

# Caratterizzazione qualitativa di antiche spade giapponesi attraverso imaging neutronico risolto in energia

F. Salvemini, F. Grazi, S. Peetermans, F. Civita, R. Franci, S. Hartmann, E. Lehmann, M. Zoppi

*La spada giapponese (Katana) è generalmente riconosciuta, nell'ambiente dei beni culturali, come uno degli oggetti più interessanti non solo dal punto di vista stilistico, ma anche per le strabilianti caratteristiche meccaniche. Nel lavoro che segue, sono presentati i risultati delle indagini realizzate, in modo totalmente non-invasivo, su cinque spezzoni di spada giapponese. Le lame, appartenenti ai periodi Koto (987-1596) e Shinto (1596-1781), sono state analizzate attraverso imaging neutronico sia in fascio policromatico sia risolto in energia. La ricostruzione dei volumi e delle slices tomografiche, effettuata a partire dai dati ottenuti dalle proiezioni bidimensionali, ha permesso di identificare la distribuzione delle fasi e le caratteristiche distintive che sono correlate alle tecniche di forgiatura proprie delle differenti scuole e tradizioni sviluppatesi in Giappone.*

**Parole chiave:** Storia - Metallurgia - Caratterizzazione materiali - Materiali compositi

## INTRODUZIONE

Lo studio delle antiche tecniche di forgiatura e della loro evoluzione storica, rappresenta una delle tematiche di maggiore interesse nell'ambito delle ricerche condotte sugli antichi metodi di produzione delle spade giapponesi. Finora le attività di ricerca sono state principalmente condotte adoperando tecniche puntuali di superficie, come per esempio la metallografia [1-3]. Recenti studi hanno ampiamente dimostrato che tale approccio può essere integrato adottando metodologie d'indagine che, sfruttando i neutroni termici, consentono di caratterizzare, in modo completamente non-invasivo, l'intero volume tridimensionale dei manufatti metallici [4-7].

Infatti, i neutroni rappresentano lo strumento ideale per sondare le proprietà microscopiche (a livello atomico) della maggior parte dei materiali densi [8,9] grazie al loro alto potere di penetrazione.

Per i campioni metallici, in particolare, le tecniche neutro-

niche sono applicate per determinare, qualitativamente e quantitativamente, la presenza di fasi, così come la distribuzione di tessiture ed eventuali tensioni residue. Da questo ventaglio di dati è possibile desumere informazioni, non solo sullo stato di conservazione del manufatto, ma anche sulle procedure di raffinamento e sulle lavorazioni applicate al materiale, identificando caratteristiche distintive ad esse connesse [10].

Le spade giapponesi, oggetto del presente studio, sono storicamente classificate in quattro periodi [11,12]:

1. *Koto* (Vecchia Spada): A.D. 987-1596
2. *Shinto* (Nuova Spada): A.D. 1596-1781
3. *Shinshinto* (Nuova Nuova Spada): A.D. 1781-1876
4. *Gendaito* (Moderna Spada): A.D. 1876-oggi

L'età Koto è ulteriormente suddivisa in cinque scuole (*Gokaden*). Queste derivano dall'evoluzione di repliche locali delle spade cinesi, dritte e a doppio taglio, da cui si passò alle lame curve a taglio singolo. Ogni tradizione, da cui si svilupparono le diverse scuole che, dalle province di origine si diffusero nel resto del paese, adottò procedure di raffinamento, lavorazione e trattamenti di finitura propri. Le province di origine erano centri di potere, oppure semplicemente aree geografiche ricche in miniere di ferro, dove le scuole di differenti tradizioni potevano esistere e prosperare.

Il periodo *Shinto* fu caratterizzato dall'unificazione e dal controllo *shogunale* dei processi di forgiatura delle armi: la separazione tra le varie tradizioni lentamente si dissolse, rimanendo solo come una sorta di diversificazione meramente stilistica, senza alcuna connessione reale al processo di lavorazione [12].

Le analisi presentate in questo lavoro riguardano cinque

### Filomena Salvemini, Francesco Grazi, Marco Zoppi

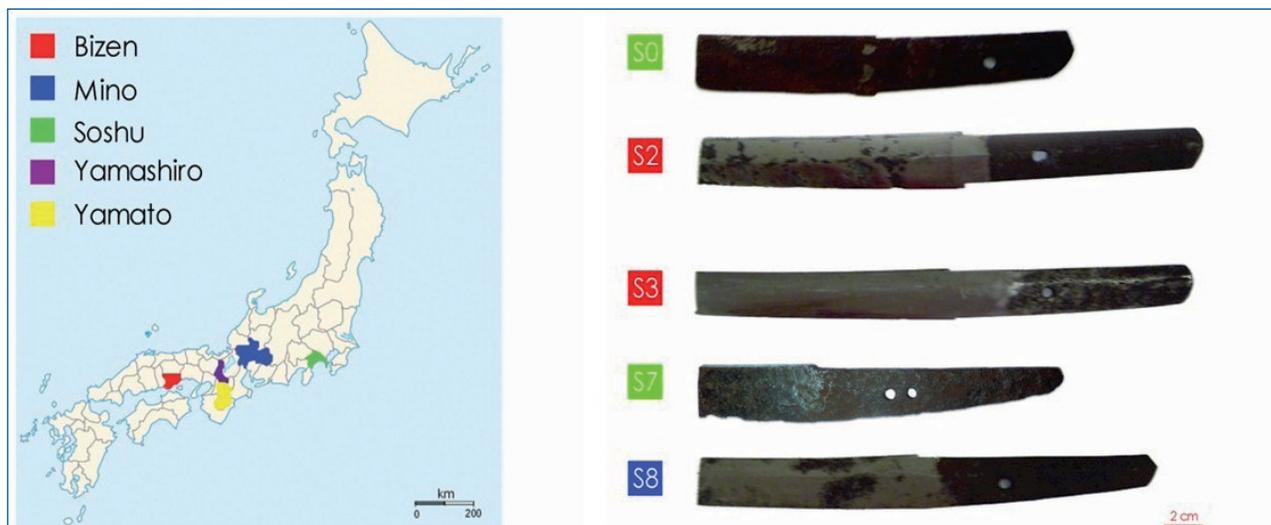
Consiglio Nazionale delle Ricerche, Istituto dei Sistemi Complessi, Sesto Fiorentino (FI) - Italia  
(contact: [floriana.salvemini@fi.isc.cnr.it](mailto:floriana.salvemini@fi.isc.cnr.it))

### Steven Peetermans, Stefan Hartmann, Eberhard Lehmann

Paul Scherrer Institut, SINQ Neutron Source  
Villigen - Svizzera

### Francesco Civita, Riccardo Franci

Museo Stibbert, Firenze (FI) - Italia



**Fig. 1 - Mappa del Giappone (l'isola principale è Honshu) in cui sono riportate le province originarie delle cinque tradizioni del periodo Koto (sinistra), e una foto dei cinque frammenti di spada (destra).**

Fig. 1- Map of Japan (Honshu is the main island) showing the location of the provinces where the five Koto age sword-making traditions were originated (left) and a picture of the five blade fragments (right).

frammenti di antiche spade. Ognuna di esse è troncata a circa 10-20 cm dal codolo. Questi frammenti sono stati precedentemente analizzati utilizzando la diffrazione neutronica in tempo di volo [5]. Tutti sono stati attribuiti, grazie allo studio delle firme (attribuzione sicura) o, in assenza di firma, attraverso l'analisi stilistica da parte dagli esperti del Museo Stibbert (attribuzione ipotetica): quattro risultano appartenere al periodo *Koto*, uno al periodo *Shinto*. La traslitterazione delle firme, così come la sua traduzione e attribuzione è riportata qui di seguito (Sx identifica il campione):

**S0** Mumei (firma assente)  
Soshu-Kotō

**S2** BIZEN no KUNI no Jū OSAFUNE SHICHIBEI no JŌ SUKESADA/ KAMBUN SANNEN HACHIGATSU KICHINICHI Shichibeinojō Sukesada abitante di Osafune nella provincia di Bizen/ un giorno fortunato nell'ottavo mese del terzo anno di Kambun  
Bizen (Okayama), 1663-*Shintō*

**S3** BISHŪ OSAFUNE SUKESADA  
Sukesada da Osafune nella provincia di Bizen,  
Bizen (Okayama), metà del XVI secolo, *Bizen -Kotō*

**S7** Mumei (firma assente)  
Soshu-Kotō

**S8** NOSHŪ no JŪ KANESADA  
Kanesada abitante della provincia di Mino  
Mino (Gifu), prima metà del XVI secolo, *Mino-Kotō*

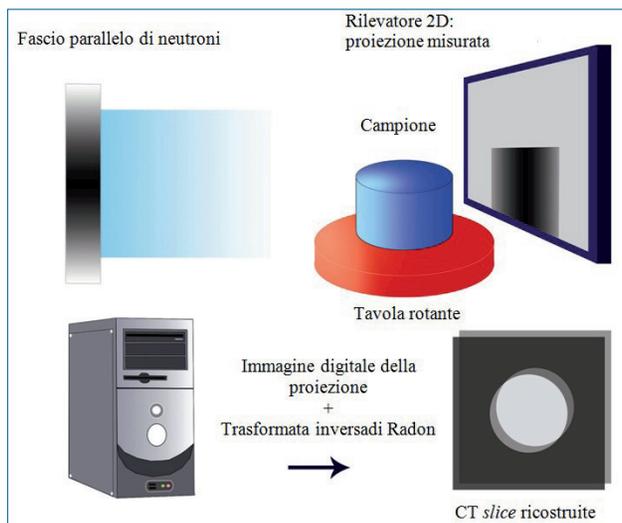
Le quattro spade dell'età *Koto* (S0, S3, S7, S8) appartengono a tre scuole diverse, tra le cinque esistenti, mentre la *Shinto* (S2) è stata prodotta, diversi anni più tardi, della stessa famiglia di maestri spadai della S3. Questi dettagli sono di grande importanza per l'analisi dei dati. Una foto dei frammenti delle lame è riportata in Fig. 1.

## SET-UP SPERIMENTALE

Lo studio di *imaging* neutronico è stato condotto usando la *beamline* ICON che raccoglie il fascio di neutroni freddi provenienti dal moderatore a D<sub>2</sub> liquido, installato presso la sorgente di neutroni a spallazione SINQ in Svizzera [13]. Utilizzando la tecnica standard, ovvero combinando le varie immagini ottenute ruotando il campione nel fascio neutronico, la ricostruzione tomografica fornisce immagini di fette (*slices*) dell'oggetto, a partire dai dati ottenuti in trasmissione. Il metodo può essere facilmente applicato a campioni di metallo, utilizzando neutroni termici e freddi, i quali vengono rivelati per mezzo di un apposito scintillatore. Al fine di ricostruire la mappa tridimensionale del volume del campione, le proiezioni parallele bidimensionali che vengono acquisite durante la rotazione dell'oggetto attorno al suo asse verticale, devono coprire un intervallo di almeno 180°. (Fig. 2)

Dopo aver corretto le immagini grezze per i vari effetti strumentali (esposizione, *flatfield*, *spot filtering*, riposizionamento dell'asse di rotazione, etc.), le *slices* tomografiche vengono ricostruite utilizzando la trasformata inversa di Radon (*filtered back-projection*). Infine, tutte le *slices* sono raccolte in un *image stack* che rappresenta il volume di dati tridimensionali prodotto dalle proprietà di attenuazione neutronica del campione. Al termine del processo, le parti costituenti l'oggetto, con caratteristiche diverse di attenuazione (e diffusione) dei neutroni, possono essere visualizzate utilizzando un apposito software di *rendering* 3D [10,14].

I cinque frammenti di lame giapponesi sopra descritti sono stati inizialmente caratterizzati attraverso misure tomografiche in fascio policromatico. I parametri rilevanti per il *set-up* strumentale sono riportati in tab. 1. Durante le misure, i campioni sono stati avvolti in fogli di alluminio



**Fig. 2 - Set-up sperimentale per imaging neutronico: un fascio parallelo di neutroni interagisce con il campione, posto su una piattaforma rotante. Ad ogni angolo di rotazione, la radiazione trasmessa viene rilevata attraverso una camera CCD dotata di uno scintillatore. Slices tomografiche dell'oggetto sono calcolate a partire dalle proiezioni 2D raccolte, utilizzando la trasformata inversa di Radon.**

*Fig. 2 - Neutron imaging experimental set-up: a parallel neutron beam interacts with the sample, placed on a turntable. At each angle of rotation, the transmitted radiation is detected through a CCD camera equipped with a scintillator plate. Computerized tomographic slices of the object are calculated applying the inverse Radon transform to the 2D collected projections.*

e disposti in un tubo cilindrico, anch'esso di alluminio. Infatti, la piccola sezione d'urto sia di assorbimento che di scattering dell'Al rende questo metallo quasi trasparente ai neutroni ed evita le tipiche interferenze che ogni altro tipo di supporto produrrebbe durante le misure. I dati sono stati elaborati attraverso il pacchetto software Octopus, sviluppato all'Università di Ghent [14].

Tuttavia, l'*imaging* neutronico convenzionale adopera uno spettro policromatico di neutroni, termici o freddi (a seconda dello strumento), dove l'interpretazione del contrasto dell'immagine è ottenuta per integrazione dei coefficienti di attenuazione su tutto il *range* energetico. In questo modo le caratteristiche che dipendono dall'energia dei neutroni incidenti vengono perse. Al contrario, l'utilizzo di un fascio monocromatico offre la possibilità di modificare il contrasto dell'immagine, per le diverse fasi, sfruttando il brusco cambiamento dei coefficienti di attenuazione al cosiddetto *Bragg cut-off*. Pertanto il metodo tomografico convenzionale può essere notevolmente migliorato grazie ad una opportuna selezione dell'intervallo di energia dei neutroni, permettendo di discriminare i materiali costituenti l'oggetto di analisi. Tale tecnica è nota come *imaging* risolto in energia.

Al fine di realizzare questo tipo di indagine tomografica, abbiamo eseguito le misure presso ICON (Fig. 3) [15, 16]. Lo strumento monta, come monocromatore, un selettore di velocità: una turbina cilindrica rotante realizzata con una serie di palette sagomate in fibra di carbonio e rivestite con un materiale assorbente ai neutroni ( $^{10}\text{B}$ ).

Adoperando il selettore di velocità, solo i neutroni con la giusta velocità possono passare indisturbati attraverso la lunghezza  $L$  della turbina, descrivendo durante la rotazione (nel sistema di riferimento della turbina) un percorso elicoidale con un angolo di inclinazione  $\alpha$ . La lunghezza d'onda dei neutroni passanti (dove  $h$  è la costante di Planck,  $m$  la massa del neutrone e  $v$  la velocità del neutrone) può essere scelta selezionando la velocità di rotazione  $\omega$  della turbina, secondo la formula:

$$\lambda = \frac{h\alpha}{Lm\omega} \quad (1)$$

Invece, la risoluzione relativa del monocromatore è espressa dal rapporto:

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\alpha}{\beta} \quad (2)$$

dove  $\beta$  è l'angolo che sottende la finestra di trasmissione del fascio [17]. Nel caso specifico, il selettore di velocità installato su ICON ha un potere di risoluzione in lunghezza d'onda pari al 15%.

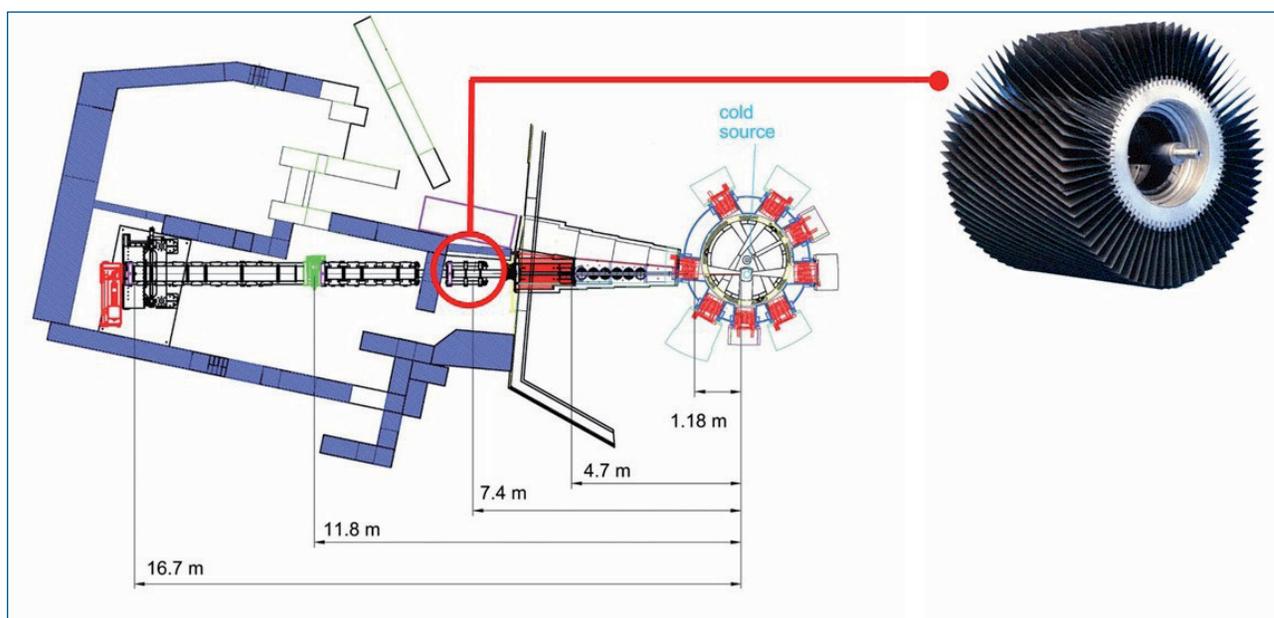
Operativamente si è proceduto acquisendo tomografie alle due frequenze dove si osserva la maggiore variazione di intensità dovuta al *Bragg-edge*. Secondo la legge esponenziale di Lambert-Beer, l'intensità incidente è anche funzione dello spessore del campione esaminato. Sfruttando la relazione:

$$\frac{\log I_{\lambda_2}}{\log I_{\lambda_1}} = \frac{\mu\sigma_{\lambda_2}d}{\mu\sigma_{\lambda_1}d} \quad (3)$$

Invece, la risoluzione relativa del monocromatore è espressa dal rapporto:

dove  $\beta$  è l'angolo che sottende la finestra di trasmissione del fascio [17]. Nel caso specifico, il selettore di velocità installato su ICON ha un potere di risoluzione in lunghezza d'onda pari al 15%.

Operativamente si è proceduto acquisendo tomografie alle due frequenze dove si osserva la maggiore variazione di intensità dovuta al *Bragg-edge*. Secondo la legge esponenziale di Lambert-Beer, l'intensità incidente è anche funzione dello spessore del campione esaminato. Sfruttando la relazione: la dipendenza dallo spessore ( $d$ ) può essere eliminata ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  sono le lunghezze d'onda dei neutroni scelte rispettivamente prima e dopo il *Bragg edge* 110 della ferrite,  $\mu$  è la densità dei centri neutronici di interazioni e  $\sigma$  è la sezione d'urto neutronica totale alla lunghezza d'onda di misura). Nella parte dell'esperimento dedicata alla tecnica dell'*imaging* risolto in energia (il dettaglio del *set-up* strumentale adoperato è riportato in Tab 1), le tomografie sono state ottenute utilizzando due diverse lunghezze d'onda di neutroni: 3,8 Å e 5,0 Å.



**Fig. 3 - Schema della beamline ICON (a sinistra) dove sono riportate le distanze dal moderatore freddo. La posizione sperimentale (in verde) si trova a 11,8 m dal moderatore. Il cerchio rosso indica la posizione del selettore di velocità (a destra).**

Fig. 3 - Layout of the ICON facility (left), showing distances from the cold moderator. The experimental position (green) is located at 11.8 m from the moderator. The red circle indicates the location of the mechanical velocity selector (shown in the picture on the right).

Invece, la risoluzione relativa del monocromatore è espressa dal rapporto:

dove  $\beta$  è l'angolo che sottende la finestra di trasmissione del fascio [17]. Nel caso specifico, il selettore di velocità installato su ICON ha un potere di risoluzione in lunghezza d'onda pari al 15%.

Operativamente si è proceduto acquisendo tomografie alle due frequenze dove si osserva la maggiore variazione di intensità dovuta al *Bragg-edge*. Secondo la legge esponenziale di Lambert-Beer, l'intensità incidente è anche funzione dello spessore del campione esaminato. Sfruttando la relazione:

la dipendenza dallo spessore ( $d$ ) può essere eliminata ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  sono le lunghezze d'onda dei neutroni scelte rispettivamente prima e dopo il *Bragg edge* 110 della ferrite,  $\mu$  è la densità dei centri neutronici di interazioni e  $\sigma$  è la sezione d'urto neutronica totale alla lunghezza d'onda di misura). Nella parte dell'esperimento dedicata alla tecnica dell'*imaging* risolto in energia (il dettaglio del *set-up* strumentale adottato è riportato in Tab 1), le tomografie sono state ottenute utilizzando due diverse lunghezze d'onda di neutroni: 3,8 Å e 5,0 Å.

## RISULTATI

### Analisi tomografica in fascio policromatico

L'analisi non-invasiva, condotta sui quattro frammenti di lame, ha permesso di individuare alcune caratteristiche peculiari (estensione dell'area di tempratura lungo il filo, difetti,

inclusioni di scorie, fessure interne), relative ai metodi sviluppati dalle diverse scuole e tradizioni in Giappone. La tecnica ha consentito anche la mappatura della distribuzione di difetti microscopici sotto la superficie, e quindi invisibili ai metodi ottici.

Di seguito, ci concentreremo su differenze specifiche tra i campioni analizzati provenienti dalle diverse scuole e tradizioni.

Per quanto concerne il campione **S0**, è stata rilevata la traccia di una fessura interna che si estende dal codolo fino alla linea di taglio. Invece, nell'impugnatura, è stata individuata la presenza diffusa di piccole inclusioni di scorie, allungate e parallele alla superficie (Fig. 4).

L'assenza dell'*hamon* (l'area di tempratura lungo il filo, tipica delle lame giapponesi) è collegata al contenuto di carbonio, che risulta incredibilmente alto (composizione in peso media = 1.05%), in linea con l'ipotesi che questa tradizione abbia prodotto le lame caratterizzate dalla durezza più elevata. Per questa ragione, la lama doveva essere rinvenuta, dopo la tempratura, affinché non risultasse eccessivamente fragile [5]. Il frammento non appare in ottimo stato di conservazione. Infatti, si osservano aree diffuse di ruggine che si estendono sotto la superficie.

Il campione **S2** appare caratterizzato da una struttura interna omogenea. Nessuna traccia di crack o scorie è stato evidenziata dalla tomografia. Tuttavia, abbiamo rilevato un chiaro *space pattern* in cui la struttura cristallina del tagliente cambia, dalla dura martensite alla perlite, dando luogo all'*hamon*, chiaramente delimitato dalla cosiddetta linea dell'*habuchi* (evidenziata in rosso nella Fig. 5). La tecnica

Metodo	Tomografia neutronica in fascio policromatico e risolta in energia (S0, S2, S3, and S8)	Campione di test per l'ottimizzazione del selettore di velocità (S7)
Posizione di misura	2	2
Apertura	40 [mm]	80 [mm]
L/D:	178	89
Lunghezza d'onda neutroni	white beam, 3.8 Å, 5.0 Å	3.5 Å, 3.7 Å, 4.1 Å, 4.6 Å
Scintillatore	<sup>6</sup> LiF/ZnS (1:2) 100 [µm]	<sup>6</sup> LiF/ZnS (1:2) 100 [µm]
Camera	ANDOR TECHNOLOGY, DV434 - BV, SN: CCD-6964, (1024 Pixel)	ANDOR TECHNOLOGY, DV434 - BV, SN: CCD-6964, (1024 Pixel)
Lenti	Nikon, AF-S NIKKOR 50mm 1:1.4G, SN: 213200 (Lens 1)	Nikon, AF-S NIKKOR 50mm 1:1.4G, SN: 213200 (Lens 1)
Dimensioni CCD	1024 x 1024 [pixel]	1024 x 1024 [pixel]
Field of View	111.6 x 111.6 [mm]	111.6 x 111.6 [mm]
Distanza Oggetto-Detector	17 [mm]	17 [mm]
Risoluzione spaziale	160 [µm]	210 [µm]
Tempo esposizione	5(WBT), 50-60 (ERT) [s]	6 [s]
Angolo rotazione	360 [°]	360 [°]
Numero di proiezioni	375 [1]	375 [1]
Corrente protonica	1.5 [mA]	1.5 [mA]
Commenti	5x immagini in <i>flat field</i> , 5x immagini <i>dark current</i> con lo stesso tempo di esposizione per la normalizzazione dei dati.	5x immagini in <i>flat field</i> per energia, 5x immagini <i>dark current</i>

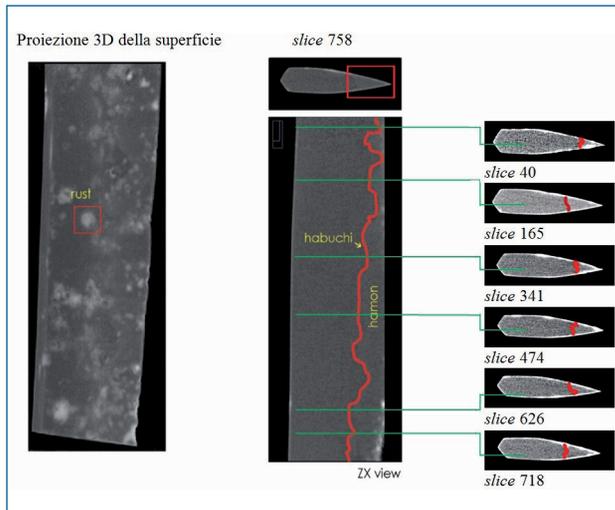
**Tab. 1 - Set-up utilizzato per le misura delle cinque lame giapponesi.**

Tab. 1 - The different instrumental set-up employed for measurements of the five Japanese blades.



**Fig. 4 - In alto sono riportate due proiezioni, con relative viste ortogonali, ottenute dalla tomografia neutronica e realizzate sul campione S0: un crack è ben visibile lungo lo lori (slice 305), mentre alcune inclusioni di scorie sono state localizzate nel codolo (slice 130).**

Fig. 4 - Selected slices and related orthogonal views from the neutron tomography carried out with white beam for the sample S0: a crack is clearly visible along the lori (slice 305), while some slag-inclusions were localized in the tang (slice 130).



**Fig. 5 - A sinistra, la proiezione 3D della superficie evidenzia la presenza di macchie di ruggine che si diffondono sotto la superficie del frammento S2. A destra, le slice a diverse altezze della lama, mostrano l'avanzamento della linea di habuchi, delimitando l'hamon lungo il frammento.**

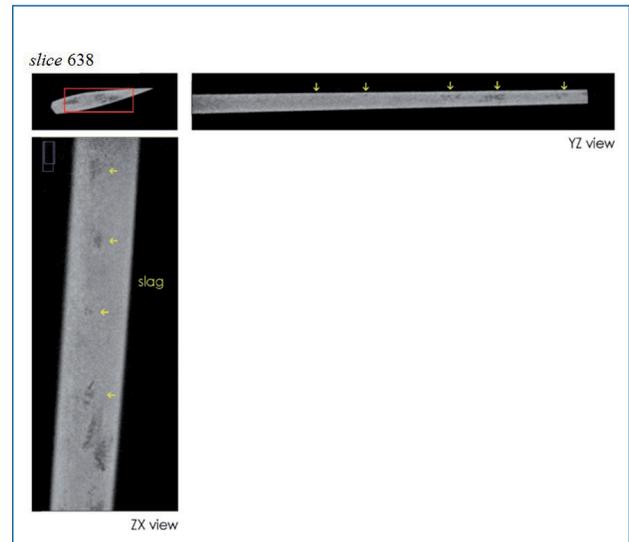
Fig. 5 - On the left, the 3D surface projection evidences the presence of rust spots diffusing below the surface of the fragment S2. On the right, the various slices, taken at different heights of the blade, show the progress of the habuchi line, delimiting the hamon along the fragment.

tomografica ha consentito di evidenziare la profondità ed estensione di diversi spot di ruggine.

Di grande interesse è il confronto tra le lame **S3** e **S2**, realizzate dalla stessa famiglia di maestri spadai dove, ricordiamo, la **S2** è più giovane della **S3** di alcune generazioni. Una grande quantità di scorie è stata rilevata e mappata lungo il corpo della lama **S3** (vedi Fig. 6) mentre, l'area dell'*hamon* appare più stretta rispetto al frammento **S2**.

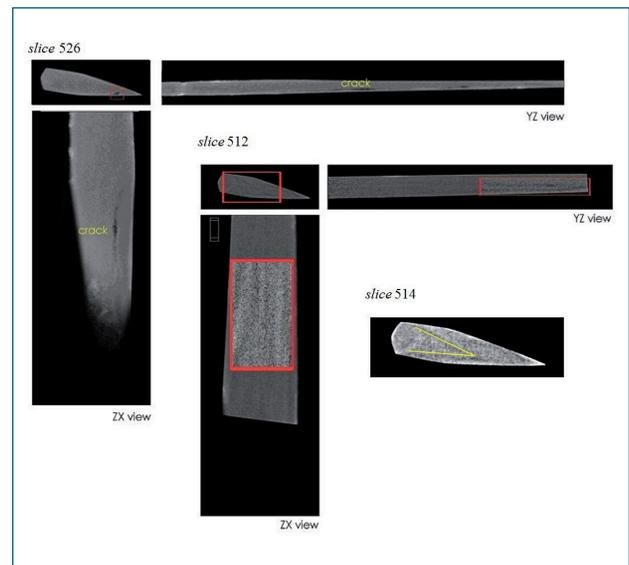
Questi risultati sono coerenti con una precedente analisi di diffrazione neutronica [5], dove si era riscontrato un aumento del contenuto medio di carbonio passando da **S3** (0.50% in peso) a **S2** (0.65% in peso). Questo dato è coerente con la considerazione che, sebbene in entrambi i casi l'acciaio impiegato fosse altamente carburizzato, la lama **S2** è stata prodotta durante il periodo *Shinto*, ovvero quando la produzione di acciaio era già sotto il controllo *shogunale*. Seppure più antica, la lama *Koto Bizen* (**S3**), che è stata prodotta dalla stessa famiglia di artigiani, appare di elevata qualità e questo suggerisce che fosse destinata ad un samurai di alto rango [5].

Il campione **S8** (composizione in peso media di C = 0.25% ) ha evidenziato una struttura interna disomogenea, probabilmente a causa della distribuzione disuguale del contenuto di carbonio lungo il corpo della lama (Fig. 7, slice 512). In questo caso, un'attenta analisi delle *slices* tomografiche ha consentito di osservare una linea a "V" nella sezione trasversale della spada (Fig. 7, slice 514). Inoltre, due lunghe fessure parallele al filo, così come alcune piccole scorie, sono state osservate lungo il tagliente (Fig. 7,



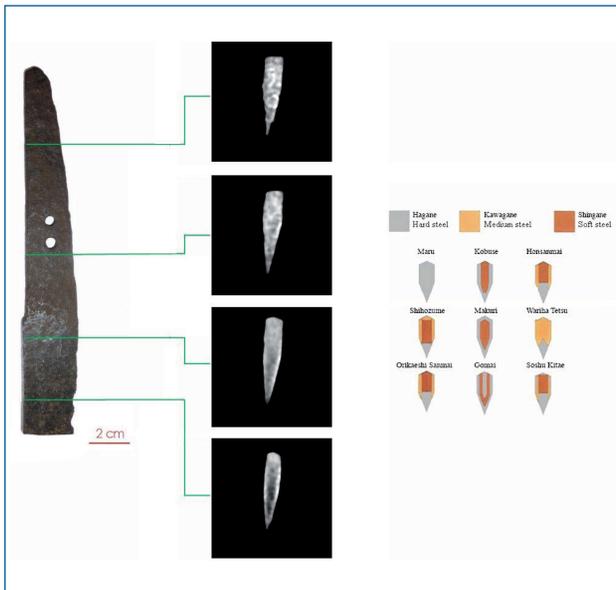
**Fig. 6 - La tomografia neutronica in fascio policromatico del campione S3 ha permesso la mappatura della distribuzione delle inclusioni di scorie lungo la lama**

Fig. 6 - The white beam neutron tomography of the sample S3 has allowed mapping the distribution of the slag inclusions along the blade.



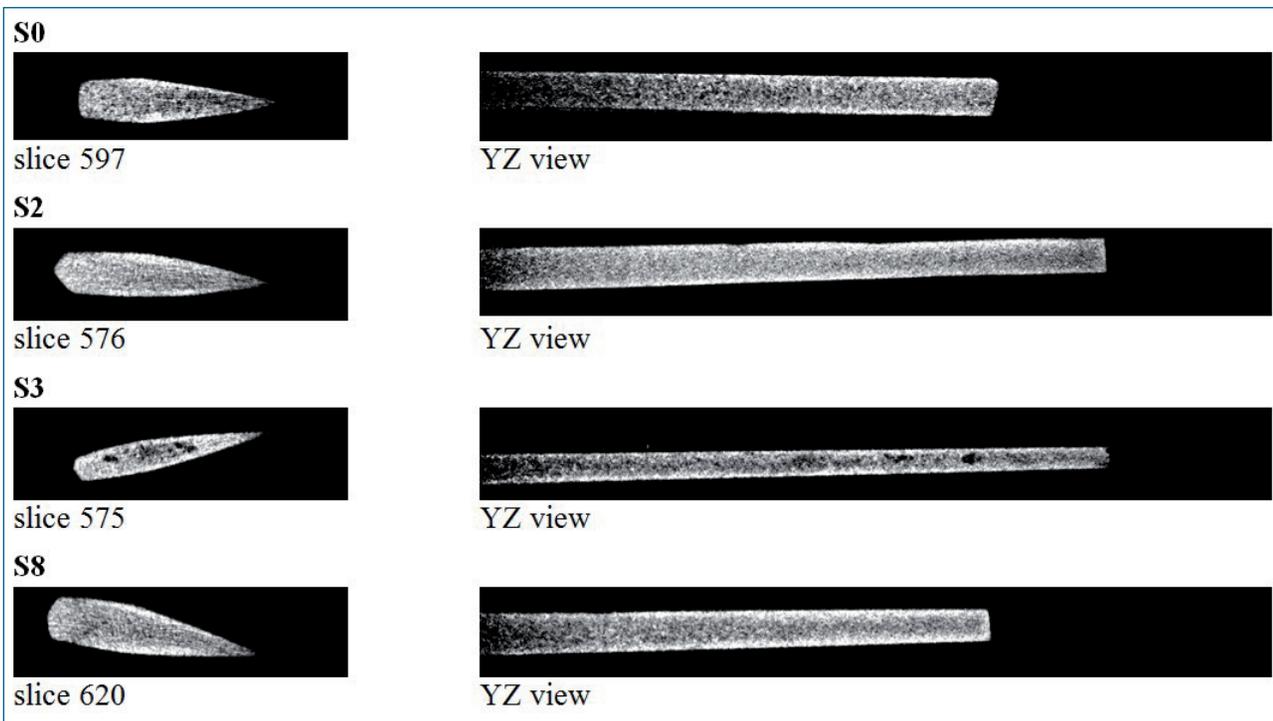
**Fig. 7 - Crack (slice 526) e struttura interna disomogenea risultanti dal processo di produzione (slice 512), sono state identificate per il campione S8. La slice 514 mostra una caratteristica traccia dalla forma a "V", probabilmente dovuta all'ineguale distribuzione delle due fasi a diverso contenuto di carbonio.**

Fig. 7 - Cracks (slice 526) and inner inhomogeneous structure, resulting from the particular manufacturing process (slice 512), were identified for the sample S8. Slice 514 shows some trace of the V-shaped line due to the unequal distribution of two different carbon content phases.



**Fig. 8 - Slices ricostruite ad altezze diverse lungo la spada S7 mostrano aree più chiare di ferrite e aree più scure ricche in cementite. Sulla destra sono riportate alcune configurazioni tipiche della produzione giapponese di spade, composte assemblando acciai con diverso contenuto di carbonio [19].**

**Fig. 8 - Reconstructed slices at different height along the sword S7. Energy resolved tomography have been able to evidence light areas of ferrite and dark areas of cementite. On the right, we report some different sword configurations, using steels with different carbon contents, typical of Japanese swords [22].**



**Fig. 9 - Una selezione di slices e relative viste ortogonali di tomografie risolte in energia dei campioni analizzati mostra aree con diversi tipi di acciaio: il più chiaro (a basso contenuto di carbonio) forma una “giacca” attorno alle porzioni più scure di anima e filo (a più alto tenore di carbonio).**

*Fig. 9 - Selected slices, and related orthogonal views of energy resolved tomographies from the analysed samples, show areas of different types of steel: the lighter soft “jacket” and the darker hard “core” and “edge”.*

slice 526), che è caratterizzato da un *hamon* poco esteso. Analisi in diffrazione e *imaging*, condotte su di un solo esemplare appartenente a questa tradizione, non sono state sufficienti per decidere se la spada sia da attribuire ad una produzione di massa oppure di elevata qualità. Infatti, il campione Koto Mino (**S8**) presenta caratteristiche intermedie tra le lame Bizen della cosiddetta produzione di massa, tipica del periodo degli Stati Combattenti (XV-

XVI secolo), e quelle di alta qualità specifiche di questa tradizione [5].

### **Analisi tomografica risolta in energia**

Nella seconda fase dell'esperimento, sono state eseguite su tutti i campioni le tomografie neutroniche risolte in energia. Inizialmente, una piastra di acciaio C40 spessa 6 mm è stata analizzata per calibrare l'aumento del contrasto nelle aree

ferritiche e selezionare due lunghezze d'onda ottimali. Per le due serie tomografiche, acquisite rispettivamente a 3,8 Å e 5,0 Å, sono state effettuate due ricostruzioni indipendenti. Le immagini così ottenute sono state ulteriormente trattate, sottraendo l'ultima serie dalla prima.

Facendo riferimento alla Fig. 8, è possibile osservare come il volume interno del frammento sia caratterizzata da una distribuzione interna di aree scure (cementite) e aree chiare (ferrite). Pertanto, il metodo adoperato consente di individuare la struttura tipica di una spada giapponese, tipicamente nota per essere composto da sezioni distinte di almeno due diversi tipi di acciaio [18]. In accordo con il riferimento bibliografico 18, le spade giapponesi, di dimensioni medie e lunghe, sono strutturate in *kawagane* e *shingane*. Il termine *kawagane* (camicia di acciaio) si riferisce a quella porzione costituente la superficie esterna della lama, del filo e dell'*hamon*. Lo *shingane* (anima in acciaio), meno duro e resistente, si compone di acciaio a basso tenore di carbonio, incorporato o avvolto per tutta la lunghezza della spada nel rivestimento di acciaio ad alto tenore di carbonio del *kawagane*. Essendo più duttile del *kawagane*, aiuta a proteggere la lama da fratture e rotture quando sottoposta a stress. Inoltre, secondo Kapp, Kapp, e Yoshihara [18], i fabbri giapponesi erano soliti assemblare i vari pezzi in un unico blocco; una volta saldati insieme, il tutto veniva forgiato in forma di spada. Strutture più complesse possono utilizzare quattro o più pezzi diversi di acciaio per formare il cuore, il tagliente, il piatto, e la parte posteriore della lama. Questa grande varietà di metodi di forgiatura riflette il modo in cui le varie scuole si svilupparono, isolate le une dalle altre, in tutto il paese. Tuttavia, è dovuto precisare che tale interpretazione della struttura interna non è univoca e altre ipotesi sono state proposte a seguito di analisi metallografiche [19,20,21].

Le sezioni tomografiche, riportate in fig. 8, suggeriscono che la lama **S7** è stato probabilmente realizzata assemblando una "camicia" di acciaio a basso carbonio (*shingane*) per lato e dorso, intorno ad un acciaio molto duro (*hagane*) per anima e filo della spada. La configurazione individuata sembra essere in contrasto con quella suggerita nel riferimento 18. Tuttavia, la struttura presente è riconoscibile tra quelle descritte in rif. 19 (cfr. immagine a destra nella fig. 9) e la spada può essere assegnata a una fra le configurazioni *Sanmai Orikaeshi*, *Soshu Kitae*, *Wariha Tetsu* o *Honsanmai* [19].

Come risulta dalle sezioni tomografiche di fig. 9, anche gli altri campioni, ovvero **S0**, **S2**, **S3**, **S8**, sono caratterizzati da una struttura simile a quella di **S7**, con un rivestimento esterno di acciaio dolce (lato e dorso delle lame) avvolto attorno ad un acciaio interno più duro, utilizzato per l'anima e il filo. Pertanto, per quanto riguarda i campioni presenti, le strutture trovate sono coerenti con le analisi riportate nei riferimenti bibliografici [19-21].

## CONCLUSIONI

Nel presente lavoro, abbiamo studiato quattro frammenti di spade giapponesi appartenenti a periodi e tradizioni di forgiatura che vanno dal XVI al XVII secolo. Anche se la tipologia di questi particolari campioni avrebbe potuto consentire l'utilizzo di un approccio invasivo, abbiamo volutamente scelto di applicare una tecnica non-invasiva al fine di dimostrare la validità del metodo tomografico proposto.

Le tomografie in fascio policromatico, che sono state utilizzate per studiare l'interno dei campioni, hanno permesso di identificare caratteristiche peculiari legate a metodi di forgiatura, trattamenti termici e meccanici utilizzati da diverse scuole e tradizioni in Giappone:

- le inclusioni di scorie e fessurazioni sono state mappate e localizzate;
- la struttura interna, derivante dal particolare processo di lavorazione, è stata analizzata in tutti i campioni;
- il tipo di tempra (*hamon*) è stata evidenziato lungo il filo della lama;
- alterazioni, estese dalla superficie al bulk, sono state identificate per valutare lo stato di conservazione.

Per quanto concerne la tomografia neutronica risolta in energia, le presenti misure dimostrano chiaramente che il metodo proposto può contribuire a caratterizzare la struttura interna e la composizione di manufatti metallici, in modo non distruttivo, in combinazione con altre tecniche di analisi neutronica.

Tuttavia, sono necessari ulteriori sforzi per migliorare la tecnica qui proposta. In particolare, sono necessarie una migliore risoluzione in lunghezza d'onda e una più omogenea distribuzione nell'intera finestra in trasmissione dell'energia dei neutroni allo scopo di caratterizzare quantitativamente la distribuzione delle fasi nelle lame, soprattutto per quanto riguarda il contenuto in ferrite.

## RINGRAZIAMENTI

Alcuni degli autori (F.S. e F.G.) desiderano fortemente ringraziare Alan Williams per le illuminanti discussioni.

## BIBLIOGRAFIA

- 1] D. A. SCOTT, *Metallography and microstructure of ancient and historic metals*. Getty Conservation Institute, Singapore (1991).
- 2] M. CHKASHIGE, *Oriental Alchemy*, Samuel Weiser press (1974).
- 3] J. PIASKOWSKI, *J. Hist. Met. Soc.* **27** (1993), p. 110.
- 4] F. GRAZZI et al., *Mat. Sci. Forum*, **652** (2010), p.167.
- 5] F. GRAZZI et al., *J. Anal. At. Spectrom.* **26** (2011), p.1030
- 6] F. GRAZZI et al., *Anal. Bioanal. Chem.* **400** (2011), p.1493..
- 7] F. GRAZZI et al., *La Metallurgia Italiana* **5/2011 (2011)**, p.13.

- 8] G. L. SQUIRES, Introduction to the theory of Thermal Neutron Scattering, Dover Publication Inc., New York (1996).
- 9] V. F. SEARS, Neutron News **3** (1992), p.29.
- 10] E. LEHMANN et al., Archaeometry **52** (2010), p. 416.
- 11] K. SATO, The Japanese Sword: A Comprehensive Guide, Kodansha International (1997).
- 12] K. NAGAYAMA, The Connoisseurs Book of Japanese Swords, Kodansha International (1997).
- 13] L. GILLER et al. , Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A **586** (2008), p.59.
- 14] M. DIERCIK et al., Measurement Science and Technology **15** (2004), p.1366.
- 15] S. BAECHLER et al., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A **491** (2002), p.481.
- 16] E. LEHMANN et al., Neutron News **20** (2009), p.20..
- 17] B. HAMMOUDA, *Probing Nanoscale Structures - The Sans Toolbox*, National Institute of Standards and Technology Center for Neutron Research Gaithersburg, MD 20899-6102.
- 18] L. KAPP et al., The Craft of the Japanese sword, Kodansha International (1987).
- 19] K. TAWARA, *Nippon-to no Kogatiki Kenkyu (Scientific Study of Japanese Swords)*, Tokyo (1953).
- 20] H. HOSHI and M. SASAKI, Tetsu-to-hagane **91** (2005), p.103.
- 21] M.R. NOTIS, Mater. Char. **45** (2000), p.253,e riferimenti inclusi.

## Quantitative characterization of Japanese ancient swords through Energy-Resolved Neutron Imaging

**Keywords:** History of metallurgy - Materials characterisation - Composite materials

The study of sword-forging techniques, and their time-evolution, represents one of the most interesting topics in the investigation of Japanese blade manufacturing techniques. In this work, we present novel results from a non-invasive approach to the study of five Japanese sword fragments pertaining to Koto (987-1596) and Shinto (1596-1781) times.

The studied samples are large sword fragments, broken at approximately 10-20 cm from the tang, made available through the Stibbert Museum in Florence. All of them are signed and the authorship and attribution can be accurately identified. Even though an invasive approach could have been used, given the nature of the present samples, we have deliberately chosen to apply a non-invasive technique, in order to demonstrate the validity of neutron tomography methods.

Thanks to their high penetration power, neutrons represent an almost unique probe for non invasive characterization of the bulk microscopic structure of massive metal objects. These techniques have been recently applied to the study of metal objects of archaeological and historical origin, giving detailed information on bulk properties (e.g. phase composition, texture, residual strain distribution) and allowing to obtain information on the manufacturing techniques, through identification of peculiar features related to these processes. On a different length scale, neutron tomography techniques can add useful information on the bulk conservation status and the inner structure (when present) of the artefact.

We discuss, here, the results of a neutron imaging experiment, carried out at the ICON beamline operating at the neutron source SINQ (CH), applied the aforementioned sword fragments, using both, white and energy resolved, incident neutron beam.

The tomographic reconstruction of the white beam images has permitted to identify some peculiar characteristics (e.g. slag inclusions, cracks, type of temper, alterations extending under the surface) related to the forging methods that were used by the different schools and traditions in Japan.

The subsequent experimental investigation, using the energy resolved tomographic method gave us the possibility of increasing the image contrast for a selected phase, taking advantage of the abrupt change of the attenuation coefficients at the so-called Bragg cut-off. We have applied this method to maximize the ferrite contrast and to map the distribution of this phase in the bulk of the measured samples.