

ANEXO I – Esquema dos materiais de pintura: grimalha e esmalte.

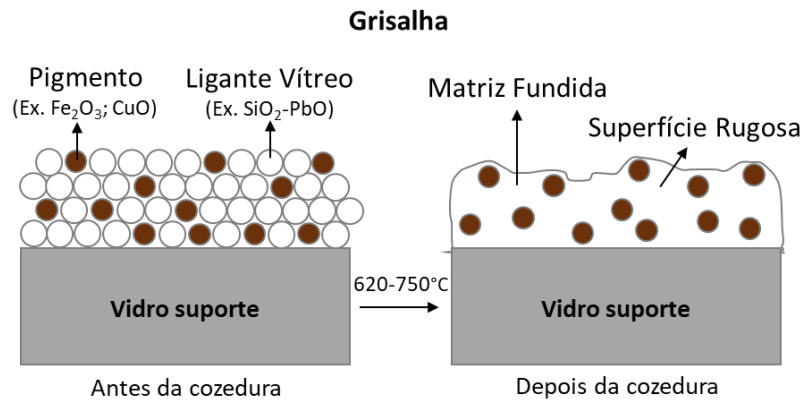


Figura I – Esquema de seção transversal de uma grimalha.

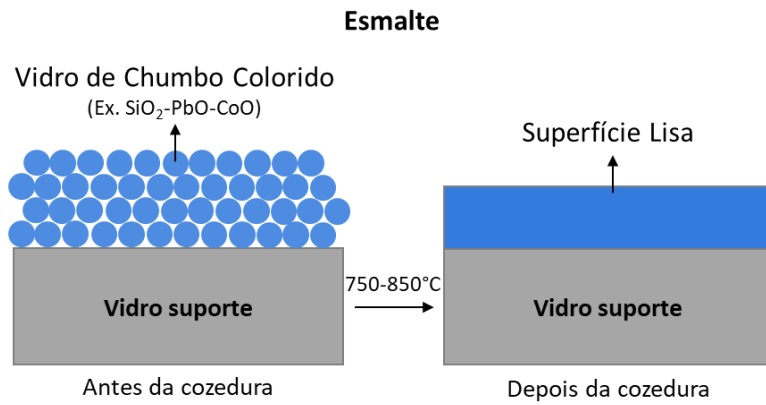


Figura II – Esquema de seção transversal de um esmalte.

ANEXO II – Literatura histórica consultada para a recolha das receitas.

Tabela I – Literatura consultada para a recolha das receitas de *sanguine*. Os documentos nos quais foram identificadas receitas de *sanguine* encontram-se a sombreado e a letra atribuída a cada autor das receitas pretende facilitar a identificação dos autores em referências apresentadas ao longo deste estudo.

| Letra | Autor (es) das Receitas | | | Literatura Consultada | | | | |
|------------|--|------------------|--------|--------------------------|---|------|--------|------|
| | Autor (es) | Data | Idioma | Autor (es) | Título | Data | Idioma | Ref. |
| | A. de Pisa | 1395 | IT | A. de Pisa | <i>Vetrate Arte e Restauro: Dal trattato di Antonio da Pisa alle nuove tecnologie di restauro</i> | 1991 | IT | [49] |
| A | B. Ubriachi | Séc. XIV | IT | G. Milanesi | <i>Dell' Arte del Vetro per Musaico: Tre Trattatelli dei secoli XIV e XV</i> | 1864 | IT | [16] |
| | | | | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| B | Anónimo | 1443 | IT | G. Milanesi | <i>Dell' Arte del Vetro per Musaico: Tre Trattatelli dei secoli XIV e XV</i> | 1864 | IT | [16] |
| | | | | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| | Bolognese Manuscript | 1400-50 | IT | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| | Marciana Manuscript | 1503-27 | IT | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| C | Montpellier | 1536 | IT | L. Zecchin | <i>Vetro e Vetrai di Murano</i> | 1987 | IT | [24] |
| | | | | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| D | Anónimo | Ca. 1560 | IT | C. Moretti e T. Toninato | <i>Ricettario vetrario del Rinascimento: Trascrizione da un manoscritto anonimo veneziano.</i> | 2001 | IT | [18] |
| | | | | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| | Paduan Manuscript | Séc.XVII | IT | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| E | A. Neri | 1612 | IT | A. Neri | <i>L'Arte Vetraria</i> | 1612 | IT | [19] |
| | | | | M. Cable | <i>The Art of Glass by Christopher Merret (1662)</i> | 2006 | EN | [25] |
| | | | | J. Kunckel | <i>Ars vitraria experimentalis</i> | 1679 | GR | [26] |
| | | | | H. Blancourt | <i>De l'Art de la Verrerie</i> | 1697 | FR | [27] |
| | | | | B. D'Holbach | <i>Art de la Verrerie de Neri, Merret et Kunckel</i> | 1752 | FR | [28] |
| | | | | P. Engle | <i>L'Arte Vetraria: The Art of Glass</i> | 1959 | EN | [29] |
| | | | | F. Abbri | <i>Antonio Neri: L'Arte Vetraria</i> | 2001 | IT | [30] |
| C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] | | | | |
| | Brussels Manuscript | 1635 | FR | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| F | G. Darduin | 1644 | IT | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| G | G. Brunoro | 1645 | IT | C. Moretti | <i>La Pratica Chimica dei Vetrai del Rinascimento - La preparazione delle materie prime.</i> | 2012 | IT | [17] |
| H | A. Félibien | 1676 | FR | A. Félibien | <i>Des principes de l'Architecture</i> | 1676 | FR | [20] |
| | | | | P. Le Vieil | <i>L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie</i> | 1774 | FR | [21] |
| I | J. Kunckel | 1679 | GR | J. Kunckel | <i>Ars vitraria experimentalis</i> | 2013 | GR | [51] |
| | | | | B. D'Holbach | <i>Art de la Verrerie de Neri, Merret et Kunckel</i> | 1752 | FR | [28] |
| J | H. Blancourt | 1697 | FR | P. Le Vieil | <i>L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie</i> | 1774 | FR | [21] |
| | | | | H. Blancourt | <i>De l'Art de la Verrerie</i> | 1697 | FR | [27] |
| | Volpato Manuscript | Séc.XVII e XVIII | IT | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| | Extracts Manuscript | Séc.XVIII | IT | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| K | R. Dossie | 1758 | EN | R. Dossie | <i>The Handmaid to the Arts</i> | 1758 | EN | [32] |
| L | F. Maurice & Antoine | – | FR | P. Le Vieil | <i>L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie</i> | 1774 | FR | [21] |
| M | P. Le Vieil | 1774 | FR | P. Le Vieil | <i>L'Art de la Peinture sur Verre e de Vitrierie</i> | 1774 | FR | [21] |
| | Extracts Dissertation | 1812 | EN | M. Merrifield | <i>Original Treatises on the Arts of Painting</i> | 1849 | EN | [50] |
| N | G. Bontemps | 1868 | FR | G. Bontemps | <i>Guide du Verrier</i> | 1868 | FR | [33] |
| | | | | M. Cable | <i>Bontemps on Glass Making: The Guide du Verrier of Georges Bontemps</i> | 2008 | EN | [34] |

ANEXO III – Tradução dos nomes dos ingredientes para linguagem química.

Tabela II – Ingredientes presentes na literatura histórica e linguagem química correspondente, de acordo com as fontes consultadas.

| Ingredientes | | Referências |
|----------------------------|--|---|
| Nome atribuído | Sugestão química | |
| Piaste di ferro | Fe ⁰ ou Fe ₃ O ₄ | Referido por Milanese (1864) |
| Limatura di ferro | | Referido por Milanese (1864) |
| Pailles de fer | | Schalm (2000) |
| Écailles de fer | | Schalm (2000) |
| Iron filings | | Engle (1959); Dossie (1758) |
| Limatura di cal | Fe ₃ C | Moretti (2012) |
| Limatura d'acciaio / azzal | | Moretti (2012) |
| Haematite | Fe ₂ O ₃ natural | Schalm (2000) |
| Sanguine | | Schalm (2000) |
| Caput mortum | Fe ₂ O ₃ sintetizado | Schalm (2000) |
| Saffran de Mars calciné | | Holbach (1752) |
| Crocus Martis | | Referido por Neri (1612), Moretti (2012) |
| Rouille de fer | | Holbach (1752) |
| Nitrate de fer calciné | | Bontemps (1868) |
| Ferrugine | Fe ₂ O ₃ · nH ₂ O (representação genérica) | Zecchin (1987), Moretti (2012) |
| Eisen-Rost | | Kunckel (1679) |
| Harderic | FeOOH | Minério de Ferro – Félibien (1676); Schalm (2000) |
| Ferret d'Espagne | | Minério de Ferro – Félibien (1676); Schalm (2000) |
| Ferric Nitrate | Fe(NO ₃) ₃ | Referido por Cable (2008) |
| Couperose | FeSO ₄ · 7H ₂ O | Schalm (2000) |
| Vitriol vert / romano | | Schalm (2000), Karpenko (2002); Moretti (2012) |
| Crayon rouge | Al ₂ O ₃ – SiO ₂ – Fe ₂ O ₃ | Schalm (2000) |
| Aceto forte | CH ₃ COOH | Referido por Milanese (1864) |
| Aceto distillato | | Referido por Moretti (2012) |
| Vinegar | | Referido por Dossie (1758) |
| Vetriolo | H ₂ SO ₄ | Referido por Milanese (1864); Moretti (2012) |
| (Huile de) vitriol | | Schalm (2000); Karpenko (2002) |
| Acqua forte | HNO ₃ | Referido por Milanese (1864); Engle (1959) |
| Sale nitrico | | Referido por Milanese (1864) |
| Salpêtre | KNO ₃ | Referido por Félibien (1676) |
| Salnitro | | Moretti (2012) |
| Lume di piuma | KSO ₄ / Fe ₂ SO ₄ | Moretti (2012) |
| Sale ammoniaco | NH ₄ Cl | Schalm (2000); Karpenko (2002) |
| Sal comune | NaCl | Zecchin (1987); Moretti (2012); Karpenko (2002) |
| Solfere | S | Zecchin (1987); Moretti (2012) |
| Zolfo | | Referido por Moretti (2012) |
| Solfo | | Referido por Milanese (1864), Moretti (2012) |
| Rocaille | nPbO · nSiO ₂ | Schalm (2000) |
| Flux | | Schalm (2000) |
| Fondant | | Schalm (2000); Bontemps (1868) |
| Verre d'antimoine | Sb ₂ S ₃ -Sb ₂ O ₃ mistura | Schalm (2000) |
| Verre d'plomb | | Referido por Holbach (1752), Le Vieil (1774) |
| (Holländischen) Glas | SiO ₂ - ? | Referido por Kunckel (1679) |
| Litharge | PbO | Referido por Holbach (1752) |
| Litharge d'argent | | Schalm (2000) |
| Litharge d'or | | Schalm (2000) |
| Mine de plomb | Pb ₃ O ₄ | Referido por Le Vieil (1774) |
| Étain de glace | Bi | Schalm (2000) |
| Bismuth | | Schalm (2000) |
| Antimoine | Sb | Schalm (2000) |
| Alte Munk | ? | Referido por Kunckel (1679) |
| Monnoie | | Le Vieil (1774) |
| (Gomme) arabique | Polissacarídeo | Schalm (2000) |
| Huile d'Aspic | Óleo vegetal (Óleo de lavanda) | Referido por Félibien (1676) |
| Essence | Terpeno (Terebentina) | Referido por Bontemps (1868) |
| Turpentine | | Cable (2008) |

ANEXO IV – Receitas de *Sanguine* selecionadas

Tabela III – Transcrição das 10 receitas selecionadas, de acordo com a fonte mais antiga consultada, e respectivas traduções. As traduções para português foram redigidas pelo autor.

| Letra | Autor(es) | Numeração | | Receitas encontradas | Pág. | Ref. |
|-------|-----------------------|-----------|----------|---|------|------|
| | | Atribuída | Original | | | |
| C | Montpellier (1536) | 3 | 58 | <p><u>Transcrição de L. Zecchin (1987) e C. Moretti (2012):</u> 58. <i>A far ferugene di ferro pavonazo</i> <i>Piglia il ferugine pesto et metilo in sal comune per lb. 30, e solfere metà; poi meseda ogni cosa insieme et impastelo con aceto, et fa pane. Et meti questo pane in tanto foco che stia rosso, per 8 over X giorni; et quanto più starà sarà meglio.</i></p> | 258 | [24] |
| | | | | <p><u>Tradução para Português:</u> 58. <i>Fazer ferrugem de ferro corado</i> <i>Pega em ferrugem e mete em 30 libras de sal comum, e metade de enxofre; depois mistura tudo junto e empasta com vinagre, e faz pão. E mete este pão em tal fogo que é vermelho, por 8 a 10 dias; e quanto mais será melhor.</i></p> | - | - |
| | | | | <p><u>Transcrição de C. Moretti e T. Toninato (2001):</u> XCV. <i>A fare il Crocum ferri che viene utilizzato negli smalti.</i> <i>Prendi della limatura di ferro ben lavata e mettila tra due mattoni nel forno da mattoni per 8 giorni, diventerà rossa come sangue. Falla bollire in aceto distillato, quindi concentra e porta a secco; rimarrà il croco di ferro bellissimo.</i></p> | 96 | [18] |
| D | Anónimo (ca. 1560) | 2 | 95 | <p><u>Transcrição de C. Moretti (2012):</u> 95 - <i>A far il Croco ferro che intra nelli smalti.</i> <i>Recipe Limatura de ferro ben lavata e meti dentro a dui matoni in fornace de matoni per 8 giorni e sarà rossa come sangue, fala bolir in aceto destilato. Poi disseca overo destilla e rimarra il croco ferro bellissimo.</i></p> | 6 | [17] |
| | | | | <p><u>Tradução para Português:</u> 95 – <i>Fazer Crocum ferri que é utilizado no esmalte.</i> <i>Pega em limalha de ferro bem lavada e mete entre dois tijolos num forno de tijolos durante 8 dias, sairá vermelha como sangue. Fá-la ferver em vinagre destilado. Depois, concentra ou destila e restará um croco ferro bellissimo.</i></p> | - | - |
| | | | | | | |

| | | | | | | |
|---|-------------------|---|----|--|----|------|
| E | A. Neri (1612) | 2 | 17 | <p>A fare Croco di Marte in altra maniera. Cap. 17. (...) <i>Habbi limatura di ferro, potendo havere di acciaio à meglio, questa si mescoli bene in tegame di terra, con aceto forte, cioè si irrori solamente tanto, che sia inhumidita per tutto, poi distesa in detto tegame, si tenga al sole, che si asciughi & non essendo il sole scoperto, si lasci così all'aria, che come è secca, all'hora si torni a pestare che sarà alquanto ammassata & con nuovo aceto si irrori, & inhumidisca, & si torni à seccare; & polverizzare, come sopra; questa opera si reiteri per otto volte, or si macini, & passi per staccio fitto; che farà una polvere sottilissima en colore di matton pesto, questa si serbi in vaso ben serrato per uso de i colori de i vetri.</i></p> | 17 | [19] |
| | | | | <p>Transcrição de Brunoro (1645): 7 - A far il crocho di marte. <i>Abbi limatura di ferro, potindo haver d'acciale es meglio questa si miscoli in tegame di terra con aceto forte, cioè si arrossi solamente tanto che sia tutto umido, poi si metti al solle che si asciughi et non essendo solle scoperto si tenghi all'aria, et asciuto che sarà, si pesti ben minutta, e con novo aceto, s'arrossi novamente, et farai questa regola otto volte, poi si macini, e si lissera' in un vaso turato sino a tuoi bisogni.</i></p> | 49 | [30] |
| | | | | <p>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752): Chapitre XVII. Autre manière de faire le Saffran de Mars. (...) <i>Prenez de la limaille de fer ou d'acier qui est meilleure ; vous la mettrez dans un pot de terre & l'humecterez avec du fort vinagre, jusqu'à ce que toute la massa soit mouillée ; étendez-la ensuite & exposez-la au Soleil, pour qu'elle se seche, ou au défaut de Soleil, laissez-la à air. Après qu'elle sera sèche, broyez-la, parce qu'elle se met en grumeaux, & arrosez-la de nouveau avec du vinaigre. Faites sécher comme auparavant ; réitérez cette opération jusqu'à huit fois, & après pilez cette matière; passez la par un tamis serré, vous aurez une poudre très-fine, semblable à de la brique pillée, qu'il faudra conserver dans un vase bien bouché pour colorer les verres.</i></p> | 5 | [17] |
| | | | | <p>Tradução para Inglês de P. Engle (1959): 17. To Make Crocus Martis in Another Manner. (...) <i>Obtain some iron filings, although steel is better if you are able to get it. Mix it well in an earthenware oven-pan with strong vinegar, which is sprinkled only until it is moist throughout. Now spread it out in the pans, and put it in the sun to bake. When the sun is clouded, leave it in the open air to dry. Now turn it into powder. If it leaves any hard lumps, sprinkle and moisten them with new vinegar, leave it to dry again and then pulverize, as above. This work should be repeated eight times, then grind and sift it through a fine sieve, which will make a very fine powder the color of brick dust. Store this in well-sealed vessels for use in the coloring of glass.</i></p> | 6 | [17] |

| | | | | |
|---|----|---|----|------|
| | | <p><u>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006):</u> Chap.XVII. The second way to make Crocus Martis. <i>(...) Take filings of iron (steel is better) mix them well in earthen pans with strong vinegar, onely sprinkling them so much they may be wet thorowout, spread them in pans, and set them in the sun till they be dry, or in the open air when the sun is cloudy. When dry, powder them, if they be any whit in lumps, sprinkle them with new vinegar, then dry and powder them as before, repeat this work 8 times, then grind and serce them fine, and you have a most fine powder of the colour of brick powdred, which keep in vessels to colour glass.</i></p> | 90 | [25] |
| | | <p><u>Tradução para Português:</u> 17. Fazer Croco di Marte de outra maneira. <i>(...) Pegue em limalhas de ferro, podendo haver de aço é melhor, misture bem numa taça de barro, com vinagre forte, apenas humedecendo, mas se humedece por todo, em seguida, dentro dessa taça, deve ser posto ao sol que seca, não sendo sol descoberto deixe-o ao ar que seca, agora se torna em pó que será acumulado e com um novo vinagre se humedece e se torna a secar e a pulverizar como acima; este trabalho é repetido por oito vezes, ou é moído, e passa por uma peneira fina, que fará uma poeira finíssima em cor de tijolo partido, esta deve ser mantida num recipiente bem fechado para usar a cor em vidro.</i></p> | - | - |
| 4 | 19 | <p><i>A fare il Croco di Marte in altra maniera.</i> Cap. 19. <i>(...) & per far questo solvasi adunque in acqua forte, fatta regis con sale ammoniaco al solito, come si dirà nelle regole del calcidonio, limatura di ferro, o vero acciaio che è meglio, in vaso di vetro ben serrato, si tenga per tre giorni, & ogni giorno si agiti bene: però si avverta quando si mette la limatura sopra dett' acqua di fare pianamente perché gonfia assai, & porteria pericolo di far crepare il vetro, o vero di vomitare tutta fuori, però si vadia cauto nel metterla: in capo di tre giorni si svapori l'acqua a fuoco lento, che nel fondo sarà un croco di Marte nobilissimo per le tinture di vetri stupendamente, quale si serbi per il suo uso.</i></p> | 18 | [19] |
| | | <p><i>(...) & per far questo solvasi adunque in acqua forte, fatta regis con sale ammoniaco al solito, come si dirà nelle regole del calcidonio, limatura di ferro, o vero acciaio che è meglio, in vaso di vetro ben serrato, si tenga per tre giorni, & ogni giorno si agiti bene: però si avverta quando si mette la limatura sopra dett' acqua di fare pianamente perché gonfia assai, & porteria pericolo di far crepare il vetro, o vero di vomitare tutta fuori, però si vadia cauto nel metterla: in capo di tre giorni si svapori l'acqua a fuoco lento, che nel fondo sarà un croco di Marte nobilissimo per le tinture di vetri stupendamente, quale si serbi per il suo uso.</i></p> | 50 | [30] |
| | | <p><i>(...) & per far questo solvasi adunque in acqua forte, fatta regis con sale ammoniaco al solito, come si dirà nelle regole del calcidonio, limatura di ferro, o vero acciaio che è meglio, in vaso di vetro ben serrato, si tenga per tre giorni, & ogni giorno si agiti bene: però si avverta quando si mette la limatura sopra dett' acqua di fare pianamente perché gonfia assai, & porteria pericolo di far crepare il vetro, o vero di vomitare tutta fuori, però si vadia cauto nel metterla: in capo di tre giorni si svapori l'acqua a fuoco lento, che nel fondo sarà un croco di Marte nobilissimo per le tinture di vetri stupendamente, quale si serbi per il suo uso.</i></p> | 6 | [17] |
| | | <p><u>Transcrição de Brunoro (1645):</u> 10 - A far il crocco martis che è meglio d'ogn'altro. <i>Pigliasi un'ampola di vetro e si meti dentro aqua forte fatta regis con salle armoniaco, et poi si metti limature d'acciaio, a poco a poco, perchè è pericolo che l'ampola non creppi, poi si turi il buco di detta ampola, esi lassi per tre giorni, aggitandola ogni sei hore una volta, acciò la polvere s'incorpori bene et in capo di detto tempo si vapori l'acqua a foco lento, che nel fondo sarà un crocho martis nobilissimo et sicuro.</i></p> | 6 | [17] |

| | | | | |
|--|--|---|----|------|
| | | <p><u>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752):</u> Chapitre XIX. Autre manière de faire le Saffran de Mars. <i>(...) On dissoudra dans de l'eau régale, faite avec du sel ammoniac, comme il sera dit plus loin, en parlant de la calcédoine, de la limaille de fer ou d'acier, dans un matras de verre bien bouché ; on l'y laissera pendant trois jours, en remuant tous les jours le mélange, & observant de mettre la limaille petit à petit ; car elle se gonfle considérablement, & à moins qu'on ne s'y prenne avec précaution, le matras court risque de se briser, & le mélange d'être répandu. Au bout des trois jours, on sera évaporé l'eau à un feu doux ; & on trouvera au fond du vase un très-beau Saffran de Mars, qui donnera une couleur merveilleuse au verre.</i></p> | 73 | [28] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de P. Engle (1959):</u> 19. To Make Crocus Martis in Another Manner. <i>(...) To make this you should therefore dissolve filings of iron, or steel which is even better, in nitric acid made into aqua regis with ammoniac salt [ammonium chloride] as per usual – which will be described in the recipe for chalcedony. Keep it for 3 days in a well -sealed glass vessel, and every day agitate it well. But be careful and put the filings into the acid slowly, because it will swell quite a bit and could violently erupt or put the glass in danger of cracking, so exercise caution in adding it. At the end of 3 days evaporate the water over a slow fire, and in the bottom, it will leave the noblest crocus martis for pigments of the most wonderful glasses, which you should then store for use.</i></p> | 35 | [29] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006):</u> Chap.XIX. A fourth way to make Crocus Martis. <i>(...) & to make this, dissolve in Aqua-fortis made Aqua-regis, with Sal Armoniack (as shall be said in our rules of Calcidony) filings of Iron or steel in a glass vessel well closed, keep them so 3 days, & every day stir them well. Observe, when the said water in put upon the filings, that it be done leasurly, & warily because it riseth much, and endangereth the braking of the glass, or else all to run out: at the end of 3 days let the water gently evaporated away, and in the bottom will be found a most noble Crocus Martis for the most stupendious tinctures of glasses, which keep for use.</i></p> | 92 | [25] |
| | | <p><u>Tradução para Português:</u> 19. Fazer o Croco di Marte de outra maneira. <i>Para o fazer, dissolve em água forte feita régia com sal amoniaco, como é dito na receita de calcedônio, limalha de ferro, havendo aço é melhor, num frasco bem fechado, e mantenha por três dias, e a cada dia agitar bem: mas se adverte que quando se coloca a limalha na água deve fazer-se delicadamente porque incha muito, e pode haver o perigo de quebrar o vidro, ou de sair tudo fora, pelo que se deve ter cautela ao coloca-la: ao fim de três dias se evapora a água em fogo lento, e no fundo restará um croco di Marte muito nobre para a pintura de vidro, que serve para o seu uso.</i></p> | - | - |

| | | | | | | |
|---|----------------------|---|----|--|-----|------|
| I | J. Kunckel (1679) | 1 | 43 | <p>XLIII. Andere Manieren /roth Loth zu machen. (...) <i>c) Kupfer-roth und Jettglaß / jedes gleich viel / Röthelstein den vierdten Theil darunter gerieben / und verfahren wie oben gesagt.</i></p> | 353 | [51] |
| | | | | <p><u>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752):</u> XLIII. Autres manières de faire une couleur fondante rouge. (...) <i>c) Ou De couperose & de grains de rocaille égales quantités ; y mêler en broyant un quart de crayon rouge ; du reste procéder comme ci-devant.</i></p> | 358 | [28] |
| | | | | <p><u>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774):</u> <i>Couleur rouge.</i> (...) <i>c) Ou une partie de couperose, une égale partie de grains de rocaille, un quart de crayon rouge, & mêlez en broyant ;</i></p> | 107 | [21] |
| | | | | <p><u>Tradução para Português:</u> 43. Outras maneiras de fazer vermelho. <i>c) Couperose e vidro de chumbo, em iguais quantidades; juntar e moer um quarto de lápis vermelho, e proceder como indicado acima.</i></p> | - | - |
| | | 3 | 51 | <p>LI. Fin feines rothes Glaß zum Mahlen. <i>Nimm Antimonium 3. Pfund / Silber Glett 3. Pfund / Eisen-Rost 1. Pfund / aufs allerkleinste gerieben / und damit gemahlt.</i></p> | 395 | [51] |
| | | | | <p><u>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752):</u> LI. Belle couverte rouge. <i>Prenez trois livres d'antimoine, trois livres de litharge, une livre de rouille de fer ; broyez ces matieres avec toute l'exactitude possible, & servez-vous en pour peindre.</i></p> | 425 | [28] |
| | | | | <p><u>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774):</u> <i>Prenez, dit Kunckel, dans la premiere de ses trois recettes ci-dessus annoncées, trois livres d'antimoine, trois livres de litharge & une livre de roille de fer : broyez ces matieres avec toute l'exactitude possible, & servez-vous-en pour peindre.</i></p> | 125 | [21] |

| | | | | | |
|---|--|---|--|-----|------|
| | | | <p>Tradução para Português: <i>51. Vidro vermelho fino moído. Pegue 3 libras de antimônio, 3 libras de óxido de chumbo, 1 libra de ferrugem de ferro: moer muito pequeno e pintar.</i></p> | - | - |
| L | Maurice & Antoine (Séc. XVII / XVIII) | 1 | <p>Transcrição de P. Le Vieil (1774): <i>Carnation des frères Maurice & Antoine.</i> <i>(...) Prenez une once de pailles ou écailles de fer, deux onces de rocaille, une demi-once de litharge d'or, autant d'étain de glace ou bismuth, & le quart d'une once de gomme d'Arabie très-seche que l'on fait fondre à part. Pesez ensuite autant de sanguine que le tout ; mettez la sanguine à part ; commencez par piler toutes les autres substances séparées l'une de l'autre, & la sanguine ensuite, que vous aurez choisie entre la plus douce & la plus haute en couleur ; pilez-la bien menue. Il fera bon que vous ayez fait provision d'eau de pluie, comme étant la plus légère, quoiqu'à son défaut celle de riviere pût servir. Vous recevrez cette eau de pluie dans un pot de terre. Lorsqu'elle aura déposé sa saleté vers le fond, & qu'elle vous paroitra bien nette & bien claire, vous la verserez par inclination dans une bouteille que vous aurez soin de bien boucher, pour qu'elle se garde long-temps. Faites fondre votre gomme dans une juste quantité de cette eau, moins que plus, parce qu'il faudra qu'après avoir broyé le tout, comme nous dirons, la dose de gomme fondue entre toute entière dans la composition. Pendant que la gomme fondra, mêlez votre première composition : prenez-en lorsqu'elle sera mêlée, peu à chaque fois, & la broyez sur la platine de cuivre rouge avec la molette d'acier. C'est assez de broyer alors à moitié cette première composition avec l'eau de pluie : après quoi, vous prendrez autant de sanguine à vue d'œil que vous avez pris de la première composition, & vous broierez bien le tout ensemble le plus sèchement qu'il vous sera possible. Mettez chaque broyée dans une écuelle ou tasse de fayence. Tâchez de ne point toucher cette couleur, en la ramassant de dessus la platine avec les doigts, parce que la graisse qu'ils contractent pour-roit la faire tourner. Quand le tout sera bien broyé, avez un verre de cristal le plus grand que vous pourrez : versez ensuite un peu de votre eau de gomme dans le vaisseau où est votre couleur. Détrempez-la peu-à-peu avec une cuiller. Ayez un petit bâton au bout duquel il y ait un petit linge lié avec du fil, pour aider à mieux détremper la couleur jusqu'à ce qu'elle soit réduite à la consistance d'une bouillie cuite, mais un peu claire. S'il arrivoit que vous n'eussiez point assez d'eau de gomme pour détremper votre couleur, ajoutez-y de l'eau claire de votre carnation ne soit trop claire ou trop épaisse. Lorsqu'elle sera ainsi bien détrempée, vous la verserez dans le verre, & vous l'y remuerez encore quelque peu avec le petit bâton ci-dessus. Vous l'exposerez ensuite dans un endroit où le soleil donne depuis le matin jusqu'au soir, & vous la couvriez d'un morceau de verre commun, ayant soin tous les matins & soirs d'essuyer avec un linge l'humidité que auroit pu s'y attacher, & étant d'ébranler le verre. Pour obvier à cet inconvénient, faites un</i></p> | 127 | [21] |

couvercle en forme de chapiteau, composé de quatre pieces de verre collées ensemble ou jointes avec plomb, de façon que ce couvercle soit plus large de trois ou quatre lignes que le verre dans lequel est la carnation. Ce couvercle sera soutenu à deux pouces au-dessus de la hauteur du verre, par trois fourchettes de bois, sur lesquelles il posera, qui seront plantées sur un fond de terre glaise, ainsi que la patte du verre, afin que le vent ne puisse rien renverser, ni brouiller, observant toujours de le couvrir avec un morceau de verre.

Vous laisserez ce verre, qui contient la couleur, exposé au soleil, sans y toucher, pendant trois jours & trois nuits, ou même pendant quatre ou cinq jours, supposé qu'il n'eût pas fait un beau soleil. Mais ne laissez pas plus longtemps ; car les drogues qui doivent donner la carnation, tomberoient entièrement au fond du verre, parce que c'est le propre de la sanguine & de la rocaille, de faire ternir la couleur qui en fait la substance ; la litharge & l'étain de glace ne pouvant tout au plus servir qu'à lui donner de l'éclat.

A bout de deux jours, vous prendrez garde si la couleur s'attache autour du verre en forme de cercle rouge. Si cela est ainsi, vous pourrez présumer que votre couleur sera bonne.

Après les trois ou cinq jours expirés, vous retirez votre verre doucement sans l'ébranler, puis verserez doucement par inclination la substance, c'est-à-dire, le dessus de la couleur qui est le plus vif, dans une tasse de fayence.

Lorsqu'après avoir décanté la partie la plus claire de la couleur, ce qui en reste commence à paroître noirâtre & moins vif que le dessus, vous cesserez de le verser dans la premiere tasse, mais dans une autre qui sera préparée pour sécher au soleil. Vous la laisserez néanmoins pencher un peu de côté, afin que s'il vous paroît encore quelque peu de la substance rouge qui soit bien vif, vous puissiez la verser doucement sur la premiere tasse, après l'avoir laissé reposer pendant six ou sept heures. Vous en mettez sécher au soleil le résidu, & cette couleur vous servira à faire de la couleur de chair, en l'employant toute pure, & de la couleur de bois, en y alliant tant soit peu de noir. Quant à votre substance de carnation, vous la mettez à l'ombre, couverte d'un morceau de verre.

Ayez ensuite un petit gobelet de verre ou de fayence d'un pouce & demi de hauteur ou environ, que vous mettez au même endroit qu'étoit votre verre au soleil.

Prenez alors de la substance de carnation avec une cuiller bien nette ; versez-la dans le petit gobelet ; faites-la sécher au soleil. Quand elle sera seche, vous en verserez d'autre par-dessus, & ainsi jusqu'à la fin.

Il faut toujours prendre avec la cuiller le dessus de la couleur. Quand vous approcherez de la fin, si de fond est noir, ne le mêlez pas avec la bonne. Toute la couleur étant séchée, vous mettez le verre qui la contient, séchement & proprement à l'abri de la poussière, pour vous en servir dans le besoin.

Si après avoir vuidé dans la tasse la substance de carnation, vous aperceviez encore de la couleur vive dans le verre où elle s'étoit faite, reversez bien doucement dans ce verre un peu de la substance de carnation, puis la remuez légèrement, en tournant, pour faire détremper ce qui seroit resté de couleur vive & qui se seroit rassis.

Lorsque vous vous apercevrez qu'il sera détrempé, vous cesserez de remuer, & vous le verserez sur la bonne carnation.

Vous vuiderez ensuite le fond du verre pour le faire sécher tel qu'il est ; c'est ce qu'on appelle fondrilles de carnation.

Tradução para Português:

Carnação dos monges Maurice & Antoine.

(...). Pegue uma onça de palhas ou limalhas de ferro, duas onças de vidro de chumbo, meia onça de óxido de chumbo, outro tanto de estanho ou bismuto, e um quarto de uma onça de goma Arábica muito seca que é dissolvida à parte. Em seguida, pesar tanto hematite quanto o todo; colocar a hematite à parte; começar por moer todas as outras substâncias separadas umas das outras, e a sanguínea depois, que você escolheu entre os mais macios e mais coloridos; moa bem pequeno.

Será bom que você faça a previsão da água da chuva, que é mais leve, apesar que na sua ausência a água do rio poderá servir. Você deve receber a água da chuva em um pote de barro. Quando se depositar a sujidade no fundo, e parecer bem nítida e muito clara, você deve verter por inclinação para uma garrafa você vai cuidar, para que se mantenha por mais tempo. Dissolva a goma em uma boa quantidade desta água, menos que mais, porque vai ser moída depois de tudo, como é dito, a dose de goma funde entre toda a composição.

Enquanto a goma dissolve, misture a sua primeira composição: vá misturando, um pouco de cada vez, e moendo sobre a placa de cobre vermelho com a roda de aço. É o suficiente para moer metade desta primeira composição com água da chuva: após a qual você terá tanto sanguínea à vista como o que você pegou na primeira composição, e moa bem tudo junto o mais bruscamente possivelmente. Colocar o que foi moído numa taça ou copo de Faiança. Tente não tocar esta cor, pegando a camada superior com os dedos, porque a gordura irá unir-se e fará mover-se.

Quando tudo estiver bem moído, pegue num vidro de cristal bem grande para que possa, em seguida, despejar um pouco da sua água de goma no reservatório onde está a sua cor. Misturar a pouco e pouco com uma colher. Pegue um pequeno bastão após o qual haja um pequeno pano amarrado com arame, para ajudar a absorver melhor a cor até que seja reduzida a uma consistência de pasta cozida, mas um pouco mais clara. Caso não tenha água de goma suficiente para absorver a sua cor, adicione um pouco de água limpa à sua carnação para não ser demasiado clara nem demasiado espessa.

Quando ele estiver bem encharcado, você deve verte-lo num vidro, e deve ainda empurrá-lo um pouco com o pequeno bastão referido acima. Você deve expô-la num lugar onde o sol brilhe de manhã à noite, e cobrir a peça de vidro comum, tendo o cuidado de todas as manhãs e à noite, limpar com um pano humedecido que pode anexar a ele, e agitar o vidro. Para evitar este inconveniente, faz-se uma tampa em forma de tenda, que consiste em quatro peças de vidro coladas umas às outras ou unidas com chumbo de modo a que esta cobertura seja mais larga, três ou quatro linhas, que o vidro sobre o qual está a carnação. Esta cobertura deve ser suportada a duas polegadas acima da altura do vidro, com três faixas de madeira, sobre a qual ele está pousado, que serão

plantadas num fundo de barro, para que a perna do vidro não possa ser derrubada com o vento, nem por ele possa passar, lembrando todos os dias de cobrir com um pedaço de vidro.

Você deve deixar esse vidro, que contém a cor, ensolarado, sem ser perturbado por três dias e três noites, ou mesmo quatro ou cinco dias, supondo que não faça um belo sol. Mas não deixe por mais tempo; porque os compostos que devem dar a carnação, caem inteiramente no fundo do vidro, porque é característico da sanguínea e do rocaille, para manter a cor que faz com que a substância; óxido de chumbo e bismuto apenas possam, no máximo, servir para dar brilho. No final de dois dias, você pode observar se a cor se fixou ao redor do vidro em forma de círculo vermelho. Se estiver assim, poderá presumir que a sua cor será boa.

Após os três a cinco dias expirados, você deve retirar o seu vidro suavemente sem agitar, em seguida despejar lentamente a substância por inclinação, isto é, o topo da cor, que é mais intensa sobre uma taça de Faiança.

Se depois de ter decantado a parte mais clara da cor, começar a aparecer o restante mais enegrecido e menos brilhante que o topo, você deve parar de despejar sobre a primeira taça, mas sobre uma outra que esteja preparada para secar ao sol. Deixe-o continuamente inclinar-se um pouco para o lado, assim se lhe parecer ainda um pouco de substância vermelha que seja muito forte, você poderá derrama-la delicadamente para a primeira taça, depois de ter sido deixada em repouso durante seis ou sete horas. Você colocar o resíduo a secar ao sol, e esta cor irá servir-lhe para fazer a cor de cabelo, e empregando toda pura, a cor da madeira, combinando-a com um pouco de preto.

Quanto à sua substância de carnação, coloque-a à sombra, coberta com um pedaço de vidro.

Tenha um pequeno copo de vidro ou de faiança de uma polegada e meia de altura ou mais, para que possa colocar no mesmo lugar que esteve o seu vidro ao sol. Em seguida, pegue na substância de carnação com uma colher bem limpa; coloque-a no copo pequeno; fá-la secar ao sol. Quando estiver seca, você deve verter como dito acima, e assim até ao final.

Pegue sempre com a colher a parte superior da cor. Ao se aproximar do final, se o fundo é escuro, não o misture com o bom. Toda a cor é seca, colocada num vidro que a contenha, secamente e livre de poeiras, para que você a possa usar quando necessário.

Se depois de esvaziar a taça da substância de carnação, se aperceber novamente de uma cor viva sobre o vidro onde foi produzido, derrame-a suavemente sobre o vidro um pouco de substância de carnação, depois misture-a delicadamente, girando, para suavizar o que teria permanecido de cor viva e que desperdiçado.

Assim que se aperceber que será encharcado, deve parar de mexer, e verte-lo sobre a boa carnação. Em seguida, deve esvaziar o fundo do vidro para fazer secar aquilo que é chamado de sedimentos de carnação.

| | | | | | | |
|---|--------------------------|---|---|--|-----|------|
| M | P. Le Vieil (1774) | 1 | - | <p><i>Selon mes secrets de famille, prenez deux gros de rocaille jaune, un gros de pailles ou écailles de fer, un gros de litharge d'or, un gros de gomme arabique, & autant pesant de sanguine que le tout. Pilez tout ces matieres dans un mortier de bronze, & les broyez ensuite sur une platine de cuivre. Quand le tout sera suffisamment broyé, c'est-à-dire, réduit à une consistance plus dure que molle, levez votre couleur de dessus la platine, & la mettez dans un verre de fougere. Délayez-y le tout avec de l'eau bien claire, puis laissez reposer la liqueur pendant trois jours consécutifs. Vous verserez ensuite lentement ce qui en surnagera sur une boubine cruse ; & vous le mettez sécher au soleil, en le couvrant de maniere que la poussiere ne le puisse gâter.</i></p> | 126 | [21] |
| | | | | <p>Tradução para Português: <i>De acordo com os meus segredos de família, pegue em duas partes de vidro de chumbo amarelo, uma parte de palhas ou limalhas de ferro, uma parte de óxido de chumbo, uma parte de goma arábica, e pesando tanto de sanguine como o todo. Moer todas as matérias num almofariz de bronze, e depois moer sobre uma placa de cobre. Quando tudo estiver suficientemente moído, como é dito, reduzido a uma consistência mais dura que macia, pegue na cor encima da placa e coloque-a dentro de um copo de vidro. Agitar tudo com água bem clara, deixe repousar o líquido durante 3 dias consecutivos. Em seguida, despeje lentamente em que flutuará sobre uma boubine cruse; e ponha a secar ao sol, cobrindo de maneira que a poeira não possa estragar.</i></p> | - | - |
| N | G. Bontemps (1868) | 1 | - | <p>Rouge...<i>pour la peinture sur verre et surtout pour vitraux, c'est le rouge chair. Nous l'obtenons par le mélange de:</i> <i>Sanguine, que l'on doit choisir de la plus belle teinte</i> 2 parties. <i>Fondant A</i> 7 parties. <i>Dont on opère le mélange et le broyage, mais sans les fondre ; plus cet émail est broyé fin, plus il est beau ; on conçoit, du reste, que pour les parties de chair qui doivent être le moins teintées, on atténue la couleur en étendant la couche avec le pinceau et l'essence.</i></p> | 732 | [33] |
| | | | | <p>Tradução para Inglês de M. Cable (2008): Red (...) <i>Another kind of red is also needed for painting on glass, above all in stained glass windows, that is flesh tint. We obtain it by mixing:</i> <i>Haematite of the best colour</i> 2 parts <i>Flux A</i> 7 parts <i>Which is ground but not melted; the more finely it is ground, the better is the colour. In addition, it will be understood that the paler parts of flesh should have the colour spread thinner with a brush and turpentine.</i></p> | 547 | [34] |

| | | | | |
|---|---|---|-----|------|
| | | <p><u>Tradução para Português:</u> Vermelho (...) para a pintura sobre vidro e sobretudo para vitrais, é o vermelho de carnação. Obtém-se através da mistura de: <i>Hematite, que devemos escolher a de cor mais bela</i> 2 partes. <i>Fundente/veículo A</i> 7 partes. <i>Que é obtida misturando e moendo, mas sem fundir; quanto mais moído este esmalte for, mais belo se torna para ser apreciado, no entanto, para as partes de carnação que devem ser matizadas a cor deve ser atenuada esticando a camada com o pincel e a essência de terebentina.</i></p> | - | - |
| 2 | - | <p><i>On peut encore faire un rouge chair avec de l'oxyde de fa produit par :</i> <i>Nitrate de fer légèrement calciné</i> 1 partie. <i>Fondant A</i> 4 parties. <i>Mélangés et broyés très-fin, mais non fondus.</i></p> | 732 | [33] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de M. Cable (2008):</u> <i>A flesh tint can also be made with:</i> <i>Lightly calcined ferric nitrate</i> 1 part <i>Flux A</i> 4 parts <i>Which again is very finely ground and used without melting.</i></p> | 547 | [34] |
| | | <p><u>Tradução para Português:</u> <i>Pode-se ainda fazer um vermelho de carnação com o óxido de ferro produzido por:</i> <i>Nitrato de ferro ligeiramente calcinado</i> 1 parte. <i>Fundente/veículo A</i> 4 partes. <i>Misturar e moer, muito fino, mas sem fundir.</i></p> | - | - |

ANEXO V – Reagentes e equipamentos utilizados para a produção das receitas.

Tabela IV - Referências comerciais e/ou outras informações relevantes sobre os reagentes utilizados.

| Reagentes utilizados | | Referências comerciais e/ou outras informações relevantes |
|--|--|--|
| Limalha de ferro (≈3 mm) | Fe ⁰ | Liga de aço com baixo teor de carbono (DM, FCT-UNL) |
| Hematite | Fe ₂ O ₃ | Hematite natural (DCT, FCT-UNL) |
| Ferrugem | Fe ₂ O ₃ • nH ₂ O | - |
| Sulfato de ferro heptahidratado (<i>Couperose</i>) | FeSO ₄ • 7H ₂ O | Panreac [®] , Iron (II) Sulphate 7-hydrate (min. 99%), Lot 56222KBN |
| Nitrato de ferro calcinado | - | - |
| Vinagre de vinho | CH ₃ COOH | Pingo Doce [®] , Vinagre de vinho tinto, Acidez: 6 %; (pH≈2,68) |
| Vinagre destilado (de álcool) | CH ₃ COOH | La droguerie écologique, Vinagre de alcohol, Acidez: 8% (pH≈2,45) |
| Ácido nítrico | HNO ₃ | AppliChem Panreac [®] , Nitric Acid (min. 65%), Lot 0000494606 |
| Cloreto de amónio | NH ₄ Cl | Riedel-de Haën [®] , Ammonium chloride (min. 99.5%), Lot 33070 |
| Sal marinho | NaCl | Saldomar Salexpor [®] , Purified Sea Salt (100%), Lot 351 |
| Enxofre | S | Panreac [®] , Sulphur |
| <i>Rocaille e Fondant A</i> | PbO • SiO ₂ | Vidros de chumbo, produzidos por Carla Machado (2016) no âmbito da sua dissertação de mestrado <i>Estudo de produção de grisalhas históricas</i> , seguindo as receitas presentes no Anexo VIII. |
| Óxido de chumbo | PbO | Alfa Aesar [®] , Lead (II) oxide (min. 99.9%), Lot D11Z027 |
| Óxido de antimónio | Sb ₂ O ₃ | Alfa Aesar [®] , Antimony (III) oxide (min. 99%), Lot G06Y025 |
| Bismuto | Bi | Alfa Aesar [®] , Bismuth needles (min. 99.9%) |
| Terebentina | Terpeno | Essência de Terebentina (DCR, FCT-UNL) |
| Goma arábica | Polissacarídeo | Goma arábica natural (DCR, FCT-UNL) |

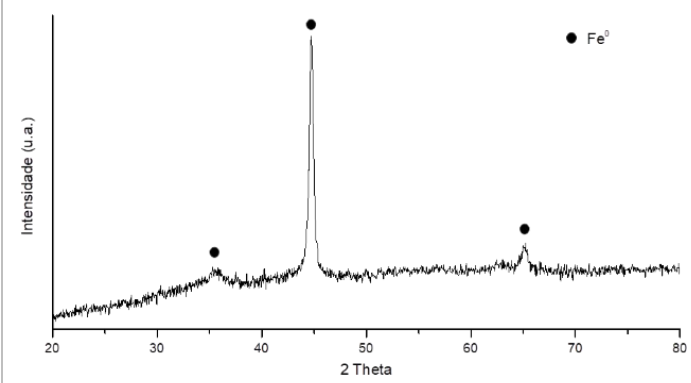
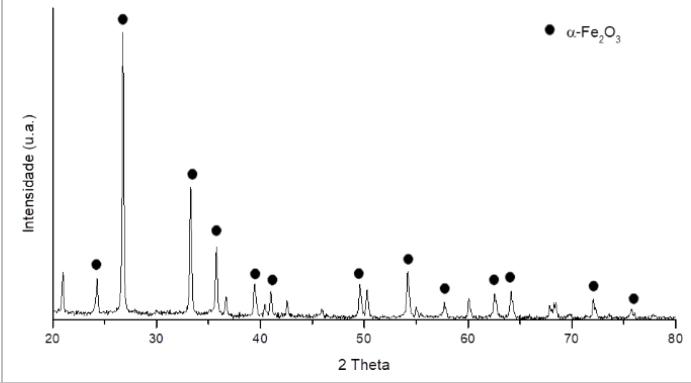
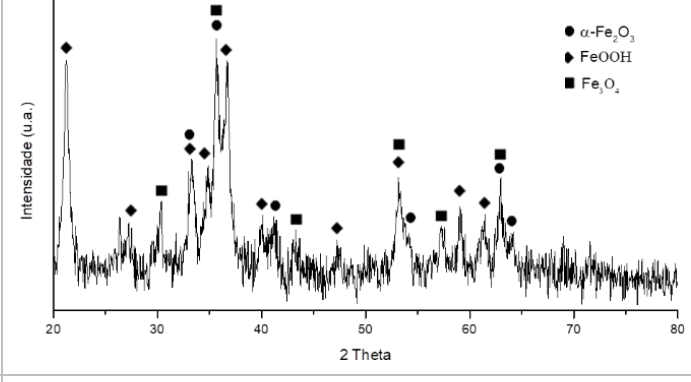
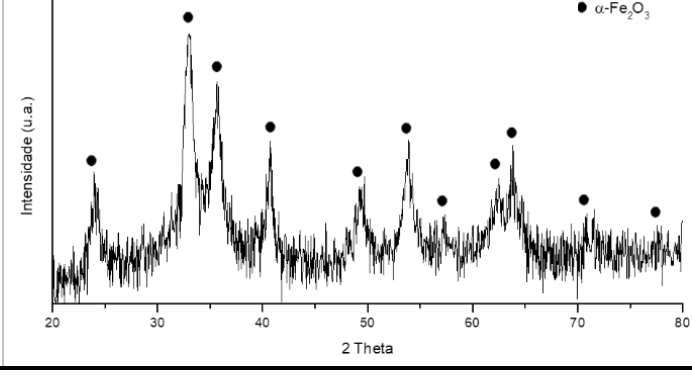
Tabela V – Marcas e modelos dos equipamentos utilizados para a produção das receitas.

| Equipamentos | Marca e Modelo |
|----------------------|--------------------------------------|
| Balança de precisão | Sartorius [®] CP225D |
| Forno elétrico | BARRACHA [®] |
| Placa de aquecimento | Heidolph [®] MR 3001 K |
| Moinho de pilão | Retsch [®] RM200 |
| Medidor de pH* | Sartorius [®] Docu-pH Meter |

*utilizado para a medição de pH dos vinagres utilizados como reagentes nas receitas C3, D2 e E2.

ANEXO VI – Caracterização dos reagentes não-comerciais utilizados na produção das receitas.

Tabela VI – Caracterização, por Difração de Raios-X (DRX), dos reagentes não-comerciais utilizados na produção das receitas de *sanguine*.

| Reagentes não-comerciais | Caracterização DRX | Difratogramas obtidos | Ref. |
|----------------------------|---|--|----------------------|
| Limalha de ferro | ● Fe ⁰ |  | [38] [52] |
| Hematite | ● α-Fe ₂ O ₃ |  | [38] [53] |
| Ferrugem | ● α-Fe ₂ O ₃ ◆ FeOOH ■ Fe ₃ O ₄ |  | [38] [53] [54] |
| Nitrato de ferro calcinado | ● α-Fe ₂ O ₃ |  | [38] [53] |

ANEXO VII – Imagens das etapas de produção das receitas de *sanguine*.

Tabela VII – Imagens das etapas principais da produção das receitas de *sanguine* selecionadas e resultado final.

| Receita C3 (Montpellier, 1536) | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|--|--|
|  | → |  | → |  | → |  |  |
| Mistura: ferrugem + sal + enxofre | | + vinagre | | 8 dias a 600 °C | | Moagem | C3 + AG |
| Receita D2 (Anônimo, 1560) | | | | | | | |
|  | → |  | → |  | → |  |    |
| Limalhas de ferro | | 8 dias a: 300 °C 550 °C 700 °C | | Fervura em vinagre e evaporação | | Moagem | D2 ₃₀₀ + AG D2 ₅₅₀ + AG D2 ₇₀₀ + AG |
| Receita E2 (Neri, 1612) | | | | | | | |
|  | → |  | → |  | → |  |  |
| Limalhas de ferro + vinagre | | Secagem | | Moagem | | Peneira | E2 + AG |
| Receita E4 (Neri, 1612) | | | | | | | |
|  | → |  | → |  | → |  |  |
| Aqua Regis HNO ₃ + NH ₄ Cl | | Dissolução do ferro (3 dias) | | Evaporação (200 °C) | | Moagem | E4 + AG |
| Receita I1 (Kunckel, 1679) | | | | | | | |
|  | + |  | + |  | → |  |  |
| Couperose FeSO ₄ · 7H ₂ O | | Rocaille PbO · SiO ₂ | | Crayon Rouge Fe ₂ O ₃ | | Mistura e moagem | I1 + A(r,c) |

Tabela VII (cont.)

| Receita I3 (Kunckel, 1679) | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|--|---|---|---|---|---|
|  | + |  | + |  | → |  |  | + |  |
| Ferrugem $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ | | PbO (I3 s/v) ou $\text{PbO} \cdot \text{SiO}_2$ (I3 c/v) | | Antimônio Sb_2O_3 | | Moagem | I3 s/v | | $A(T^\circ\text{C})$ |
| | | | | | | | I3 c/v | | $A(T^\circ\text{C})$ |
| Receita L1 (Maurice & Antoine, XVII/XVIII?) | | | | | | | | | |
|  | → |  | → |  | → |  |  | + |  |
| Fe + PbO · SiO ₂ + PbO + Bi | | + Fe ₂ O ₃ + goma-arábica em água | | Secagem ao sol (3 dias) | | Decantação e Secagem | L1 | | $AG(T^\circ\text{C})$ |
| Receita M1 (Le Vieil, 1774) | | | | | | | | | |
|  | → |  | → |  | → |  |  | + |  |
| Almofariz de bronze Fe + Fe ₂ O ₃ + PbO · SiO ₂ + PbO + goma-arábica | | + água destilada | | Decantação e secagem (após 3 dias) | | Moagem | M1 | | $AG(T^\circ\text{C})$ |
| Receita N1 (Bontemps, 1868) | | | | | | | | | |
|  | + |  | → |  | |  | + |  | |
| Hematite Fe_2O_3 | | Fondant A $\text{PbO} \cdot \text{SiO}_2$ | | Moagem | | N1 | | $T(T^\circ\text{C})$ | |
| Receita N2 (Bontemps, 1868) | | | | | | | | | |
|  | → |  | + |  | → |  |  | + |  |
| Fe + HNO ₃ | | Evaporação (200 °C) | | Fondant A $\text{PbO} \cdot \text{SiO}_2$ | | Moagem | N2 | | $T(T^\circ\text{C})$ |

ANEXO VIII – Receitas secundárias utilizadas na produção das receitas de *sanguine*.

Tabela VIII – Recetas secundárias necessárias para a produção das receitas de *sanguine* selecionadas e tradução para português realizada pelo autor.

| Receitas Selecionadas | Autor | Numeração Original | Receitas Secundárias | Pág. | Ref. |
|--------------------------|------------------------|--------------------|---|------|------|
| E4 | A. Neri (1612) | 40 | <p><i>A fare l'Acqua Regia, che solve l'Oro, & li altri metalli da l'Argento. Cap. XXXX.</i> <i>Si pigli acqua forte sopradetta, & si metta in boccietta di vetro, & a ogni libra di acqua, si dia per esempio oncie due di sale armoniaco pulverizzato: si metta la boccietta in catinella piena di acqua calda, che con questo calore presto si salverà il sale armoniaco, & si agiti l'acqua forte in la boccietta più volte, la quale presto solverà tutto il sale armoniaco, & si tingerà in colore giallo: si rimetta nuovo sale armoniaco, fino l'acqua lo solve, come non lo ve più, all'ora l'acqua si lasci polare al quanto; poi si decanti chiara pianamente, che nel fondo sogliono rimanere le terre stretta de sale armoniaco inutili all'hora l'acqua è potente, & atta a solve l'Oro, & li altri metalli dallo argento in fuora che non lo tocca punto.</i></p> | 38 | |
| | | | <p>Tradução para Português: Para fazer Água Régia, que dissolve o Ouro e outros metais como a Prata. Cap. 40 <i>Pega-se em água forte mencionada acima, e coloca-se numa garrafa de vidro, e a cada uma libra de água, adiciona-se por exemplo, duas onças de sal amoniaco pulverizado; coloca-se o frasco numa bacia cheia de água quente, que com o calor irá dissolver rapidamente o sal amoniaco, e agita-se a água forte no frasco várias vezes, até que todo o sal amoniaco seja dissolvido, e se tinja de cor amarela: coloca-se novo sal amoniaco, até a água dissolver e deixar de se ver, em seguida a água é deixada em repouso; depois se decanta delicadamente, que no fundo irão permanecer restos de sal amoniaco inútil agora que a água é poderosa, e capaz de dissolver o ouro e outros metais fora a prata que “não toca ponto”.</i></p> | - | - |
| I1 I3 c/v L1 M1 | H. Blancourt (1697) | 211 | <p>Chapitre CCXI La maniere de faire la Rocaille. (Rocaille jeune in Le Vieil (1774)) <i>(...). Pour faire le jaune, il faut prendre une livre de sable très-blanc & très-fin, avec trois livres de Mine de Plomb ; bien broyer ensemble le mortier ; puis mettre le tout dans un bon & fort creuset couvert & bien luté ; & le lut étant sec, le mettre au Fourneau de Verriers, sinon au Fourneau à vent, où le feu soit violent, pour réduire cette Matière en Verre, comme on fait le Verre de Saturne, ainsi que nous l'avons remarqué au Chapitre LXXXII. & vôtre Matière de Rocaille sera faite, que vous mettez en grains, ou en tele autre figure que vous desirerez. (...)</i></p> | 461 | [27] |
| | | | <p><i>(...)</i></p> | 106 | [21] |

| | | | | | |
|----------|--------------------------|---|--|---|---|
| | | | <p>Tradução para Português: <i>A maneira de fazer Vidro de Chumbo. (Vidro de chumbo amarelo in Le Vieil (1774))</i> (...) Para fazer o amarelo, faz-se pegando numa libra de areia muito branca e fina, com três libras de mina de Chumbo; moer bem tudo junto num almofariz; depois colocar tudo em um bom e forte cadinho bem preso; & de seguida colocá-lo num forno de vidro, ou num forno a vento, cujo fogo é violento, para reduzir o material a vidro, como se fez no Vidro de Saturno, que foi referido no Capitulo LXXXII e a vossa matéria de vidro de chumbo será feita, que poderá fazer em grãos, eu em outra forma que deseje. (...)</p> | - | - |
| N1 N2 | G. Bontemps (1868) | - | <p>Fondant A. Minium. 25 Silice (sable blanc). 10</p> <p><i>Mélangez, fondez dans un creuset de 1 à 2 kilogrammes dans le petit four que nous avons décrit page 717. Tirez à l'eau et broyez, pour vous en servir suivant les usages que nous indiquerons.</i> <i>Le tirage à l'eau a pour but de faciliter le broyage.</i></p> | | |
| | | | <p>Tradução para Português: Fundente A. Minio. 25 Silica (areia branca). 10</p> <p><i>Misturar, fundir num cadinho de 1 a 2 quilogramas num pequeno forno, que é descrito na página 717. Colocar em água e moer, para que possa servir aos usos que são indicados.</i> <i>A colocação em água serve para facilitar a moagem.</i></p> | - | - |

ANEXO IX – Microfotografias dos pós das receitas em luz polarizada normal

Tabela IX – Microfotografias dos pós dos produtos finais das receitas, em dispersão, em luz polarizada normal.

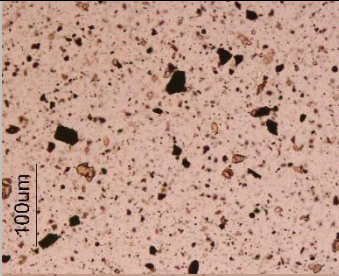
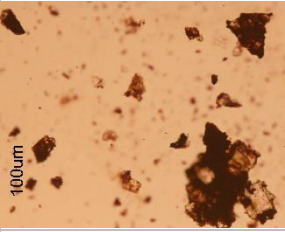
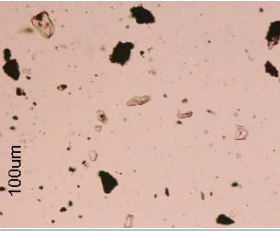
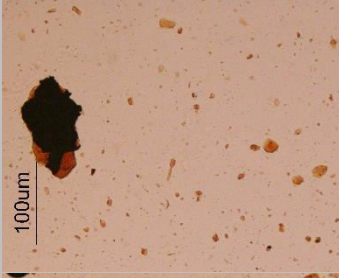
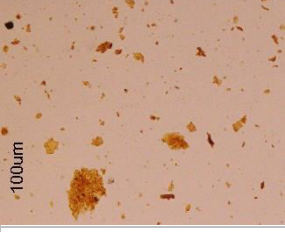
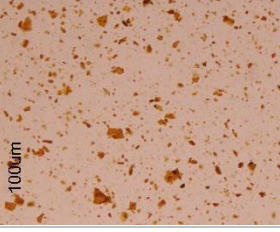
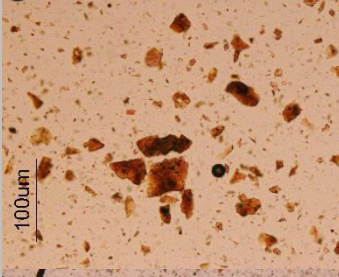
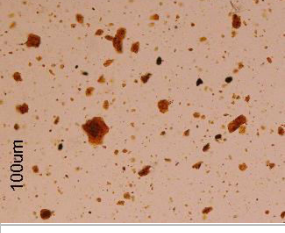
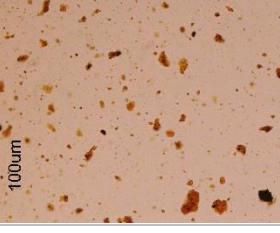

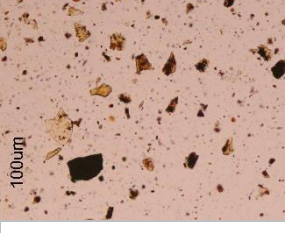
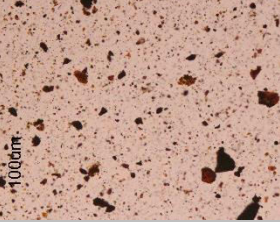
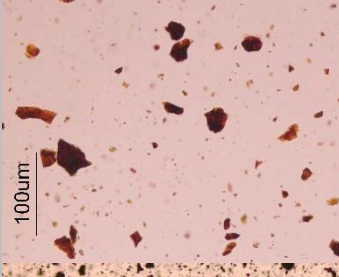
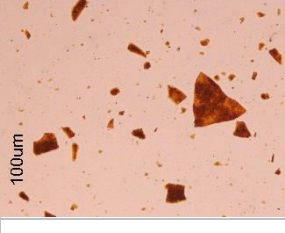
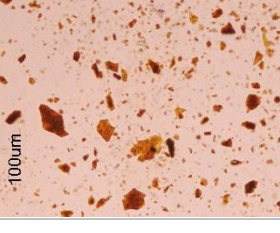
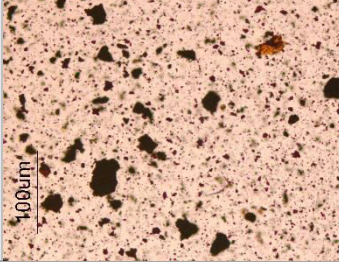
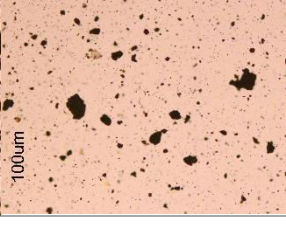
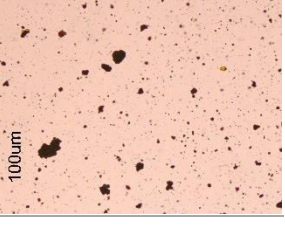
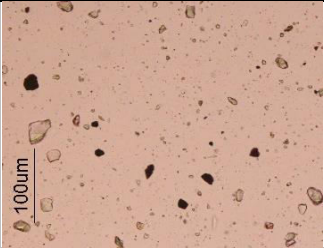
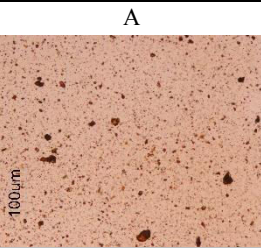
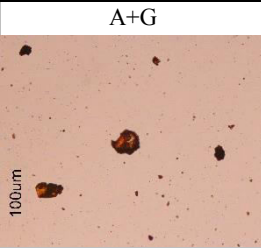

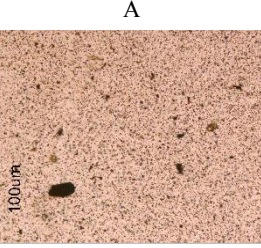
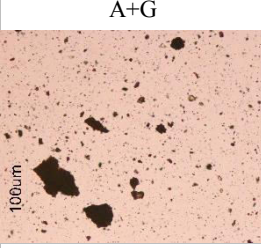

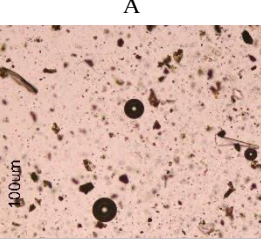
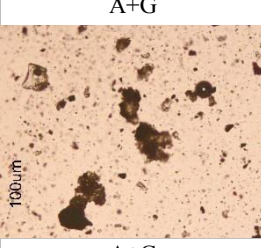
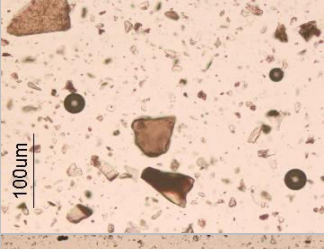
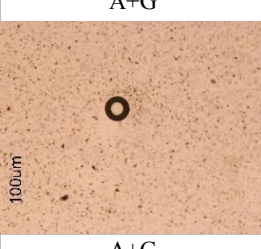

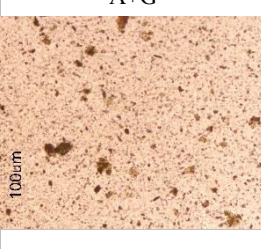
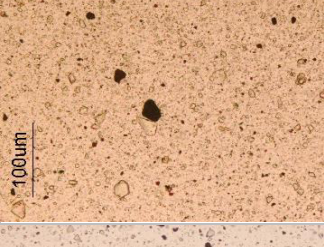
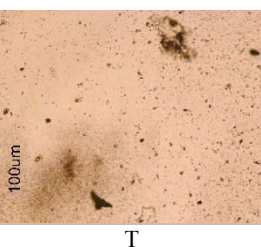
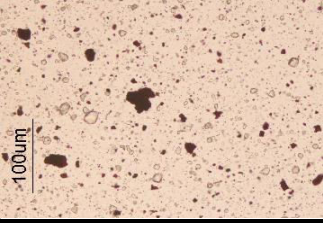
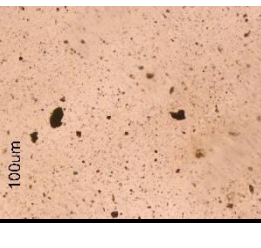
| Receitas sem ligante vítreo | Dispersão de pós | | |
|-----------------------------|---|--|---|
| | Antes da aplicação | Após a aplicação | |
| C3 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |
| D2 300 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |
| D2 550 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |
| D2 700 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |
| E2 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |
| E4 |  | A+G | V+G |
| | |  |  |
| | | | |

Tabela IX (cont.)

| Receitas com ligante vítreo | Dispersão de pós | | |
|-----------------------------|---|---|--|
| | Antes da aplicação | Após a aplicação e cozedura | |
| I1 |  | A  | A+G  |
| I3 s/v |  | A  | A+G  |
| I3 c/v |  | A  | A+G  |
| L1 |  | - | A+G  |
| M1 |  | - | A+G  |
| N1 |  | T  | - |
| N2 |  | T  | - |

ANEXO X – Difractogramas de Raios-X das receitas produzidas

Tabela X – Difractogramas de Raios-X obtidos e caracterização feita através da análise dos pós produtos finais das receitas sem ligante vítreo produzidas, antes da adição de ligantes orgânicos e aplicação sobre o vidro.

| Receitas | Difractogramas obtidos | Ref. |
|------------------------|---|---------------------------------|
| C3 | <p>● $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ◆ NaCl</p> | [38], [49], [51] |
| D2 300 D2 550 E2 | <p>● $\text{Fe}_3\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O} ?$ ◆ $\text{FeOOH} ?$ ■ Fe^0</p> <p>— D2 300 — D2 550 — E2</p> | [38], [39], [48], [49] |
| D2 700 | <p>● $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ◆ $\text{FeOOH} ?$</p> | [38], [49] |
| E4 | <p>● $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$</p> | [38], [49] |

Tabela XI – Difratomogramas de Raios-X obtidos e caracterização feita através da análise dos pós produtos finais das receitas com ligante vítreo produzidas, e das tintas após a adição de veículos e cozedura a 620°C durante 30 minutos.

| Receitas | Difratomogramas obtidos antes da cozedura | Difratomogramas obtidos após a cozedura | Ref. |
|------------------|---|---|--|
| I1 | | | [38], [53], [56], [57] |
| I3 s/v I3 c/v | | | [38], [53], [57], [58] |
| L1 | | | [38], [53], [54], [57], [59] |
| M1 | | | [38], [52]– [54], [56], [60] |
| N1 | | | [38], [53], [56], [59] |
| N2 | | | [38], [53], [56], [59], [61] |

ANEXO XI – Diagramas do Ferro (Pourbaix e fases) e reações adicionais

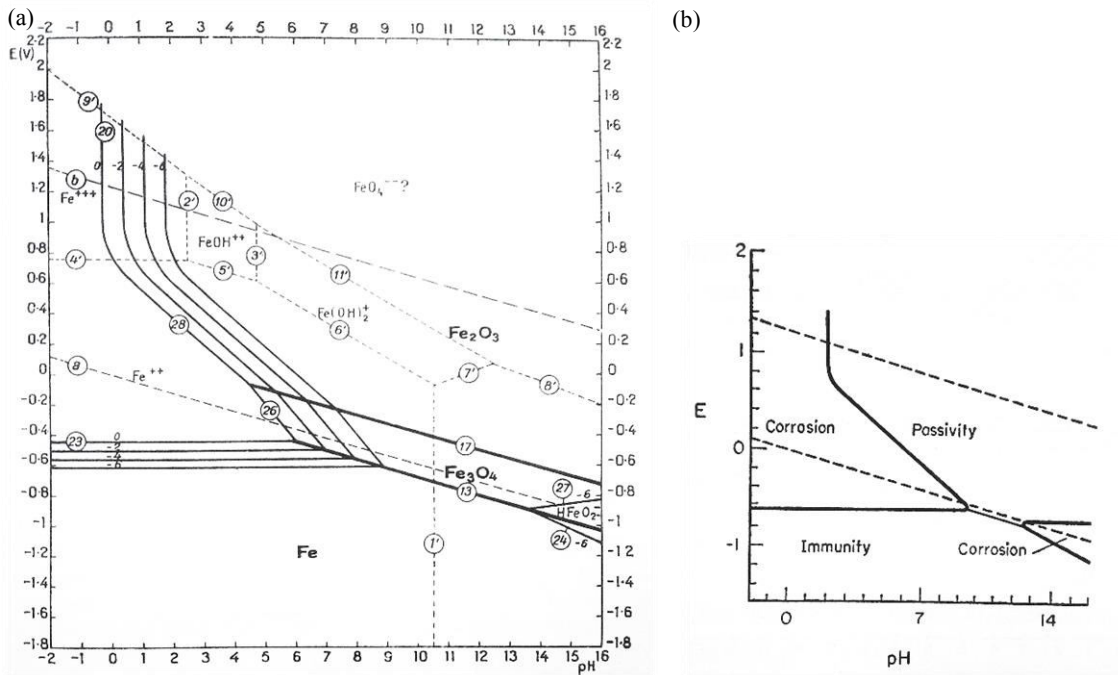


Figura III – Diagramas de Pourbaix do ferro (a e b), sendo (b) a forma simplificada dos seus limites de corrosão húmida [62].

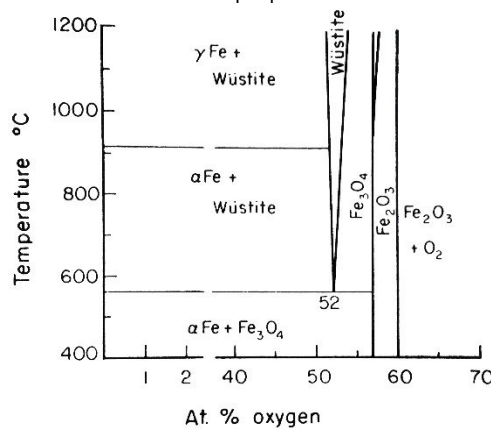
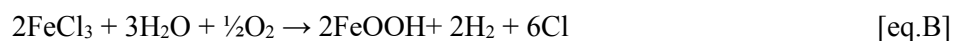
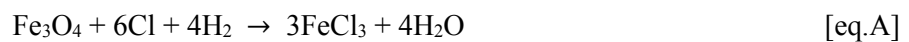


Figura IV – Diagrama de equilíbrio de fases de ferro-oxigênio (Fe-O) [62].

REAÇÕES ADICIONAIS:

Receita C3:

Na receita C3 pensa-se que a adição de ácido acético poderá ter como intensão a criação de um meio ácido que facilite a oxidação do Fe²⁺ para Fe³⁺ caso existam compostos como a magnetite (Fe₃O₄), que aparece muitas vezes associada à ferrugem. Deste modo, a existência de um meio ácido com NaCl promove a formação de clorretos [eq.A] que por sua vez favorece a formação de compostos de ferro hidratados como FeOOH [eq.B], que com a sua posterior desidratação a altas temperaturas resultam na formação de hematite Fe₂O₃.



ANEXO XII – Valores médios das medições de colorimetria das tintas produzidas

Tabela XII – Valores médios das coordenadas Lab*, obtidas por Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS), das tintas produzidas com base receitas históricas selecionadas.

| Receitas | L* | a* | b* |
|-----------|--------------|--------------|--------------|
| C3 AG | 53,40 ± 0,52 | 7,23 ± 0,35 | 6,47 ± 0,21 |
| C3 VG | 42,57 ± 0,06 | 12,20 ± 0,96 | 8,73 ± 0,61 |
| D2 300 AG | 48,60 ± 0,36 | 17,00 ± 0,52 | 27,00 ± 0,26 |
| D2 300 VG | 45,37 ± 3,01 | 11,60 ± 1,48 | 9,23 ± 1,16 |
| D2 550 AG | 45,20 ± 0,70 | 15,70 ± 0,46 | 28,99 ± 0,40 |
| D2 550 VG | 48,00 ± 0,40 | 15,03 ± 0,38 | 32,23 ± 0,38 |
| D2 700 AG | 46,13 ± 1,22 | 3,77 ± 0,42 | 16,17 ± 0,64 |
| D2 700 VG | 50,73 ± 1,88 | 3,90 ± 0,36 | 8,50 ± 0,69 |
| E2 AG | 31,57 ± 0,71 | 20,97 ± 0,25 | 26,67 ± 0,50 |
| E2 VG | 41,73 ± 0,25 | 15,87 ± 0,31 | 36,33 ± 0,55 |
| E4 AG | 33,10 ± 0,35 | 19,60 ± 0,20 | 12,13 ± 0,12 |
| E4 VG | 40,53 ± 2,32 | 13,00 ± 0,26 | 7,97 ± 0,06 |
| I1 A | 41,00 ± 0,36 | 20,63 ± 0,32 | 15,23 ± 0,32 |
| I1 AG | 38,33 ± 0,51 | 25,17 ± 1,34 | 21,30 ± 1,00 |
| I3 s/v A | 67,57 ± 0,83 | 8,70 ± 0,53 | 31,70 ± 0,89 |
| I3 s/v AG | 67,50 ± 0,10 | 11,97 ± 0,12 | 36,83 ± 0,06 |
| I3 c/v A | 59,67 ± 1,00 | 10,10 ± 0,21 | 13,37 ± 0,25 |
| I3 c/v AG | 56,17 ± 0,55 | 7,77 ± 0,23 | 7,00 ± 0,20 |
| L1 AG | 56,63 ± 0,06 | 11,23 ± 0,06 | 16,50 ± 0,10 |
| M1 AG | 49,63 ± 0,15 | 3,90 ± 0,00 | 10,00 ± 0,17 |
| N1 T | 47,63 ± 1,32 | 15,50 ± 0,52 | 9,30 ± 0,35 |
| N2 T | 50,37 ± 2,89 | 6,47 ± 0,35 | 3,73 ± 0,21 |

Nota: A (água); G (goma-arábica); V (vinagre); T (terebentina).

ANEXO XIII – Microfotografias da superfície das pinturas das receitas produzidas

Tabela XIII – Microfotografias da superfície das camadas de pintura das receitas produzidas, aplicadas sobre um substrato vítreo, com diferentes ligantes/veículos orgânicos. As microfotografias foram captadas a luz polarizada cruzada a 50x. Os ligantes/veículos encontram-se codificados por: A (água); G (goma-arábica); V (vinagre); T (terebentina).

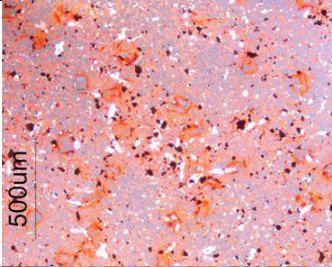
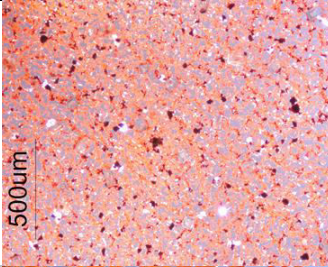
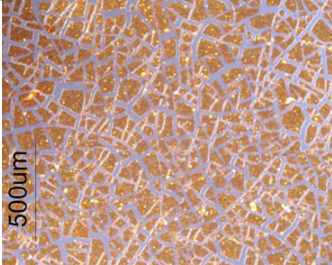

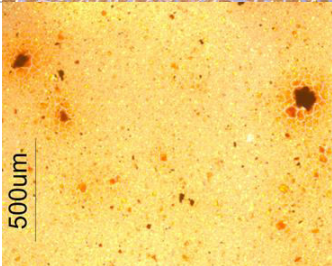
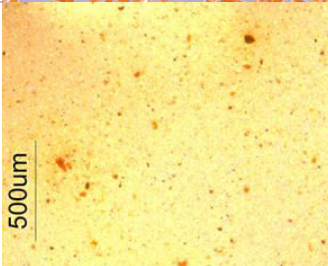
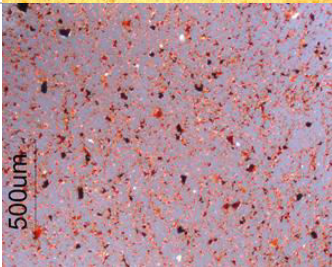
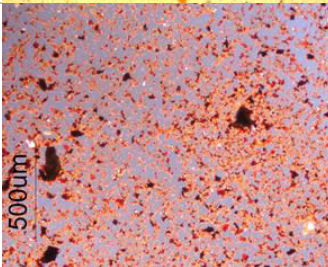
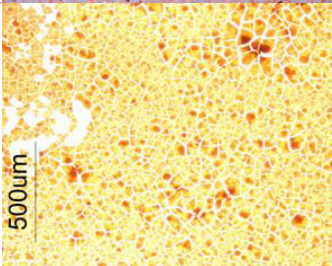
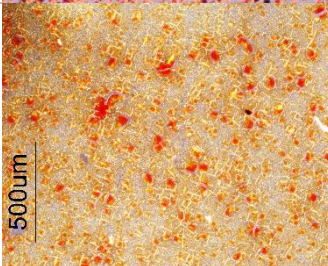
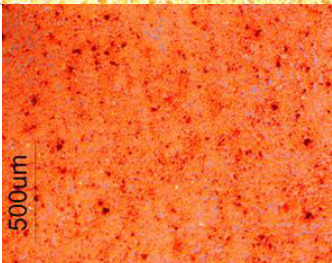
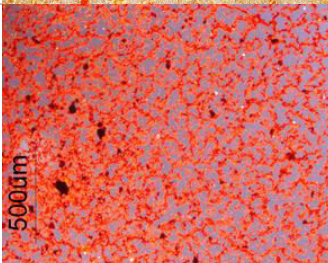
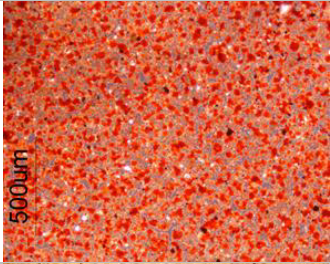
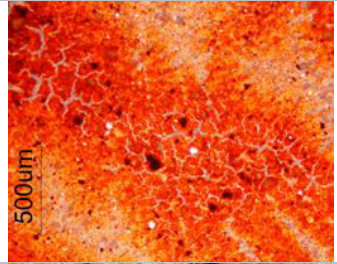


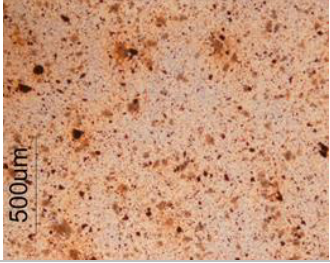
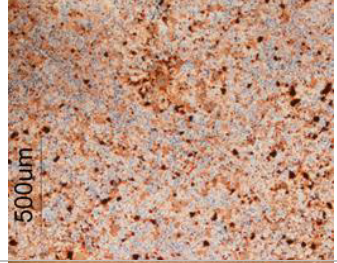
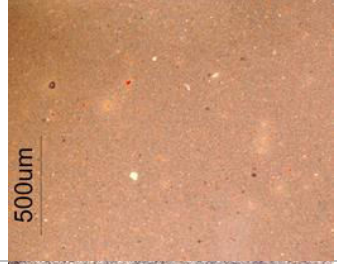

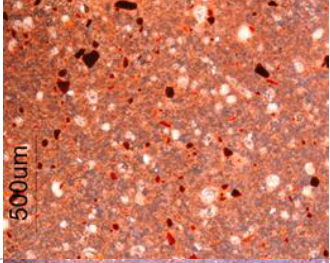





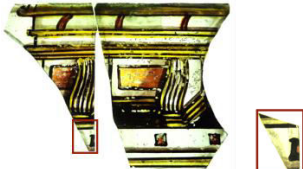





| Receitas | Microfotografias após a aplicação com diferentes ligantes/veículos orgânicos | | | |
|----------|--|---|-------|---|
| C3 | A + G |  | V + G |  |
| D2 300 | A + G |  | V + G |  |
| D2 550 | A + G |  | V + G |  |
| D2 700 | A + G |  | V + G |  |
| E2 | A + G |  | V + G |  |
| E4 | A + G |  | V + G |  |




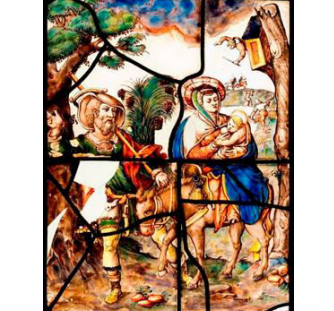


Tabela XIII (cont.)

| | | | | |
|--------|---|---|-------|---|
| I1 | A |  | A + G |  |
| I3 s/v | A |  | A + G |  |
| I3 c/v | A |  | A + G |  |
| L1 | | | A + G |  |
| M1 | | | A + G |  |
| N1 | T |  | | |
| N2 | T |  | | |

ANEXO XIV – Vitrais históricos com *sanguine* analisados

Tabela XIV – Vitrais ou fragmentos de vitrais históricos analisados para permitir a comparação com as tintas *sanguine* produzidas. As amostras vistas ao Microscópio Ótico (MO) em secção estão assinaladas com  e os pontos de análise de Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS) e Colorimetria (C) estão assinalados com .

| Vitrais Históricos | Datação | Proveniência | Análises Realizadas | | | |
|--------------------|---|-----------------|-------------------------|------|---|---|
| | | | MO | FORS | C | |
| JC 1d |  | séc. XIII / XIV | Países Baixos ou França | | ✓ | ✓ |
| JC 3 |  | ca. 1680-1700 | Países Baixos | | ✓ | ✓ |
| JC 15a |  | ca. 1550 | Países Baixos | ✓ | | |
| JC 16 |  | ca. 1560 | Países Baixos | ✓ | | |
| JC 17 |  | ca. 1625 | Países Baixos | ✓ | | |
| JC 23 |  | séc. XVII | Suíça | ✓ | | |
| PNA C7 |  | 1678 | Alemanha | | | ✓ |
| PNA D4 |  | séc. XVI / XVII | Alemanha | | ✓ | |

| | | | | | | |
|----------|---|---------------|---------------|--|---|---|
| PNP 2808 |  | 1688 | Suiça | | ✓ | ✓ |
| PNP 2820 |  | 1688 | Alemanha | | ✓ | ✓ |
| PNP 2855 |  | séc. XVII | Países Baixos | | ✓ | ✓ |
| PNP 2856 |  | séc. XVII (?) | Países Baixos | | ✓ | ✓ |
| PNP 2879 |  | 1765 | Alemanha | | | ✓ |
| PNP 2882 |  | séc. XVIII | Alemanha | | | ✓ |

ANEXO XV – Valores médios das medições de colorimetria dos vitrais históricos

Tabela XV – Valores médios das coordenadas Lab*, obtidas por Espectroscopia de Refletância de Fibra Ótica (FORS), dos vitrais históricos analisados.

| Vitrais históricos | L* | a* | b* |
|-----------------------|--------------|--------------|---------------|
| JC 1d | 35,47 ± 0,55 | 5,47 ± 0,25 | 5,73 ± 0,45 |
| JC 3 | 28,30 ± 0,44 | 16,13 ± 0,25 | 14,70 ± 0,20 |
| JC 16 | 27,43 ± 2,55 | 10,43 ± 0,85 | 15,27 ± 1,94 |
| PNA C7 ^a | 5,83 ± 0,95 | 11,3 ± 2,07 | -12,43 ± 0,15 |
| PNP 2808 ^a | 37,83 ± 0,92 | 10,43 ± 4,67 | 11,90 ± 1,28 |
| PNP 2820 | 33,77 ± 0,12 | 27,40 ± 0,53 | 24,03 ± 0,67 |
| PNP 2855 ^a | 2,83 ± 1,70 | 0,73 ± 0,49 | -5,00 ± 3,12 |
| PNP 2856 ^a | 5,37 ± 1,10 | 1,50 ± 0,50 | -6,70 ± 1,84 |
| PNP 2879 ^a | 42,27 ± 0,85 | 4,23 ± 0,25 | 24,33 ± 0,29 |
| PNP 2882 ^a | 39,93 ± 5,39 | 5,23 ± 2,04 | 19,87 ± 1,65 |

^a medições realizadas no âmbito de trabalhos anteriores a este estudo.

INFORMAÇÃO COMPLEMENTAR

–

Receitas de *Sanguine* encontradas em fontes históricas

Tabela A – Transcrição das 40 receitas encontradas nas fontes históricas, de acordo com a fonte mais antiga consultada em cada caso. Algumas receitas incluem também traduções para outras línguas, realizadas posteriormente. As 10 receitas selecionadas para a produção no presente estudo encontram-se sombreadas a cor e acompanhadas da respetiva tradução do autor para português.

| Letra | Autor (es) | Numeração | | Receitas encontradas | Pág. | Ref. |
|-------|---------------------------|-----------|----------|--|------|------|
| | | Atribuída | Original | | | |
| A | B. Ubriachi (Séc. XVI) | 1 | 7 | Transcrição de G. Milanesi (1864): <i>VII. A fare croco ferro.</i> <i>Prendi piaste di ferro e ponle in uno fornello di riverberazione, e per un dì e per una notte; e acconcia le piaste che l'una non stia sopra l'altra e verranno fiorite. Allora leva il fuoco e lasciale freddare, e toglì uno piede di lepre e netta le dette piastre e quella polvere salva, chè è croco ferro, e aopralo a' bisogni.</i> | 76 | [16] |
| | | | | 4 | [17] | |
| | | 2 | 26 | Transcrição de G. Milanesi (1864): <i>XXVI. A fare el croco ferro per questa opera.</i> <i>Prendi le piaste del ferro e metile nel forno di riverberazione, che l'una non tocchi l'altra, e dàgli il fuoco per uno dì e una notte o vero più, sempre staendo rosse, e poi le cava del forno e truovile fiorite e pigliale col piè della lepre e assunalo: e questo è croco ferro.</i> | 91 | [16] |
| | | | | 4 | [17] | |
| | | 3 | 37 | Transcrição de G. Milanesi (1864): <i>XXXVII. A fare croco ferro, secondo Petruccio de' Diamanti.</i> <i>Prendi aqua forte fatta di vetriuolo e di sale nitrio purgata e una volta ritrata, cioè ristillata da l'ariento con che l'àrai purgata, e dàlle limatura di ferro, e poi che l'àrai soluto, distillalo, e lascerà in fondo quello ferro ch'ella ha soluto, e la sciala asciugare; e poi ch'è asciutto, in fuoco di riverberazione per i spazio d'uno dì e d'una notte e' diverrà rosso come uno pavonazo di turchino e sottile senza tatto.</i> | 98 | [16] |
| | | | | 4 | [17] | |
| | | 4 | 38 | Transcrição de G. Milanesi (1864): <i>XXXVIII. A fare croco ferro, secondo Batista, e questo vidi io.</i> <i>Prendi limatura di ferro bene netta e mettila in aceto forte e lascia istare per iij dì e poi l'asciuga dallo aceto e mettilo in una tegghietta e spandilo per lo fondo, tanto che sia tutto el fondo coperto e alto quanto sarebbe tanta grossezza quanto questo – e mettila in fuoco di riverberazione, forte fuoco, e tienlovi per spazio di iij dì e poi lo troverai rosso come quello di Petruccio e fia senza tatto e arà piena la tegghia, tanto sarà cresciuto in apparenza, non dico di peso.</i> | 98 | [16] |
| | | | | 4 | [17] | |

| | | | | | | |
|---|--------------------|---|----|--|------|------|
| B | Anónimo (1443) | 1 | 6 | <p>Transcrição de G. Milanesi (1864): VI. Croco ferro per detta opera. <i>Togli limatura di ferro lib. una e lib. una di zolfo pesto e mescola, e poi mettila nel fuoco grande, cioè è fa' ch'ella sia in uno tegame non vetriato; e come che tu la vedi che ella sia molto bene rossa di fuoco, allora buttavi uno bicchieri d'aceto forte, e come à asciutto e bene rosso, buttavi dentro uno altro bicchieri; e così farai 4 o 6 volte: ma fa' che ogni volta tu facci molto bene rossa di fuoco quella limatura; e poi da sé lasciala freddare in quel fuoco: e così troverai el tuo ferro rosso come sangue. Torra 'lo e metterà 'lo in uno calderone d'aceto e fallo bollire un poco: poi levalo dal fuoco e la parte sottile tutta intera in lo aceto buttala da canto in uno catino invetriato, et quello aceto mettilo in una boccia e asciugalo sopra alla cenere calda, e così nel fondo tu troverai el tuo croco di ferro, bello, in tutta finezza perla detta opera, et anche vale a molte altre cose e specialmente fa el più bello giallo del mondo: dico quello che si fa gli smalti; et anche è buono da fare altri vaselli: ma basta quello che si fa coll'allume di feccia, o vetro lasciare cuocere la frittta senza mestarla con ferro per 4 di, come credo che in questo sera' molto sperto, però non mi stendo, sicchè attendi a quello che ho detto, perché non si può fare vero e buono smalto se non per questa via.</i></p> | 119 | [16] |
| | | | | <p>4</p> | [17] | |
| C | Montpellier (1536) | 1 | 46 | <p>Transcrição de L. Zecchin (1987): 46. A far ferugine di ferro pavonazzo <i>Pesta el ferugine et metilo dentro una boza con aqua forte, et quando sarà desfatto stilla l'aqua per il lambico. El ferro resterà in fondo della boccia: et questo è bon zalo in vetro.</i></p> | 257 | [24] |
| | | | | <p>Transcrição de L. Zecchin (1987) e C. Moretti (2012): 55. A far corchoni <i>Tuò limadura di cal et brusatala, et poi brusatala trida sotil, et questa fa bon zalo.</i></p> | 258 | [24] |
| | | 2 | 55 | <p>5</p> | [17] | |
| | | | | <p>Transcrição de L. Zecchin (1987) e C. Moretti (2012): 58. A far ferugine di ferro pavonazo <i>Piglia il ferugine pesto et metilo in sal comune per lb. 30, e solfere metà; poi meseda ogni cosa insieme et impastelo con aceto, et fa pane. Et meti questo pane in tanto foco che stia rosso, per 8 over X giorni; et quanto più starà sarà meglio.</i></p> | 258 | [24] |
| | | | | <p>Tradução para Português: 58. Fazer ferrugem de ferro corado <i>Pega em ferrugem e mete em 30 libras de sal comum, e metade de enxofre; depois mistura tudo junto e empasta com vinagre, e faz pão. E mete este pão em tal fogo que é vermelho, por 8 a 10 dias; e quanto mais será melhor.</i></p> | - | - |
| 3 | 58 | | | | | |

| | | | | | | |
|---|-----------------------|---|----|--|----|------|
| D | Anónimo (ca. 1560) | 1 | 66 | <p><u>Transcrição de C. Moretti e T. Toninato (2001):</u> <i>LXVI. Per fare il Crocum Ferri e purificarlo.</i> <i>Prendi 1 oncia di limatura di ferro e due once di zolfo citrino, bruciale assieme in un crogioletto coperto con un buco, così che possa sfiatare; poi aggiungi ancora due once di zolfo e bruciale come prima. Farai così tre volte nel modo sopra indicato. Nota che può venire alla prima volta, oppure alla seconda, o alla terza e ciò dipende sia dalla qualità dello zolfo sia dal tipo di fiamma. Quando lo vorrai purificare e avere preziosissimo, arroventalo e poi versalo nell'aceto; prendi quindi la limatura che resterà nel fondo, tritala bene e falla bollire a lungo nell'aceto distillato. Come avrà bollito, raccogli la soluzione di aceto e butta via il residuo solido che non vale niente. Fai concentrare la soluzione al fuoco e quello che precipiterà sarà il Crocum ferri purificato. Se lo vorrai purificare ancora, trattalo nuovamente con aceto, e concentra la soluzione quante volte ti sembrerà opportuno.</i></p> | 89 | [18] |
| | | | 66 | <p><u>Transcrição de C. Moretti (2012):</u> <i>66 - A far il Crocum ferri et a Purificarlo.</i> <i>Recipe limatura de ferro onza 1 solfere citrino once do: [bru]sali insieme in uno corizolo coperto ma la[ssali] uno buco si chel possi spirar. Poi agiongeli [un altra] fiata altre once do de solfere e brusali ut supra questo farai in tutto 3 volte al modo sopra ditto ma nota che alcuna volta ti verra fatta a la prima volta et alcune alle do et alcuna alle 3 e questo prociede secondo la proprieta alcuna volta del solfere: et alcuna volta vien ancora dala qualità del foco che più o meno riceve: et quando lo vorai purgar e haver pretiosissimo, infocalo et butalo nello aceto. Poi piglia la limatura che sarà andata a fondi nelaceto e triturala benissimo. Poi fala bolir per bon spatio nel aceto destilato e como hara bolito evacuato laceto e le fece butate via perchè nulla valeno lo qual farete desicar al foco e quello che rimanirà sarà il Crocum ferri Purgato: lo qual se vorete purgar ancora meglio ritornatelo a far bolir in nova acqua de aceto et evaquate il chiaro e desiccate più fiate secondo che vi pare.</i></p> | 6 | [17] |
| | | 2 | 95 | <p><u>Transcrição de C. Moretti e T. Toninato (2001):</u> <i>XCV. A fare il Crocum ferri che viene utilizzato negli smalti.</i> <i>Prendi della limatura di ferro ben lavata e mettila tra due mattoni nel forno da mattoni per 8 giorni, diventerà rossa come sangue. Falla bollire in aceto distillato, quindi concentra e porta a secco; rimarrà il croco di ferro bellissimo.</i></p> | 96 | [18] |
| | | | | <p><u>Transcrição de C. Moretti (2012):</u> <i>95 - A far il Croco ferro che intra nelli smalti.</i> <i>Recipe Limatura de ferro ben lavata e meti dentro a dui matoni in fornace de matoni per 8 giorni e sarà rossa come sangue, fala bolir in aceto destilato. Poi disseca overo destilla e rimarra il croco ferro bellissimo</i></p> | 6 | [17] |

| | | | | | | |
|---|----------------|---|----|---|----|------|
| | | | | <p>Tradução para Português: 95 – Fazer Crocum ferri que é utilizado no esmalte. <i>Pega em limalha de ferro bem lavada e mete entre dois tijolos num forno de tijolos durante 8 dias, sairá vermelha como sangue. Fá-la ferver em vinagre destilado. Depois, concentra ou destila e restará um croco ferro bellissimo.</i></p> | - | - |
| E | A. Neri (1612) | 1 | 16 | <p>A fare il Croco di ferro, altrimenti detto di Marte, per i colori del vetro. Cap. 16. <i>(...)Habbi limatura di ferro, potendo havere di acciaio è meglio, questa si mescoli bene con tre parte di zolfo polverizzato, & in coreggiuolo, come sopra si è detto del ferretto si tenga in fornello a calcinare, & abbruciare tutto il zolfo benissimo, che succede presto, & si lasci stare in fra carboni ardenti per quattro hore: poi fi cavi, & si polverizi, & stacci per staccio fitto, all' hora si metti in coreggiuolo per sopra coperto, & lutato, & si tenga nel era della fornacie presso al occhio o vero lumella per quindici giorni o più, che all' hora piglia un colore rossigno pavonazziccio quasi purpureo questo serva in vaso serrato per uso de i colori de i vetri, perché fa molti belli effetti.</i></p> | 17 | [19] |
| | | | | | 48 | [30] |
| | | | | | 5 | [17] |
| | | | | <p>Transcrição de Brunoro (1645): 18 - A far un Crocho di Marte per li colori di vetro. <i>Habbi limatura di ferro, se ni poi haver d'azzale è meglio, questo si miscoli bene con tre parte di solfo polverizzato et in un curigiolo si mita dentro, in un fornello ardente et si lassi fi no che tutto il solfo sarà abbrugiato, poi si cavi et polverizzi, et si passi per staccio fi no all' hora si metti in qurigiolo coperto et ben lutatto, et si tenga nill' era della fornacce presso all' occhio per quindici giorni, che all' hora piglierà un color rossigno quasi purpureo, questo serba in vaso serato che vedrai far nello vetro effetti mirabili.</i></p> | 7 | [17] |
| | | | | <p>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752): Chapitre XVI. Comment on prépare le Saffran de Mars pour colorer le verre. <i>(...) Qu'on prenne de la limaille de fer, ou de celle d'acier qui vaut encore mieux ; qu'on la mêle avec trois parties de souffre pulvérisé ; on sera calciner le tout au creuset, comme il a été dit en parlant du ferret, jusqu'à ce que le souffre soit tout à fait consumé, ce qui est bientôt fait ; on continuera de tenir le creuset pendant quatre heures dans le feu ; puis on retirera la mélange ; on le réduira en poudre & on le passera par un tamis bien serré. On le remettra ensuite dans un creuset couvert & lutté, & on le tiendra dans la chambre du fourneau près de l'ouverture appelée occhio pendant quinze jours ou plus ; il prendra alors une couleur d'un rouge foncé tirant sur le pourpre ; enfin on le gardera dans un vaisseau fermé pour s'en servir au besoin à colorer le verre, & il produira de très-bons effets dans cet emploi.</i></p> | 70 | [28] |

| | | | | |
|--|---|--|----|------|
| | | <p>Tradução para Inglês de P. Engle (1959): 16. To Make Iron Crocus, Also Known as Crocus Martis, to Color Glass. <i>(...) Obtain some iron filings, although steel is better if you can get it. Mix this well with three parts pulverized sulfur and put into crucibles as described above for the ferretto. Keep it in the oven to calcine and to consume all of the sulfur thoroughly, which will happen quickly. Leave it between burning coals for 4 hours, then remove, pulverize and sift it through a fine sieve at which point you should put it into covered crucibles, coated with clay and keep them in the furnace [annealing chamber] near the 'eye' for 15 days or more. At this point it takes on a reddish-peacock like color, almost purple. Store it in a closed vessel for use in coloring glass, since it produces so many beautiful effects.</i></p> | 33 | [29] |
| | | <p>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006): Chap.XVI. To make Crocus Ferri, otherwise called Crocus Martis, to colour glass. <i>(...) Take filings of Iron (if you can have them those of steel are better) mix them well with three parts of powdered brimstone and keep them in a melting pot in a furnace to Calcine, and burn well off all the brimstone, which soon succeeds, let them stand four hours in burning coals then take and powder, and serce them throw a fine serce and put them into a Chrysible covered and luted at the top, & set them in the Leer of the furnace neer the occhio or the cavalet 15 days or more which then gains a reddish Peacock-like colour, as if it were purple, this is kept in a close vessel, for use of glass colours, for it worketh many fair feats.</i></p> | 89 | [25] |
| | 2 | <p>A fare Croco di Marte in altra maniera. Cap. 17. <i>(...) Habbi limatura di ferro, potendo havere di acciaio à meglio, questa si mescoli bene in tegame di terra, con aceto forte, cioè si irrori solamente tanto, che sia inhumidita per tutto, poi distesa in detto tegame, si tenga al sole, che si asciughi & non essendo il sole scoperto, si lasci così all'aria, che come è secca, all'hora si torni a pestare che sarà alquanto ammassata & con nuovo aceto si irrori, & inhumidisca, & si torni à seccare; & polverizzare, come sopra; questa opera si reiteri per otto volte, or si macini, & passi per staccio fitto; che farà una polvere sottilissima en colore di matton pesto, questa si serbi in vaso ben serrato per uso de i colori de i vetri.</i></p> | 17 | [19] |
| | | <p>Transcrição de Brunoro (1645): 7 - A far il crocho di marte. <i>Abbi limatura di ferro, potindo haver d'acciale es meglio questa si miscoli in tegame di terra con aceto forte, cioè si arossi solamente tanto che sia tutto umido, poi si metti al solle che si asciughi et non essendo solle scoperto si tenghi all'aria, et asciuto che sarà, si pesti ben minutta, e con novo aceto, s'arrossi novamente, et farai questa regola otto volte, poi si macini, e si lissera' in un vaso turato sino a tuoi bisogni.</i></p> | 49 | [30] |
| | | | 5 | [17] |
| | | | 6 | [17] |

| | | | | |
|--|--|--|----|------|
| | | <p><u>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752):</u> Chapitre XVII. Autre manière de faire le Saffran de Mars. <i>(...) Prenez de la limaille de fer ou d'acier qui est meilleure ; vous la mettrez dans un pot de terre & l'humecterez avec du fort vinaigre, jusqu'à ce que toute la massa soit mouillée ; étendez-la ensuite & exposez-la au Soleil, pour qu'elle se seche, ou au défaut de Soleil, laissez-la à air. Après qu'elle sera sèche, broyez-la, parce qu'elle se met en grumeaux, & arrosez-la de nouveau avec du vinaigre. Faites sécher comme auparavant ; réitérez cette opération jusqu'à huit fois, & après pilez cette matière; passez la par un tamis serré, vous aurez une poudre très-fine, semblable à de la brique pillée, qu'il faudra conserver dans un vase bien bouché pour colorer les verres.</i></p> | 71 | [28] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de P. Engle (1959):</u> 17. To Make Crocus Martis in Another Manner. <i>(...) Obtain some iron filings, although steel is better if you are able to get it. Mix it well in an earthenware oven-pan with strong vinegar, which is sprinkled only until it is moist throughout. Now spread it out in the pans, and put it in the sun to bake. When the sun is clouded, leave it in the open air to dry. Now turn it into powder. If it leaves any hard lumps, sprinkle and moisten them with new vinegar, leave it to dry again and then pulverize, as above. This work should be repeated eight times, then grind and sift it through a fine sieve, which will make a very fine powder the color of brick dust. Store this in well-sealed vessels for use in the coloring of glass.</i></p> | 34 | [29] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006):</u> Chap.XVII. The second way to make Crocus Martis. <i>(...) Take filings of iron (steel is better) mix them well in earthen pans with strong vinegar, onely sprinkling them so much they may be wet thorowout, spread them in pans, and set them in the sun till they be dry, or in the open air when the sun is cloudy. When dry, powder them, if they be any whit in lumps, sprinkle them with new vinegar, then dry and powder them as before, repeat this work 8 times, then grind and serce them fine, and you have a most fine powder of the colour of brick powdred, which keep in vessels to colour glass.</i></p> | 90 | [25] |
| | | <p><u>Tradução para Português:</u> 17. Fazer Croco di Marte de outra maneira. <i>(...) Pegue em limalhas de ferro, podendo haver de aço é melhor, misture bem numa taça de barro, com vinagre forte, apenas humedecendo, mas se humedece por todo, em seguida, dentro dessa taça, deve ser posto ao sol que seca, não sendo sol descoberto deixe-o ao ar que seca, agora se torna em pó que será acumulado e com um novo vinagre se humedece e se torna a secar e a pulverizar como acima; este trabalho é repetido por oito vezes, ou é moído, e passa por uma peneira fina, que fará uma poeira finíssima em cor de tijolo partido, esta deve ser mantida num recipiente bem fechado para usar a cor em vidro.</i></p> | - | - |

| | | | | |
|---|----|--|----|------|
| 3 | 18 | <p>Altro modo di fare il Croco di Marte. Cap. 18. <i>(...) Adunque a limatura di ferro, o acciaio in tegame di terra invetriato si irrori con acqua forte, & si tenga al Sole à seccare, si torni a polverizzare, & a sbruffare con acqua forte, & si asciughi, & si reiteri così più volte, poi si rubifichi, come si è detto nel Croco fatto con il zolfo, poi si polverizzi, & stacci, & si serbi per il bisogno di colorire i vetri.</i></p> | 18 | [19] |
| | | | 49 | [30] |
| | | | 5 | [17] |
| | | <p>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752): Chapitre XVIII. Autre façon de faire le Saffran de Mars. <i>(...) elle consiste à mettre la limaille de fer ou d'acier dans un pot de terre vernissé, à verser dessus de l'eau forte, à de sécher au Soleil, à la pulvériser, ensuite à verser dessus de nouvelle eau forte, à la remettre à sécher, à réitérer plusieurs fois la même opération ; & après que la limaille a pris une couleur d'un rouge foncé comme celle du Saffran de Mars préparé avec le soufre, à la broyer, à la tamiser, & à la garder pour colorer le verre.</i></p> | 72 | [28] |
| <p>Tradução para Inglês de P. Engle (1959): 18. Another Way to Make Crocus Martis. <i>(...) Therefore, the filings of iron or steel are put in glazed earthenware pans, wet with nitric acid, and left in the sun to dry. Now turn them to powder, sprinkle with nitric acid again, and let it dry. Repeat this procedure several more times, and it will become deep reddish as was described for the crocus made with sulfur. Now pulverize and sift it, and store for future glass coloring needs.</i></p> | 34 | [29] | | |
| | | <p>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006): Chap.XVIII. A third way to make Crocus Martis. <i>(...) Sprinkle filings of steel with Aqua-fortis, in glazed pans, set them in the sun to dry, powder them, wet them again with Aqua-fortis and dry them, repeat this several times, and you shall have a red powder, as is said of Crocus made with Brimstone, then powder, serce, & keep it for your use to colour glass.</i></p> | 91 | [25] |
| 4 | 19 | <p>A fare il Croco di Marte in altra maniera. Cap. 19. <i>(...) & per far questo solvasi adunque in acqua forte, fatta regis con sale ammoniaco al solito, come si dirà nelle regole del calcidonio, limatura di ferro, o vero acciaio che è meglio, in vaso di vetro ben serrato, si tenga per tre giorni, & ogni giorno si agiti bene: però si avverta quando si mette la limatura sopra dett' acqua di fare pianamente perché gonfia assai, & porteria pericolo di far crepare il vetro, o vero di vomitare tutta fuori, però si vadia cauto nel metterla: in capo di tre giorni si svapori l'acqua a fuoco lento, che nel fondo sarà un croco di Marte nobilissimo per le tinture di vetri stupendamente, quale si serbi per il suo uso.</i></p> | 18 | [19] |
| | | | 50 | [30] |
| | | | 6 | [17] |

| | | | | |
|--|--|--|----|------|
| | | <p><u>Transcrição de Brunoro (1645):</u> 10 - A far il crocco martis che è meglio d'ogn'altro. <i>Pigliasi un'ampola di vetro e si meti dentro aqua forte fatta regis con salle armoniaco, et poi si metti limature d'acciaio, a poco a poco, perchè è pericolo che l'ampola non creppi, poi si turi il buco di detta ampola, esi lassi per tre giorni, aggitandola ogni sei hore una volta, acciò la polvere s'incorpori bene et in capo di detto tempo si vapori l'aqua a foco lento, che nel fondo sarà un crocho martis nobilissimo et sicuro.</i></p> | 6 | [17] |
| | | <p><u>Tradução para Francês (com comentários) de Holbach (1752):</u> Chapitre XIX. Autre manière de faire le Saffran de Mars. <i>(...) On dissoudra dans de l'eau régale, faite avec du sel ammoniac, comme il sera dit plus loin, en parlant de la calcédoine, de la limaille de fer ou d'acier, dans un matras de verre bien bouché ; on l'y laissera pendant trois jours, en remuant tous les jours le mélange, & observant de mettre la limaille petit à petit ; car elle se gonfle considérablement, & à moins qu'on ne s'y prenne avec précaution, le matras court risque de se briser, & le mélange d'être répandu. Au bout des trois jours, on sera évaporé l'eau à un feu doux ; & on trouvera au fond du vase un très-beau Saffran de Mars, qui donnera une couleur merveilleuse au verre.</i></p> | 73 | [28] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de P. Engle (1959):</u> 19. To Make Crocus Martis in Another Manner. <i>(...) To make this you should therefore dissolve filing of iron, or steel which is even better, in nitric acid made into aqua regis with ammoniac salt [ammonium chloride] as per usual – which will be described in the recipe for chalcedony. Keep it for 3 days in a well -sealed glass vessel, and every day agitate it well. But be careful and put the filings into the acid slowly, because it will swell quite a bit and could violently erupt or put the glass in danger of cracking, so exercise caution in adding it. At the end of 3 days evaporate the water over a slow fire, and in the bottom, it will leave the noblest crocus martis for pigments of the most wonderful glasses, which you should then store for use.</i></p> | 35 | [29] |
| | | <p><u>Tradução para Inglês de C. Merrett (1662) in M. Cable (2006):</u> Chap.XIX. A fourth way to make Crocus Martis. <i>(...) & to make this, dissolve in Aqua-fortis made Aqua-regis, with Sal Armoniack (as shall be said in our rules of Calcidony) filings of Iron or steel in a glass vessel well closed, keep them so 3 days, & every day stir them well. Observe, when the said water in put upon the filings, that it be done leasurly, & warily because it riseth much, and endangereth the braking of the glass, or else all to run out: at the end of 3 days let the water gently evaporated away, and in the bottom will be found a most noble Crocus Martis for the most stupendious tinctures of glasses, which keep for use.</i></p> | 92 | [25] |

| | | | | | | |
|---|--------------------|---|-----|--|-----|------|
| | | | | <p>Tradução para Português: 19. Fazer o Croco di Marte de outra maneira. <i>Para o fazer, dissolve em água forte feita régia com sal amoniaco, como é dito na receita de calcedónio, limalha de ferro, havendo aço é melhor, num frasco bem fechado, e mantenha por três dias, e a cada dia agitar bem: mas se adverte que quando se coloca a limalha na água deve fazer-se delicadamente porque incha muito, e pode haver o perigo de quebrar o vidro, ou de sair tudo fora, pelo que se deve ter cautela ao coloca-la: ao fim de três dias se evapora a água em fogo lento, e no fundo restará um croco di Marte muito nobre para a pintura de vidro, que serve para o seu uso.</i></p> | - | - |
| F | Darduin (1644) | 1 | 108 | <p>Transcrição de C. Moretti (2012): 108 - A far crocoferro. <i>Piglia limadura d'azzal, mettila in un corizuol poi mettilo al fuoco, et lassalo star tanto ch'el venga rosso, poi stualo in asedo, pestalo e ritornalo al fuoco tanto ch'el venga ancora rosso, poi pestalo et sarà fatto.</i></p> | 7 | [17] |
| G | Brunoro (1645) | 1 | 121 | <p>Transcrição de C. Moretti (2012): 121 - Per far un Croco di Marte bonissimo. <i>Piglia delle limature d'aghi da cuser li vistiti, poi laval bene, e metili a siugare, che assiuti che saranno, rosali con acceto forte, e questo farai, tre o quatro volte, e l'ultima volta che sarà assiute, tamisale bene sotilmente e riponele in un vaso coperto, acciò la polvere non entri et a suo tempo servati.</i></p> | 7 | [17] |
| | | 2 | 282 | <p>Transcrição de C. Moretti (2012): 282 - A far il crocum ferri. <i>Recipe vedriolo romano abrusato, salnitrio ana libre 3 lume di piuma libre mezza et fa aque forte, et in detta aqua forte fa dissolver dentro del ferro, cioè tolle uno fasetto e mite dentro delli pomi di chiodi di cavalo, overo della limagia de ferro e miteli sopra detta aqua forte a poco a poco et lassela dissolvere tutto quello che pote dissolvere, e poi vodalo fora per inclinatione cuique ritorna dell'altre aque forte e così farai tanto che tu ni habbi dissolto per il tuo bisogno e poi distilali da dosso l'aque forte, e te resterà il tuo crocum ferri in fondo della bozza, e questo si è il crocum ferri che si adopera in quest'arte.</i></p> | 7 | [17] |
| H | A. Félibien (1676) | 1 | - | <p><i>Les teints propres pour les Carnations, se sont avec du Harderic ou Ferrette, & autant de Rocaille, après les avoir pilez ensemble, on les broye sur le bassin.</i></p> | 254 | [20] |
| | | | | <p>Transcrição de Le Vieil (1774): Couleur de chair. <i>(...) Prenez une partie de harderic ou ferret d'Espagne, naturel ou composé, & une égale partie de rocaille : broyez bien ces deux matieres ensemble, après les avoir pilées & passées au tamis de soie, les détremant avec</i></p> | 129 | [21] |

| | | | | | | |
|---|-------------------|---|----|--|-----|------|
| | | | | <i>l'eau gommée pendant l'espace de trois ou quatre heures, tant que cette composition soit en bonne consistance, comme le noir, pour pouvoir être employée sur le verre.</i> | | |
| | | 2 | - | <i>Pour la couleur des cheveux, les troncs des arbres, & autres semblables, on prend du Harderic & de la Paille de fer, autant de l'un que de l'autre, & de la Rocaille autant que de tout les deux, o broye le tout sensamble comme dessus ; cela fait un rouge jaunâtre.</i> | 254 | [20] |
| | | | | <u>Transcrição de Le Vieil (1774):</u> <i>Couleur de cheveux, de troncs d'arbres, & c.</i> <i>(...) Prenez une once de harderic ou ferret d'Espagne, une once de scories ou écailles de fer, & deux onces de rocaille : au surplus procédez comme dans la précédente composition. Celle-ci vous donnera un rouge jaunâtre, dont vous ferez usage suivant le besoin.</i> | 129 | [21] |
| | | 3 | - | <i>Ce Rouge se fait des fêces du Vitriol & du Salpêtre, qui restent dans la cornue après que l'on a tiré l'eau forte ; ou bien avec de la rouille de fer. Il faut les bien broyer sur un Caillou ou sur une Agathe avec de la meilleure huile d'Aspic.</i> | 426 | [20] |
| I | J. Kunckel (1679) | 1 | 43 | XLIII. Andere Manieren /roth Loth zu machen. <i>(...)</i> <i>c) Kupfer-roth und Jettglaß / jedes gleich viel / Röthelstein den vierdten Theil darunter gerieben / und verfahren wie oben gesagt.</i> | 353 | [47] |
| | | | | <u>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752):</u> XLIII. Autres manières de faire une couleur fondante rouge. <i>(...)</i> <i>c) Ou De couperose & de grains de rocaille égales quantités ; y mêler en broyant un quart de crayon rouge ; du reste procéder comme ci-devant.</i> | 358 | [28] |
| | | | | <u>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774):</u> <i>Couleur rouge.</i> <i>(...)</i> <i>c) Ou une partie de couperose, une égale partie de grains de rocaille, un quart de crayon rouge, & mêlez en broyant ;</i> | 107 | [21] |
| | | | | <u>Tradução para Português:</u> 43. Outras maneiras de fazer vermelho. <i>c) Couperose e vidro de chumbo, em iguais quantidades; juntar e moer um quarto de lápis vermelho, e proceder como indicado acima.</i> | - | - |

| | | | | |
|---|----|---|-----|------|
| 2 | 44 | <p>XLIV. Roth auf Glaß zu brennen. <i>Nimm Crocum Martis, ober Roth von alten Emsen und gelbrothes Vitrum Antimonii, auch gelbes Klenglaß / jedes gleich viel; und ein wenig alte Munk / welche du mit Schwefel brennen und calciniren must; reibe es alles zusammen unter einander aufs Meinste / und also / dass wann man es unter die Bahne nimmt /es nicht mehr knirsche / so ist es recht; mahle damit nach Gefallen auf Glaß / und brenne es so wirst du schon Roth haben.</i></p> | 353 | [47] |
| | | <p>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752): XLIV. Porter par le moyen du feu une couleur rouge sur du Verre. <i>Prenez du safran de Mars ou de la rouille de fer, du verre d'antimoine qui est d'un rouge jaunâtre, ou du verre de plomb jaune, de chacun égales quantités ; joignez-y un peu de vieille monnoie que vous aurez calcinée avec du soufre ; broyez toutes ces matieres, jusqu'à ce qu'elles soient réduites en une poudre très-déliée ; servez-vous de ce mélange pour peindre sur du verre ; faites ensuite calciner, & vous aurez un très-beau rouge.</i></p> | 359 | [28] |
| | | <p>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774): Autre. <i>Prenez du safran de mars ou de la rouille de fer, du verre d'antimoine, qui est d'un rouge jaunâtre, ou de la rocaille jaune, de chacune de ces substances égale quantité ; ajoutez-y un peu de vieille monnoie que vous aurez calcinée avec le soufre ; broyez toutes ces matieres, jusqu'à ce qu'elles puissent être réduites en poudre impalpable, après qu'elles auront été séchées : le reste comme à la couleur noire.</i></p> | 107 | [21] |
| 3 | 51 | <p>LI. Fin feines rothes Glaß zum Mahlen. <i>Nimm Antimonium 3. Pfund / Silber Glett 3. Pfund / Eisen-Rost 1.Pfund / aufs allerkleinste gerieben / und damit gemahlt.</i></p> | 395 | [47] |
| | | <p>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752): LI. Belle couverte rouge. <i>Prenez trois livres d'antimoine, trois livres de litharge, une livre de rouille de fer ; broyez ces matieres avec toute l'exactitude possible, & servez-vous en pour peindre.</i></p> | 425 | [28] |
| | | <p>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774): <i>Prenez, dit Kunckel, dans la premiere de ses trois recettes ci-dessus annoncées, trois livres d'antimoine, trois livres de litharge & une livre de roille de fer : broyez ces matieres avec toute l'exactitude possible, & servez-vous-en pour peindre.</i></p> | 125 | [21] |
| | | <p>Tradução para Português: <i>51. Vidro vermelho fino moído.</i> <i>Pegue 3 libras de antimónio, 3 libras de óxido de chumbo, 1 libra de ferrugem de ferro: moer muito pequeno e pintar.</i></p> | - | - |

| | | | | |
|---|----|--|-----|------|
| 4 | 52 | <p>LII. Fin anders der gleichen. <i>Nimm Spieß-Glaß 2 Pfund / Silber-Glett 3. Pfund / gebrannten Eisen-Rost 1. Pfund / handle damit wie oben.</i></p> | 395 | [47] |
| | | <p><u>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752):</u> LII. Autre semblable. <i>Prenez deux livres d'antimoine, trois livres de litharge, de saffran de Mars calciné une livre ; le reste du procédé comme ci-devant.</i></p> | 425 | [28] |
| | | <p><u>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774):</u> Autre. <i>Prenez deux livres d'antimoine, trois livres de litharge, une livre de saffran de mars calciné, & procédé comme dessus.</i></p> | 125 | [21] |
| 5 | 53 | <p>LIII. Fin noch besser Roth auf Glaser. <i>Nimm Stucken von Holländischen Glaß Scheiben / reibe solche unbegreiflich klein / darnach nimm auf die Rothe gerbranten Vitriol / ober vielmehr das Caput mortuum desselben; laug das Glaß daraus mit warmen Wasser / und thue dasselbe nur auf die Seiten / dennes dient nicht hierzu /die Rothe aber /oder (wie es einige nennen) die tobtte Erbe /aus welcher das Glaß gelaugert ist / nimm und reibe es nur nach deinem Augenmaß unter das zuerst schon geriebene Glaß; so wirst du eine köstlich rothe Farbe aus Glaß erlangen / nimm nun solche / und wähle damit und brenne es ein / du hast.</i></p> | 395 | [47] |
| | | <p><u>Tradução para Francês (com observações) de Holbach (1752):</u> LIII. Autre couverte rouge encore plus belle. <i>Prenez des morceaux de verre blanc ; réduisez-les en une poudre impalpable ; prenant ensuite du vitriol calciné jusqu'à devenir rouge, ou plutôt du caput-mortuum qui reste après la distillation de l'huile de vitriol, édulcorez-le avec de l'eau chaude pour en enlever les sels; prenez de ce caput-mortuum autant que vous jugerez en avoir besoin, et mêlez le avec le verre broyé; vous aurez par ce moyen un très-beau rouge dont vous pourrez vous servir à peindre ; vous ferez ensuite recuire votre ouvrage.</i></p> | 426 | [28] |
| | | <p><u>Tradução para Francês de P. Le Vieil (1774):</u> Autre. <i>Prenez des morceaux de verre blanc d'Allemagne, réduisez-les en poudre impalpable ; prenez ensuite du vitriol calciné jusqu'à devenir rouge, ou plutôt du Caput mortuum, qui reste après la distillation du vitriol verd ; édulcorez-le avec de l'eau chaude pour en enlever les sels ; mêlez, avec le verre broyé, de ce Caput mortuum, autant que vous jugerez en avoir besoin. Vous aurez, par ce moyen, un rouge encore plus beau que les précédents, dont vous pourrez vous servir à peindre. Vous ferez ensuite recuire votre ouvrage.</i></p> | 125 | [21] |

| | | | | | | |
|---|------------------------|---|----|---|-----|------|
| J | H. Blancourt (1697) | 1 | 28 | <p>Chapitre XXVIII. Autre manière de faire le Safran de Mars. <i>Cette préparation aisée du Safran de Mars, ne sera pas la moindre en vertu & beauté que celles cy-dessus ; vous prendrez pour la faire de la limaille de fer ou d'acier bin nette & sans roüille, vous la ferez reverberer dans un Fourneau à tres-grand feu, qui soit au moins du quatrième degré, jusqu'à ce qu'elle devienne de couleur de pourpre. Après cela vous la retirerez du feu, & lorsqu'elle sera refroidie, vous la mettrez dans un vaisseau plein d'eau, vous la remuerez tres-fort, & incontinent vous verserez l'eau dans un autre vaisseau ; ce que vous pouvez reïterer. Ainsi il vous restera dans le premier vase, le fer qui n'est point encore calciné, que vous pourrez remettre au feu de reverbere si vous le désirez, & dans le second vase sera le Safran , lequel vous mettrez sur un petit feu pour faire exhaller toute l'eau. Ne vous avisez pas quoy qu'elle vous paroisse toute claire après être reposée, de la verser par inclination : car quoyque le Safran vous paroisse entierement précipité au fond, néanmoins cette eau en contient la plus subtile partie, qui à peine est perceptible. Vôte eau bien exhalée, il vous restera une Poudre tres-rouge, tres subtile, & tres-excellente, que vous garderez dans un vaisseau bien bouché pour vôte usage.</i></p> | 117 | [27] |
| | | 2 | 29 | <p>Chapitre XXIX. Dernier moïen de faire le Safran de Mars. <i>Ce dernier moïen sera de quelque utilité, à ceux qui desirent mettre le fer & l'acier en menue grenaille, dont le Métail est de difficile fusion. On pendra donc une barre de l'un ou de l'autre Métail neuf, du poids de cinq à six livres, que l'on sera chausser à la forge d'un Maréchal le plus que l'on pourra, en sorte qu'il petille bien en sortant du feu ; if faut en même tems, qu'une autre personne ait une longue bille de Soufre gris à petits canons, qui est le meilleur pour cette operation ; & le Métail sortant du feu en l'état que nous l'avons dit, preffer bien l'un contre l'autre, au dessus d'une grande terrine pléine d'eau chaude, dans laquelle le Métail degoutera en menuë grenaille, fondant comme de la cire par l'approche du Soufre. Il faut ensuite prendre ces menuës grenailles, & les stratifier avec le Soufre en poudre dans un creuser, puis les mettre au feu de reverbere, où elles seront réduites en poudre rouge, que vous poudrez encore broyer & tamiser, & les garder dans un vaisseau fermé pour vos teintures.</i> <i>Ces Safrans de Mars ont de grandes vertus dans la Medecine, dont je ne parle pas icy, passant les bornes de mon sujet : & on peut en tirer une huile qui n'a pas moins de vertus.</i></p> | 118 | [27] |

| | | | | | | |
|---|------------------|---|---|---|-----|------|
| | | 3 | - | <p>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</p> <p><i>Suivant Haudicquer de Blancourt, il faut, pour faire cette couleur, prendre un gros d'écailles de fer, un gros de litharge d'argent, un demi-gros de harderic ou ferret d'Espagne, & trois gros & demi de rocaille. Broyez bien le tout ensemble sur la platine de cuivre, durant une bonne demi-heure, pendant laquelle vous aurez soin de faire piler, dans un mortier de fer, trois gros de sanguine. Mettez-le sur les autres matières. Ayez ensuite un gros de gomme arabique très-seche ; pilez-la dans le même mortier, en poudre subtile, afin qu'elle attire ce qu'il peut y être resté de sanguine. Ajoutez-la aux autres matières qui sont sur la platine de cuivre, mêlant bien le tout ensemble & le broyant promptement, crainte que la sanguine ne se gâte.</i></p> <p><i>Pour broyer toutes ces matières, prenez un peu d'eau, & n'en versez peu-à-peu qu'autant qu'il en faut pour leur donner une bonne consistance, de manière qu'elles ne deviennent ni trop dures ni trop molles, mais comme toutes autres couleurs propres à peindre. Etant en cet état, vous mettez le tout dans un verre à boire, dont le bas soit en pointe, & verserez au-dessus un peu d'eau claire, pour le détremper avec un petit bâton bien net, ou avec le bout du doigt, ajoutant à mesure de l'eau jusqu'à ce que le tout soit de la consistance d'un jaune d'œuf délayé ou même un peu plus clair. Couvrez ensuite le verre d'un papier, crainte qu'il ne tombe dedans de la poussière. Laissez-le reposer pendant trois jours & trois nuits, sans y toucher. Versez le quatrième jour, par inclination, dans un autre vaisseau de verre bien net, le plus pur de la couleur qui surnage, & prenez garde d'en rien troubler. Laissez reposer la liqueur extraite continuez de verser ce qui en surnage comme la première fois. Mettez-le dans le fond d'un matras cassé qui soit un peu creux, puis le faites dessécher lentement sur un feu de sable doux, pour le garder.</i></p> <p><i>Pour s'en servir, on prend un peu d'eau claire sur un morceau de verre, avec laquelle on détrempe de cette couleur, la quantité dont on a besoin, & on l'emploie dans les carnations, à quoi elle est très-bonne.</i></p> | 125 | [21] |
| K | R. Dossie (1758) | 1 | - | <p>Of a scarlet oker.</p> <p><i>Scarlet oker, is the ochrous earth, or rather iron, which is the basis of green vitriol, separated from the acid of the vitriol, by calcination. It is of a broken orange scarlet colour: but, for its great certainty of standing, in which it equals any of the native okers, and its extreme great strength and warmth either as a ground or in the shades of carnations, it may be used as a colour in any kind of painting; (but in enamel it turns to a transparent yellow like brown pink, if the flux be strong); and is easily prepared in the following manner.</i></p> <p><i>“Take, of green vitriol or copperas, any quantity; and being put into a crucible, of which it will fill two thirds, set it on a common fire to boil, (taking care that it do not boil over,) till the matter be nearly dry; when it will be greatly diminished. Fill then the crucible to the same height again, and repeat this, till the crucible be filled with dry matter. Take it then from this fire, and put it into the wind-furnace; or, if the quantity be small, it may be continued in the same fire, the coals being heaped up round it; and let the contents be calcined there till they become of a red colour when cold; which must be examined by taking a little of the matter out of the middle, and</i></p> | 49 | [32] |

| | | | | | | |
|---|---------------------------------------|---|---|--|-----|------|
| | | | | <p>suffering it to cool: for so long as it remains hot the red colour will not appear, though it be sufficiently calcined. When duly calcined take the oker out of the crucible while hot, and put it into water, in which the parts of the broken crucible may be soaked likewise to obtain more easily what shall adhere to them; and stir the oker well about in the water, that all the remaining vitriol may be melted out of it. Let it then settle, and when the water appears clear, pour it off, and add a fresh quantity; taking out all the broken pieces of the crucible; and proceed as before; repeating several times this treatment with fresh quantities of water. Then purify the oker from any remaining foulness by washing over; and, having brought it to a proper state, in doing which the paper used must be covered with a linnen cloth, lay it to dry on boards.”</p> | | |
| L | Maurice & Antoine (Séc. XVII / XVIII) | 1 | - | <p>Transcrição de P. Le Vieil (1774): Carnation des frères Maurice & Antoine. (...) Prenez une once de pailles ou écailles de fer, deux onces de rocaille, une demi-once de litharge d’or, autant d’étain de glace ou bismuth, & le quart d’une once de gomme d’Arabie très-seche que l’on fait fondre à part. Pesez ensuite autant de sanguine que le tout ; mettez la sanguine à part ; commencez par piler toutes les autres substances séparées l’une de l’autre, & la sanguine ensuite, que vous aurez choisie entre la plus douce & la plus haute en couleur ; pilez-la bien menue. Il fera bon que vous ayez fait provision d’eau de pluie, comme étant la plus légère, quoiqu’à son défaut celle de riviere pût servir. Vous recevrez cette eau de pluie dans un pot de terre. Lorsqu’elle aura déposé sa saleté vers le fond, & qu’elle vous paroîtra bien nette & bien claire, vous la verserez par inclination dans une bouteille que vous aurez soin de bien boucher, pour qu’elle se garde long-temps. Faites fondre votre gomme dans une juste quantité de cette eau, moins que plus, parce qu’il faudra qu’après avoir broyé le tout, comme nous dirons, la dose de gomme fondue entre toute entière dans la composition. Pendant que la gomme fondra, mêlez votre première composition : prenez-en lorsqu’elle sera mêlée, peu à chaque fois, & la broyez sur la platine de cuivre rouge avec la molette d’acier. C’est assez de broyer alors à moitié cette première composition avec l’eau de pluie : après quoi, vous prendrez autant de sanguine à vue d’œil que vous avez pris de la première composition, & vous broierez bien le tout ensemble le plus sèchement qu’il vous sera possible. Mettez chaque broyée dans une écuelle ou tasse de fayence. Tâchez de ne point toucher cette couleur, en la ramassant de dessus la platine avec les doigts, parce que la graisse qu’ils contractent pour-roit la faire tourner. Quand le tout sera bien broyé, avez un verre de cristal le plus grand que vous pourrez : versez ensuite un peu de votre eau de gomme dans le vaisseau où est votre couleur. Détrempez-la peu-à-peu avec une cuiller. Ayez un petit bâton au bout duquel il y ait un petit linge lié avec du fil, pour aider à mieux détremper la couleur jusqu’à ce qu’elle soit réduite à la consistance d’une bouillie cuite, mais un peu claire. S’il arrivoit que vous n’eussiez point</p> | 127 | [21] |

assez d'eau de gomme pour détremper votre couleur, ajoutez-y de l'eau claire de votre carnation ne soit trop claire ou trop épaisse.

Lorsqu'elle sera ainsi bien détrempée, vous la verserez dans le verre, & vous l'y remuerez encore quelque peu avec le petit bâton ci-dessus. Vous l'exposerez ensuite dans un endroit où le soleil donne depuis le matin jusqu'au soir, & vous la couvrirez d'un morceau de verre commun, ayant soin tous les matins & soirs d'essuyer avec un linge l'humidité que auroit pu s'y attacher, & étant d'ébranler le verre. Pour obvier à cet inconvénient, faites un couvercle en forme de chapiteau, composé de quatre pièces de verre collées ensemble ou jointes avec plomb, de façon que ce couvercle soit plus large de trois ou quatre lignes que le verre dans lequel est la carnation. Ce couvercle sera soutenu à deux pouces au-dessus de la hauteur du verre, par trois fourchettes de bois, sur lesquelles il posera, qui seront plantées sur un fond de terre glaise, ainsi que la patte du verre, afin que le vent ne puisse rien renverser, ni brouiller, observant toujours de le couvrir avec un morceau de verre.

Vous laisserez ce verre, qui contient la couleur, exposé au soleil, sans y toucher, pendant trois jours & trois nuits, ou même pendant quatre ou cinq jours, supposé qu'il n'eût pas fait un beau soleil. Mais ne laissez pas plus longtemps ; car les drogues qui doivent donner la carnation, tomberoient entièrement au fond du verre, parce que c'est le propre de la sanguine & de la rocaille, de faire ternir la couleur qui en fait la substance ; la litharge & l'étain de glace ne pouvant tout au plus servir qu'à lui donner de l'éclat.

A bout de deux jours, vous prendrez garde si la couleur s'attache autour du verre en forme de cercle rouge. Si cela est ainsi, vous pourrez présumer que votre couleur sera bonne.

Après les trois ou cinq jours expirés, vous retirez votre verre doucement sans l'ébranler, puis verserez doucement par inclination la substance, c'est-à-dire, le dessus de la couleur qui est le plus vif, dans une tasse de fayence.

Lorsqu'après avoir décanté la partie la plus claire de la couleur, ce qui en reste commence à paroître noirâtre & moins vif que le dessus, vous cesserez de le verser dans la première tasse, mais dans une autre qui sera préparée pour sécher au soleil. Vous la laisserez néanmoins pencher un peu de côté, afin que s'il vous paroît encore quelque peu de la substance rouge qui soit bien vif, vous puissiez la verser doucement sur la première tasse, après l'avoir laissé reposer pendant six ou sept heures. Vous en mettrez sécher au soleil le résidu, & cette couleur vous servira à faire de la couleur de chair, en l'employant toute pure, & de la couleur de bois, en y alliant tant soit peu de noir.

Quant à votre substance de carnation, vous la mettrez à l'ombre, couverte d'un morceau de verre.

Ayez ensuite un petit gobelet de verre ou de fayence d'un pouce & demi de hauteur ou environ, que vous mettrez au même endroit qu'étoit votre verre au soleil.

Prenez alors de la substance de carnation avec une cuiller bien nette ; versez-la dans le petit gobelet ; faites-la sécher au soleil. Quand elle sera sèche, vous en verserez d'autre par-dessus, & ainsi jusqu'à la fin.

Il faut toujours prendre avec la cuiller le dessus de la couleur. Quand vous approcherez de la fin, si de fond est noir, ne le mêlez pas avec la bonne.

| | | | | |
|---|---|---|-----|------|
| | | <p><i>Toute la couleur étant séchée, vous mettrez le verre qui la contient, séchement & proprement à l'abri de la poussière, pour vous en servir dans le besoin.</i></p> <p><i>Si après avoir vidé dans la tasse la substance de carnation, vous aperceviez encore de la couleur vive dans le verre où elle s'étoit faite, reversez bien doucement dans ce verre un peu de la substance de carnation, puis la remuez légèrement, en tournant, pour faire détremper ce qui seroit resté de couleur vive & qui se seroit rassis. Lorsque vous vous apercevrez qu'il sera détrempé, vous cesserez de remuer, & vous le verserez sur la bonne carnation.</i></p> <p><i>Vous viderez ensuite le fond du verre pour le faire sécher tel qu'il est ; c'est ce qu'on appelle fondrilles de carnation.</i></p> | | |
| 2 | - | <p><u>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</u></p> <p><i>Prenez une once de sanguine, deux onces de rocaille, & le quart d'une once de gomme fondue à part. Au surplus procédez comme dans la précédente.</i></p> | 128 | [21] |
| 3 | - | <p><u>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</u></p> <p><i>Autre. Prenez une once de litharge d'or, une once de rocaille, une once de gomme mise à part, une demi-once de ferret d'Espagne, & une demi-once de pailles de fer : mêlez le tout comme ci-devant, excepté toujours la gomme, & pesez sur le total autant de sanguine dans la mêler d'abord : ensuite pilez & préparez le tout, comme dans le premier procédé.</i></p> | 129 | [21] |
| 4 | - | <p><u>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</u></p> <p><i>Autre. Prenez une once de pailles de fer, une once de mine de plomb, une once d'étain de glace, & une demi-once d'antimoine. Pilez toutes ces drogues avec deux onces de rocaille & une once de ferret d'Espagne : mêlez bien le tout, & pesez sur le total deux onces de sanguine & une demi-once de gomme. Procédez au surplus comme dans la premiere recette.</i></p> | 129 | [21] |
| 5 | - | <p><u>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</u></p> <p><i>Autre. Prenez une once de sanguine, le quart d'une once de rocaille, autant de ferret d'Espagne que le rocaille ; mettez toutes ces parties séparément, puis prenez la huitieme partie de votre sanguine. Pesez sur cette huitieme partie autant de bismuth ou étain de glace ; mêlez ensuite le tout ; pilez & broyer & ajoutez, vers le fin, en broyant, une seizieme partie de gomme détrempée, & séchez comme dans la premiere recette.</i></p> | 129 | [21] |
| 6 | - | <p><u>Transcrição de P. Le Vieil (1774):</u></p> <p><i>Autre. Prenez une once de pailles de fer, une once de rocaille, une once de litharge, une demi-once d'étain de glace & le quart d'une once de gomme que vous mettrez à part. Mêlez le tout en le pilant, hormis la gomme. Pesez autant de sanguine que le tout. Pilez sans la mêler d'abord avec votre premiere composition que vous broyerez</i></p> | 129 | [21] |

| | | | | | | |
|---|--------------------|---|---|---|-----|------|
| | | | | <i>séparément, en y ajoutant la sanguine lorsque tout sera broyé à peu près à la moitié, puis la gomme sur la fin en broyant ; procédez au surplus comme dans la première recette.</i> | | |
| | | 7 | - | Transcrição de P. Le Vieil (1774): <i>Enfin selon la dernière recette de nos Religieux Artistes, prenez une once de pailles de fer, une once de litharge, une once de gomme mise à part, une once d'étain de glace, une once de ferret d'Espagne, & trois onces de rocaille. Pesez & mêlez autant de sanguine que le tout ; au surplus comme à la première recette.</i> | 129 | [21] |
| M | P. Le Vieil (1774) | 1 | - | <i>Selon mes secrets de famille, prenez deux gros de rocaille jaune, un gros de pailles ou écailles de fer, un gros de litharge d'or, un gros de gomme arabique, & autant pesant de sanguine que le tout. Pilez tout ces matières dans un mortier de bronze, & les broyez ensuite sur une platine de cuivre. Quand le tout sera suffisamment broyé, c'est-à-dire, réduit à une consistance plus dure que molle, levez votre couleur de dessus la platine, & la mettez dans un verre de fougère. Délayez-y le tout avec de l'eau bien claire, puis laissez reposer la liqueur pendant trois jours consécutifs. Vous verserez ensuite lentement ce qui en surnagera sur une boubine cruse ; & vous le mettez sécher au soleil, en le couvrant de manière que la poussière ne le puisse gâter.</i> | 126 | [21] |
| | | 2 | - | Autre. <i>Prenez un gros de pailles de fer, autant de litharge d'argent, autant de gomme d'Arabie, un demi-gros de harderic ou ferret d'Espagne, trois gros & demi de rocaille jaune, & autant de sanguine que le tout. Pilez les pailles de fer, le harderic, la rocaille & la litharge ensemble, & le broyez sur la platine de cuivre pendant une bonne demi-heure. Faites piler & réduire en poudre très-fine la sanguine avec la gomme. Mêlez-les aux matières déjà broyées, & rebroyez de nouveau le tout ensemble presque aussi long-temps que la première fois. Levez ensuite la couleur de dessus la platine la plus dure que faire se pourra : mettez-la dans un verre de fougère, dans lequel vous la délayez avec eau nette & bien claire du bout du doigt, jusqu'à ce que toute votre couleur ait pris la consistance d'un jaune d'oeuf délayé. Vous la laisserez reposer trois jours au soleil, en la couvrant soigneusement d'un morceau de verre que vous aurez chargé d'un poids assez lourd, pour empêcher que le vent ne les renverse. Enfin le quatrième jour, vous épancherez sur un ou plusieurs morceaux de verre creux, c'est-à-dire, pris à la boudine, la liqueur la plus claire qui aura surnagé, en prenant la précaution de n'en rien troubler. Vous exposerez ensuite cette liqueur au soleil, de manière que la poussière ne puisse s'y attacher. Cette liqueur, en séchant, se réduit par écailles d'une couleur de rouge brun. Elle ressemble assez, dans cet état, à la gomme gutte, qui ne montre une couleur jaune que lorsqu'on la détrempe à l'eau avec la pointe du pinceau. Lorsque vous voulez vous servir de cette couleur rouge, vous laissez tomber une goutte d'eau bien claire sur un morceau de verre bien net, en l'étendant de la largeur d'un sol marqué. Vous détrempez avec cette eau de la pointe du pinceau autant de cette couleur desséchée que vous savez devoir en employer, & à proportion de la teinte plus ou moins foncée que vous désirez.</i> | 126 | [21] |

| | | | | | | |
|---|--------------------------|---|---|---|-----|------|
| N | G. Bontemps (1868) | 1 | - | <p><i>Rouge...pour la peinture sur verre et surtout pour vitraux, c'est le rouge chair. Nous l'obtenons par le mélange de: Sanguine, que l'on doit choisir de la plus belle teinte 2 parties. Fondant A 7 parties. Dont on opère le mélange et le broyage, mais sans les fondre ; plus cet émail est broyé fin, plus il est beau ; on conçoit, du reste, que pour les parties de chair qui doivent être le moins teintées, on atténue la couleur en étendant la couche avec le pinceau et l'essence.</i></p> | 732 | [33] |
| | | | - | <p><u>Tradução para Inglês de M. Cable (2008):</u> <i>Red (...) Another kind of red is also needed for painting on glass, above all in stained glass windows, that is flesh tint. We obtain it by mixing: Haematite of the best colour 2 parts Flux A 7 parts Which is ground but not melted; the more finely it is ground, the better is the colour. In addition, it will be understood that the paler parts of flesh should have the colour spread thinner with a brush and turpentine.</i></p> | 547 | [34] |
| | | 2 | - | <p><u>Tradução para Português:</u> <i>Vermelho (...) para a pintura sobre vidro e sobretudo para vitrais, é o vermelho de carnação. Obtém-se através da mistura de: Hematite, que devemos escolher a de cor mais bela 2 partes. Fundente/veículo A 7 partes. Que é obtida misturando e moendo, mas sem fundir; quanto mais moído este esmalte for, mais belo se torna para ser apreciado, no entanto, para as partes de carnação que devem ser matizadas a cor deve ser atenuada esticando a camada com o pincel e a essência de terebentina.</i></p> | - | - |
| | | | - | <p><i>On peut encore faire un rouge chair avec de l'oxyde de fe produit par : Nitrate de fer légèrement calciné 1 partie. Fondant A 4 parties. Mêlangés et broyés très-fin, mais non fondus.</i></p> <p><u>Tradução para Inglês de M. Cable (2008):</u> <i>A flesh tint can also be made with: Lightly calcined ferric nitrate 1 part Flux A 4 parts Which again is very finely ground and used without melting.</i></p> | 732 | [33] |
| | | | | | 547 | [34] |

| | | | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|---|---|
| | | | <p><u>Tradução para Português:</u> <i>Pode-se ainda fazer um vermelho de carnação com o óxido de ferro produzido por:</i> <i>Nitrato de ferro ligeiramente calcinado 1 parte.</i> <i>Fundente/veículo A 4 partes.</i> <i>Misturar e moer, muito fino, mas sem fundir.</i></p> | | | - | - |
|--|--|--|--|--|--|---|---|