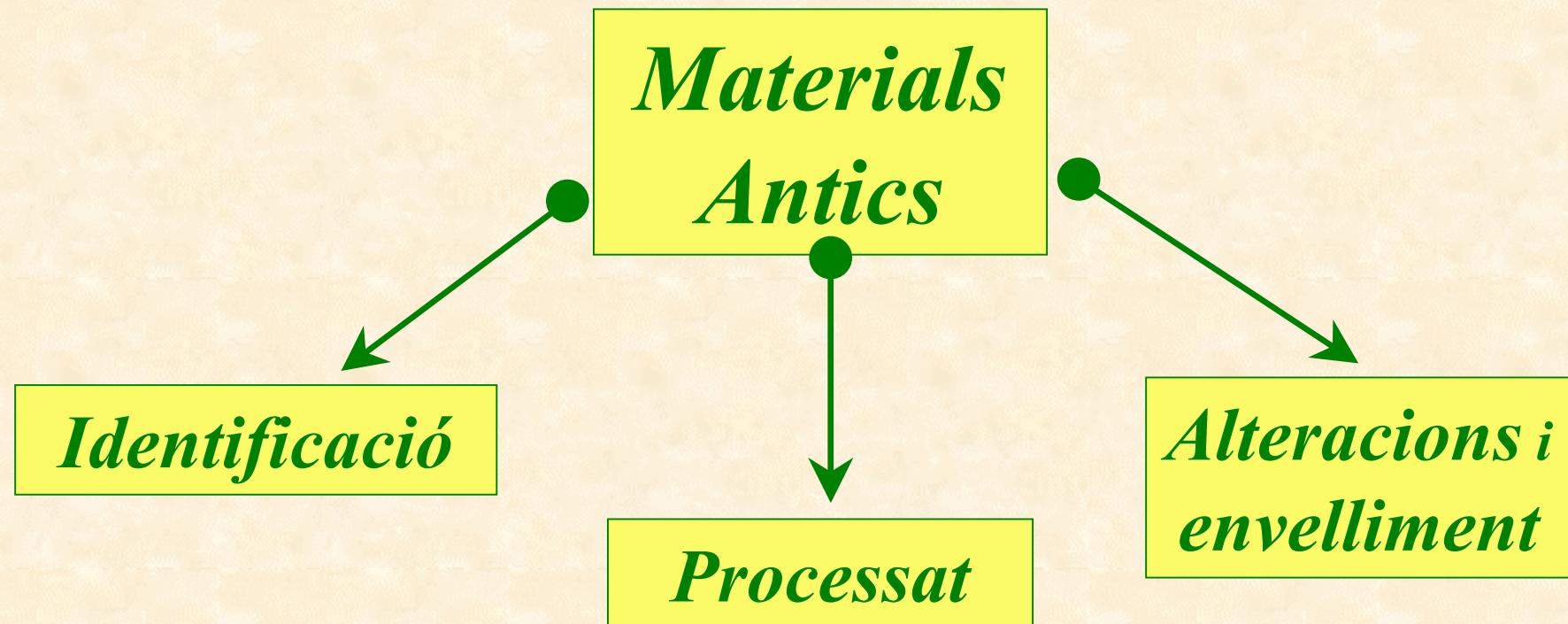


Ciència de Materials vers Materials Antics

- *Estudi dels materials antics per obtenir informació històrica rellevant sobre el seu origen, producció, difusió i estabilitat.*
- *Conservació dels Materials Antics.*

Problemes d'interès



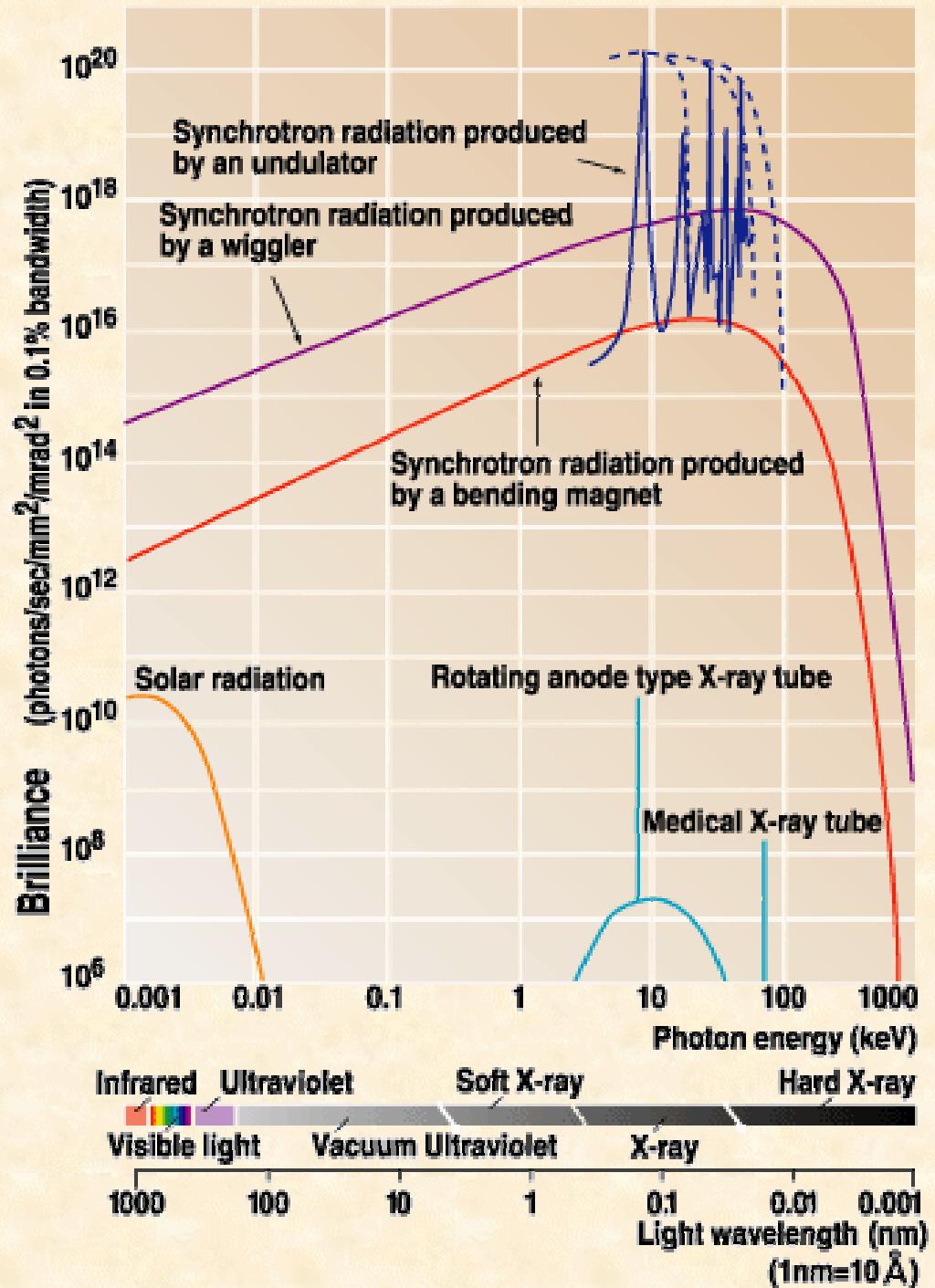
Dificultats Principals

- *Els materials :*
 - *Orgànic : aglutinants, coles, vernisos, microorganismes, tints, laques, pell, roba, óssos, etc..*
 - *Inorgànic : metalls, ceràmics, vidre, vidrats pedra, minerals, capes de decoracions i acabats etc..*
- *Naturals i sintètics*
- *Barrejes de components :*
 - *Heterogenis, estatigràfic.*
- *Alteracions*
- *Disponibilitat : Tests no destructius*
 - *Objectes Museogràfics*
 - *Objectes Arqueològics*
- *Mostreig :*
- *Usos del microscopi :*

Les tres característiques fonamentals de la llum Sincrotró

- *Brillantor : Rapidesa & obtenció de mapes, Mida petita o poc pès de les mostres*
- *Mida del feix : estudis 2D o 3D a escala de mm fins a micres*
- *Tunabilitat de la longitud d'ona : Escollir la energia i/o la tècnica que més s'adequa al problema*

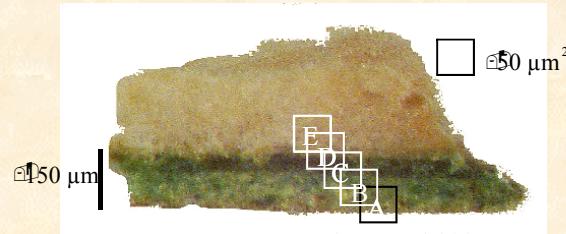
Brillantor – longitud d'ona



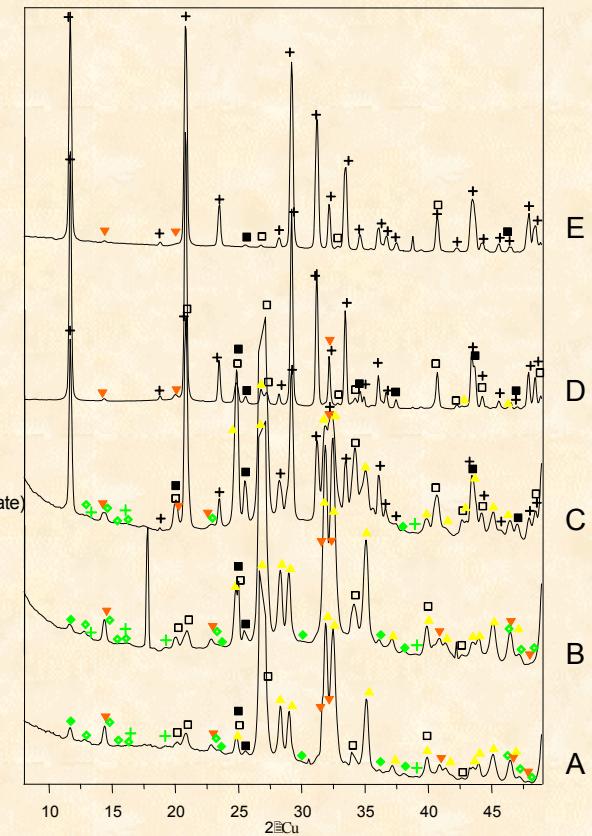
Dificultats Principals

- *Els materials :*
 - *Orgànic : aglutinants, coles, vernissos, microorganismes,*
- *Tunabilitat*
- *Mida del feix*
- *Altres Tècniques*
- *Alta resolució :*
 - *Heterogenis, estatigràfic.*
- *Alteracions*
- *Disponibilitat : Tests no destructive*
 - *Alta penetració*
- *Mida del feix*
- *Alta resolució*
- *Us de diverses Tècniques :*
 - *Noves tècniques*

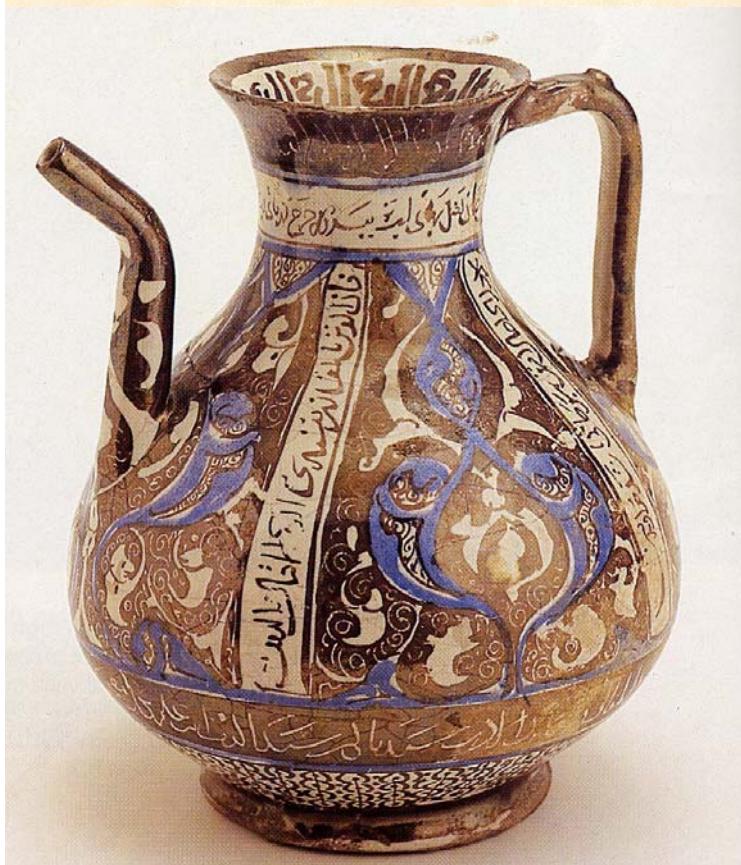
Retaule del Conestable



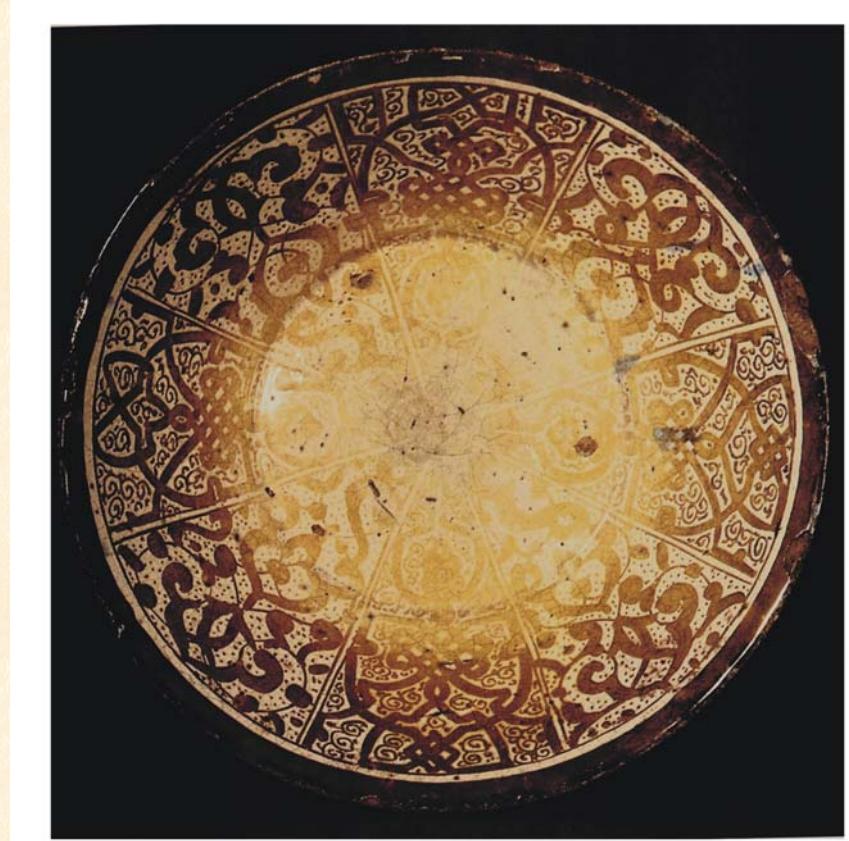
- + $\text{Ca}(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})_2$ (gypsum)
- ▼ $\text{CaC}_2\text{O}_4(\text{H}_2\text{O})_{2.375}$ (weddellite)
- $\text{Pb}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$ (hydrocerussite)
- $\text{Pb}_3(\text{CO}_3)$ (cerussite)
- ▲ SnPb_2O_4 (tin lead oxide)
- ◆ $\text{C}_4\text{H}_6\text{CuO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (copper acetate hydrate)
- ◆ $\text{Cu}(\text{OH},\text{Cl})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (calumetite)
- ◆ $\text{Cu}_2\text{Cl}(\text{OH})_3$ (paratacamite)



Lustre Islamic



Kashan 12th AD (IRAN)



Malaga 13th AD

Què és el lustre?

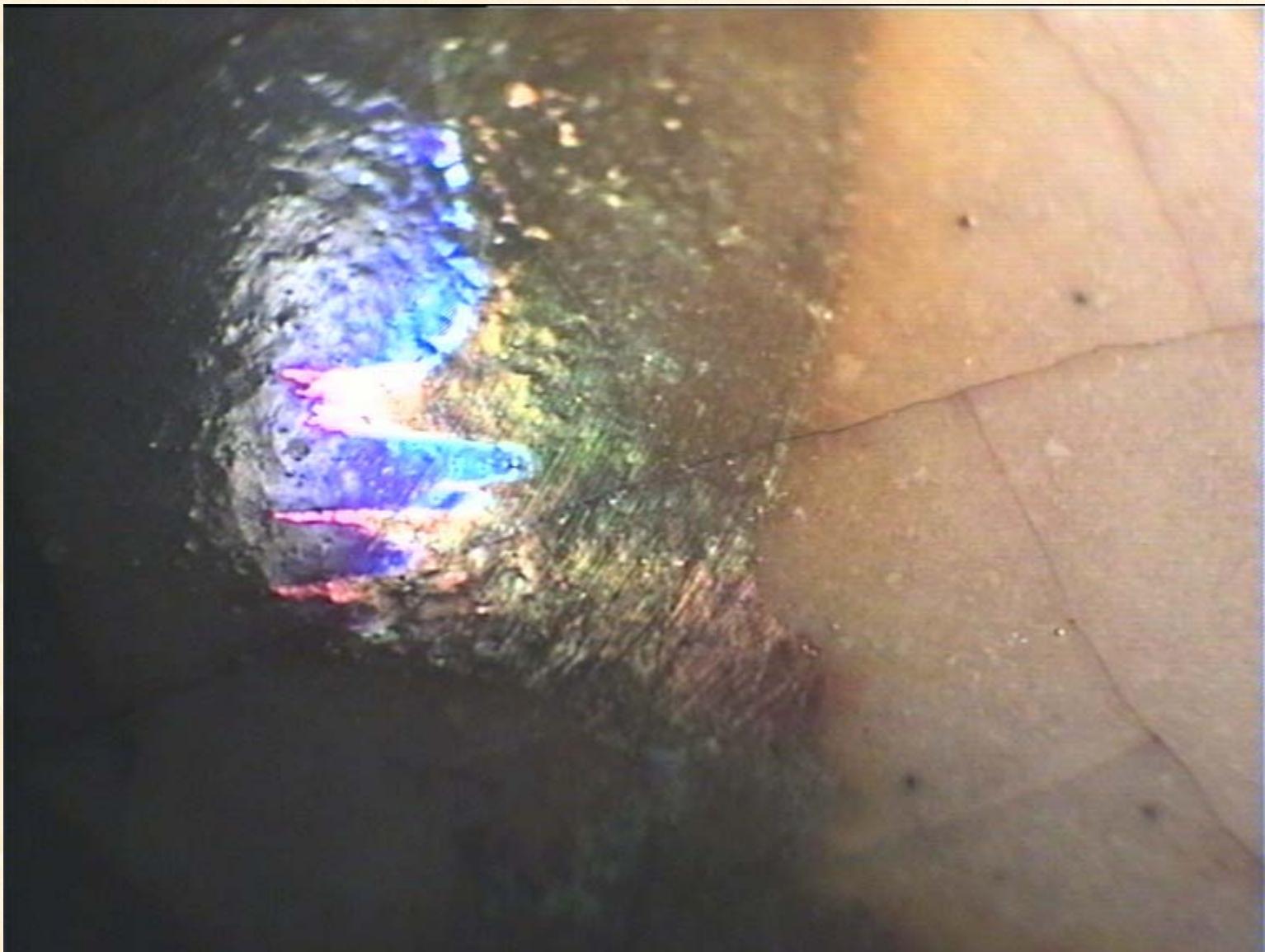
- *Pintura amb aspecte metàl·lic : or, coure, o plata.*
- *Aplicat sobre ceràmica vidrada, esmaltada o vidre.*
- *Mostra iridiscències (blaves, violetes) : luminiscència, dispersió, interferència*

Reflectància espectral com un metall

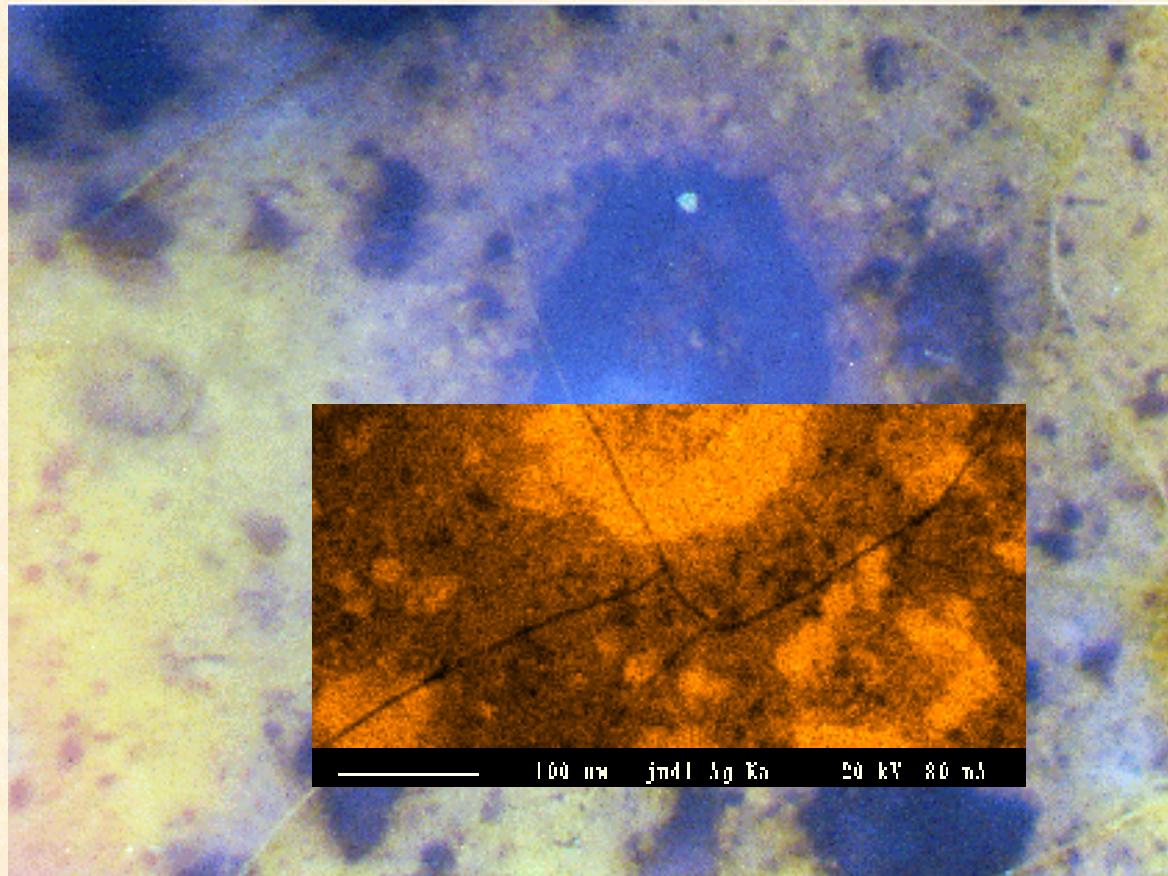


No sempre...





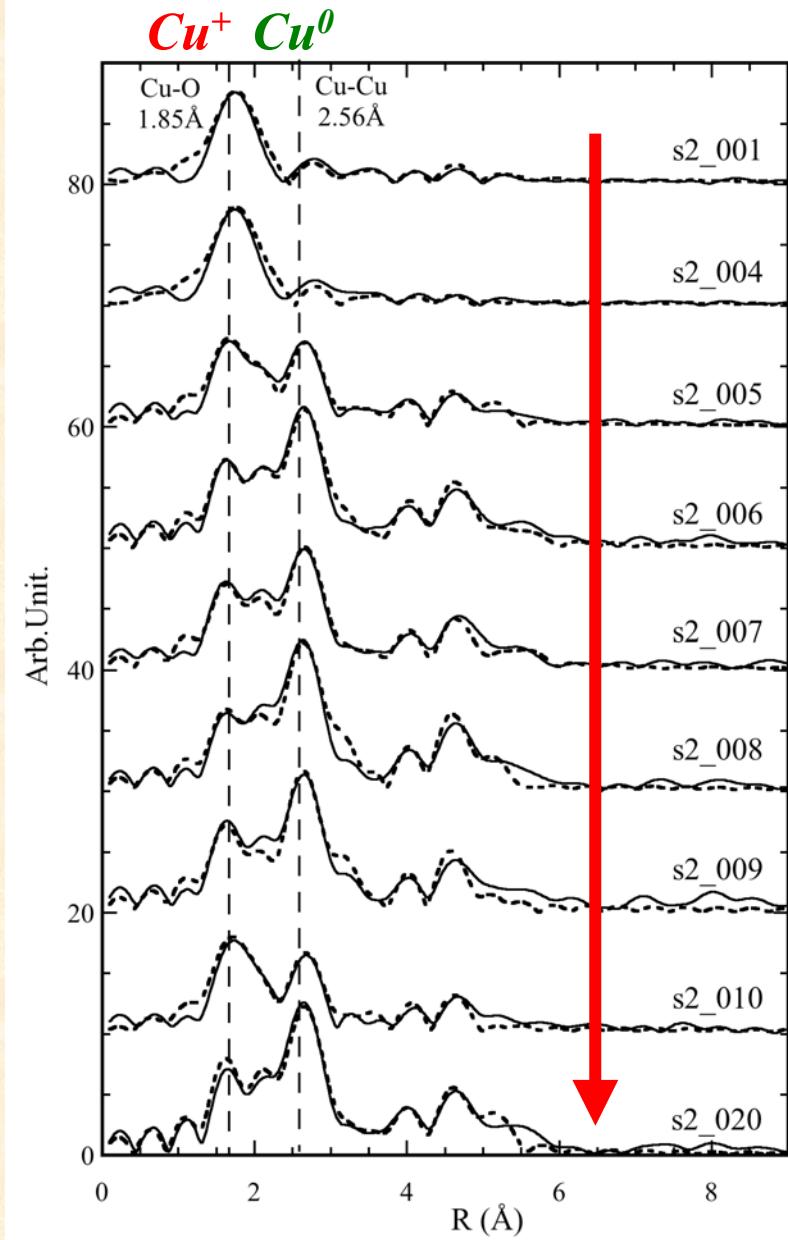
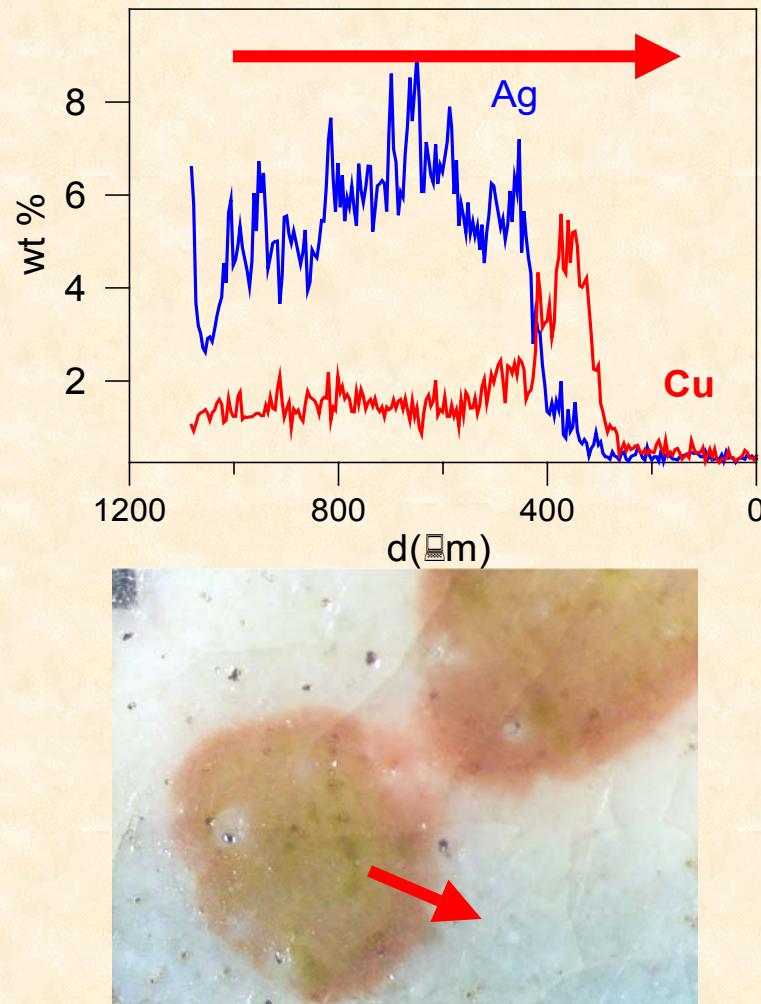
Iridescences



Ag map



Colors del lustre



"Ionic exchange mechanism in the formation of medieval lustre decorations", T.Pradell, J.Molera, J.Roque, A.D.Smith, D.Crespo, E.Pantos and M.Vendrell-Saz, J. Amer.Ceram. Soc. 88(5), 1281-1289 (2005)

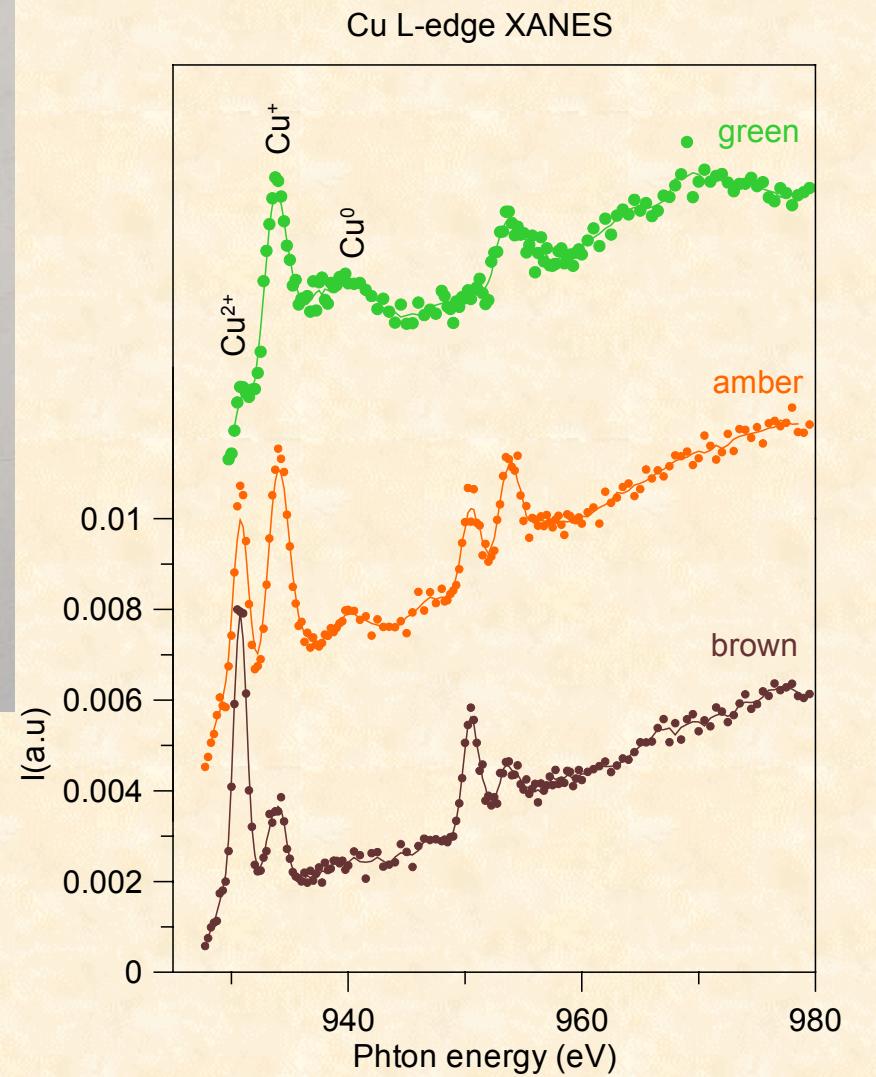
Algunes vegades ...



Marró : 12% Ag, 7.5% Cu

Ambar : 3% Ag, 4% Cu

Verd : 4% Ag, 2% Cu

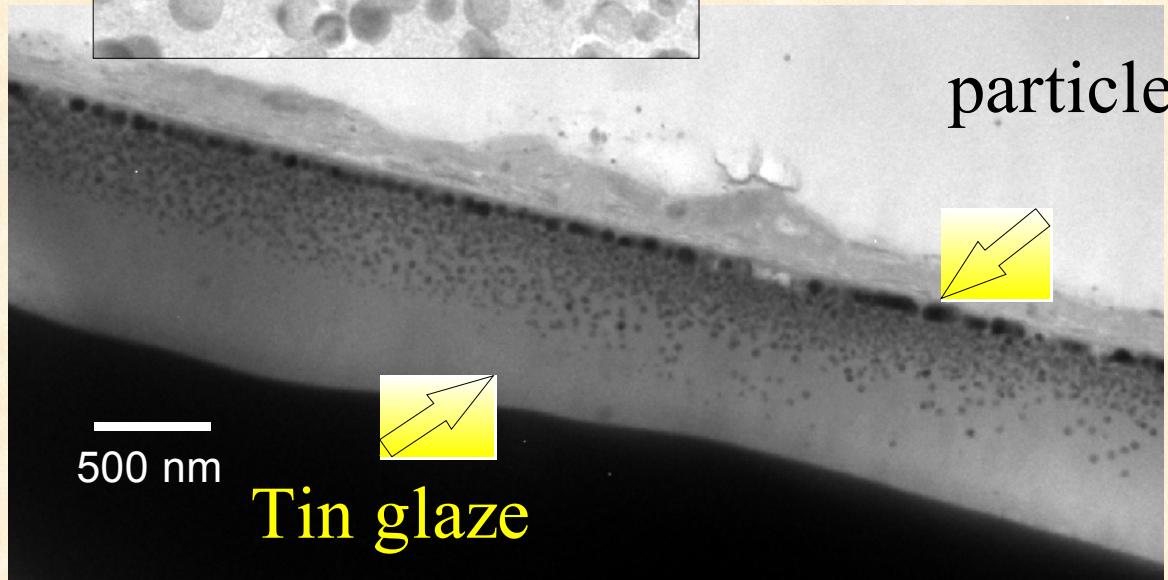
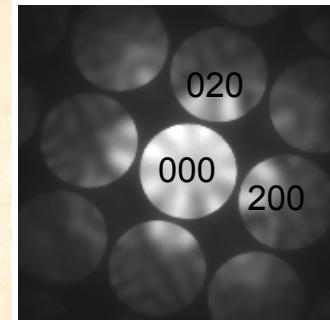
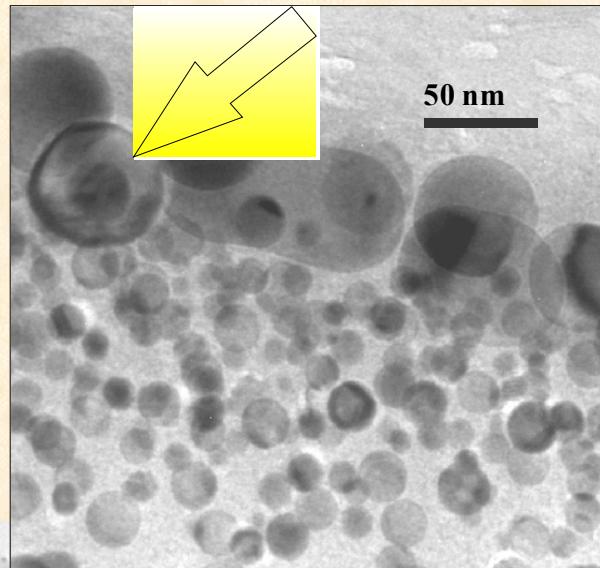


Microestructura



Journal
American Ceramic Society
Advancing Material Science Through Ceramics

Cu metal particle

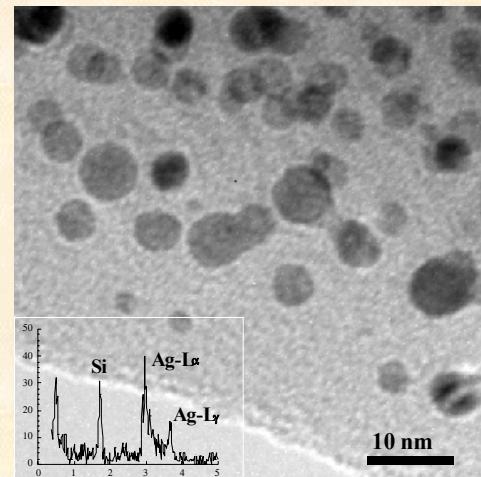
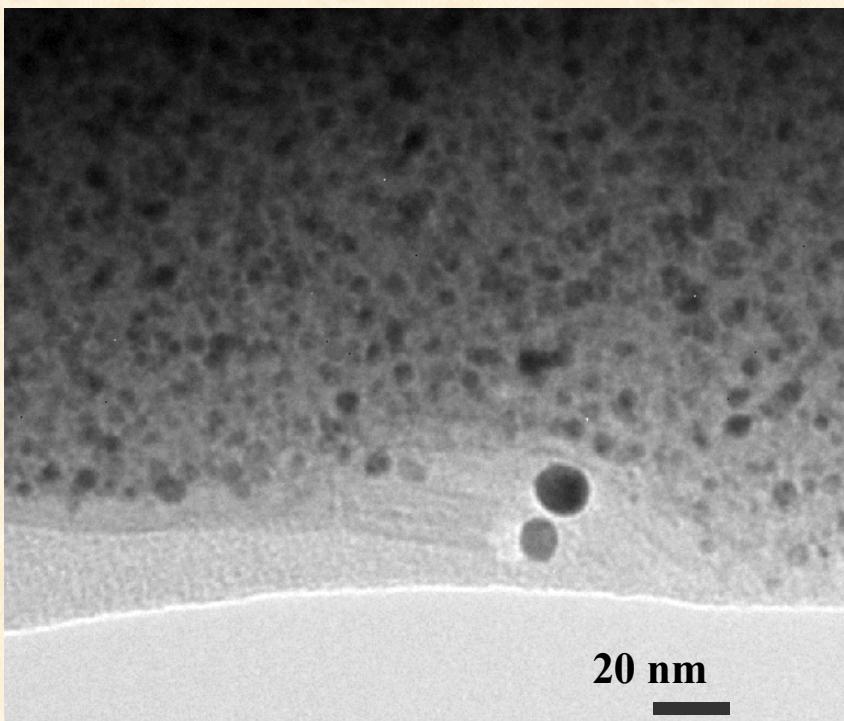
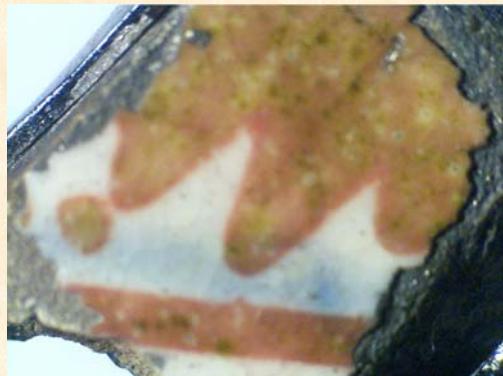


Tin glaze

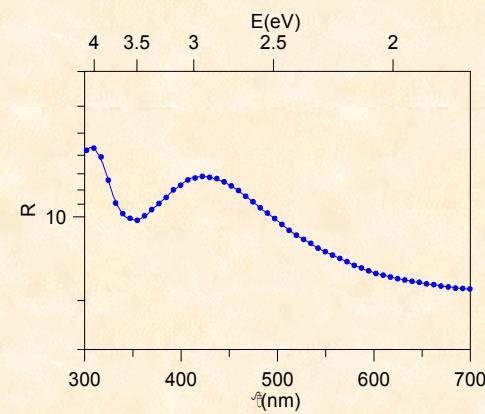
particles

*"Luster pottery from the 13th to the 16th century: a nanostructured thin metallic film".
J.Pérez Arantegui, J.Molera, A.Larrea, T.Pradell, M.Vendrell-Saz, I.Borgia,
B.G.Brunetti, J. Am. Ceram. Soc. **84**(2), 442-446 (2001).*

Nanoparticules de plata metàl·lica



UV-Vis Optical spectrum

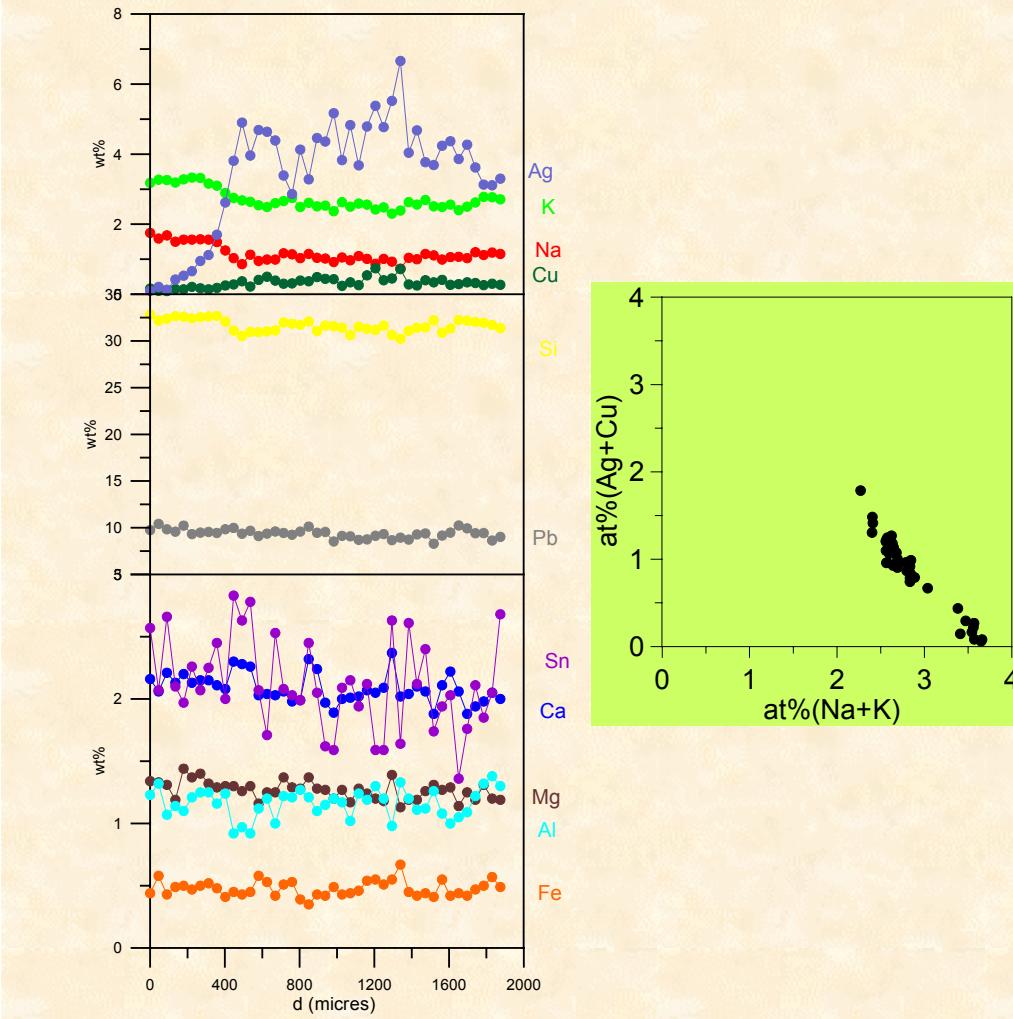


Some aspects of the characterization of decorations on ceramic glazes, J. Pérez-Arantegui, A. Larrea, J. Molera, T. Pradell, M. Vendrell-Saz, Applied Physics A, 79(2), 235-239 (2004)

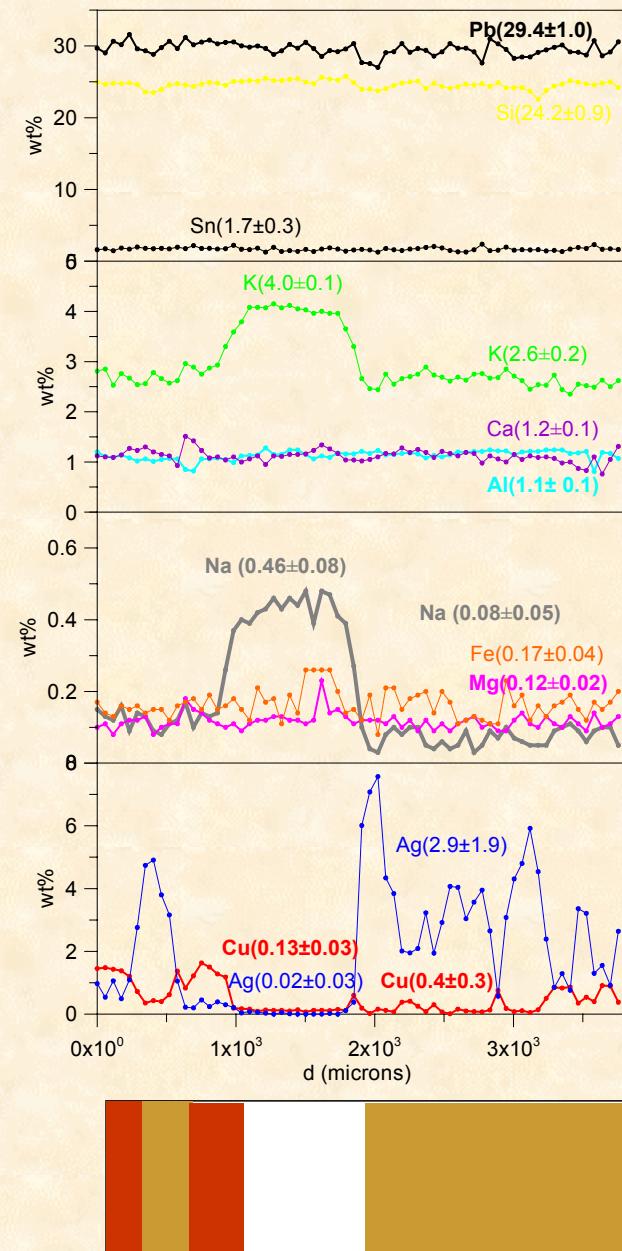


Islamic

Iraq 10th AD



Mudejar.Paterna 13th AD



Anàlisi química dels vidrats

wt%	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	SnO ₂	PbO
Plain tin glaze(TG)	1.03	0.21	2.89	42.28	2.60	1.66	0.07	0.45	7.72	41.14
TG+Green	0.53	0.38	3.51	43.85	2.32	2.15	0.13	0.44	6.55	38.60
TG+Blue+ Lustre	0.60	0.43	2.33	45.21	4.62	1.65	0.04	0.22	9.17	35.74

J. Molera. pHd thesis, 1996

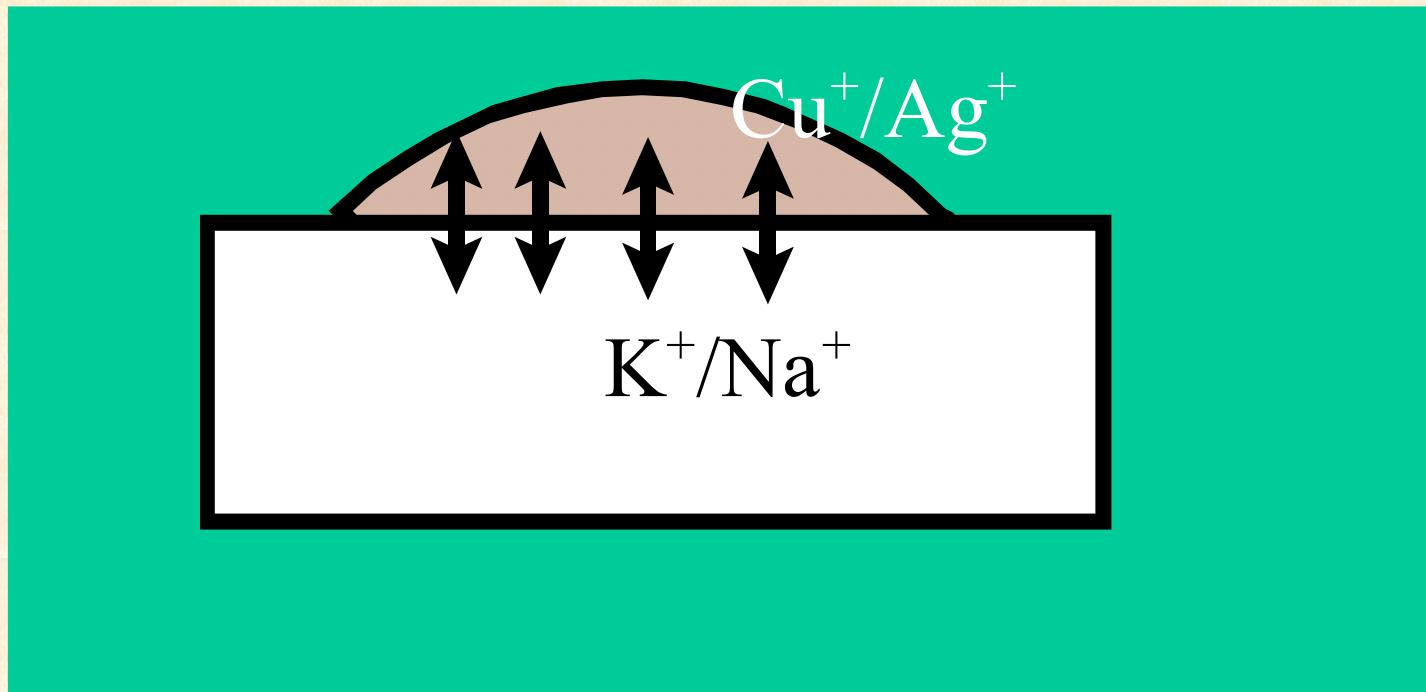
“Lustre recipes from a medieval workshop in Paterna”, J. Molera, M. Mesquida, J. Pérez-Arantegui, T. Pradell and M. Vendrell. *Archaeometry* 43(4), 455-460 (2001).

“Lustre production: comparison between ancient and modern traditional techniques”, J. Molera, T. Pradell, J. Perez-Arantegui, M. Vendrell, *Geoarchaeological and Bioarchaeological Studies* (2005)

Com es produeix el lustre?

- *Pintura feta de compostos de coure i/o plata barrejats amb argila, ocre i compostos de S i aplicada sobre el vidrat.*
- *Cuita en condicions reductores dona lloc a la formació de la capa.*
- *Les restes de la pintura son eliminades simplement rentant-la amb aigua.*

Mecanisme de la formació del lustre ???



Les receptes antigues

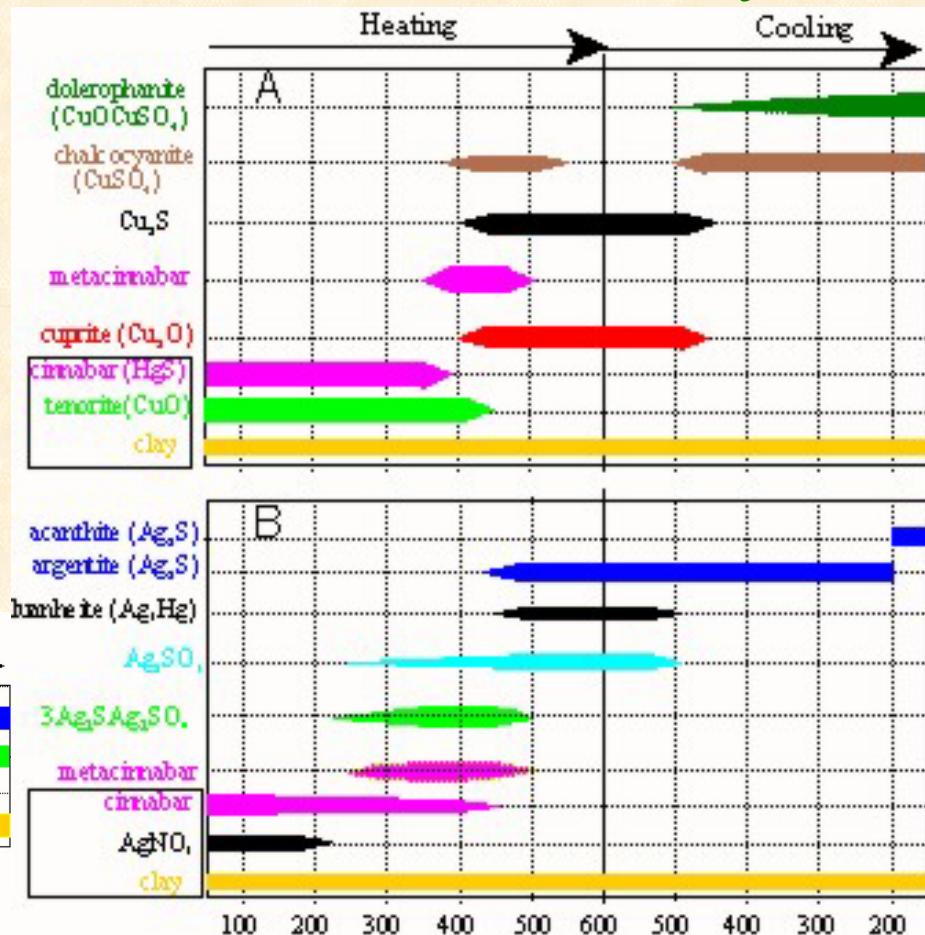
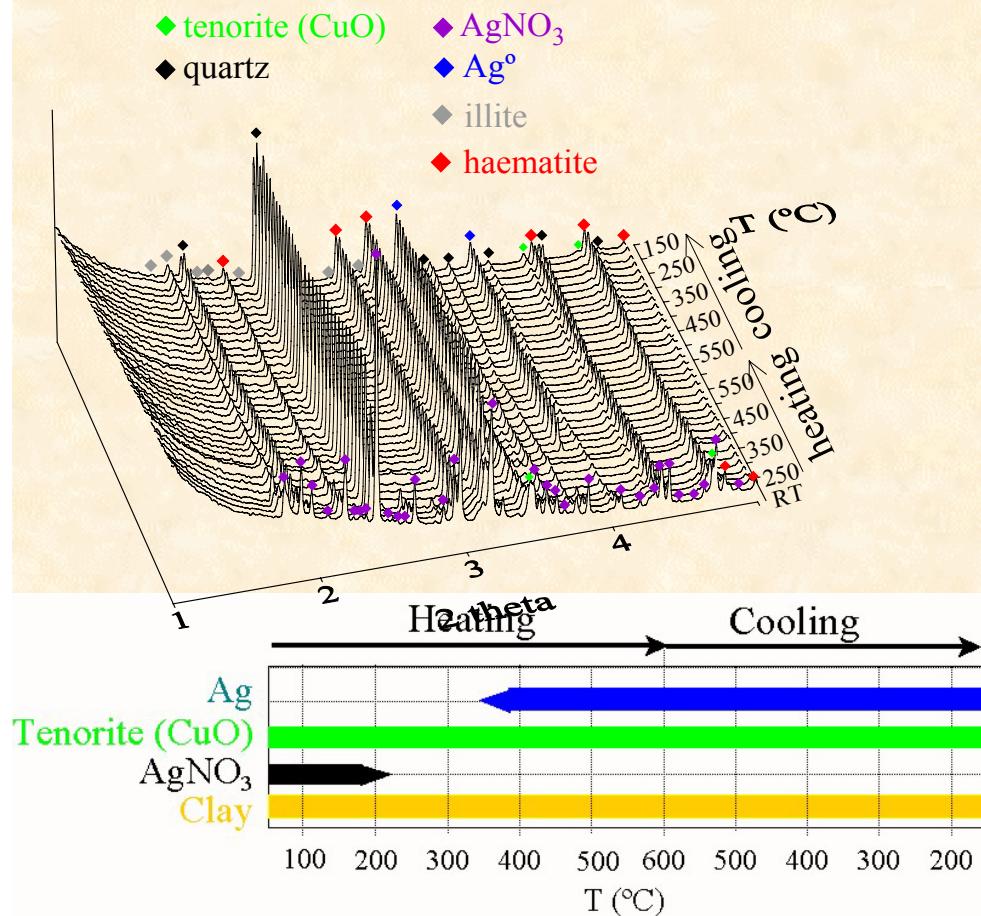
- *Paterna finals del 13th AD principis del 14th AD*
- *40% argila del taller + 7.5% quars (SiO_2) + 7.5% hamatita (Fe_2O_3) + 13% tenorita (CuO) + 2% Ag_2S + 30% cinabri (HgS)*

J“Lustre recipes from a medieval workshop in Paterna”, J. Molera, M. Mesquida, J. Pérez-Arantegui, T. Pradell and M. Vendrell. Archaeometry 43(4), 455-460 (2001).

Barrejes : *El paper del cinabri*

60% argila ilítica (+quars i òxids de ferro) + 30% cinabri + 10% CuO

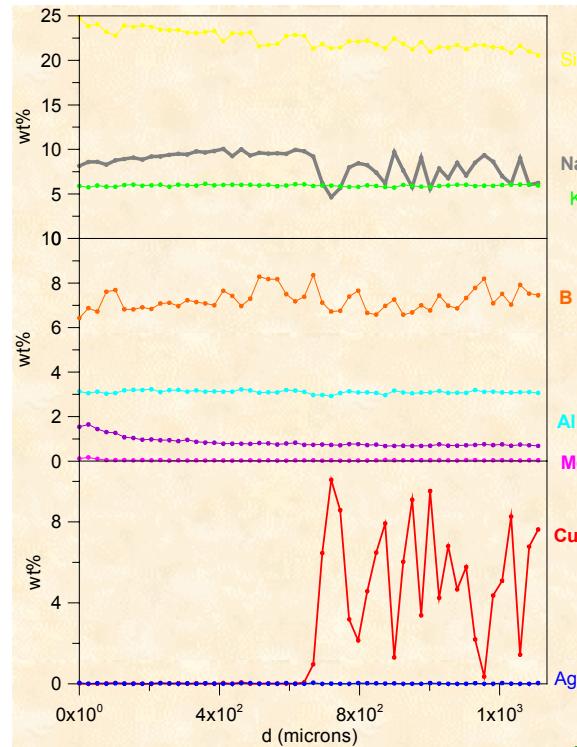
60% argila illitica (+quars i oxids de ferro) + 30% cinabri + 10% AgNO₃



- “The role of cinnabar in Middle Age lustre pottery production technology: an X-ray Diffraction investigation”, J. Molera, J. Pérez- Arantegui, T. Pradell, M. Vendrell, M. Roberts and M. Pantos, *J. Amer.Ceram. Soc.* 79(6), 1018-1023 (2004)

La “reacció” entre la pintura de lustre i el vidrat

- *Recreacions de la formació de les capes de lustre al laboratori*
 - *Composició de la pintura : (60% argila + 30% cinabri + 10% compostos de coure o plata)*
 - *Composició del vidrat: alcalí, plom i mix.*
 - *Atmòsfera : aire, Ar, varigó, Ar+varigó.*
 - *Temperatura : 480°C – 600°C*



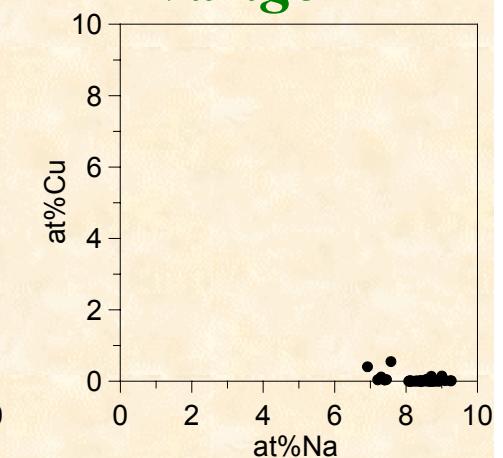
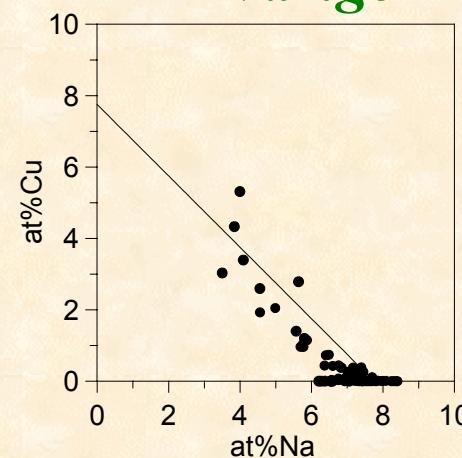
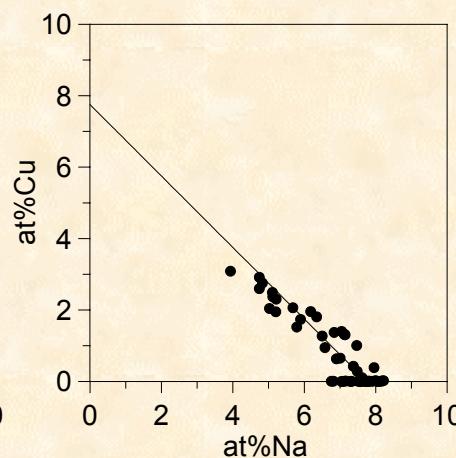
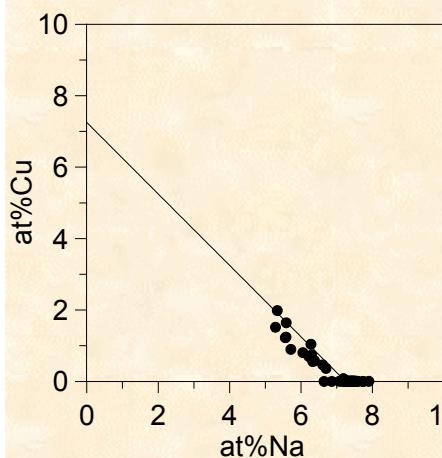
Intercanvi Ionic ?

*550°C, 15 min, vidrat alcalí
(12%Na₂O, 7%K₂O, 20%B₂O₃)*



Aire

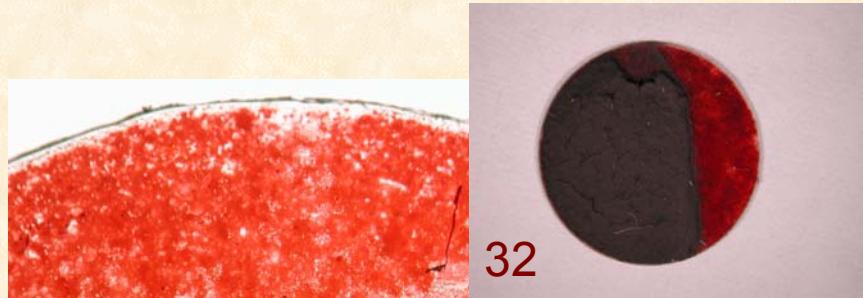
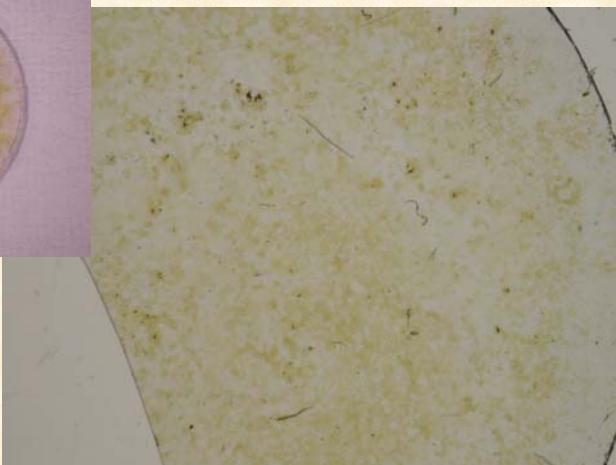
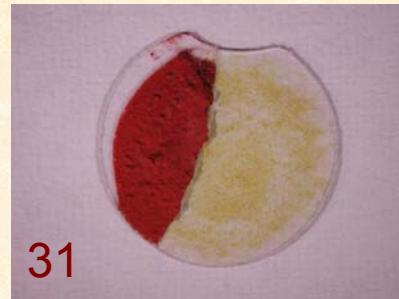
Ar



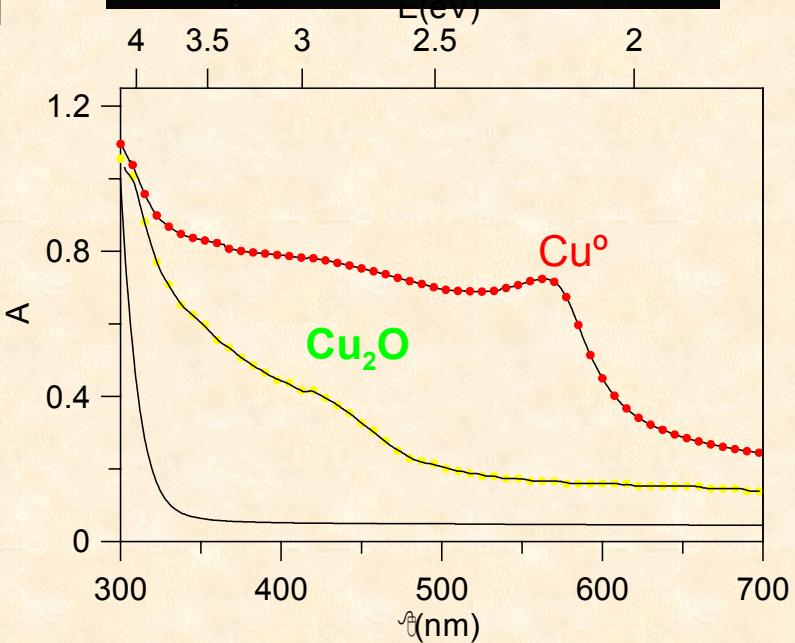
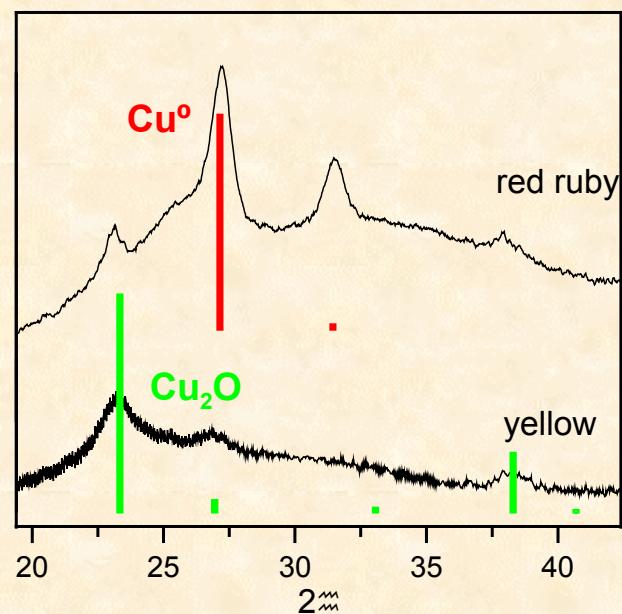
varigó

Producció de nanoparticules ?

550°C, 30 min, vidre alcalí (6% Na₂O, 6%K₂O, 7%B₂O₃)

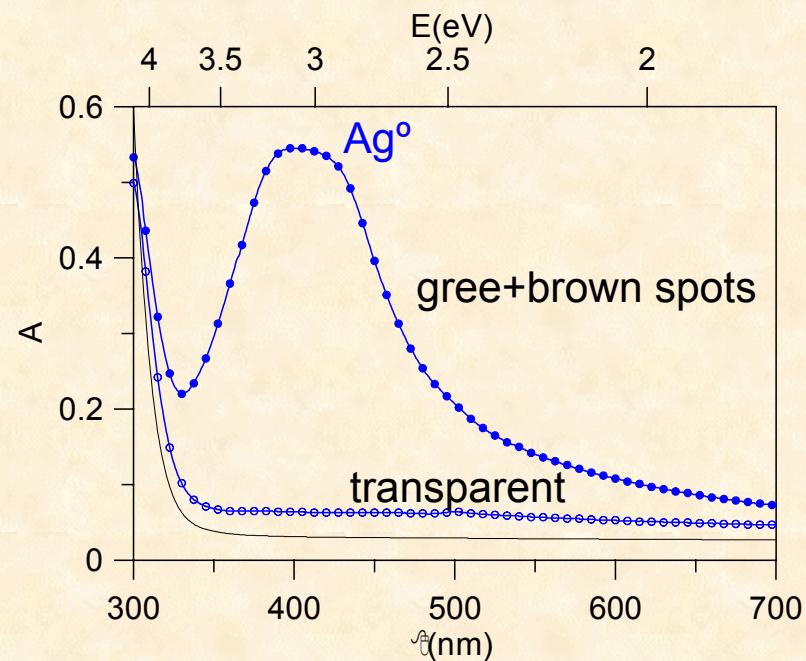
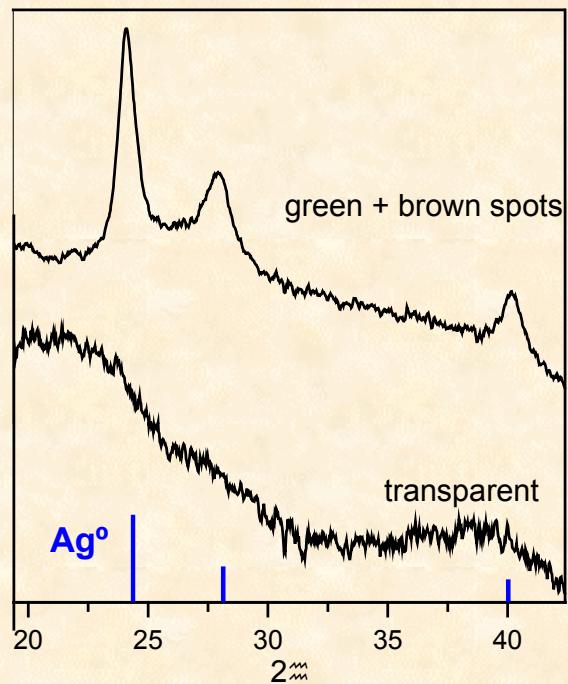
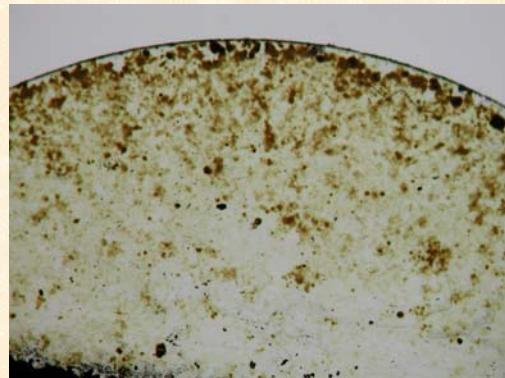


32



Producció de nanoparticules ?

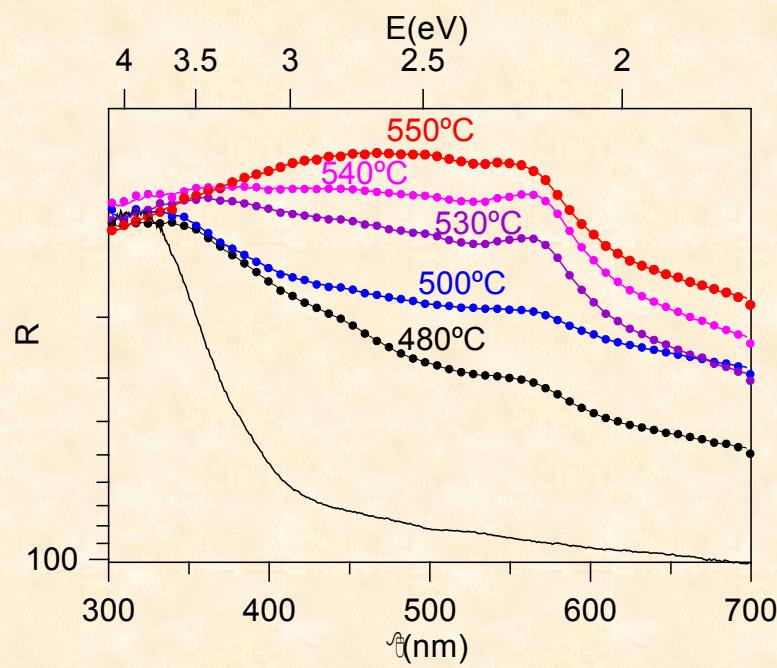
550°C, 30 min, vidre alcalí (6% Na₂O, 6%K₂O, 7%B₂O₃)



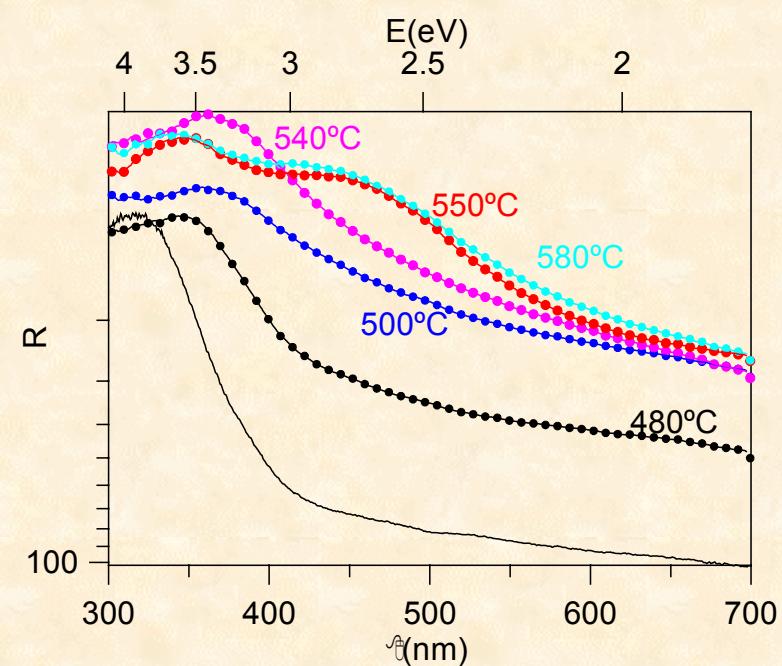
Reflectància espelular com un metall?

550°C, 15 min, vidrat mix (4% Na₂O, 4%K₂O, 9%B₂O₃, 28% PbO)

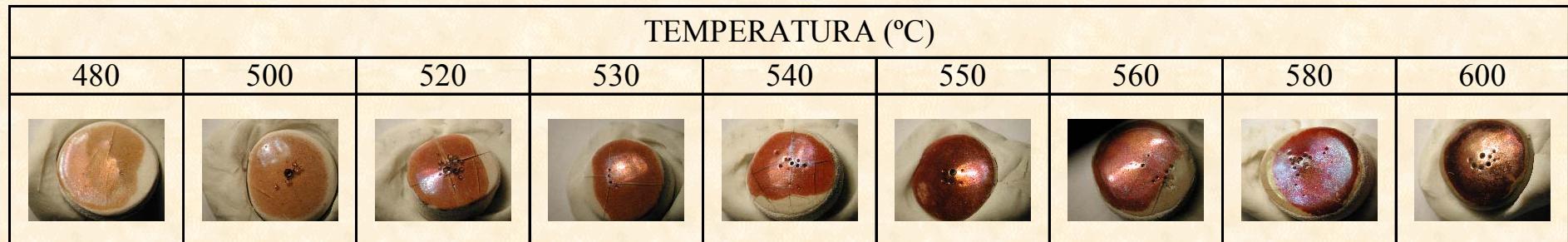
Coure



Plata



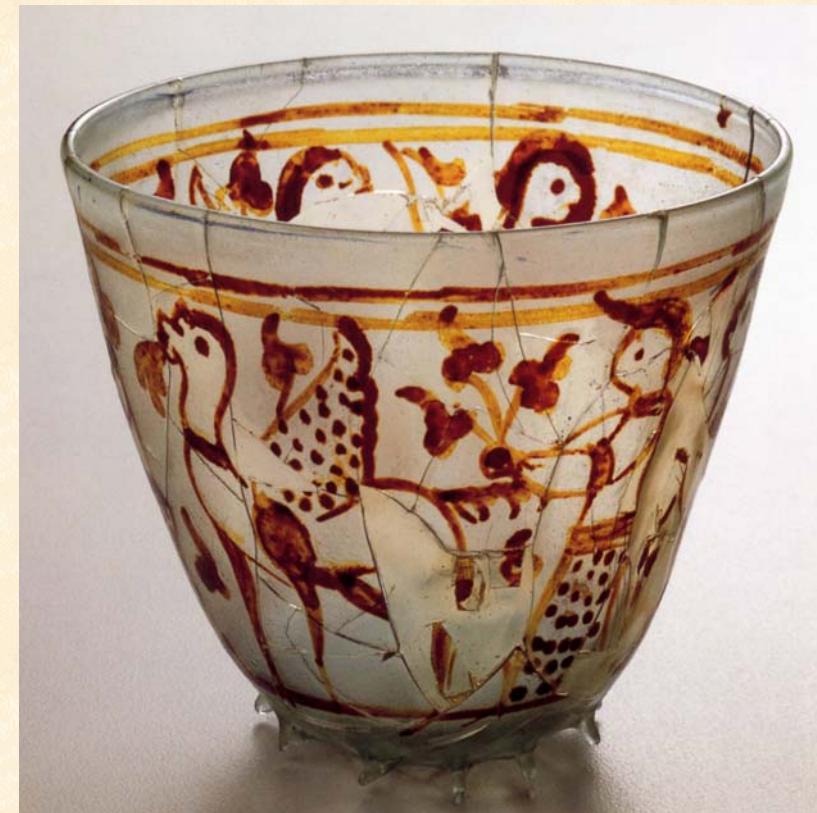
Dependència en la Temperatura?



*Reflectància especular com un metall :
Efecte Oseen*

- “Luster decoration of ceramics: Mechanisms of metallic luster formation”, T.Pradell, J.Molera, C.Bayés and P.Roura, App. Phys. A. (in press)
- “Key Parameters in the production of metallic nasocomposite glasses produced by the lustre technique”, C.Bayés, J.Molera , P. Roura, D.Crespo and T.Pradell, J. Phys. Chem B (submitted)

lustre metà·lic i vidre alcalí ???



Egypt 8th AD



Syria 12th AD

lustre amb reflectància metàl·lica ?

550°C, Ar+varigon, 30 min

- Cu lustres :
 - SPR : 10-20 nm Cu^o particles
 - EXAFS : 40%Cu⁺ + 60%Cu^o
 - XRD : cuprite + Cu^o
 - Microprobe : 5 at% Cu
- Ag lustres :
 - SPR : 6-30 nm Ag^o particles
 - EXAFS : 100% Ag^o
 - XRD : Ag^o
 - Microprobe : 5 at% Ag

Perque només en vidres amb plom ?

- Particules més grans
- Reducció de la distància entre particules : capes de lustre més primes.
- Organització de les partícules en la capa de lustre : ordre a llarg abast



Publications

- “*Luster pottery from the 13th to the 16th century: a nanostructured thin metallic film*”. J.Pérez-Arantegui, J.Molera, A.Larrea, T.Pradell, M.Vendrell-Saz, I.Borgia, B.G.Brunetti, J. Am. Ceram. Soc. **84**(2), 442-446 (2001).
- “*Lustre recipes from a medieval workshop in Paterna*”, J. Molera, M. Mesquida, J. Pérez-Arantegui, T. Pradell and M. Vendrell. Archaeometry **43**(4), 455-460 (2001).
- “*MicroEXAFS study into the oxidation states of copper coloured Hispano-Moresque lustre decorations*”. A.D. Smith, T. Pradell, J. Molera, M. Vendrell, M.A. Marcus and E. Pantos. J. de Physique.IV, **104**, 519-522 (2002)
- *Some aspects of the characterization of decorations on ceramic glazes* ,J. Pérez-Arantegui, A. Larrea, J. Molera, T. Pradell, M. Vendrell-Saz, Applied Physics A, **79**(2), 235-239 (2004)
- “*The role of cinnabar in Middle Age lustre pottery production technology: an X-ray Diffraction investigation*”, J. Molera, J. Pérez- Arantegui, T. Pradell, M.Vendrell, M. Roberts and M. Pantos, J. Amer.Ceram. Soc. **79**(6),1018-1023 (2004)
- “*Ionic exchange mechanism in the formation of medieval lustre decorations*”, T.Pradell, J.Molera, J.Roque, A.D.Smith, D.Crespo, E.Pantos and M.Vendrell-Saz, J. Amer.Ceram. Soc. **88**(5), 1281-1289 (2005)
- “*Evidence of nucleation and growth of metal Cu and Ag nanoparticles in lustre : AFIM surface characterisation*”, J.Roque, T.Pradell, J.Molera and M.Vendrell-Saz, J. Non-Cryst. Sol. **351**, 568-575 (2005)
- “*Luster decoration of ceramics: Mechanisms of metallic luster formation*”, T.Pradell, J.Molera, C.Bayés and P.Roura, App. Phys. A. (in press)
- “*Key Parameters in the production of metallic nasnccomposite glasses produced by the lustre technique*”,C.Bayés, J.Molera , P. Roura, D.Crespo and T.Pradell, J. Phys. Chem B (submited)